

**FLUKE®**

**Calibration**

# **5924 / 5925 / 5926** **5927 / 5928 / 5929**

Metal Freeze Point Cell

Руководство пользователя

2004, Rev. 1, 12/11

© 2004-2011 Fluke Corporation. All rights reserved. Specifications subject to change without notice.  
All product names are trademarks of their respective companies.

## 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 реселлера 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 обработки. 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 остановок.

Авторизованные реселлеры Fluke расширят 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 на 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, по усмотрению компании Fluke, могут ограничиваться возмещением стоимости покупки, бесплатным ремонтом или заменой неисправного изделия, возвращенного в авторизованный сервисный центр компании 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 обработки, включая электрическое перенапряжение из-за несоблюдения указанных допустимых значений, или обычным износом механических компонентов, Fluke определит стоимость ремонта и начнет работу после получения разрешения. После ремонта продукт будет возвращен покупателю с оплаченной перевозкой, и покупателю будет выставлен счет за ремонт и транспортные расходы при возврате (ФОб пункт отгрузки).

**НАСТОЯЩАЯ ГАРАНТИЯ ЯВЛЯЕТСЯ ЕДИНСТВЕННЫМ И ИСКЛЮЧИТЕЛЬНЫМ СРЕДСТВОМ ЗАЩИТЫ ПРАВ ПОКУПАТЕЛЯ НА КОМПЕНСАЦИЮ И ЗАМЕНЯЕТ СОБОЙ ВСЕ ПРОЧИЕ ГАРАНТИИ, ПРЯМЫЕ ЛИБО ПОДРАЗУМЕВАЕМЫЕ, ВКЛЮЧАЯ, НО НЕ ОГРАНИЧИВАЯСЬ ЛЮБЫМИ ПОДРАЗУМЕВАЕМОМИ ГАРАНТИЯМИ ТОВАРНОЙ ПРИГОДНОСТИ ИЛИ СООТВЕТСТВИЯ НАМЕЧЕННОЙ 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	Fluke Europe B.V.	ООО «Флюк СИАЙЭС»
P.O. Box 9090	P.O. Box 1186	125167, г. Москва,
Everett, WA 98206-9090 5602	BD Eindhoven	Ленинградский проспект дом 37,
U.S.A.	The Netherlands	корпус 9, подъезд 4, 1 этаж

# Содержание

Название	страница
Введение .....	1
Перед началом работы .....	3
Используемые символы .....	3
Меры безопасности .....	4
Как связаться с Fluke .....	4
Характеристики .....	5
Обзор процесса калибровки.....	5
Уход за камерой точки кристаллизации металла.....	6
Общая информация.....	6
Расстекловывание кварцевого стекла .....	6
Распаковка .....	7
Руководство по сборке.....	7
Справочная информация .....	9
Обслуживание камеры с использованием аргона .....	15
Регулировка вертикального градиента температуры.....	15
Регулировка точности дисплея контроллера .....	16
Процедура воспроизведения точки кристаллизации (фиксированных точек In, Zn, Al, Ag и Cu) .....	17
Воспроизведение точки кристаллизации In .....	17
Воспроизведение точки кристаллизации Sn.....	18
Воспроизведение точки кристаллизации Zn.....	19
Воспроизведение точки кристаллизации Al.....	20
Воспроизведение точки кристаллизации Ag.....	21
Воспроизведение точки кристаллизации Cu.....	22
Уход за СПТС при высоких температурах.....	23
Коррекция разности давлений .....	23



## Введение

Международная температурная шкала от 1990 года (ITS-90) основана на последовательности фиксированных реперных точек. При температурах выше 273,16 К большинство фиксированных точек являются точками кристаллизации определенных чистых металлов. Чистый металл расплавляется и кристаллизуется при определенной температуре за счет поглощения или высвобождения скрытой теплоты плавления. Точка кристаллизации металла представляет собой фазовое равновесие между жидкой фазой и твердой фазой чистого металла при давлении одного стандартного атмосферного давления (101,325 кПа). Точки кристаллизации индия, олова, цинка, алюминия, серебра, золота и меди являются определяющими фиксированными точками МТШ-90. Значения температуры этих точек кристаллизации назначаются МТШ-90. Постоянные влияния давления и коэффициенты сопротивления МТШ-90 перечислены в Таблица 1.

**Таблица 1. Определяющие точки кристаллизации металла по МТШ-90, константы давления и коэффициенты сопротивления**

Влияние давления в фиксированных точках						
Фиксированная точка	Назначенная температура		dt/dP (10 <sup>-8</sup> К/Па) [1]	dt/dh (10 <sup>-3</sup> К/м)	W <sub>r</sub> (T <sub>90</sub> )	dW <sub>r</sub> /dt ( x 0,001)
	T <sub>90</sub> (К)	t <sub>90</sub> (°C)				
Фиксированная точка индия	429,7485	156,5985	4,9	3,3	1,60980185	3,801024
Фиксированная точка олова	505,078	231,928	3,3	2,2	1,89279768	3,712721
Фиксированная точка цинка	692,677	419,527	4,3	2,7	2,56891730	3,495367
Фиксированная точка алюминия	933,473	660,323	7,0	1,6	3,37600860	3,204971
Фиксированная точка серебра	1234,93	961,78	6,0	5,4	4,28642053	2,840862
Фиксированная точка золота	1337,33	1064,18	6,1	10	--	--
Фиксированная точка меди	1357,77	1084,62	3,3	2,6	--	--

[1] Эквивалентно милликельвинам на стандартную атмосферу.

Фиксированные точки в Таблица 1 являются характерными стандартами температуры в соответствии с определением МТШ-90. В определенных условиях эти точки кристаллизации хорошо воспроизводимы, так как в месте и во время получения точки кристаллизации достигается практически одинаковая температура. Разница между воспроизведениями точки кристаллизации индия, олова и цинка может вполне быть в пределах 1,0 мК. Для алюминия и серебра разница между воспроизведениями точки кристаллизации может быть в пределах нескольких милликельвинов.

Камеры с фиксированной точкой серий 5900 и 5910 представляют собой полностью герметичные камеры, которые упрощают процесс воспроизведения. Открытые камеры с фиксированной точкой серии 5920 содержат колпачки из нержавеющей стали и отверстия для использования с газообразным аргоном.

Компания Fluke предлагает открытые камеры с фиксированной точкой для тех, кому требуются традиционные камеры данного типа. Для получения дополнительной информации обратитесь в компанию Fluke.



gprv001.jpg

**Рис. 1. Камера точки кристаллизации металла**

Для калибровки стандартного платинового термометра сопротивления (СПТС) необходимо иметь возможность достигать температур фиксированной точки, указанных в Таблица 1. При работе с поддиапазонами точки кристаллизации изменяются в зависимости от металла. Точки кристаллизации поддиапазона см. в Таблица 2.

**Таблица 2. Поддиапазоны МТШ-90 и точки кристаллизации, необходимые для калибровки**

Поддиапазон	Требуемая точка кристаллизации
От 0 до 961,78 °С	Точки кристаллизации олова, цинка, алюминия и серебра
От 0 до 660,323 °С	Точки кристаллизации олова, цинка и алюминия
От 0 до 419,527 °С	Точки кристаллизации олова и цинка
От 0 до 231,928 °С	Точки кристаллизации индия и олова
От 0 до 156,5985 °С	Фиксированная точка индия

## Перед началом работы

### Используемые символы

Таблица 3 содержит международные электрические символы. Некоторые или все эти символы могут использоваться на приборе или в данном руководстве.

Таблица 3. Международные электрические символы

Символ	Описание	Символ	Описание
	Опасное напряжение		Выкл.
	Горячая поверхность (Опасность ожога)		Вкл.
	Опасность. Важная информация. См. руководство.		Предохранитель
	Переменный ток		Батарея
	Переменный ток – Постоянный ток	 N10140	Соответствует действующим в Австралии требованиям по электромагнитной совместимости.
	Постоянный ток	 C US	Соответствует действующим в Северной Америке стандартам безопасности.
	Двойная изоляция		Соответствует нормативам ЕС
	Заземление		Не утилизируйте данное изделие вместе с неотсортированными бытовыми отходами. Информация по утилизации имеется на веб-сайте Fluke.
<b>CAT II</b>	Оборудование категории CAT II защищено от переходных процессов, вызываемых энергоемким оборудованием стационарных установок, например телевизорами, ПК, портативными инструментами и другой домашней техникой.		

## Меры безопасности

Используйте этот прибор исключительно так, как описано в данном руководстве. В противном случае имеющиеся в нем средства защиты могут быть повреждены.

Под терминами «предупреждение» и «предостережение» понимается следующее.

- «Предупреждение» определяет состояния и действия, которые могут представлять опасность для пользователя.
- «Предостережение» определяет состояния и действия, которые могут повредить используемый инструмент.

### Предупреждение

Во избежание травмы следуйте этим указаниям:

- **НЕ используйте данный прибор в иных, кроме калибровочной работы, целях.**
- **НЕ используйте этот прибор в средах, не указанных в данном руководстве пользователя.**
- **Придерживайтесь всех правил техники безопасности, перечисленных в данном руководстве пользователя.**
- **Не оставляйте платиновый терморезистор в установленном положении на длительное время, это может привести к нагреванию его рукоятки.**
- **Поверочное оборудование должно быть использоваться только обученным персоналом.**
- **Используйте данный Прибор только по назначению. Ненадлежащая эксплуатация может привести к нарушению степени защиты, обеспечиваемой Прибором.**
- **Не используйте прибор и отключите его, если он имеет повреждения.**
- **Используйте Прибор только в помещении.**
- **Ремонт Прибора должен выполнять только авторизованный технический специалист.**

### Предостережение

Во избежание возможного повреждения прибора следуйте приведенным ниже указаниям:

- **Содержите элемент в чистоте и избегайте контакта с голыми руками, водопроводной водой и загрязненными платиновыми терморезисторами. Если есть вероятность, что на элемент попала грязь, почистите кварцевый кристалл химически чистым спиртом перед его установкой в печи.**
- **Используйте прибор только в вертикальном положении.**

## Как связаться с Fluke

Чтобы связаться с представителями компании Fluke, позвоните по одному из следующих номеров:

- Служба технической поддержки в США: 1-877-355-3225
- Служба технической поддержки в России/СНГ: +7 495 664 75 12
- Канада: 1-800-36-FLUKE (1-800-363-5853)
- Европа: +31-40-2675-200
- Япония: +81-3-6714-3114
- Сингапур: +65-6799-5566
- Россия: +7 495 664 75 12
- Китай: +86-400-810-3435
- Бразилия: +55-11-3759-7600
- В других странах мира: +1-425-446-6110

Ознакомиться с данными о приборе и загрузить последние обновления можно на веб-сайте компании Fluke Calibration по адресу [www.flukecal.com](http://www.flukecal.com).

Прибор можно зарегистрировать по адресу <http://flukecal.com/register-product>.



## Характеристики

Таблица 4. Характеристики камер точки кристаллизации металла

Номер модели	5924	5925	5926	5927	5928	Связаться с компанией Fluke	5929
Фиксированная точка	Фиксированная точка индия	Фиксированная точка олова	Фиксированная точка цинка	Фиксированная точка алюминия	Фиксированная точка серебра	Фиксированная точка золота	Фиксированная точка меди
Воспроизводимость (мК)	0,15–0,30	0,2–0,4	0,2–0,4	0,6–1,0	1,0–2,0	--	2,0–4,0
Расширенная неопределенность (мК), $k = 2$	0,7	0,5	0,9	1,3	2,4	--	10,0
Чистота металла	99,9999 %	99,9999 %	99,9999 %	99,9999 %	99,9999 %	99,9999 %	99,9999 %
Количество металла (кг)	0,97	0,96	0,95	0,35	1,35	--	1,13
Наружный диаметр камеры (мм)	50	50	50	50	50	50	50
Общая высота камеры (мм)	596	596	596	596/696	696	696	696
Внутренний диаметр полости (мм)	8	8	8	8	8	8	8
Общая глубина погружения <sup>[1]</sup> (мм)	195	195	195	195	195	195	195
[1] Расстояние от нижней части возвратной камеры до верхней поверхности металла							

## Обзор процесса калибровки

Типичная камера с фиксированной точкой металла 592X Fluke показана на Рис. 1. Для калибровки камеры с фиксированной точкой металла надлежащее количество металла с чистотой 99,9999% расплавляется в графитовом тигле с графитовой крышкой и возвратной камерой. Содержание примесей в графите должно быть меньше 5 ppm. Перед загрузкой металлического образца все графитовые детали подвергаются последующему воздействию высокой температуры в условиях высокого вакуума. Графитовый диск устанавливается поверх тигля. Затем собранный графитовый тигель с металлом высокой чистоты закрывается в длинной кварцевой камере. Между графитовыми дисками вставляется ватная изоляция из чистого кремнезема, выступающая в качестве теплового барьера.

Далее камера герметизируется специально разработанным колпачком из нержавеющей стали с отверстием и вакуумным клапаном. Камера соединяется с системой нагнетания и заполнения, после чего в ней несколько дней создается надлежащее давление при температуре, близкой к точке кристаллизации. В течение этого периода камера неоднократно очищается с помощью аргона высокой чистоты, чтобы удалить абсорбционный газ с поверхностей всех деталей в камере. В конце камера заполняется чистым аргоном 99,9999% под давлением, близким к 101,325 кПа, при комнатной температуре и закрытом вакуумном клапане.

## Уход за камерой точки кристаллизации металла

### Общая информация

Камера точки кристаллизации металла представляет собой устройство, требующее крайне осторожного обращения. При работе с камерой или ее транспортировке необходимо соблюдать особую осторожность. Внешняя оболочка из кварцевого стекла хрупкая и ее можно легко разбить. Компания Fluke рекомендует хранить камеру в вертикальном положении для обеспечения безопасности.

#### *Примечание*

*Кратковременная установка холодной камеры в горизонтальное положение не является типичной причиной ее повреждения.*

Транспортировка камеры обычным средством грузоперевозки приведет к ее непоправимому повреждению. Для предотвращения повреждения переносите камеру с места на место вручную. Очень важно содержать внешнюю поверхность камеры в чистоте, чтобы предотвратить растрескивание кварцевого стекла. Никогда не касайтесь камеры голыми руками. При работе с камерой обязательно надевайте чистые хлопчатобумажные перчатки и используйте чистую обеззоленную бумагу. В случае прикосновения к внешней поверхности камеры голыми руками очистите кварцевое стекло спиртом, прежде чем вставлять камеру в печь.

### Расстекловывание кварцевого стекла

Расстекловывание — естественный процесс, происходящий с кварцевым стеклом. Кварцевое стекло используется в стеклообразном состоянии. Наиболее стабильным состоянием кварца является кристаллическое состояние. Таким образом, расстекловывание означает процесс возврата кварца в наиболее стабильное состояние. Если кварц остается абсолютно чистым и не содержит загрязнений, то расстекловывание будет возникать только при высоких температурах. Зачастую процесс может проходить и при более низких температурах, если стекло загрязнено щелочными металлами (Na, K, Mg и Ca). Причиной начала этого процесса могут стать щелочи, присутствующие в обычной водопроводной воде.

#### **⚠ Предостережение**

**Исключение расстекловывания нецелесообразно, поскольку это требует значительных усилий и является потенциально опасным для прибора и/или пользователя.**

Процесс расстекловывания начинается с помутнения или снижения прозрачности кварца. Его поверхность становится неровной и крошится. Расстекловывание, в конечном итоге, будет ослаблять стекло/кварц, пока он не сломается или его невозможно будет использовать.

Профилактические меры — это лучшая защита от загрязнений и расстекловывания. Знание причин и признаков загрязнения поможет принять меры, необходимые для контроля загрязнения камеры. Содержите камеру в чистоте и избегайте ее контакта с голыми руками, водопроводной водой или загрязненными СПТС.

## Распаковка

Поскольку перенести вручную или доставить камеру с фиксированной точкой 592X в собранном виде представляется сложным, ее необходимо доставлять в комплекте. Комплект состоит из следующих частей:

1. Тигель в сборе (герметизированный в сосуде из пирексного стекла в атмосфере сухого чистого аргона)
2. Графитовые диски высокой чистоты (6 шт.), герметизированные в сосуде из пирексного стекла в атмосфере сухого чистого аргона, по аналогии с сосудом из пирексного стекла для тигля в сборе
3. Ватные диски из чистого плавленного кварца (кварцевого стекла, в пирекс-трубке)
4. Внешняя оболочка из плавленного кварца (кварцевого стекла), 1 шт.
5. Возвратная камера из плавленного кварца (кварцевого стекла), 1 шт.
6. Чистые пирекс-трубка или стержень (используются в качестве инструмента и не являются элементами сборки камеры)
7. Сверхчистая обеззоленная фильтровальная бумага (используется при сборке)
8. Колпачок из нержавеющей стали в сборе, 1 комплект, включая следующие детали:
  - Верхняя крышка из нерж. стали, 1 шт.
  - Зажим камеры из нерж. стали, 1 шт.
  - Зажимное кольцо крышки из нерж. стали, 1 шт.
  - Силиконовое уплотнительное кольцо, ВД 1,862 x ширина 0,103, 1 шт.
  - Силиконовое уплотнительное кольцо, ВД 0,424 x ширина 0,103, 1 шт.
  - Силиконовая уплотнительная шайба (64,0 мм/50,6 мм x 5,0 мм), 1 шт.
  - Высоковакуумный сильфонный клапан, NUPRO SS-4H, 1 шт.
  - Опорный кронштейн клапана из нерж. стали, 1 шт.
  - Винт, 8-32 x 1 SKTHD CAP, 4 шт.
  - Винт, 4-40 x 1/4 SKTHD CAP SST, 3 шт.
  - Винт, 8-32 x 5/16 PPHD, 2 шт.

## Руководство по сборке

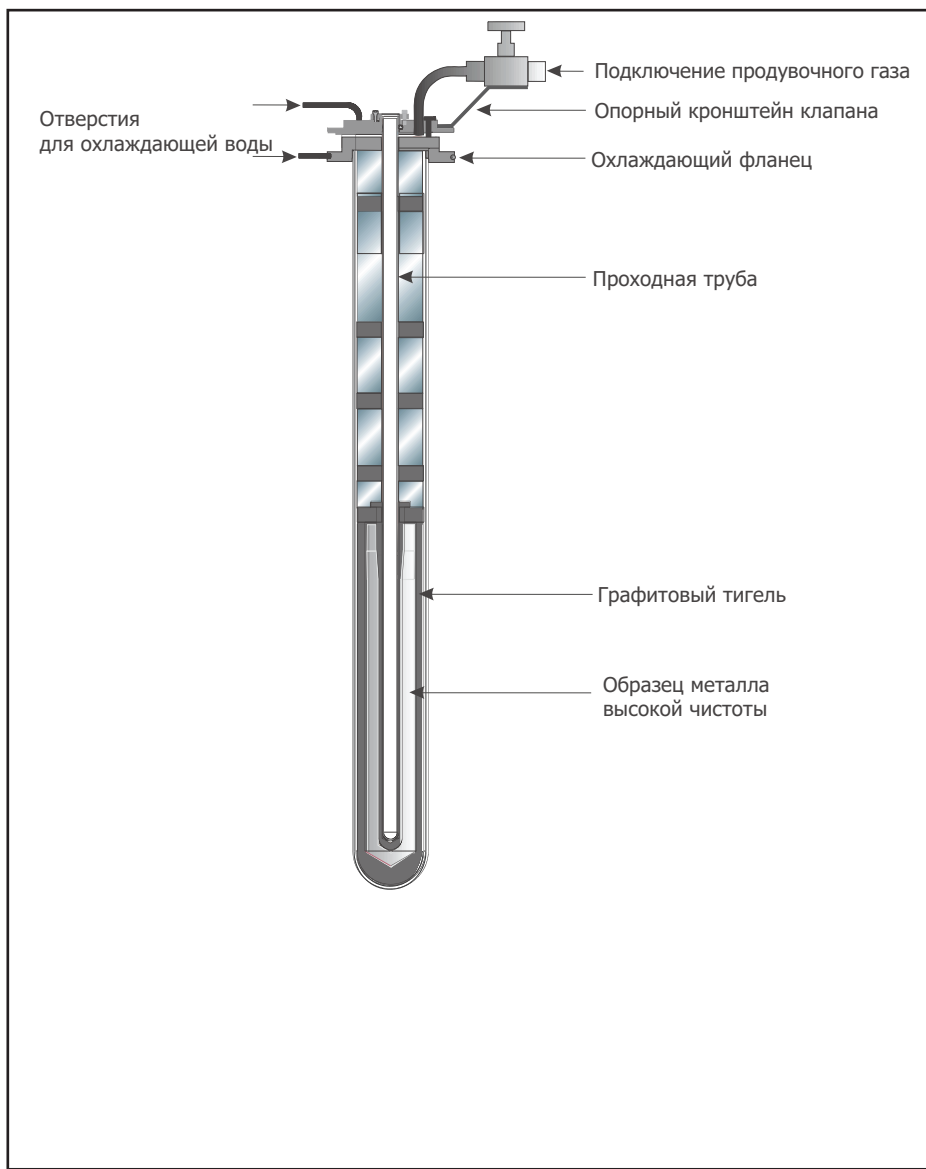
1. Сборка должна выполняться в чистой и подходящей рабочей зоне. Во время сборки используйте новые чистые перчатки и устанавливайте тигель в сборе только на чистую обеззоленную бумагу (входит в комплект).

### **⚠ Предостережение**

**Чтобы предотвратить загрязнение тигля, не вскрывайте сосуд из пирексного стекла до тех пор, пока не будете готовы к работе с ним.**

2. Чистым металлическим инструментом осторожно вскройте верхнюю часть сосуда из пирексного стекла, в котором находятся тигель в сборе и графитовые диски. Извлеките графитовые диски из сосуда из пирексного стекла и положите их на кусок обеззоленной фильтровальной бумаги. Выполните весь процесс сборки без прерывания во избежание загрязнения и окисления чистого металла.
3. Держите внешнюю оболочку из плавленного кварца под углом 10 градусов относительно горизонтальной плоскости. Медленно и осторожно опустите тигель в сборе на дно внешней оболочки. Во время процесса используйте обеззоленную фильтровальную бумагу для удержания тигля в сборе. Положите один графитовый диск на верхнюю часть тигля в сборе.
4. Аккуратно извлеките из пирекс-трубки ватные диски из чистого плавленного кварца и поместите их во внешнюю оболочку, используя пирекс-трубку в качестве направляющей. Вкладывайте во внешнюю оболочку дополнительные ватные диски из чистого плавленного кварца до тех пор, пока их высота не составит приблизительно 80 мм.
5. Поместите графитовый диск во внешнюю оболочку поверх ватных дисков из чистого плавленного кварца. Используя пирекс-трубку и камеру из плавленного кварца в качестве направляющих, надавливайте на графитовый диск до тех пор, пока высота ватных дисков из чистого плавленного кварца не достигнет 40 мм (в течение всего процесса сборки поддерживайте чистоту поверхности камеры из плавленного кварца). Введите камеру из плавленного кварца через отверстия графитовых дисков и ватных дисков из чистого плавленного кварца в полость тигля в сборе, чтобы проверить сборку. Затем извлеките камеру из плавленного кварца из внешней оболочки.
6. Повторяйте шаги 4 и 5 до тех пор, пока пять графитовых дисков и достаточное количество ватных дисков из чистого плавленного кварца не будут вставлены во внешнюю оболочку, как показано на Рис. 2.

7. Осторожно установите колпачок из нержавеющей стали на верхнюю часть узла подключения продувочного газа, как показано на Рис. 2.
8. Поддерживайте чистоту наружной поверхности камеры из плавленного кварца, чтобы предотвратить расстекловывание. Перед вставкой камеры в контейнер очистите наружную поверхность камеры и опорного контейнера (корзины) камеры. Для очистки используйте только чистую ткань и химически чистый спирт. Положите войлок из чистого плавленного кварца (кварцевого стекла) толщиной около 1 дюйма на внутреннее дно контейнера в качестве подушки.
9. Вставьте камеру в корзину камеры в печи.



**Рис. 2. Открытая камера точки кристаллизации металла Fluke**

10. Подсоедините выпускное отверстие вакуумного клапана к системе нагнетания и заполнения в соответствии с прилагаемыми инструкциями для быстроразъемного фитинга трубки.
11. Откройте вакуумный клапан и выполните нагнетание в камеру с помощью механического вакуумного насоса. Вакуумметрическое давление снизится примерно до 0,01 торра. Если давление не снижается, проверьте и затяните все винты.

## Справочная информация

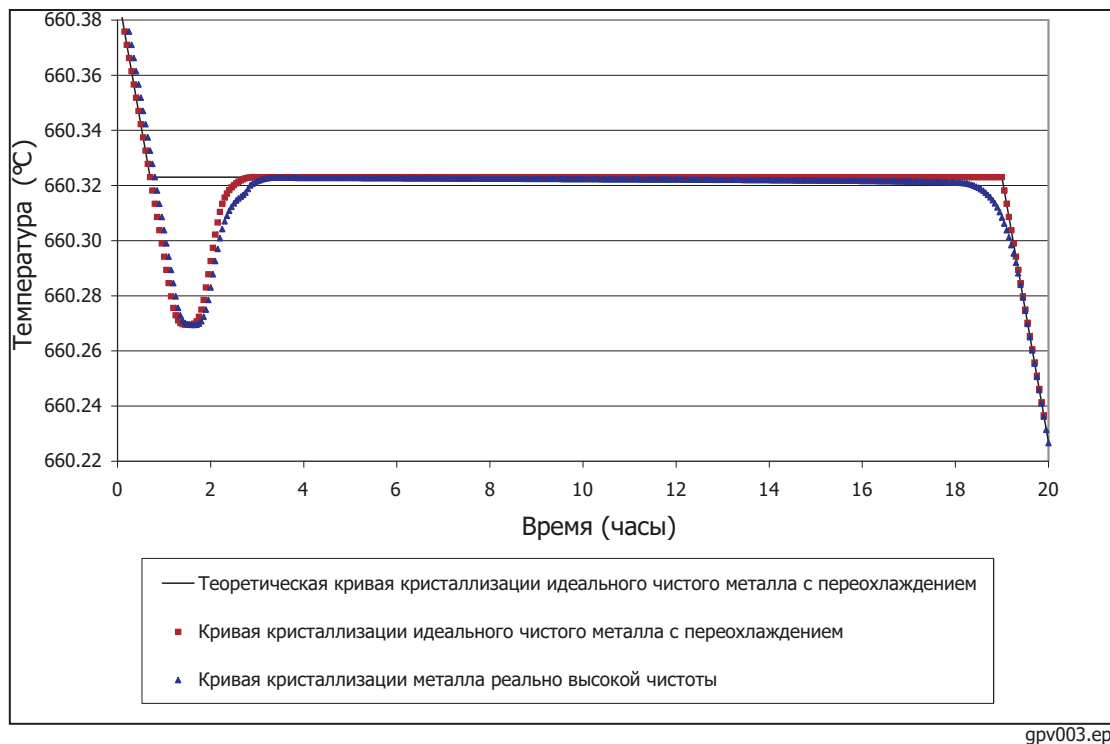
Теоретически температуры плавления и кристаллизации для идеального чистого металла одинаковы. Тем не менее, с введением загрязнений в металл точки равновесия плавления и кристаллизации обычно немного снижаются. Площадка кристаллизации идеального чистого металла должна быть плоской. Единственное исключение составляет процесс переохлаждения. Как правило, примеси в металле придают площадке небольшой отрицательный уклон. Большая часть различных загрязнений может привести к резкому снижению площадки кристаллизации. Например, примеси галлия в олове приводят к резкому снижению площадки кристаллизации.

Разные типы загрязнений могут привести к повышению площадки. Например, наличие примесей золота в серебре становится причиной повышения площадки кристаллизации. Поведение металла очень высокого уровня чистоты, 99,9999 % или выше, очень приближено к поведению идеального чистого металла. На Рис. 3 показана разница между кристаллизацией идеального чистого металла и металла высокой чистоты. Приблизительный эффект загрязнения в точке равновесия можно рассчитать с помощью первой криоскопической постоянной. Этот расчет рассмотрен в рекомендациях по использованию международной температурной шкалы 1990 (МТШ-90).

Для сравнения показатели общей неопределенности, первой криоскопической константы, требований к чистоте металла и разности в точке ликвидуса приведены в Таблица 5. Используя СПТС в современной стандартной климатической лаборатории, можно определить изменение температуры до 0,01 мК (0,00001 °С). Таким образом, лучшим методом определения точки кристаллизации с помощью реального образца является тот, который измеряет температуру, ближайшую к точке кристаллизации идеального чистого металла. Начало кривой кристаллизации металла высокой чистоты является ближайшей к идеальной точке кристаллизации температурой, которую можно получить в современной стандартной климатической лаборатории. Обнаружено, что для этого лучше всего подходит метод медленной индуцированной кристаллизации (подробная информация о методе представлена в разделе «Процедура воспроизведения точки кристаллизации»). Очень медленная кристаллизация обеспечивает достаточно времени для калибровки различных СПТС на начальном этапе одной кристаллизации.

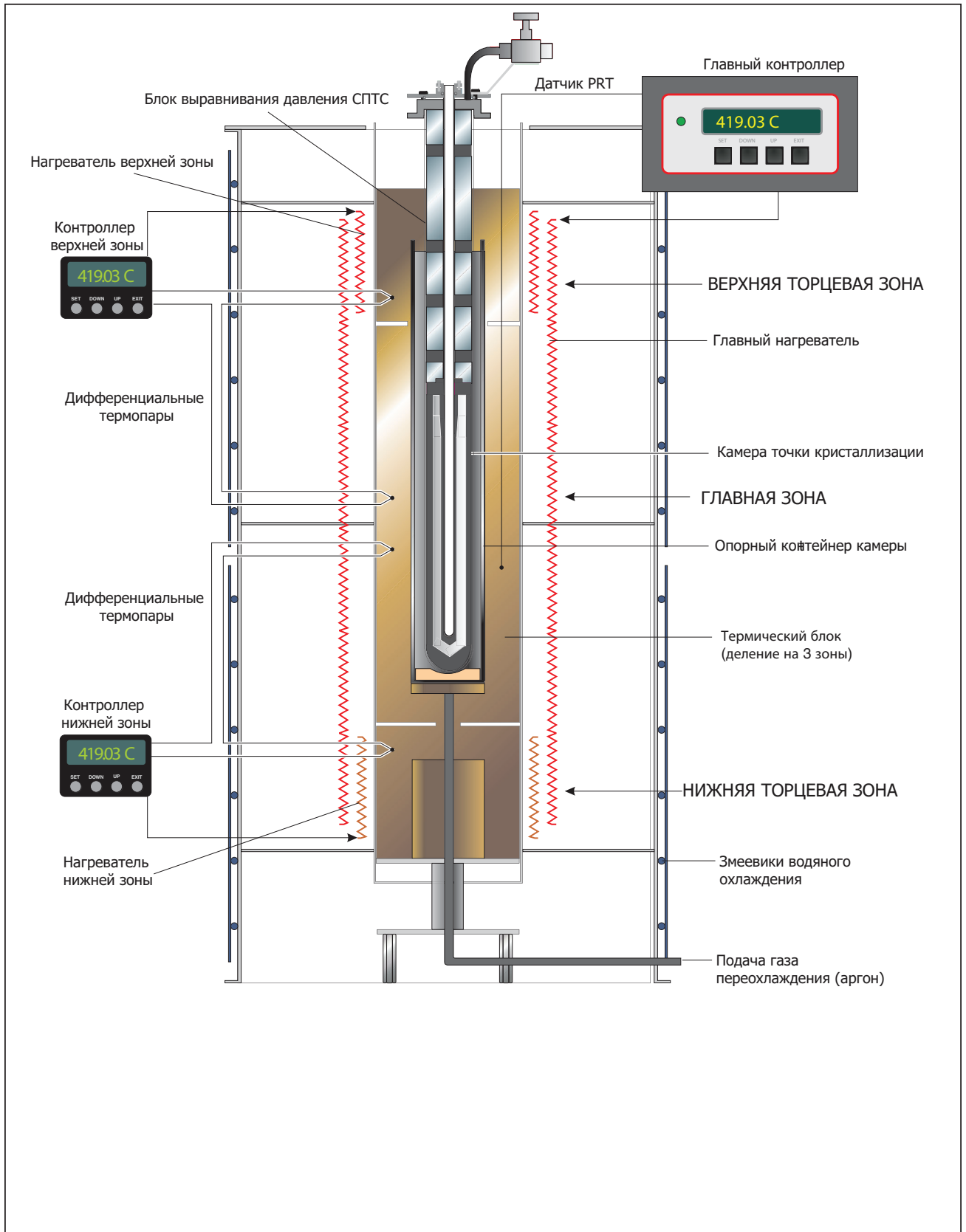
**Таблица 5. Сводная информация о первых криоскопических постоянных и ожидаемых эффектах загрязнений**

Вещество	1-я криоскопическая постоянная	Уровень загрязнения	Отклонение от точки чистого ликвидуса
Индий	0,00732/К	99,99999 %	-0,01 мК
Олово	0,00329/К	99,9999 %	-0,3 мК
Цинк	0,00185/К	99,9999 %	-0,5 мК
Алюминий	0,00149/К	99,9999 %	-0,7 мК
Серебро	0,000891/К	99,9999 %	-1,1 мК
Золото	0,000831/К	99,9999 %	-1,2 мК
Медь	0,000857/К	99,9999 %	-1,2 мК



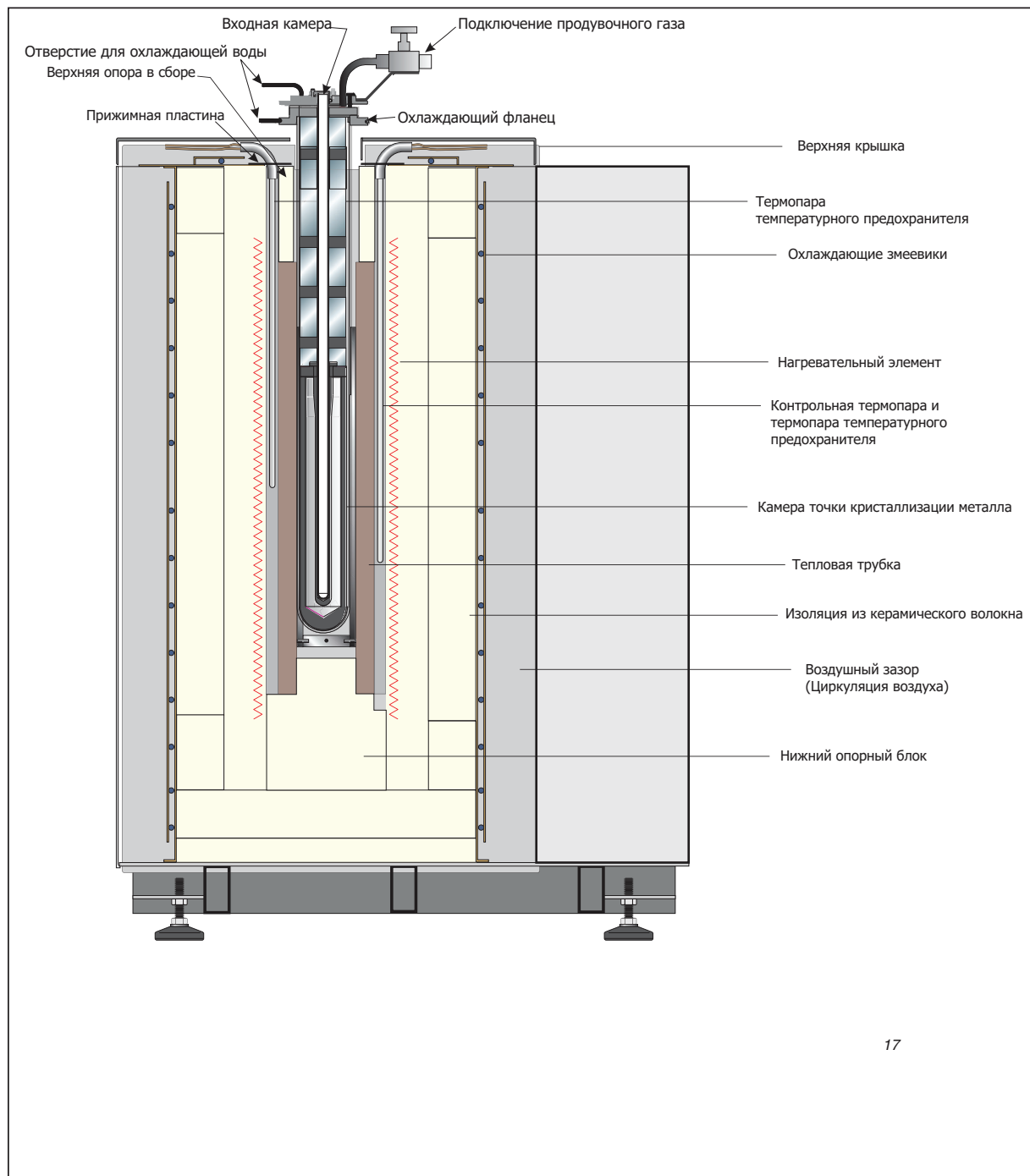
**Рис. 3. Сравнение кривой кристаллизации для одной камеры**

При методе индуцирования в камере создаются две межфазные поверхности жидкая–твердая среда. Непрерывная межфазная поверхность жидкая–твердая среда максимально возможно закрывает датчик калибруемого СПТС. На стенке графитового тигля образуется еще одна межфазная поверхность жидкая–твердая среда. В такой ситуации внешняя межфазная поверхность медленно расширяется, поскольку жидкая среда продолжает кристаллизироваться. В идеале это создает оболочку постоянной плотности, которая полностью окружает жидкость. Последняя, в свою очередь, окружает внутреннюю межфазную поверхность жидкая–твердая среда, граничащую с камерой термометра (Рисунок 4). Внутренняя межфазная поверхность является статической, за исключением тех случаев, когда происходит определенный процесс отвода тепла. Например, установка холодного сменного термометра. Это измеренная термометром температура внутренней межфазной поверхности жидкая–твердая среда. Иногда внутренняя межфазная поверхность жидкая–твердая среда называется поверхностью, определяющей температуру.



gpv005.eps

Рис. 4. Внутренняя часть печи 9114 с камерой точки кристаллизации, вид в разрезе

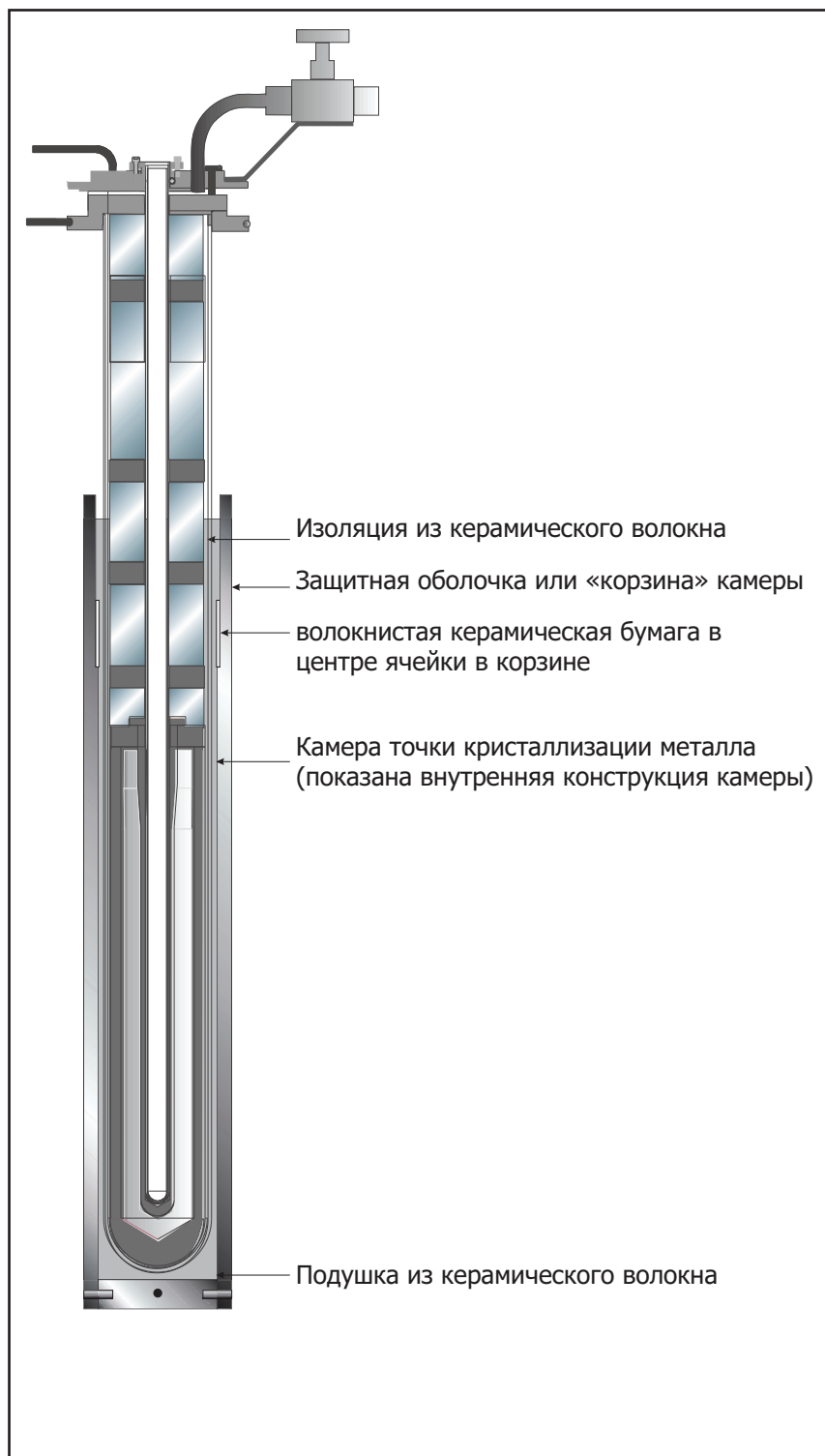


17

gprv006.eps

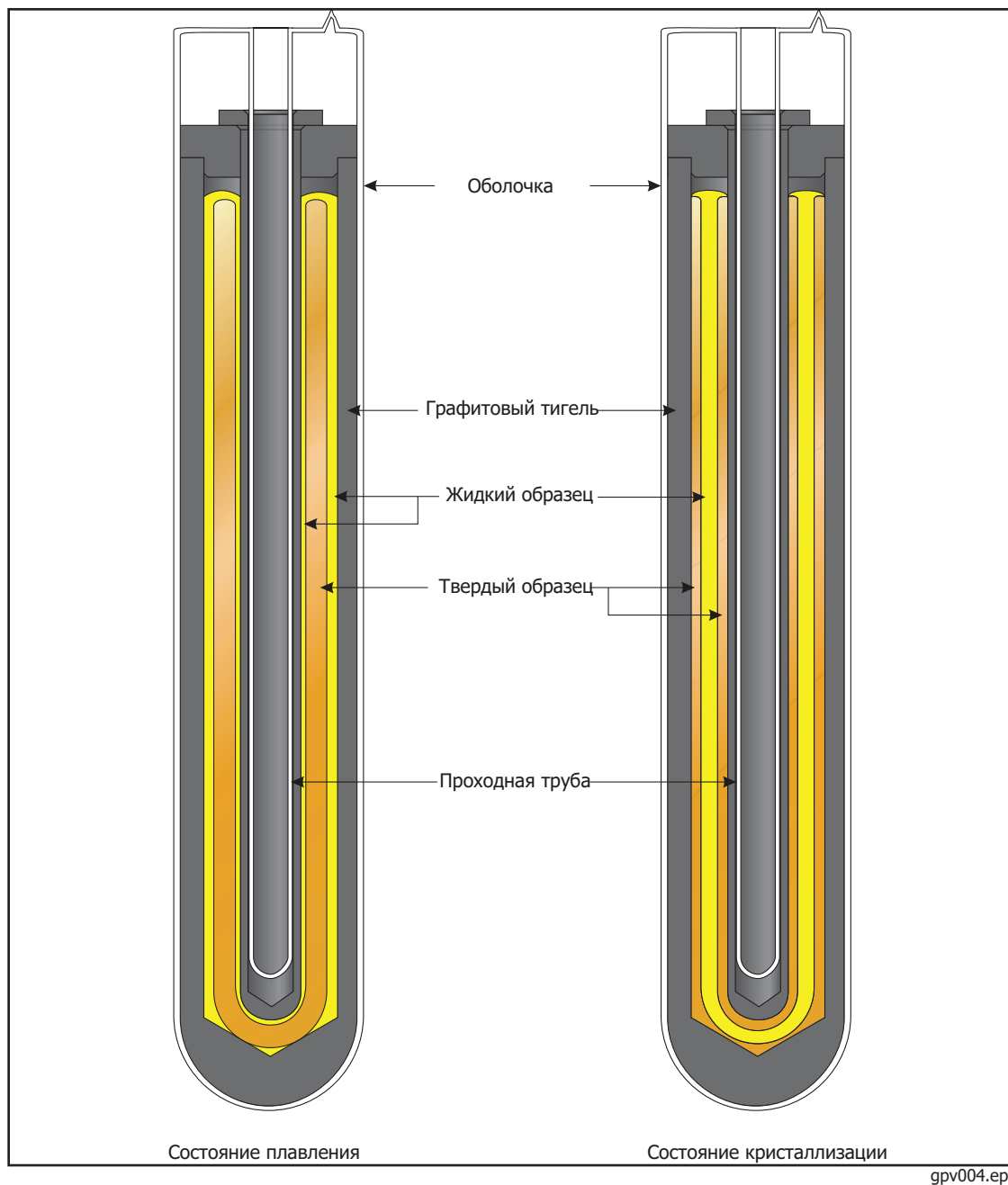
Рис. 5. Внутренняя часть печи 9115A/9116A с камерой точки кристаллизации, вид в разрезе





gpv010.eps

Рис. 6. Камера точки кристаллизации металла в защитной оболочке (корзине) камеры



**Рис. 7. Две межфазные поверхности жидкая–твердая среда в камере**

Очень важно соблюдать инструкции, приведенные в данном руководстве, чтобы обеспечить равномерную, стабильную и контролируруемую температурную среду при закрытии камеры с фиксированной точкой. Компания Fluke разработала три конструкции печей с фиксированной точкой, которые способствуют созданию этой стабильной контролируемой среды. Печь модели 9114 оснащена тремя независимыми подогревателями и контроллерами, которые предназначены для использования в температурном диапазоне до 680 °C, как показано на Рис. 4.

Печь модели 9115A с натриево-инконелевой тепловой трубкой предназначена для диапазона температур от 500 до 1000 °C. Хотя печь 9115A можно использовать до 1100 °C, возможно сокращение срока службы тепловой трубки, если температура превышает 1000 °C в течение длительного периода времени.

Печь модели 9116A (Рис. 5) имеет более высокий диапазон температур и предназначена для расширенного использования при температуре выше 1000 °C, в частности, для точки кристаллизации меди (1084,62 °C).

**Таблица 6. Печи для фиксированных точек и однородность распределения температуры**

<b>Фиксированная точка</b>	<b>Используемое оборудование</b>	<b>Равномерность температуры</b>
Точка кристаллизации индия	Печь модели 9114, три зоны	±0,02 °C
Точка кристаллизации олова	Печь модели 9114, три зоны	±0,02 °C
Точка кристаллизации цинка	Печь модели 9114, три зоны	±0,02 °C
Точка кристаллизации алюминия	Печь модели 9114, три зоны	±0,03 °C
Точка кристаллизации алюминия	Печь модели 9115, тепловая трубка	±0,03 °C
Точка кристаллизации серебра	Печь модели 9115, тепловая трубка	±0,05 °C
Точка кристаллизации меди	Печь модели 9116, одна зона	±0,2 °C

Перед введением в любую печь необходимо поместить камеру в защитную оболочку. При идеальной конфигурации камера должна храниться в индивидуальной оболочке. Защитная оболочка (корзина) камеры для печи модели 9114 показана на Рисунке 6. Печи 9115А и 9116А оснащены корзиной из плавленного кварцевого стекла (кварца) для поддержки и закрытия камеры точки кристаллизации. В нижней части корзины размещена изоляция из керамического волокна толщиной минимум 50 мм (2 дюйма) для защиты камеры.

## Обслуживание камеры с использованием аргона

При обслуживании камеры рекомендуется использовать аргон для увеличения срока службы камеры. Для обслуживания камеры с использованием аргона:

1. Подключите камеру к системе нагнетания и заполнения.
2. Убедитесь, что все соединения находятся в хорошем состоянии.
3. Проверьте достаточную затяжку семи винтов на колпачке и при необходимости подтяните их.
4. Запустите нагнетание механическим вакуумным насосом. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
5. В течение не менее 4 часов выполняйте нагнетание в камеру с помощью диффузионного или молекулярного насоса. Три или четыре раза продуйте камеру чистым аргоном 99,999% и заполните камеру чистым аргоном до давления, немного превышающего местное атмосферное давление.
6. Закройте все клапаны.

## Регулировка вертикального градиента температуры

Прежде чем образец будет расплавлен, вертикальный градиент температуры должен соответствовать требованиям. В противном случае возможна поломка камеры. Поэтому после установки и проверки камеры следует обязательно измерять вертикальный градиент температуры не менее одного раза в шесть месяцев. Градиент трехзонной печи 9114 можно регулировать нагревателями верхней и нижней зоны. Поскольку печи 9115А/9116А оснащены натриевыми тепловыми трубками, которые обеспечивают достаточное и равномерное распределение температуры, регулировка градиента не требуется.

Метод проверки вертикального градиента температуры (только для печи 9114):

1. Установите температуру печи на 5 °C ниже точки плавления образца. Например, температура плавления цинка составляет 419,527 °C; температура печи должна быть установлена на 414,5 °C. После того, как температура на дисплее достигнет заданной температуры, подождите, пока печь и камера стабилизируются в течение 4 часов, прежде чем продолжить.
2. Запишите результаты измерения температуры вдоль вертикальной оси камеры с шагом 50 мм, начиная с полного погружения СПТС на дно камеры и заканчивая высотой 180 мм от дна камеры. Перед записью результатов измерения выдерживайте 2-минутный период стабилизации в каждой точке.

Требования к вертикальному градиенту температуры перечислены в Таблица 6. Если печь не соответствует требованиям, вертикальный градиент температуры должен быть отрегулирован верхними и нижними нагревателями. См. разделы «Контроллеры торцевых зон» и «Обнуление контроллеров зоны» в руководстве пользователя печи 9114.

Для установки камер с фиксированной точкой 592X необходимо объединить процесс измерения вертикального градиента температуры и процесс регулировки давления в камере ( см. «Обслуживание камеры с использованием аргона» в данном руководстве).

## **Регулировка точности дисплея контроллера**

Проверка дисплея контроллера на точность не требуется при обслуживании камеры с помощью внешнего дисплея температуры вместо дисплея контроллера. Если внешний дисплей температуры не используется, существуют случаи, когда точность дисплея важна и подлежит проверке. Это осуществляется в следующих случаях:

- Точность контроллера должна быть проверена для определения смещения с помощью откалиброванного СПТС (для печей 9114 и 9115) или термопары (для печи 9116). Смещение следует учитывать или откорректировать во время воспроизведения фиксированных точек.
- Точность контроллера необходимо откорректировать после регулировки вертикального градиента температуры. Точность может измениться после регулировки градиента температуры.
- Точность контроллера следует проверять после того, как образец полностью расплавится при каждом воспроизведении фиксированной точки. Метод регулировки точности см. в руководстве пользователя печами 9114/9115/9116.

Для проверки точности дисплея контроллера необходимо использовать откалиброванный СПТС или термопару. Точность термопары недостаточна для воспроизведения камеры меди.

Используйте эту процедуру, чтобы добиться воспроизведения камеры меди:

1. Нагрейте печь до температуры, которая на 5–6 °C превышает точку плавления при линейном изменении 0,5 °C/мин. Запишите ЭДС  $E(\text{Cu})$  термопары во время температурной площадки на кривой плавления.
2. После расплавления меди уменьшите температуру печи до значения, на 2 °C превышающего точку кристаллизации. Поддерживайте эту температуру в печи на протяжении не менее 4 часов или дольше.
3. Проверьте точность печи при заданной температуре. Когда эта температура стабилизируется, запишите ЭДС  $E_1$ . Фактическую температуру  $t$  можно рассчитать с помощью следующего уравнения:  
$$t = 1084,62 \text{ °C} + (E_1 - E(\text{Cu})) / dE/dt$$
  
 $dE/dt$  составляет 13,6 мкВ/°C для термопары типа R и 11,8 мкВ/°C для термопары типа S.
4. Сравните расчетную фактическую температуру и заданную температуру печи.  
Например: Заданная температура печи составляет 1085,6 °C, расчетная фактическая температура — 1086,0 °C, а коррекция равна 0,4 °C. Fluke рекомендует выполнять эту процедуру каждый раз.

## Процедура воспроизведения точки кристаллизации (фиксированных точек In, Zn, Al, Ag и Cu)

### ⚠ Предупреждение

**Вследствие разного давления пара в точках кристаллизации процедуры нагнетания и заполнения отличаются для различных фиксированных точек.**

Данная процедура рекомендуется для воспроизведения точки кристаллизации в камерах с фиксированной точкой 592X. В промышленности иногда применяются и другие процедуры. Данные процедуры обеспечивают очень стабильную и долгую температурную площадку на кривой кристаллизации, которая обычно длится более десяти часов. Изменение температуры в первой половине площадки обычно находится в пределах  $\pm 0,2-0,3$  мК. Типичная кривая кристаллизации показана на Рис. 8.

### Воспроизведение точки кристаллизации In

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуум должен составлять  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Вставьте СПТС в возвратную камеру, чтобы отслеживать температуру камеры.
4. Убедитесь в наличии достаточно хорошего вертикального градиента температуры печи с камерой. При необходимости следует проверить и отрегулировать вертикальный градиент температуры печи при первой операции и впоследствии выполнять эту проверку каждые 6 месяцев. См. руководство пользователя печи 9114.
5. Включите питание печи и повысьте температуру до  $162$  °C со скоростью  $3$  °C/мин, выполняя непрерывное нагнетание. В течение этого периода два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%).
6. Как только индий расплавится, доведите температуру печи до значения, на  $2$  °C превышающего температуру точки кристаллизации индия ( $158,6$  °C). Два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%). Заполните камеру аргоном. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в разделе «Коррекция разности давлений».
7. Стабилизируйте температуру в течение двух часов.
8. Установите температуру печи на  $3$  °C ниже температуры точки кристаллизации ( $153,6$  °C) со скоростью снижения  $0,1$  °C/мин.
9. При обнаружении повторного нагрева удалите СПТС. Введите кварцевый стержень при комнатной температуре на 1 минуту или кварцевую трубку на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
10. Установите температуру печи на  $1$  °C ниже температуры точки кристаллизации ( $155,6$  °C)
11. Первый СПТС (проверьте СПТС), подлежащий калибровке, вводится в возвратную камеру, и после достижения равновесия между камерой и СПТС выполняются измерения. Первый СПТС должен находиться при комнатной температуре во время ввода. Печь удерживается при стабильной температуре на  $1$  °C ниже точки кристаллизации.
12. После измерения всех СПТС установите температуру печи на  $20$  °C со скоростью  $2$  °C/мин.
13. На второй день следует выполнить нагнетание в камеру в течение 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргоном до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление.
14. Закройте все клапаны и выключите печь.

### Воспроизведение точки кристаллизации Sn

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуум должен уменьшиться до  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Вставьте СПТС в возвратную камеру, чтобы отслеживать температуру камеры.
4. Убедитесь в наличии достаточно хорошего вертикального градиента температуры печи с камерой. При необходимости следует проверить и отрегулировать вертикальный градиент температуры печи при первой операции и впоследствии выполнять эту проверку каждые 6 месяцев. См. руководство пользователя печи 9114.
5. Включите питание печи и повысьте температуру до 238 °C со скоростью 3 °C/мин, выполняя непрерывное нагнетание. В течение этого периода два или три раза продуйте камеру чистым аргонем (99,999%).
6. Как только олово расплавится, уменьшите температуру печи до значения, на 2 °C превышающего температуру точки кристаллизации олова (233 °C). Два или три раза продуйте камеру чистым аргонем (99,999%). Заполните камеру аргонем. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в Главе 7.
7. Стабилизируйте температуру в течение двух часов.
8. Установите температуру печи на 3 °C ниже температуры точки кристаллизации (228 °C) со скоростью снижения 0,1 °C/мин.
9. Когда температура, показываемая термометром, погруженным в оловянный образец, достигнет точки кристаллизации при использовании печи модели 9114, подайте поток холодного газа вверх вокруг наружной поверхности камеры до повторного нагрева. «Поток холодного газа» означает подачу сжатого воздуха со скоростью приблизительно 5–20 л/мин (0,2–0,7 куб. фута/мин) и примерно 200 кПа (29 фунтов/кв. дюйм абс.).
10. При обнаружении повторного нагрева отключите поток холодного газа. Удалите СПТС и поочередно введите два кварцевых стержня при комнатной температуре на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
11. Установите температуру печи на 1 °C ниже температуры точки кристаллизации (230,9 °C)
12. Первый СПТС (проверьте СПТС), подлежащий калибровке, вводится в возвратную камеру, и после достижения равновесия между камерой и СПТС выполняются измерения. Первый СПТС должен находиться при комнатной температуре во время ввода. Печь удерживается при стабильной температуре на 1 °C ниже точки кристаллизации.
13. После измерения всех СПТС установите температуру печи на 20 °C со скоростью 2 °C/мин.
14. На второй день следует выполнить нагнетание в камеру в течение 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргонем до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление.
15. Закройте все клапаны и выключите печь.

**Воспроизведение точки кристаллизации Zn**

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуумметрическое давление должно уменьшиться до  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Вставьте СПТС в возвратную камеру и отслеживайте температуру камеры.
4. Убедитесь, что вертикальный градиент температуры печи с камерой соответствует критериям, описанным в Таблица 6. При необходимости следует проверить и отрегулировать вертикальный градиент температуры печи при первой операции и впоследствии выполнять эту проверку каждые 6 месяцев. См. руководство пользователя печи 9114.
5. Включите питание печи и повысьте температуру до 250 °C со скоростью 3 °C/мин, выполняя непрерывное нагнетание.
6. При непрерывном нагнетании следует поддерживать в печи температуру 250 °C в течение 2 часов.
7. Два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%). Заполните камеру аргоном до давления 80 кПа.
8. Увеличьте температуру печи до 425 °C со скоростью 3 °C.

**⚠ Предупреждение****НЕ выполняйте нагнетание в камеру дольше 10 секунд.**

9. Как только температура монитора СПТС достигнет 419,527 °C (точка плавления), выполните нагнетание в камеру в течение 10 секунд с помощью механического насоса. Заполните камеру чистым аргоном. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в разделе «Коррекция разности давлений».
10. Как только цинк расплавится, уменьшите температуру печи до значения, на 2 °C превышающего температуру точки кристаллизации цинка (421,5 °C).
11. Стабилизируйте температуру в течение двух часов.
12. Установите температуру печи на 2 °C ниже температуры точки кристаллизации (417,5 °C) со скоростью снижения 0,1 °C/мин.
13. При обнаружении повторного нагрева удалите СПТС и введите кварцевый стержень при комнатной температуре на 1 минуту или кварцевую трубку на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
14. Установите температуру печи на 1 °C ниже температуры точки кристаллизации (418,5 °C).
15. Введите первый СПТС (проверьте СПТС), подлежащий калибровке, в возвратную камеру и выполните измерение после достижения равновесия между камерой и СПТС. Первый СПТС должен находиться при комнатной температуре во время ввода. Поддерживайте в печи стабильную температуру на 1 °C ниже точки кристаллизации.
16. После измерения всех СПТС установите температуру печи на 20 °C со скоростью 2 °C/мин.
17. На второй день выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргоном до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление.
18. Закройте все клапаны и выключите печь.

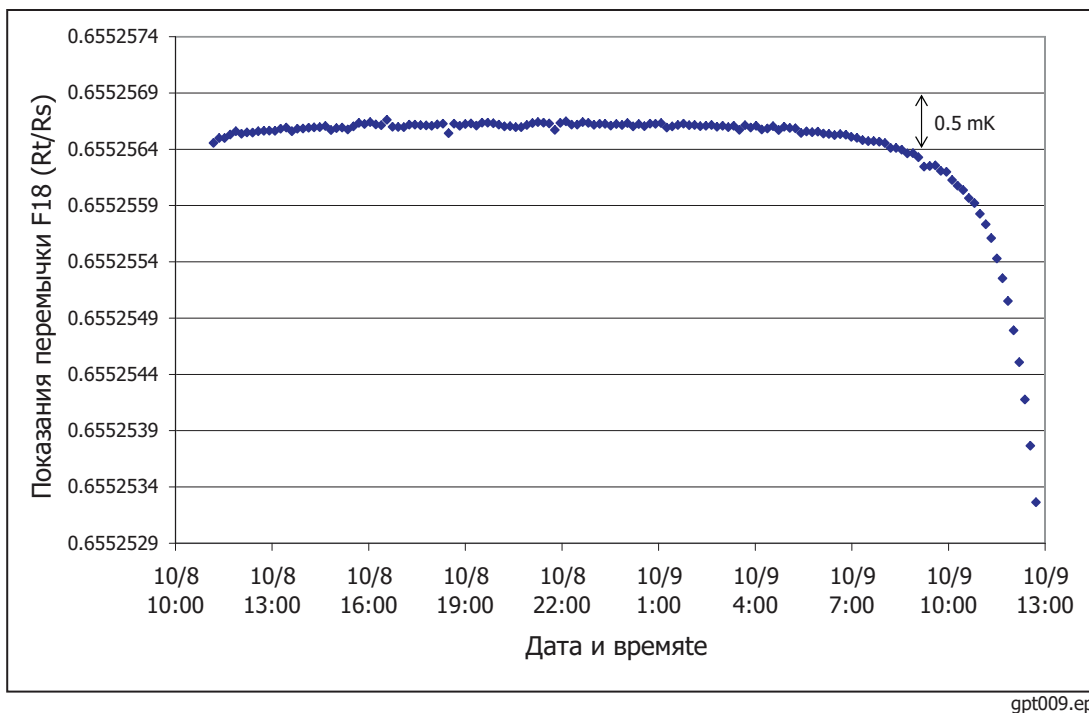


Рис. 8. Типичная кривая кристаллизации для камеры из цинка

### Воспроизведение точки кристаллизации Al

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуум должен составлять  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Вставьте СПТС в возвратную камеру и отслеживайте температуру камеры.
4. Убедитесь, что вертикальный градиент температуры печи с камерой соответствует критериям, описанным в Таблица 6. При необходимости следует проверить и отрегулировать вертикальный градиент температуры печи при первой операции и впоследствии выполнять эту проверку каждые 6 месяцев. См. руководство пользователя печи 9114.
5. Включите питание печи и повысьте температуру до  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ , выполняя непрерывное нагнетание.
6. При непрерывном нагнетании следует поддерживать в печи температуру  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 2 часов.
7. Два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%). Заполните камеру аргоном до давления 94 кПа.
8. Увеличьте температуру печи до  $665,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### ⚠ Предупреждение

**НЕ выполняйте нагнетание в камеру дольше 10 секунд.**

9. Как только температура монитора СПТС достигнет  $660,323\text{ }^{\circ}\text{C}$  (точка плавления), выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 секунд с помощью механического насоса. Заполните камеру чистым аргоном. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в разделе «Коррекция разности давлений».
10. Как только алюминий расплавится, уменьшите температуру печи до значения, на  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$  превышающего температуру точки кристаллизации алюминия ( $662,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).
11. Дайте температуре стабилизироваться в течение двух часов.



12. Установите температуру печи на 2 °C ниже температуры точки кристаллизации (658 °C) со скоростью снижения 0,1 °C/мин.
13. При обнаружении повторного нагрева удалите СПТС и введите кварцевый стержень при комнатной температуре на 1 минуту или кварцевую трубку на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
14. Установите температуру печи на 1 °C ниже температуры точки кристаллизации (659,4 °C)
15. Введите первый СПТС (проверьте СПТС), подлежащий калибровке, в возвратную камеру и выполните измерение после достижения равновесия между камерой и СПТС. Первый СПТС должен находиться при комнатной температуре во время ввода. Поддерживайте в печи стабильную температуру на 1 °C ниже точки кристаллизации.
16. После измерения всех СПТС установите температуру печи на 20 °C со скоростью 2 °C/мин.
17. На второй день выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргоном до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление.
18. Закройте все клапаны и выключите печь.

### **Воспроизведение точки кристаллизации Ag**

#### *Примечание*

*Поскольку камера серебра обслуживается в печи 9115A или 9116A, которые содержат натриевую тепловую трубку, регулировка вертикального градиента температуры не требуется.*

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуум должен составлять  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Включите питание печи и повысьте температуру до 800 °C со скоростью 3 °C/мин, выполняя непрерывное нагнетание.
4. При непрерывном нагнетании следует поддерживать в печи температуру 800 °C в течение 2 часов.
5. Два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%). Заполните камеру аргоном до давления 90 кПа.
6. Увеличьте температуру печи до 966 °C со скоростью 3 °C.

#### **⚠ Предупреждение**

#### **НЕ выполняйте нагнетание в камеру дольше 10 секунд.**

7. Как только температура монитора СПТС достигнет 961,78 °C (точка плавления), выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 секунд с помощью механического насоса. Заполните камеру чистым аргоном. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в разделе «Коррекция разности давлений».
8. Как только серебро расплавится, уменьшите температуру печи до значения, на 2 °C превышающего температуру точки кристаллизации серебра (963,8 °C).
9. Дайте температуре стабилизироваться в течение двух часов.
10. Установите температуру печи на 2 °C ниже температуры точки кристаллизации (959,8 °C) со скоростью снижения 0,1 °C/мин.
11. При обнаружении повторного нагрева удалите СПТС и введите кварцевый стержень при комнатной температуре на 1 минуту или кварцевую трубку на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
12. Установите температуру печи на 1 °C ниже температуры точки кристаллизации (960,8 °C)
13. Введите первый СПТС (проверьте СПТС), подлежащий калибровке, в возвратную камеру и выполните измерение после достижения равновесия между камерой и СПТС. Первый СПТС должен находиться при комнатной температуре во время ввода. Поддерживайте в печи стабильную температуру на 1 °C ниже точки кристаллизации.
14. После измерения всех СПТС установите температуру печи на 20 °C со скоростью 2 °C/мин.
15. На второй день выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргоном до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление. Закройте все клапаны. Выключите печь.

## Воспроизведение точки кристаллизации Cu

### Примечание

*Поскольку камера меди обслуживается в печи 9116А, которая содержит натриевую тепловую трубку, регулировка вертикального градиента температуры не требуется.*

1. Подключите механический вакуумный насос и запустите нагнетание. Когда давление достигнет приблизительно  $1e^{-2}$  торра, медленно откройте вакуумный клапан. Если давление повторно достигает приблизительно  $1e^{-2}$  торра (это может занять около 30 минут), это означает, что все соединения и уплотнения находятся в хорошем состоянии. В противном случае поочередно проверьте все соединения и уплотнения.
2. Включите высоковакуумную систему (диффузионный или молекулярный насос) и откройте высоковакуумный клапан, чтобы выполнить нагнетание в камеру. Вакуум должен составлять до  $1e^{-5}$  торра или ниже.
3. Включите питание печи и повысьте температуру до 850 °C со скоростью 3 °C/мин, выполняя непрерывное нагнетание.
4. При непрерывном нагнетании следует поддерживать в печи температуру 850 °C в течение 2 часов.
5. Два или три раза продуйте камеру чистым аргоном (99,999%). Заполните камеру аргоном до давления 84 кПа.
6. Увеличьте температуру печи до 1091 °C со скоростью линейного изменения следующим образом: = 3 °C/мин ниже 1000 °C, = 2 °C/мин ниже 1070 °C и = 1 °C/мин ниже 1091 °C.

### **⚠ Предупреждение**

#### **НЕ выполняйте нагнетание в камеру дольше 10 секунд.**

7. Как только температура монитора ТС (термопары) достигнет 1084,62 °C (точка плавления), выполните нагнетание в камеру в течение 10 секунд с помощью механического насоса. Заполните камеру чистым аргоном. Доведите давление до значения, близкого к стандартному атмосферному давлению, и запишите фактическое давление, чтобы скорректировать разность давлений, как указано в разделе «Коррекция разности давлений».
8. Как только медь расплавится, уменьшите температуру печи до значения, на 2 °C превышающего температуру точки кристаллизации меди (1086,6 °C).
9. Дайте температуре стабилизироваться в течение двух часов.
10. Установите температуру печи на 2 °C ниже температуры точки кристаллизации (1082,6 °C) со скоростью снижения 0,1 °C/мин.
11. При обнаружении повторного нагрева удалите термопару (ТС) и введите кварцевый стержень при комнатной температуре на 1 минуту или кварцевую трубку на 2 минуты (для создания «двойной кристаллизации»).
12. Установите температуру печи на 1 °C ниже температуры точки кристаллизации (1083,6 °C)
13. Введите первую термопару (ТС), подлежащую калибровке, в возвратную камеру и выполните измерение после достижения равновесия между камерой и СПТС. Первая термопара (ТС) должна находиться при комнатной температуре во время ввода. Поддерживайте в печи стабильную температуру на 1 °C ниже точки кристаллизации.
14. После измерения всех термопар установите температуру печи на 20 °C со скоростью 2 °C/мин.
15. На второй день выполните нагнетание в камеру на протяжении 10 минут. На этот раз температура печи должна приближаться к комнатной температуре. Заполните камеру чистым аргоном до давления, слегка превышающего местное атмосферное давление. Закройте все клапаны. Выключите печь.

## Уход за СПТС при высоких температурах

Каждый СПТС, откалиброванный при температуре выше 500 °С, подвержен «закалочному дефекту вакансии решетки» после извлечения СПТС из печи. Этот закалочный дефект вакансии решетки необходимо удалить перед калибровкой в тройной точке воды. Поэтому после извлечения СПТС из камеры поместите СПТС во вспомогательную печь, в которой задана та же температура, что и для фиксированной точки. Медленно охладите СПТС со скоростью примерно 100 °С/час выше 500 °С. Как только СПТС достигнет 500 °С, его можно извлекать непосредственно в помещение с комнатной температурой.

## Коррекция разности давлений

Это процедура, используемая в лаборатории Fluke для герметичных камер Fluke с фиксированной точкой. В промышленности иногда применяются и другие процедуры.

За некоторым исключением, значения температуры, назначенные для определения фиксированных точек МТШ-90, соответствуют значениям температуры при стандартном атмосферном давлении (101,325 кПа). Фактическое давление в камере может не являться стандартным значением. Например, во время производственного процесса более практично герметизировать камеру, если давление камеры немного ниже давления окружающей среды. Фактическое давление в камере при температуре фиксированной точки представлено в Протоколе испытаний, что позволяет рассчитать коррекцию разности давлений.

В камере с фиксированной точкой металла будет наблюдаться градиент температуры относительно глубины погружения вследствие гидростатического давления металла. Корректировки для гидростатического давления можно применять, используя коэффициенты давления МТШ-90, перечисленные в Таблица 7.

**Таблица 7. Коэффициенты коррекции гидростатического напора**

Вещество	Соответствующее значение равновесной температуры Т Кельвина (К)	Температура при давлении, р К1; dT/dp (10 <sup>-5</sup> мК/Па)	Изменение глубины К2 : dT/dh (мК/м)	Приблизительно dW/dt
Аргон (Т)	83,8058	25	3,3	0,004342
Ртуть (Т)	234,3156	5,4	7,1	0,004037
Вода (Т)	273,16	-7,5	-0,73	0,003989
Галлий (М)	302,9146	-2,0	-1,2	0,003952
Индий tin0 (F)	429,7485	4,9	3,3	0,003801
Олово (F)	505,078	3,3	2,2	0,003713
Цинк (F)	692,677	4,3	2,7	0,003495
Алюминий (F)	933,473	7,0	1,6	0,003205
Серебро (F)	1234,93	6,0	5,4	0,002841
Золото (F)	1337,33	6,1	10	—
Медь (F)	1357,77	3,3	2,6	—
(Т) - тройная точка (М) - точка плавления (F) - точка кристаллизации				

Коррекцию температуры, которая вызвана разностью давлений, можно рассчитать, используя следующее уравнение:

Уравнение 1: Поправка на температуру в зависимости от давления

$$\Delta t = (P - P_0) \times k_1 + h \times k_2$$

Где:

P = фактическое давление аргона в камере при температуре фиксированной точки

P<sub>0</sub> = стандартное атмосферное давление. Например, 101,325 кПа

$$k_1 = \frac{dT}{dP}$$

$$k_2 = \frac{dT}{dh}$$

и

$h$  = глубина погружения средней точки датчика СПТС в металл, используемая для фиксированной точки

Глубина погружения средней точки датчика СПТС в камеру точки кристаллизации металла Fluke составляет приблизительно 0,18 мм (расстояние от нижней части центральной камеры до поверхности жидкого металла составляет примерно 0,195 м). Фактическое давление аргона в точке кристаллизации в камере,  $p$ , представлено в Протоколе испытаний. Температурная поправка,  $\Delta t$ , может быть вычислена по Уравнению 1.

**Например:**

Давление аргона в точке кристаллизации в камере точки кристаллизации алюминия (серийный номер 5907-5AL004) составляет 80,817 Па, как указано в Протоколе испытаний.  $k_1$  и  $k_2$  для точки кристаллизации алюминия можно найти в Таблице 5,  $k_1 = 7,0 \cdot 10^{-5}$  мК/Па и  $k_2 = 1,6$  мК/м. Средняя глубина погружения составляет 0,17 м для большинства стандартных платиновых термометров сопротивления. Таким образом, для расчета  $\Delta t$  используйте Уравнение 1.

Подстановка значений в Уравнение 1:

$$(80,817 \text{ Па} - 101,325 \text{ Па}) \frac{7,0 \times 10^{-5} \text{ мК}}{\text{Па}} + 0,17 \text{ м} \frac{1,6 \text{ мК}}{\text{м}} = -1,44 \text{ мК} + 0,27 \text{ мК}$$

Следовательно:

$$\Delta t = -1,164 \text{ мК}$$

Фактическая температура датчика СПТС в точке полного погружения на площадке кристаллизации в камере рассчитывается с использованием Уравнения 2.

Уравнение 2: Расчет фактической температуры,  $t_1$

$$t_1 = t + \Delta t$$

Таким образом:

$$t_1 = 660,323 \text{ °C} - 0,001164 \text{ °C} = 660,32183 \text{ °C}$$

Где  $t$  — определение температуры фиксированной точки. Например, 660,323 °C для точки кристаллизации алюминия.

Коэффициент сопротивления ( $W_{Al}$  для конкретной камеры точно в точке кристаллизации алюминия) можно рассчитать по следующему уравнению. Значение  $dW/dt$  берется из Таблица 7.

Уравнение: Расчет  $W_{Al}$  для точного определения температуры фиксированной точки.

$$W_{Al} = W(t_1) - [\Delta t] \frac{dW}{dt}$$

Подстановка значений:

$$3,37600860 - (-0,001164) \times (3,204971 \times 10^{-3})$$

Таким образом,  $W_{Al}$  для камеры:

$$W_{Al} = 3,37601233$$