

Qualifizierung von Gold/Platin-Thermoelementen für die hochgenaue Kalibrierung an Temperaturfixpunkten

Thomas Klasmeier, Klasmeier Kalibrier- und Meßtechnik GmbH, Browerstr. 39
36039 Fulda

Kurzfassung

Gold/Platin-Thermoelemente können als Alternative zu Typ R und Typ S Thermoelementen sowie Silberpunktwidestandsthermometern eingesetzt werden. Um die Leistungsfähigkeit dieser Thermoelemente einschätzen zu können, zeigt dieser Beitrag einen bilateralen Vergleich von zwei Pt/Au Thermoelementen zwischen ISOTECH und der Klasmeier Kalibrier- und Meßtechnik GmbH.

1. Einleitung

In DKD Laboratorien und in der Industrie werden zur Approximation der Internationalen Temperaturskala von 1990 im Temperaturbereich von über 660°C in der Regel Thermoelemente des Typs „S“ oder „R“ bevorzugt. Die Thermopaare aus Platin-Rhodium/Platin bieten sich für diese Aufgabe an, da sie sich als sehr stabil erwiesen haben und eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Kennline besitzen.

Gold/Platin-Thermoelemente können auch als Alternative zu den sogenannten Silberpunktwidestandsthermometern, die bis zum Silbererstarrungspunkt (962°C) eingesetzt werden, verwendet werden. Diese Thermometer haben einen $R_{0,01}$ von 0,25 Ohm oder 2,5 Ohm und sind somit, mit den in der Industrie üblich verwendeten Meßbrücken, nicht mehr auslesbar.

Um die Leistungsfähigkeit dieser Thermoelemente betrachten zu können, wurde mit zwei selbst gefertigten Gold/Platin-Thermoelementen ein bilateralen Vergleich zwischen ISOTECH - Isothermal Technology Ltd (UKAS) und der Klasmeier Kalibrier- und Meßtechnik GmbH (DKD) durchgeführt. Dabei sind die Thermoelemente mehrfach an den Temperaturfixpunkten von Silber (nur bei ISOTECH), Aluminium und Zink sowie dem Tripelpunkt von Wasser kalibriert worden. Des weiteren wurden Untersuchungen der Inhomogenität der Thermoelemente an der Meß- und an der Vergleichsstelle am Wassertripelpunkt durchgeführt.

2. Aufbau

Kalibrieranlage

Die Kalibrieranlage besteht bei ISOTECH aus offenen Temperaturfixpunkten mit einer Eintauchtiefe von 200mm und bei Klasmeier aus Schlangen Fixpunktzellen die in einem Metallmantel gefaßt sind, und eine Eintauchtiefe von 140mm besitzen. Als Temperaturvergleichsstelle wird kein Eis-Wassergemisch sondern Wassertripelpunktzellen verwendet. Die entsprechende Temperaturabweichung wird nach der Kennlinie für Gold/Platin-Thermoelemente [1] zurückgerechnet. Zum Messen der Thermospannungen werden die Multimeter HP 3457A und PREMA 8017 benutzt.

Pt / Au Thermoelement

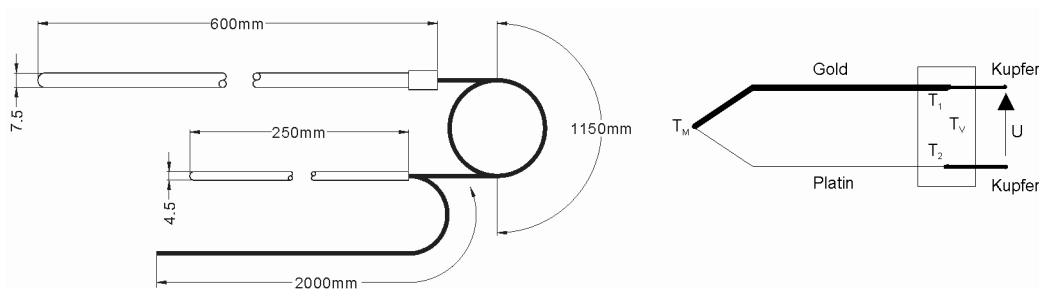


Bild 1: Skizze Gold/Platin Thermoelement

Die beiden Gold/Platin-Thermoelemente (Bild 1) wurden in Übereinstimmung mit den Empfehlungen des Dokumentes NRCC/27703 „The Pt/Au Thermocouple“ von E.H. Mc Laren und E. G. Murdock[2] gefertigt. Um Aufschluß über die Reinheit der verwendeten Gold- bzw. Platindrähte zu bekommen, ist eine Reinheitsanalyse durchgeführt worden. Die Analyse der Goldschenkel hat folgende Ergebnisse erbracht: Cu <0,1 ppm, Ag <0,5 ppm und Fe 8,4 ppm. Bei den Platinschenkeln konnten folgenden Verunreinigungen festgestellt werden: Pd 0,3 ppm, Rh 0,7 ppm, Ir 1,0 ppm, Ru 0,5 ppm, Os <0,1 ppm, Au 0,5 ppm, Ag 1,1 ppm, Bi <0,1 ppm, Ca <0,1 ppm, Cu 0,8 ppm, Fe 0,9 ppm, Mn <0,1 ppm, Ni <0,1 ppm, Pb 0,5 ppm, Sb 1,4 ppm, Sn <0,5 ppm und Zn <1,0 ppm.

Besonders zu beachten ist die Goldbrücke zwischen dem Gold- und dem Platindraht, um die verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten zu kompensieren (Bild 2).

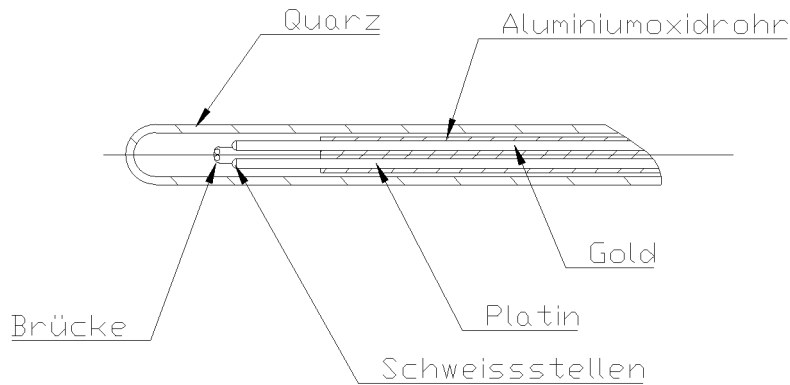


Bild 2: Pt/Au Thermoelement mit Goldbrücke

3. Versuchsdurchführung und Ergebnisse

Die beiden Thermoelemente werden nach üblichen Kalibrierrouninen in drei Arbeitsschritten kalibriert:

- Einganguntersuchung
- Kalibrierung der Gold/Platin-Thermoelemente an Temperaturfixpunkten (offene und Schlanke Fixpunkte)
- Wiederholung der Kalibrierung an einen weiteren Tag

Eingangsuntersuchung

Anhand der Eingangsuntersuchung wird festgestellt, ob die Kalibrierfähigkeit der Gold/Platin-Thermoelemente gegeben ist. Hauptkriterium ist das Abweichen der Thermospannungen von der bekannten Kennlinie. Weichen die ersten Messungen in der Eingangsuntersuchung zu weit von den Vorgabewerten ab, kann davon ausgegangen werden, daß das Material der Thermopaare nicht den Reinheitsanforderungen entspricht. Des weiteren werden durch die Eingangsuntersuchung erste Abschätzungen von Inhomogenitäten der Thermoelemente durchgeführt.

Zunächst werden die Vergleichs- und die Meßstellen der Thermoelemente in je eine Wassertripelpunktzelle positioniert. Das Ergebnis zeigt die Kennlinienabweichung am Wassertripelpunkt. Inhomogenes Verhalten kann festgestellt werden, indem nun in cm-Abständen jeweils die Meßstelle und anschließend die Vergleichsstelle aus der Wassertripelpunktzelle herausgezogen wird.

Tabelle 1: Ergebnisse der Eingangsuntersuchung (TE G23)

Position		Meßwert [μ V]	Temperatur [$^{\circ}$ C]
Meßstelle	Vergleichsstelle		
Boden	Boden	0,1000	0,0166
-3cm	Boden	0,0667	0,0110
-2cm	Boden	0,0192	0,0032
-1cm	Boden	0,0980	0,0162
Boden	Boden	0,1230	0,0204
Boden	-3cm	0,0782	0,0129
Boden	-2cm	0,1010	0,0167
Boden	-1cm	0,1116	0,0185
Boden	Boden	0,1295	0,0214

Kalibrierung der Gold/Platin-Thermoelemente

Nach der erfolgreichen Eingangsuntersuchung werden die beiden Thermoelemente an den Temperaturfixpunkten Silber (nur bei ISOTECH), Aluminium und Zink kalibriert. Da Inhomogenitäten nicht nur orts- sondern auch temperaturabhängig sind, werden zusätzlich an der Thermoelementmeßstelle Untersuchungen der Inhomogenität durchgeführt. Das kann durch Herausziehen der Meßstelle aus der Fixpunktzelle geschehen. Bevor Meßwerte aufgenommen werden, müssen sich die Thermoelemente in den Temperaturfixpunkten 20 Minuten stabilisieren, bis auf dem Voltmeter keine Schwankungen mehr erkennbar sind. Des weiteren werden Meßwerte über 10 Minuten mitgeschrieben, und anschließend Mittelwerte gebildet. Diese Maßnahme soll Schwankungen bedingt durch Umgebungseinflüsse minimieren.

Tabelle 2: Ergebnisse der Kalibrierung (TE G23)

Position Messstelle	Silber		Aluminium		Zink	
	Meßwert [μ V]	Temp.* [$^{\circ}$ C]	Messwert [μ V]	Temp.* [$^{\circ}$ C]	Messwert [μ V]	Temp.* [$^{\circ}$ C]
Boden	16113,71	-	9315,67	-	4942,63	-
-4cm	16113,95	0,010	9315,55	-0,006	4942,65	0,001
-2cm	16113,86	0,006	9315,36 -	-0,015	4943,05	0,026

* Jeweilige Temperaturdifferenz zur Bodenmessung

Wiederholung der Kalibrierung an einen weiteren Tag

Um mehr Vertrauen in die durchgeführte Kalibrierung zu schaffen, wird die komplette Kalibrierung an einem anderen Tag wiederholt. Wichtig ist, alle Temperaturfixpunkte neu zu präparieren und die Meßgeräte zwischenzeitlich auszuschalten.

Tabelle 3: Ergebnisse der Wiederholung der Kalibrierung (TE G23)

Silber		Aluminium		Zink	
Meßwert [μV]	Temp.* [$^{\circ}\text{C}$]	Messwert [μV]	Temp.* [$^{\circ}\text{C}$]	Messwert [μV]	Temp.* [$^{\circ}\text{C}$]
16113,59	0,005	9315,67	-0,015	4942,65	0,002

* Jeweilige Temperaturdifferenz zur Messung ersten Messung

Die gesamte Kalibrierung wird an Schanken Temperaturfixpunkten wiederholt, und führt zu folgenden Endergebnissen (Bild3):

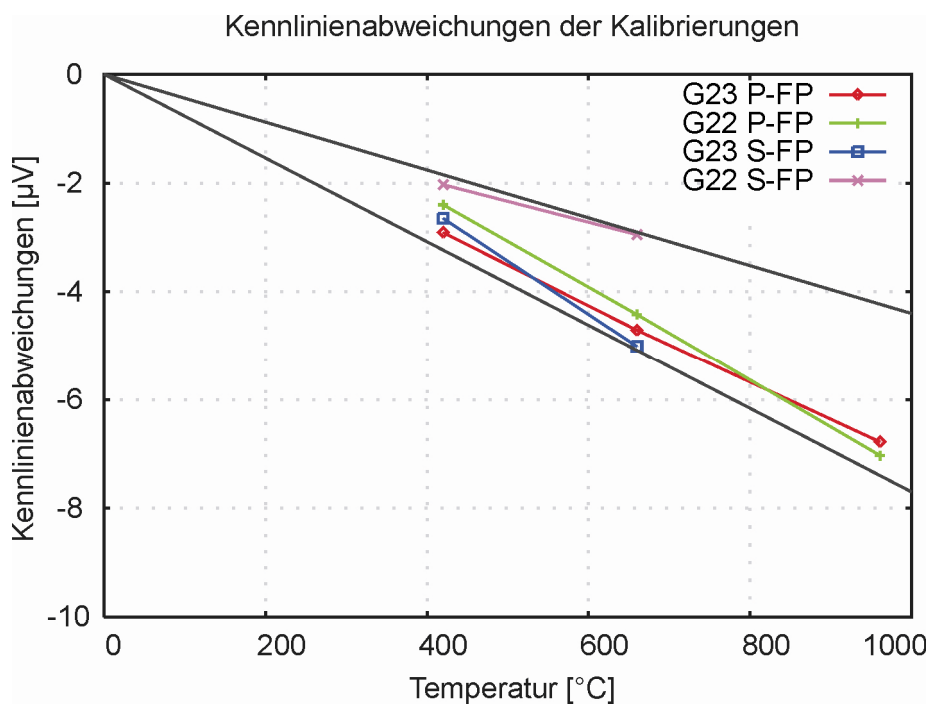


Bild 3: Ergebnisse der Kalibrierung

Die Meßunsicherheit der einzelnen Messungen läßt sich exemplarisch am Silberfixpunkt darstellen. Dabei ist zu beachten, daß sich aufgrund der nicht linearen Empfindlichkeit [1] der Gold/Platin-Thermoelemente die Meßunsicherheit mit sinkenden Temperaturen vergrößern.

Tabelle 5: Meßunsicherheit der Kalibrierung am Silberfixpunkt

Bezeichnung	Wert [°C]	Verteilung	Unsicherheit [°C]
Silberfixpunkt	0,0054	Normal	0,00270
Reproduzierbarkeit Thermoelement	0,0200	Rechteck	0,01156
Vergleichsstelle im Wassertripelpunkt	0,0100	Rechteck	0,00578
DC Voltmeter	0,0310	Normal	0,01550
Pt/Au Kennlinie	0,0500	Rechteck	0,02890
Inhomogenität Thermoelement	0,0500	Rechteck	0,02890
Meßunsicherheit			0,04566
Erweiterte Meßunsicherheit			0,09133 °C

4. Zusammenfassung

Der bilaterale Vergleich hat gezeigt, daß bei einem Einsatz von Gold/Platin-Thermoelementen mit einer Meßunsicherheit von ca. 100mK gerechnet werden kann. Deswegen können Gold/Platin-Thermoelemente dazu verwendet werden, die erreichbaren Messunsicherheiten von den genormten und verbreiteten Thermoelementtypen „S“ und „R“ zu verringern.

5. Literatur

- [1] G.W. Burns, G.F. Strouse, B.M. Liu, B.W. Mangum: Gold versus Platinum Thermocouples: Performance Data and an ITS-90 Based Reference Function, in: Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 6, edited by J.F. Schooley, New York, AIP, 1992, S. 531-536
- [2] „The Pt/Au Thermocouple“, E.H. Mc Laren und E. G. Murdock, NRCC/27703

Kontakt:

Thomas Klasmeier, t.klasmeier@klasmeier.com, +49 (0) 661 55011, +49 (0) 661 57498