

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2016.06.14

不同测温标准器及填充介质对消解实验仪 温度测量影响的探讨

李少鹏, 陈成新, 胡继承

(深圳市计量质量检测研究院, 广东 深圳 518055)

摘 要: 使用不同测温标准器及填充介质进行水解实验仪的温度实验, 探讨不同条件下对温度测量结果的影响。经实验验证, 推荐使用热电偶测温标准器进行温度测量, 同时可使用填充介质作为导热辅助, 以减少非紧密接触产生的误差。

关键词: 测温标准器; 填充介质; 消解实验仪; 温度

中图分类号: TB942

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2016)06-0054-04

Discussion on the Influence of Different Temperature Detectors and Filling Medium on the Temperature Measurement of Dry Block Digester

LI Shaopeng, CHEN Chengxin, HU Jicheng

(Shenzhen Academy of Metrology & Quality Inspection, Shenzhen 518055, China)

Abstract: This paper uses different temperature detectors and filling medium to do the temperature experiment of the dry block digester, to discuss the influence of the temperature measurement results in different conditions. The experiment results show that it is recommended to use thermocouple temperature detector for temperature measurement. Meanwhile the filling medium can be used as the auxiliary heat conduction to reduce the temperature error caused by non-tight contact.

Key words: temperature detectors; filling medium; dry block digester; temperature

0 引言

消解是通过破坏有机物, 溶解悬浮颗粒, 将各种价态的待测无机元素氧化成单一高价态或转变成易于分离的无机化合物, 最终获得目标无机元素的单相单价态溶液。而消解实验中的温度参数是尤为关键的一部分, 温度值准确与否, 直接影响消解实验能否反应完全。因此, 作为用于消解反应实验的使用设备——消解实验仪(下简称“消解仪”), 其相关性能参数的准确测量就显得十分重要了。

本文使用不同测温标准器及填充介质进行消解仪温度参数的测量, 探讨不同条件下对测量结果的影响。

1 使用仪器及填充介质

1.1 消解仪

本文采用 XJ-IV 型、多环排列(外环 12 孔, 内环 8

孔, 孔径: 23 mm, 孔深: 110 mm)的消解仪。该消解仪由加热器件、金属恒温块、感温元器件、控温仪表等组成。消解仪的恒温块中加工有多个规则排列的圆形消解孔, 用于放置玻璃试管进行消解实验; 开设校准测试孔, 用于消解仪温度设定值的校准。

1.2 测温标准器

使用热电偶、铠装热电偶及铠装铂电阻温度传感器, 分别配温度显示仪表组成 3 套测温标准器, 用于被检消解孔的温度实验。使用标准水银温度计用于提供消解仪实验的标准参考温度(因消解仪开设的校准测试孔的孔径及孔深满足标准水银温度计的测试要求, 因此以更高精度的标准水银温度计的度数作为标准参考温度值)。所使用温度传感器、温度显示仪表及标准水银温度计均已计量校准并在使用周期内。温度显示仪表的相关性能: 型号 2635A; 制造厂家为 FLUKE; 技术指标为电压 $MPE = \pm(0.024\% \text{ 输入} + 0.006) \text{ mV}$, 电阻 $MPE = \pm(0.014\% \text{ 输入} + 0.020) \Omega$ 。

温度传感器的相关性能参数如表 1 所示。

标准水银温度计的相关性能参数: 型号 150 ~

收稿日期: 2016-08-19

作者简介: 李少鹏(1985-), 男, 工程师, 从事温湿度计量测试工作。

200℃；制造厂家为上海医用仪表厂；技术指标 $U=0.06^{\circ}\text{C}$ ，($k=2$)。

填充介质：硅油、 Al_2O_3 粉末及 NaCl 粉末。

表 1 温度传感器的相关性能参数

参数	热电偶	铠装热电偶	铠装铂电阻
型号	KK-K-24-3LE (K 型)	K 型	902105/10 (PT100)
制造厂家	OMEGA	OMEGA	JUMO
感温探头尺寸	0.5 mm	5.1 mm	3.2 mm
技术指标 (配温度显示仪表)	$U=0.4^{\circ}\text{C}$, $k=2$	MPE; $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$	$U=0.12^{\circ}\text{C}$, $k=2$

2 结果与讨论

2.1 使用不同测温标准器

本实验使用热电偶、铠装热电偶及铠装铂电阻温度传感器，分别配温度显示仪表组成 3 套测温标准器。如图 1 所示。均匀选择 9 个消解孔，并布放温度传感器，在相同的测试条件下，分别进行消解仪温度测量的实验。实验过程中，消解孔口处均用脱脂棉进行封

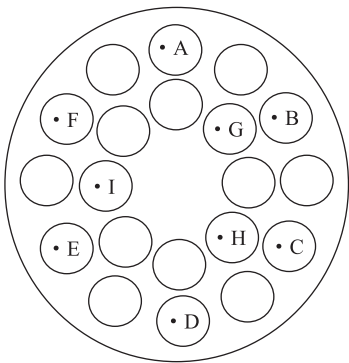


图 1 温度传感器布放位置

堵。实验列表所示实测温度值，均已结合温度传感器计量校准后的修正值，对温度采集数据进行加和修正过后的数据。

2.1.1 温度传感器放置在消解孔底部

如图 1 所示，选择需布放温度传感器的消解孔，分别将热电偶、铠装热电偶及铠装铂电阻温度传感器放置在消解孔底部，设定消解仪实验温度为 165°C (标准水银温度计实测 165.08°C)，待仪器达到稳定状态后，分别采集温度数据，实测温度数据如表 2 所示。

表 2 消解孔底部的实测温度数据

序号	温度传感器	不同消解孔的实测温度值									消解孔 平均温度值
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	
1	热电偶	166.0	165.9	165.8	165.9	165.9	165.8	165.6	165.7	165.9	165.8
2	铠装热电偶	163.2	164.0	163.1	164.2	164.0	163.4	163.5	163.5	163.6	163.6
3	铠装铂电阻	163.1	163.9	163.0	164.1	163.9	163.3	163.4	163.4	163.5	163.5

由表 2 中数据可知，使用凯装热电偶、铠装铂电阻测得的每个消解孔及其平均温度值均低于使用热电偶的，温度分别偏低 2.2°C ， 2.3°C 。凯装热电偶与铠装铂电阻测得的温度值大致相同。

2.1.2 温度传感器放置在试管底部

如图 1 所示，选择需布放温度传感器的消解孔，并在相应的消解孔中放置试管，分别将热电偶、铠装热电偶及铠装铂电阻温度传感器放置在试管底部，设

定消解仪实验温度为 165°C (标准水银温度计实测 165.11°C)，待仪器达到稳定状态后，分别采集温度数据，实测温度数据如表 3 所示。

由表 3 中数据可知，使用凯装热电偶、铠装铂电阻测得的每个消解孔及其平均温度值均低于使用热电偶的，分别偏低 2.2°C ， 2.3°C 。凯装热电偶与铠装铂电阻测得的温度值大致相同。消解孔底部测得温度值较试管底部测得的高 0.3°C 左右。

表 3 试管底部的实测温度数据

序号	温度传感器	不同消解孔的实测温度值									消解孔 平均温度值
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	
1	热电偶	165.7	165.6	165.4	165.5	165.5	165.5	165.3	165.4	165.5	165.5
2	铠装热电偶	163.1	163.5	163.6	163.4	163.3	162.8	162.9	163.4	163.3	163.3
3	铠装铂电阻	163.0	163.4	163.5	163.3	163.2	162.8	162.8	163.3	163.2	163.2

理论上,只要被测温度环境经过充分稳定,使用不同测温标准器测得的温度结果应大致相同,但使用铠装热电偶、铠装铂电阻测得的温度值较使用热电偶的偏低。经分析,导致这种结果的原因有三点:第一,铠装热电偶及铠装铂电阻均为铠装结构设计,均有金属保护套管,测量端区会沿保护套管导走部分被测环境的热量,而热电偶通过裸露的感温结点测温,不存在金属铠装的结构设计,因此具有铠装结构的测温标准器测得的数据会偏低。第二,消解仪通过加热金属恒温块将热量传导至消解孔内壁,与消解孔内壁接触部位的温度会较非接触部位的高。实际测量中,铠装铂电阻的感温探头尺寸分别为 3.2 mm,较消解孔的孔径(23 mm)小,因此传感器的前段只与消解孔的底部接触,其他部位并未接触。而铠装铂电阻内部存在条形的测温元件,可理解为测得的是一定长度温度区域内的综合温度平均值。因此,相比于热电偶的点接触测温,铠装铂电阻的条形感温区会因未接触部位的较低温度,在一定程度上导致测得的数据偏低。第三,根据 JJF 1262-2010《铠装热电偶校准规范》的要求,为了保证有效测温,规定了铠装热电偶的测温深度与孔径之比要大于 10:1 及孔径尺寸要与热电偶的相近。而消解仪的孔深为 110 mm,孔径为 23 mm,它们之间的比值不能满足至少 10:1 的比例关系,即不能满足铠装热电偶的测试条件。其次,铠装热电偶的探头尺寸为 5.1 mm,远小于消解仪的孔径 23 mm,因此会因为热对流与热辐射,导致温场变化,测得温度值偏低。

因此,从测量准确性上考虑,推荐使用热电偶温度传感器。

2.2 使用不同填充介质

温度传感器是否紧密接触热源,会对消解仪温度检测结果有所影响。因此,应确保传感器感温区尽可能多地接触到热源。同时,可放入适当大小的玻璃试管或用脱脂棉将消解孔塞紧,来固定传感器防止孔内空气对流,达到减少测量误差的目的。然而,能否选用导热介质作为辅助,以减少非紧密接触产生的测量误差,其测量结果能否满足要求,这需要实验进行验证。

粉末填充介质的选择应从导热性良好(即热导率高)、热容小、颗粒粒径小进行考虑,以达到利于导热、填充的效果。本实验选择 Al_2O_3 粉末及 NaCl 粉末进行相关实验,粉末相关性能参数如表 4 所示。

表 4 粉末填充介质性能参数

粉末填充介质	热导率 $/(W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1})$	密度 $/(g \cdot cm^{-3})$	颗粒 粒径/目
Al_2O_3	20~30	3.4~3.9	320
NaCl	16	2.2	320

除了粉末填充介质外,本实验还选择硅油(液体)作为填充介质以及无介质(空气环境下)作为比对,进行消解仪温度测量的实验。实验过程中,消解孔口处均用脱脂棉进行封堵,如图 2 所示。均匀选择三个消解孔并布放热电偶温度传感器。实验列表所示实测温度值,均已结合温度传感器计量校准后的修正值,对温度采集数据进行加和修正过后的数据。

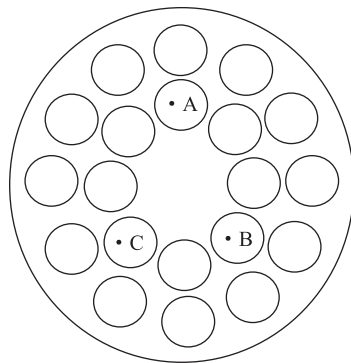


图 2 温度传感器布放位置

将热电偶温度传感器接触消解孔底部,再将填充介质倒入至完全覆盖热电偶感温结点的深度。设定消解仪实验温度为 165℃(标准水银温度计实测 165.06℃),待仪器达到稳定状态后,分别采集温度数据,实测温度数据如表 5 所示。

表 5 不同填充介质的实测温度数据 ℃

序号	填充介质	不同消解孔的实测温度值			消解孔平均温度值
		A	B	C	
1	硅油	165.7	165.5	165.6	165.6
2	Al_2O_3 粉末	165.9	165.6	165.8	165.8
3	NaCl 粉末	165.9	165.7	165.9	165.9
4	无介质	165.8	165.6	165.8	165.7

由表 5 中数据可知,使用不同填充介质测得的每个消解孔及消解孔(A~C)平均温度值与无介质比对测得的相差不大,最大相差 0.2℃,其测量差值属于可接受的范围。因此,从减少非紧密接触导致测量误差的

- [1] 郝继贵, 于之靖. 视觉测量原理与方法[M]. 北京: 机械工业出版社, 2012: 1-3.
- [2] VDI/VDE 2634-2002 Optical 3D measuring systems part 1: Imaging systems with point-by-point probing[S]. 2002.
- [3] VDI/VDE 2634-2002 Optical 3-D measuring systems part 2: Optical systems based on area scanning[S]. 2002.
- [4] VDI/VDE 2634-2008 Optical 3D measuring systems part 3: Multiple view systems based on area scanning[S]. 2008.
- [5] Rautenberg U, Wiggenghagen M. Abnahme und Überwachung photogrammetrischer Messsysteme nach VDI 2634, Blatt 1 [J]. Photogrammetrie Fernerkundung Geoinformation, 2002 (2): 117-124.
- [6] 黄桂平, 王伟峰, 轩亚兵, 等. 工业摄影测量系统检定方法研究进展[J]. 中国测试, 2015(7): 10-15.
- [7] Aimess [EB/OL]. <http://www.aimess-products.de/en/products/artifacts/>.
- [8] 刘芳芳, 傅云霞, 余培英, 等. 大尺寸空间计量仪器的应用与校准[J]. 计量技术, 2012(6): 50-53.
- [9] Cheok G S, Stone W C. Performance evaluation facility for ladars [J]. Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering, 2004, 5412: 54-65.
- [10] GOM-Precise Industrial 3D Metrology [EB/OL]. <http://www.gom.com>.
- [11] 甘晓川. 数字近景摄影测量系统中相机校准和长度测量误差校准[D]. 北京: 中国计量科学研究院, 2012.
- [12] 甘晓川, 赫明钊, 李连福, 等. 一种摄影测量基准尺的校准方法及不确定度分析[J]. 计量学报, 2012.
- [13] 段玲, 黄桂平, 等. 数字摄影测量系统的基准尺长度标定方法: 中国, CN102997771A[P]. 2013.
- [14] 王伟峰, 黄桂平, 姜彤, 等. 工业摄影测量中基准尺长度标定方法研究与试验[J]. 测绘科学技术学报, 2015(1): 52-55.