

GB/T 18036—2000

前 言

为与微型热电偶用铂铑细偶丝规范配套使用,特制订本标准。

本标准根据纯金属熔化时温度不变和热电偶的中间金属法则,制定了铂铑热电偶细丝热电动势的两种测量方法——熔丝法和比较法。本标准采用国际温标 ITS:1990。

本标准自实施之日起,YS/T 297—1994 同时作废。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由昆明贵金属研究所起草。

本标准主要起草人:黄韶华、马丽存、容平、周乐文、甘家慧、贺东江。

本标准为首次发布。

中华人民共和国国家标准

铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法

GB/T 18036-2000

The test method of thermo-emf for platinum
rhodium thermocouple thin wires

1 范围

本标准规定了用熔丝法和比较法测量铂铑热电偶细丝热电动势的方法。

本标准适用于测量直径不大于 0.1 mm 的铂铑热电偶细丝。其他贵金属和贱金属热电偶细丝的热电动势测量也可参照进行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

3.1 熔丝法

根据纯金属熔化时温度不变和热电偶的中间金属法则,用少量的纯金丝或钯丝缠绕在被测热电偶的测量端上,升温到丝熔化出现平台,测量出被测热电偶的热电动势值,取平台读数的平均值作为测量结果。

3.2 比较法

将标准热电偶和被测热电偶捆扎在一起,在金点(1 064.18℃)或钯点(1 554.8℃)温度附近进行比较,测量其热电动势值,计算出结果。

4 试验仪器、设备及材料

4.1 试验仪器及设备

4.1.1 低电动势直流电位差计:准确度不低于 0.01 级及其相应的配套装置,或相当于同级准确度的其他电测设备。

4.1.2 高温炉:高温炉应带有温度自动调控系统,炉体长度约 500 mm 左右,使用温度可达 1 600℃;炉的最高温区偏离中心位置不应超过 20 mm,其均温区长度应为 10~15 mm,温差不应大于+1℃。

4.1.3 偶丝通电退火装置:装置应备有稳压电源、准确度不低于 0.5 级的交流电表、电流调控器等。

4.1.4 热电偶测量端焊接装置(比较法用):焊接时对热电偶无污染。

4.1.5 铂铑 30-铂铑 6 标准热电偶(比较法用):其偶用熔丝法在金点(1 064.18℃)和钯点(1 554.8℃)温度进行分度,分度值误差应小于 0.5℃。

4.2 材料

4.2.1 熔丝:金、钯熔丝,纯度不小于 99.99%,直径为 0.3 mm,清洗干净,退火处理为软态。

国家质量技术监督局 2000-04-03 批准

2000-09-01 实施

GB/T 18036—2000

- 4.2.2 支撑线:铂丝,纯度不小于99.95%,直径为0.4~0.5 mm,清洗干净。
- 4.2.3 捆扎丝:铂丝或铂铑合金丝,直径0.15 mm和0.25 mm左右。
- 4.2.4 热电偶屏蔽保护管:高纯氧化铝管,绕有屏蔽导线。
- 4.2.5 热电偶绝缘管:高纯氧化铝毛细管,充分清洗干净。
- 4.2.6 清洗试剂及其他相应材料和器具等。

5 试样

5.1 取样

在每根被测偶丝的两端各截取1 000~1 200 mm作为测试样品。

5.2 试样处理

5.2.1 样品清洗:将其所取样品先用5%~8%的化学纯氢氧化钠溶液煮沸5~10 min,用清水冲洗干净,再用30%的化学纯盐酸溶液在常温下浸渍1 h或煮沸10~15 min,然后再用蒸馏水煮沸充分清除酸性。

5.2.2 样品退火:将清洗干净的样品悬挂在通电退火装置中进行通电退火,偶丝在通电退火时应防止空气对流,偶丝各种直径的退火时间及通电电流如表1所示。

表 1

偶丝直径 mm	退火电流及退火时间,A/min				
	Pt	PR10	PR13	PR6	PR30
0.10	1.40/90	1.50/60	1.50/60	1.45/90	1.60/60
0.08	1.05/50	1.15/30	1.15/30	1.10/40	1.20/30
0.07	0.90/40	1.00/30	1.00/30	0.95/40	1.05/30

5.2.3 套绝缘管:将退过火的样品和支撑线套上高纯氧化铝毛细管,并配对构成热电偶试样(以下简称试样)。

5.3 试样制备

5.3.1 熔丝法试样制备:用直径0.25 mm铂丝将试样和支撑线捆扎在一起,并使试样的测量端靠近支撑线的热端。根据被测热电偶丝技术规范要求的温度测定,将金或钯熔丝缠绕在测量端上(4~6圈);将其试样的参考端与测量导线进行可靠连接,并插入冰点恒温器内,插入深度约100~120 mm;测量导线的另一端与电位计联接。

5.3.2 比较法试样制备:用直径0.25 mm的铂丝将标准热电偶、试样和支撑线三者捆扎在一起;用直径0.15 mm的铂丝将试样的测量端捆扎在支撑线上,使其试样的电极丝整齐的排列在支撑线的周围,并用热电偶焊接装置把捆扎丝、试样和支撑线三者焊接在一起构成测量端,焊点应圆而光滑(焊点直径约为0.8~1.2 mm);用直径0.15 mm的清洁铂丝将标准热电偶和试样的测量端捆扎在一起;将其试样的参考端与测量导线进行可靠连接后,并插入冰点恒温器内,插入深度约100~120 mm;测量导线的另一端与电位计联接。

6 测量步骤

6.1 测量准备

接通高温炉的电源加热升温,并控制升温速度,待炉温升到接近测量点温度时,将制备好的试样的测量端缓慢地置于炉内最高温区。

6.2 熔丝法测量热电动势

6.2.1 接通电位计测量系统,测量第一次缠绕在试样测量端上的金或钯丝熔化时的热电动势值。测量时,严格控制升温速度,待炉温升至金或钯熔丝熔化温度前5~10℃时,升温速度应控制在1.5~

GB/T 18036—2000

1.8 C/min,当温度升到熔丝熔化前 2~3℃时,每隔 15 s 测一次,直到熔丝充分熔完为止。在熔丝整个熔化过程中至少测得 5~9 个数据,并记录其读数值。

6.2.2 测完第一次绕丝熔化时的热电动势后,降低炉温,取出试样,剪去一段测量端,重新缠绕上熔丝构成新的测量端,重复上述方法测量其热电动势值并记录。

6.3 比较法测量热电动势

6.3.1 试样的热电动势在金点(1 064.18℃)、钯点(1 554.8℃)温度附近测定,测量时炉温偏离测量点温度不得超过±10℃,试样在炉内的停留时间不得超过 30 min。

6.3.2 接通电位计测量系统,用电位计分别测量标准热电偶和被测热电偶(本节以下简称标、被 1、被 2 等)的热电动势值并记录,测量时炉内温度的变化,每分钟不得超过±0.1℃,连续测 3~5 组数据。测量顺序为标→被 1→被 2→被 3→被 4→被 4→被 3→被 2→被 1→标。

6.3.3 测完第一批数据处理后,取出试样,重新焊接测量端,重复上述测量方法,测取第二批数据并记录。

7 数据处理

7.1 熔丝法测量热电动势读数值取舍

分别在每次熔丝充分熔化时所测得的数据中,取其相邻变差为 0~1 μV 或 0~2 μV(视被测偶丝构成的热电偶微分热电动势的大小而定)的 4~5 个数据的算术平均值,作为每次的测量结果。

取其两次熔丝测量结果的算术平均值,作为被测偶丝构成的热电偶在该分度点的热电动势值的测量结果。

7.2 双级比较法测量结果的计算

被测试样的热电动势 $E_{\text{试}}(t)$ 可用式(1)计算:

$$E_{\text{试}}(t) = \bar{E}_{\text{试}}(t) + \frac{E_{\text{标证}}(t) - \bar{E}_{\text{标}}(t)}{S_{\text{标}}(t)} S_{\text{试}}(t) \dots\dots\dots (1)$$

式中: $E_{\text{标证}}(t)$ ——标准热电偶检定证书上给出的在检定点(t ℃)时的热电动势值,mV;

$\bar{E}_{\text{标}}(t)$ 、 $\bar{E}_{\text{试}}(t)$ ——分别为标准和被测试样在金或钯点温度(t ℃)附近测得的热电动势的算术平均值,mV;

$S_{\text{标}}(t)$ 、 $S_{\text{试}}(t)$ ——分别为标准和被测试样在金或钯点温度(t ℃)时的微分热电动势值,μV/℃。

注:金点和钯点热电偶的热电动势值及热电势率见附录 A。

示例:如用标准铂铑 30-铂铑 6 热电偶,测定由 R 型偶丝构成的铂铑 13-铂被测试样,在钯点(1 554.8℃)附近测得标准热电偶和被测试样热电动势的平均值分别为:

$$\bar{E}_{\text{标}}(t_{\text{pd}}) = 10.736 2 \text{ mV} \quad \bar{E}_{\text{试}}(t_{\text{pd}}) = 18.222 5 \text{ mV}$$

由标准热电偶证书上查得:

$$E_{\text{标证}}(t_{\text{pd}}) = 10.741 \text{ mV}$$

从附录中查得 $S_{\text{标}}(t_{\text{pd}})$ 、 $S_{\text{试}}(t_{\text{pd}})$ 分别为:

$$S_{\text{标}}(t_{\text{pd}}) = 11.65 \mu\text{V}/\text{C} \quad S_{\text{试}}(t_{\text{pd}}) = 13.98 \mu\text{V}/\text{C}$$

代入公式计算得:

$$\begin{aligned} E_{\text{试}}(t_{\text{pd}}) &= 18.222 5 + \frac{10.741 - 10.736 2}{11.65} \times 13.98 \\ &= 18.228 3 \text{ mV} \end{aligned}$$

取其同一温度点两次结果的算术平均值,作为被测偶丝测试样在该分度点的热电动势值。

7.3 同一被测试样,在同一温度点上,两次热电动势测量结果的算术平均值,熔丝法不得超过 0.2℃,比较法不得超过 0.3℃,否则应按上述要求进行重新测量。

7.4 数据的有效位数,取到小数点后第三位。末位数的修约按 GB/T 8170 的规定进行。

7.5 测量误差

最大测量误差：熔丝法为 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ，比较法为 $\pm 0.6^{\circ}\text{C}$ 。

8 试验报告

偶丝测试报告应包括下列内容：

- a) 样品名称；
- b) 规格；
- c) 炉号、牌号；
- d) 偶丝型号；
- e) 测试结果；
- f) 测量日期、测量人员和审核人。

附录 A

(标准的附录)

金点和钯点热电偶的热电动势值及热电势率

A1 金点和钯点热电偶的热电动势值(E)及热电势率(塞贝克系数 S)如表 A1 所示。

表 A1

温 度	热 电 偶 类 型					
	铂铑 10-铂		铂铑 13-铂		铂铑 30-铂铑 6	
	$E, \mu\text{V}$	$S, \mu\text{V}/\text{C}$	$E, \mu\text{V}$	$S, \mu\text{V}/\text{C}$	$E, \mu\text{V}$	$S, \mu\text{V}/\text{C}$
金点(1 064.18℃)	10 334	11.74	11 364	13.5	5 434	9.55
钯点(1 554.8℃)	16 239	11.95	18 219	13.98	10 735	11.65