

## САМОКАЛИБРУЮЩИЙСЯ ТЕРМОМЕТР НА ОСНОВЕ ТОЧЕК ПЛАВЛЕНИЯ. КОНСТРУКЦИЯ И АЛГОРИТМЫ РАБОТЫ

*М.Д. Белоусов, В.В. Дьячук, Д.А. Мирзаев, А.Л. Шестаков*

## SELF-CALIBRATING THERMOMETER BASED ON MELTING POINTS. CONSTRUCTION AND OPERATION ALGORITHMS

*M.D. Belousov, V.V. Dyachuk, D.A. Mirzaev, A.L. Shestakov*

В связи с широким использованием микропроцессоров в средствах измерения возникает задача совершенствования характеристик средств измерения за счёт появившихся вычислительных возможностей. Наиболее перспективным направлением этого развития сегодня считается создание средств измерения с оценкой собственного состояния в процессе работы, в том числе самостоятельная калибровка и градуировка средств измерения. В данной работе предлагаются конструкция и принцип работы самокалибрующегося сенсора температуры на основе точек плавления.

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

There is a problem of characteristics perfection of measurement means due to the appeared computing opportunities and with wide use of microprocessors in measurement means. The creation of measurement means with an estimation of own condition during work, including independent calibration and graduation is the most perspective direction of this development today. The design and a work principle of a selfcalibrated temperature sensor is offered on the basis of melting points.

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

### Введение. Постановка задачи

Для самодиагностики средств измерения температуры в процессе работы принципиально возможно использовать точки плавления чистых веществ или эвтектических сплавов, если поместить в конструкцию термометра ампулу с веществом (или сплавом), точка плавления которого известна с высокой точностью. При этом для полной экстраполяции индивидуальной зависимости сопро-

тивления платинового термосопротивления от температуры в области положительных температур [1] необходимо использовать 3 калибровочные точки.

В процессе исследований, были выявлены и проанализированы зарубежные научные разработки, направленные на создание самокалибрующихся сенсоров температуры на основе точек плавления – разновидности фазовых переходов 1-го рода [2]. Представленные конструкция нетехнологичны, так

---

**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

---

**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 (Physical-Mathematical), 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

как в процессе плавления/затвердевания изменяется объём вещества, что приводит к появлению механических напряжений, способных разрушить термометр. Кроме того, использование нескольких веществ с различными температурами плавления в выявленных конструкциях не представляется возможным.

Существенной проблемой создания сенсоров на основе точек плавления является загрязнение эталонного вещества вследствие диффузии. Поэтому создание конкурентоспособных сенсоров с оценкой собственного состояния в процессе работы видится возможным лишь в области относительно низких температур, примерно от  $-50$  до  $+250$  °С. Данный температурный диапазон широко востребован в технике.

#### **Конструкция и принцип работы термометра**

Созданный нами сенсор представляет собой серийно изготавливаемый платиновый пленочный сенсор с нанесенным специальным покрытием, состоящим из смеси порошков специальных сплавов, замешанных в самотвердеющей жидкости. В качестве порошков используются сплавы с низкой температурой плавления. Физически вещество сплава будет представлять собой порошок, замешанный в затвердевающем упругом основании (например, в автомобильном герметике), сохраняющем свои свойства во всём диапазоне рабочих температур термометра. Платиновый чувствительный элемент будет покрыт слоем полученной субстанции.

В процессе калибровки термометра после изготовления, при переходе температуры сплава через точку плавления, температура и сопротивление платинового сенсора будут на некоторое время стабилизированы. Это вызвано тем, что тепловые потоки, проходящие через плавящееся вещество специального сплава, приводят к изменению агрегатного состояния вещества практически без изменения температуры последнего. Точку стабильности сопротивления сенсора можно обнаружить с помощью микропроцессора термометра, а температуру плавления используемого сплава измерить с помощью эталонного термометра. Значение температуры плавления будет записано в память микропроцессора.

В процессе эксплуатации термометра, при переходе измеряемой температуры через точку плавления, температура и сопротивление платинового сенсора также будут на некоторое время стабилизированы по вышеназванным причинам. Точку стабильности сопротивления сенсора также можно обнаружить с помощью микропроцессора термометра, а температуру плавления используемого сплава, записанную в памяти процессора термометра, можно будет сравнить с температурой, измеренной с помощью платинового термосопротивления. Разница этих температур будет являться абсолютной погрешностью термометра при дан-

ной измеренной температуре, что позволит скорректировать зависимость платинового сопротивления от температуры и увеличить тем самым точность измерения.

Данное техническое решение охраняется патентом РФ на полезную модель [3], ведется дальнейшая патентная работа [4].

#### **Физическая модель**

При помещении термометра в среду, обладающую более высокой температурой  $T_c$ , чем сенсор термометра, через внешнюю поверхность термометра начнёт протекать тепловой поток:

$$Q = Sq, \quad (1)$$

где  $S$  – площадь поверхности;  $q$  – удельный тепловой поток, зависящий от разности температуры среды  $T_c$  и температуры сенсора  $T$ . При малой разности температур этот поток всегда можно записать в форме

$$q = \alpha(T_c - T), \quad (2)$$

где  $\alpha$  – коэффициент теплообмена, который в общем случае может зависеть от температуры.

Введём  $V$  – объём термометра,  $\hat{C}$  – его удельную, среднюю теплоёмкость. Составим уравнение теплового баланса:

$$\hat{C}VdT = \alpha S(T_c - T)dT. \quad (3)$$

Отсюда следует уравнение нагрева термодатчика

$$\frac{dT}{T_c - T} = \frac{\alpha S}{\hat{C}V} dt, \quad (4)$$

где  $T$  – температура,  $t$  – время нагрева. Проинтегрировав (4), получим:

$$-\ln(T_c - T) = \beta t - \ln(C), \quad (5)$$

где

$$\beta = \frac{\alpha S}{\hat{C}V}; \quad (6)$$

$C$  – константа интегрирования, которую сложно найти из начального условия: при  $t = 0$  температура сенсора равна начальной температуре  $T_n$ . Следовательно  $C = (T_c - T_n)$ , а решение примет вид

$$\frac{T_c - T}{T_c - T_n} = e^{-\beta t}. \quad (7)$$

При  $t \rightarrow \infty$  температура сенсора стремится к температуре среды. Из выражения (3) следует, что скорость нагрева  $W_0$  зависит от разности  $T_c - T_n$ :

$$W_0 = \frac{dT}{dt} = \beta(T_c - T). \quad (8)$$

Поэтому для решения задачи в окрестности точки плавления требуется постоянное по времени приращение температуры. Широко встречающаяся на практике экспоненциальная зависимость температуры от времени, присущая процессам скачкообразного изменения мощности (в большом разрешении вблизи точки плавления весьма близка к требуемой линейной зависимости) может быть использована для решения поставленной задачи.

В случае, если сенсор термометра имеет тепловой контакт с веществом (металлом или спла-

вом), температура плавления которого лежит между начальной температурой термометра  $T_n$  и температурой среды термостата  $T_c$ , то в процессе нагрева будет происходить плавление – процесс, идущий с поглощением тепла. Плавление происходит не мгновенно, оно начинается с образования зародышей жидкой фазы, которые затем растут, постепенно увеличивая во времени превращённый в жидкость объём. Обозначим через  $V^*$  величину превращённого в жидкость объёма, зависящую от времени  $t_1$ , отсчитанного от первого момента достижения температуры плавления. Обычно величину  $f$  обозначают как объёмную долю или степень превращения (оплавления):

$$f = \frac{V^*}{V}. \quad (9)$$

Учтём также, что плавление сопровождается поглощением теплоты. Пусть  $h$  – теплота плавления, рассчитанная не на единицу объёма сплава, а на единицу объёма термометра, т. е.

$$h = h_0 \frac{V_{\text{спл}}}{V}, \quad (10)$$

где  $h_0$  – удельная теплота плавления сплава;  $V_{\text{спл}}$  – объём порошка сплава, введённого в термометр;  $V$  – объём рабочей части сенсора термометра.

Если плавление началось, то условие теплового баланса (3) теперь изменится:

$$\hat{C}VdT + hVdf = \alpha S(T_c - T)dt. \quad (11)$$

Скорость нагрева, которая чуть ниже  $T_{\text{пл}}$ , определялась из выражения (8), а выше  $T_{\text{пл}}$  – принимает вид

$$\frac{dT}{dt} = W_0 - \frac{h}{\hat{C}} \frac{df}{dt_1}. \quad (12)$$

Очевидно, что  $dt_1 = dt$ . Итак, начиная с температуры плавления, скорость нагрева уменьшается и может стать равной нулю, если скорость образования жидкой фазы  $df/dt$  окажется достаточно большой, чтобы выполнялось условие:

$$W_0 - \frac{h}{\hat{C}} \frac{df}{dt} = 0. \quad (13)$$

Кривая нагрева в этом случае должна иметь вид, показанный на рис. 1.

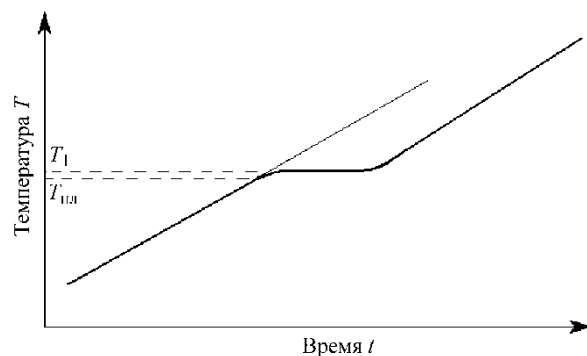


Рис. 1. Схема изменения температуры при нагреве образца, испытавшего плавление. Тонкая линия – касательная к графику, проведённая слева от точки плавления

Существует горизонтальная площадка, на которой  $dT/dt = 0$ . Такие кривые характерны при записи температуры плавящихся металлов, когда сенсор температуры в защитной арматуре опущен в глубь металла.

Выдающийся шведский термохимик и физик Матс Хиллерт считает, что для такого варианта измерения точку плавления следует измерять по температуре горизонтальной площадки  $T_1$ . Наши исследования подтверждают его гипотезу.

В разрабатываемом нами методе внутрь образца помещается относительно небольшое количество плавящегося порошка. Поэтому фактическая величина удельного теплопоглощения  $h$ , определённого выражением (11), оказывается малой, недостаточной, чтобы удовлетворить условию (13), значит при температуре плавления должна наблюдаться минимальная, хотя и не равная нулю, скорость охлаждения.

Для проверки полученной физической модели работы сенсора создан макет, представляющий из себя сенсор из трёх специально подобранных сплавов для перекалибровки платинового сенсора.

#### Изготовление макета сенсора температуры

Для изготовления сенсора использовалось платиновое плёночное термосопротивление. Провода изолированы фарфоровой солодкой, часть проводов порядка 30 мм, прилегающих к сенсору, оставлены открытыми от солодки.

Для изготовления макета сенсора использовались следующие сплавы.

1. Сплав Розе. Химический состав: висмут 50 %, свинец 28 %, олово 22 %. Справочная температура плавления 100 °С.

2. Сплав Вуда. Химический состав: висмут 51 %, свинец 25 %, олово 14 %, кадмий 10 %. Справочная температура плавления 67 °С.

3. Сплав без названия. Химический состав: висмут 47,7 %, индий 19,1 %, олово 8,3 %, кадмий 5,3 %, свинец 22,6 %. Справочная температура плавления 47 °С.

Сплавы подбирались таким образом, чтобы входящие в их состав элементы имели минимальную химическую инертность и были минимально ядовитыми.

Порошки перемешивались с автомобильным герметиком ABRO RED [5], с максимальной рабочей температурой 343 °С, а затем полученной субстанцией был покрыт платиновый сенсор и прилегающая к нему часть открытых проводов, после чего происходила полимеризация состава. Фотография полученной субстанции отдельно приведена на рис. 2.

Выбитый из центра субстанции образец использован для дифференциально-термического анализа. Фотография макета сенсора, покрытого полученной субстанцией, приведена на рис. 3.

Этапы изготовления макета сенсора приведены на рис. 4, 5.



Рис. 2. Фотография полученной смеси порошков в самоотвердевающей жидкости



Рис. 3. Фотография макета сенсора, покрытого полученной смесью порошков в самоотвердевающей жидкости

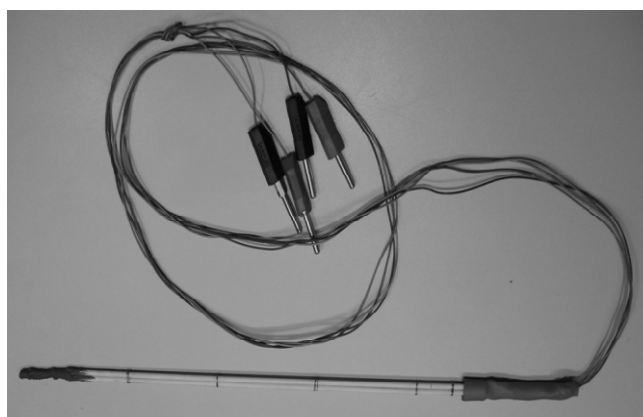


Рис. 4. Макет сенсора с соединительными проводами

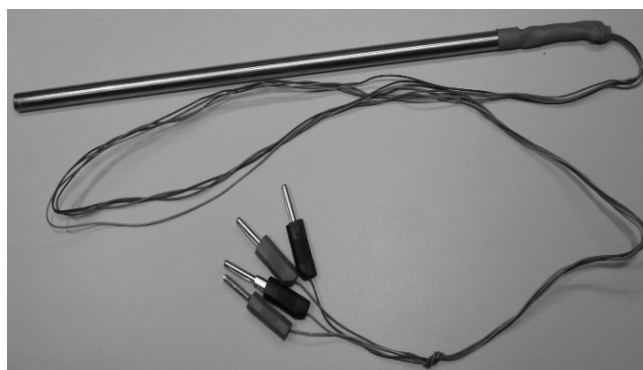


Рис. 5. Готовый макет сенсора

Полученный макет подвергся дальнейшим исследованиям.

#### **Дифференциально-термический анализ образца смеси порошков с герметиком**

Результаты дифференциально-термического анализа приведены на рис. 6.

В результате испытаний на установке дифференциально-термического анализа получены следующие данные:

- три точки фазовых переходов исследуемого материала обнаружены и различимы;
- точки затвердевания сплавов не совпадают с точками плавления.

Наличие различных точек плавления и затвердевания объясняется следующим:

1) в малых каплях жидкости, вследствие сил поверхностного натяжения, возникают большие давления, которые смещают точку затвердевания в область более низких температур;

2) в малых каплях жидкости при остывании, вследствие отсутствия очагов затвердевания (которыми обычно являются какие-либо неоднородности, в том числе внешние), образуется переохлаждённая жидкость.

На основе полученных данных в исследуемой конструкции необходимо ограничиться использованием только точек плавления.

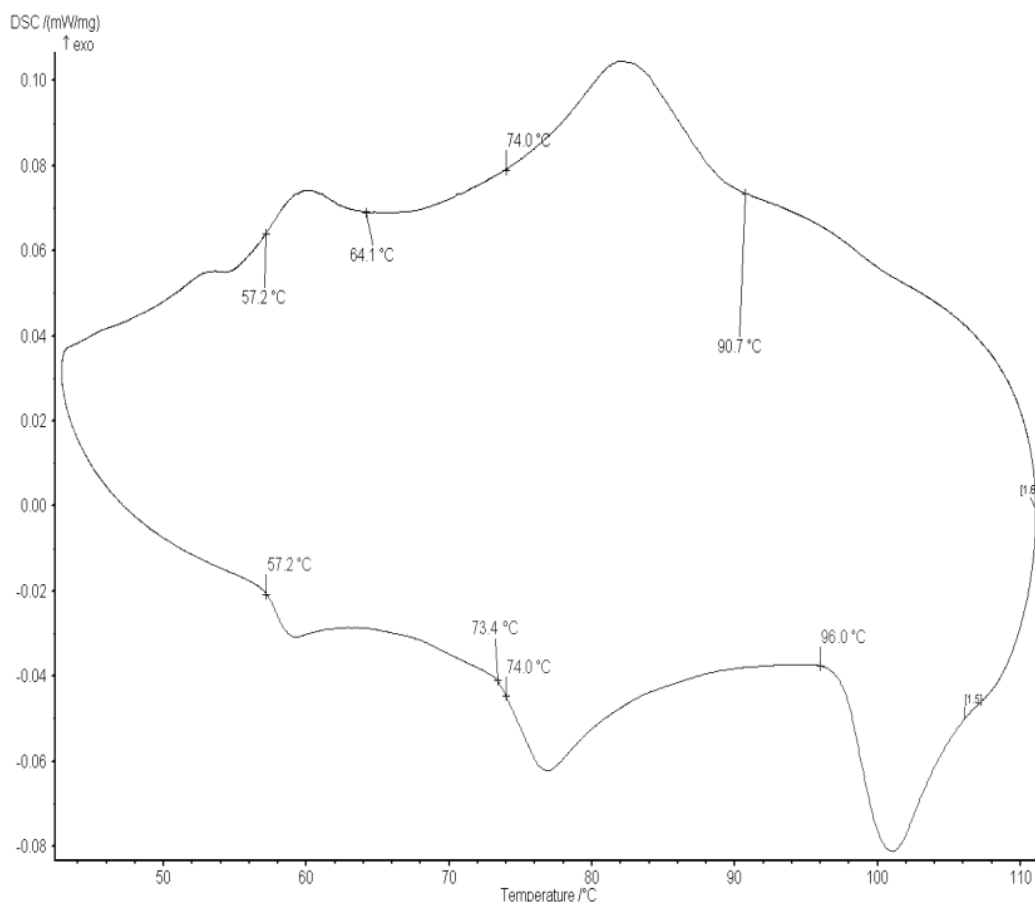


Рис. 6. Результаты дифференциально-термического анализа

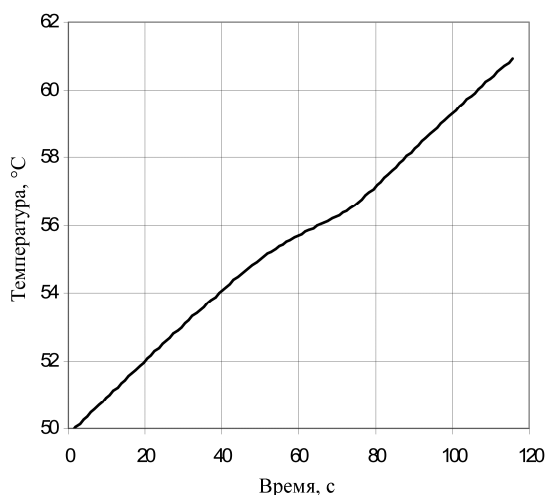


Рис. 7. Температура макета сенсора от времени при нагреве в окрестности температуры точки плавления 1-го сплава

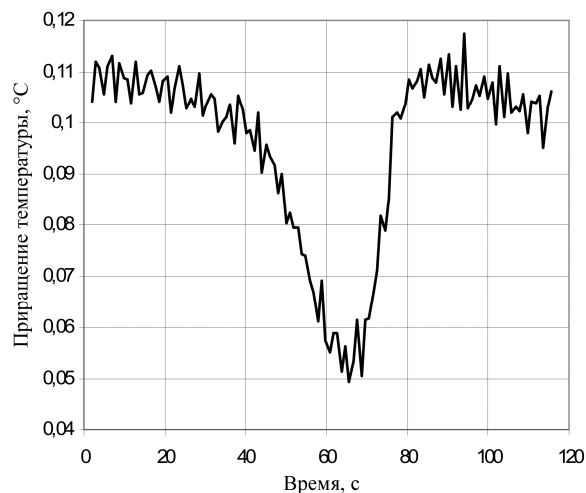


Рис. 8. Приращение температуры макета сенсора в окрестности точки плавления 1-го сплава

На основании вышеизложенного в данном пункте испытания на установке дифференциально-термического анализа следует считать успешными промежуточными испытаниями.

#### Испытания работающего макета сенсора

С помощью эталона температуры были получены индивидуальные зависимости сопротивления

сенсора от температуры в окрестности точек плавления сплавов, а затем с их помощью в процессе нагрева с разными скоростями были измерены значения точек плавления вышеназванных сплавов.

Результаты в окрестности точки плавления 1-го сплава в графическом виде приведены на рис. 7.

Горизонтального участка на кривой нет, но изменение наклона налицо. Полученная законо-

**Самокалибрующийся термометр на основе точек плавления.  
Конструкция и алгоритмы работы**

мерность становится еще более явной, если построить численную зависимость приращения температуры между измерениями от времени на рис. 8.

Результаты в окрестности точки плавления 2-го сплава в графическом виде приведены на рис. 9, 10. Скорость нагрева и в этом случае не достигает

нулевого значения. Наблюдается минимум, соответствующий моменту времени примерно 64 с.

Аналогичные кривые изменения температур и скоростей нагрева сплава 3 через точку плавления, показаны на рис. 11, 12 соответственно.

Характер поведения кривых температур и скоростей нагрева остался таким же, как для спла-

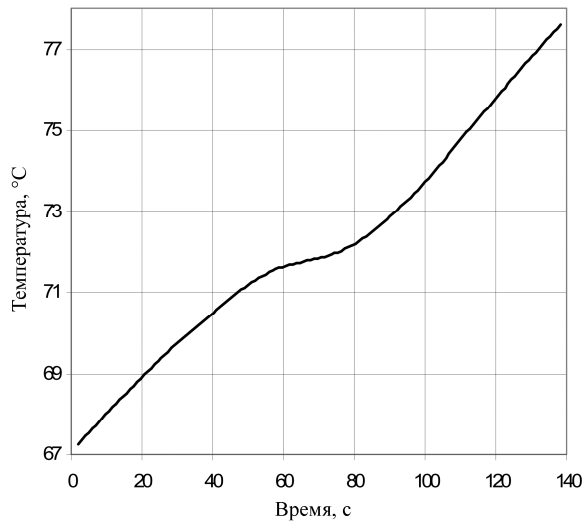


Рис. 9. Температура макета сенсора от времени при нагреве в окрестности температуры точки плавления 2-го сплава

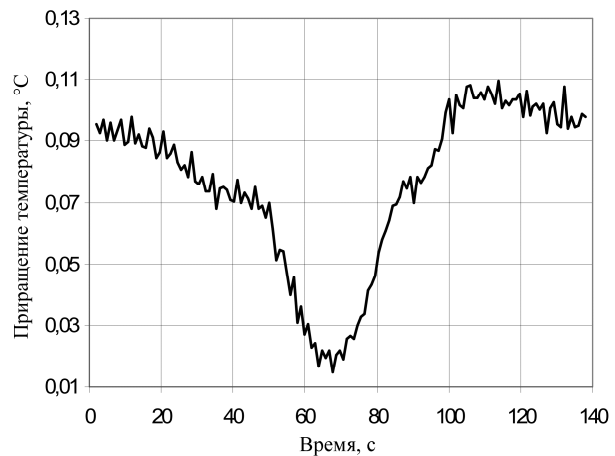


Рис. 10. Приращение температуры макета сенсора в окрестности точки плавления 2-го сплава

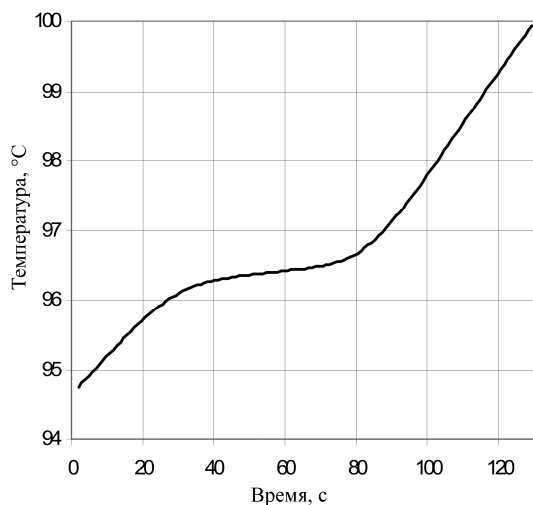


Рис. 11. Температура макета сенсора от времени при нагреве в окрестности температуры точки плавления 3-го сплава

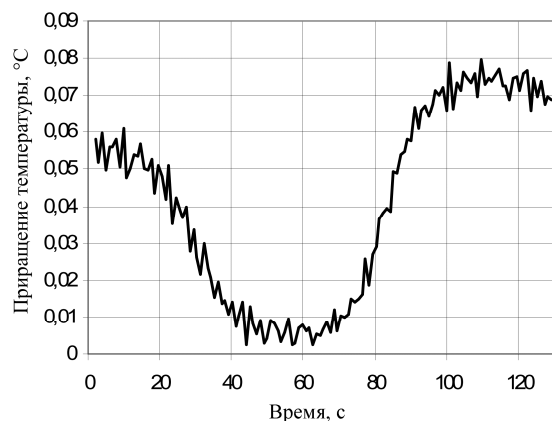


Рис. 12. Приращение температуры макета сенсора в окрестности точки плавления 3-го сплава

**Измеренные точки плавления сплавов для различных циклов нагрева**

Точки плавления в циклах при различных скоростях нагрева, °C								
1-й сплав			2-й сплав			3-й сплав		
0,62 °C/c	0,2 °C/c	0,055 °C/c	0,32 °C/c	0,13 °C/c	0,02 °C/c	0,1 °C/c	0,08 °C/c	0,005 °C/c
55,88	56,38	56,01	72,08	72,06	71,79	96,25	96,41	96,41
		56,02			71,80			96,41
		56,05			71,79			96,41
		56,00			71,78			96,40
		56,02			71,80			96,41
		56,04			71,79			96,41

ва 1: перегиб на кривой температур и минимум на кривой скорости нагрева.

Найденные температуры плавления различных скоростей для циклов нагрева от +10 до +110 °С приведены в таблице.

Ожидается, что при снижении скорости изменения температуры либо увеличении массы соответствующих сплавов могут быть достигнуты любые необходимые точности для всех точек плавления.

Таким образом, с высокой точностью получены значения температур плавления созданных сплавов, помещённых в конструкцию макета термометра. Значения сопротивления сенсора в точках плавления вместе со значениями полученных температур плавления позволят перекалибровать термометр в процессе работы в области положительных температур.

### Старение макета сенсора

Для оценки долговременной стабильности характеристик предложенной конструкции было произведено старение макета сенсора в течение 1000 часов эксплуатации при температуре +110 °С.

В промежуточных точках старения по вышеописанной методике производились индивидуальные калировки сенсора с помощью эталона температуры и измерялись точки плавления сплавов. Результаты приведены в графическом виде на рис. 13–15.

Из приведенных рисунков видно, что характеристики 1-го сплава подверглись существенному изменению вследствие старения, однако они стабилизировались во времени. Характеристики 2-го и 3-го сплава не подверглись существенному изменению в процессе старения. Поэтому при искусственном старении сенсоров рассматриваемые сплавы годны для создания сенсоров с самостоятельной калировкой в процессе работы. Более того, использование сенсоров одной серии позволит создать парные термометры для измерения разности температур с еще лучшими характеристиками вследствие их синхронного старения в однотипных условиях.

### Заключение

1. Разработан принципиально новый метод измерения температур плавления эталонных металлов и сплавов, включенных в конструкцию

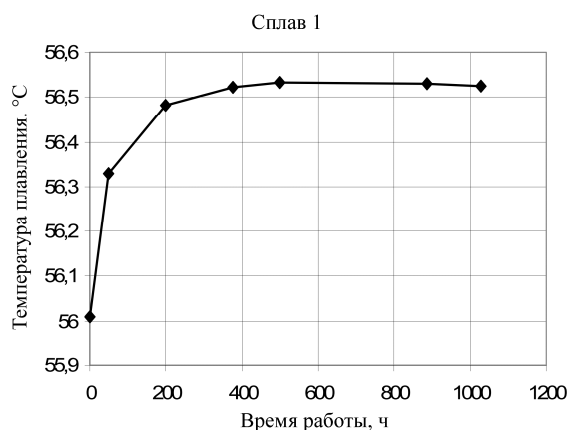


Рис. 13. Старение 1-го сплава сенсора

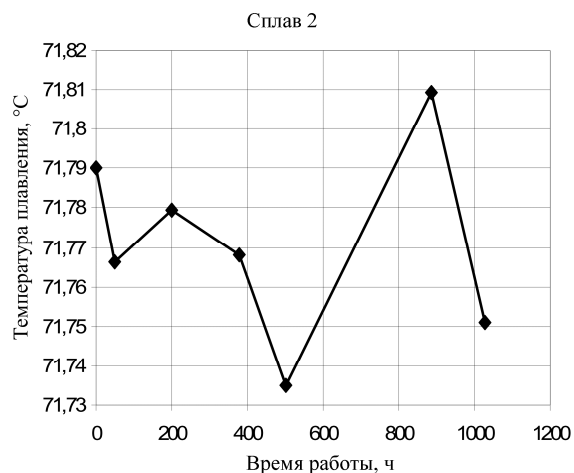


Рис. 14. Старение 2-го сплава сенсора

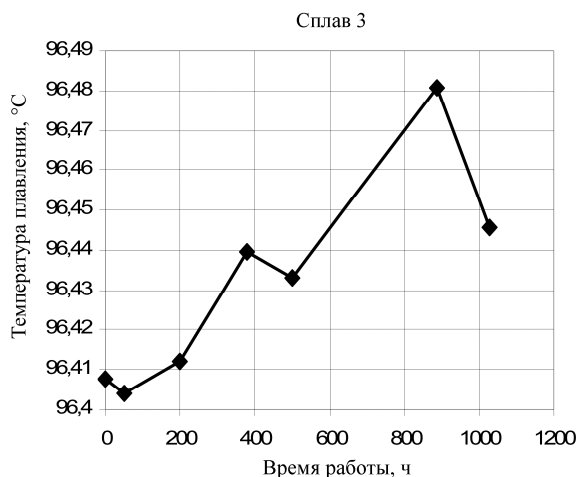


Рис. 15. Старение 3-го сплава сенсора

термометра. Температура измеряется по положению минимума скорости нагрева, которая рассчитывается микропроцессором термометра как производная от температуры по времени. Установленная точность определения температуры этим методом (при необходимой малой скорости изменения температуры по времени) значительно превышает точность используемого сенсора.

Была предложена, изготовлена и проверена экспериментально конструкция сенсора термометра, в которой были одновременно введены порошки всех трёх упомянутых выше сплавов, что позволяет полностью восстановить индивидуальные коэффициенты полинома преобразования сопротивления сенсора в температуру. При этом предложенная конструкция самокалибрующегося сенсора не увеличивает существенным образом себестоимость изготовления термометра.

Запись кривых изменения во времени нагрева электросопротивления с последующим пересчётом последнего в температуру позволила установить, что все три температуры плавления надёжно фиксировались на кривых «скорость нагрева – время (температура)». Положение минимумов скорости нагрева по температуре при необходимых скоростях изменения температуры не изменялось существенным образом в процессе эксперимента. Точки плавления точно соответствовали данным таблицы.

2. Предложена и создана конструкция сенсора на базе микропроцессора и платинового термосопротивления с тремя легкоплавкими эвтектическими сплавами, которые зарекомендовали себя как точки воспроизведения эталонной температуры, с помощью которых возможна самостоятельная калибровка сенсора термометра в процессе эксплуатации.

3. Показана принципиальная возможность создания сенсоров нового поколения, когда сразу несколько точек плавления различных металлов и

сплавов, включенных в состав термометра, позволят производить полную перекалибровку сенсора в процессе работы.

4. Произведено старение макета сенсора в течение 1000 часов эксплуатации при температуре +110 °С. Полученные результаты подтверждают стабильность точек плавления исследуемых сплавов.

5. На основании вышесказанного предложенную конструкцию сенсора на основе проведённых опытов следует признать весьма успешной, годной к началу опытно-конструкторских работ. Однако требуется НИР для уточнения зависимости скорости нарастания температуры и количества сплава на точность калибровки.

#### **Литература**

1. ГОСТ Р 8.625–2001. Государственная система обеспечения единства измерений. Термометры сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний.

2. APPLICATION OF SELF-CALIBRATING THERMOCOUPLES WITH MINIATURE FIXED-POINT CELLS IN A TEMPERATURE RANGE FROM 500 °C TO 650 °C IN STEAM GENERATORS – <http://www.imeko.org/publications/wc-2003/PWC-2003-TC12-005.pdf>

3. Пат. 91426 Российская Федерация, G01K7/00. Контактный измеритель температуры с самостоятельной градуировкой / М.Д. Белюсов, А.Л. Шестаков, А.С. Семёнов, В.В. Дьячук; заявитель и патентообладатель Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования «Юж.-Урал. гос. ун-т» (ГОУ ВПО «ЮУрГУ») (RU). – № 2009140943/22; заявл. 05.11.09 ; опубл. 10.02.10, Бюл. № 27. – 13 с.: ил.

4. Заявка на полезную модель «Контактный измеритель температуры» зарегистрирована в Роспатенте под № 2012138019 (061635) от 05.09.2012.

5. Силиконовый герметик – прокладка ABRO. – [http://www.abro.ru/prod\\_abro4\\_uid6.htm](http://www.abro.ru/prod_abro4_uid6.htm)

**Поступила в редакцию 3 декабря 2012 г.**