

УДК 621.396

## ЯДЕРНО-КВАДРУПОЛЬНИЙ РОБОЧИЙ ЕТАЛОН ДЛЯ МЕТРОЛОГІЧНОЇ АТЕСТАЦІЇ ТЕМПЕРАТУРНИХ СЕНСОРІВ (За матеріалами доповіді на конференції СЕМСТ-2)

*В. М. Василюк<sup>1</sup>, А. М. Леновенко<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> ВАТ “Укртранснафта”, вул. Артема, 60, м. Київ, 04050,

тел.: 38 044 201 57 05, факс: 38 044 201 57 78, e-mail: office@ukrtransnafta.com

<sup>2</sup> Львівський національний університет ім. Ів. Франка, вул. Університетська, 1, Львів, 79000

тел.: 38 032 239 92 85, факс: 38 032 239 92 85, e-mail: metrologia@polynet.lviv.ua

### Анотація

#### ЯДЕРНО-КВАДРУПОЛЬНИЙ РОБОЧИЙ ЕТАЛОН ДЛЯ МЕТРОЛОГІЧНОЇ АТЕСТАЦІЇ ТЕМПЕРАТУРНИХ СЕНСОРІВ

*В. М. Василюк, А. М. Леновенко*

Описано принцип побудови еталонного ядерно-квадрупольного термометра на основі (з використанням) реєстрації ядерно-квадрупольного резонансу (ЯКР) на ядрах  $C1^{35}$  в  $KClO_3$ . Розглянуто особливості і труднощі практичної реалізації явища ЯКР в прикладних задачах. Приведено оригінальний метод боротьби з паразитними сигналами при застосуванні частотної модуляції в процесі детектування сигналу ЯКР. Представлено практичний ЯКР-термометр та його технічні характеристики.

**Ключові слова:** термометр, ядерний квадрупольний резонанс, еталон, метрологія.

### Abstract

#### THE NUCLEAR-QUADRUPOLE WORKING STANDARD FOR METROLOGICAL ATTESTATION OF TEMPERATURE SENSORS

*V. M. Vasyliuk, A. M. Lenovenko*

The principle of constructing a standard nuclear-quadrupole thermometer has been based on the registration of nuclear-quadrupole resonance (NQR) on the  $C1^{35}$  nuclei in  $KClO_3$ . Peculiarities and difficulties of the practical NQR implementation have been studied in the applied tasks. The original method of resisting spurious signals, while applying frequency modulation in the process of detecting the NQR signal, is shown. A practical NQR-thermometer and its technical attributes are presented.

**Keywords:** thermometer, nuclear-quadrupole resonance, standard, metrology.

## Аннотация

**ЯДЕРНО-КВАДРУПОЛЬНЫЙ РАБОЧИЙ ЭТАЛОН  
ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТЕСТАЦИИ ТЕМПЕРАТУРНЫХ СЕНСОРОВ**

*В. М. Василюк, А. М. Леновенко*

Описывается принцип построения эталонного ядерно-квадрупольного термометра на основании (с использованием) регистрации ядерно-квадрупольного резонанса (ЯКР) на ядрах  $C^{13}$  в  $KClO_3$ . Рассматриваются особенности и трудности практической реализации явления ЯКР в прикладных задачах. Приведен оригинальный метод борьбы с паразитными сигналами при использовании частотной модуляции в процессе детектирования сигнала ЯКР. Представлен практичный ЯКР-термометр и его технические характеристики.

**Ключевые слова:** термометр, ядерный квадрупольный резонанс, эталон, метрология.

Калібрування і метрологічна атестація температурних сенсорів є обов'язковим етапом при розробці, виготовленні і експлуатації вимірювальної техніки. Для забезпечення цих робіт потрібні еталонні засоби, що дозволяють відтворювати неперервну шкалу абсолютних значень температури для індивідуального градування сенсорів і вимірювальних приладів. Як правило, основою таких еталонів служать платинові термоперетворювачі. Еталони представляють собою складні і дорогі системи, експлуатація яких можлива лише в спеціалізованих метрологічних лабораторіях з висококваліфікованим персоналом. Установки дорогі і не завжди доступні для науковців, особливо в діапазоні низьких і криогенних температур. Все це вимагає пошуку нових принципів побудови еталонних засобів вимірювання, які були б комунікабельними і працездатними не тільки в лабораторіях, але і в цехових та польових умовах, де кліматичні і технологічні умови не завжди забезпечуються. Одним із таких принципів є використання ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР), частота якого залежить від температури. Ця залежність є фізичною властивістю даної речовини (сенсора), тобто притаманна даній ґратці і для хімічно стійких матеріалів має високу стабільність, що визначає унікальну відтворюваність температурної характеристики на протязі тривалого часу. Явище ядерного квадрупольного резонансу в кристалах обумовлено взаємодією квадрупольного моменту, що характеризує сферичну асиметрію ядра атома з неоднорідним електричним полем, породженим валентними електронами та іонами в кристалічній ґратці. Так, в деяких кристалах розподіл заряду ядра має вигляд роз-

тягнутого або стиснутого в напрямку ядерного спіна сфероїда.

Такий розподіл заряду називається осьовим квадруполем з певним електричним квадрупольним моментом ( $Q$ ) ядра, який в класичній інтерпретації разом з ядерним магнітним моментом прецесує навколо осі електричного поля. Якщо зразок такого матеріалу розмістити в радіочастотному електромагнітному полі резонансного контуру, ядерна система через ядерний магнітний момент буде електромагнітно зв'язана з коливальним контуром. При співпадінні частоти зовнішнього радіочастотного поля з частотою прецесії ядерного магнітного моменту відбувається резонансне поглинання енергії ядерними спінами від резонансного контура, який входить до складу ядерного детектора. В результаті зменшується амплітуда коливань в контурі. Це і є сигнал ядерного квадрупольного резонансу. Внаслідок спін-спінової та спін-ґраткової взаємодії сигнал ЯКР має форму резонансної лінії з певною спектральною смугою подібною до резонансної кривої лоренцового осцилятора з затуханням. Згідно квантової теорії в таких кристалах має місце штарківське розщеплення рівнів енергії ядерної системи. При переході ядра на вищий енергетичний рівень відбувається резонансне поглинання енергії від коливального контура. Частота ЯКР визначається формулою

$$f_{ЯКР} = \frac{qQ}{h} \frac{\partial E_z}{\partial z} \Phi(I),$$

де  $q$  — заряд електрона;

$h$  — постійна Планка;

$\Phi(I)$  — спінова функція;

$Q$  — квадрупольний момент ядра;

$\frac{\partial E_z}{\partial z}$  — градієнт електричного поля ядерної системи.

Детектор ядерного квадрупольного резонансу представляє собою керований генератор радіочастотних коливань, який одночасно збуджує спінову систему сенсора і реєструє вплив останньої на амплітуду коливань. При виборі термометричного матеріалу для сенсора повинні задовольнятися умови:

— висока фізико-хімічна стабільність кристалічної ґратки в різних умовах експлуатації;

— максимальна інтенсивність і вузька резонансна лінія ЯКР;

— висока чутливість частоти ЯКР до температури і нечутливість до інших зовнішніх дій;

— простота технології одержання матеріалу і виготовлення потрібної конфігурації сенсора.

Цим умовам на даний час найкраще задовольняє хлорат калію  $KClO_3$ . Саме цей матеріал використовується в еталонних ЯКР-термометрах розроблених в США та Японії. Дослідження показали, що термометр побудований з використанням сенсора на основі  $KClO_3$  забезпечує відтворення абсолютної температури з точністю 0,001К в діапазоні (77÷425)К і порядку 0,01К в діапазоні (10÷77)К. Нижче 10К сигнал ЯКР різко зменшується і побудова термометра стає проблематичною. На рис.1 приведена температурна залежність частоти ЯКР від температури в  $KClO_3$ .

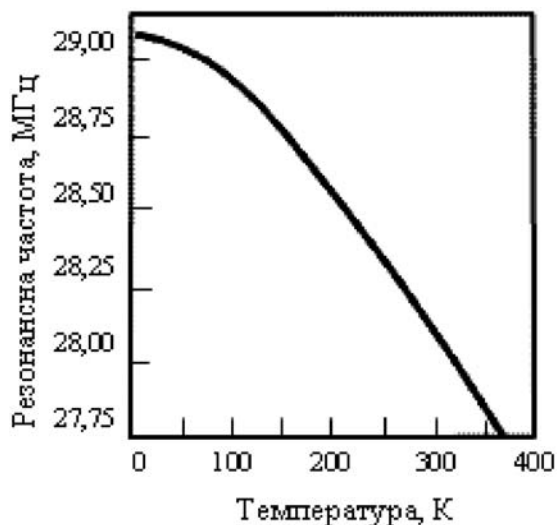


Рис. 1. Температурна залежність частоти ЯКР від температури в  $KClO_3$ .

Чутливість  $\left. \frac{df_y}{dT} \right|_{T=300K} \approx 5 \frac{\kappa Гц}{град}$  при кімнатній температурі. Зовнішній тиск викликає незначну зміну частоти ЯКР внаслідок деформації кристалічної ґратки. При кімнатній температурі  $\left. \frac{df_y}{dP} \right|_{T=300K} \approx 0,24 \frac{\kappa Гц}{атм}$ , що в температурному еквіваленті дорівнює  $\sim 0,005K$ . Цей ефект можна усунути шляхом жорсткої герметизації сенсора. В межах природних змін атмосферного тиску похибка значно менше 1мК.

Зовнішнє магнітне поле не впливає на частоту ЯКР, але під його дією сигнал ядерного квадрупольного резонансу розширюється і зменшується. Якщо напруженість магнітного поля перевищує 160А/м сигнал практично зникає і термометр стає непрацездатним.

Проблема вирішується шляхом магнітного екранування з допомогою пермалоевого екрана, з якого виготовляється капсула для упаковки чутливого елемента. Хімічні домішки і механічні напруження в кристалах  $KClO_3$  приводять до розширення лінії і зменшення сигналу ЯКР. Тому перед виготовленням сенсорів сіль  $KClO_3$  проходить хімічну очистку шляхом багаторазової перекристалізації і після формування потрібної конфігурації чутливий елемент відпалюється за спеціальною методикою для зняття механічних напружень. Монокристал  $KClO_3$  виростити не вдається через високу анізотропію температурного розширення кристалів, в результаті останні тріскаються навіть при незначних градієнтах температури. По цій причині  $KClO_3$  в сенсорах температури застосовується у вигляді порошку (США, Японія), або за нашою методикою конфігурація сенсора формується під високим тиском (150КГ/см<sup>2</sup>), при якому окремі кристалики сплавляються в монолітний полікристал. Після відпалу термометричні характеристики зберігаються на весь період експлуатації.

### Конструкція і принцип дії ЯКР-термометра

Прилад є досить складним електронним пристроєм і в той же час простим в експлуатації, має високу надійність в роботі, дозволяє реалізувати повну автоматизацію процесу вимірювання і обробки результатів за допомогою персонального комп'ютера або внутрішнього однокристалного процесора, що виключає суб'єктивні фактори, які мають місце в інших методах ви-

мірювань. Високі метрологічні і експлуатаційні характеристики ЯКР-термометра дозволяють використовувати його в якості еталонного при-

ладу в промислових умовах, а також в пересувних метрологічних лабораторіях. Блок-схема ЯКР-термометра приведена на рис. 2.

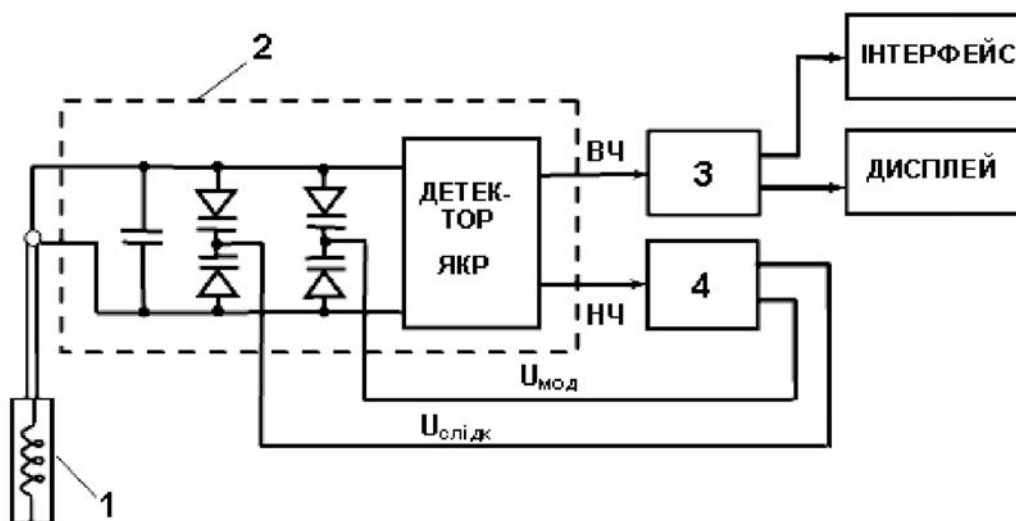


Рис.2. Блок-схема ЯКР-термометра.  
1 — сенсор ЯКР термометра; 2 — детектор ЯКР;  
3 — блок цифрової індикації; 4 — блок обробки інформаційних сигналів.

Сигнал ЯКР по формі представляє собою резонансну характеристику осцилятора з затуханням, інтенсивність сигналу якого дуже мала і співрозмірна із статистичними шумами. Тому задача детектування та формування необхідних сигналів є дуже складною. Детектор ЯКР має бути високочутливим, а електронна система обробки інформаційних сигналів повинна забезпечувати точну прив'язку генератора детектора до вершини резонансної лінії та забезпечувати надійне слідкування за частотою ЯКР, яка змінюється із зміною температури.

На точність вимірювання абсолютної температури впливають такі фактори:

1. Градієнт температури між об'єктом вимі-

рювання і сенсором, що ставить високі вимоги до конструкції сенсора.

2. Точність прив'язки до резонансної лінії ЯКР, яку забезпечує слідкуюча система. Це ставить високі вимоги до електронної частини термометра.

3. Точність вимірювання частоти ЯКР. Визначається стабільністю опорного кварцового генератора.

4. Точність апроксимаційної формули “частота-температура” та точність обрахунку процесором.

### Конструкція сенсора

Конструкція сенсора приведена на рис.3.

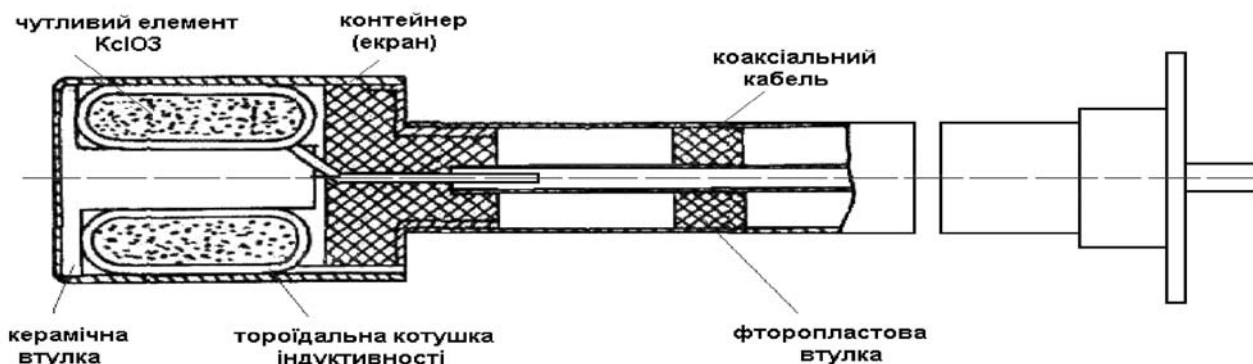


Рис. 3. Конструкція ЯКР-сенсора

Чутливий елемент із  $KClO_3$  у вигляді тороїда, виготовленого під великим тиском з намотаним на нього резонансним контуром генератора-детектора ЯКР, розміщений в металевій капсулі позолоченій із середини, яка виконує роль герметичної захисної оболонки та електромагнітного екрану. Контейнер приварений або припаяний до жорсткого коаксіалу виготовленого із тонкостінної нержавіючої сталі з малою теплопровідністю. Внутрішня центральна жила коаксіала також покрита високо провідним металом. Така конструкція характеризується великою високочастотною електропровідністю і низькою теплопровідністю, що забезпечує малий тепловідвід по корпусу зонда. Для покращення теплопередачі по об'єму чутливого елемента, і тим самим зменшення інерційності сенсора, капсула щільно заповнюється теплопровідною пастою, а в середину тороїда вставлена втулка з теплопровідної кераміки  $BeO$ , що знаходиться в тепловому контакті із зовнішньою оболонкою. Константа теплової інерції  $\tau_T$  такого сенсора складає порядка 10 сек. Для порівняння — сенсор з  $KClO_3$  у вигляді порошку (США, Японія) має  $\tau_T$  порядка 60 сек. Сенсор жорстко закріплений до блока детектора ЯКР.

### Детектор ЯКР

Детектор ядерного квадрупольного резонансу представляє собою високочастотний стабілізований по амплітуді і перестроюваний по частоті генератор, частота якого модулюється низькочастотним гармонічним сигналом. Гармонічна форма модуляційної напруги вибрана з метою ліквідації перехідних процесів, що виникають при імпульсній модуляції. Девіація частоти несучої і частота низькочастотної модуляції дорівнюють половині ширини резонансної характеристики ЯКР в  $KClO_3$ , тобто  $f_m = 500 \text{ Гц}$ . При таких параметрах модуляційних сигналів одержується максимальне значення першої похідної від резонансної лінії ЯКР, за допомогою якої виконується синхронізація частоти генератора-детектора з частотою ЯКР (Рис.4).

Крім того, для такої частоти модуляції при проходженні через резонансну характеристику ЯКР порушуються умови квазістаціонарності і гармонічний сигнал ЯКР на виході детектора буде зсунутий по фазі на кут порядка  $45^\circ$  (узгальнена розстройка  $\xi = 1$ ) відносно модуляційної напруги; в той час як сигнал паразитної

модуляції буде синфазний з модуляційною напругою, так як для резонансної характеристики генератора-детектора умови квазістаціонарності виконуються ( $\xi = 0$ ). Цей факт використовується для ліквідації впливу паразитної модуляції на точність прив'язки частоти генератора до резонансної лінії ЯКР.

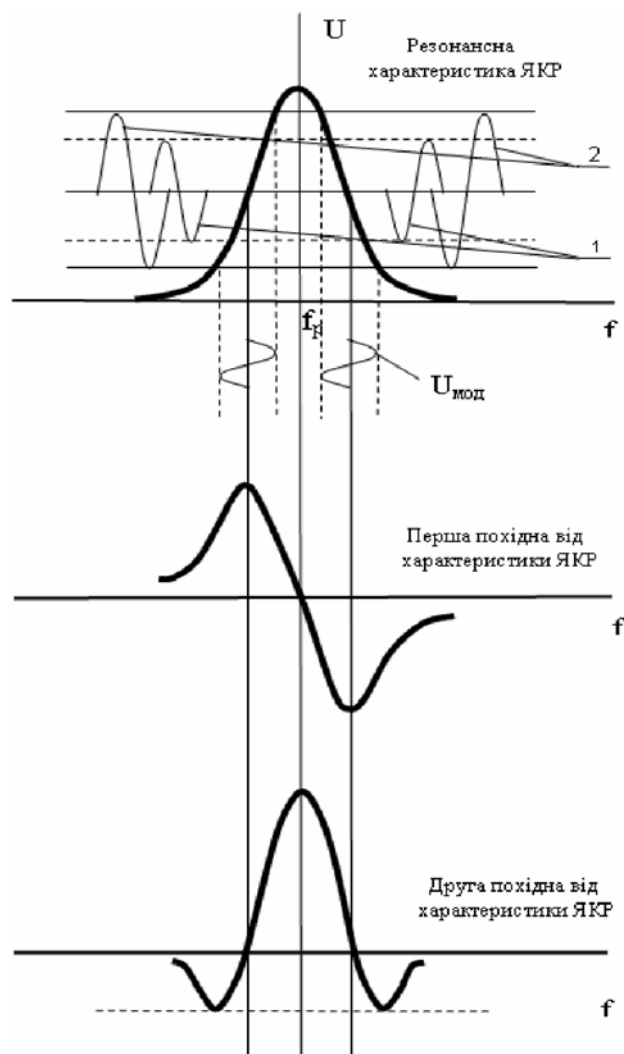


Рис. 4. Принципи детектування ЯКР-сигналу.  
1 – Сигнал ЯКР. 2 – Сигнал паразитної модуляції

### Блок обробки інформаційних сигналів

Сигнал від детектора ядерного квадрупольного резонансу, який складається із суми сигналів ядерного квадрупольного резонансу, паразитної модуляції і шумів, поступає в блок обробки інформаційних сигналів, де він підсилюється, очищається від шумів, паразитних сигналів і перетворюється в потрібну для використання форму. Сигнал ядерного квадрупольного резонансу

після детектування поступає у вигляді гармонічної функції зсунутої по фазі відносно модуляційного на кут порядку  $45^\circ$  (Рис.4). Цей сигнал можна розкласти на два, один із яких ортогональний до сигналу модуляції, а другий — синфазний. Нагадаємо, що сигнал паразитної модуляції синфазний з модуляційним. Якщо на синхронний детектор подати опорний сигнал ортогональний до модуляційного, то на виході детектується чиста перша похідна від резонансної характеристики ЯКР без паразитного сигналу. Такий сигнал є ідеальним для реалізації схеми прив'язки і слідування за частотою ЯКР. Аналогічно формується чиста друга похідна від резонансної характеристики ЯКР, яка використовується як службовий сигнал в схемі автоматики. В цьому блоці формуються інші модуляційні і службові сигнали, що забезпечують роботу всієї схеми ЯКР-термометра.

### Блок цифрової індикації

Інформаційним сигналом є частота, яка за допомогою внутрішнього частотоміра представляється у вигляді “двійково-десятькового” коду і поступає до вбудованого мікропроцесора, де після обрахунку за апроксимаційною фо-

рмулою формується код управління цифровим дисплеєм. Одночасно код частоти поступає на інтерфейс зв'язку із зовнішнім персональним комп'ютером або іншими пристроями. Точність і довгострокова стабільність вбудованого частотоміра забезпечується високостабільним термокомпенсованим кварцевим генератором ГК-21-ТК з довгочасовою нестабільністю частоти в діапазоні кліматичних температур від  $-40^\circ\text{C}$  до  $+70^\circ\text{C}$  в межах  $\pm 2,5 \cdot 10^{-6}$ .

Значення температури обраховується вбудованим мікропроцесором за апроксимаційною формулою, яка складається з двох поліномів сьомого порядку. Найбільша абсолютна похибка обрахунку складає  $5 \cdot 10^{-4} \text{ K}$ .

### Практичний ядерно-квадрупольний робочий еталон температури

Ядерно-квадрупольний термометр на сучасному етапі розвитку термометрії є одним із самих точних і стабільних контактних термометрів. Одноразово відградуваний, зберігає високу точність і стабільність температурної характеристики протягом всього періоду експлуатації, не потребує періодичних повірок і калібрування (рис. 5).

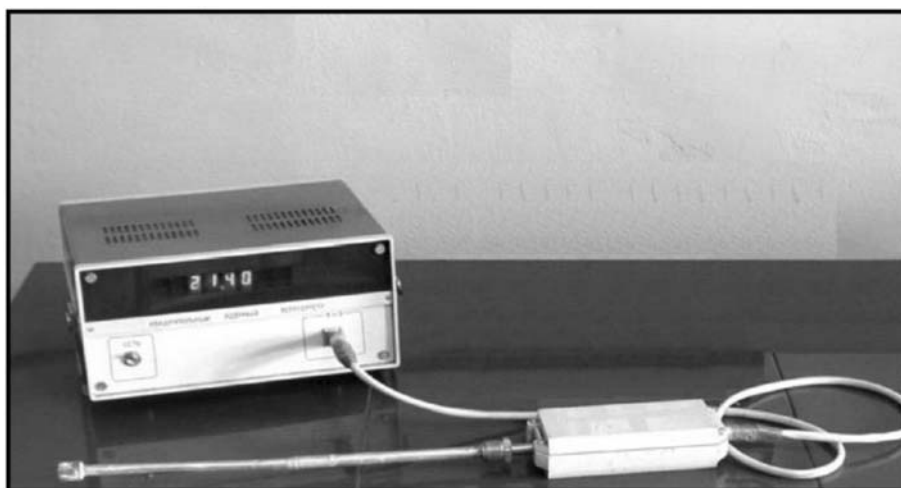


Рис. 5. Ядерно-квадрупольний робочий еталон температури.

Прилад може використовуватись як робочий еталон температури (США, Японія), а також для точних вимірювань в наукових дослідженнях, в системах управління і навігації, в інформаційних системах та метрологічних підрозділах промисловості. Розробка не має аналогів в межах СНД.

Термометр складається з виносного сенсора з детектором ЯКР, блока аналого-цифрової обробки з цифровим дисплеєм та інтерфейсом зв'язку із зовнішніми пристроями.

Управління процесом вимірювання і математична обробка результатів виконується однокристальним мікропроцесором.

Технічні характеристики

- Діапазон вимірювання – 77 ÷ 425 К
- Точність вимірювань – 1 мК
- Показник теплової інерції – 10 сек
- Напруга живлення – 220 ± 10% В
- Споживана потужність – 15 В·А
- Габаритні розміри – 200 × 150 × 220 мм

Література

1. NQR standard Thermometer (model 2571). //Catalog Yokogawa Electric Works. — 1983.
2. Utton D.B., Vanier J. Thermometry by Nuclear Quadrupole Resonance. //Instrum. Technol. — 1976. — Vol.23, №12. — P.47÷52.
3. Ohte A., Iwaoka Y. A Precision on Nuclear Quadrupole Resonance Thermometer // IEEE, Trans. on Instrum. and Measur. — 1976. — Vol. IM. — 26, №14. — P.357-362.
4. Леновенко А.М. и др. Квадрупольный ядерный термометр. — Авт. свид. №979896 (СССР). — Оpubл. 07.12.82. — Бюл.№45.