



中华人民共和国国家标准

GB/T 18036—2008
代替 GB/T 18036—2000

铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法

The test method of thermo-emf for platinum

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

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—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

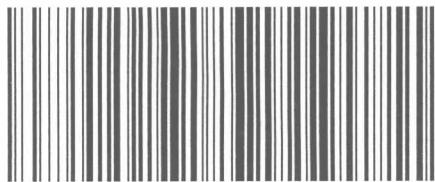
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31518 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18036—2008

前 言

本标准代替 GB/T 18036—2000《铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法》。

本标准与 GB/T 18036—2000 相比,主要有如下变动:

- 增加了尺寸为 $\phi 0.06\text{ mm}$ 、 $\phi 0.05\text{ mm}$ 的 Pt 丝、PtRh6 丝、PtRh10 丝、PtRh13 丝、PtRh30 丝的通电退火电流的大小及退火时间;
- 用熔丝法测量时,偶丝尺寸规定为 $\phi 0.5\text{ mm}$ 、 $\phi 0.05\text{ mm}\sim\phi 0.1\text{ mm}$;
- 增加了熔丝法测量系统示意图及比较法测量系统示意图;
- 根据 JJG 1059—1999 标准规范对铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法进行评定与表示。

本标准的附录 A 是规范性附录,附录 B 是资料性附录。

本标准由全国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人:黄韶华、吴霏、吴庆伟、付刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18036—2000。

铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法

1 范围

本标准规定了用熔丝法和比较法测量铂铑热电偶丝热电动势的方法。

本标准适用于测量直径为 0.05 mm~0.1 mm 范围内的铂铑热电偶细丝。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。

本标准用熔丝法测量时,可测量直径为 0.5 mm 的铂铑热电偶丝的热电动势值。其他尺寸的贵金属热电偶丝热电动势测量也可参照进行。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

JC/T 509 热电偶用陶瓷保护管

JJF 1059 测量不确定度评定与表示

3 方法原理

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 测量仪器、设备及材料

4.1 仪器及设备

4.1.1 低电势直流电位计: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:高温炉及温度自动调控系统,炉体长度约 500 mm 左右,最高使用温度需达 1 600℃;炉的最高温区偏离中心位置不应超过 20 mm,其均温区长度应不小于 10 mm,温差应在±1℃之内。

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 PtRh30-PtRh6 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。

4.2.2 支撑线:铂丝,纯度不小于 99.95%,直径为 0.4 mm~0.5 mm,清洗干净。

4.2.3 捆扎丝:铂丝,直径 0.15 mm、0.25 mm。

- 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:符合 JC/T 509 标准的刚玉管,需进行充分清洗。
- 4.3 试剂
- 4.3.1 盐酸(3+7)。
- 4.3.2 氢氧化钠溶液(50 g/L~80 g/L)。

5 试样

5.1 取样

在每根被测偶丝的两端各截取 1 000 mm~1 200 mm 作为测试样品。

5.2 试样处理

- 5.2.1 试样清洗:将试样先用氢氧化钠溶液煮沸 5 min~10 min,用清水冲洗干净,再用盐酸溶液在常温下浸渍 1 h 或煮沸 10 min~15 min,然后再用蒸馏水煮沸充分清洗。
- 5.2.2 试样退火:将清洗干净的试样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	PtRh10	PtRh13	PtRh6	PtRh30
0.5	10.5/180	11.5/120	11.5/120	11.0/120	12.0/90
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
0.06	0.75/30	0.85/20	0.85/20	0.80/30	0.90/20
0.05	0.60/20	0.70/10	0.70/10	0.65/20	0.80/10

- 5.2.3 套绝缘管:将退过火的试样和支撑线套上刚玉管,并配对构成热电偶试样(以下简称热电偶)。
- 5.2.4 熔丝法试样制备:用直径 0.25 mm 铂丝将热电偶和支撑线捆扎在一起,并使热电偶的测量端靠近支撑线的热端,如果热电偶的直径为 0.5 mm,制样时可不用支撑线。将金或钯熔丝缠绕在测量端上(4 圈~6 圈);套入屏蔽保护管,将热电偶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 mm~120 mm;测量导线的另一端与电位计联接。
- 5.2.5 比较法试样制备:用直径 0.25 mm 的铂丝将标准热电偶、被测热电偶和支撑线三者捆扎在一起;用直径 0.15 mm 的铂丝将热电偶的测量端捆扎在支撑线上,被测热电偶的电极丝整齐地排列在支撑线的周围,并用热电偶焊接装置把捆扎丝、被测热电偶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 mm~1.2 mm);用直径 0.15 mm 的清洁铂丝将标准热电偶和被测热电偶的测量端捆扎在一起;将参考端与测量导线进行可靠连接后,插入冰点恒温器内,插入深度约 100 mm~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,待炉温升到低于测量点温度 50℃时,将制备好的热电偶测量端平缓地置于炉内最高温区。

6.2 熔丝法测量热电动势

测试系统示意图见图 1。

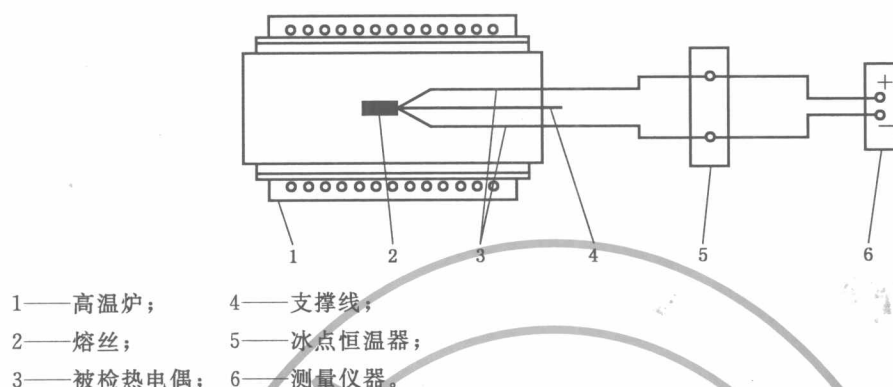


图 1 熔丝法测量系统示意图

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。待炉温升至金或钯丝熔化温度前 $5^{\circ}\text{C}\sim 10^{\circ}\text{C}$ 时,升温速度应控制在 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 左右,当温度升到熔丝熔化前 $2^{\circ}\text{C}\sim 3^{\circ}\text{C}$ 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 $5\sim 9$ 个数据,并记录其读数。

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

测试系统示意图见图 2。

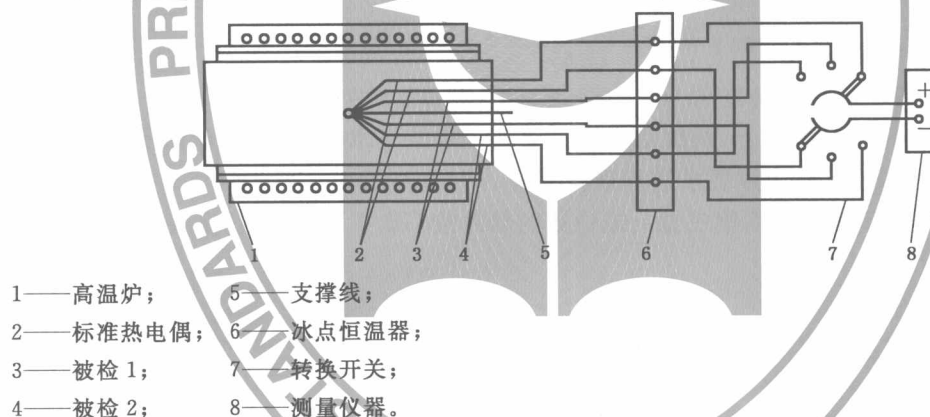


图 2 比较法测量系统示意图

6.3.1 试样的热电动势在金点(1064.18°C)、钯点(1554.8°C)温度附近测定,测量时炉温偏离测量点温度不得超过 $\pm 10^{\circ}\text{C}$,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(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 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$,连续测 $3\sim 5$ 组数据。测量顺序为标 $\rightarrow$ 被 1 $\rightarrow$ 被 2 $\rightarrow$ 被 3 $\rightarrow$ 被 4 $\rightarrow$ 被 4 $\rightarrow$ 被 3 $\rightarrow$ 被 2 $\rightarrow$ 被 1 $\rightarrow$ 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 测量结果表述

7.1 熔丝法测量热电动势读数

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 $0\text{ }\mu\text{V}\sim 1\text{ }\mu\text{V}\sim 2\text{ }\mu\text{V}$ (视被测偶丝构成的热电偶微分热电动势的大小而定)的 $4\sim 5$ 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 $E_{\text{试}}(t)$ 用式(1)计算:

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

式中:

$E_{\text{标证}}(t)$ ——标准热电偶检定证书上给出的在检定点($t^{\circ}\text{C}$)时的热电动势值,单位为毫伏(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($t^{\circ}\text{C}$)附近测得的热电动势的算术平均值,单位为毫伏(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($t^{\circ}\text{C}$)时的微分热电动势值,单位为微伏每摄氏度($\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$)。

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 PtRh30-PtRh6 热电偶,测定由 R 型偶丝构成的 PtRh13-Pt 被测试样,在钯点($1\,554.8^{\circ}\text{C}$)附近测得标准热电偶和被测试样热电动势的平均分别为:

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

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:

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

代入公式计算得:

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

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°C ,比较法不得超过 0.3°C ,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。

8 不确定度

不确定度的评定与表示参照 JJF 1059 或附录 B 的规定进行。

9 试验报告

偶丝测试报告应包括下列内容:

- 样品名称;
- 规格;
- 炉号、牌号;
- 偶丝型号;
- 测试结果;
- 测量日期、测量人员和审核人。

附 录 A

(规范性附录)

金点和钯点热电偶的热电动势值(E)及热电势率A.1 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 A.1 所示。

表 A.1

温 度	铂铑 10-铂		铂铑 13-铂		铂铑 30-铂铑 6	
	$E/\mu\text{V}$	$S/(\mu\text{V}/^\circ\text{C})$	$E/\mu\text{V}$	$S/(\mu\text{V}/^\circ\text{C})$	$E/\mu\text{V}$	$S/(\mu\text{V}/^\circ\text{C})$
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

附录 B

(资料性附录)

《铂铑热电偶细丝的热电动势测量方法》测量不确定度

B.1 测量方法

铂铑热电偶细丝的热电动势测量是根据纯金属熔化时温度不变和热电偶的中间金属法则,用少量的纯金丝或钼丝缠绕在被测细丝组成的热电偶测量端上,升温到丝熔化出现平台,测量出热电偶的热电动势值,取平台读数的平均值作为测量结果。

B.2 不确定度来源

B.2.1 被测热电偶测量重复性引起的标准不确定度 $u_1(e_{t1})$ (标准不确定度 A 类评定);

B.2.2 由于固定点金属材料纯度的影响使得测量值变化引入的不确定度 $u_2(e_{t2})$;

B.2.3 铂铑热电偶细丝材料的不均匀性引入的不确定度 $u_3(e_{t3})$;

B.2.4 电势测量设备示值误差引起的不确定度 $u_4(e_{t4})$;

B.2.5 测量回路寄生电势引起的不确定度 $u_5(e_{t5})$;

B.2.6 热电偶参考端温度均匀性引起的不确定度 $u_6(e_{t6})$;

B.3 标准不确定度评定

B.3.1 A 类标准不确定度评定

u_1 : 由于铂铑热电偶细丝的比表面积大,电极中的铑及易挥发,同一样品测量次数过多后,会导致被测热电偶的热电动势下降,所以对单一样品的重复 10 次或者重复 20 次测量,不能作为测量过程中的 A 类标准不确定度评定。为了给出 A 类标准不确定度评定,我们在同一段偶丝上分别取三个样品,每个样品测量两次,共有六个测量结果列于表 B.1。

表 B.1

序号	1	2	3	4	5	6
$ e(\text{mV}) $	16.188	16.187	16.188	16.186	16.187	16.185

$$\text{则: } \bar{e} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n e_i = 16.1868 \text{ mV}$$

用贝塞尔公式计算实验标准差 S 为:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (e_i - \bar{e})^2}{n-1}}$$

$$u_1 = \frac{S}{\sqrt{6}} = 0.48 \mu\text{V}$$

B.3.2 B 类标准不确定度评定

u_2 : 用纯度大于 99.99% 的纯金丝或纯钼丝作为熔丝,测量由细丝构成的热电偶,根据我们的经验值,其最大误差不超过 $3 \mu\text{V}$,设其为均匀分布。

$$u_2 = \frac{3.0}{\sqrt{3}} = 1.73 \mu\text{V}$$

u_3 : 因构成热电偶的细丝样品最长为 1.2 mm,铂铑热电偶细丝材料的不均匀性引入的不确定度最

大不会超过 $1\ \mu\text{V}$, 设其为均匀分布。

$$u_3 = \frac{1.0}{\sqrt{3}} = 0.58\ \mu\text{V}$$

u_4 : 电测设备所带来的误差, 0.01 级电测设备的误差, 以我们所测过最大值 $18.2\ \text{mV}$ 计算, 电测系统的误差为 $1.82\ \mu\text{V}$, 其估算值为均匀分布, 故标准不确定度 u_4 为:

$$u_4 = \frac{1.82}{\sqrt{3}} = 1.05\ \mu\text{V}$$

u_5 : 由经验可得: 测量回路寄生电动势不超过 $\pm 0.4\ \mu\text{V}$ 。在区间内可认为均匀分布, 故标准不确定度 u_5 为:

$$u_5 = \frac{0.40}{\sqrt{3}} = 0.23\ \mu\text{V}$$

u_6 : 测量装置使用冰点瓶, 冰水混合物中杂质的影响, 测量导线与热电偶参考端联接时附加电势的影响, 综合考虑最大为 0.05°C , 对于 0°C 附近附加电势为 $0.27\ \mu\text{V}$, 按均匀分布得到此项的标准不确定度:

$$u_6 = \frac{0.27}{\sqrt{3}} = 0.16\ \mu\text{V}$$

B.4 合成标准不确定度

以上各分量相互独立, 相关系数为 0, 故:

$$\begin{aligned} u_c &= \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2} \\ &= 2.18\ \mu\text{V} \end{aligned}$$

B.5 扩展不确定度

取 k 值 = 2, 则

$$U = ku_c = 2u_c = 4.36\ \mu\text{V}$$

铂铑热电偶细丝的热电动势测量其扩展不确定度为:

$$4.36\ \mu\text{V}$$
