Автоматизация управления термостатами государственного специального эталона единицы удельной теплоемкости твердых тел ГЭТ 67-75 в диапазоне температур 1337 — 1800 К с помощью оборудования ОАО НПП "Эталон"

Малышев Ю. О., инж.

"ОАО НПП "Эталон", Омск

Описано устройство государственного специального эталона ГЭТ 67-75 и его калориметрической установки. Приведены результаты работ по улучшению стабильности поддержания температуры в термостатах калориметрической установки, достигнутые при помощи оборудования ОАО НПП "Эталон".

Ключевые слова: калориметрическая установка, эталон единицы удельной теплоемкости твердых тел, жидкостный термостат, автоматизация, модернизация.

Государственный специальный эталон ГЭТ 67-75 согласно ГОСТ 8.159-75 предназначен для воспроизведения и хранения единицы удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур 1337 – 1800 К и передачи размеров единицы с помощью рабочих эталонов и образцовых средств измерений рабочим средствам измерений, применяемым в промышленности. Эталон ГЭТ 67-75 располагается в Екатеринбурге в ФГУП "УНИИМ". Он включает в себя калориметрическую установку Н-1, комплекс измерительной аппаратуры и специальную меру удельной теплоемкости из синтетического корунда по ГОСТ 9618-61 (рис. 1).

Частичная автоматизация эталона ГЭТ 67-75 с помощью оборудования ОАО НПП "Эталон" касалась калориметрической установки Н-1 и была выполнена в 2011 и 2012 гг. Ка-



Рис. 1. Внешний вид государственного специального эталона единицы удельной теплоемкости твердых тел ГЭТ 67-75 в диапазоне температур 1337 — 1800 К

лориметрическая установка H-1 состоит из жидкостного калориметра с изотермической оболочкой и двух высокотемпературных термостатов: один (основной) — на диапазон $1173-1800~\mathrm{K}$ и второй (дополнительный) — на диапазон $400-1173~\mathrm{K}$.

Жидкостный калориметр с изотермической оболочкой представляет собой массивный жидкостный термостат объемом 70 л, в котором располагается калориметр (рис. 2). Назначение термостата — поддержание в

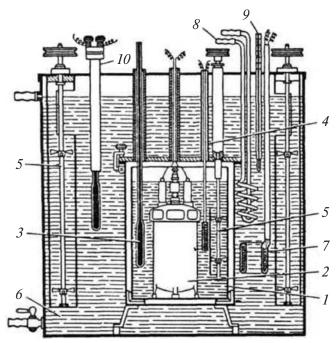


Рис. 2. Схема жидкостного калориметра с изотермической оболочкой:

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

своем объеме температуры 25 °C со стабильностью $\pm\,0,001$ °C в процессе измерения удельной теплоемкости меры. В качестве теплоносителя в этом термостате используется вода.

Основной термостат — это вертикальная высокотемпературная печь на диапазон температур 1173 – 1800 K (на рис. 1 — зеленый цилиндр, расположенный справа). Эта печь имеет два нагревателя: охранный обеспечиванагрев внутреннего объема печи до $1000~^{\circ}$ С, основной — от 1000~ до $1500~^{\circ}$ С. Каждый нагреватель имеет по три обмотки для обеспечения вертикального градиента температуры вдоль оси рабочего пространства термостата. Дополнительный термостат — это вертикальная печь на диапазон 400 – 1173 К (на рис. 1 — зеленый цилиндр, расположенный слева). Эта печь имеет трехобмоточный нагреватель для обеспечения градиента в рабочем объеме. Основной и дополнительный термостаты должны обеспечивать стабильность поддержания температуры ± 0.3 °С/ч.

В общем случае при измерении удельной теплоемкости меры или образца материала эталон работает следующим образом. Меру удельной теплоемкости взвешивают в рабочем объеме одного из термостатов (основного или дополнительного) на платиновой проволоке, при этом меру или образец материала помещают в специальную ампулу. Термостат с мерой выводят на требуемую температуру, а термостат калориметра — на температурный режим 25 °C. После вывода термостатов на температурные режимы платиновую проволоку, на которой подвешена мера, пережигают с помощью электрического тока, и мера из термостата падает в приемник, расположенный в термостате калориметра. Контрольный термометр фиксирует изменение температуры в термостате калориметра, вызванное нагретой мерой, и по результатам измерений рассчитывают удельную теплоемкость меры.

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

До 2011 г. регулирование температуры в термостатах калориметрической установки осуществляли с помощью аналоговых регуляторов температуры P-133, изготовленных в

80-е годы двадцатого века. Эти регуляторы обеспечивают ПИД-закон регулирования, но все его настройки коэффициентов должны выполняться оператором вручную. В 2011 г. управление термостатом калориметра и дополнительным термостатом было заменено на цифровой микропроцессорный блок управления БУ-7 производства ОАО НПП "Эталон", а в 2012 г. такая же замена была сделана и у основного термостата.

В конструкции термостата калориметра имеются два нагревателя: один основной мощный нагреватель обеспечивает нагрев 70 л воды до температуры, близкой к 25 °C, а второй дополнительный нагреватель позволяет точно вывести термостат на температуру 25 °C, но очень медленно. Поэтому в процессе работы приходилось долго ждать режима стабильности в термостате калориметра. Прменение БУ-7 позволило отказаться от использования дополнительного нагревателя и обеспечить выход на температуру 25 °C с требуемой стабильностью только на одном основном нагревателе.

Применение блока управления БУ-7 позволило отказаться от использования дополнительного нагревателя и обеспечить выход на температуру 25 °C с требуемой стабильностью только при одном основном нагревателе. Блок управления БУ-7 обеспечивает адаптивный алгоритм регулирования и позволяет добиться требуемой стабильности поддержания температуры в термостатах с двойным запасом. Стабильность поддержания температуры в основном термостате при температуре 1400 °C и в дополнительном термостате при температуре 1100 °C не превысила ± 0,15 °C/ч.

Для удобства работы специалистами ОАО НПП "Эталон" разработано сервисное программное обеспечение, позволяющее одновременно управлять работой всех термостатов и их нагревателей с помощью одного персонального компьютера.

Таким образом, можно сказать, что частичная автоматизация управления термостатами специального государственного эталона ГЭТ 67-75 успешно завершена. В настоящее время специалисты Φ ГУП "УНИИМ" ведут работы по автоматизации процесса измерения удельной теплоемкости.

Блок управления БУ-7 показал хорошие результаты по регулированию и помехоустойчивости, поэтому, начиная с декабря 2012 г., все метрологическое оборудование, выпускаемое ОАО НПП "Эталон" (термостаты и печи), комплектуется этими блоками.

fgup@omsketalon.ru