

ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΠΡΟΤΥΠΟΥ ΘΕΡΜΟΖΕΥΓΟΥΣ ΤΥΠΟΥ R, ΑΠΟ ΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΣ ΤΟΥ Ε.Ι.Μ., ΣΕ ΣΥΝΕΡΓΑΣΙΑ ΜΕ ΤΟΝ ΓΕΡΜΑΝΙΚΟ ΕΘΝΙΚΟ ΦΟΡΕΑ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ P.T.B.

Κοκκίνη Ευμορφία και Αναγνώστου Μιλτιάδης
Ελληνικό Ινστιτούτο Μετρολογίας, ΒΙ.ΠΕ.Θ. Σίνδος 57022, τετρ. 45
e-mail: kokkini@eim.gr

Τα θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων αποτελούν θερμομέτρα προσέγγισης της διεθνούς κλίμακας θερμοκρασίας ITS-90. Τα σημαντικότερα θερμοζεύγη αυτού του είδους είναι τα Pt-10%Rh/Pt (type S) και Pt-13%Rh/Pt (type R). Αποτελούν αξιόπιστα όργανα μέτρησης, ικανά για την πραγματοποίηση επαναλήψιμων μετρήσεων σε υψηλές θερμοκρασίες, μέχρι τους 1600 °C, ακόμη και σε οξειδωτική ατμόσφαιρα.

Στο εργαστήριο θερμοκρασίας του Ελληνικού Ινστιτούτου Μετρολογίας, τα θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων χρησιμοποιούνται σαν πρότυπα αναφοράς σε συγκριτικές διακριβώσεις άλλων θερμοζευγών, για θερμοκρασίες υψηλότερες των 300 °C.

Στην εργασία αυτή παρουσιάζεται η διαδικασία κατασκευής ενός θερμοζεύγους τύπου R, σε συνεργασία με το PTB, Εθνικό φορέα μετρολογίας της Γερμανίας. Το όργανο αυτό διακριβώθηκε στο εργαστήριο θερμοκρασίας του PTB, ελέγχθηκε ως προς την ομοιογένειά των συρμάτων του, και μεταφέρθηκε στο Ε.Ι.Μ όπου διακριβώθηκε ξανά.

Τα αποτελέσματα των διακριβώσεων από τα δύο Ινστιτούτα καθώς και οι μετρήσεις για τον έλεγχο της ομοιογένειας του θερμοζεύγους παρουσιάζονται επίσης.

Λέξεις-Κλειδιά: θερμοκρασία, θερμομέτρα, κατασκευή, θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων, έλεγχος ομοιογένειας.

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Τα θερμοζεύγη αποτελούν τους πιο διαδεδομένους αισθητήρες θερμοκρασίας. Το γεγονός αυτό οφείλεται στην σχετικά απλή κατασκευή τους, στην απλότητα στη χρήση τους, στο χαμηλό τους κόστος καθώς και στο μεγάλο εύρος μέτρησης θερμοκρασίας που καλύπτουν ($-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ έως περίπου $2500\text{ }^{\circ}\text{C}$). Τα χαρακτηριστικά τους αυτά τα καθιστούν κατάλληλα για μέτρηση και έλεγχο θερμοκρασίας τόσο σε βιομηχανικές όσο και σε επιστημονικές εφαρμογές.

Είναι γνωστοί σαν αισθητήρες θερμοκρασίας εδώ και δύο αιώνες περίπου. Οι αρχές λειτουργίας τους περιγράφηκαν στα μέσα του 19^{ου} αιώνα, από τον William Thomson (Lord Kelvin). Εξήγησε τη σχέση μεταξύ των βασικών θερμοηλεκτρικών φαινομένων που είχαν ήδη ανακαλυφθεί από τον Seebeck το 1821 και τον Peltier το 1834. Επίσης περιέγραψε το θερμοηλεκτρικό φαινόμενο γνωστό και ως φαινόμενο Thomson. Ο Le Chatelier το 1886 ανέπτυξε το θερμοζεύγος τύπου Pt-10%Rh/Pt, το οποίο αποτελούσε για πολύ καιρό, μέχρι και πριν από μία εικοσαετία περίπου, το όργανο διάδοσης της κλίμακας θερμοκρασίας για θερμοκρασίες μεγαλύτερες των $630\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Οι αισθητήρες αυτοί αν και είναι φαινομενικά απλοί, καθώς αποτελούνται από δύο κομμάτια σύρματος διαφορετικών υλικών που είναι ενωμένα μεταξύ τους, δεν είναι δυνατόν να καταλάβει κανείς πως μπορούν να χρησιμοποιηθούν σαν όργανα μέτρησης θερμοκρασίας χωρίς να κατανοήσει προηγουμένως τις αρχές λειτουργίας τους.

Το θερμοηλεκτρικό φαινόμενο, πάνω στα οποία βασίζεται τα θερμοζεύγη, ονομάζεται έτσι καθώς αφορά ταυτόχρονα θερμότητα και ηλεκτρισμό. Όπως έχει ήδη αναφερθεί τρία διαφορετικά θερμοηλεκτρικά φαινόμενα τα οποία είναι άμεσα σχετιζόμενα μεταξύ τους έχουν ταυτοποιηθεί. Όμως, το θερμοηλεκτρικό φαινόμενο το οποίο σχετίζεται άμεσα με τη λειτουργία των θερμοζευγών ως θερμομέτρα είναι το φαινόμενο Seebeck, ενώ τα φαινόμενα Peltier & Thomson περιγράφουν την μεταφορά θερμότητας σε αγωγούς όταν αυτοί διαρρέονται από ηλεκτρικό ρεύμα.

2. ΑΡΧΗ ΛΕΙΤΟΥΡΓΙΑΣ

2.1 Φαινόμενο Seebeck

Το φαινόμενο αυτό ανακαλύφθηκε από τον φυσικό Thomas Johann Seebeck το 1821. Το φαινόμενο Seebeck είναι ουσιαστικά η μετατροπή διαφορών θερμοκρασίας απ'ευθείας σε ηλεκτρισμό. Όταν ένας αγωγός εκτίθεται σε θερμοκρασιακή βαθμίδα, τα ηλεκτρόνια μέσα στον αγωγό συμπεριφέρονται όπως ένα αέριο. Στο θερμό άκρο, τα ηλεκτρόνια έχουν μεγαλύτερη κινητική ενέργεια και επομένως κινούνται στο ψυχρότερο άκρο. Το γεγονός αυτό προκαλεί πτώση τάσης κατά μήκος του αγωγού (ανάπτυξη διαφοράς ηλεκτρικού δυναμικού μεταξύ των άκρων του αγωγού).

Τα θερμοζεύγη που βασίζονται στο φαινόμενο Seebeck είναι διαφορετικά από τους περισσότερους υπόλοιπους αισθητήρες θερμοκρασίας, καθώς η έξοδος τους δεν είναι ανάλογη της θερμοκρασίας, αλλά της θερμοκρασιακής βαθμίδας κατά μήκος του σύρματος του θερμοζεύγους.

Στο σχήμα 1 παρουσιάζεται ένα κύκλωμα θερμοζεύγους.

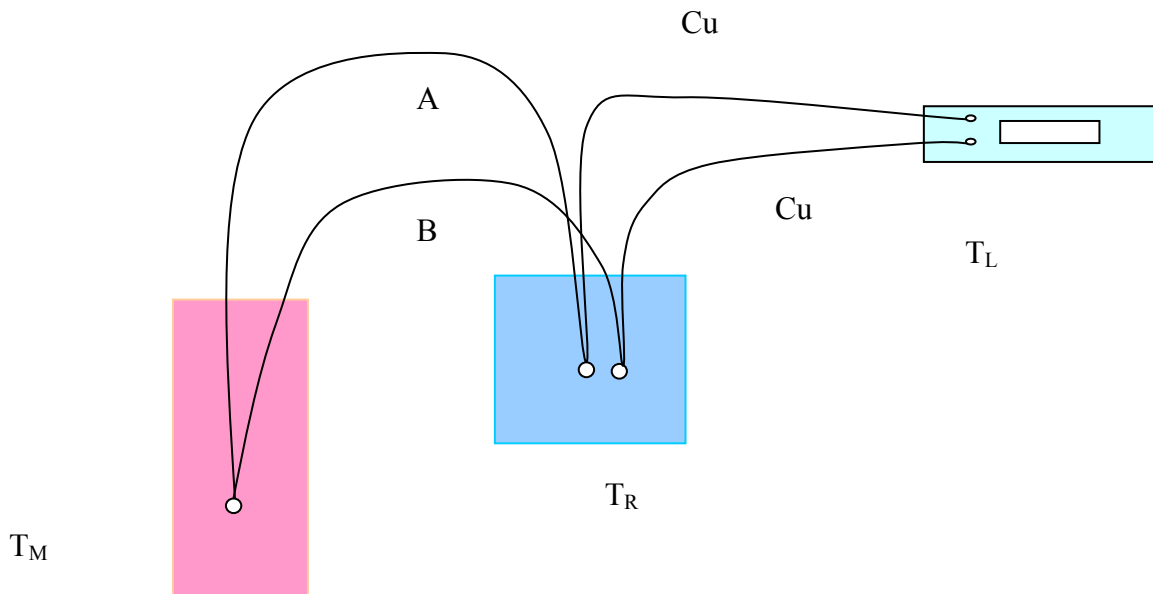
Η αλλαγή στη μετρούμενη τάση, η οποία ονομάζεται και Seebeck emf, dE , κατά μήκος σύρματος μικρού μήκους dx , είναι ανάλογη του συντελεστή Seebeck $s(T)$ του σύρματος και της αλλαγής της θερμοκρασίας, dT , κατά μήκος του αγωγού .

$$dE = s(T) \cdot dT \quad (1)$$

Για να τονισθεί ότι το dT , προκύπτει από βαθμίδα θερμοκρασίας και όχι από μικρή αλλαγή στη συνολική θερμοκρασία, η σχέση (1) μπορεί να ξαναγραφεί ως εξής :

$$dE = s(T,x) \cdot (dT/dx) \cdot dx \quad (2)$$

όπου dT/dx είναι η βαθμίδα θερμοκρασίας κατά μήκος του σύρματος και dx ένα μικρό μήκος του σύρματος. Ο συντελεστής Seebeck $s(T,x)$ εξαρτάται από τη θέση κατά μήκος του σύρματος καθώς και από τη θερμοκρασία.



Σχήμα 1. Συνδεσμολογία θερμοζεύγους με αναφορά

2.2 Χρήση των θερμοζευγών ως θερμομέτρα

Η εφαρμογή της σχέσης (2) σε ένα κύκλωμα όπως το σχήμα 1, μπορεί να υποδηλώσει ότι ένα θερμοζεύγος δεν θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί εύκολα σαν όργανο μέτρησης θερμοκρασίας, καθώς υπάρχουν πολλά πράγματα που πρέπει να ληφθούν υπόψη, όπως το θερμοκρασιακό προφίλ, το υλικό κατασκευής, τόσο των συρμάτων όσο του μετρητικού οργάνου.

Για να κατανοήσει κανείς την αρχή λειτουργίας ενός θερμοζεύγους, πρέπει να λάβει υπόψη του δύο θεωρήματα :

- Αν δεν υπάρχει βαθμίδα θερμοκρασίας, δηλ. $dT/dx = 0$ (π.χ σε ισοθερμοκρασιακές συνθήκες), τότε δεν παράγεται τάση Seebeck
- Αν ένα σύρμα είναι ομοιογενές, δηλ $s(T,x) = s(T)$, τότε η τάση Seebeck εξαρτάται μόνο από τις θερμοκρασίες T_1 & T_2 των δύο άκρων x_1 & x_2 του σύρματος.

Επομένως, ολοκληρώνοντας τη σχέση (2) καταλήγουμε στη σχέση:

$$E = \int_{E(T_1)}^{E(T_2)} dE = \int_{T_1}^{T_2} s(T) dT \Rightarrow \quad (3)$$

$$E = E(T_2) - E(T_1) \quad (4)$$

Επομένως η τάση που παράγεται σε ένα κύκλωμα όπως στο σχήμα 1, υπολογίζεται ως εξής:

$$E = E_{Cu}(T_R) - E_{Cu}(T_L) + E_A(T_M) - E_A(T_R) + E_B(T_R) - E_B(T_M) + E_{Cu}(T_L) - E_{Cu}(T_R) \quad (5)$$

$$= E_A(T_M) - E_A(T_R) + E_B(T_R) - E_B(T_M) \quad (6)$$

$$= E_A(T_M) - E_B(T_M) - \{E_A(T_R) - E_B(T_R)\} \quad (7)$$

Η συνολική επίδραση των συρμάτων Cu του οργάνου μέτρησης είναι μηδενική, καθώς οι τάσεις των δύο συρμάτων, είναι ίσες και αντίθετες.

Η τάση εξόδου του ζεύγους των συρμάτων A & B σχετίζεται με τη διαφορά των συντελεστών Seebeck των δύο συρμάτων. Καθώς τα δύο σύρματα, χρησιμοποιούνται πάντα σαν ζεύγος, είναι συνηθισμένο να χρησιμοποιεί κανείς την σχετική τάση Seebeck και τον σχετικό συντελεστή Seebeck, για το θερμοζεύγος ως:

$$S_{AB}(T) = S_A(T) - S_B(T) \quad (8)$$

Επομένως, η σχέση (7) διαμορφώνεται ως :

$$E = E_{AB}(T_M) - E_{AB}(T_R) \quad (9)$$

Περαιτέρω, γίνεται μία ακόμη απλοποίηση, διαλέγοντας μοναδική θερμοκρασία αναφοράς για όλα τα θερμοζεύγη, $T_R = 0^\circ\text{C}$ (συνήθως το σημείο του πάγου) και θεωρώντας ότι $E_{AB}(0^\circ\text{C}) = 0$. Άρα, καταλήγουμε στη σχέση :

$$E = E_{AB}(T_M) \quad (10)$$

Η σχέση (6) αποτελεί τη βασική σχέση ενός θερμοζεύγους, η οποία σχετίζει την παραγόμενη τάση με την μετρούμενη θερμοκρασία. Για να χρησιμοποιηθεί όμως αυτή η σχέση, πρέπει ο χρήστης να φροντίζει να τηρούνται οι παρακάτω προϋποθέσεις :

- το σημείο αναφοράς να είναι 0°C
- ο σχετικός συντελεστής Seebeck να είναι γνωστός
- να υπάρχουν ισοθερμικές συνθήκες για τα όργανα, τα καλώδια σύνδεσης, τα σημεία αναφοράς και μέτρησης
- τα χρησιμοποιούμενα σύρματα να είναι ομοιογενή

Σε πραγματικά κυκλώματα, βέβαια, οι προϋποθέσεις αυτές μπορούν μόνο να προσεγγισθούν. Σαν παράδειγμα, μπορεί να αναφερθεί η ανομοιογένεια των συρμάτων των θερμοζευγών, η οποία αποτελεί και μία από τις σημαντικότερες παραμέτρους αβεβαιότητας στις μετρήσεις θερμοκρασίας με θερμοζεύγη.

3. ΤΥΠΟΙ ΘΕΡΜΟΖΕΥΓΩΝ

Ενώ έχουν ερευνηθεί και αναπτυχθεί πολλά διαφορετικά για την χρήση τους ως θερμοζεύγη, εντούτοις μόνο λίγα έχουν αποδειχθεί χρήσιμα. Τα πιο ευρέως χρησιμοποιούμενα θερμοζεύγη, τα οποία είναι αναγνωρισμένα από διεθνείς οργανισμούς,

δίνονται στον πίνακα 1. Αναλυτικοί πίνακες των παραγόμενων emf για κάθε διαφορετικό τύπο σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία, έχουν εκδοθεί σε διεθνή πρότυπα.

Γενικά, υπάρχουν δύο διαφορετικές κατηγορίες θερμοζευγών, τα θερμοζεύγη απλών μετάλλων (base metal thermocouples) και θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων (noble metal thermocouples).

Πίνακας 1 Πληροφορίες για τα πιο συνήθως χρησιμοποιούμενα θερμοζεύγη

IEC Code	+ σύρμα	- σύρμα	Max Range	Emf (mV)	Std error
J	Fe	Cu-Ni	-210 to 1200 °C	-8.1 to 69.6	2.2 °C ή 0.75% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
K	Ni-Cr	Ni-Al	-270 to 1372 °C	-6.5 to 54.9	2.2 °C ή 0.75% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
T	Cu	Cu-Ni	-270 to 400 °C	-6.3 to 20.9	1 °C or 0.75% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
E	Ni-Cr	Cu-Ni	-270 to 1000 °C	-9.8 to 76.4	1.7 °C or 0.5% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
N	Ni-Cr-Si	Ni-Si-Mg	-270 to 1300 °C	-4.3 to 47.5	2.2 °C or 0.75% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
R	Pt-13%Rh	Pt	-50 to 1768 °C	-0.2 to 21.1	1.5 °C or 0.25% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
S	Pt-10%Rh	Pt	-50 to 1768 °C	-0.2 to 18.7	1.5 °C or 0.25% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
B	Pt-30%Rh	Pt-6%Rh	0 to 1820 °C	0 to 13.8	0.5% over 800 °C
G(W)*	W	W-26%Re	0 to 2320 °C	0 to 38.6	4.5 °C or 1% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
C(W5)*	W-5%Re	W-26%Re	0 to 2320 °C	0 to 37.1	4.5 °C or 1% (όποιο είναι μεγαλύτερο)
D(W3)*	W-3%Re	W-25%Re	0 to 2320 °C	0 to 39.5	4.5 °C or 1% (όποιο είναι μεγαλύτερο)

* ANSI Color Code, not official symbol or standard designation

3.1 Θερμοζεύγη απλών μετάλλων

Τα σύρματα των θερμοζευγών απλών μετάλλων είναι κατασκευασμένα από κράματα Νικελίου (Ni). Οι σημαντικότεροι τύποι αυτής της κατηγορίας είναι τα J, K, N, T, E. Είναι σχετικά χαμηλού κόστους, αλλά η σύνθεση των κραμάτων τους τα κάνουν επιρρεπή στην ανάπτυξη ανομοιογενειών κατά τη θερμική τους επεξεργασία. Επίσης, σε υψηλές θερμοκρασίες τα πιο σύνθετα κράματα υπόκεινται σε μη αναστρέψιμες αλλαγές. Με προσεκτική χρήση, τα θερμοζεύγη αυτά, μπορούν να χρησιμοποιηθούν με ακρίβεια κάποιων δεκάτων του βαθμού, σε περιορισμένα και απόλυτα συγκεκριμένα όρια θερμοκρασίας

Σαν γενικός κανόνας, τα θερμοζεύγη απλών μετάλλων δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται σαν θερμομέτρα πολλαπλής χρήσης που να καλύπτουν μεγάλο θερμοκρασιακό εύρος μέτρησης, σε περιπτώσεις που υπάρχουν απαιτήσεις για υψηλές ακρίβειες μετρήσεων (μικρή αβεβαιότητα).

3.2 Θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων

Τα σύρματα των θερμοζευγών ευγενών μετάλλων είναι κατασκευασμένα από Λευκόχρυσο (Pt) και κράματα Λευκόχρυσου-Ροδίου (Rh) και επομένως σχετικά χημικά αδρανή. Όπως φαίνεται και από τον πίνακα 1, οι τύποι των θερμοζευγών που ανήκουν στην κατηγορία αυτή είναι οι R, S, B.

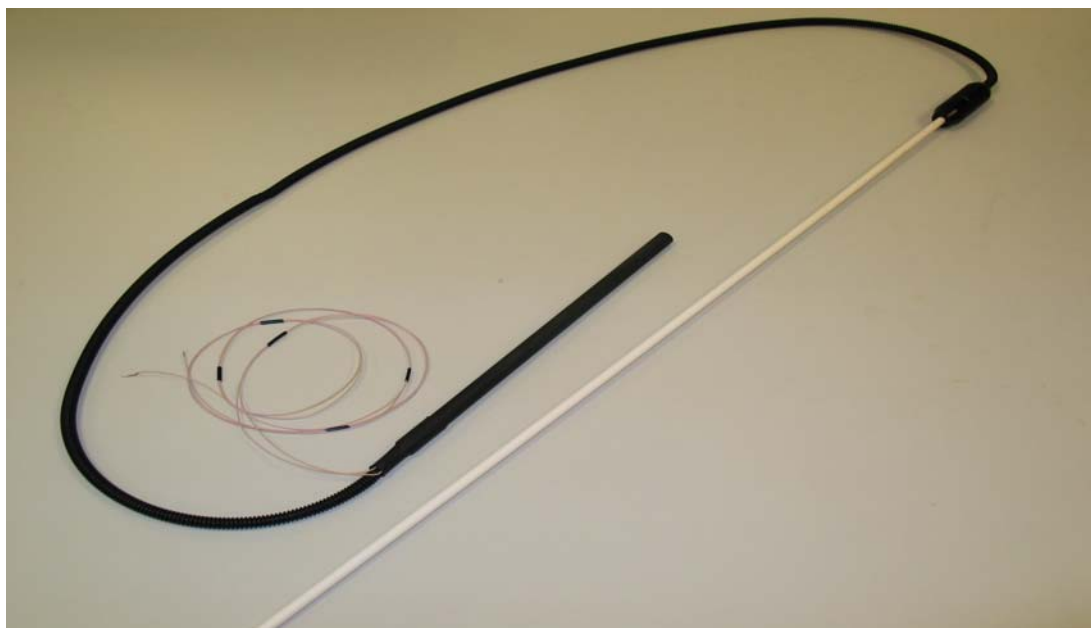
Το κύριο πλεονέκτημά τους είναι ότι η ανομοιογένεια των συρμάτων προέρχεται κυρίως από μηχανικά φαινόμενα (χτυπήματα, στρεβλώσεις), η οποία είναι αναστρέψιμη με προσεκτική ανόπτηση. Τα κράματα των ευγενών μετάλλων δεν υπόκεινται σε σημαντικές μεταλλουργικές αλλαγές σε υψηλές θερμοκρασίες και επομένως τα θερμοζεύγη αυτά είναι αρκετά σταθερά και επαναλήψιμα. Μπορούν να πραγματοποιήσουν μετρήσεις θερμοκρασίας με αβεβαιότητα 0.5 °C ή και μικρότερες και γενικά προτιμώνται για πρότυπα όργανα.

Το κυριότερο μειονέκτημά τους είναι το υψηλό κόστος τους και η χαμηλή ευαισθησία τους (μικρός συντελεστής Seebeck) .

4. ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΘΕΡΜΟΖΕΥΓΟΥΣ ΤΥΠΟΥ R

Γενικά, ένα θερμοζεύγος αποτελείται από δύο ανόμοια θερμοηλεκτρικά σύρματα, τα θερμοστοιχεία (*thermo elements*), τα οποία είναι διαχωρισμένα μεταξύ τους με κατάλληλο μονωτικό υλικό (*insulator*) και ενώνονται στο ένα άκρο τους για να δημιουργήσουν την «ένωση» μέτρησης (*measuring junction*). Η συναρμολόγηση ενός θερμοζεύγους ολοκληρώνεται με την τοποθέτηση των θερμοστοιχείων σε προστατευτικό σωλήνα (*protection tube*) ,είτε μεταλλικό είτε κεραμικό, και την δημιουργία «ένωσης αναφοράς» (*reference junction*), ενώνοντας τα θερμοστοιχεία με σύρματα χαλκού.

Τον Μάρτιο του 2007, κατά τη διάρκεια εκπαιδευτικής επίσκεψης του προσωπικού του εργαστηρίου θερμοκρασίας στο PTB (Physikalisch Technische Bundesanstalt), Εθνικό φορέα μετρολογίας στη Γερμανία, κατασκευάστηκε ένα πρότυπο θερμοζεύγος τύπου R, στο οποίο δόθηκε ο αριθμός σειράς 01-07.



Σχήμα 2 : Πρότυπο θερμοζεύγος τύπου R με αρ.σειράς: 01-07

Η διαδικασία κατασκευής περιγράφεται από τα παρακάτω βήματα:

Βήμα 1 : Κόβεται σύρμα 2 m Λευκόχρυσου καθαρότητας 99,999%, διαμέτρου 0.5mm, και σύρμα επίσης 2m κράματος Λευκόχρυσου/Ροδίου Pt87/Rh13, διαμέτρου 0.5mm.

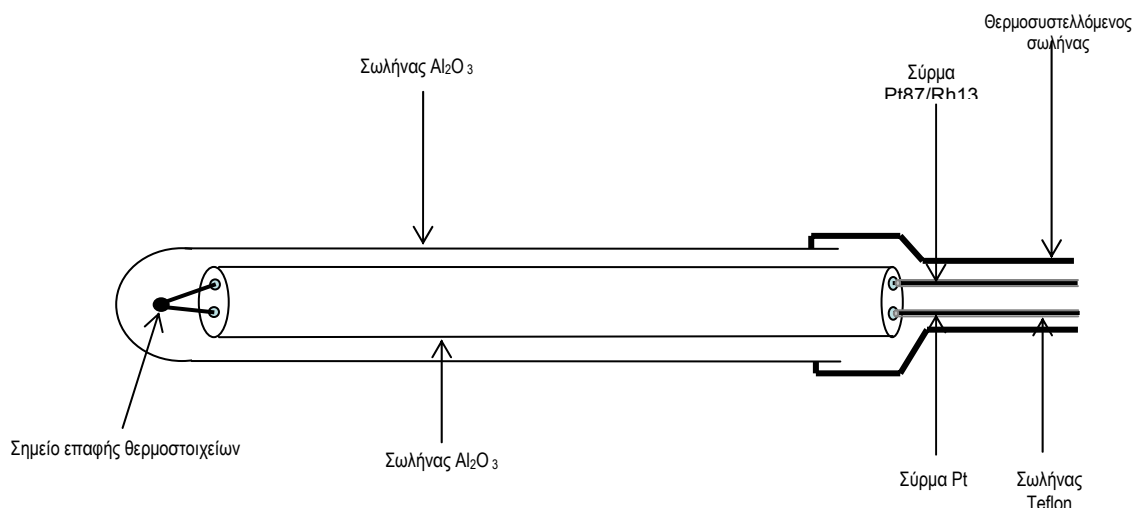
Βήμα 2 : Το κάθε σύρμα θερμοστοιχείου, καθαρίζεται διεξοδικά, πρώτα με αλκοόλη, μετά με απεσταγμένο νερό και στη συνέχεια αφήνεται να στεγνώσει.

Βήμα 3 : Τα σύρματα ανοπτούνται ηλεκτρικά, σε ειδικό θάλαμο, με την παροχή ηλεκτρικού ρεύματος, στη θερμοκρασία των 1300°C, για 5 hr περίπου. Στη συνέχεια, η θερμοκρασία μειώνεται στους 750 °C, για ½ hr περίπου. Κατά τη διάρκεια της διαδικασίας αυτής, μπορεί να παρατηρηθεί, ότι τα σύρματα λάμπουν και παίρνουν παραβολικό σχήμα.

Βήμα 4 : Τα σύρματα μεταφέρονται σε καθαρό πάγκο, καλυμμένο με χαρτί, με μεγάλη προσοχή, καθώς είναι πολύ μαλακά. Εκεί , περνάμε τα σύρματα πολύ προσεκτικά, στις δύο οπές, κατάλληλου κυλινδρικού κεραμικού (Al_2O_3 99,7%), μήκους 700mm και διαμέτρου 4 mm. Οι οπές του κεραμικού είναι διαμέτρου 1 mm, διάσταση που επιτρέπει στα σύρματα να διαστέλλονται και συστέλλονται ελεύθερα. Ο κεραμικός κύλινδρος έχει προηγουμένως ανοπτηθεί σε θερμοκρασία 1200 °C για μία τουλάχιστον ώρα.

Βήμα 5 : Στην μία πλευρά του κυλίνδρου, τα δύο θερμοστοιχεία ενώνονται μεταξύ τους με συγκόλληση, με φλόγα $H_2 - O_2$. Με τον τρόπο αυτό γίνεται η «ένωση μέτρησης». Από την άλλη πλευρά του κεραμικού κυλίνδρου, τα σύρματα περνούν μέσα σε σωλήνες Teflon, για να μην έρχονται σε επαφή και φθάνουν έως την «ένωση αναφοράς».

Βήμα 6 : Όλη η προηγούμενη κατασκευή, τοποθετείται σε κεραμικό σωλήνα (Al_2O_3 99,7%), με κλειστό άκρο, μήκους 650 mm περίπου, εξωτερικής διαμέτρου 6 mm, προκειμένου να προφυλαχθούν τα σύρματα από πιθανή μόλυνση. Και αυτός ο κεραμικός σωλήνας έχει προηγουμένως ανοπτηθεί σε θερμοκρασία 1200 °C για μία τουλάχιστον ώρα. Όλη η κατασκευή σταθεροποιείται τοποθετώντας τους κατάλληλους θερμοσυστελλόμενους σωλήνες, τη μεταλλική κεφαλή του θερμοζεύγους, και τον εύκαμπτο σωλήνα που οδηγεί τα θερμοστοιχεία στην «ένωση αναφοράς».

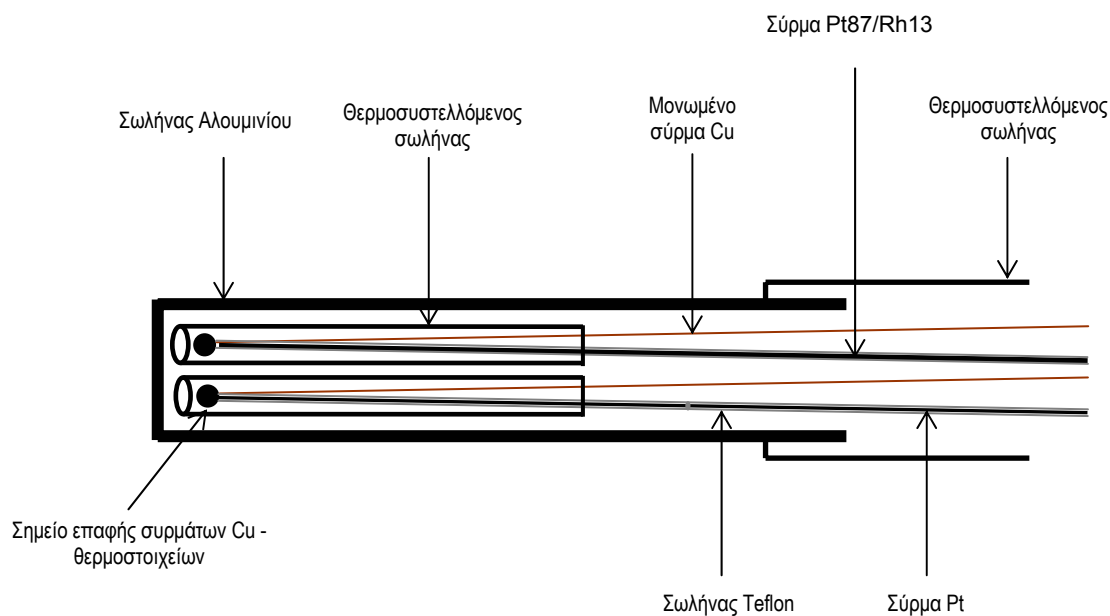


Σχήμα 3. Σχεδιάγραμμα ένωσης μέτρησης θερμοζεύγους τύπου R

Βήμα 7 : Η «ένωση αναφοράς» ετοιμάζεται συγκολλώντας με καλάι, τα θερμοστοιχεία, με πολύκλινα σύρματα Cu διαμέτρου 0.3mm περίπου και μήκους 1.5 m, τα οποία είναι μονωμένα μεταξύ τους, με Teflon σωλήνες. Οι δύο ενώσεις που δημιουργούνται προκειμένου να μην έρχονται σε επαφή μεταξύ τους, εισέρχονται σε θερμοσυστελλόμενους σωλήνες. Οι δύο ενώσεις τώρα, μπορούν να εισαχθούν σε αλουμινένιο σωλήνα, κλειστού άκρου, διαμέτρου 10 mm και μήκους 230 mm. Η όλη κατασκευή σταθεροποιείται με θερμοσυστελλόμενο σωλήνα.

Προσοχή ! Σε όλα τα βήματα τα σύρματα των θερμοστοιχείων θα πρέπει να αγγίζονται μόνο με τη χρήση γαντιών

Το ολοκληρωμένο θερμοζεύγος , πριν διακριβωθεί για πρώτη φορά, πρέπει να ανοπτηθεί στους 1100 °C, για 15 hr τουλάχιστον, σε οριζόντιο φούρνο.



Σχήμα 4. Σχεδιάγραμμα ένωσης αναφοράς θερμοζεύγους τύπου R

5. ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΘΕΡΜΟΖΕΥΓΟΥΣ & ΕΛΕΓΧΟΣ ΟΜΟΙΟΓΕΝΕΙΑΣ

5.1 Γενικά

Η διακρίβωση ενός θερμοζεύγους περιλαμβάνει την μέτρηση των παραγόμενων emf σε συγκεκριμένες θερμοκρασίες, για ικανοποιητικό αριθμό σημείων θερμοκρασίας. Ανάλογα με την επιθυμητή ακρίβεια και το επιθυμητό εύρος διακρίβωσης, η διακρίβωση μπορεί να γίνει με διαφορετικούς τρόπους.

Τα θερμοζεύγη βασικών μετάλλων, π.χ. συνήθως διακρίβώνονται με σύγκριση με θερμοζεύγη ευγενών μετάλλων, μέσα σε λουτρά ή φούρνους διακρίβωσης. Τα θερμοζεύγη αναφοράς, ευγενών μετάλλων, διακρίβώνονται συνήθως σε σταθερά σημεία της κλίμακας ITS-90 ή και με σύγκριση με αισθητήρες αντίστασης, μέσα σε λουτρά.

Γενικά, σκοπός της διακρίβωσης είναι η εξαγωγή μίας πολυωνυμικής συνάρτησης χαμηλής τάξης συνήθως (δευτέρου ή τρίτου το πολύ βαθμού), η οποία να συνδέει τις διαφορές των παραγόμενων emf από τις αντίστοιχες αναμενόμενες (σύμφωνα με την συνάρτηση αναφοράς του κάθε τύπου θερμοζεύγους), με τις συγκεκριμένες θερμοκρασίες.

$$\text{π.χ. } \Delta E (\mu\text{V}) = a * t + b * t^2 \text{ για } 400^\circ\text{C} \leq t \leq 1100^\circ\text{C}$$

5.2 Διακρίβωση θερμοζεύγους τύπου R

Το θερμοζεύγος αυτό που κατασκευάστηκε, μετά την ανόπτησή του στους 1100 °C, για 15 hr, διακρίβώθηκε στο σημείο πήξεως του Cu και στη συνέχεια στο σημείο πήξεως του Ag.

Το όργανο, μεταφέρθηκε στο εργαστήριο θερμοκρασίας του E.I.M., όπου και πραγματοποιήθηκε εκ νέου ανόπτησή του στους 1100 °C, για 4 hr περίπου και διακρίβώθηκε στο σημείο πήξεως του Cu και μετά στο σημείο πήξεως του Ag.

Τα αποτελέσματα των διακρίβώσεων εμφανίζονται στον πίνακα 2, που ακολουθεί.

Πίνακας 2. Αποτελέσματα διακρίβωσης θερμοζεύγους με αρ.σειράς 01-07

Ημερομηνία & τύπος	Σταθερό σημείο κλίμακας ITS - 90	Θερμοκρασία (°C)	Μετρούμενη emf (μV)	Αβεβαιότητα μέτρησης (2σ)
03/2007 PTB	Cu XXIV	1084,62	11633,17	±0,2 °C /±2,7 μV
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9998,53	±0,2 °C /±2,6 μV
06/2007 E.I.M.	Cu 7005	1084,62	11634,19	±0,3 °C /±4,1 μV
06/2007 E.I.M.	Ag 48	961,78	9998,05	±0,3 °C /±3,9 μV

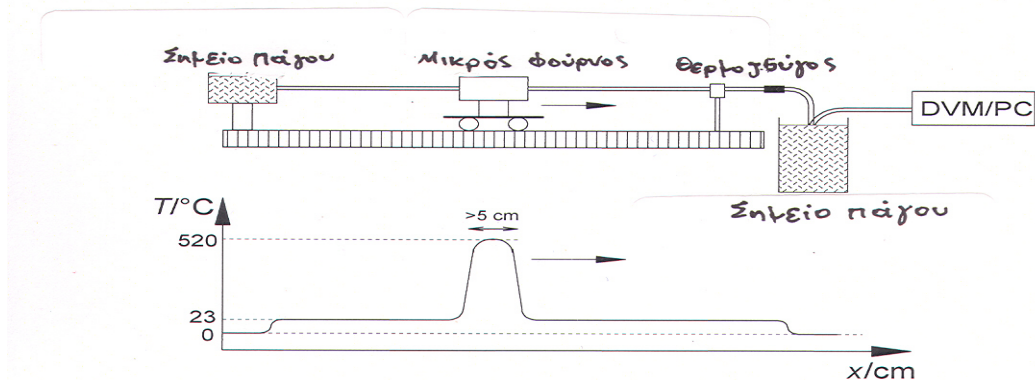
5.2 Έλεγχος ομοιογένειας θερμοζεύγους τύπου R

Η διαδικασία διακρίβωσης ενός πρότυπου θερμοζεύγους, πρέπει να περιλαμβάνει πάντα, εκτίμηση της ανομοιογένειας των θερμοστοιχείων καθώς αποτελεί συνήθως την μεγαλύτερη παράμετρο αβεβαιότητας της διακρίβωσης. Οι ανομοιογένειες στα σύρματα, όταν βρίσκονται μέσα σε περιοχές που υπάρχουν βαθμίδες θερμοκρασίας δημιουργούν εξωτερικές θερμοτάσεις. Στην περίπτωση αυτή, η έξοδος των θερμοζευγών δεν εξαρτάται μόνο από τη διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ των ενώσεων μέτρησης και αναφοράς, αλλά και από τη θέση του θερμοζεύγους μέσα στη βαθμίδα θερμοκρασίας.

Δύο διαφορετικοί τρόποι ελέγχου της ομοιογένειας περιγράφονται παρακάτω.

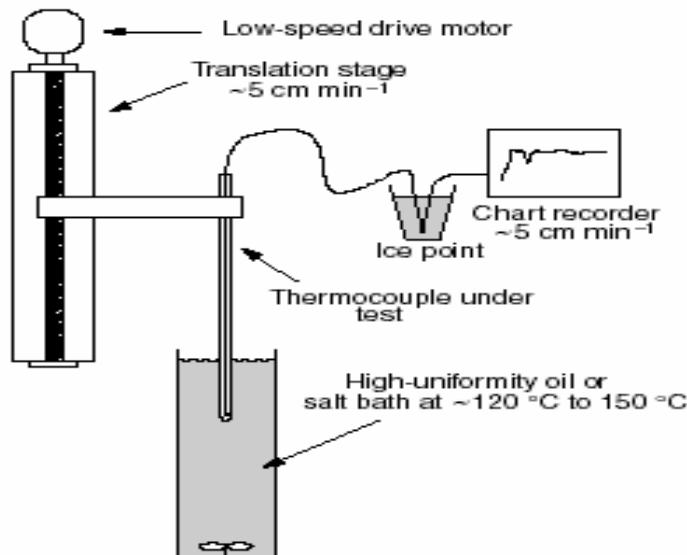
Α' Τρόπος : Εκτίμηση της επίδρασης της ανομοιογένειας των θερμοστοιχείων, μπορεί να γίνει με τη μέθοδο της μεταφερόμενης θερμοκρασιακής βαθμίδας, όπως φαίνεται στο σχήμα χ. Στη μέθοδο αυτή κυλάει ένας μικρός φούρνος, κατά μήκος ακινητοποιημένου θερμοζεύγους, το οποίο έχει τις δύο ενώσεις του σε σταθερή θερμοκρασία (π.χ. σημείο

πάγου, 0 °C). Οποιαδήποτε μεταβολή στην έξοδο του θερμοζεύγους, οφείλεται σε τυχόν ανομοιογένεια των θερμοστοιχείων.



Σχήμα 5. Μέθοδος μεταφερόμενης θερμοκρασιακής βαθμίδα

Β' Τρόπος : Εκτίμηση της ανομοιογένειας μπορεί να γίνει ακόμη, μετακινώντας το θερμοζεύγος μέσα από σταθερή θερμοκρασιακή βαθμίδα, κρατώντας τις ενώσεις μέτρησης & αναφοράς σταθερές, όπως φαίνεται και στο σχήμα Υ. Η ένωση μέτρησης βρίσκεται σε φούρνο/λουτρό πολύ καλής σταθερότητας & ομοιομορφίας, ενώ η ένωση αναφοράς μέσα σε σημείο πάγου (0 °C). Οποιαδήποτε μεταβολή στην έξοδο του θερμοζεύγους, οφείλεται σε τυχόν ανομοιογένεια των θερμοστοιχείων.



Σχήμα 6. Διάταξη μέτρησης ανομοιογένειας θερμοζεύγους

Η μέθοδος αυτή εφαρμόστηκε και στο θερμοζεύγος τύπου R, (αρ.σειράς 01-07), με μόνη διαφορά ότι αντί για λουτρό, η ένωση μέτρησης ήταν βυθισμένη σε κυψέλη του σταθερού σημείου του Ag (961,78 °C). Τα αποτελέσματα του ελέγχου φαίνονται στον πίνακα 3.

Πίνακας 3. Αποτελέσματα ελέγχου ανομοιογένειας θερμοζεύγους με αρ.σειράς 01-07

Ημερομηνία & τόπος	Σταθερό σημείο κλίμακας ITS - 90	Θερμοκρασία (°C)	Μετρούμενη emf (μV)	Μήκος Βύθισης (cm)
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9998,53	0
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9998,03	-2
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9997,99	-4
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9998,13	-6
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9998,06	-8
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9997,85	-10
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9997,60	-12
03/2007 PTB	Ag 106	961,78	9995,624	-14

Όπως φαίνεται από τα αποτελέσματα, η μεγαλύτερη διαφορά που έδειξε το θερμοζεύγος, κατά την άνωθεν μετακίνησή του μέσα στην κυψέλη, ήταν περίπου ΔEmf (inhomogeneity) = 1,1 μV. Την επόμενη μέτρηση στα -14 cm, από το βάθος της κυψέλης, δεν μπορούμε να την λάβουμε υπόψη, καθώς το θερμοζεύγος έχει βγει πλέον εκτός κυψέλης, και τα φαινόμενα μεταφοράς θερμότητας του στελέχους προς το περιβάλλον, αρχίζουν πλέον να επιδρούν σημαντικά.

7. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΑΒΕΒΑΙΟΤΗΤΑΣ

Η παραγόμενη ηλεκτρεγερτική τάση (emf) $E_x(t_x)$ ενός θερμοζεύγους υπό διακρίβωση σε κυψέλη σταθερού σημείου, όπως δίνεται από ψηφιακό πολύμετρο, δίνεται από την παρακάτω σχέση :

$$E_x(t_x) = E_x(t_F) + \delta E_{RP} + (\delta t_F + \delta t_{DF} + \delta t_{HF}) \cdot C_{Fx} + \delta E_{x1} + \delta E_{x2} + \delta E_{x3} + \delta E_{x4} + \delta t_{Ox} \cdot C_{Ox} + \delta E_{hom} \cdot E_x(t_F)/E_{Ag} + \delta E_{S-Cu} \cdot E_x(t_F)/E_{Cu}$$

όπου :

$E_x(t_F)$ παραγόμενη emf στην θερμοκρασία t_F του σταθερού σημείου

δE_{RP} διόρθωση εξαιτίας της επαναληψιμότητας του θερμοζεύγους (αβεβαιότητα τύπου A). Πρόκειται για την τυπική απόκλιση του μέσου, μία σειράς μετρήσεων emf στο συγκεκριμένο σταθερό σημείο.

δt_F διόρθωση εξαιτίας της θερμοκρασίας του σταθερού σημείου. Θεωρείται μηδενική και η τιμή της αβεβαιότητάς της αποτυπώνεται στο πιστοποιητικό διακρίβωσης. Η τιμή αβεβαιότητας του πιστοποιητικού διαιρείται με 2 (για κανονική κατανομή). Πρόσθετα, μία εκτίμηση της τιμής αυτής μπορεί να γίνει και με σύγκρισή της με άλλη κυψέλη.

δt_{DF} διόρθωση εξαιτίας της πιθανής ολίσθησης της θερμοκρασίας του σταθερού σημείου. Θεωρείται μηδενική και η τιμή της αβεβαιότητάς της μπορεί να εκτιμηθεί από την ιστορία της διακρίβωσης της κυψέλης. Η τυπική αβεβαιότητα εκφράζεται ως η τιμή αυτή διαιρεμένη με $2 \cdot \sqrt{3}$ (τετραγωνική κατανομή).

δt_{HF} διόρθωση εξαιτίας της πιθανής ροής θερμότητας από το στέλεχος του θερμοζεύγους προς το περιβάλλον. Θεωρείται μηδενική και η τιμή της μπορεί να

εκτιμηθεί μετακινώντας προς τα πάνω το θερμοζεύγος κατά 2cm. Η τυπική αβεβαιότητα εκφράζεται ως η τιμή αυτή διαιρεμένη με $2\sqrt{3}$ (τετραγωνική κατανομή).

- C_{Fx} ευαισθησία του θερμοζεύγους στην συγκεκριμένη θερμοκρασία
- δE_{x1} διόρθωση εξαιτίας της διακρίβωσης του πολυμέτρου. Θεωρείται μηδενική και η τιμή της αβεβαιότητάς της αποτυπώνεται στο πιστοποιητικό διακρίβωσης. Η τιμή αβεβαιότητας του πιστοποιητικού διαιρείται με 2 (για κανονική κατανομή).
- δE_{x2} διόρθωση εξαιτίας της διακριτικής ικανότητας του πολυμέτρου. Θεωρείται μηδενική και υπολογίζεται με τη διαίρεση της μικρότερης ικανότητας ανάγνωσης του πολυμέτρου με το συντελεστή $2\sqrt{3}$ (για τετραγωνική κατανομή).
- δE_{x3} διόρθωση εξαιτίας της ολίσθησης του πολυμέτρου. Θεωρείται μηδενική και η αβεβαιότητα του όρου προκύπτει από την μεγαλύτερη διαφορά στην ολίσθηση (drift) δύο διαδοχικών πιστοποιητικών διακρίβωσης του πολυμέτρου. Η τυπική αβεβαιότητα εκφράζεται ως η τιμή αυτή διαιρεμένη με $2/\sqrt{3}$ (για τετραγωνική κατανομή).
- δE_{x4} διόρθωση εξαιτίας της επίδρασης των περιβαλλοντικών συνθηκών και των καλωδίων σύνδεσης. Θεωρείται μηδενική εντός $\pm 0.5 \mu V$. Η τυπική αβεβαιότητα εκφράζεται ως η τιμή αυτή διαιρεμένη με $2/\sqrt{3}$ (για τετραγωνική κατανομή).
- δt_{0x} διόρθωση εξαιτίας της θερμοκρασίας του σημείου του πάγου, ($0^\circ C$) της ένωσης αναφοράς. Η τυπική αβεβαιότητα της τιμής αυτής είναι της τάξης των κάποιων mK (τετραγωνική κατανομή).
- C_{0x} ευαισθησία του θερμοζεύγους στην θερμοκρασία του σημείου του πάγου
- δE_{nom} διόρθωση εξαιτίας της επίδρασης της ανομοιογένειας των συρμάτων του θερμοζεύγους στο σημείο του Ag. Θεωρείται μηδενική και μία εκτίμηση της τιμής της αβεβαιότητας του όρου, μπορεί να γίνει όπως περιγράφεται από τη διαδικασία ελέγχου της ομοιογένειας στην παράγραφο 5.2. Η τυπική αβεβαιότητα εκφράζεται ως η τιμή αυτή διαιρεμένη με $2/\sqrt{3}$ (για τετραγωνική κατανομή). Για σημείο διακρίβωσης διαφορετικό από το σημείο θερμοκρασίας ελέγχου της ανομοιογένειας, η προηγούμενη αβεβαιότητας πρέπει να πολλαπλασιαστεί με τον λόγο της emf παραγόμενη τάσης στο μετρούμενο σταθερό σημείο με την παραγόμενη emf τάση στην θερμοκρασία του ελέγχου της ομοιογένειας
- E_{Ag} emf του θερμοζεύγους στο σημείο του Ag
- δE_{S-Cu} διόρθωση εξαιτίας της ολίσθησης της παραγόμενης emf τάσης στο σημείο του Cu, πριν και μετά την ανόπτηση. Μπορεί να εκτιμηθεί με την διαφορά δύο πραγματοποιούμενων μετρήσεων της emf τάσης στο σημείο του Cu, πριν και μετά από την ανόπτηση του θερμοζεύγους στους $1100^\circ C$ για 4 hr περίπου. Η μετρούμενη διαφορά διαιρείται με $\sqrt{3}$ (για τετραγωνική κατανομή). Για σημείο διακρίβωσης διαφορετικό του σημείου του Cu, η προηγούμενη αβεβαιότητας πρέπει να πολλαπλασιαστεί με τον λόγο της emf παραγόμενη τάσης στο μετρούμενο σταθερό σημείο με την παραγόμενη emf τάση στο σημείο του Cu
- E_{Cu} emf του θερμοζεύγους στο σημείο του Cu

8. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Το θερμοζεύγος τύπου R το οποίο κατασκευάστηκε, αποτελεί ένα όργανο μέτρησης, ικανό για την πραγματοποίηση επαναλήψιμων μετρήσεων στις υψηλές θερμοκρασίες. Το συμπέρασμα αυτό εξάγεται, συγκρίνοντας τα αποτελέσματα της διακρίβωσης που

πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο θερμοκρασίας του PTB, και τα αποτελέσματα της διακρίβωσης που πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο θερμοκρασίας του E.I.M.. Το όργανο παρέμεινε σταθερό $\pm 1 \mu\text{V}$, ανάμεσα στις δύο διακρίβώσεις και παρά το γεγονός ότι υποβλήθηκε σε δονήσεις κατά την μετακίνησή του από εργαστήριο σε εργαστήριο.

Ακόμη, από τα αποτελέσματα ελέγχου της ανομοιογένειας των συρμάτων του θερμοζεύγους, παρατηρεί κανείς, ότι το θερμοζεύγος έχει χαμηλή ανομοιογένεια, μικρότερη από $\pm 0,01\%$. Η χαμηλή αυτή ανομοιογένεια οφείλεται στην υψηλή καθαρότητα των μετάλλων των θερμοστοιχείων του και στην προσεκτική κατασκευή του.

Σαν συνέπεια όλων των παραπάνω, κρίνεται ότι το εν λόγω θερμοζεύγος μπορεί να χρησιμοποιηθεί σαν πρότυπο αναφοράς, κατάλληλο για την διακρίβωση άλλων θερμοζευγών με την συγκριτική μέθοδο.

9. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Traceable Temperatures, An Introduction to Temperature Measurement and Calibration. 2nd edition., J.V.Nicholas, D.R.White, John Wiley & Sons Ltd, 2001.
2. Techniques for approximating the International Temperature Scale of 1990, Bureau International des Poids et Mesures, 1990
3. IEC 584, ‘Thermocouples’ : Part 1 : “Reference Tables”, 2nd edition (1995)., Part 2 : “Tolerances” 1st edition, Part 3 : “ Extension and compensating cables – Tolerances and identification system” 1st edition, (1989) Geneva, International Electrotechnical Commission.
4. Σημειώσεις εκπαιδευτικού σεμιναρίου “Thermocouple Thermometry”, PTB, Μάρτιος 2007.
5. Σημειώσεις εκπαιδευτικού σεμιναρίου “Temperature Measurement and Calibration”, NPL, 2006