

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.03.14

300℃以上热电偶量传体系问题分析及对策

刘丹英, 吕国义, 张贺

(中航工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘 要: 针对目前 300℃ 以上热电偶量传体系存在不确定度过大、计量能力不满足要求等问题, 分析了高温共晶点和实用型固定点温度复现、纯金属热电偶温度测量和 1500℃ 以上高温热电偶校准等技术的最新进展, 提出基于固定点温度复现方法的新的量值传递体系设想, 可大大减小热电偶量值传递的不确定度, 使各级计量标准装置不确定度分布更为合理, 能保证热电偶量值的逐级量传, 满足科研生产对热电偶的溯源要求。

关键词: 热电偶; 量值传递; 不确定度; 温度计量

中图分类号: TB942

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2015)03-0056-04

Analysis and Reflection to the Problem of Thermocouple Quantity Transfer System above 300℃

LIU Danying, LV Guoyi, ZHANG He

(Changcheng Institute of Metrology & Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: At present, the thermocouple quantity transfer system above 300℃ has the problems that measurement uncertainties are too large and measurement capability does not satisfy the need. The new quantity transfer system based on fixed point temperature measurement was put forward on the basis of the latest development of high temperature eutectic point and practical fixed point temperature measurement, pure metal thermocouple temperature measurement, and thermocouple calibration technology above 1500℃. The new transfer system can greatly reduce the thermocouple measuring value uncertainty, guarantee the quantity value transfer of each grade normally, and meet thermocouple traceable requirements.

Key words: thermocouple; quantity transfer system; uncertainty; temperature metrology

0 引言

热电偶作为常用的温度测量器具, 具有结构简单、成本低廉、便于实现自动控制等优点, 在科学研究及工业生产过程中广泛使用。随着科学技术和加工制造水平的不断提高, 对热电偶温度测量的准确度要求越来越高, 1500℃ 以上的高温测量与校准需求也日益增加, 但现有热电偶温度量传体系却不能适应这一要求。考虑到近年来高温共晶点和实用型固定点温度复现技术、纯金属标准热电偶测温技术的发展, 以及减少量值传递环节、缩短溯源链的计量发展趋势, 建立基于实用型固定点的温度量传体系, 满足热电偶温度量值传递的需求, 是目前迫切需要考虑的问题。

1 热电偶量值传递体系目前存在的问题

目前国防科技工业一级计量机构建立了标准组铂

铑 10-铂热电偶标准装置和一等铂铑 30-铂铑 6 热电偶标准装置, 分别溯源至中国计量科学研究院固定点热电偶标准装置和标准组铂铑 30-铂铑 6 热电偶标准装置, 在 300 ~ 1100℃ 及 1100 ~ 1500℃ 温度范围内对二、三级计量机构开展量值传递工作^[1-2]。与实际需求相比, 目前的热电偶量传体系存在量传不确定度过大、各等级热电偶量传水平相差不大和高温溯源不完善等问题。热电偶量值传递关系示意图如图 1、图 2 所示。

1.1 热电偶量值传递的不确定度过大

从图 1 可以看到, 二等标准组铂铑 10-铂热电偶的不确定度是 0.6 ~ 1.0℃, 不能满足精度较高的贵金属热电偶的检定要求。因此按照现行检定规程要求, 检定 I 级、II 级贵金属工业热电偶和 I 级贱金属热电偶时, 需要的标准器为一等标准铂铑 10-铂热电偶, 随着科研生产中对精密温度测量需求的增加, 越来越多的三级企事业单位计量机构配备了一等标准铂铑 10-铂热电偶。而二级机构建立的一等铂铑 10-铂热电偶标准装置无法对其量传, 因此三级机构只能直接到一级机构进行溯源, 导致送检周期和成本大幅增加, 不能满足计

收稿日期: 2015-04-14

作者简介: 刘丹英(1960-), 北京人, 工程师, 从事热电偶计量测试技术工作。

量检定经济合理、就地就近的原则。

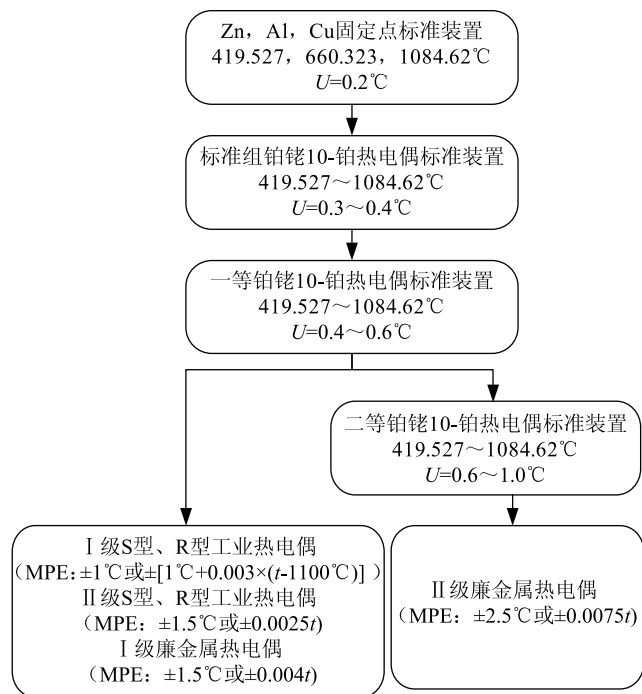


图 1 现有 300 ~ 1100℃ 热电偶量传体系示意图

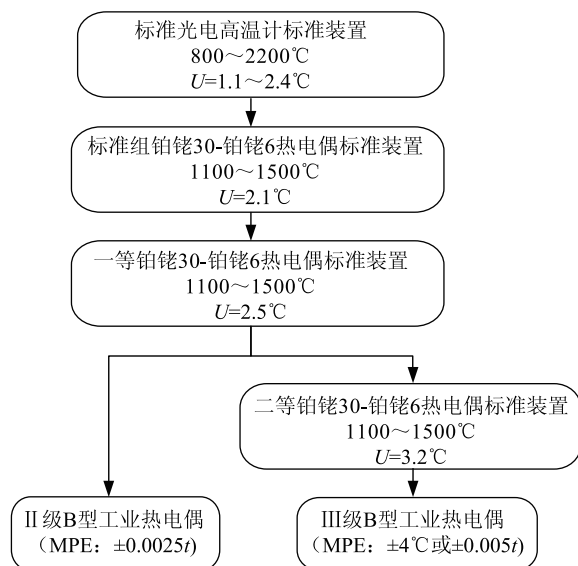


图 2 现有 1100 ~ 1500℃ 热电偶量传体系示意图

在 1100 ~ 1500℃ 温度范围，一级机构建立的是一等铂铑 30-铂铑 6 热电偶标准装置，其不确定度为 2.5℃，可以开展二等标准和 II 级工业铂铑 30-铂铑 6 热电偶的检定；二级或三级计量机构建立有二等铂铑 30-铂铑 6 热电偶标准装置，其不确定度为 3.2℃，可以开展 III 级工业铂铑 30-铂铑 6 热电偶的检定。该温区与 1100℃ 以下温度相比，其量传的不确定度要大很多，难以满足要求。如很多承接外包加工的企业都按照美

宇航 AMS2750 标准，对热处理加工设备进行质量控制。按照 AMS2750E 的要求，对热处理炉系统精度测试(SAT)用的 S 型、R 型热电偶的最大允许误差应小于 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ 或 $\pm 0.25\%t$ ，而且校准的温度必须覆盖实际使用的温度范围。S 型、R 型热电偶实际长期使用温度都在 1300℃，短期使用温度为 1600℃，在 1100 ~ 1500℃ 范围内难以满足量值传递的要求。

1.2 各等级热电偶标准装置不确定度水平相差不大

从图 1 和图 2 可以看出，对铂铑 10-铂热电偶，标准组、一等和二等标准的不确定度分别为 0.3 ~ 0.4℃、0.4 ~ 0.6℃、0.6 ~ 1.0℃，对铂铑 30-铂铑 6 热电偶、标准组、一等和二等标准的不确定度分别为 2.1, 2.5, 3.2℃，不确定度水平相差不大。各级标准装置的工作原理及方法、硬件配置、经济成本都相差不大，因此从量传角度来讲，设置如此多的等级无太大必要。

实际上，对标准组、一等和二等标准热电偶的热电势要求并无本质的差别，只是对其年稳定性要求不同。检定热电偶时其不确定度主要来源于标准器具，但由于各等级热电偶不确定度水平相差不大，因此按照目前检定规程衡量标准热电偶年稳定性的方法还存在缺陷。以检定一等铂铑 10-铂热电偶为例，要求其年稳定性不大于 $5\mu\text{V}$ ，但由于检定一等铂铑 10-铂热电偶时不确定度 U 为 0.4 ~ 0.6℃ (即约为 $4 \sim 6\mu\text{V}$)，如果两次检定结果无相关性，则年稳定性不确定度应为 $\sqrt{2}U$ (即 $6 \sim 8\mu\text{V}$)，显然以两年结果差去评价 $5\mu\text{V}$ 的年稳定性是不合理的，除非两次检定结果有强相关性，这使得在实际工作中存在误判的风险。

1.3 在 1500℃ 以上热电偶的溯源不能满足要求

随着高温温度测量的需求不断增加，除标准分度的贵金属热电偶如 S, R 和 B 型热电偶外，一些非标准分度热电偶应用也越来越广泛，如 PtRh40-PtRh20 (1850℃)、铱铑系热电偶 (2100℃)，以及钨铼系热电偶 (2300℃) 等。关于这些高温热电偶的校准，虽然之前有过相关的研究，但截至到目前还没有正式的技术规范，需要进一步开展研究。

2 解决热电偶量传体系问题的技术支撑

2.1 高温共晶点和实用型共晶点温度复现技术

根据 ITS-1990 国际温标规定，银点以上温度由银 (961.78℃)、金 (1064.18℃) 或铜 (1084.62℃) 任意一个固定点基于普朗克定律外推获得，这种外推导致不确定度随温度升高成二次方关系迅速增大。由于基于金属和碳共晶 (包晶) 相变的高温固定点具有与纯

金属固定点类似的相变特性,因此可以作为定义高温区的新固定点^[3]。目前中国计量科学院及国外多个国家计量院都深入开展了高温共晶点温度复现技术的研究^[4],中航工业北京长城计量测试技术研究所也开展了Fe-C、Co-C和Pt-C共晶点温度复现技术研究,并用于高温热电偶的计量工作。

另外,减少量传环节、缩短溯源链是计量技术一个总体发展趋势,除用作复现温度基准的固定点温度装置外,各种用于次级标准的实用型固定点也得到了快速发展^[5-6]。实用型固定点温度复现装置除了具有不确定度较小、复现性好等传统固定点的优点外,还具有成本低、效率高和使用方便、工作可靠的优点,可作为次级温度计量标准装置或工作用计量标准使用。

2.2 纯金属标准热电偶测温技术

由于铂铑10-铂热电偶偏离热力学温度比较大,因此,在ITS-1990中铂铑10-铂热电偶不再是温标复现的内插仪器。这是因为采用合金材料制作的热电偶,在材料的熔炼拉制过程中,很难保证其各部分成分一致,在测量中会影响到热电偶的输出电势。而且在使用过程中由于合金材料的选择性挥发,会导致成分发生偏析,从而影响到热电偶的长期稳定性^[7]。

由两种不同的纯金属材料制作的热电偶则不存在上述问题,其中Au-Pt热电偶、Pt-Pd热电偶表现出了优异的性能。研究表明,Au-Pt热电偶在银点累计使用1000 h的条件下,其年稳定性不超过 ± 16 mK。Pt-Pd热电偶在1100℃上进行连续450 h退火后,在银凝固点上的热电势漂移为 ± 10 mK/100h^[8]。Au-Pt热电偶、Pt-Pd热电偶的使用温度上限分别为1000℃和1500℃,其重复性和稳定性均优于铂铑合金热电偶,可取代铂铑合金热电偶作为传递标准使用。

2.3 高温热电偶校准技术

在1500℃以上的热电偶校准中,由于没有合适的热电偶作为标准器,只能采用高温黑体热电偶校准装置,并以光电高温计为标准器进行校准,如美国ASTM的E452-02(2007)《Standard Test Method for Calibration of Refractory Metal Thermocouples Using a Radiation Thermometer》给出的难熔金属热电偶的校准方法。

国内在上世纪七、八十年代对高温热电偶校准有过研究,但由于历史原因并未解决该温区热电偶的校准问题。北京长城计量测试技术研究所于近几年重新开始进行了深入研究,目前已建立了立式高温黑体热电偶校准装置。该装置主要包括高温炉体、真空系统、充气系统、水冷装置、温度自动控制系统、数据

采集系统等几个部分,在工作时热电偶从上端悬置于保护管内,测量端位于炉体中部的均匀温区,在保护管的侧面开有一个小型黑体腔,通过炉体侧面的石英窗口用标准光电高温计测量炉体中心区的温度。通过数据采集器采集被测温热电偶的电势值,与标准光电高温计显示的温度值进行比较,得到被校热电偶的示值误差。

3 解决热电偶量传体系问题的应对策略

在未来应充分利用固定点温度复现和纯金属热电偶温度测量等相关技术的最新成果,在一级计量机构建立固定点温度标准装置,利用纯金属热电偶作为次级传递标准,进一步提高热电偶量值的传递水平,其理想状态下的热电偶量传体系如图3所示。在1500℃以上高温热电偶量传方面,尽快编制相应计量技术规范,建立高温热电偶量传体系。具体描述如下:

1)一级计量机构建立基于固定点温度复现的标准装置,包括Zn、Al、Cu等金属固定点,以及Fe-C、Co-C、Pd-C等金属-碳共晶点,可以复现419.527~1492℃范围的固定温度点,不确定度为0.2℃。通过与国家计量院同类装置进行比对,保证其复现温度量值的准确性和可靠性。

2)二级计量机构采用Au-Pt、Pt-Pd(或PtRh10-Pt、PtRh30-PtRh6)热电偶作为标准器具,由一级计量机构的固定点标准装置复现固定点温度并通过拟合插值的方法得到任意温度点温度量值。该等级标准装置不确定度约为0.4℃,为与当前的量传体系保持一致,可称为标准组热电偶标准装置。

3)三级机构也可采用Au-Pt、Pt-Pd(或PtRh10-Pt、PtRh30-PtRh6)热电偶作为标准器具,由二级机构通过比较法进行量传,装置不确定度约为0.6℃,称为一等标准热电偶标准装置,可以开展各级贵金属、贱金属热电偶的计量工作。

4)对于1500℃以上的热电偶溯源,可以采用立式高温热电偶校准装置,用标准光电高温计作为标准器对热电偶进行校准。按照当前的量传体系,光电高温计可溯源至工作基准温度灯,以后随着高温共晶点黑体标准装置的建立,也可直接溯源至高温共晶点黑体标准装置。可以开展1500~2300℃范围内的各种标准、非标准分度高温热电偶计量工作,其相对不确定度约为0.2%~0.5%。

按照上述思路建立的热电偶量传体系,可在300~1500℃温区范围内使一级、二级和三级机构的热电偶

量传不确定度分别减小为 0.2, 0.4℃ 和 0.6℃, 满足逐级量传的要求, 同时实现了 1500℃ 以上的热电偶溯源, 能够很好地解决目前热电偶量传体系存在的问题。

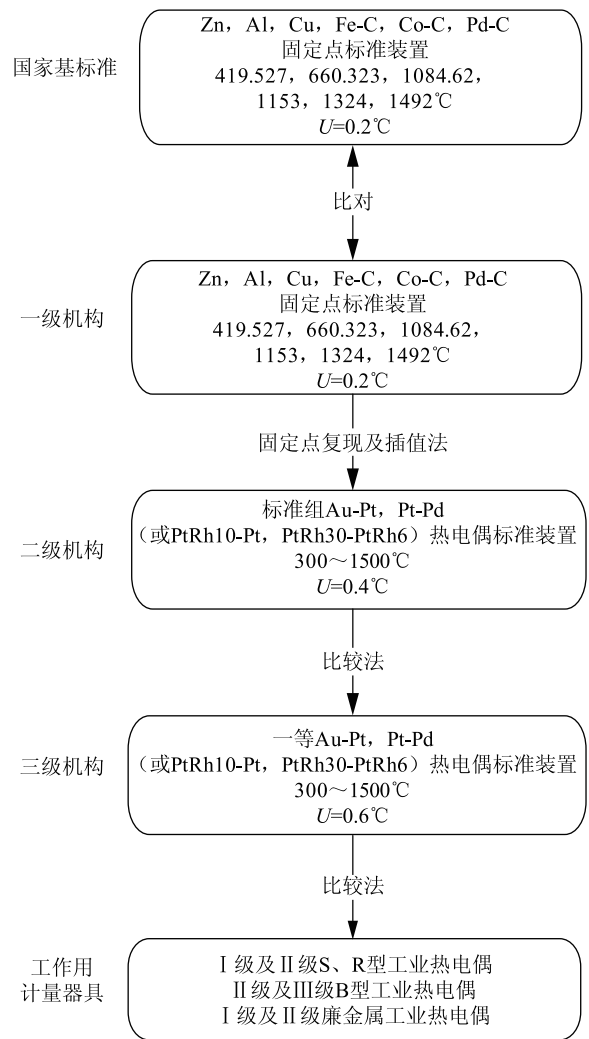


图 3 未来 300 ~ 1500℃ 热电偶量传体系设想

4 结束语

采用固定点温度复现装置和纯金属标准热电偶为主的传递标准热电偶组成的量值传递体系, 使国防科技工业一级、二级和三级计量机构量传的不确定度分别减小为 0.2, 0.4, 0.6℃, 可以大大减小热电偶量值传递的不确定度, 使 300 ~ 1500℃ 温度范围内各级计量标准装置不确定度分布更为合理, 能保证热电偶量值的逐级量传; 在 1500℃ 采用标准光电高温计通过高温黑体热电偶校准装置对高温热电偶进行量传, 其相对不确定度约为 0.2% ~ 0.5%。以上关于热电偶量传体系的思考, 吸纳了当前热电偶计量的最新技术, 可以解决 300℃ 以上热电偶量传的现有问题, 满足其新形势下的热电偶的溯源需求。

参 考 文 献

- [1] 廖理. 热学计量[M]. 北京: 原子能出版社, 2002.
- [2] 杨永军. 温度量值溯源体系现状和发展[J]. 计测技术, 2009, 29(5): 58 - 61.
- [3] 陈桂生. 高温固定点的国际研究趋势与发展[J]. 中国测试技术, 2007, 33(4): 16 - 19.
- [4] 董伟. 金属碳共晶及包晶高温固定点研究[D]. 北京: 清华大学, 2012.
- [5] 李舒谟, 赵明坚, 陈德明. 新一代的温度固定点[J]. 中国测试技术, 2005, 31(1): 6 - 9
- [6] 武鑫财. 小型锡凝固点装置复现性研究[D]. 保定: 河北大学, 2013.
- [7] 郑玮, 向明东, 陈伟昕. 热电偶精密测温技术的发展方向[J]. 现代测量与实验室管理, 2002(4): 7 - 9.
- [8] 陈伟昕, 向明东, 郑玮. 铂-钯热电偶的均匀性及稳定性实验[J]. 计量技术, 2002(1): 3 - 4.

福禄克亮相天津大学仪器设备展

本刊讯 2015 年 4 月 24 日, 全球便携式电子测试和测量技术的知名企业福禄克公司 (Fluke Corporation) 成功参加以“学术盛宴、技术先知、实验安全、搬迁服务”为主题的“天津大学第十九届仪器设备展示会”。令人惊叹的细致图像, 吸引了众多师生的关注。

展会期间, 福禄克向来自天津大学及周边 30 余所高校、科研院所的三千多位观众展示了全新研发的科学与研究专用便携式红外热像仪——大师之选 TiX1000 红外热像仪、臻享系列 TiX560 红外热像仪。福禄克公司此次推出的拳头产品——TiX1000 红外热像仪, 以其卓越的性能, 成为高清便携式热像仪产品的领军者。实测红外像素高达 2048 × 1536, 空间分辨力高达 0.1m/rad, 帧频高达 240 Hz, 配合 8 款可选镜头, TiX1000 几乎可以满足测试者的任何需求。

对于科学与研究应用市场, 福禄克的便携式红外热像仪已成功应用于材料研究、电子研发、机械工艺、生物科学、化学及物理研究、土工工程等专业。微米级的小芯片、时速 300 公里的高铁、5000 转/分钟的高速电机、500 米之外的高压输电塔、瞬间燃放的烟花、温差只有 0.03℃ 的植物胚芽、应用可谓包罗万象, 通过温度分析帮助广大科学研究工作者进行研究。

此次配合天津大学的实验室搬迁工作, 福禄克通过面对面交流、现场咨询及演示、科研案例分享, 为行业用户制定出专属的红外解决方案。