

論文

熱電対基準接点用としての恒温槽の不確かさ評価

沼尻 治彦* 佐々木 正史* 尾出 順*

Uncertainty evaluation of the temperature controlled bath as the reference junction of thermocouples

Haruhiko Numajiri*, Masashi Sasaki*, Jun Ode*

To satisfy the requirement of Japan Calibration Service System, in addition, to improve the work efficiency of the thermocouple calibration, we have developed the automatic calibration system in Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute ⁽¹⁾.

However the reference junction is necessary for the thermocouples and it is important to maintain the reference junction of thermocouples at 0 °C continuously during the thermocouple calibration. In case of using crushed ice and water, we must replenish them at intervals of 1 or 2 hours because ice melts. With this, it is not easy to say that the work efficiency improvement was able to be attempted even if the automatic calibration system is developed. On the other hand using an automatically operating ice-point device, it is difficult to say that the reference junction is maintained at 0 °C because the insertion depth cannot be secured with certainty. With this, correspondence to various thermocouples used in the industry becomes difficult.

Then, the temperature controlled bath that is able to be driven continuously was decided to be used as the reference junction of the thermocouple. Moreover NMIJ, that is National Metrology Institute of Japan, is using the triple point of water maintenance bath in the same usage, and they say that the stability of that water bath had a standard deviation of 0.5 mK at 0 °C ⁽²⁾.

Then we also use TPW maintenance bath as the reference junction, confirmed the efficacy as the reference junction and evaluated its uncertainty.

キーワード：熱電対，基準接点，不確かさ

Keywords : thermocouple, reference junction, uncertainty

1. はじめに

現在の温度標準は 1990 年国際温度目盛(ITS-90) ⁽³⁾ ⁽⁴⁾に基づいて設定されており、水の三重点(0.01 °C)など複数の定義定点が定められている。さらに補間計器として、銀の凝固点(961.78 °C)以下の温度域では白金抵抗温度計、それ以上では放射温度計が規定されている。しかしながら、鉄鋼、石油、ガラス、窯業、半導体や発電など産業界の多くでは取扱いが容易であるなどの理由で熱電対が使用されており、当センターにおける温度に関する依頼試験でも9割が熱電対となっている。これらの熱電対ユーザーである産業界からは高精度の温度計測を達成することによる生産効率の改善や品質の向上を目的としたトレーサビリティへの要求が強まってきている。このような状況の中、当センターは信頼性の高いトレーサビリティを確保するため、国際的な品質保証体制である計量法校正事業者登録制度(JCSS)への登録に取り組んできている ⁽⁵⁾ ⁽⁶⁾。

「温度」分野においては産業界でもっとも広く使用されている熱電対を校正対象として、R熱電対を標準器とした比較校正での登録を目指している。

本報告は、熱電対の比較校正を行う際、基準接点として用いる恒温槽(水の三重点保持槽)の 0 °C における不確かさを評価した結果である。

2. 基準接点装置

熱電対は2種類の異種金属からなる閉回路の両端に温度差を与えることで回路中に電流が流れる現象(ゼーベック効果)を利用する温度センサーである。したがって一端(基準接点)の温度を一定温度に保ち、熱起電力の値を測定することにより他端(测温接点)の温度を知ることができる。この一定とすべき温度は原則として 0 °C であり、JIS ⁽⁷⁾に規定されている規準熱起電力も基準接点温度が 0 °C に保持されているときのものである。

したがって、熱電対の校正には基準接点を 0 °C に保つ必要があるが、これまでの薄く削った氷と水を混ぜ合わせる方法では、適宜氷を補充する必要があった。また、電子冷却式基準接点装置の使用では 0 °C に対する安定性に不安があると同時に満足できる挿入長の確保が困難であった。一方、独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センター(NMIJ/AIST)では、水の三重点保持槽を用いることで、熱電対の基準接点温度を長時間連続して安定に実現させてお

* 製品化支援室

り, 0 における安定性は標準偏差で 0.5 mK であると報告されている⁽²⁾。

そこで今回我々は水の三重点保持槽を熱電対の基準接点として用いた場合の不確かさを評価し, 熱電対校正における基準接点温度実現の信頼性と利便性の向上を目指した。

熱電対用基準接点として用いる水の三重点保持槽には HART SCIENTIFIC/Fluke Company の TPW MAINTENANCE BATH Model 7312 (図 1 参照) を使用し, 冷媒にはエタノール(99.5 %)を 18 ℓ(深さにして 450 mm)用いた。



図 1. 水の三重点保持槽

3. 不確かさ評価

熱電対の基準接点の 0 実現における不確かさ要因として安定性・再現性および温度分布(深さ方向, 水平方向)を挙げ, これらについての評価を行った。

測定には抵抗温度計を 2 本(RT-1, RT-2)使用した。抵抗温度計は, 先端をエタノール液面から 200 mm (恒温層の底から 250 mm)の深さまで挿入し, その設置位置は恒温槽開口部(175 mm × 95 mm)中央とした(図 2, 3 参照)。以下, この位置を基準設置位置とする。また測定間隔は 2 分とした。



図 2. 恒温槽開口部

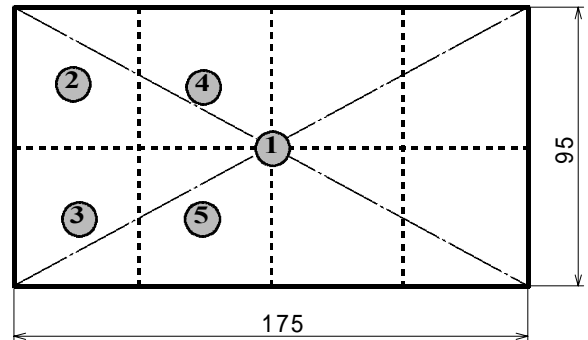


図 3. 温度計挿入位置

個々の不確かさ要因の評価方法および結果を以下に述べる。

3.1 安定性

槽内温度が 0 となるように設定し, 4 日間連続運転を行った。抵抗温度計(RT-1)の設置位置は基準設置位置(図 3, 液面-200 mm)とした。

得られた結果を図 4 に示す。100 時間の連続運転で ± 5 mK の安定性が得られ, この 100 時間のデータから求めた実験標準偏差である 1.5 mK を安定性の不確かさとした。

3.2 再現性

電源を切った状態から運転を開始し, 抵抗温度計(RT-1)で槽内温度を測定する。設置位置は基準設置位置とした。これを日を変えて 5 回繰り返し, 0 到達 1 時間後からの 3 時間分の平均値を求めた。その結果を図 5 に示す。再現性として ± 1 mK となり, 得られた 5 個の平均値の標準偏差 0.7 mK を再現性の不確かさとした。

3.3 温度分布(深さ方向)

抵抗温度計(RT-2)を基準設置位置に固定し, 抵抗温度計(RT-1)を図 3 から の各位置で挿入長を変えて測定を行った。挿入長は液面より 20, 30, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 430 mm とした。

測定した温度差を挿入長に対してプロットしたものを図 6 に示す。なお, 温度差は恒温槽内の温度変動の影響を除くため, 同時刻の通常設置位置での温度との差から算出したものである。さらに RT-2 を の位置で, 先端をエタノール液面から 200 mm (恒温層の底から 250 mm)の深さに固定し, RT-1 を の位置で挿入長を変えて測定を行った。この場合, の位置との差から深さ方向の温度差を求めた。結果として液面下 50 mm から 430 mm の 380 mm 間での温度均一性が ± 2 mK であることが分かった。ここで深さ方向において均熱である 380 mm 間での標準偏差を から の各位置で求め, この中で最大である 0.7 mK を深さ方向の不確かさとした。

3.4 温度分布(水平方向)

3.3 で測定した温度差を測定位置に対してプロットしたものを図 7 に示す。結果として ± 1 mK の温度均一性であることが分かった。さらに挿入深さごとの標準偏差を求め, この中で最大である 0.9 mK を水平方向の不確かさとした。

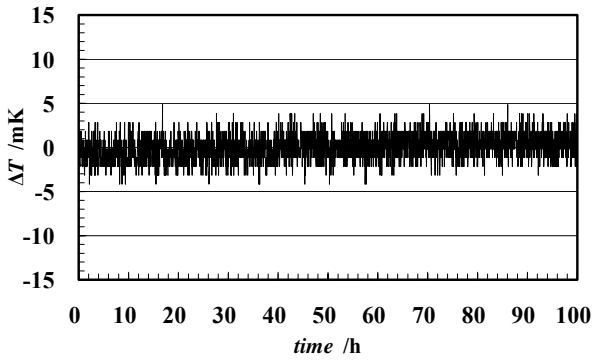


図4.0 における安定性

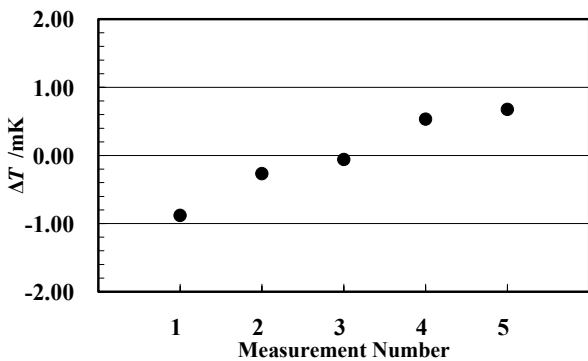


図5.0 実現の再現性

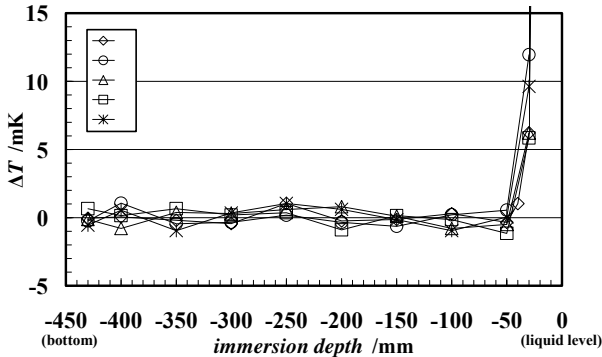


図6. 深さ方向の温度分布

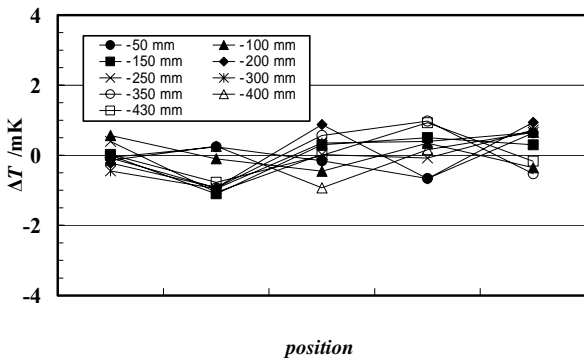


図7. 水平方向の温度分布

4. 校正の不確かさ

2.で述べたとおり，熱電対の基準接点は原則として 0 に保持されていなければならない。したがって，溶媒温度が 0 からずれていると正確な温度を測ることができない。そこで溶媒温度を校正し，基準接点の温度の妥当性を確認する必要があるが，そのときの不確かさについて検討した。

校正は氷点(0)を基準として溶媒と氷点を交互に測定する比較校正とした。したがって氷点の不確かさについても評価が必要となる。氷点の不確かさ要因として安定性，再現性，温度分布について評価し，それぞれ 0.9 mK，0.4 mK，1.4 mK が得られた。恒温槽に比べ温度分布が劣っているのは氷点を実現する容器の深さが 200 mm であり，挿入長が確保できず，結果として熱の流入の影響を受けているものと考えられる(図8参照)。氷点の不確かさとしては上記の値の合成標準不確かさを求めることで得られる。不確かさ(u_1, u_2, \dots, u_n)の合成は次式

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \dots\dots\dots (1)$$

により求められるため，氷点の不確かさは 1.7 mK となる。

校正は抵抗温度計で恒温槽の溶媒温度と氷点温度(薄く削った氷と水で実現)を交互に測定した。結果を図9に示す。温度計が示した溶媒温度と氷点温度の平均値はそれぞれ 2.53 mK，0.05 mK であった。本来氷点は 0 であるので，使用した抵抗温度計は 0.05 mK ずれていることになり，この分の補正を加えると溶媒温度は 2.48 mK となる。この補正量 0.05 mK は，標準器となる R 熱電対の 0 での熱起電力に換算すると 0.25 nV，最も影響のある E 熱電対にしても 3 nV である。ここで依頼温度を電気炉で行う最低温度である 200 であったと仮定すると，R 熱電対，E 熱電対の規準熱起電力はそれぞれ 1469 μ V，13421 μ V であり，熱電対を校正する上では無視できる数字である。したがって，今回は補正を行わず 2.53 mK を溶媒温度としても問題はない。

次に校正の不確かさについて述べる。溶媒温度のばらつきは 3.1 で評価した安定性の不確かさ 1.5 mK 以内であり，これに関してはすでに組込まれていると考えられる。同様に氷点についても先に述べた安定性 0.9 mK 以内であり，ここでは考慮しない。一方，測定の繰り返し性は溶媒温度，氷点温度それぞれの最大値と最小値の差を幅を持つ一様分布と考え，分布の幅の半分を a とすると，以下の式により求まる。

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \dots\dots\dots (2)$$

したがって，測定の繰り返しによる不確かさは溶媒温度と氷点温度で各々 0.44 mK，0.03 mK となる。その他，抵抗温度計の自己過熱による不確かさ等も考えられるが，これらも熱電対を校正する上では無視できる数字であり組込まないこととする。よって溶媒温度校正の不確かさは上記の 2

要素と先に評価した氷点の不確かさの合成となる。(1)式より校正の不確かさは 1.8 mK となる。

ここで校正値の有効期間について考察してみる。仮に月曜日に校正を行ったとすると安定性の評価は 3.1 で述べた通り 100 時間考慮している。週末である金曜日までの連続運転に匹敵する。次に 3.2 で評価した再現性は 5 回分である。週末に電源を切ったとして 5 週間分に匹敵する。このため溶媒温度の校正値は 1 ヶ月間有効であると考えられる。

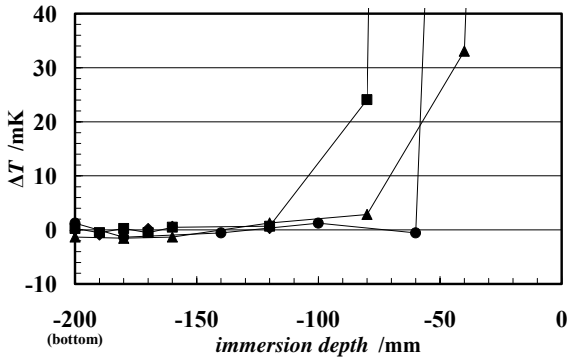


図 8. 氷点の温度分布

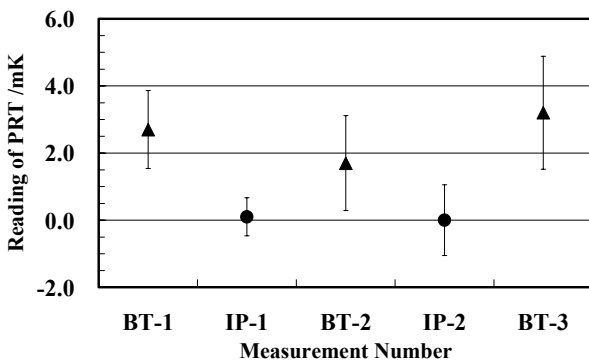


図 9. 溶媒温度の校正
BT: 恒温槽溶媒温度 IP: 氷点温度

5. 不確かさの合成

表 1 に 3 章, 4 章で評価した結果をまとめ、不確かさバジェット表として示す。各要因の合成標準不確かさは(1)式より 2.7 mK となった。また拡張不確かさ U は、合成標準不確かさ u_c と包含係数 k から次式により求める。

$$U = k \times u_c \dots\dots\dots (3)$$

計量法トレーサビリティ制度などでは一般的に信頼の水準が 95 % となる $k=2$ が使われている。したがって、ここでは包含係数を 2 として、拡張不確かさは 5.4 mK となった。これは ± 5.4 mK の間に測定結果の 95 % が含まれることを意味する。

表 1. 不確かさバジェット表

不確かさ要因	標準不確かさ /mK	合成標準不確かさ /mK
校正	1.8	2.7
安定性	1.5	
再現性	0.7	
温度分布(深さ方向)	0.7	
温度分布(水平方向)	0.9	

6. まとめ

今回、熱電対校正の際の基準接点用として、水の三重点保持槽の 0 における安定性・再現性および温度分布(深さ方向, 水平方向)についての不確かさ評価を行った。さらに溶媒温度の校正を行いそれに伴う不確かさも求めた。結果として合成標準不確かさが 2.7 mK, 拡張不確かさとして 5.4 mK (包含係数 $k=2$) が得られた。

当センターでは特定二次標準器を所有する事業者を上位機関とし、定点校正を受けた R 熱電対を常用参照標準として、比較校正を行う予定である。現在、上位機関によって供給される貴金属熱電対の定点校正の不確かさは、銅の凝固点において 0.2 ~ 0.25 ($k=2$) である。これに対する水の三重点保持槽の 0 における不確かさ 5.4 mK ($k=2$) の影響は小さく、基準接点として十分使用可能であると言える。また、この装置を使用することで氷の補充等の作業から開放され、校正作業の効率化が可能となった。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 8 月 10 日再受付)

文 献

- (1) 沼尻治彦, 尾出順: 「熱電対自動校正装置の開発」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター平成 19 年度研究発表会要旨集, p.2 (2007)
- (2) M. Izuchi, H. Ogura, H. Narushima, H. Numajiri and M. Arai: "EMF CHANGES OF Pt/Pd THERMOCOUPLES IN THE RANGE 420 °C TO 1080 °C", TEMPMEKO 2004 Proceedings, Vol.1, pp.471-476 (2004)
- (3) H. Preston-Thomas: "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990)
- (4) H. Preston-Thomas, T. J. Quinn: "Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990", Bureau International de Poids et Mesures, (1990)
- (5) 水野裕正: 「地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターの計測管理」, JEMIC 計測サークルニュース, Vol.36, No.2, pp.6-9 (2007)
- (6) 水野裕正: 「地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターの計測管理の取り組み」, 計測標準と計量管理, Vol.57, No1, pp.56-57 (2007)
- (7) JIS C 1602, 熱電対 (1995)