白金抵抗温度計と R 熱電対の比較校正の精度評価試験†

寿 山 幸 晴*・宮 里 稔*・浜 田 登喜夫*

An Evaluation Test on Calibration Accuracy of Type R Thermocouples
by Comparison with a Platinum Resistance Thermometer

Yukiharu SUYAMA*, Minoru MIYAZATO* and Tokio HAMADA*

The calibration accuracy of four type R thermocouples was evaluated from a series of deviations between measured values which were corrected with a SPRT and interpolating thermo-EMFs concerning the JIS for thermocouples. The mean deviation of each thermocouple is found to be about $-0.15^{\circ}\text{C} \sim +0.10^{\circ}\text{C}$ with the standard deviation of less than $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ in the temperature range of $50^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$.

Key Words: platinum resistance thermometer, type R thermocouple, deviation

1. はじめに

1990 年国際温度目盛 (ITS-90) のテキストでは $13.80\text{K} \sim 960.78^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における標準計器として、白金抵抗温度計 (SPRT と略記) の使用を規定している。一方、改正された熱電対の日本工業規格 (JIS C 1602-1995) によれば、付属書として R, S 熱電対を標準熱電対として用いる場合の校正方法の規定が設けられており、両熱電対をいくつかの定点で校正して得られた定点測定値と規準熱起電力との差から温度-熱起電力偏差の関係を偏差式で表す方法を取り入れている^{1) 2)}。本試験では、 $50^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ の温度領域で 50°C ごとに設定した試験温度において、R 熱電対の測定値に試験温度と SPRT による温度値との温度差を熱起電力に換算して補正した補正熱起電力と、試験温度での規準熱起電力に R 熱電対を定点校正して求めた偏差式からの熱起電力偏差を加算した内挿熱起電力との偏差のばらつきから比較校正の精度評価を行った。

2. 試験方法

試験用の 4 対の自社製 R 熱電対 No.QC-3, QC-8, B, D は、いずれも素線は直径 0.5mm 、長さ 1500mm で標準熱電対としての仕様に基いて組立時に適切な熱処理が行われており、外径 3mm 、長さ 600mm の 2 孔絶縁管に通し石英保護管に入れ Ga, In, Sn, Zn, Al, Ag, Au 点で定点校正を行った後に、個々の R 熱電対の試験温度に対する前記の内挿熱起電力を求めるために各定点測定値と JIS 補間式から算出した規準熱起電力との差をとって表した偏差式を作った。なお、試験温度 t における内挿熱起電力 E_t は、規準熱起電力 E_{JIS-t} に偏差式からの熱起電力偏差 ΔE_t を加算した次式で表される。

$$E_t = E_{JIS-t} + \Delta E_t \quad (1)$$

個々の R 熱電対に対する偏差式は Ga 点～Zn 点と Zn 点～Au 点の温度領域にわけ、各 R 熱電対ごとに次に示す三次偏差式で表した。

$$\Delta E_t = A + Bt + Ct^2 + Dt^3 \quad (2)$$

ここで A, B, C, D の係数は、Ga 点～Zn 点では Ga, In, Sn, Zn の実測値と JIS 補間式からの規準熱起電力との差、Zn 点～Au 点では Zn, Al, Ag, Au の実測値と同じく規準熱起電力との差を用いて決定した。

比較校正において、R 熱電対の測定値 E_m に試験温度 t と SPRT による温度値 T_x との温度差を補正した補正熱起電力 E_c と内挿熱起電力 E_t との偏差 Δe は次式で表すことができる。

$$\Delta e = E_c - E_t = [E_m + dE/dt(t - T_x)] - E_t \quad (3)$$

ここで、 dE/dt は試験温度での 1°C あたりの熱起電力値であり、この偏差 Δe のばらつきの検討から比較校正の精度評価を行った。SPRT には $50^{\circ}\text{C} \sim 400^{\circ}\text{C}$ に 25Ω 型、また $450^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ に高温用 0.25Ω 型 SPRT を用いており、いずれも ITS-90 に定めている校正方法に従って SPRT の抵抗比 $W(T_{90})$ と基準関数 $W_r(T_{90})$ との差から (3) 式における温度値 T_x を得るため、抵抗値 $R(T_{90})$ に関する次の補間式を求めた。

$$\begin{aligned} R(T_{90}) = R(273.16\text{K}) \{ & W_r(T_{90}) + a[W(T_{90}) - 1] \\ & + b[W(T_{90}) - 1]^2 + c[W(T_{90}) - 1]^3 \\ & + d[W(T_{90}) - W(660.323^{\circ}\text{C})]^2 \} \end{aligned} \quad (4)$$

ここで、 $R(273.16\text{K})$ は水の三重点の抵抗値、 25Ω 型 SPRT の場合の係数 a, b は $c = d = 0$ として Sn 点、Zn 点の測定値により、また高温用 0.25Ω 型 SPRT に対する Zn 点から Ag 点までの追加の係数 c, d は a, b の値と Al, Ag 点の測定値により決定したが、しかし Al 点までは $d = 0$ とする。

比較校正装置は、油温槽 ($50^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$)、アルミナ粉体槽 ($200^{\circ}\text{C} \sim 450^{\circ}\text{C}$)、縦型電気炉 ($500^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$) を用い、比

† 第 35 回計測自動制御学会学術講演会で発表 (1996・7)

* 田中貴金属工業 (株) 伊勢原工場 伊勢原市鈴川 26

* Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K. Isehara Works, Isehara
(Received September 2, 1996)
(Revised February 7, 1997)

Fig. 1 Temperature stability of comparison furnaces

Table 1 Calibration data for each thermocouple at the fixed points

Fixed points	Measured value, E/ μ V			
	QC-3	QC-8	B	D
Ga	168.50	167.97	168.51	168.30
In	1092.62	1092.85	1093.79	1093.74
Sn	1752.29	1752.35	1753.65	1753.98
Zn	3605.14	3605.99	3606.01	3607.27
Al	6269.72	6270.13	6271.13	6273.53
Ag	9996.76	9996.25	9996.96	10001.63
Au	11356.20	11355.22	11357.65	11363.59

較校正のため試験温度の $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内に制御した槽内及び炉内の均熱ブロックの各測温孔に SPRT 及び同一の石英保護管(内径 9mm, 外径 12mm, 長さ 550mm)に入れた 4 対の R 熱電対を挿入した。均熱ブロックには、油温槽にアルミ製、直径 50mm, 長さ 150mm, アルミナ粉体槽に銀製、直径 60mm, 長さ 160mm, 縦型電気炉に銅製、直径 46mm, 長さ 170mm を用いており、SPRT 及び R 熱電対用挿入孔は直径 9mm, 13mm, 長さ 120mm とした。均熱ブロックをセットした試験温度における 20 分間^(注1)あたりの平均的な温度変化は油温槽で数 mK 程度、粉体槽で 10mK 程度、縦型電気炉で 20mK 程度が観測され十分な安定度を有していた。測定例を Fig. 1 に示す。また測温孔相互の温度差は、独立に目盛付けを行った標準用白金抵抗温度計の相互比較結果より³⁾, 各温槽の温度変動以内であることを確認した。

測定は、1 台のデジタル電圧計 (Datron 1281) を用いて熱起電力と電圧降下法による電気抵抗の両方をスキャナーとコンピュータによる自動測定から求めた。

3. 試験結果及び考察

4 対の試験用 R 熱電対の定点校正結果を Table 1 に示す。個々の試験用 R 熱電対の試験温度-内挿熱起電力の関係を表

(注1) 1 回の測定に必要な時間。

Table 2 Calibration data for each SPRT at the fixed points

Fixed points	Measured value, R/ Ω	Resistance ratio	SPRT
H ₂ O T.P.	25.54597	1.0000000	25 Ω type
Ga	28.56357	1.1181240	
Sn	48.34989	1.8926618	
Zn	65.61910	2.5686672	
H ₂ O T.P.	0.238592	1.0000000	0.25 Ω type
Sn	0.451540	1.8925194	
Zn	0.612804	2.5684181	
Al	0.805294	3.3751928	
Ag	1.022431	4.2852694	

Table 3 Deviations under an ordinary temperature gradation at the top of the baths

t/ $^\circ\text{C}$	Deviation, $\Delta e/^\circ\text{C}$			
	QC-3	QC-8	B	D
50	+0.11	+0.15	+0.15	+0.14
	~ -0.13	$\sim +0.17$	$\sim +0.20$	$\sim +0.16$
100	+0.05	+0.16	+0.13	+0.13
	$\sim +0.17$	$\sim +0.32$	$\sim +0.17$	$\sim +0.19$
150	+0.05	+0.08	+0.02	+0.06
	$\sim +0.11$	$\sim +0.16$	$\sim +0.13$	$\sim +0.15$
200	+0.08	+0.14	+0.09	+0.10
	~ -0.14	~ -0.06	~ -0.07	~ -0.07
250	+0.04	+0.12	+0.09	+0.07
	$\sim +0.19$	~ -0.06	~ -0.06	~ -0.19
300	+0.02	+0.11	+0.08	+0.05
	~ -0.36	~ -0.12	~ -0.12	~ -0.13
350	+0.04	+0.10	+0.12	+0.09
	~ -0.15	~ -0.06	~ -0.04	~ -0.12
400	+0.03	+0.08	+0.15	+0.13
	$\sim +0.19$	~ -0.11	~ -0.06	~ -0.12

Table 4 Deviations under a moderate temperature gradation at the top of the baths

t/ $^\circ\text{C}$	Deviation, $\Delta e/^\circ\text{C}$			
	QC-3	QC-8	B	D
50	+0.00	-0.01	+0.03	+0.03
	~ -0.04	~ -0.02	~ -0.01	~ -0.02
100	-0.02	+0.08	+0.03	+0.05
	~ -0.04	$\sim +0.12$	$\sim +0.06$	$\sim +0.07$
150	-0.02	+0.06	+0.01	+0.01
	~ -0.04	$\sim +0.08$	~ -0.03	$\sim +0.05$
200	-0.05	+0.01	-0.01	+0.01
	~ -0.06	$\sim +0.03$	~ -0.02	~ -0.05
250	-0.06	+0.03	+0.01	-0.01
	~ -0.07	$\sim +0.05$	~ -0.01	~ -0.02
300	-0.08	+0.05	-0.01	-0.03
	~ -0.13	$\sim +0.06$	~ -0.03	~ -0.05
350	-0.06	+0.06	+0.01	+0.00
	~ -0.07	$\sim +0.08$	$\sim +0.04$	~ -0.02
400	-0.05	+0.01	+0.01	+0.00
	~ -0.10	$\sim +0.04$	$\sim +0.04$	$\sim +0.01$

す(1)式による計算値と定点実測値との差は No. QC-3 が Ga, In, Sn 点で $-0.1\mu\text{V}$ を示している以外は認められなかった。2 本の SPRT を定点校正した測定結果を Table 2 は示しているが、SPRT のための(4)式から算出した 25 Ω 型に対する抵抗値と定点実測値は Ga 点で $-5.4 \times 10^{-5}\Omega$ の差を、高温用

Fig. 2 Standard deviation for each thermocouple

Fig. 3 Mean deviation between corrected values and interpolating thermo-EMFs for each thermocouple

0.25Ωの場合はSn点で $1.0 \times 10^{-6}\Omega$ の差を確認した。

比較校正に際しては、特に油温槽とアルミナ粉体槽では外界との境界面でR熱電対の素線が急激な温度勾配を受けないように、石英保護管の外側が外界と接する上部にアルミ箔を巻くとともに、アルミナ粉体槽の場合は熱絶縁材のカオールを充填し槽内の温度分布をゆるやかにして縦型電気炉に類似の温度勾配が得られるようにした。Tables 3, 4に示したデータは、この処置のない場合と実施した状態を観察したものであり、Table 4の方が(3)式の偏差が小さいことがわかる。なお、縦型電気炉の場合には、アルゴンガス雰囲気下の石英製の円筒容器に銅製均熱ブロックを入れた比較試験用セルを用いた⁴⁾。

一般的に、熱電対の熱起電力は、単に测温接点と基準接点との温度差だけでは決まらずに素線が受けた酸化、熱的及び

機械的歪などによる履歴特性に影響されるので、短時間に試験温度を切り換えると槽内、炉内が安定化した温度に達せず熱起電力が変動することも考えられる。更に、R熱電対を1対づつ比較することによる個々の熱起電力の時間的な安定度の違いを防ぐために1本の保護管に4対のR熱電対を入れたので、保護管内の熱容量が大きくなり、従って一定の安定した测温状態と十分な測定時間のもとでSPRTとR熱電対との時定数の違いによる時間遅れの誤差を防止する。

これらの理由から、試験温度において槽内、炉内が安定化し $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 程度の許容される温度変化の確認後に、一日のうちでは1点の試験温度にとどめ、一定の時間間隔で5回の繰り返し測定を行った^(注2)。Fig. 2は、一連の測定で得られた一日及び測定日を変えた反復測定の偏差のばらつきを標準偏差(σ_{n-1})を用いて示しており、ばらつきは $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 以内であった。Fig. 3は、(3)式による補正熱起電力の平均値と内挿熱起電力との偏差の平均値を示す。この図から個々のR熱電対に対する平均値は $50^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$ で $-0.14^\circ\text{C} \sim +0.03^\circ\text{C}$ 、 $550^\circ\text{C} \sim 950^\circ\text{C}$ では $-0.12^\circ\text{C} \sim +0.09^\circ\text{C}$ であった^(注3)。

4. ま と め

標準器としてSPRTを用いてR熱電対を比較校正し、R熱電対の測定値に対して試験温度とSPRTで測定した温度値との差を補正した補正熱起電力を求めた。この補正熱起電力とJIS規定の標準熱電対の校正方法に従った内挿熱起電力との偏差のばらつきから校正精度の評価を行った。その結果から試験温度を通して個々のR熱電対に対する偏差の平均値は約 $-0.15^\circ\text{C} \sim +0.10^\circ\text{C}$ の範囲を示し、標準偏差で表した偏差のばらつきは $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 以内であることがわかった。しかし、基準接点用の氷点の保持状態、素線の不均質、保護管内の熱容量などの誤差要因に留意して測定を行った。

本試験の結果として、SPRTによりR熱電対を比較校正する場合の比較精度を把握できたと考えられる。

参 考 文 献

- 1) G.B. Burn, et al.: New reference function for type R and type B thermocouples based on the ITS - 90, Temperature Vol.6, Part2, pp. 559 - 564 (1992)
- 2) JIS C 1602-1995: 熱電対
- 3) 浜田, et al.: 测温抵抗体の校正技術評価方法の提案, 第33回 SICE 学術講演予稿集, pp. 65 - 66 (1994)
- 4) M. Miyazato, et al.: Capabilities of a Comparison Cell Designed for Inspecting Thermometer Sensors, Report of ITIT Projects, NRLM, Nos. 8021 & 8221, pp. 15 - 26 (1985)
- 5) 岩田, et al.: HTSPRT による R 熱電対の校正, 第34回 SICE 学術講演予稿集, pp. 661 - 662 (1995)

(注2) (3)式のR熱電対とSPRTの測定値は1回の測定につきデジタル電圧計が表示する20の読みの平均から求めた。

(注3) 数値は、日を変えて測定した場合の偏差の平均値の範囲を示す。