

5901 Series

Triple Point of Water Cells

Fluke 5901

Руководство пользователя

ОГРАНИЧЕННАЯ ГАРАНТИЯ И ОГРАНИЧЕНИЕ ОТВЕТСТВЕННОСТИ

Для каждого продукта Fluke гарантируется отсутствие дефектов материалов и изготовления при нормальном использовании и обслуживании. Срок гарантии один год, начиная с даты поставки. На запчасти, ремонт оборудования и услуги предоставляется гарантия 90 дней. Эта гарантия действует только для первоначального покупателя или конечного пользователя, являющегося клиентом авторизованного дистрибьютора Fluke, и не распространяется на предохранители, одноразовые батареи и на любые продукты, которые, по мнению Fluke, неправильно или небрежно использовались, были изменены, загрязнены или повреждены вследствие несчастного случая или ненормальных условий работы или обращения. Fluke гарантирует, что программное обеспечение будет работать в соответствии с его функциональными характеристиками в течение 90 дней и что оно правильно записано на исправных носителях. Fluke не гарантирует, что программное обеспечение будет работать безошибочно и без остановки.

Авторизованные дистрибьюторы Fluke распространяют действие этой гарантии на новые и неиспользованные продукты только для конечных пользователей, но они не уполномочены расширять условия гарантии или вводить новые гарантийные обязательства от имени Fluke. Гарантийная поддержка предоставляется, только если продукт приобретен в авторизованной торговой точке Fluke или покупатель заплатил соответствующую международную цену. Fluke оставляет за собой право выставить покупателю счет за расходы на ввоз запасных/сменных частей когда продукт, приобретенный в одной стране, передается в ремонт в другой стране.

Гарантийные обязательства Fluke ограничены по усмотрению Fluke выплатой СТОИМОСТИ приобретения, бесплатным ремонтом или заменой неисправного продукта, который возвращается в авторизованный сервисный центр Fluke в течение гарантийного периода.

Для получения гарантийного сервисного обслуживания обратитесь в ближайший авторизованный сервисный центр Fluke за информацией о праве на возврат, затем отправьте продукт в этот сервисный центр с описанием проблемы, оплатив почтовые расходы и страховку (ФОб пункт назначения). Fluke не несет ответственности за повреждения при перевозке. После осуществления гарантийного ремонта продукт будет возвращен покупателю с оплаченной перевозкой (ФОб пункт назначения). Если Fluke определяет, что неисправность вызвана небрежностью, неправильным использованием, загрязнением, изменением, несчастным случаем или ненормальными условиями работы и обращения, включая электрическое перенапряжение из-за несоблюдения указанных допустимых значений, или обычным износом механических компонентов, Fluke определит стоимость ремонта и начнет работу после согласования с покупателем. После ремонта продукт будет возвращен покупателю с оплаченной перевозкой, и покупателю будет выставлен счет за ремонт и транспортные расходы при возврате (ФОб пункт отгрузки).

ЭТА ГАРАНТИЯ ЯВЛЯЕТСЯ ЕДИНСТВЕННОЙ И ИСКЛЮЧИТЕЛЬНОЙ И ЗАМЕНЯЕТ ВСЕ ОСТАЛЬНЫЕ ГАРАНТИИ, ПРЯМЫЕ ИЛИ СВЯЗАННЫЕ, ВКЛЮЧАЯ, ПОМИМО ПРОЧЕГО, СВЯЗАННЫЕ ГАРАНТИИ ГОДНОСТИ ДЛЯ ПРОДАЖИ ИЛИ ГОДНОСТИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕННОЙ ЦЕЛИ. FLUKE НЕ НЕСЕТ ОТВЕТСТВЕННОСТИ ЗА СПЕЦИАЛЬНЫЕ, СЛУЧАЙНЫЕ ИЛИ КОСВЕННЫЕ ПОВРЕЖДЕНИЯ ИЛИ УЩЕРБ, ВКЛЮЧАЯ ПОТЕРЮ ДАННЫХ, ЯВЛЯЮЩИЕСЯ РЕЗУЛЬТАТОМ КАКИХ-ЛИБО ДЕЙСТВИЙ ИЛИ МЕТОДОВ.

Поскольку некоторые страны не допускают ограничения срока связанной гарантии или исключения и ограничения случайных или косвенных повреждений, ограничения этой гарантии могут относиться не ко всем покупателям. Если какое-либо положение этой гарантии признано судом или другим директивным органом надлежащей юрисдикции недействительным или не имеющим законной силы, такое признание не повлияет на действительность или законную силу других положений.

Fluke Corporation
P.O. Box 9090
Everett, WA 98206-9090
U.S.A.

Fluke Europe B.V.
P.O. Box 1186
5602 BD Eindhoven
The Netherlands

ООО «Флюк СИАЙЭС»
125167, г. Москва,
Ленинградский проспект дом 37,
корпус 9, подъезд 4, 1 этаж

11/99

Для регистрации продукта зайдите на сайт register.fluke.com.

Содержание












Название	Страница
Перед началом работы	1
Используемые символы	1
Предупреждения	2
Предостережения	2
Введение	3
Характеристики	7
Замораживание ледяной оболочки в элементе TPW	7
Подготовка	7
Замораживание	8
Процесс замораживания с использованием сухого льда	8
Процесс замораживания с использованием тепловых труб	9
Процесс замораживания с предварительным охлаждением металла в жидком азоте	11
Внутренний расплав	11
Техническое обслуживание и срок реализации TPW	11
Использование элемента	12
Изотопный состав	13
Инструкции по уходу за элементом TPW	16
Библиография	17





Перед началом работы

Используемые символы

Таблица 1 содержит международные электрические символы. Некоторые или все эти символы могут использоваться на приборе или в данном руководстве.

Таблица 1. Символы

Символ	Описание
	ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. ОПАСНОЕ НАПРЯЖЕНИЕ. Опасность поражения электрическим током.
	ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — ОПАСНО. См. пользовательскую документацию.
	Переменный ток
	Переменный ток – Постоянный ток
	Постоянный ток
	С двойной изоляцией
	Заземление
	Батарея
	Горячая поверхность
	Выкл.
	Вкл.

Символ	Описание
	Сертифицировано группой CSA в соответствии с североамериканскими стандартами безопасности.
CAT II	Категория измерения II применяется для испытаний и измерений в цепях, подключенных напрямую к точкам распределения (электрическим розеткам и т.п.) низковольтной сети.
CE	Соответствует требованиям директив Европейского союза.
	Соответствует действующим в Австралии стандартам по электромагнитной совместимости (EMC).
	Предохранитель
	Данный прибор соответствует требованиям к маркировке директивы WEEE. Данная метка указывает, что данный электрический/электронный прибор нельзя выбрасывать вместе с бытовыми отходами. Категория прибора: Согласно типам оборудования, перечисленным в Дополнении I директивы WEEE, данное устройство имеет категорию 9 "Контрольно измерительная аппаратура". Не утилизируйте данный прибор вместе с неотсортированными бытовыми отходами.

Предупреждения

Предупреждение

При использовании жидкого азота всегда соблюдайте крайнюю осторожность. Контакт с жидким азотом может стать причиной обморожения или тяжелых морозных ожогов.

Соблюдайте крайнюю осторожность при использовании сухого льда. Контакт с сухим льдом может стать причиной обморожения или тяжелых морозных ожогов.

Предостережения

Предостережение

Прежде чем извлечь элемент из футляра, прочитайте раздел *Инструкции по уходу за элементом TPW*. Неправильное или ненадлежащее обращение с элементом может привести к его повреждению или поломке.

НЕ трясите элемент.

НЕ переворачивайте элемент слишком быстро, это может привести к поломке элемента из-за «гидроудара» (пояснение см. в разделе *Инструкции по уходу за элементом TPW*).

Если элемент не создает гидроудар, это может свидетельствовать о его повреждении, даже если видимые трещины отсутствуют.

НЕ допускайте замерзания всего элемента, поскольку он сломается.

Избегайте образования ледяной перемычки между возвратной камерой по всей поверхности и наружным стеклянным цилиндром элемента во время замораживания ледяной оболочки. Это может привести к созданию давления, достаточного для того, чтобы разбить стекло.

Во время замораживания ледяной оболочки она не должна становиться настолько толстой, чтобы вступать в контакт с наружной стеклянной оболочкой — это приведет к поломке элемента.

В процессе замораживания необходимо обеспечить надежную опору для элемента и Quick Stick (если используется), в противном случае элемент может быть поврежден или сломан.

НЕ роняйте щупы в возвратную камеру элемента. Элемент и/или щуп будет поврежден или сломан.

Во время транспортировки элемент TPW рекомендуется держать в вертикальном положении.

Элемент следует транспортировать при температуре выше 0 °С.

Во время транспортировки избегайте вибрации и тряски. Эффект от гидроудара может привести к поломке элемента.

Храните элемент при температуре выше 0 °С.

НЕ давайте воде в элементе замерзнуть слишком быстро. Быстрое замораживание воды в элементе TPW приведет к поломке элемента.

Введение

Температура TPW представляет собой собственную температуру чистой воды с тремя фазами воды, льда и водяного пара в тепловом равновесии. Температура TPW, 273,16K (0,01 °C), на 0,01 °C выше точки таяния льда (точки замерзания воды). Точка замерзания воды исторически была определена в качестве одной из основных реперных точек термодинамической температурной шкалы и Международной температурной шкалы (ITS-27 и ITS-48). Температура равновесия трех фаз чистого материала является индивидуальной величиной. Равновесие трех фаз чистого материала может существовать только при определенном давлении. В то же время температура равновесия между двумя фазами (т.е. температурой плавления и температурой кипения) изменяется в зависимости от давления. Поэтому для точки плавления или кипения должно быть назначено особое давление, которое обычно равно нормальному атмосферному давлению (101,325 кПа).

Тройная точка воды (TPW) является единственной термометрической фиксированной точкой, которая используется при определении термодинамической температурной и международной температурной шкалы [1-3]. Единица термодинамической температуры, Кельвин, определяется в виде отношения $1/273,16$ термодинамической температуры TPW. Она также

является основной реперной точкой на международной температурной шкале от 1990 г. (ITS-90). В соответствии с ITS-90 температуры в диапазоне от 13,8033 К до 961,78 °С определяются как отношение сопротивления при температуре T ($R(T_{90})$) и сопротивления при TPW ($R(TPW)$) стандартного платинового термометра сопротивления (SPRT). Отношение $W(T_{90})$ равно:

$$W(T_{90}) = R(T_{90}) / R(TPW) \quad (1)$$

Элемент тройной точки температуры воды — это необходимый прибор для калибровки температуры в лабораториях. Элементы TPW используются чаще всего и, следовательно, определяют одну из наиболее важных реперных точек температуры. Тройная точка температуры воды является самой надежной и повторяемой точкой температуры из всех доступных.

Давление в помещении, растворенные в воде газы (особенно CO₂), а также другие факторы, оказывают обнаруживаемое воздействие на температуру равновесия между водой и льдом. Поэтому очень сложно трудно получить расширенную неопределенность 0,1 мК для точки замерзания воды. Однако очень легко получить расширенную неопределенность 0,1 мК для TPW. В воду, находящуюся в аппарате для точки замерзания воды, легко могут попасть загрязнения из окружающей среды, тем не менее герметичный элемент TPW защищает воду в элементе от загрязнения в течение многих лет. По этим причинам в 1954 году CGPM (Генеральная конференция по мерам и весам) приняла TPW в качестве единственной точки, определяющей единицу термодинамической температуры вместо комбинации точки замерзания воды и точки кипения воды. Это аналогично методике, предложенной знаменитым физиком В. Т. Кельвином в 1848 году.

Чтобы обеспечить широкое применение TPW, компания Fluke Calibration разработала серию элементов TPW, в том числе модели 5901D-G, 5901A-G, 5901B-G, 5901C-G, 5901D-Q, 5901A-Q и 5901C-Q (Рис. 1). Элементы и технологии TPW компании Fluke Calibration позволяют легко реализовать TPW. В данном руководстве пользователя описаны все элементы TPW Fluke Calibration, изготовленные с высококачественной оболочкой из пирексного или кварцевого стекла. Вариации изотопного состава воды, встречающейся в природе, могут привести к появлению обнаруживаемых различий в температуре TPW. Изотопный состав воды в элементах TPW компании Fluke Calibration в значительной степени соответствует составу стандартной средней океанской воды. В данном руководстве этот вопрос будет рассмотрен более подробно.

Конструкция элементов моделей 5901D-G и 5901D-Q соответствует той, которая используется для измерения температуры в национальных лабораториях по всему миру. Такая конструкция имеет широкое впускное отверстие, которое облегчает использование измельченного сухого льда для замораживания оболочки. Резиновая ножка позволяет элементу оставаться на нижней поверхности сосуда Дьюара при нахождении внутри ванны со льдом или зажимного приспособления для обеспечения дополнительной устойчивости и защиты во время использования элемента. В качестве оболочки для модели 5901D-G применяется боросиликатное стекло, а для модели 5901D-Q — стекло из плавленого кварца.

Модели элементов 5901A-G и 5901A-Q разработаны на базе оригинального элемента NBS со стеклянным кронштейном. Хотя кронштейн никаким образом не влияет на рабочие характеристики, некоторые пользователи предпочитают эту конструкцию, так как она облегчает подъем и перенос элемента. Кронштейн может использоваться в качестве крючка для поддержки элемента в ванне со льдом или в качестве манометра Маклеода для точной качественной проверки захваченного воздуха в элементе. В

качестве оболочки для модели 5901A-G применяется боросиликатное стекло, а для модели 5901A-Q — стекло из плавленого кварца.

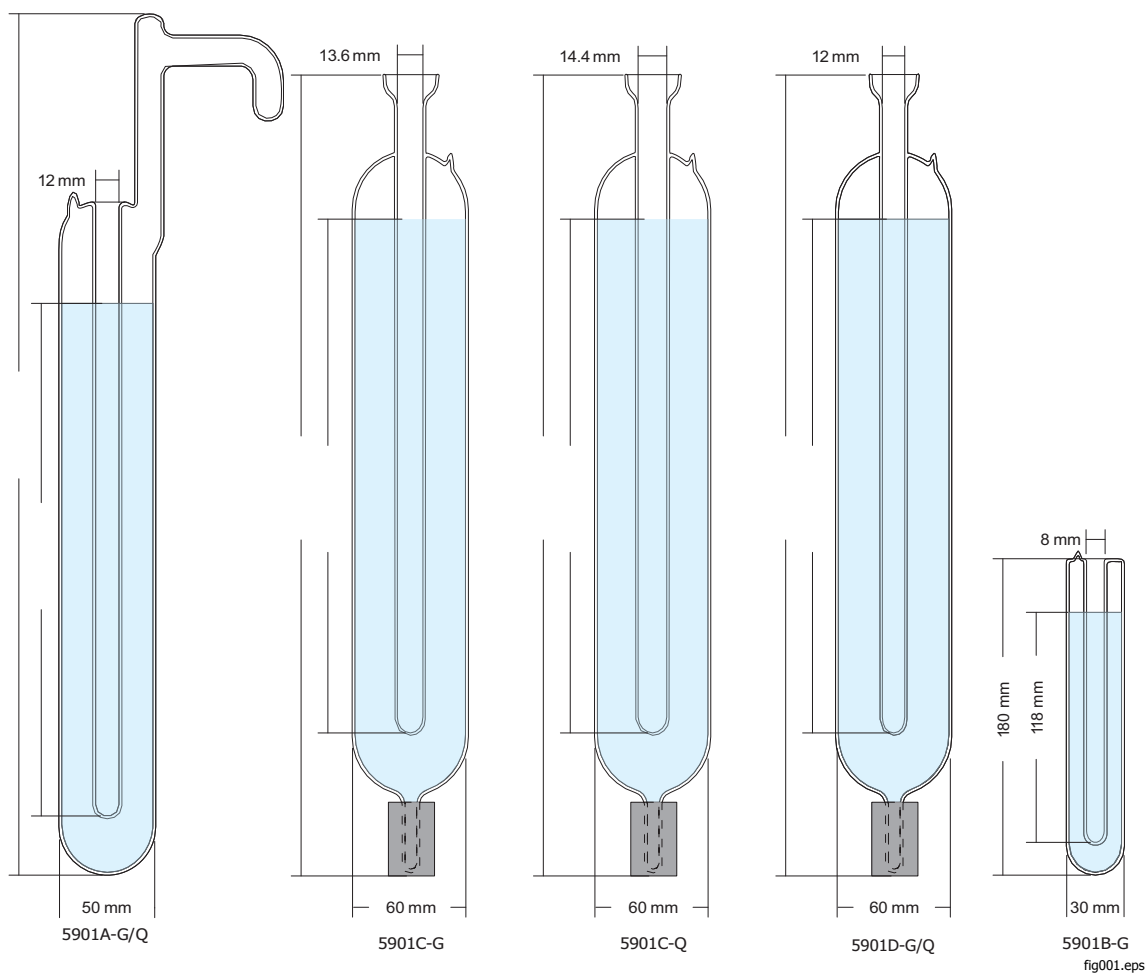


Рис. 1. Конструкции и размеры элементов тройной точки температуры воды

Модель элемента 5901B-G имеет меньшие размеры, она проста в обращении, позволяет использовать более короткие датчики и ее можно обслуживать в устройстве для автоматического обслуживания, например, в модели Fluke Calibration 9210. Несмотря на миниатюрные размеры этого элемента он изготовлен с применением тех же материалов и технологий, которые используются для более крупных элементов. Модель 5901B имеет расширенную неопределенность 0,0002 °C и диаметр возвратной камеры 8 мм. Для оболочки модели 5901B-G используется боросиликатное стекло.

Элементы моделей 5901 C-G и 5901C-Q идентичны элементам моделей 5901-G и 5901-Q, за исключением диаметра возвратной камеры, который равен 13,6 мм и 14,4 мм соответственно, а не стандартным 12 мм. Увеличенный диаметр возвратной камеры предназначен для размещения термометров большего диаметра. В качестве оболочки для модели 5901C-G применяется боросиликатное стекло, а для модели 5901C-Q — стекло из плавленного кварца.

Основными источниками ошибок для элементов TPW являются водные примеси и остатки газа; поэтому элементы Fluke Calibration разработаны для минимизации влияния этих двух ошибок. Оба этих фактора снижают температуру равновесия внутри элемента. Обычно при сравнении между различными моделями более высокая температура равновесия говорит о более высоком качестве элемента.

Для оболочки элементов TPW используется высококачественное боросиликатное стекло и стекло из плавленного кварца. Для этих типов стекла уровень загрязнения примесями от (или через) стекла в воду чрезвычайно мал. Вода в элементах TPW не должна содержать примесей — соблюдению этого требования уделяется особое внимание при сборе элементов TPW. При изготовлении элементов TPW чрезвычайно важно обеспечить тщательную очистку всех деталей.

Недавние исследования [13] показали уменьшение TPW на 4 микро К в год, вызванное растворением боросиликатного стекла элементов TPW. Возможно, боросиликатное стекло не является идеальным материалом для контейнера, поскольку это наиболее вероятный источник элементов загрязнения. Для решения этой проблемы компания Fluke Calibration разработала элементы TPW с контейнерами из стекла из плавленного кварца. Стекло из плавленного кварца может быть более подходящим материалом для изготовления контейнера для элементов TPW, чем боросиликатное стекло. Могут быть предоставлены и другие результаты исследований.

Характеристики

	5901A-G	5901A-Q	5901C-G	5901C-Q	5901D-G	5901D-Q	5901B-G
Расширенная неопределенность (k=2)	< 0,0001 °C						< 0,0002 °C
Воспроизводимость	0,00002 °C						0,00005 °C
Размеры	50 мм НД 12 мм ВД 450 мм длина		60 мм НД 13,6 мм ВД 420 мм длина	60 мм НД 14,4 мм ВД 420 мм длина		60 мм НД 12 мм ВД 420 мм длина	30 мм НД 8 мм ВД 180 мм длина
Глубина погружения (от поверхности воды до дна камеры)	265 мм						118 мм
Материал	Боросиликатное стекло	Плавленый кварц (кварц)	Боросиликатное стекло	Плавленый кварц (кварц)	Боросиликатное стекло	Плавленый кварц (кварц)	Боросиликатное стекло
Источник воды	Океан						
DVSMOW	±10 ‰ (±1 %)						±20 ‰
18OVSMOW	±1,5 ‰ (±0,15 %)						±3 ‰
Эффект отклонения от VSMOW	±7 мкК						±14 мкК

Замораживание ледяной оболочки в элементе TPW

⚠ Предостережение

НЕ трясите и не переворачивайте элемент слишком сильно.

Для реализации температуры тройной точки воды ледяная оболочка должна быть сформирована от внешней поверхности возвратной камеры.

Подготовка

Перед замораживанием элемента важно хорошо очистить и высушить возвратную камеру. Если пренебречь этими мерами предосторожности, во время формирования оболочки вода внутри возвратной камеры замерзнет, что приведет к созданию недостаточно однородной оболочки и сокращению ее срока службы. Добавление капли спирта в нижнюю часть возвратной камеры перед замораживанием поможет предотвратить образование льда от влаги, которая может попасть внутрь во время выполнения процесса. Удалите все посторонние вещества с наружной поверхности элемента, чтобы предотвратить загрязнение ванны. Чтобы обеспечить создание равномерной оболочки и уменьшить количество охлаждающей жидкости, необходимой для замораживания, предварительно охладите элемент путем его погружения в ванну со льдом или в ванну для обслуживания до тех пор, пока температура элемента не достигнет значения всего на несколько градусов выше точки замерзания воды.

Замораживание

Элемент необходимо заморозить путем замораживания внутренней части возвратной камеры, чтобы вода замерзла в направлении наружу от возвратной камеры и образовала ледяную оболочку вокруг камеры. Для замораживания элемента применяются различные методы охлаждения, например охлаждаемые «холодные пальцы», тепловые трубки, охлажденные стержни LN2 и сухой лед.

Процесс замораживания с использованием сухого льда

Простым и быстрым методом замораживания ледяной оболочки является загрузка измельченного сухого льда (твердого CO₂) непосредственно в сухую возвратную камеру. На время замораживания установите элемент в стойку. Это позволит предотвратить поломку и обеспечит полную видимость элемента. Используйте сухой лед, размолотый или измельченный до гранул диаметром 2 мм, соответствующих консистенции снега. Вводите небольшие количества в «сухую» камеру до тех пор, пока в нижней части не образуется оболочка, а затем добавляйте сухой лед до тех пор, пока его уровень не достигнет верхней части элемента. По мере сублимации сухого льда продолжайте наполнять возвратную камеру, чтобы поддерживать его уровень на уровне воды. Если уровень сухого льда станет слишком низким до того момента, как будет добавлена новая порция, оболочка может треснуть, что потребует дополнительного времени выдержки. Образование ледяной перемычки между возвратной камерой по всей поверхности до наружного стеклянного цилиндра элемента во время замораживания ледяной оболочки может привести к созданию давления, достаточного для того, чтобы разбить стекло. Это можно предотвратить путем нагревания этой части элемента рукой при одновременном осторожном потряхивании из стороны в сторону, чтобы взболтать поверхность воды и обеспечить ее протекание по льду. Оболочка не должна становиться настолько густой, чтобы вступать в контакт с наружным стеклом, в противном случае может произойти поломка. В вертикальном положении оболочка будет казаться больше, чем на самом деле, это связано с увеличением, создаваемым цилиндрическим контейнером и водой. Если аккуратно перевернуть элемент, то через ту часть элемента, где находится только пар, можно наблюдать истинный размер оболочки. Эту процедуру необходимо выполнять только в тот момент, когда оболочка все еще прикреплена к возвратной камере. Если ледяная оболочка стала достаточно толстой (от 4 до 10 мм, с толщиной в нижней части не менее 5 мм), элемент можно осторожно переместить в ванну для технического обслуживания, чтобы выпарить оставшийся сухой лед. Оставьте оболочку для выдержки в течение по крайней мере двух дней, чтобы убрать деформации, поскольку деформации во льду могут понизить фактическую температуру тройной точки примерно на 0,2 мК. Если выполняемые задачи не требуют высокого уровня точности, то такая задержка не нужна. В случае растрескивания оболочки потребуется по крайней мере два дня, чтобы нормализовать оболочку.

Процесс замораживания с использованием тепловых труб

Компания Fluke Calibration разработала «Quick Stick», чтобы упростить процесс формирования ледяной оболочки. Более подробную информацию см. в руководстве для модели 2031 Quick Stick. Инструкции по применению «Quick Stick» для формирования ледяной оболочки выглядят следующим образом (рис. 2):

Разбейте сухой лед на мелкие кусочки (размером менее ¼ дюйма), подходящие для помещения в чашку.

Высушите возвратную камеру TPW спиртом и налейте ¼ дюйма спирта в нижнюю часть камеры. Поместите в нижнюю часть возвратной камеры примерно 2 см³ мелко измельченного сухого льда. Это помогает начать процесс замораживания и предотвращает переохлаждение воды. Прежде чем вставлять тепловую трубку, необходимо дождаться образования небольшого куска льда на конце возвратной камеры, это способствует утолщению ледяной оболочки на дне.

Загрузите сухой лед в чашку Quick Stick, пустые места необходимо заполнить этанолом (примерно 100 мл). Перед установкой в TPW необходимо охладить Quick Stick. После начала цикла охлаждения вставьте Quick Stick в нижнюю часть возвратной камеры, радиус на дне обеспечивает центрирование в камере.

После того как Quick Stick будет аккуратно вставлен в элемент, пустые места заполняются этанолом до тех пор, пока его уровень не будет чуть ниже уровня воды в элементе (около 1 см). Это помогает предотвратить образование ледяной перемычки через верхнюю часть во время формирования оболочки. Вокруг элемента TPW может быть установлен специальный теплоотвод, что также помогает предотвратить образование перемычки. Сдвиньте теплоотвод по элементу до уровня воды. Тепло в помещении поглощается и передается в воду на поверхности. Отрегулируйте центрирующую втулку так, чтобы тепловая трубка находилась в центре возвратной камеры. Во время этого процесса необходимо обеспечить надежную опору элемента и Quick Stick. Необходимо соблюдать осторожность, чтобы во время этого процесса не сломать возвратную камеру, в противном случае элемент будет разрушен. Элемент и Quick Stick должны иметь отдельные опоры. Для этой цели компания Fluke Calibration предлагает комплект опор 2067-P.

За пределами этой точки процесс замораживания происходит сам собой. Убедитесь, что в верхней части отсутствует ледяная перемычка. Одна порция сухого льда образует надежную оболочку в течение 40-60 минут.



Рис. 2. Замораживание ледяной оболочки с помощью Quick Stick

fig002.eps

⚠ Предупреждение

При использовании жидкого азота всегда соблюдайте крайнюю осторожность. Контакт с азотом может обжечь кожу или привести к повреждению глаз.

Процесс замораживания с предварительным охлаждением металла в жидком азоте

Предварительно охладите несколько металлических стержней в жидком азоте. Последовательно вставьте предварительно охлажденные металлические стержни в жидкость теплоносителя в возвратной камере. Для формирования достаточной ледяной оболочки необходимо несколько вставок.

Внутренний расплав

Поверхность очень чистой ледяной воды на поверхности возвратной камеры формируется путем плавления тонкого слоя льда рядом с камерой. Эта поверхность называется «внутренним расплавом». Сначала внутренний расплав формируется путем заливки небольшого количества предварительно охлажденной воды или спирта (с температурой ниже 2 °C) в возвратную камеру до уровня чуть выше верхней части ледяной оболочки. Затем в возвратную камеру вставляется стеклянный стержень при комнатной температуре. Стеклянный стержень остается на месте достаточно долго, в течение нескольких секунд, чтобы растопить ледяную оболочку в той части, которая свободна от возвратной камеры. Проверьте, что оболочка свободна, осторожно поворачивая элемент и наблюдая за тем, чтобы оболочка свободно вращалась вокруг оси возвратной камеры. Если оболочка не вращается, нагрейте стержень до комнатной температуры и повторите процесс. Операцию внутреннего расплава необходимо выполнять каждый раз при использовании элемента, а в процессе использования элемента следует регулярно проводить проверку на свободное вращение оболочки. Когда оболочка будет выдержана, и образуется поверхность ледяной воды, элемент тройной точки температуры воды готов выполнять измерения.

Техническое обслуживание и срок реализации TPW

Через некоторое время ледяная оболочка прикрепляется к возвратной камере. В этом слое может образоваться давление, наблюдаемые низкие температуры могут достигать 0,0001 °C. Необходимо освободить оболочку путем временной вставки теплого стержня в камеру, как описано в разделе *Внутренний расплав*.

Элемент должен быть подготовлен по меньшей мере за два дня до его использования. Сразу после замораживания температура равновесия в элементе TPW будет немного ниже (0,0005 °C). Считается, что такое явление начального понижения температуры и последующее постепенное увеличение в течение одного или двух дней до стабильного значения связано со структурными деформациями, которые образуются при начальном замерзании льда. Предположительно, деформации исчезают со временем по мере выдержки льда. Величина пониженной начальной температуры и скорости роста до стабильного значения температуры зависит от конкретного метода, который используется для замораживания элемента.

Элемент TPW с ледяной оболочкой может храниться в течение нескольких

месяцев в контролируемой ванне для камеры или в сосуде Дьюара, наполненном дробленым льдом, с пластиковым контейнером, помещенным между сосудом Дьюара и элементом TPW. Однородность температуры и стабильность используемой ванны для содержания элемента TPW должна быть равна $\pm 0,003$ °C или лучше.

Для этой цели предназначены ванны Fluke Calibration 7012 и 7312. Ванна 7012 может вместить до четырех элементов TPW и до двух ванн 7312. По нашему опыту, температура ванны должна быть установлена на уровне около $0,003$ °C ниже TPW (около $0,007$ °C), чтобы поддерживать TPW в течение нескольких месяцев. Если температура ванны слишком низкая, в элементе будет замерзать большее количество воды. Если температура ванны слишком высокая, то ледяная оболочка в элементе будет постепенно расплавляться. В течение первого месяца, когда ванна используется для содержания элементов TPW, необходимо ежедневно проверять ледяную оболочку. Немного отрегулируйте заданное значение температуры в ванне, если это необходимо для достижения оптимального положения при обслуживании. Если в верхней части поверхности воды в элементе образуется ледяная перемычка, ее надо немедленно расплавить. В противном случае давление, создаваемое на поверхности при замерзании воды, может разрушить элемент. После первоначальных регулировок ванны элементы TPW в ванне можно использовать в течение нескольких месяцев, при небольшом обслуживании.

Для обслуживания элемента TPW можно использовать сосуды Дьюара 2028 компании Fluke Calibration. Если элемент TPW содержится в сосуде Дьюара с колотым льдом, то на поверхности воды в элементе будет образовываться лед в результате передачи тепла через пар к холодному стеклу, температура которого часто достигает 0 °C. Если элемент не трогать в течение нескольких дней, то лед полностью замерзнет по всей верхней поверхности и его придется снова расплавлять (например, нагревая рукой), чтобы не разрушить элемент. Необходимо соблюдать осторожность, чтобы нагревать воду как можно меньше и не расплавить слишком большую часть оболочки. Перечисленные выше эффекты значительно уменьшаются, если элемент будет изолирован от ванны со льдом. Как уже упоминалось выше, это можно сделать с помощью пластикового контейнера с пенопластовыми вставками, чтобы обеспечить воздушный зазор размером приблизительно 1 см между элементом и стенкой контейнера. Элемент, который хранится таким образом, можно использовать в течение многих месяцев, уделяя минимальное внимание обслуживанию ванны со льдом.

Использование элемента

Следующие рекомендации позволят повысить точность, увеличить срок службы и эффективность элемента.

Защита от ударов

Размещение небольшой поролоновой губки в нижней части возвратной камеры поможет уменьшить силу удара, возникающего при помещении SPRT или другого датчика в возвратную камеру.

Среда теплопередачи

В возвратной камере должна находиться жидкость, вода или спирт, она будет действовать в качестве теплопередающей среды на границе раздела между льдом и водой и термометром в камере. Количество жидкости в возвратной камере должно быть достаточным, чтобы после вставки

термометра ее уровень был выше уровня воды в элементе. При желании можно использовать латунную или алюминиевую втулку длиной приблизительно 5 см, чтобы увеличить теплопроводность между термометром и поверхностью ледяной воды, что также приведет к уменьшению внешнего саморазогрева термометра.

Предварительное охлаждение термометра

Перед введением термометр необходимо предварительно охладить в течение, по крайней мере, 5 минут во избежание чрезмерного таяния ледяной оболочки. Вставка термометра в ванну для обслуживания или отдельную ванну со льдом является отличным способом предварительного охлаждения. В конструкции ванны для обслуживания Fluke Calibration модели 7012, 7312, и ледяной ванны Дьюара модели 2028 предусмотрены отверстия для предварительного охлаждения.

Фоновое излучение

Воздействие на термометр фонового излучения в помещении может повысить его температуру на несколько десятых долей милли-Кельвина выше температуры внутреннего расплава, даже если элемент полностью уложен в лед. Используйте непрозрачный, изолированный контейнер с покрытием, чтобы обеспечить достаточную защиту от излучения и гарантировать получение требуемой точности.

Эффекты гидростатического давления

Температура равновесия t на границе раздела твердого тела-жидкости на глубине I метров ниже поверхности жидкости (где существует истинная точка тройной температуры) определяется в виде: $t = A + BI$, где $A = 0,01$ °C и $B = -7,3 \times 10^{-4}$ м⁻¹ °C. Поскольку датчик термометра не находится на поверхности, необходимо устранить эффекты гидростатического давления. Например, в случае SPRT с датчиком, который находится на 242 мм ниже поверхности, коррекция вычисляется следующим образом:

$$T = 0,01 \text{ °C} + (-7,3 \times 10^{-4} \text{ м}^{-1} \text{ °C}) \times 0,242 \text{ м} = 0,00982334 \text{ °C}$$

Изотопный состав

Вариации изотопного состава воды, встречающейся в природе, могут привести к появлению обнаруживаемых различий в температуре TPW. Разница в температурах TPW между океанской водой и водой, полученной из растаявших полярных льдов, достигает 0,25 мК. Определение Кельвина в системе СИ (единица термодинамической температуры, равная 1/273,16 термодинамической температуры тройной точки воды) и официальные документы ITS (ITS-90 и IPTS-68) не учитывают изотопный состав воды для TPW. Документы, опубликованные BIPM, такие как «Дополнительная информация для Международной температурной шкалы, 1990 г.» [4] и «Дополнительная информация для IPTS и EPT-76», предполагают, что изотопный состав воды для TPW должен быть в значительной степени таким же, как у океанской воды.

Следующие отрывки взяты непосредственно из документа «Дополнительная информация для Международной температурной шкалы, 1990 г.»:

«Рабочий элемент тройной точки содержит лед, воду и водяной пар, все с высокой степенью чистоты и, по существу, его состав в значительной степени соответствует изотопному составу океанской воды».

«Вариации изотопного состава воды, встречающейся в природе, могут

привести к появлению обнаруживаемых различий в температуре тройной точки. Океанская вода содержит около 0,16 ммоль 2H на моль 1H, 0,4 ммоль ^{17}O , и 2 ммоль ^{18}O на моль ^{16}O ; эта доля тяжелых изотопов практически никогда не может быть превышена в воде, встречающейся в природе. Поверхностная континентальная вода обычно содержит приблизительно 0,15 ммоль 2H на моль 1H; вода, получаемая из полярного снега или ледникового льда, иногда может содержать всего лишь 0,1 ммоль 2H на моль 1H.

Очистка воды может слегка изменить ее изотопный состав (перегонка обычно приводит к уменьшению содержания 2H), а изотопный состав на границе раздела лед-вода очень слабо зависит от технологии замораживания.

Уменьшение 10 мкмоль 2H на моль 1H соответствует уменьшению температуры тройной точки приблизительно на 40 мК; это представляет разницу между тройными точками океанской воды и обычной континентальной поверхностной воды. Максимальная, и весьма нетипичная, разница в температурах тройной точки для воды, встречающейся в природе, составляет около 0,25 мК и соответствует разнице между морской водой и водой, полученной из растаявших полярных льдов».

Недавно Д. Р. Уайт (D. R. White) и др. исследовали влияние изотопного состава на температуру тройной точки воды [12]. Ниже приведены некоторые сведения из официальных документов:

Международное научное сообщество, представленное Международным агентством по атомной энергии, использует в качестве точки отсчета для исследований в области изотопного состава вод определенную стандартную среднюю океанскую воду (SMOW). Измерения изотопного состава выполнены в отношении V-SMOW (Vienna-SMOW) и SLAP (стандартные легкие антарктические осадки), эти два стандартных справочных материала (вода) охватывают изотопный спектр природных вод. Абсолютные измерения соотношения изотопов для V-SMOW показывают:

$$(D/{}^1\text{H})\text{V-SMOW} = 0,00015576(5),$$

$$({}^{18}\text{O}/{}^{16}\text{O})\text{V-SMOW} = 0,00200520(45),$$

и

$$({}^{17}\text{O}/{}^{18}\text{O})\text{V-SMOW} = 0,0003799(8).$$

Различия в соотношениях изотопов обычно представлены в виде отклонений от V-SMOW:

$$\delta^{18}\text{O} = [({}^{18}\text{O}/{}^{16}\text{O})\text{проба} - ({}^{18}\text{O}/{}^{16}\text{O})\text{V-SMOW}] / ({}^{18}\text{O}/{}^{16}\text{O})\text{V-SMOW},$$

и аналогично для δD и $\delta^{17}\text{O}$. Как правило, результаты находятся в диапазоне тысячных долей, выраженных в виде промилле (на тысячу, ‰).

Для изотопных составов, близких к V-SMOW, влияние изотопов может быть аппроксимировано линейной функцией значений дельта:

$$T_{\text{meas}} = T_{\text{V-SMOW}} + A\text{D}\delta\text{D} + A^{17}\text{O}\delta^{17}\text{O} + A^{18}\text{O}\delta^{18}\text{O}$$

Существует несколько методов измерения постоянных снижения содержания изотопов. Наиболее точным является метод Kiyosawa (1991), при котором измеряется повышение температуры плавления проб воды, обогащенной D и ^{18}O . Постоянные снижения, найденные по данным Kiyosawa, равны: $A\text{D}=628 \pm 6$ мК и $A^{18}\text{O}=641 \pm 23$ мК. Значение $A^{17}\text{O}$ получается равным 57 мК.

Значения дельта δD , $\delta^{17}O$ и $\delta^{18}O$ для осаждения (атмосферные воды) значительно коррелируют между собой. Приближенные соотношения составляют $\delta D = 8 * \delta^{18}O + 0,01$ и $1 + \delta^{17}O = (1 + \delta^{18}O) 0,528$. Таким образом, можно определить коррекцию температуры только на основании измерений δD следующим образом:

$$(T_{meas} TV-SMOW) \text{ мкК} = 712 \times \delta D - 0,8$$

Компания Fluke Calibration приложила большие усилия, чтобы уменьшить неопределенность TPW, связанную с изменением изотопного состава воды. Мы стараемся добиться того, чтобы конечный изотопный состав воды в TPW Fluke Calibration был максимально приближен к V-SMOW. Поскольку во время каждой операции производственного процесса (дистилляция и дегазация) изотопный состав воды будет меняться, необходимо обратить внимание не только на изотопный состав исходной воды, но и на технологию производства. Теперь мы рады сообщить, что изотопный состав воды в элементах TPW Fluke Calibration практически идентичен V-SMOW. Фактические изотопные отношения воды в элементе TPW Fluke Calibration описаны следующим образом:

$$\delta D = 0 \pm 0,010 \text{ (10‰)}$$

$$\delta^{18}O = 0 \pm 0,001 \text{ (1,0‰)}$$

Неопределенность изотопного отклонения и изменения воды в элементах TPW Fluke Calibration оценивается на уровне менее 7 мкК (<0,007 мК). Отчет об анализе изотопного состава (выборочный анализ) приложен к сертификату TPW. Проба воды, используемая для анализа, взята непосредственно из конечного элемента TPW после процессов дегазации и герметизации. Конечно, анализ воды, используемой в процессе производства элементов TPW, проводится ежемесячно.

Чтобы еще больше снизить неопределенность, можно проводить индивидуальный изотопный анализ состава для элемента TPW. Fluke Calibration предлагает два варианта:

1. При заказе элемента TPW вы можете одновременно заказать пробу воды (около 10 мл в ампуле). Проба воды взята непосредственно из конечного элемента TPW после процессов дегазации и герметизации. Поэтому изотопный состав пробы воды соответствует тому, который находится в элементе TPW. Вы можете отправить пробу воды в любую лабораторию по вашему выбору, чтобы провести изотопный анализ. Это позволит уточнить фактический изотопный состав воды в элементе TPW. При необходимости можно выполнить мини-коррекцию изотопного состава. Таким образом, компонент неопределенности изотопного состава может быть сокращен приблизительно до 3 мкК (Модель №5901-SMPL).
2. Вы можете заказать отчет по анализу элемента TPW. Fluke Calibration отправит пробу воды (взятую аналогично варианту 1) в лабораторию по нашему выбору, чтобы вместе с элементом представить отчет по изотопному анализу (Модель №5901-ITST).

Инструкции по уходу за элементом TPW

Элемент TPW является чрезвычайно чувствительным устройством. Следует соблюдать чрезвычайную осторожность при обращении, использовании и транспортировке элемента. Наружная стеклянная оболочка может легко разбиться. Во время транспортировки элемент TPW рекомендуется держать в вертикальном положении. Избегайте резких колебаний и тряски во время транспортировки, поскольку элементы TPW могут сломаться от удара воды о стенки элемента. Отсутствие амортизирующего воздуха в элементе позволяет водяному пару сразу преобразоваться в жидкую воду, поэтому стекло принимает полный удар жидкой массы в процессе движения. Этим объясняется типичный звук щелчка из безвоздушного элемента, когда вода в элементе мягко качается из стороны в сторону. Если элемент не создает гидроудар, то в нем может присутствовать утечка. Температура окружающей среды при транспортировке и хранении должна быть выше 0 °С. Места, где температура ниже 0 °С или может опуститься ниже этого значения, очень опасны для элемента TPW. Быстрое замерзание воды в элементе TPW может привести к поломке элемента.

Ни в коем случае не допускайте образования ледяной перемычки (лед полностью замерзает по всей верхней поверхности в элементе) по всей верхней поверхности воды в элементе. Если в верхней части элемента TPW образовалась ледяная перемычка, ее необходимо немедленно расплавить; в противном случае давление, возникшее при замерзании воды ниже верхней части, разрушит элемент. Регулярно проверяйте элемент TPW во время технического обслуживания в ванне или сосуде Дьюара. Если элемент TPW хранится в очень холодных условиях, ледяная оболочка будет нарастать. Как только ледяная оболочка коснется внешней оболочки, элемент разорвется в течение короткого времени.

Библиография

1. 10th General Conference on Weights and Measures (10th CGPM, 1954)
2. 3th General Conference on Weights and Measures (13th CGPM, 1967-1968), Resolutions 3 and 4, p. 104
3. Preston-Thomas, H. "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia*, Vol. 27, p. 3–10 (1990); *ibid.* p. 107
4. BIPM, "Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990", 1990
5. Mangum, B.W., Furukawa, G.T., Guidelines for Realizing the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), NIST Technical Note 1265,
6. U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402, Aug. 1990
7. Schooley, James F., *Thermometry*, CRC Press, Boca Raton, Florida 33431, Chap. 3, p.40 (1986)
8. Riddle, J.L. Furukawa, G. T. and Plumb, H. H., *Platinum Resistance Thermometry*, NBS Monograph 126, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402, (Apr. 1972).
9. McLaren, E. H., "The Freezing Points of High Purity Metals as Precision Temperature Standards, I. Precision Measurements with Standard Resistance Thermometers", *Can. J. Phys* Vol. 35, 78 (1957).
10. Berry, R. J., "The Temperature-Time Dependence of the Triple Point of Water", *Can. J. Phys.* Vol. 37 (1959).
11. Furukawa, G. T. and Bigge, W. R., "Reproducibility of Some Triple Point of Water Cells", *the American Institute of Physics*, Vol. 5. Part 1 , p. 291 (1982).
12. Stimson, H. F., *Precision Resistance Thermometry and Fixed Points, Temperature, Its Measurement and Control in Sci. and Ind.*, Reinhold Pub. Corp., New York, NY, Vol. 2, Chap. 9, p. 141 (1955).
13. White, D. R., Dransfield, T. D., Strouse, G. F., Tew, W. L., Rusby, R. L., and Gray, J. "Effects of Heavy Hydrogen and Oxygen on the Tri-
14. ple-Point Temperature of Water", *Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Volume 7*, edited by Dean C. Ripple, American Institute of Physics, p. 221-226 (2002).
15. Hill, K. D., "Is there a long-term drift in triple point of waters?" *Metrologia* 38, 79-82, (2001).

