

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»

На правах рукопису

ПИЛИП'ЮК
Василь Євгенович

УДК 621.396

ВИСОКОТОЧНІ ЯКР ТЕРМОМЕТРИ

Спеціальність 05.11.04. — Прилади і методи вимірювання
теплових величин

А в т о р е ф е р а т

дисертації на здобуття наукового ступеню
кандидата технічних наук

Л Ъ В І В — 1 9 9 5

521.18.08
Дисертація є рукопис
Робота виконана у Львівському

Аб 33.520
ЛНБ України ім.В.Стефаніка



00761584 (V)

Науковий керівник :

доктор технічних наук
професор В.І.Лял

Науковий консультант:

кандидат фізико-математичних
наук, доцент А.М.Ленювенко

Офіційні опоненти:

доктор фізико-математичних
наук, професор В.Я.Прохоренко
кандидат технічних наук,
доцент Б.Я.Благітко

Провідне підприємство: НВО "Система", м.Львів

Захист відбудеться " 1 " 12 1995 року
о 14 год. 00 хв. на засіданні спеціалізованої вченої ради
Д 04.06.11 при Державному університеті "Львівська політехніка"
(290013, Львів, вул. Ст.Бандери, 12).

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Державного
університету "Львівська політехніка" (290013, Львів, вул. Профе-
сорська, 1).

Автореферат розісланий " 30 " 10 1995 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради,
кандидат технічних наук

Я.Т.Луцук

ЛНБ ім. В. Стефани
АН України

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність. На даний час найточніші вимірювання різних фізичних величин забезпечують квантові перетворювачі, які взяті за основу при створенні багатьох еталонів (наприклад, цезієвий еталон часу, еталон напруги на ефекті Джозефсона, еталон довжини і т.д.). В галузі термометрії найперспективнішим квантовим пристроєм є ЯКР термометр, що ґрунтується на температурній залежності частоти ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР) – явищі резонансного поглинання (або випромінювання) електромагнітних хвиль ядерною системою чутливого матеріалу, частота яких відповідає різниці енергій квадрупольних рівнів. Температурна залежність частоти ЯКР характеризується високою чутливістю і винятковою стабільністю, що дозволяє будувати на її базі термометри з високою точністю і відтворюваністю.

Незважаючи на високі потенційні можливості ЯКР термометра, реалізація їх на практиці зв'язана з труднощами перетворення ЯКР в зручний для вимірювання сигнал. На даний час за офіційними публікаціями існує тільки один промислово освоєний ЯКР термометр моделі 2571 (фірма YEW, Японія). Згаданий термометр вдалося розробити за сприятливих обставин: використання матеріалу з унікальними термометричними властивостями, який, однак, характеризується відносно вузьким робочим діапазоном (верхня межа складає 400 К). Наявні ж дослідження перспективних матеріалів вказують на можливість побудови ЯКР термометра з розширеним діапазоном вимірювання. Найбільша складність, яка стоїть на шляху створення такого термометра, пов'язана з мізерним проявом ЯКР при підвищених температурах і значною смугою частот резонансу в

досліджуваних матеріалах. Це потребує, перш за все, розробки якісно нових методів вимірвального перетворення ЯКР в таких матеріалах і на їх основі засобів вимірювання. Розв'язанню згаданих проблем і пов'язаних з ними досліджень присвячена дана робота.

Робота проводилась в рамках ініціативних і договірних науково-дослідних та дослідно-конструкторських робіт, які виконувались при безпосередній участі автора.

Метою дисертаційної роботи є теоретичні і експериментальні дослідження, спрямовані на розробку принципів побудови та створення серійноздатного ЯКР термометра з розширеними можливостями (підвищеною точністю, розширеним температурним діапазоном, автоматизованим процесом вимірювання, тощо).

Основні задачі дослідження: аналіз наявних можливостей створення, вибір і обґрунтування напрямку розробки ЯКР термометра з розширеними можливостями; розробка точного і чутливого методу вимірвального перетворення ЯКР; вибір термометричних матеріалів і технології їх виготовлення; дослідження характеристик і оптимізація режимів роботи перетворювача ЯКР; розробка і створення ЯКР термометра; визначення метрологічних характеристик приладу.

Методи дослідження. Теоретичний аналіз ґрунтується на використанні положень класичного аналізу математичних рівнянь, спектрального аналізу і теорії похибок. Експериментальні дослідження проводились за спеціально розробленою методикою з використанням сучасних вимірвальних засобів. Результати випробувань оброблялись методами математичної статистики з використанням ЕОМ. Основні теоретичні результати перевірялись експериментально.

Наукова новизна роботи полягає в тому, що:

- розроблено і досліджено комплексну модель регенеративного перетворювача ЯКР в різних режимах роботи (включаючи і нетрадицій-

ні режими середньої регенерації та порушення квазістаціонарних умов існування ЯКР), що дало змогу запропонувати деякі маловивчені сигнали ЯКР і режими роботи перетворювача для розширення можливостей побудованого на його основі термометра та провести оптимізацію останнього;

- розроблено метод вимірювального перетворення, що ґрунтується на застосуванні сигналів ЯКР в неквазістаціонарних режимах їх існування, який через відсутність паразитного сигналу дозволяє значно підвищити точність і збільшити кількість використовуваних термометричних матеріалів за рахунок збільшення ширини вимірюваної лінії (до 16 кГц);

- досліджено залежність похибки вимірювання температури від технології виготовлення хлорату калію та закису міді, на основі чого здійснено вибір останньої для побудови первинного термоперетворювача;

- запропоновано шлях розробки і створено повністю автоматичний прецизійний ЯКР термометр для роботи в розширеному діапазоні температур (від -200 до 500°C) та визначено його метрологічні характеристики;

- знайдено точну температурну залежність частоти ЯКР в закису міді для діапазону $0-500^{\circ}\text{C}$.

Особистий вклад. Всі теоретичні і основна частина експериментальних досліджень складових частин ЯКР термометра виконані автором самостійно. Розробка термометра в цілому і його випробування виконані в співавторстві згідно наведеного списку літератури. Впровадження створених приладів в промисловість здійснено при безпосередній участі автора.

Практична цінність роботи полягає в тому, що:

- запропоновано, досліджено і доведено до серійного випуску принципово нові засоби електротермометрії- прецизійні автоматичні ЯКР термометри з розширеним діапазоном вимірювання, які не мають аналогів в світі;

- розроблено методику проектування ЯКР термометра з використанням регенеративного перетворювача і температурної залежності частоти ЯКР в хлораті калію та закису міді;

- проведені дослідження сигналів ЯКР в неквазістационарному режимі їх існування є основою для створення нових методів вимірювання;

- розроблено методи вимірювального перетворення ЯКР, які дозволяють підвищити точність і розширити клас застосовуваних термометричних матеріалів;

- одержано та систематизовано у вигляді таблиць, графіків і формул характеристики регенеративного перетворювача ЯКР, термометричних матеріалів та термометра в цілому.

Реалізація результатів роботи. Одержані в дисертаційній роботі результати використано в розроблених при безпосередній участі автора ЯКР термометрах типів ТН-Ц021, ТН-Ц009, ТПК-0485, ЯКРТ-3, КЯТ-1 і ін.

Цифровий термометр ТН-Ц009 випускається серійно згідно ТУ 25-5Ц2 829.004-89. Прилад демонструвався в 1989 році на ВДНГ СРСР і нагороджений срібною медаллю.

Цифровий термометр ТН-Ц021 включено Держстандартом України в держреєстр під № У84-92 як зразковий засіб вимірювання і дозволено серійний випуск згідно ТУ 311-4850458.104-92.

Економічний ефект від впровадження результатів дисертаційної роботи склав 240 тис. крб. в цінах 1982-1989 рр.

На захист виносяться:

- результати теоретичних та експериментальних досліджень регенеративного перетворювача ЯКР в різних режимах роботи (включаючи і нетрадиційні режими середньої регенерації та порушення квазістаціонарних умов існування ЯКР) і оптимізації режимів з метою розширення можливостей ЯКР термометра;

- комплексний аналіз основних сигналів регенеративного перетворювача, включаючи і нетрадиційні для ЯКР термометрії квадратурні складові сигналу ядерного резонансу;

- методи вимірювального перетворення ЯКР з розширеними можливостями;

- результати досліджень залежності похибки вимірювання температури від технології виготовлення хлорату калію та закису міді і вибору останньої для побудови первинного термоперетворювача;

- принципи побудови прецизійного автоматичного ЯКР термометра з розширеним діапазоном вимірювання;

- результати випробувань і градувань створених приладів;

- аналітичний вираз градувальної характеристики ЯКР термометра на основі закису міді.

Апробація роботи. Основні результати роботи доповідались та обговорювались на 2-й республіканській н.-т. конференції "Физические основы построения первичных измерительных преобразователей" (Вінниця, 1982 р.); Всесоюзному н.-т. семінарі "Современные методы и приборы автоматического контроля и регулирования технологическими процессами" (Москва, 1984 р.); 5-й Всесоюзній н.-т. конференції "Состояние и перспективы развития средств измерения температуры" (Львів, 1984 р.); Всесоюзній конференції "Метрологическое обеспечение теплофизических измерений при низких температурах" (Хабаровськ, 1985 р.); Всесоюзній н.-т. конференції "Методы и средства

теплофизических измерений" (Севастополь, 1987 г.); 6-й Всесоюзной конференции "Электрические методы и средства измерения температуры" (Луцк, 1988 г.).

Публікації. За результатами виконаних досліджень і розробок опубліковано 14 друкованих робіт, із яких 3 авторських свідоцтва на винаходи.

Структура і об'єм роботи. Дисертація викладена на 129 сторінках основного друкованого тексту, містить 34 рисунки, 3 таблиці і складається з вступу, трьох розділів, завершення, списку використаних джерел з 55 найменувань та додатку на 2 сторінках.

З М І С Т Р О Б О Т И

У вступі показано актуальність дисертаційної роботи, дано короткий аналіз задачі побудови ЯКР термометра з розширеним діапазоном вимірювання. Визначено мету і задачі досліджень, сформульовано наукову новизну та положення, які вносяться на захист.

В першому розділі роботи зроблено огляд літературних даних, присвячених сучасному стану і принципам побудови ЯКР термометрів. Основна увага звертається на проблеми розширення можливостей ЯКР термометра, зокрема розширення діапазону вимірювань. В світлі цього розглянуто термометричні матеріали, основні типи вимірювальних перетворювачів ЯКР, технічні реалізації термометрів і деякі їх метрологічні характеристики.

Розглянуто фізичні основи температурних вимірювань на базі ЯКР. При цьому розкрито фізичну суть явища ЯКР, визначено основні його спектральні параметри. На основі аналізу теоретичної температурної залежності частоти ЯКР зроблено висновок, що на даний час з допомогою ЯКР термометра неможливо проводити абсолютні вимірювання.

Проаналізовано основні характеристики електричного сигналу ЯКР в моделі найпростішого первинного вимірювального перетворювача, яка складається з магніто-зв'язаних котушки індуктивності і чутливого матеріалу. Вказано, що основною причиною труднощів побудови ЯКР термометра з розширеним діапазоном вимірювання є мізерна величина сигналу ЯКР при підвищених температурах.

Розглянуто класичні принципи побудови ЯКР термометра, зокрема конструктивні та технологічні особливості побудови первинного перетворювача температури і принципи побудови вимірювачів з аналізом методів вимірювання. Встановлено, що ефективність реалізації термометра в першу чергу залежить від властивостей термометричного матеріалу, який повинен мати по можливості мінімальну ширину лінії ЯКР $\Delta f_{1,2}$, максимальну інтенсивність резонансного сигналу I , очевидно, високу температурну чутливість частоти резонансу $\frac{\partial f_0}{\partial T}$, широкий робочий діапазон температур тощо. На основі вказаного критерію здійснено вибір двох термометричних матеріалів: хлорату калію, який внаслідок своїх унікальних властивостей знайшов виняткове застосування при низькотемпературних вимірюваннях, і закису міді, як найперспективнішого матеріалу для розширення верхньої межі температурного діапазону (вище 400 K). Встановлено, що закис міді має відносно широкую лінію ЯКР, точне вимірювання центру якої на даний час є проблемою. Цим же і пояснюється слабка вивченість властивостей закису міді. Теж мало вивчені властивості хлорату калію вітчизняного виробництва.

Для перетворення ЯКР в згаданих матеріалах вибрано регенератор (чутливий генератор неперервних коливань), як найточніший і зручний для технічної реалізації вимірювальний перетворювач. В склад коливального контура регенератора входить первинний перетворювач, який впливає на амплітуду його коливань (зміна ампл-

літуди виступає як сигнал ЯКР регенеративного перетворювача). Розглянуто найпростішу модель регенеративного перетворювача і сигнал ЯКР на її виході. Вказано, що вимірювання частоти ЯКР зводиться до вимірювання центру резонансного сигналу.

Розглянуто наявні методи вимірювання частоти ЯКР, що ґрунтуються на застосуванні регенеративного перетворювача ЯКР з частотною модуляцією. Показано механізм виникнення змінного сигналу ЯКР на виході перетворювача, частотні форми його гармонік. Особлива увага звертається на першу гармоніку, яка внаслідок своєї величини і дискримінаційної форми набула найбільшого поширення в ЯКР термометрах.

Вказано на основний недолік регенеративних перетворювачів з частотною модуляцією - наявність паразитної амплітудної модуляції, яка в відомих методах перетворення приводить до значної похибки вимірювання. Причому в першому наближенні похибка прямопропорційна квадрату ширини вимірюваної лінії ЯКР. В зв'язку з цим вказано на необхідність розробки якісно нових методів, які б дозволили проводити вимірювання частоти ЯКР в матеріалах з відносно широкими резонансними лініями (типу закису міді). Поряд зі створенням методу визначено інші науково-технічні питання, які необхідно розв'язувати при розробці ЯКР термометра з розширеними можливостями, і вказано на можливі шляхи їх розв'язку. Це: дослідження можливостей регенеративного перетворювача в різних режимах роботи, включаючи і нетрадиційні, з наступним вибором і оптимізацією деяких з них для розширення можливостей термометра; дослідження маловивчених сигналів ЯКР з метою створення на їх базі нових методів вимірювання; дослідження і вибір технології виготовлення хлорату калію та закису міді для побудови первинного термоперетворювача; оптимізація ЯКР термометра на основі хлорату калію і закису міді.

Другий розділ присвячений розробці, дослідженню і оптимізації регенеративних методів виміривального перетворення ЯКР з розширеними можливостями. Вказані роботи проводились за двома напрямками: дослідження сигналів ЯКР, в тому числі і маловивчених, для побудови нових методів вимірювання та дослідження можливостей ефективної реалізації згаданих сигналів (а відповідно і методів) в реальних пристроях регенеративного перетворювача з передбаченою можливістю використання в ньому різних режимів, в тому числі і нетрадиційних.

Теоретична частина згаданих досліджень виконана на базі розробленої комплексної моделі регенеративного перетворювача ЯКР, основу якої складає частотно-модульований коливальний контур з еквівалентною добротністю $Q_e = f / (2\Delta f_r)$ (де f і Δf_r - відповідно частота і смуга пропускання регенератора). Основні сигнали перетворювача: сигнали ЯКР, паразитної амплітудної модуляції, шумів, перехідних процесів, які зумовлені частотною модуляцією, моделювались як збурення малого порядку, що не взаємодіють між собою. В результаті досліджень моделі регенеративного перетворювача в різних режимах роботи (включаючи і нетрадиційні режими середньої генерації - коли еквівалентна добротність Q_e співрозмірна з добротністю коливального контура Q_c - та порушення квазістаціонарних умов існування ЯКР) знайдено аналітичні вирази для основних сигналів регенеративного перетворювача, їх співвідношення, динамічні характеристики перетворювача і зумовлені ними обмеження на параметри модуляції в випадку її здійснення послідовними прямокутними імпульсами. Такий комплексний розгляд, проведений вперше автором, дав змогу накреслити шляхи розширення границь застосування регенеративного перетворювача (відповідно і методів вимірювання), а при експериментальному вивченні параметрів останнього визначити ці границі, розрахувати всі складові похибки вимірювання і за ними оптимізувати режим робо-

ти перетворювача та термометра в цілому.

Досліджено спектральні характеристики сигналу ЯКР при модуляції частоти регенератора гармонічним сигналом та послідовними прямокутними імпульсами. Виведено співвідношення і побудовано графіки частотних форм для синфазних та квадратурних складових першої і другої гармонік сигналу ЯКР в загальному випадку його існування, включаючи неквазістаціонарний режим. Наприклад, найперспективніша для використання в нових методах вимірювання квадратурна складова першої гармоніки сигналу ЯКР має амплітуду, яка описується наступним виразом:

$$U_{1a} = U_{\omega_0} \sum_{n=0}^{\infty} C_n (C_{n+1} - C_{n-1}) \left[\frac{2 \frac{\Delta f + nF_M}{\Delta f_{1/2}}}{1 + \left(2 \frac{\Delta f + nF_M}{\Delta f_{1/2}} \right)^2} - \frac{2 \frac{\Delta f - nF_M}{\Delta f_{1/2}}}{1 + \left(2 \frac{\Delta f - nF_M}{\Delta f_{1/2}} \right)^2} \right]$$

де $C_n = \frac{2}{\pi} \frac{\beta \sin[\pi(\beta-n)/2]}{\beta^2 - n^2}$ (причому $C_{-1} = 0$);

$\beta = \Delta f_0 / F_M$; U_{ω_0} - амплітуда сигналу ЯКР; F_M - частота модуляції;
 Δf_0 - амплітуда девіації; $\Delta f = f - f_0$.

Розглянуто два нових методи вимірювального перетворення, що ґрунтуються на застосуванні сигналів ЯКР в неквазістаціонарних умовах їх існування. В першому методі, близькому до традиційних, використовується синфазний з модуляцією сигнал, який служить і для визначення паразитного сигналу. Визначення останнього проводиться почергово в часі при підвищеній частоті модуляції ($\Delta F_M \geq 2.5 \Delta f_{1/2}$), коли крутизна сигналу ЯКР в точці $\Delta f = 0$ зменшується більше, ніж в 200 разів.

В другому методі використовується квадратурна складова U_{1a} першої гармоніки сигналу ЯКР, в якій паразитний сигнал відсутній. Максимальне значення крутизни сигналу $\left(\frac{\partial U_{1a}}{\partial f} \right)_{f=f_0}$ (див. рис.1) до-

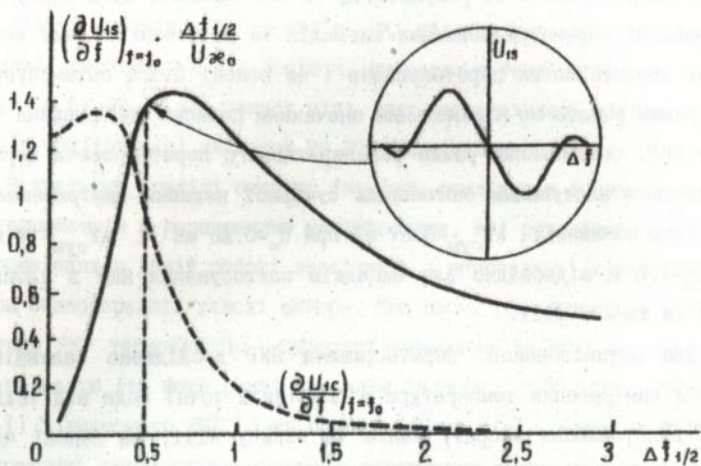


Рис.1. Залежність крутизни квадратурної складової першої гармоніки сигналу ЯКР від частоти модуляції.

сягається при частоті модуляції $F_M \approx \Delta f_{1/2}/2$.

В методі застосовується прямокутна модуляція. Для запобігання виникненню похибки перетворення, зумовленої перехідними процесами в регенераторі, використовується періодичне переривання процесу перетворення ЯКР на час дії перехідних процесів t_{II} і додаткова затримка сигналу управління синхронним детектором на час $t_{II}/2$.

Досліджено границі застосування методу і обґрунтовано можливість проводити на його базі високоточні вимірювання центру лінії ЯКР з шириною до 16 кГц (на порядок перевищує аналогічний показник для відомих методів) та відповідно розширити клас використовуваних термометричних матеріалів.

Розглянуто експериментальні дослідження регенеративного перетворювача ЯКР порогового типу, які підтвердили правильність вибору

моделі перетворювача та результатів її дослідження, дали змогу знайти реальні параметри основних сигналів та зв'язаних з ними динамічних характеристик перетворювача і на основі цього оптимізувати його режим роботи за мінімальним значенням похибки вимірювання частоти ЯКР. Оптиміальний режим регенеративного перетворювача характеризується наступними значеннями сумарної похибки вимірювання і амплітуди коливань: $\Delta T_{\text{сум}}=0.57$ мК при $U_0=0.25$ мВ і $\Delta T_{\text{сум}}=17$ мК при $U_0=1.0$ В відповідно для випадків застосування ЯКР в хлораті калію та закису міді.

Для оптимізованого перетворювача ЯКР досліджено залежність похибки вимірювання температури в потрібній точці води від технології виготовлення хлорату калію та закису міді, на основі чого здійснено вибір останньої для побудови первинного термоперетворювача. Результати досліджень приведені в таблицях 1 і 2.

Таблиця 1.

№ зразка ви-мірюваний параметр	неперекристалізовані зразки				перекристалізовані зразки				
	1	2	3	4	1	2	3	4	сер. 1...4
f_0 , Гц	28213 375	28213 393	28213 356	28213 396	28213 342.5	28213 347.1	28213 347.8	28213 344.3	28213 345.4
$f_0 - f_{0\text{сер}}$, Гц	-30	-48	-11	-51	-2.9	1.7	2.4	-1.1	-
ΔT , мК	-6.2	-9.9	-2.3	-11	-0.60	0.35	0.49	-0.23	-

Таблиця 2.

№ зразка ви-мірюваний параметр	Закис міді марки "чистий"	Зразки закису міді, які виготовлені шляхом окислення в повітрі наступних заготовок						
		мідь безкиснева			анодна мідь МОКУ			
		Мі	мідь МОБ	4	5	6	7	с.4-7
f_0 , Гц	26081030	26082620	26080130	26079970	26080060	26080140	26079990	26080040
$f_0 - f_{0\text{сер}}$, Гц	990	2580	90	-70	20	100	-50	-
ΔT , мК	-290	-760	-25	21	-6	-29	15	-

С.к.в. результатів вимірювань частоти ЯКР в кожному з чотирьох різних зрзків хлорату калію, які піддавались повторній кристалізації та очищенню від домішок, складало в температурному еквіваленті 0.51 мК, а для закису міді, яка виготовлялась шляхом окиснення в повітрі міді чистотою 99.97%, дорівнювало 23 мК.

В третьому розділі описано технічну реалізацію і випробування ЯКР термометрів з розширеними можливостями, які розроблені на основі проведених в даній роботі досліджень і впроваджені у виробництво при безпосередній участі автора. При цьому розглядаються наступні типи ЯКР термометрів: цифровий термометр ТН-Ц021 на основі хлорату калію (та його ранні варіанти ТН-Ц009, ТПК-0485, КЯТ-1, ЯКРТ-1) і термометр ЯКРТ-3 на основі закису міді - перший в світовій практиці автоматичний прилад з розширеним діапазоном вимірювання. Описано їх структурну схему (рис. 2) і принцип дії, який ґрунтується на автоматичному розгортанні і синхронізації частоти регенеративного перетворювача за центром квадратурного сигналу ЯКР. Наведено опис основних структурних елементів термометра: електричні схеми регенеративного перетворювача, синхронного детектора та регулятора, конструкції первинних термоперетворювачів. Конструкція термоперетворювача на основі закису міді показана на рис. 3.

Наведено результати лабораторних і промислових випробувань ЯКР термометрів, які дали змогу визначити їх основні метрологічні характеристики: похибку вимірювання, динамічні характеристики, діапазон робочих температур, в якому вимірювання здійснювались в автоматичному режимі (для термометра на основі закису міді вперше досягнуті автоматизовані високочотні вимірювання в діапазоні $-220 + 500^{\circ}\text{C}$) тощо.

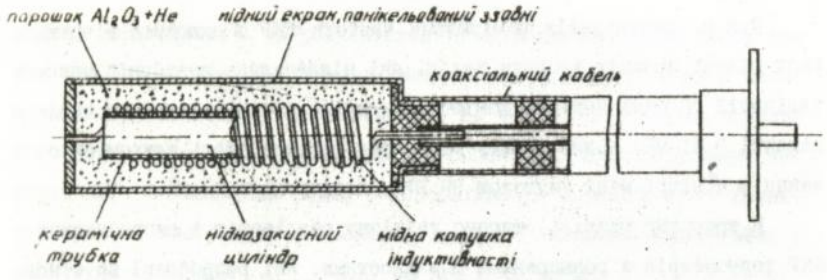


Рис. 3. Конструкція первинного ЯКР термометровувача на основі закису міді.

Розглянуто результати градування термометра ЯКРТ-3 на основі закису міді, за якими методом найменших квадратів знайдено градувальну характеристику для діапазону 0-500°C в вигляді поліному третього степеня:

$$T_{\text{апр}} (^{\circ}\text{C}) = \sum_{i=1}^3 a_i (f_0 \text{ (МГц)} - 26.08),$$

де $a_1 = -285.72$; $a_2 = -13.4$; $a_3 = -2.74$.

Похибка апроксимації не виходить за межі $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ в діапазоні 0-300°C і $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ в діапазоні 300-500°C, що на порядок перевищує точність визначення температурної залежності частоти ЯКР в закису міді, яке проводилось з допомогою імпульсних спектрометрів.

Проградувано термометр ТН-Ц021 на основі хлорату калію, в результаті чого для діапазону 77-373 К знайдено номінальну статичну характеристику перетворення у вигляді поліному 12-го степеня і атестовано прилад як зразковий засіб вимірювання з границею допустимої похибки $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ (для потрібної точки води $\pm 0.005^{\circ}\text{C}$) при довірчій імовірності 0.95. Крім того, для температур вище 90К під-

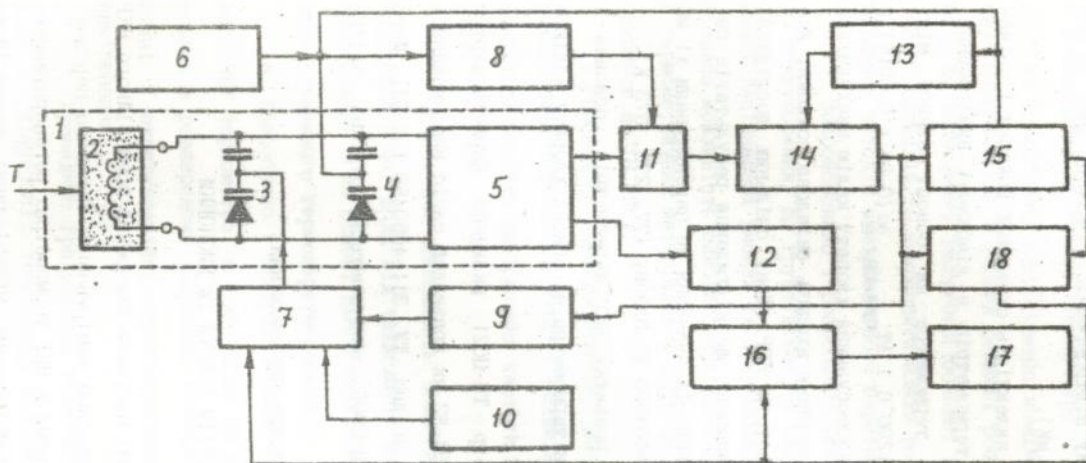


Рис.2. Структурна схема ЯКР термометра (1- регенеративний перетворювач з первинним перетворювачем 2, варікапами 3,4 і регенератором 5, 6- генератор прямокутних імпульсів, 7- комутатор, 8- одновібратор з запуском, 9- регулятор, 10- генератор повільнозмінної напруги, 11- ключ, 12- частотомір, 13- лінія затримки, 14 і 15 - синхронні детектори, 16- обчислювальний пристрій, 17- пристрій індикації, 18- пороговий пристрій).

тверджено результати градування термометра моделі 2571 (фірма YEW, Японія), а відповідно і високу відтворюваність методу ЯКР (в портійній точці води в межах 1 мК).

Досліджено температурну залежність складових похибки і оцінено інструментальну похибку термометрів в діапазоні вимірювання. Границя допустимої похибки термометра на основі закису міді $\Delta T_{\text{сум.гр.}} = \pm 0.05^{\circ}\text{C}$ при $-220 < T \leq 200^{\circ}\text{C}$ і $\Delta T_{\text{сум.гр.}} = \pm (0.05 + 0.001T)^{\circ}\text{C}$ при $200 < T \leq 500^{\circ}\text{C}$, а у випадку застосування хлорату калію знаходиться на рівні 0.001°C . Причому в останню входить складова похибки, яка зумовлена відтворюваністю частоти ЯКР. Дані спільних досліджень трьох термометрів ТН-Ц021 показали, що відхилення результатів вимірювань приладів від середнього їх значення не перевищували ± 1 мК в трьох характерних точках робочого діапазону (77, 273, 373 К).

Розглянуто перспективи розвитку ЯКР термометрів, основна з яких є метрологічна атестація термометра на основі хлорату калію в якості робочого еталону.

На даний час термометр ТН-Ц021 включено Держстандартом України в держреєстр під № У84-92 як зразковий засіб вимірювання і дозволено серійний випуск згідно ТУ 311-4850458.104-92. Його попередник - термометр ТН-Ц009 випускається серійно згідно ТУ ДСТУ 829.004-89.

Є додатку приведений акт про впровадження.

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ РОБОТИ ТА ВИСНОВКИ

1. Визначено перспективні напрямки створення прецизійного ЯКР термометра з розширеним діапазоном вимірювання. Показано перспективність і проблеми використання в ЯКР термометрах регенеративного перетворювача з двома термометричними матеріалами: традиційним

хлоратом калію і закисом міді, як найкращим матеріалом для роботи в розширеному діапазоні температур.

2. Розроблено і досліджено комплексну модель регенеративного перетворювача ЯКР в різних режимах роботи (включаючи і нетрадиційні), що дало змогу визначити основні характеристики перетворювача і його сигналів та накреслити шляхи розширення можливостей регенеративних методів вимірювального перетворення.

3. Запропоновано і розроблено два точних методи вимірювального перетворення, що ґрунтуються на застосуванні сигналів ЯКР в неквазістаціонарних умовах їх існування. Для одного з методів обґрунтована можливість використання його при вимірюваннях частоти ЯКР в термометричних матеріалах з відносно широкою резонансною лінією (шириною до 16 кГц).

4. Проведено експериментальні дослідження регенеративного перетворювача порогового типу і оптимізовано режим його роботи за мінімумом похибки вимірювання частоти ЯКР в хлораті калію і закису міді.

5. Досліджено залежність похибки вимірювання температури в потрібній точці води від технології виготовлення хлорату калію та закису міді і на основі цього здійснено вибір останньої для побудови первинного термперетворювача.

6. Розроблено і створено кілька типів прецизійного автоматичного ЯКР термометра, в тому числі на основі закису міді для вимірювань в розширеному діапазоні температур. Досліджено їх метрологічні і експлуатаційні характеристики. Зроблено оцінку похибки вимірювання.

7. Проведено градування термометра ЯКРТ-3 на основі закису міді в діапазоні температур від -200 до 500°С. Для діапазону 0-500°С знайдено точну температурну залежність частоти ЯКР в

закиси міді в вигляді поліному третього степеня.

8. Проведено градування цифрового термометра ТН-Ц021 на основі хлорату калію в діапазоні температур від -196 до 100°C. Знайдено номінальну статичну характеристику перетворення в вигляді поліному 12-го степеня. Термометр ТН-Ц021 включено Держстандартом України в держреєстр під № У84-92 як зразковий засіб вимірювання і дозволено серійний випуск згідно ТУ 311-4850458.104-92. Термометр ТН-Ц009 випускається серійно згідно ТУ 25-5Ц2 829.004-89.

Економічний ефект від впровадження результатів дисертаційної роботи складав 240 тис. крб. в цінах 1982-1989 рр.

ПУБЛІКАЦІЇ

1. Пилипюк В.Е. Исследование эквивалентной схемы, моделирующей явление ядерного резонанса. // Респ. межвед. науч.- техн. сборник: Теоретическая электротехника. - Львов: Вища школа. Изд-во при Львов. ун-те, 1982. - Вып. 33. - С. 40-47.
2. Гашпар Э.М., Кушнирчук И.А., Осыка М.И., Пилипюк В.Е., Репицкий В.В. Квадрупольный ядерный термопреобразователь КЯТ-1. // Приборы и техника эксперимента. - 1985, № 5. - С. 232.
3. Осыка М.И., Пилипюк В.Е., Репицкий В.В. Автоматизация процесса преобразования частоты в температуру в ЯКР-термометрах. // Приборы и системы управления. - 1986, № 11. - С.21.
4. А.с.979896 (СССР) МКИ G01K 7/32. Квадрупольный ядерный термометр / Пилипюк В.Е., Леновенко А.М., Лах В.И., Столярчук П.Г., Осыка М.И., Репицкий В.В.. - Опубл. 07.12.82; Бюл. № 45.
5. А.с.1151835 (СССР) МКИ G01K 7/32. Способ измерения температуры и устройство для его осуществления. / Пилипюк В.Е. - Опубл. 23.04.85; Бюл. № 15.

6. А.с.156№986 (СССР). МКИ G01K 7/00. Способ изготовления квадрупольного ядерного термопреобразователя./ Осыка М.И., Пилипчук В.Е., Репицкий В.В., Ардан В.Н. -Опублик. 30.04.90; Бюл. № 16.
7. Пилипчук В.Е., Лоповатко А.М., Гашпар Э.М. Метод повышения точности измерительного квадрупольного ядерного преобразователя. - В кн.: Тезисы докладов Второй республиканской н.-т. конференции "Физические основы построения первичных измерительных преобразователей". - Винница, 1982. - С. 77.
8. Осыка М.И., Пилипчук В.Е., Репицкий В.В. Автоматический КЯТ. - В кн.: Материалы семинара "Современные методы и приборы автоматического контроля и регулирования технологическими процессами". - Москва: Знание, 1984. - С. 89-93.
9. Осыка М.И., Пилипчук В.Е., Репицкий В.В. Точная градуировка ЯКР термометра на основе закиси меди. - В кн.: Тезисы докладов 5-й Всесоюзной н.- т. конференции "Состояние и перспективы развития средств измерения температуры". - Львов, 1984. - С. 159.
10. Осыка М.И., Пастернак Я.А., Пилипчук В.Е., Репицкий В.В. Низкотемпературный термопреобразователь на основе ЯКР. - В кн.: Тезисы докладов Всесоюзной конференции "Метрологическое обеспечение теплофизических измерений при низких температурах". - Хабаровск, 1985. - С. 172.
11. Пилипчук В.Е., Лах В.И. Квадрупольный ядерный термометр для измерения низких температур. - В кн.: Тезисы докладов Всесоюзной конференции "Метрологическое обеспечение теплофизических измерений при низких температурах". - Хабаровск, 1985. - С. 173.
12. Лах В.И., Пилипчук В.Е. Квадрупольный ядерный термометр с расширенным диапазоном измеряемых температур. - В кн.: Тезисы докладов Всесоюзной н.- т. конференции "Методы и средства теплофизических измерений". - Севастополь, 1987. - С. 188.

13. Осыка М.И., Пилипак В.Е., Репицкий В.В., Котыс И.И. Цифровой квадрупольный ядерный термометр ТН-Ц009. - В кн.: Тезисы докладов 6-й Всесоюзной конференции "Электрические методы и средства измерения температуры". - Луцк, 1988. - С. 326.
14. Магера Р.В., Кричковский Я.И., Осыка М.И., Пилипак В.Е., Репицкий В.В., Щупляк Н.М. Исследование метрологических характеристик регенеративного и импульсного устройств квадрупольного ядерного термометра. // Ден. - Укр. НИИПТИ, рукопись № 1334. - 1984. - 14 с.

АНОТАЦІЯ

Пилипак В.Е. Высокоточные ЯКР термометры. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.04 - Приборы и методы измерения тепловых величин. Львовский государственный университет "Львівська політехніка", Львов, 1995.

Защищается 14 научных работ и 3 авторских свидетельства, которые содержат исследования, направленные на разработку принципов построения серийнопригодных прецизионных автоматических ЯКР термометров с расширенным температурным диапазоном. Приведены теоретические и экспериментальные исследования регенеративного преобразователя ЯКР, создание на их основе новых методов измерительного преобразования с расширенными возможностями, технологические особенности построения термопреобразователя с использованием хлората калия и закиси меди. Описаны техническая реализация и испытания цифрового термометра ТН-Ц021 для метрологического обеспечения измерений в диапазоне от -196 до 100°C и ЯКРТ-3 на основе закиси меди для диапазона от -200 до 500°C .

V.E.Pylypiuk. High-accuracy NQR Thermometers.

The dissertation presented for the candidate of technical degree competition. Speciality 05.11.94 - The devices and the techniques for the measuring thermal values. State University of Lviv "Lvivska Politehnika" , 1995.

Offered for defending are 14 scientific works and 3 autorship certificates which cover investigations aimed at development of design principles of mass-production-oriented precision automatic NQR thermometers having an expanded measurement range. Presented are the result of theoretical and experimental investigations of the regenerative NQR transmitter and related new method of data conversion having wider possibilities; technological features of constructing a temperature transducer using $KClO_3$ and Cu_2O . Also described are engineering realisation, test procedure and data obtained for the digital thermometer TH-11021 intended for metrological support of measurements in the range from minus 196 to $100^{\circ}C$ as well as ЯКРТ-3 thermometer based on Cu_2O for use in the range from minus 200 to $500^{\circ}C$.

Ключові слова:

термометр, ядерний квадрупольний резонанс (ЯКР), метод вимірвального перетворення, регенеративний перетворювач, точність.



Підписано до друку 24.10.95. Формат 60x84/16.
Обсяг I друк. лист. Зам. 558. Тир. 100. Безплатно.
Львів. Личаківська 3. Друкарня УАД.

444023

БЕЗПЛАТНО

Ab 33.520
Ab 33.520