

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2016.02.10

1500 ~ 2300 °C 高温热电偶校准中关键影响因素分析及试验

张贺, 杨新圆, 陈炜, 王小龙

(中航工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘要: 介绍了高温热电偶校准炉原理及其结构, 对校准过程中钨管膨胀和石英窗口等关键影响因素进行了研究, 并通过 B 偶、PtRh40-PtRh20、Ir40Rh-Ir、钨铼等高温热电偶进行了试验验证。实验结果表明高温热电偶校准炉重复性良好, 可用于 1500 ~ 2300 °C 氧化和还原气氛下各种高温热电偶的校准。

关键词: PtRh40-PtRh20; Ir40Rh-Ir; 钨铼热电偶; 高温热电偶; 校准

中图分类号: TB942

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2016)02-0034-04

Key Influencing Factors Analysis and Test of High Temperature Thermocouple Calibration at 1500 ~ 2300 °C

ZHANG He, YANG Xinyuan, CHEN Wei, WANG Xiaolong

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

Abstract: This paper introduces the principle and structure of a high temperature thermocouple calibration furnace, and studies on the key influencing factors such as tungsten tube expansion and quartz window. The results of the experiments by B, PtRh40-PtRh20, Ir40Rh-Ir, and tungsten-rhenium thermocouple in high temperature range show that the high temperature thermocouple calibration furnace has a good reproducibility. It can be used to calibrate all kinds of high temperature thermocouples within the range of 1500 ~ 2300 °C at oxidizing or reducing atmosphere.

Key words: PtRh40-PtRh20; Ir40Rh-Ir; tungsten rhenium thermocouple; high temperature thermocouple; calibration

0 引言

目前除了常用的八种国际标准化的热电偶外, 在高温温度范围内钨铼热电偶以及一些非标准分度热电偶应用也越来越广泛, 如 PtRh40-PtRh20 (1850°C)、铱铼系热电偶 (2100°C) 等。其中贵金属热电偶如铱铼系热电偶最高温度测量到 2100°C, 适用于氧化气氛; 钨铼系热电偶短期内最高使用温度可达 2800°C, 在还原气氛下长期使用温度最高可达 2300°C。

根据现有的温度量传体系, 用标准 B 型热电偶作为标准器进行校准时最高校准温度为 1500°C。在 1500°C 以上, 需要使用标准光电高温计作为标准进行校准。ASTME452-02(2007) 中推荐的高温热电偶校准炉采用钨管加热方式, 钨管周围采用 0.5 mm 厚

的纯钨热辐射屏隔热, 但钨带和隔热屏加工难度大, 而且加热后钨材料变脆导致强度较差易坏, 维修成本高, 目前国内可以开展 1500°C 以上高温热电偶校准的计量机构比较少。中航工业计量所采用石墨发热元件, 研制了一种高温热电偶校准炉, 可长期稳定使用, 并可以通过调节保护气氛, 对氧化气氛下的贵金属热电偶与还原气氛下的钨铼热电偶均可使用。

1 高温热电偶校准装置及原理

整套装置示意图如图 1 (未包括数采部分) 所示。其主体部分为高温炉, 对于炉体从外到内依次为外壳、水冷层、屏蔽层、保温层、发热体和保护管, 同时在炉体上部以及下部都配有冷却水系统和抽真空系统。控温用光纤传感器置于炉体下端底部, 光纤透过石英玻璃探测到炉体内热电偶保护管底部, 得到控制温度, 从而形成温度的一个闭环控制。数采部分主要通过采集软件对数据进行实时采集。

收稿日期: 2015-12-09

作者简介: 张贺 (1984-), 男, 工程师, 主要从事温湿度测试研究。

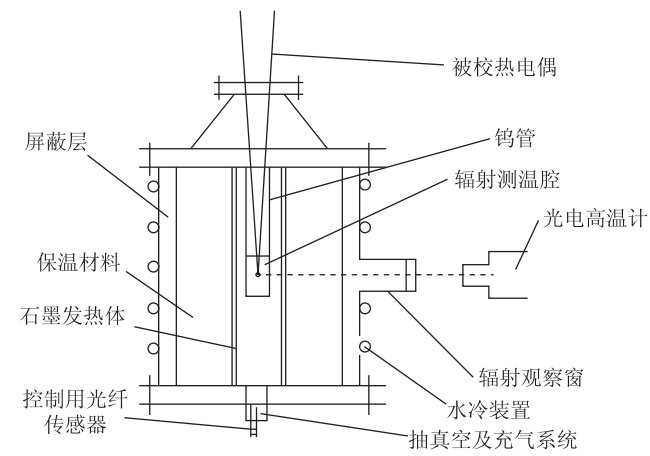


图1 高温热电偶校准装置示意图

在校准时，以标准光电高温计为标准，通过炉体上的黑体辐射腔使光电高温计测量炉体中心区的温度，黑体辐射腔的末端与被检热电偶的感温端在同一平面，二者温度值相同，利用比较法得到热电偶的示值误差。高温热电偶通过低热电势扫描开关连接到数字电压表进行测试，通过串口由上位机实时读取热电偶的电势值，同时上位机也采集光电高温计的实时标准温度，通过软件换算比对得到被检热电偶的示值误差或修正值。

2 校准过程中的关键影响因素

在校准过程中，光电高温计对钨管温度的准确测量是至关重要的，其中钨管受热膨胀和石英窗口对光电高温计温度测量有很大影响。

2.1 钨管热膨胀实验

由于炉体热源采用石墨加热方式，考虑到热电偶在高温下免受石墨发热体的污染，校准时需要选择特殊的保护管与高温炉炉体气氛隔离。同时考虑到不同热电偶在高温下适应不同环境气氛的要求，通过对各种非金属保护管和金属保护管的比较，对于 PtRh40-PtRh20、Ir40Rh-Ir 热电偶选择用氧化锆、氧化钽、金属铌等材料，对于钨铼热电偶选用钨管作为保护套管。钨管结构示意图如图 2 所示。

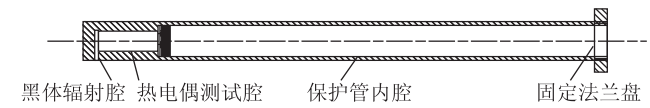


图2 热电偶保护管结构图

保护管通过固定法兰盘与炉体上端连接，热电偶从炉体上部顶端插入到保护管内腔中，其中热电偶的测温头部插入到热电偶的测试腔内，使其测温点处在

均匀温区内，光电高温计通过黑体辐射腔探测到热电偶测试腔内的温度。如果被测偶是 IrRh-Ir 等贵金属热电偶还需要在该钨管内部再套一层保护管，有效避免金属钨对贵金属热电偶的污染。

因为黑体辐射腔在低温下才能瞄准，高温下由于钨管受热膨胀向下伸长，导致温度测量不精确。由于无法知道钨在高温下准确的膨胀系数，因此进行了大量实验分析，推算出不同温度段钨管热膨胀位移量。实验过程中通过精密位移调节装置对光电高温计进行上下移动调节，确保光电高温计精确测量黑体辐射腔的温度。

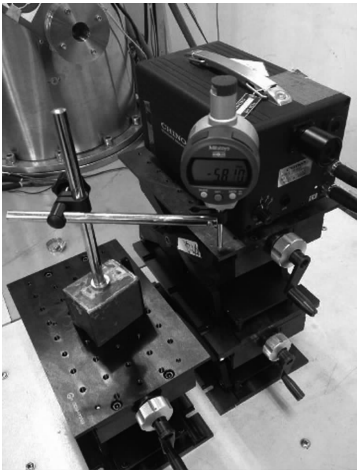


图3 用磁力表座与数显千分表测试移动距离

具体方法如下：在炉中预先封装一支二等标准 B 型热电偶，在 50℃，1100℃ 两个温度点确定 50 ~ 1100℃ 黑体辐射腔位移，然后升温至 1500℃，通过调节光电高温计上下位移，直至光电高温计与 B 型标准热电偶温度值相同为止，确定钨管热膨胀距离，测试数据见表 1。

表1 不同温度下钨管膨胀位移量		
参数	位置坐标/mm	
	第一次	第二次
x_1	4.753	-5.510
x_2	4.516	-5.755
Δ_1	0.237	0.245
x_3	5.605	-4.671
x_4	4.800	-5.453
Δ_2	0.805	0.782

从表 1 可看出 1100℃ 到 1500℃ 升温过程中钨管膨

胀约为 0.8mm，通过二次曲线拟合得出各个温度点钨管膨胀距离。在校准过程中，即可通过该经验值在不同的温度下调节光电高温计使其精确对准。

2.2 石英观察窗口镜片的修正

由于光电高温计在测试时通过石英玻璃窗口进行，为减小石英窗口对测量结果的影响，采用石英窗口与标准光电高温计整体标定的方法对其进行修正。校准前将石英玻璃随标准光电高温计送检，检定过程中应保证石英玻璃与标准温度灯的距离和高温热电偶校准炉窗口玻璃与黑体腔实际距离相等，标定观测窗口镜片时应标明方向，并按照此方向在高温热电偶校准炉上安装。

石英玻璃透过修正系数 A 值的判定尤为重要。首先用标准光电高温计分别测出标准温度灯(光电高温计向上溯源装置)在引入和不引入窗口玻璃情况下的亮温温度，测试温度点为 1500 ~ 2300 ℃，共测试出 9 个值，分别经过计算，并以这 9 个 A 值的平均值作为该石英玻璃在 1500 ~ 2300 ℃ 温度范围的透过率修正系数。在使用时采用公式(1)进行修正。

$$\Delta t_{\text{t}} = (\bar{e}_{\text{被}} + S_{\text{被}} \left[t_{\text{被}} - \left(\frac{1}{\frac{1}{T_{\text{w}} + 273.15} - A} - 273.15 \right) - e_{\text{分}} \right] / S_{\text{被}})$$

(1)

式中： A 为石英玻璃透过率； T_{w} 为带玻璃窗口标准所测温度值，℃； $\bar{e}_{\text{被}}$ 为被校热电偶在校准温度点附近测得的热电动势算术平均值，mV； $S_{\text{被}}$ 为被校热电偶在校准温度点的微分热电动势，mV/℃； $t_{\text{被}}$ 为校准温度点，℃； $e_{\text{分}}$ 为被校热电偶分度表上查得的校准温度点的热电动势值，mV； Δt_{t} 为被校热电偶在校准温度点上的误差值，℃。

另外，由于炉体加热材料为石墨，升温过程中石墨材料挥发会对石英玻璃造成污染，为避免石英玻璃被炉内挥发物污染，在炉体上设有活门装置，使石英玻璃与其隔离，减少热辐射以及石英玻璃被污染几率，同时该活门装置也可减小漏热有利于炉体温场对称均匀，从而提高测量准确度。

3 高温校准实验验证

3.1 B 型偶、PtRh40-PtRh20 在 1500℃ 指标验证

将 B 型热电偶、铂铑 40-铂铑 20 热电偶放置在 B 型炉中测试，以二等标准 B 型偶为标准，得到 1300 ~ 1500 ℃ 范围段的电势值以及修正值。同样，将两种类

型热电偶放在高温检定炉中校准，分别比较二支偶在 1500℃ 下的差值，如表 2 所示。

表 2 B 型偶、PtRh40-PtRh20 偶 1500℃ 试验比较

分度号	发热源	修正值/℃	
B 型偶	高温热电偶校准炉	-3.0	-0.9
	B 型炉	-2.6	-2.6
PtRh40-PtRh20	高温热电偶校准炉	-2.7	-1.5
	B 型炉	0.2	0.2

本高温热电偶校准炉在 1500℃ 时评价校准不确定度 u_1 为 0.36% t ，即 5.4℃，B 型炉评价校准不确定度 u_2 为 2.5℃，因此由表格数据分析知，两次测量结果差均小于 $\sqrt{u_1^2 + u_2^2}$ ，表明装置性能良好。

3.2 IrRh40-Ir 在 B 型炉与高温热电偶校准炉测试结果比较

将 IrRh40-Ir 热电偶在 B 型炉与高温热电偶校准炉中分别校准并计算其电势值。其中 IrRh40-Ir 热电偶在 B 型炉中测试温度点为 700 ~ 1500 ℃，每隔 100℃ 选取一点；在高温热电偶校准炉中测试温度点位 1200，1300，1500，1700，1800，1900 ℃。测试数据见表 3 及表 4。

表 3 B 型炉中测试结果

温度值/℃	电势值/mV
701.6	1.282
799.4	1.568
902.1	1.868
1001.3	2.158
1101.3	2.451
1201.1	2.742
1300.1	3.032
1400.8	3.324
1500.0	3.617

表 4 高温热电偶校准炉中测试结果

温度值/℃	电势值/mV
1201.5	2.803
1304.3	3.104
1502.7	3.683
1703.5	4.272
1797.7	4.546
1902.0	4.850

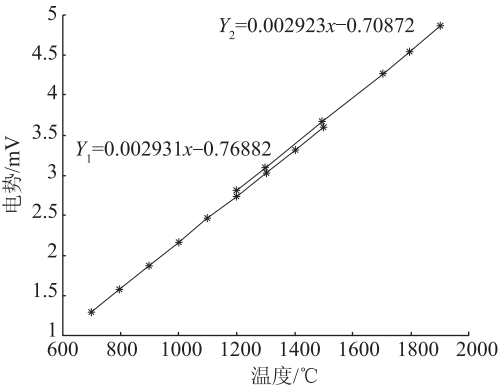


图4 两种分度方法测试拟合曲线

将测试数据进行线性拟合分析，可以看出，两种分度方法拟合曲线基本吻合，在 1000℃ 和 2100℃ 时均相差 0.06℃，线性度良好。

3.3 WRe5/26 热电偶重复性测试

试验所采用的两支 WRe5/26 偶丝来自同一型号、同一批次，给出的最大允差为 ±1% t。实验前在真空手套箱内进行封装，绝缘材料为氧化镁，保护管为 φ6 钨管。由于钨铼偶丝与水分在高温下容易发生化学反应，且氧化镁经烧结后在室温下易吸收水分，为减小水分的影响，氧化镁材料使用前在 200℃ 烘箱烘 2 h 后密封保存。同时为避免测量端与钨管底部接触现象，在钨管内预先放置 2mm 氧化镁粉末，且氧化镁末端处理成豁口形式，如图 5 所示。其余实验条件相同，测试结果如表 5 所示。



图5 氧化镁管处理成豁口形式

表5 WRe5/26 测试结果

测试 温度点/℃	修正值/℃	
	20141000	20141001
1500	0.92	2.69
1600	-2.90	-1.02
1700	-5.94	-5.28
1800	-10.29	-9.80
1900	-13.16	-13.12
2000	-14.04	-15.86
2100	-12.97	-17.09
2200	-11.00	-16.03
2300	-8.56	-14.64

测试结果表明，1500 ~ 2300 ℃ 所有测试点测量误差均在所测温度点 1% 范围内，满足热电偶丝的最大允差要求。同时发现在 2000℃ 以上热电偶修正值出现拐点，分析可能存在的原因如下：其一，钨铼热电偶丝自身性质导致；其二，2000℃ 以上氧化镁保护管有杂质或者氧化镁材料绝缘性能变差，可以选用 BeO，Y₂O₃ 等作为绝缘材料进一步验证。

4 结论

- 1)在校准过程中，光电高温计对钨管温度的准确测量是至关重要的，其中钨管受热膨胀和石英窗口对光电高温计温度测量有很大影响。
- 2)通过对不同温度下钨管膨胀量的二次曲线拟合，可以预测出各个温度点钨管膨胀距离，在校准过程中参照膨胀距离调节光电高温计使其精确对准。
- 3)采用石英窗口和标准光电高温计一体式标定，并利用石英玻璃透过修正系数 A 值对石英窗口透过率进行修正，以减小石英窗口透过率的影响。
- 4)通过不同类型高温热电偶在高温区分度实验验证，表明表明该装置适用于高温热电偶的校准。本高温热电偶校准炉既可用于氧化气氛下 PtRh40-PtRh20、IrRh40-Ir 热电偶的校准，又可用于还原气氛下钨铼热电偶的校准，满足 1500 ~ 2300 ℃ 温度段高温热电偶的测量需求。

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, 蔡静, 赵俭. 航空发动机研制高温测量技术探讨[J]. 计测技术, 2008, 28(S1): 1-4.

[3] 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.

[4] 王魁汉, 吴玉锋, 韩元山. 高温热电偶及特殊场合下的温度测量技术[J]. 世界仪表与自动化, 2003, 7(3): 42-46.

[5] 武建红, 赵俭, 王松涛. 300 ~ 1500℃ 钨铼热电偶校准结果不确定度分析[J]. 计测技术, 2010, 30(S0): 71-73.

[6] 王魁汉, 崔传孟. 抗氧化钨铼热电偶的发展与应用[J]. 自动化仪表, 1995, 16(6): 1-3.

[7] 唐锐. 钨铼热电偶高温分度及其不确定度[J]. 功能材料, 2004, 35(S1): 1707-1710.

[8] 马庆芳. 实用热物理性质手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1986.