

CN920805

CNIC-00468

IAE-0088

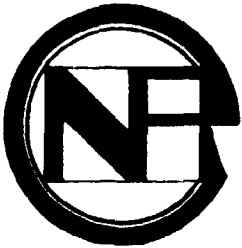
中国核科技报告

CHINA NUCLEAR SCIENCE & TECHNOLOGY REPORT

2900℃ 高温热电偶检定装置及其应用

THERMOCOUPLE CALIBRATION FACILITY FOR
2900℃ HIGH TEMPERATURE AND ITS APPLICATIONS

(In Chinese)



原子能出版社

中国核情报中心

China Nuclear Information Centre

CNIC-00468

IAE-0088

2900℃高温热电偶检定装置及其应用

陈道龙

(中国原子能科学研究院,北京)

摘 要

介绍了一套可以在室温~2900℃范围工作的高温热电偶检定装置的结构和运行特性,进行了检定误差分析,并且介绍了应用这套装置对钨钨、钨钨、钨钨等高温热电偶进行分度特性试验和氧化钨高温绝缘特性试验的结果。

关键词 高温 热电偶 分度检定

THERMOCOUPLE CALIBRATION FACILITY FOR 2900°C HIGH TEMPERATURE AND ITS APPLICATIONS

(In Chinese)

Chen Daolong

(INSTITUTE OF ATOMIC ENERGY, BEIJING)

ABSTRACT

The construction and the performance characteristic of a 2900°C high temperature thermocouple calibration facility are described. The calibration error analysis is made. The test results of the calibration characteristics of high temperature thermocouples Mo/Nb, W-3Re/W-25Re, and W-1Mo/W-25Mo are given. The test result of temperature dependent resistivity of BeO made by this facility is given.

概述

在国民经济各部门,如冶金、航天、核工业等部门,迫切要求发展相应的高温测量技术,以便解决各自的问题。以核动力工程为例,钠冷快堆和压水堆燃料元件芯体的行为,特别是在安全试验(断流、失水、失压等)中燃料芯体温度的动态行为和最大值是核反应堆研究、设计工作者最感兴趣的一个热工数据。然而,氧化铀核燃料的熔点为 2800°C ,通常燃料芯体中心运行温度也在 2000°C 以上。为了在核辐照条件下测量这种高于 2000°C 的温度,目前最适用的测量手段仍然是热电偶^[1]。由于至今还没有找到一种能够在 $2000\sim 2800^{\circ}\text{C}$ 温度条件下抗辐照性能良好的热电偶,因此为了研究适用于核反应堆的高温热电偶,需要研制一种能够在室温 $\sim 2900^{\circ}\text{C}$ 范围内进行检定与试验的高温热电偶检定装置。基于这种目的,作者研制并试验成功了一套 2900°C 高温热电偶检定装置,并在本篇文章中介绍了这种高温热电偶检定装置的结构和运行特性,进行了检定误差分析,最后介绍了应用这套装置对钨钽、钨钼、钨钨等高温热电偶进行分度特性试验和氧化铍高温绝缘特性试验的结果。

1 高温热电偶检定装置结构

高温热电偶检定炉本体是整个高温热电偶检定装置的核心。图1表示出高温热电偶检定炉本体的结构,这是一种立式真空钨管炉。低压大电流从顶盖电极2、底盖电极12引入钨管发热体5,使之产生高温。发热体周围布置了由3层钨屏蔽和4层钼屏蔽组成的热辐射侧屏蔽组6。发热体上、下部装有顶部屏蔽3和底部屏蔽11,发热体内部装有底中部屏蔽10,这些屏蔽均由钨板制作。炉体和真空抽气机组的连接部分也装有不锈钢板隔热屏蔽17。不锈钢双层炉壳4、铜制顶盖电极2、铜制底盖电极12、观测孔8、热电偶安装座1、电流引线板等均通水冷却。各处的冷却水是由压力冷却水箱13分配来的。压力冷却水箱上装有水压继电器14,它的触点应用于炉子的电源保护系统中,以便当水压过低时,立即切断主加热电源。热电偶安装座1上设有4个通道,当通道内安装4孔陶瓷管时,可同时检定8支带有绝缘的热电偶,并可带着钨黑体空腔9一起插入钨管发热体内。炉本体上装有微调真空阀7,它的作用是当拆卸热电偶安装座或炉内部件时,消除炉内真空;或者在炉体抽真空后,由此充入高纯惰性气体,进行惰气保护气氛的检定试验。整个炉体由支架15支撑。电离真空计管18和热偶真空计管19安装在真空抽气机组20与炉体之间的连接管16的下部。图2表示出高温热电偶检定炉本体的外观照片。

图3表示出发热体组件的结构。由于钨在高温下与高温热电偶材料具有良好的相容性,所以采用 $\phi 30 \times 0.35 \text{ mm}$ 的热轧无缝钨管作为发热体。热轧无缝钨管周向壁厚均匀一致,因此同一断面上的周向温度场均匀;又由于发热段长度为 500 mm ,因此相应的轴向等温区也较长。由于钨管发热体4的工作温度从室温升到 2910°C 时,热膨胀量达 11 mm 左右,当降温时钨管发热体又收缩到原来的位置,为了解决这样大的热膨胀量引起的问题,作者研制了这种下部固定、上部滑动接触的发热体组件。钨管发热体4的上部焊一钨套管3,随着发热体

温度的升降,它可以在钼套筒2内部自由滑动。钼套筒2紧密固定在水冷顶盖电极1的孔内。钨管发热体4的下部焊一钼棒5,钼棒5与水冷底盖电极6成锥面配合,并用钼螺母7加以固定。钨管上的焊接可采用真空电子束焊或氢气保护焊。这样,大电流在发热体组件与顶盖电极、底盖电极接触部位由接触电阻产生的热量可以由电极的冷却水带走。试验证明,这样的滑动接触式发热体组件结构能够适应快速升降温度及温度循环的要求,保证发热体的结构完整性。用钼膨胀节来补偿发热体的膨胀量,只能热循环到2000℃,因为高于2000℃时钼材脆化严重,当降温时钼膨胀节恢复不到原位就断裂开了。这里应该顺便指出,由于石墨在1000℃以上与钼强烈生成碳化物,在1200℃以上与钨强烈生成碳化物,在1400℃以上与钨强烈生成碳化物^[2],所以用石墨作发热体的石墨黑体炉是不能用于检定高温热电偶的。

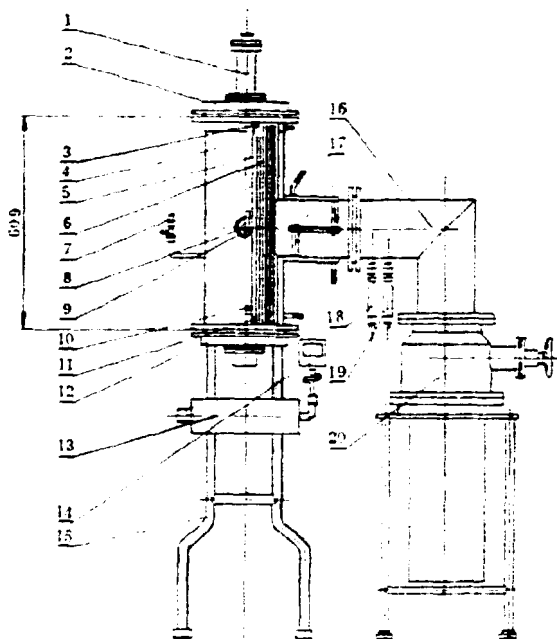


图1 高温热电偶检定炉本体结构

- | | | | |
|------------|------------|------------|------------|
| 1—热电偶安装座; | 2—顶盖电极; | 3—顶部屏蔽; | 4—炉壳; |
| 5—钨管发热体; | 6—侧屏蔽组; | 7—微调真空阀; | 8—观测孔; |
| 9—钨黑体空腔; | 10—底中部屏蔽; | 11—底部屏蔽; | 12—底盖电极; |
| 13—压力冷却水箱; | 14—水压继电器; | 15—支架; | 16—连接管; |
| 17—隔热屏蔽; | 18—电离真空计管; | 19—热偶真空计管; | 20—真空抽气机组。 |

图4表示出高温热电偶检定装置方块图。压力冷却水源1除了供给检定炉本体5的冷却水外,还要供给双水内冷变压器4的原边、副边绕组的冷却水以及真空抽气机组8的油扩散泵的冷却水。可控硅调压装置2运行时,需开启冷却风机3,对可控硅整流元件进行风冷。测温系统6的组成是:使用高准确度的数字电压表测量热电偶的热电势,热电偶冷端插在冰点保温瓶中;光学高温计通过装有石英玻璃窗的观测孔和发热体上的 $\phi 1.5\text{mm}$ 小孔测量发热体的空腔温度。真空测量系统7是由安装在连接管上的电离真空计管和热偶真空计管以

及相应的真空测量仪表组成的。当真空度劣于 0.133 Pa 时,使用热偶真空计管测量,电离真空计管只能在真空度优于 0.133 Pa 时使用。

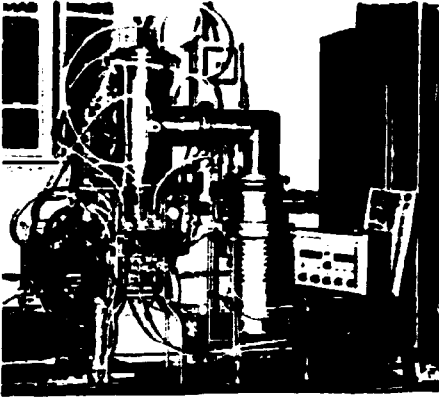


图2 高温热电偶检定炉本体外观

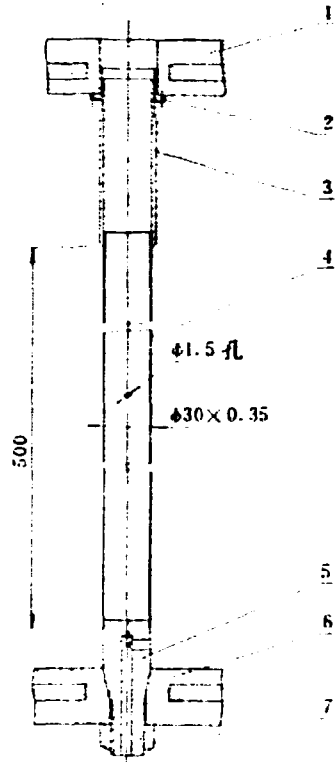


图3 发热体组件结构

- 1——水冷顶盖电极； 2——钼套筒；
- 3——钼套管； 4——钨钨发热体；
- 5——钼棒； 6——水冷底盖电极；
- 7——钼螺母。

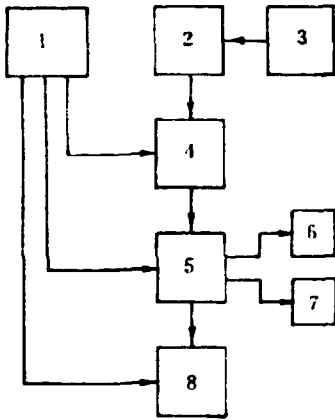


图4 高温热电偶检定装置方块图

- 1——压力冷却水源； 2——可控硅调压装置；
- 3——冷却风机； 4——双水内冷变压器；
- 5——高温热电偶检定炉本体；6——测温系统；
- 7——真空测量系统； 8——真空抽气机组。

图5所示的可控硅调压电源装置可以满足高温热电偶检定炉从室温~2910℃平滑调温的需要。其中DN100/0.5型双水内冷变压器1体积小,容量可达100kVA,其原边绕组输入电压380V,副边绕组根据需要以不同的接法可以得到12V、24V及48V的输出电压。在我

们这种情况下,以 380 V/24 V 变压比运行最为合适,既可得到合适的输出电压,又可保持较小的原边电流。利用 HL 2 型电流互感器 2 测量发热体 3 的加热电流,借助于 DWT 702 型温度控制仪 4 手动调节可控硅整流元件的导通角,从而达到平滑调节原边电压的目的。这种原边调压方法的优点在于流过可控硅元件的电流小,可以选用容量较小的可控硅元件,在我们这种情况下,SCR1、SCR2 选用 KP200 型可控硅整流元件。变压比为 380 V/220 V 的降压变压器 5 的作用在于保证温度控制仪 4 的输出端 ab、cd 提供与可控硅 SCR1、SCR2 相位相适应的正触发脉冲,反并联的两只可控硅元件 SCR1、SCR2 应该工作在相同的导通角情况下,以便保证正负两个半周电流相等,即保证原边回路中没有直流分量通过,否则将引起变压器直流磁化,使激磁电流大大增加,特别是在大电流情况下,其中一只可控硅元件电流过大,变压器原边电流也相应增大。为了保证两只反并联的可控硅元件对称地工作,触发脉冲前沿要陡,幅度要足够大,这样即使可控硅元件触发特性不完全相同,也可以保证对称地工作。为此,在触发脉冲负载 R 的两端并联一只 $C = 0.1\mu\text{F}$ 的电容,形成阻容加速电路,以便提高触发脉冲的前沿陡度和幅度。图中 R_s 、 C_s 阻容元件与可控硅元件并联,作为限制元件换相过电压的阻容保护之用。

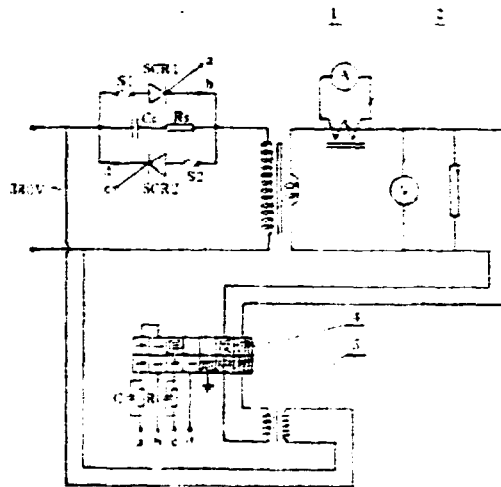


图 5 可控硅调压电源装置

- 1—双水内冷变压器;2—电流互感器;3—发热体;4—温度控制仪;
5—降压变压器;S1、S2—快速熔断器;SCR1、SCR2—可控硅整流元件;
A—电流表;V—电压表; $R_s = 20\Omega$; $C_s = 0.5\mu\text{F}$; $R = 220\Omega$; $C = 0.1\mu\text{F}$

2 高温热电偶检定炉运行特性

2.1 真空度

高温热电偶检定炉的真空度是由一套 JK 200 型高真空油扩散泵抽气机组来保证的,在常温下极限真空度可达 $8.1 \times 10^{-4} \text{Pa}$;在室温 $\sim 2910^\circ\text{C}$ 工作温度范围内,工作真空度为 1.33

$\times 10^{-3} \sim 10.93 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 可以满足检定高温热电偶的要求。

2.2 功率损耗

图6表示出高温热电偶检定炉的发热体功率 P 与炉温 t 的关系曲线, 这里的炉温是指观测孔处的发热体空腔温度, 可以看到, 当炉温高于2200℃时, 功率损耗增长很快, 例如, 炉温为2200℃时功率损耗为7 kW; 而在2910℃时则需33 kW, 这是因为辐射热与发热体表面绝对温度值的1次方成正比, 因此温度愈高辐射热损失增长愈快。

图7表示出发热体电流 I 、电压 U 与炉温 t 的关系曲线, 这是与功率-炉温曲线相对应的。

2.3 发热体阻值

图8表示出发热体阻值 R 与炉温 t 的关系曲线, 可以看到, 当炉温从2180℃升高到2910℃时, 发热体阻值增长了2.4倍。

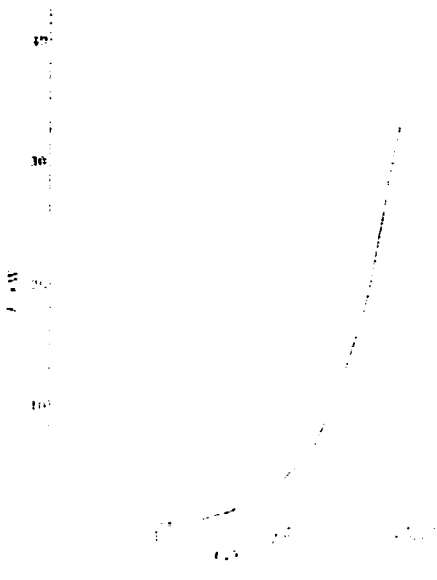


图6 发热体功率 P 与炉温 t 的关系曲线



图7 发热体电流 I 、电压 U 与炉温 t 的关系曲线

2.4 发热体空腔轴向温度分布

在发热体空腔内部以50 mm的间距布置3支以直径 $\phi = 1 \text{mm}$ 的氧化铝陶瓷管绝缘的铂-铑热电偶, 它们的丝径都是0.25 mm。这3支铂-铑热电偶与炉内热电偶安装成的3根氧化铝陶瓷管引出高温炉, 热电偶引线的真空密封是利用 Ag 胶粘剂实现的。图9表示出相应于最高炉温 t , 分别为680℃、1155℃及1370℃的发热体空腔轴向温度分布, 相应于温差允许值为 $\pm 5^\circ\text{C}$ 的轴向等温区长度大致均与150 mm, 等温区下边界离观测孔的距离约50 mm。

2.5 发热体空腔品质

在发热体内部不加钨黑体空腔时,利用一台 WGJ3-301 型光学高温计瞄准发热体上的 $\phi 1.5\text{ mm}$ 小孔观测发热体空腔温度,同时用一支一等标准铂铑₁₃铂热电偶在发热体空腔内测量该点的真实温度,二者测量值进行对比,测量结果如表 1 所示。

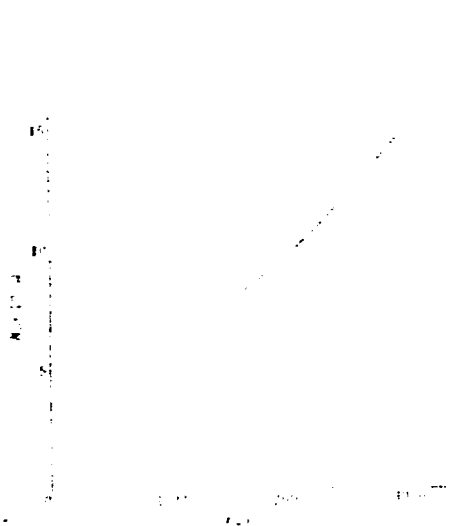


图 4 发热体阻值 R 与温度 T 的关系曲线



图 5 发热体空腔轴向温度分布

1. $T=1000^{\circ}\text{C}$ 时, $R=1000.0^{\circ}\text{C}$;
2. $T=1100^{\circ}\text{C}$ 时, $R=1100.0^{\circ}\text{C}$;
3. $T=1200^{\circ}\text{C}$ 时, $R=1200.0^{\circ}\text{C}$ 。

表 1 光学高温计与标准铂铑₁₃铂热电偶的测量值对比

光学高温计测量值/ $^{\circ}\text{C}$	标准铂铑 ₁₃ 铂热电偶测量值/ $^{\circ}\text{C}$	$\Delta T/^{\circ}\text{C}$
1000.0	999.5	-0.5
1100.0	1099.5	-0.5
1200.0	1199.5	-0.5

WGJ3-301 型光学高温计在 $800\sim 1400^{\circ}\text{C}$ 量程基本误差为 $\pm 13^{\circ}\text{C}$; 在 $1200\sim 2000^{\circ}\text{C}$ 量程基本误差为 $\pm 20^{\circ}\text{C}$ 。由于光学高温计与一等标准热电偶测量值对比的偏差值均在光学高温计的基本误差范围内,因此可以认为该发热体空腔黑度系数等于 1,也就是说,光学高温计测定的发热体空腔温度在其基本误差范围内等于它的真实温度。这样,当用铂铑₁₃铂热电偶进行检定时,为了防止热电偶丝与发热体内的钨黑体空腔相碰,可以不使用钨黑体空腔。

3 检定误差分析

3.1 亮度温度与真实温度的偏差

严格地说, 黑体空腔观测孔的辐射并非黑体辐射, 它的亮度温度和真实温度之间的关系可以用下列公式表示:

$$\frac{1}{T_s} - \frac{1}{T} = \frac{\lambda}{C_2} \ln \frac{1}{\epsilon_s} \quad (1)$$

式中 T_s —— 亮度温度, 即光学高温计的测量值, K;

T —— 真实温度, K;

λ —— 波长, 这里 $\lambda = 0.65 \times 10^{-6} \text{m}$;

ϵ_s —— 在波长为 λ 时的黑度系数, 按图 10 的钨黑体空腔结构, 可以确定 $\epsilon_s = 0.9981^{[3]}$;

C_2 常数, $C_2 = 1.4388 \times 10^{-2} \text{m} \cdot \text{K}$ 。

利用(1)式可以从亮度温度值求得真实温度值, 因此这项误差可以消除。

3.2 炉温波动引起的测量误差

在稳态下, 在 2500℃ 时温度波动 $\pm 1.2^\circ\text{C}$ 。

3.3 发热体空腔内部温度场不均匀性引起的误差

尽管被检热电偶的热接点位置在安装时可以比较准确地对准光学高温计观测孔的位置, 但是由于炉温从室温升到 2910℃ 时, 发热体的观测孔上升 5 mm 左右, 热电偶接点下降 5 mm 左右, 这样由发热体空腔内部温度场的不均匀性将造成测温误差约 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

3.4 热电偶的热电势测量误差

用 VD-51 型数字电压表测量热电偶的热电势, 它的准确度为 $\pm 0.01\%$ 读数 ± 1 字, 在 2300℃ 时相应的测温误差为 $\pm 1.4^\circ\text{C}$ (以 W3Re/W25Re 为例)。

3.5 光学高温计的测量误差

目前本装置使用 WGJ3-301 型光学高温计, 它在 800~1400℃、1200~2000℃ 及 1800~3200℃ 测量范围的基本误差分别为 $\pm 13^\circ\text{C}$ 、 $\pm 20^\circ\text{C}$ 及 $\pm 47^\circ\text{C}$ 。

因此, 在 800~1400℃、1200~2000℃ 及 1800~3200℃ 测量范围, 由第 2、3、4、5 项因素造成的本装置的检定均方误差值分别为 $\pm 14.1^\circ\text{C}$ 、 $\pm 20.7^\circ\text{C}$ 及 $\pm 47.3^\circ\text{C}$, 各为相应量程的 $\pm 1\%$ 、 $\pm 1\%$ 及 $\pm 1.5\%$ 。

可以看到, 光学高温计的测量误差是本装置检定误差的主要来源, 为提高检定准确度, 今后应购买并使用准确度更好的一等标准光学高温计, 但是, 目前这样的检定准确度对于工程测量来说仍然是满意的。

4 应用

4.1 钨-铯热电偶的分度特性

热电偶在核辐射场中受到热中子和快中子的作用, 俘获热中子会造成热电偶成分的变化, 快中子会造成晶格缺陷, 后者与冷加工效应相类似, 这些都会导致热电特性变化, 因此, 应该选用中子俘获截面小的材料制作堆芯热电偶, 钨的熔点为 2610℃, 中子俘获截面为

$2.5 \times 10^{-28} \text{ m}^2$; 铈的熔点为 2468°C , 中子俘获截面为 $1.1 \times 10^{-28} \text{ m}^2$, 在高温热电偶材料中, 铈、铈具备作为堆芯热电偶最有吸引力的条件——中子俘获截面小, 可望在 $0 \sim 2300^\circ\text{C}$ 范围用于堆芯测温。鉴于目前尚无铈-铈热电偶的标准分度表, 作者应用本文所述的高温热电偶检定装置对铈-铈热电偶进行了分度特性研究。

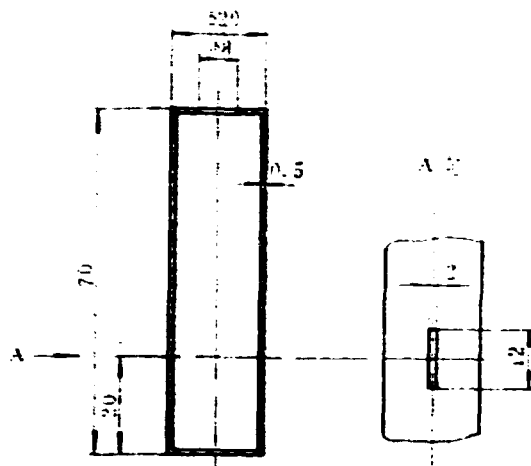


图 10 铈固体空腔

选用纯度优于 99.995%、直径为 0.25 mm 的钼丝和铈丝作为铈-铈热电偶的偶丝材料, 它的热接点是用氩弧焊制作的。裸丝热电偶下端悬挂一小段 $\phi 2.5 \text{ mm}$ 的铈棒, 以便热电偶正中地悬垂在发热体空腔内。热电偶的热接点位置应与光学高温计窥视孔位置相对应。热电偶丝经检定炉上部的热电偶安装座引出炉外, 热电偶引线的真空密封是利用 911 胶粘剂实现的。在室温 $\sim 2300^\circ\text{C}$ 范围检定炉的工作真空度为 $1.33 \times 10^{-3} \sim 6.67 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 。低于 1600°C 时, 以一等标准铂铈-铂热电偶作为参考标准; 高于 1600°C 时, 以 WGJ3 301 型光学高温计作为参考标准。在高温热电偶检定炉内对铈-铈裸丝热电偶作了 2350°C 热处理之后, 在室温 $\sim 2300^\circ\text{C}$ 范围进行了多次检定。把所得到的检定数据画成如图 11 所示的铈-铈热电偶的分度特性曲线。由这条分度特性曲线可以看到, 在 $285 \sim 1220^\circ\text{C}$ 范围呈线性, 其热电势率为 $16.9 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 。在 $1200 \sim 2000^\circ\text{C}$ 范围, 随温度升高热电势率下降, 在 2000°C 处, 热电势率只有 $4.4 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 。但是, 高于 2000°C 时, 随温度升高热电势率增加很快, 在 2100°C 、 2200°C 、 2300°C 处的热电势率分别为 $7.6 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 、 $10.9 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 、 $22.6 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 。

根据检定数据, 借助于内插法可以作出一张 $0 \sim 2300^\circ\text{C}$ 的铈-铈热电偶分度表, 如表 2 所示。在 $285 \sim 1220^\circ\text{C}$ 线性区域利用线性插值方法进行内插, 在其它非线性区域则应用二次插值方法进行内插。二次插值法应用的公式是:

$$E = \frac{(t - t_{0,1})(t - t_{0,2})}{(t_0 - t_{0,1})(t_0 - t_{0,2})} E_{0,1} + \frac{(t - t_{0,2})(t - t_0)}{(t_{0,1} - t_{0,2})(t_{0,1} - t_0)} E_{0,1} + \frac{(t - t_0)(t - t_{0,1})}{(t_{0,2} - t_0)(t_{0,2} - t_{0,1})} E_{0,2} \quad (2)$$

式中 $t, t_{0,1}, t_{0,2}$ —— 靠近插值点温度 t 的三个已知检定温度, $^\circ\text{C}$;

$E_0, E_{0,1}, E_{0,2}$ —— 与 $t_0, t_{0,1}, t_{0,2}$ 相对应的热电势值, mV ;

E ——对应于插值点温度 t 的热电势值, mV.

假定 $t_1 < t_2 < \dots < t_{n-1} < t_n$,

若 $t \leq t_2$, 则取 $k = 1$;

若 $t \geq t_{n-1}$, 则取 $k = n - 2$;

若 $t_k \leq t < t_{k+1}$ ($i = 2, 3, \dots, n - 2$), 则

当 $t - t_k < t_{k+1} - t$ 时, 取 $k = i - 1$;

当 $t - t_k > t_{k+1} - t$ 时, 取 $k = i$.

当插值点很密时, 应用计算机程序计算(2)式是方便的。

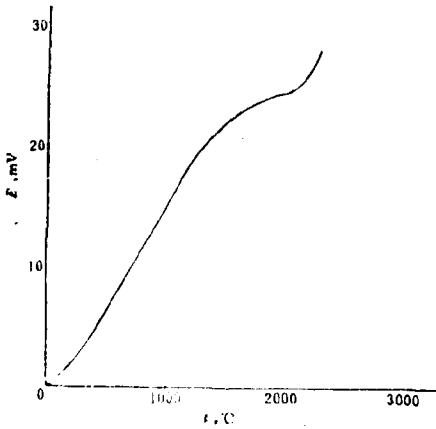


图 11 钼-铱热电偶的分度特性曲线

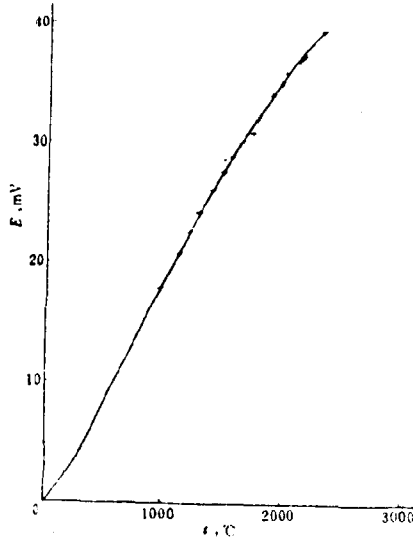


图 12 W-3Re/W-25Re 热电偶的检定点
及其标准分度曲线

表 2 钼-铱热电偶分度表

$t, ^\circ\text{C}$	E, mV	$t, ^\circ\text{C}$	E, mV
0	0.00	1200	18.28
100	0.75	1300	19.68
200	1.26	1400	20.82
300	3.10	1500	21.78
400	4.79	1600	22.57
500	6.47	1700	23.12
600	8.16	1800	23.73
700	9.85	1900	24.17
800	11.54	2000	24.53
900	13.22	2100	25.01
1000	14.91	2200	25.96
1100	16.60	2300	28.12

4.2 W-3Re/W-25Re 热电偶的高温检定

为了在辐照条件下测量 2000~2800°C 的燃料芯体或样品的温度, 目前可供选择的热电

偶是 W-3Re/W-25Re 或 W-5Re/W-26Re。尽管钨、铼中子俘获截面较大,在核辐射场中俘获中子会造成热电偶成分的变化,导致热电特性变化^[4],但是在堆内短期使用 W-3Re/W-25Re 或 W-5Re/W-26Re 热电偶仍然是现实可行的^[5~8],况且这些钨铼热电偶的机械性能良好,现在已经有了间隔为 1℃ 的温度-热电势标准分度表^[9]。我国自己研制的直径为 0.25 mm 的 W-3Re/W-25Re 热电偶的分度特性与标准分度表的偏差有多大?这是使用者关心的问题。为此,作者应用本文所述的高温热电偶检定装置对 W-3Re/W-25Re 热电偶在 975~2300℃ 范围进行了检定,并与 ASTM 标准分度进行比较。

选用重庆仪表材料研究所生产的直径为 0.25 mm 的 W-3Re 丝和 W-25Re 丝作为偶丝材料。它的热接点是用氩弧焊制作的。裸丝热电偶下端悬挂一小段 $\phi 2.5$ mm 的钨棒,以便热电偶正中地悬垂在发热体空腔内。热电偶的热接点位置应与光学高温计窥视孔位置相对应。热电偶丝经检定炉上部的热电偶安装座引出炉外,热电偶引线的真空密封是利用 914 胶粘剂实现的。在室温~2300℃ 范围,检定炉的工作真空度为 $1.33 \times 10^{-3} \sim 6.67 \times 10^{-3}$ Pa。在高温热偶检定炉内对 W-3Re/W-25Re 裸丝热电偶作了 2350℃ 热处理后,在 975~2300℃ 温度范围,以 WGJ3-301 型光学高温计作为参考标准,进行了多次检定。表 3 列出了 W-3Re/W-25Re 热电偶的检定数据。图 12 表示出 W-3Re/W-25Re 热电偶的检定点及其标准分度曲线。

可以看到,检定数据与参考值的相对偏差分布在一 1.54~+1.23% 读数之间,也就是说,在 975~2300℃ 范围这批 W-3Re/W-25Re 热电偶的分度以 $\pm 1.5\%$ 读数的准确度与 ASTM 标准分度相吻合,这对于工程测量来说是满意的。

表 3 W-3Re/W-25Re 热电偶的检定数据

光学高温计 测量值 $t_s, ^\circ\text{C}$	热电偶 电势值 E, mV	与 E 对应的 温度值 ^[9] $t, ^\circ\text{C}$	绝对偏差值 $t - t_s, ^\circ\text{C}$	相对偏差值 $\frac{t - t_s}{t_s}, \%$
975.0	17.89	983.2	+8.2	+0.84
1123.0	20.80	1130.5	+7.5	+0.67
1215.0	22.54	1220.7	+5.7	+0.47
1294.0	24.20	1308.9	+14.9	+1.15
1416.0	26.17	1416.3	+0.3	+0.02
1500.0	27.69	1501.4	+1.4	+0.09
1570.0	28.97	1574.7	+4.7	+0.30
1725.0	31.06	1698.5	-26.5	-1.54
1760.0	32.21	1769.1	+9.1	+0.52
1879.0	34.09	1889.6	+10.6	+0.56
1961.0	35.16	1961.7	+0.7	+0.04
2000.0	36.05	2024.5	+24.5	+1.23
2107.0	37.19	2109.8	+2.8	+0.13
2129.0	37.32	2120.1	-8.9	-0.42
2150.0	37.52	2135.9	-14.1	-0.66
2295.0	39.45	2309.7	+14.7	+0.64

4.3 W-1Mo/W-25Mo 热电偶的分度特性

在核辐射场中俘获中子会造成热电偶成分的变化,中子俘获截面越大,热电偶成分随时间变化越快⁽¹⁰⁾,即嬗变速率越快,从而热电特性变化也越快。钨的中子俘获截面只有 $2.5 \times 10^{-28} \text{m}^2$,因此用钨代替铯,即采用钨钼合金热电偶代替钨铯合金热电偶,可望降低热电偶在堆内使用时的嬗变速率。作者应用本文所述的高温热电偶检定装置仅对 W-1Mo/W-25Mo 热电偶进行了堆外分度特性研究,并讨论它的应用问题。

热电偶是由 $\phi 0.23 \text{mm}$ 的 W-1Mo 丝和 W-25Mo 丝组成的,偶丝穿过外径为 1.5mm 的双孔 BeO 陶瓷管,使用氩弧焊制作热接点,热接点位于钨黑体空腔内部与光学高温计窥视孔相对应的位置上。热电偶丝经检定炉上部的热电偶安装座引出炉外,热电偶引线的真空密封是利用 914 胶粘剂实现的。在室温 $\sim 2150^\circ\text{C}$ 范围,检定炉的工作真空度为 $1.33 \sim 6.67 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。在 $0 \sim 1600^\circ\text{C}$ 测量范围使用一等标准铂铑-铂热电偶作参考标准,在 $1600 \sim 2150^\circ\text{C}$ 测量范围使用 WGJ3-301 型光学高温计作参考标准。热电偶的热电势是 VD-51 型数字电压表测定的。根据检定数据作出如图 13 所示的 W-1Mo/W-25Mo 热电偶分度特性曲线,并应用内插法作出如表 4 所示的 W-1Mo/W-25Mo 热电偶分度表。其中,在 $0 \sim 1621^\circ\text{C}$ 非线性区域应用二次插值法进行内插,在 $1621 \sim 2150^\circ\text{C}$ 线性区域则应用线性插值法进行内插。在 $1621 \sim 2150^\circ\text{C}$ 线性段的热电势率为 $4.27 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 。

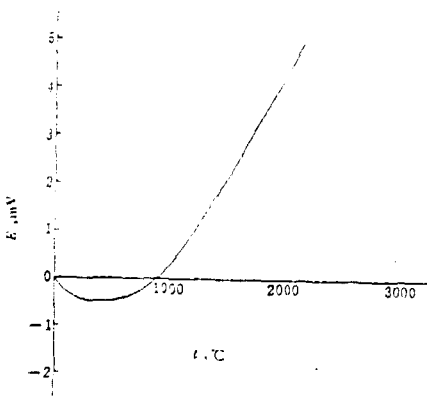


图 13 W-1Mo/W-25Mo 热电偶的分度特性曲线

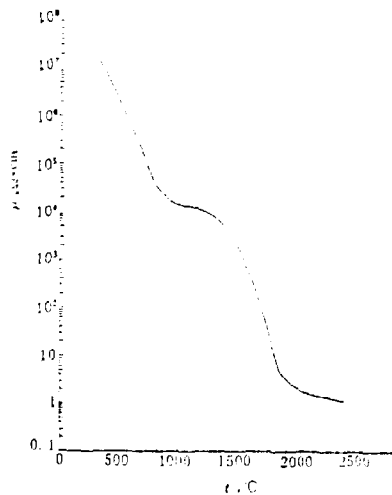


图 14 BeO 的电阻率 ρ -温度 t 关系曲线

表4 W-1Mo/W-25Mo 热电偶分度表

$t, ^\circ\text{C}$	E, mV	$t, ^\circ\text{C}$	E, mV
0	0.000	1200	0.915
100	-0.276	1300	1.267
200	-0.425	1400	1.662
300	-0.481	1500	2.071
400	-0.493	1600	2.490
500	-0.455	1700	2.925
600	-0.421	1800	3.362
700	-0.325	1900	3.798
800	-0.176	2000	4.235
900	0.024	2100	4.672
1000	0.317	2150	4.890
1100	0.599		

应该指出, W-1Mo/W-25Mo 热电偶固有的缺点之一是在 $0\sim 890^\circ\text{C}$ 测量范围热电势极性反向, 并且呈现非单值性, 因此在该温度范围是不能使用的。分度特性曲线在 890°C 附近通过零线, 因此目前以 BeO 作绝缘的 W-1Mo/W-25Mo 热电偶可在 $890\sim 2150^\circ\text{C}$ 范围使用。它的第二个缺点在于它的输出电势比 W-3Re/W-25Re 热电偶低得多, 但若使用分辨力为 $1\mu\text{V}$ 的高准确度数字电压表测量, 这个缺点是可以克服的。

W-1Mo/W-25Mo 热电偶相对于钨铼合金热电偶(例如, W-3Re/W-25Re, W-5Re/W-26Re)来说, 其优点之一在于以中子俘获截面小的 Mo 代替中子俘获截面大的 Re, 可望在堆内应用方面减小嬗变效应。优点之二在于它的廉价性, 在热电偶材料高消耗的场所, 例如在钢水温度测量方面, 可望取得应用。也应该指出, 钨铼合金热电偶是十分昂贵的。

4.4 BeO 陶瓷的电阻率-温度特性

BeO 陶瓷是目前高温热电偶常用的绝缘材料。BeO 的熔点为 2570°C , 导热系数高, 抗热冲击性能好, 中子俘获截面小, 与金属材料的相容性好。绝缘电阻高是 BeO 陶瓷的另一优点, 在室温 $\sim 255^\circ\text{C}$ 范围, 用试验电压为 1000V 的绝缘测定仪测量 BeO 陶瓷管的电阻率, 示值均为 ∞ 。但是, 随着温度升高, 它的电阻率开始下降。在这节里将介绍应用本文所述的高温热电偶检定炉在室温 $\sim 2416^\circ\text{C}$ 范围对 BeO 陶瓷进行的电阻率-温度特性试验的结果。

试样是由两节长 50mm 串联成 U 形的外径为 2.1mm 、孔径为 0.4mm 的双孔 BeO 陶瓷管做成的。使用线径为 0.25mm 的双股铂裸丝悬挂试样, 在 U 形试样下端悬挂一小段 $\phi 2.5\text{mm}$ 的钨棒, 以便使试样正中地悬垂在发热体空腔内。试样的位置应与光学高温计窥视孔位置相对应。引线经高温炉上部的热电偶安装座引出炉外, 引出线的真空密封也是利用 914 胶粘剂实现的。在室温 $\sim 2416^\circ\text{C}$ 范围, 高温炉的工作真空度为 $1.33\times 10^{-3}\sim 9.33\times 10^{-3}\text{Pa}$ 。在室温 $\sim 750^\circ\text{C}$ 范围使用 E17 型绝缘测定仪测量绝缘电阻; 在 $750\sim 2416^\circ\text{C}$ 范围使用 DT 830 型数字万用表测量绝缘电阻。温度是用 W-3Re/W-25Re 热电偶及 WGJ3-301 型光学高温计测量的。根据测量结果, 作出如图 14 所示的 BeO 的电阻率 ρ -温度 t 关系曲线。可以看到, 当温度从 350°C 上升到 2416°C , BeO 的电阻率下降了 7 个量级。

5 结 论

(1)本文描述的高温热电偶检定装置经室温~2910℃的运行试验,表明该装置的检定炉本体结构、发热体组件结构及装置系统各部分的设计是合理的,特别是滑动接触式钨管发热体组件的应用成功,大大地提高了高温热电偶检定炉的使用可靠性。本装置为高温测量技术的研究工作提供了一个不可缺少的研究手段。

(2)目前的检定准确度对于工程测量来说是满意的,而检定准确度的提高则取决于光学高温计准确度的提高。

(3)应用本装置对 Mo/Nb、W-3Re/W-25Re、W-1Mo/W-25Mo 热电偶分度特性及 BeO 电阻率-温度特性进行了研究,给出的 0~2300℃Mo/Nb 热电偶分度表、0~2150℃W-1Mo/W-25Mo 热电偶分度表及室温~2416℃BeO 电阻率-温度特性对于工程测量来说具有参考价值。W-1Mo/W-25Mo 热电偶的可用温度范围为 890~2150℃,其上限取决于绝缘材料的品质还可提高些。对国产的 W-3Re/W-25Re 热电偶进行的 975~2300℃范围的高温检定表明,它的检定数据与 ASTM 标准分度吻合的准确度为±1.5%读数,可以满足工程测量要求。

参 考 文 献

- [1] 陈道龙,国外核技术,1980, No2, 19~32
- [2] 孙上琦等编,真空电阻炉设计,冶金工业出版社,1978, 287
- [3] 有益圆柱形黑体空腔的黑度系数一精密数值解,清华大学热工量测及自动控制教研组,1966年(内部资料)
- [4] P. A. 金齐著,陈道龙译,热电偶测温,原子能出版社,1980, 258
- [5] B. G. Goodier, et al., Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Instrument Society of America, Pittsburgh, Vol. 4, part 3, 1972, 1962
- [6] R. B. Fitts, et al., Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Instrument society of America, Pittsburgh, Vol. 4, part 3, 1972, 1951
- [7] C. P. Cannon, Temperature, Its Measurement and Control in science and Industry, American Institute of physics, New York, Vol. 5, Part 2, 1982, 1061
- [8] A. Thurlbeck, Temperature, Its Measurement and control in Science and Industry, American Institute of physics, New York, Vol. 5, part 2, 1982, 1081
- [9] 1984 Annual Book of ASTM standards, E 988-84, Vol. 14. 1, 824~866
- [10] W. E. Browning, et al., Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Reinhold Publishing Corporation, New York, Vol. 3, Part 2, 1962, 271

2000℃高温热电偶检定装置及其应用

原子能出版社出版

(北京 2108 信箱)

原子能出版社激光照排中心排版

北京市海淀区三环快速印刷厂印刷

☆

开本 787×1092 1/16·印张 1·字数 15 千字

1991 年 1 月北京第一版·1991 年 1 月北京第一次印刷

ISBN 7-5022-0414-8

TL·202

CHINA NUCLEAR SCIENCE & TECHNOLOGY REPORT

ISBN 7-5022-0414-8
TL • 202

P.O.Box 2103
Beijing, China

China Nuclear Information Centre