

В.Д. Карпенко, С.Д. Солод, В.К. Колесниченко, В.Н. Покатаев, А.Г. Суворов

## ОПЫТ РАЗРАБОТКИ ПРИБОРОВ ТЕРМОМЕТРИИ НА БАЗЕ ЯДЕРНОГО КВАДРУПОЛЬНОГО РЕЗОНАНСА

*Даны сведения по разработкам приборов ядерной квадрупольной резонансной термометрии на ГП "КБ "Южное" и других предприятиях Украины и рассмотрены возможности предприятий в области их изготовления. Приведена уточненная аналитическая зависимость для расчета температуры по частоте ядерного квадрупольного резонанса в бертолетовой соли для диапазона температуры  $\pm 40^\circ\text{C}$ .*

*Дано відомості з розроблення приладів ядерної квадрупольної резонансної термометрії на ДП "КБ "Південне" й інших підприємствах України та розглянуто можливості підприємств у галузі їх виготовлення. Наведено уточнену аналітичну залежність для розрахунку температури за частотою ядерного квадрупольного резонансу в бертолетовій солі для діапазону температури  $\pm 40^\circ\text{C}$ .*

*The paper describes development of the devices for the nuclear quadrupole resonance thermometry at Yuzhnoye SDO and other Ukraine's enterprises and considers capabilities of the enterprises to manufacture such devices. Also given is refined analytical dependence for temperature calculation using the frequency of the nuclear quadrupole resonance in Bertholette salt within the  $\pm 40^\circ\text{C}$  temperature range.*

### Введение

Ядерный квадрупольный момент характеризует отклонение распределения электрического заряда ядра от сферической симметрии. Он может быть выражен в долях эксцентricности эллипсоида ядра. Вытянутое вдоль направления спина ядро атома имеет положительный, а сжатое – отрицательный квадрупольный момент. Наличие уровней квадрупольной энергии в кристаллах связано с взаимодействием квадрупольного момента ядер данного типа со статическим электрическим полем кристаллической решетки. В кристаллических структурах под влиянием взаимодействия ядерного квадрупольного момента с электрическим полем электронных оболочек возникает ориентация ядерных спинов в определенном направлении. Если перпендикулярно данному направлению наложить радиочастотное поле, частота которого равна частоте переходов между уровнями квадрупольной энергии, то можно наблюдать поглощение радиочастотной мощности. Такое явление называют ядерным квадрупольным резонансом (ЯКР). Явление ЯКР наблюдается более чем у 4000 веществ. Впервые это явление было исследовано и описано немецкими физиками Демельтом и Крюгером в середине XX столетия [1].

Принцип действия ЯКР-термометра базируется на температурной зависимости частоты ЯКР, которая является физическим свойством термометрических веществ, определяющим на молекулярном уровне уникальную температурную характеристику. Сенсор такого термометра, изготовленный из химически стойких материалов, сохраняет эту характеристику на протяжении всего времени существования и не требует каких-либо калибровок в процессе эксплуатации. Первые научные исследования по созданию средств измерения температуры на базе физического явления ЯКР были проведены в 1971-1984 гг. в США (в сотрудничестве с Канадой) и Японии.

Цель данной работы – показать на конкретных примерах возможности разработки промышленных термометров на базе ЯКР.

### Комплект оборудования измерения частоты ЯКР

В Украине научные исследования по использованию ядерного квадрупольного резонанса для создания высокоточных (на уровне эталонных) способов измерения и регулирования температуры на надлежащем уровне были развернуты в 1985 г. с ориентацией на продукцию конструкторского бюро "Южное". Для системы терморегулирования ракетного комплекса в 1990 г. ГП "КБ "Южное" разработало комплект

оборудования измерения частоты ЯКР в диапазоне температуры  $\pm 40$  °С. Этот комплект включал в себя чувствительный элемент с детектором квадрупольного резонанса (КР) и преобразователь частоты ЯКР.

Термочувствительный элемент комплекта (катушка) представлял собой цилиндрическую втулку с внутренним 9,6 мм и наружным 14,4 мм диаметрами высотой 8,5 мм, на которую намотан медный провод-проволока ММ-0,6 ГОСТ 2112-79. На торцах втулки с шагом  $15^\circ$  выполнены пазы для укладки провода длиной около 0,6 м. Концы провода зафиксированы ниткой. Провод вместе с втулкой покрыты лаком УР-231 ТУ 6-10-863-84. Материал втулки – перекристаллизованная бертолетова соль  $\text{KClO}_3$  ОСТ 84-1424-77. Плотность соли после прессования  $\sim 2,83$  г/см<sup>3</sup>. Катушка, помещенная в герметичный корпус из немагнитного материала, соединена жестко с детектором КР с помощью коаксиального кабеля РК-75-4-22 ГОСТ 11326.43-79 длиной 0,1 м. Индуктивность катушки с коаксиальным соединителем  $0,55 \pm 0,05$  мкГн. Добротность катушки без упаковки в экран на частоте 28 МГц не менее 90. Добротность резонансного контура (катушка в экране совместно с коаксиальным соединителем) на указанной частоте не менее 57. Детектор КР, выполненный в виде единого блока с чувствительным элементом, (катушка в герметичном корпусе) обеспечивал преобразование информации о температуре в значения частоты КР. Габаритные размеры детектора составляли 215×95×67 мм, масса – 3 кг.

Преобразователь частоты содержал электронную схему слежения за частотой ЯКР и схему преобразования частоты в двоичный последовательный код. Суммарная погрешность преобразования частоты не превышала  $\pm 500$  Гц. Значение низшего разряда двоичного кода составляло 80 Гц. Учитывая, что одному градусу температуры в среднем для рассматриваемого диапазона соответствует изменение частоты  $\sim 4863$  Гц, точность измерения температуры близка к  $\pm 0,1$  °С, а разрешающая способность комплекта составляет  $\sim 0,016$  °С. Габаритные размеры преобразователя частоты – 355×187×110 мм, масса – 5 кг.

Энергопотребление всего оборудования комплекта в сумме не превышало 16 Вт. Комплект был рассчитан на работу при температуре окружающей среды от  $-5$  до  $+35$  °С и влажности до 98 % при температуре 20 °С. Изготовление детектора и преобразователя частоты выполнялось в соответствии с техническими условиями 00.6327.3776.0000.00.0 ТУ и конструкторской документацией, откорректированной по результатам испытаний и изготовления опытной партии. Завод-изготовитель гарантировал срок эксплуатации этого комплекта 16,5 лет в составе системы термостатирования, в том числе 30 тыс. ч под напряжением.

В дальнейшем приборами управления системы терморегулирования частота ЯКР путем аппроксимации табличных значений преобразовывалась в значение температуры.

Данные по соответствию частоты ЯКР температуре, заимствованные из технических условий в сокращенном варианте, приведены в таблице (в ТУ данные приведены с интервалом 0,1 °С).

Таблица соответствия частоты ЯКР температуре для  $\text{KClO}_3$

Частота ЯКР, Гц	Температура, °С
28398347	-40
28376181	-35
28353751	-30
28331052	-25
28308081	-20
28284835	-15
28261308	-10
28237497	-5
28213394	0
28183994	5
28164291	10
28139297	15
28113948	20
28088292	25
28062303	30
28035972	35
28009291	40

Для расчета абсолютной температуры в диапазоне 207-373 К по частоте ЯКР можно использовать известное аналитическое выражение [2, с. 23]

$$T = \sum_0^7 a_i \Delta f^i, \quad (1)$$

где  $a_0=314,873$ ;  $a_1=-18,532241$ ;  
 $a_2=-0,45406401$ ;  $a_3=-0,012867231$ ;  
 $a_4=0,42791335 \cdot 10^{-3}$ ;  $a_5=0,38484435 \cdot 10^{-3}$ ;  
 $a_6=-0,13745867 \cdot 10^{-3}$ ;  $a_7=0,108554 \cdot 10^{-3}$ ;  
 $\Delta f = (f - 28 \cdot 10^6) / 10^5$ ;  $f$  – частота ЯКР.

Погрешность расчета температуры по формуле (1) для верхней границы диапазона температур, представленных в таблице, составляет 0,00276 К, для нижней – 0,00075 К. Эту погрешность можно существенно уменьшить, прибавив к значению температуры, рассчитанному по формуле (1), поправку  $\Delta T$  по нижеприведенной формуле авторов настоящей статьи

$$\Delta T = 0,0250358 - 0,019955(T/100) + 4,0984848 \cdot 10^{-3}(T/100)^2, \quad (2)$$

где  $T$  рассчитывается по формуле (1).

В последнем случае абсолютная погрешность расчета не превысит 0,00025 К во всем диапазоне температуры.

Работы по созданию комплекта оборудования измерения частоты ЯКР в системе термостатирования проводились специалистами ГП "КБ "Южное" под научным руководством канд. физ.-мат. наук А.М. Леновенко (Львовский национальный университет им. И. Франко).

### Известные реализации ЯКР-термометров

Предприятием ООО "НТЦ "Метрология" (г. Львов) разработан и изготовлен эталонный квантовый ядерно-квадрупольный резонансный термометр первого разряда ЯКРТ-5М [3, с. 247]. Этот термометр прошел полный цикл испытаний и аттестован на уровне рабочего эталона первого разряда Национальным научным центром "Институт метрологии" (г. Харьков). Общий вид прибора показан на рисунке.



Общий вид термометра ЯКРТ-5М

Прибор состоит из выносного сенсора с детектором ЯКР и блока аналогово-цифровой обработки сигналов с цифровым дисплеем и интерфейсом связи с внешним компьютером. Термометр обеспечивает воспроизведение единицы температуры со среднеквадратичным отклонением 0,001 К при не исключенной системной погрешности не более  $\pm 0,003$  К. Этот термометр работоспособен при следующих условиях эксплуатации: температура окружающей среды от 15 до 30 °С; относительная влажность  $60 \pm 20$  %; атмосферное давление  $750 \pm 30$  мм рт. ст. Технические характеристики: диапазон измерения 77-400 К; основная абсолютная погрешность измерения  $\pm 1$  мК; показатель тепловой инерции 20 с; диаметр чувствительного элемента 16 мм; длина зонда сенсора 330 мм. Управление процессом измерения и математическая обработка результатов выполняются однокристальным микроконтроллером. Термометр оснащен внутренним частотомером с термокомпенсированным и термостатированным опорным кварцевым генератором ГК-21 ТК с номинальной частотой 10 МГц. Относительная погрешность частоты при температуре окружающей среды от 15 до 30 °С в течение года  $10^{-7}$ , что в температурном эквиваленте соответствует погрешности 0,0002 К. Для контроля частоты опорного кварцевого генератора в комплектацию ЯКР-термометра включена ампула реперной температурной тройной точки воды, являющейся основной реперной точкой международной температурной шкалы МТШ-90. ЯКР-термометр в реперной температурной точке представляет собой стандарт частоты, который используется для подстройки частоты кварцевого генератора к номинальному значению при ее изменении. Смена результатов индикации во время измерений выполняется с периодом 5 с. Для передачи данных на компьютер используется USB-интерфейс.

Эталонный квантовый ЯКР-термометр ЯКРТ-5М относится к нестандартному оборудованию и серийно не выпускается, а производится только по заказу.

На базе термометра ЯКРТ-5М создан автоматизированный измерительный комплекс для калибрования, проверки и аттестации средств измерения температуры

[4, с. 127-131]. С помощью этого комплекса по договору с ГП "КБ "Южное" предприятие ООО "НТЦ "Метрология" выполнило исследование метрологических характеристик термоконткторов (отклонение температуры срабатывания не более  $\pm 0,2$  °С) с целью подтверждения возможности продления срока эксплуатации этих элементов в составе системы терморегулирования ракетного комплекса.

Разработанный в Украине термометр ЯКРТ-5М и измерительный комплекс на его базе не имеют аналогов в Европе. Этот измерительный комплекс позволяет поднять производительность труда при выполнении метрологических работ в десятки раз по сравнению с традиционными технологиями, в которых применяются платиновые преобразователи и реперные температурные точки.

На сайте <http://www.ooobvs.ru> на момент разработки материалов настоящей статьи размещена информация о ядерном квадрупольном термометре ТН-Ц021. Термометр также упоминается в каталогах ЗАО "НПО "Термоприбор" (г. Львов). Этот термометр разработан в 1992 г., его изготавливают по ТУ 311-4850458.104-92 в Российской Федерации. Характеристики прибора хуже термометра ЯКРТ-5М. Так, доверительная погрешность при доверительной вероятности 0,95 составляет  $\pm 0,01$  °С. Подробная информация по этому термометру и опыту его использования в общедоступной литературе отсутствует. По-видимому, в приборе используются электронные лампы и схемные решения, приведенные в [5, с. 189-216]. Необходимо отметить, что упомянутая статья содержит практически полный перечень работ по ЯКР, выполненных до 1959 г. Значительный объем более поздней библиографии по рассматриваемому вопросу приведен в статье [6, с. 7, 8]. В статье [7] выполнен обзор методов измерения. На основе обзора и анализа известных методов ЯКР-детекции автором статьи предложена структура ЯКР-термометра на основе прямого цифрового синтеза (DDS). В этом варианте упрощается устройство ЯКР-термометра, возникает возможность изготовления термометра как интегральной схемы, за исключением катушки индуктив-

ности с термометрическим материалом. Привлекательность DDS в настоящее время существенно возросла в связи с появлением дешевых микросхем, уникальных своей цифровой определенностью: сигнал, сгенерированный DDS, синтезируется с присущей цифровой точностью. Частота, амплитуда и фаза сигнала в любой момент времени известны и подконтрольны.

Публикации за рубежом по тематике ЯКР-термометрии в открытой прессе после 1984 г. прекращены. По-видимому, это вызвано стратегическими перспективами использования ядерного квадрупольного резонанса в прикладных технических задачах специального военного назначения.

Следует отметить, что в последнее десятилетие оборудование ЯКР-термометрии в Украине не изготавливали. За это время существенно изменилась элементная база. Поэтому при изготовлении приборов потребуется адаптация документации под новые комплектующие.

### **Заключение**

ЯКР-термометры не требуют периодической поверки и калибровки и могут быть использованы в качестве эталонов температуры. Во многих областях применения этим термометрам нет альтернативы, например на долговременных орбитальных космических станциях. Использование ЯКР-термометров позволяет существенно поднять производительность труда при выполнении метрологических работ.

Преобразование частоты ЯКР в температуру в системах терморегулирования рекомендуется выполнять по зависимости [2, с. 23] с поправкой по формуле (2) для температуры  $\pm 40$  °С.

Украина располагает значительным научно-техническим потенциалом и опытом создания ЯКР-термометров. В настоящее время в Европе только предприятие ООО "НТЦ "Метрология" (в кооперации с другими предприятиями) может изготавливать автоматизированные комплексы для поверки и калибровки датчиков температуры на базе ЯКР-термометров. Возможно также изготовление ЯКР-термометров для различных технических приложений по заказу.

Авторы статьи выражают благодарность ведущему специалисту Украины в области ЯКР-термометрии канд. физ.-мат. наук А.М. Леновенко за предоставленные консультации.

#### **Список использованной литературы**

1. Dehmelt H.G., Krüger H. Kurze Originalmitteilungen. Kernquadrupolfrequenzen in festem Dichloräthylen // *Naturwissenschaften*. – 1950. – Vol. 5. – № 37. – P. 111-112.

2. Температурные измерения. Справочник. – 2-е изд. пер. и доп. – К.: Наук. думка, 1989. – 704 с.

3. Леновенко А.М. Еталонний ядерно-квадрупольний резонансний термометр ЯКРТ-5М / А.М. Леновенко, Н.О. Ковальчук // Наукові праці VII Міжнар. наук.-техн. конф. "Метрологія та вимірювальна техніка" (Метрологія – 2010) у 2-х т. – Харків, 12–14 жовт. 2010. – Т. 1. – С. 247–250.

4. Вимірювальний комплекс для калібрування, перевірки й атестації засобів вимірювання температури на базі еталонного ядерно-квадрупольного термометра першого розряду ЯКРТ-5М / А. Леновенко, Б. Стадник, П. Столярчук, В. Паракуда, Н. Ковальчук // IX Міжнар. наук.-техн. конф. "Температура-2012": Тези доповідей. – Львів: ПП "Сорока Т.Б.", 2012. – С. 65–66.

5. Гречишкин В.С. Ядерный квадрупольный резонанс // *Успехи физических наук*. – 1959. – Т. LXIX, вып. 2. – С. 189–216.

6. Stadnyk B., Volyskyi R. Review // *Shaping the future by engineering: 58 IWK, Ilmenau Scientific Colloquium, Technische Universität Ilmenau*, 8-12 Sept. 2014.

7. Волицький Р. Метод побудови ядерно-квадрупольного резонансного термометра на основі цифрових синтезаторів // *Вимірювальна техніка та метрологія*. – № 74. – 2013. – С. 12–15.

Статья поступила 30.10.2015