

R熱電対の熱処理条件と熱起電力変化

沼尻 治彦^{*1)} 佐々木 正史^{*1)} 水野 裕正^{*1)}

EMF changes of the type R thermocouples in high temperature

Haruhiko Numajiri^{*1)}, Masashi Sasaki^{*1)}, Hiromasa Mizuno^{*1)}

キーワード：R熱電対，熱処理，熱起電力

Keywords：Type R thermocouple, Heat treatment, Electromotive force

1. はじめに

多くの工業プロセスにおいて，温度は重要な計測項目の一つとなっており，生産効率の改善や品質の向上，あるいは省エネルギーなどを目的として，より精密な温度計測が必要とされてきている。特に鉄鋼，石油，窯業，半導体や発電などの分野では，高温での精密な温度計測の需要が高い。

これらの分野では，熱電対は取扱いが容易であるため，従来から温度計測の主要な温度計として用いられており，高温域においては貴金属を用いた熱電対であるR熱電対（白金ロジウム合金と白金）が安定性を理由に多く用いられている。しかし高温での使用では，曝露時間と共に熱起電力が変化（ドリフト）してしまい，規準の熱起電力または校正値から離れるために，正確な温度計測の妨げになっている。

そこで今回，高温域でも熱起電力変化が起こらない温度計の開発に繋げるため，熱電対作製時の熱処理に注目し，熱処理温度及び熱処理時間とドリフト量の関係について調べた。

2. 実験

JIS C 1602「熱電対」⁽¹⁾記載の作製方法を基準にして，熱処理温度及び熱処理時間を変化させたR熱電対を作製した。作製した熱電対を銅の凝固点温度（1084.62℃）において連続曝露し，その間のそれぞれの熱電対の熱起電力を測定した。

2.1 熱電対の作製 JIS C 1602「熱電対」記載の「参考1 標準熱電対の組立及び熱処理方法例」にある熱処理条件（1100℃，1時間）を基準に，同一ロットのR熱電対素線を用いて，熱処理温度と熱処理時間を変えて熱電対を作製した。熱処理温度及び時間は以下の通りである。

熱処理温度：25，500，800，1100，1200℃（各1時間）

熱処理時間：0，1，10，100時間（1100℃にて）

ここで熱処理を施さずに作製した熱電対については，熱処理温度を変化させたグループでは25℃，熱処理時間を変化させたグループでは0時間として扱った。

2.2 曝露試験 作製した熱電対を銅の凝固点温度（1084.62℃）において連続曝露し，その間の熱起電力を測定した。銅の融解と凝固は6時間で1サイクルとした。1サイクル中の過冷却後10～20分の平均値を銅の凝固点における熱起電力値とし，これを繰り返した。

3. 結果及び考察

曝露試験結果を図1に示す。横軸は各条件で作製した熱電対の曝露時間，縦軸は銅の凝固点における熱起電力の変化量の絶対値を温度換算した値を示したものである。

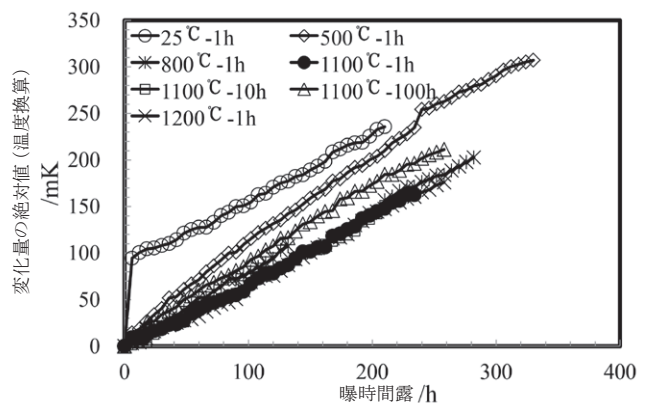


図1. 曝露試験結果

3.1 熱処理温度 熱電対作製時の熱処理温度を変化させて得られた曝露時間ごとの結果を図2に示す。横軸は熱処理温度，縦軸は変化量の絶対値（温度換算）を示す。熱処理温度が高くなるほど熱起電力変化は減少する傾向である事がわかる。特に800℃以上では，800℃以下で顕著であった初期ドリフトがなくなるため，少なくとも800℃以上の熱処理を行う事が重要である。

3. 2 熱処理時間 熱電対作製時の熱処理時間を変化させて得られた曝露時間ごとの結果を図3に示す。横軸は熱処理時間、縦軸は変化量の絶対値(温度換算)を示す。熱処理時間に関しては、緩やかではあるが熱処理時間が長くなるにつれ熱起電力変化が大きくなっている。しかし、熱処理を行わなかった場合、初期ドリフトにより大きく変化しているため、1~10時間の熱処理が適当と考えられる。

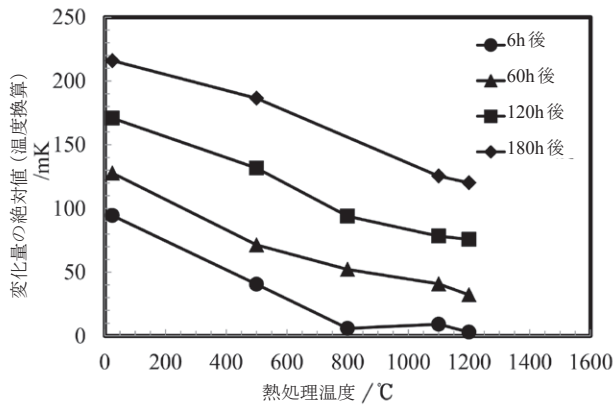


図2. 熱処理温度と熱起電力変化

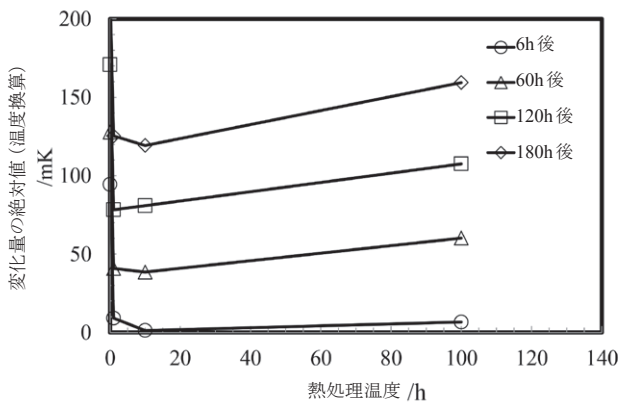


図3. 熱処理時間と熱起電力変化

3. 3 妥当性確認 一般に金属の凝固点を実現する際には、黒鉛ルツボに金属を入れた状態で融解・凝固を行うが、連続的に融解・凝固を繰り返す事で、容器である黒鉛ルツボの劣化等から金属試料が汚染され、凝固点降下により凝固点温度自体が変化する事も考えられる。そのため白金パラジウム熱電対を用いて、曝露試験開始時、中間及び終了時の凝固点温度を測定した。測定結果を図4に示す。曝露試験を行っていた期間、約2000時間において0.04°Cの幅に入っていた。これに対してR熱電対の曝露試験では、変化が大きいものは300時間で0.3°Cの変化がみられた。この事から銅の凝固点温度に変化はなく、熱電対の熱起電力のみに変化があった事が確認できた。

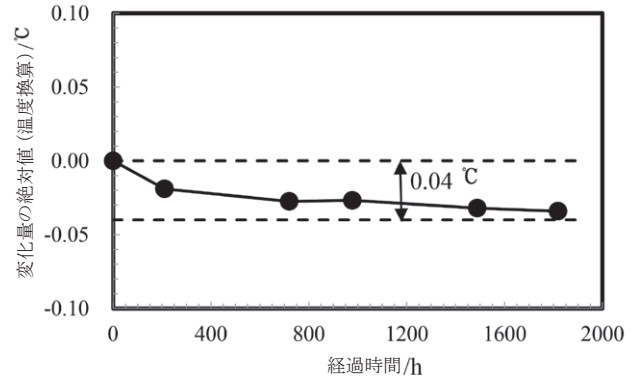


図4. 妥当性確認

4. まとめ

今回JIS規定の作製方法を基に熱処理温度及び熱処理時間を変化させてR熱電対を作製した。作製したR熱電対を銅の凝固点温度(1084.62°C)において連続曝露し、その間のそれぞれの熱起電力を測定した。熱処理時間に関しては1~10時間が適当と考えられ、熱処理温度に関しては更に高温での熱処理効果も期待できる結果であった。今回は銅の凝固点(1084.62°C)での曝露であったが、銀の凝固点(961.78°C)やコバルト-炭素共晶点(1324°C)など異なる温度での曝露試験を行い、幅広い温度域での使用においても有効な熱処理条件であるかを確認する事が必要である。また都産技研における現在の校正範囲の上限である1100°Cから、今後共晶点を用いる事で1300°Cに、将来的には1500°Cまで校正範囲を拡大するためには、更に高温での熱処理を施し、曝露試験を行うことで校正の不確かさを抑える必要があると考えられる。

今回は熱処理条件のみを考慮したが、今後、熱電対素線へのコーティング等によりドリフトを抑制する作製方法の開発も検討していく予定である。

(平成25年7月22日受付, 平成25年8月6日再受付)

文 献

(1) JIS C 1602 -1995 熱電対日本規格協会