

## K 熱電対校正における熱処理効果

沼尻 治彦<sup>\*1)</sup> 佐々木 正史<sup>\*1)</sup> 水野 裕正<sup>\*1)</sup>

### Aging Effect on Mineral-insulated Type K Thermocouples

Haruhiko Numajiri<sup>\*1)</sup>, Masashi Sasaki<sup>\*1)</sup>, Hiromasa Mizuno<sup>\*1)</sup>

キーワード：K 熱電対，熱処理，校正

Keywords：type K thermocouple, aging, calibration

#### 1. はじめに

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，産技研における温度計校正に関する依頼試験でも9割が熱電対となっている。その中でも R 熱電対に代表される貴金属熱電対に比べ安価でありながら，1000 までの高温測定用として広く利用されている K 熱電対の依頼が大部分を占めている。しかしながら K 熱電対は短範囲規格格子変態（ショートレンジ・オーダリング）の影響によって，350 ～ 550 近傍で使用すると短時間で熱起電力が大きく変化する<sup>(1)</sup>ことが知られている。これに起因する測定エラーを緩和するため，校正前に熱処理を行うことが推奨されており，産技研においても過去に研究<sup>(2)</sup>を行ってきた。また最近でも国際会議などでの報告<sup>(3)</sup>があり，K 熱電対を用いた高精度測定の課題となっている。

一方，近年の品質保証体制の需要の高まりに応え，産技研では新たな熱電対校正システム<sup>(4)(5)</sup>を導入し，平成 20 年 9 月に熱電対（比較測定）において JCSS（計量法校正事業者登録制度）登録認定を受けた。

そこで今回，新システムで K 熱電対を校正したときの校正値へのショートレンジ・オーダリングの影響を調べ，さらに熱処理の効果を確認したので，ここに報告する。

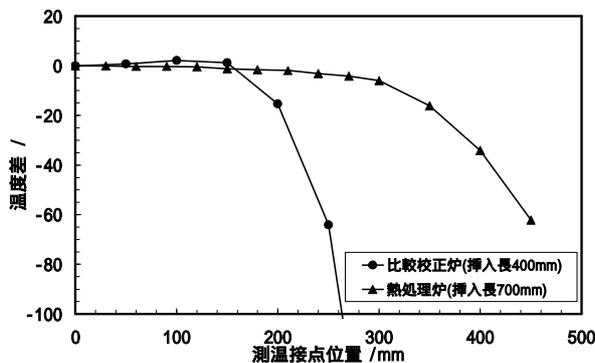


図 1. 比較校正炉および熱処理炉の温度分布(550 付近)

#### 2. 装置

図 1 に熱電対校正を行った熱処理炉および比較校正炉の温度分布を示す。熱処理炉および比較校正炉への熱電対の挿入長はそれぞれ 700 mm，400 mm である。図の横軸 0 mm が熱処理または校正時の測温接点の位置となり，右方向に向かって炉心管入り口に近づく。縦軸は測温接点を基準とした温度差である。また，標準器として JCSS 校正された R 熱電対を用いた。

#### 3. 実験及び結果

新品のシース熱電対，外径 2.2 mm，3.2 mm，4.8 mm の 3 種類を用意し，熱処理（550 / 1 時間）施した熱電対と未処理の熱電対に対して校正を行った。校正温度はショートレンジ・オーダリングが顕著に現れるとされる 350 ～ 550 間の 3 点（350 ， 450 ， 550 ）とし，熱処理の有無による校正値の差をそれぞれ比較した。校正値およびその不確かさを表 1 に示す。また測定回数を横軸に，校正値を縦軸にして校正温度ごとにそれぞれ図 2～4 に示す。図中の凡例項目はシース外径の後，無印が熱処理なし，A 付が熱処理を施した結果である。グラフ中，実線はその温度における K 熱電対の規準熱起電力<sup>(1)</sup>，破線は JIS クラス 1 相当の許容差のプラス側の温度範囲<sup>(1)</sup>を示している。また図中の矢印はその温度域の 1 相当の熱起電力の幅を示す。

熱処理が未処理のもの熱起電力が 1 回目から 2 回目にかけて大きく変化していることが分かる。さらに校正温度が低い方がその傾向が顕著になっている。校正温度 350 における測定回数に対して熱起電力変化をプロットし図 5 に示す。熱処理を施したものが 0.5 以内の変化であるのに対し，未処理のものは 1 を大きく上回る変化となっている。一方，図 2～4 のとおり，熱処理を施したものにはクラス 1 の許容差を超えているものがある。

ここで JCSS 登録認定された産技研の校正作業手順では，低温から高温へと測定し，最後に最も低い温度で再度

\*1) 技術経営支援室

表1. 校正値と不確かさ

| 校正温度 / | シース径<br>熱処理         | 2.2 mm  |         | 3.2 mm  |         | 4.8 mm  |         |
|--------|---------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
|        |                     | なし      | あり      | なし      | あり      | なし      | あり      |
| 350    | 校正値 / $\mu\text{V}$ | 14301.1 | 14356.4 | 14268.4 | 14318.7 | 14282.7 | 14347.1 |
|        | 不確かさ /              | 2.8     | 2.4     | 2.8     | 2.4     | 2.8     | 2.4     |
| 450    | 校正値 / $\mu\text{V}$ | 18544.7 | 18591.6 | 18518.0 | 18552.7 | 18526.9 | 18580.3 |
|        | 不確かさ /              | 2.7     | 2.3     | 2.8     | 2.3     | 2.7     | 2.3     |
| 550    | 校正値 / $\mu\text{V}$ | 22822.5 | 22870.9 | 22802.0 | 22839.8 | 22811.0 | 22857.6 |
|        | 不確かさ /              | 2.8     | 2.4     | 2.9     | 2.4     | 2.8     | 2.4     |

( $k=2$ )

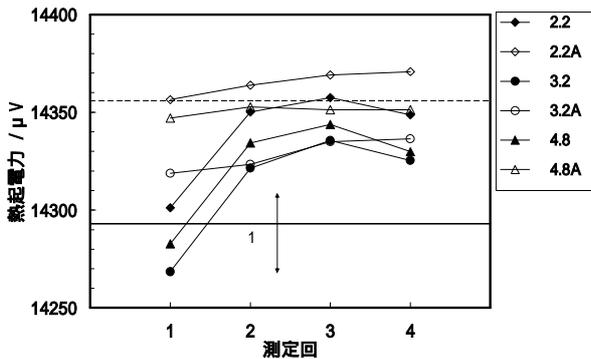


図2. 校正値 (350 )

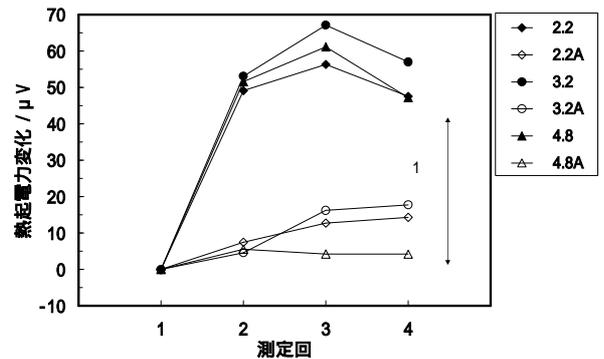


図5. 校正値のドリフト(350 )

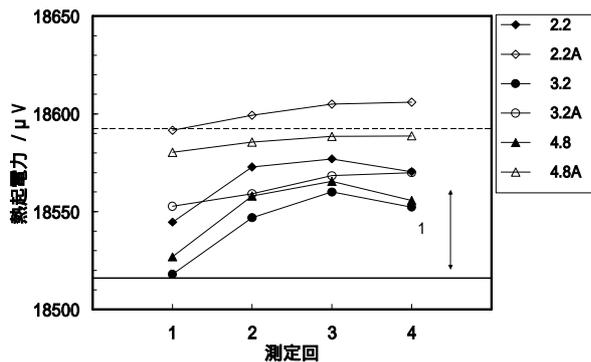


図3. 校正値 (450 )

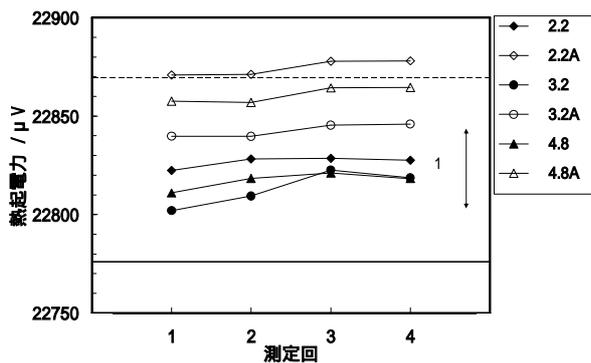


図4. 校正値 (550 )

測定を行うことになっている。ただし全ての校正温度で 1 回目の結果を校正値として採用し、最低温度での 1 回目と 2 回目の差を不確かさの一項目として組込んでいる。そのため校正値とともに不確かさでも大きな差が出ているが、産技研の最高測定能力は 2.8 ( $k=2$ ) のため、校正証明書記載の不確かさは 2.8 となり、この点に関する影響はない。しかし、ユーザーサイドが実際に使用する場合は、350 では 3 回目以降、450 と 550 では 2 回目以降の

熱起電力となっていると考えられる。これでは校正証明書記載の校正値をもとに測定を行うと既に熱起電力が変化しているため、1 以上のずれが生じてしまう。一方、熱処理を施すと、それによる熱起電力変化でクラス 1 の許容差を超えてしまう可能性があることがわかった。

#### 4. まとめ

今回、K 型シース熱電対について熱処理を施したものと未処理のものとの校正結果を比較した。熱処理を施したものは JIS クラス 1 相当の許容差の温度範囲を超える可能性があることが確認された。一方、未処理のものでは校正値とユーザーサイドが実際に使用するときの熱起電力値に大きな差が生じてしまうことも確認された。ここで校正の目的がロット管理の場合の熱処理の必要性は低いが、校正の重要な目的の一つが、「より正確な温度を測る」ことであるという観点からすると、熱処理が有効であり、産技研でも推奨するところである。

(平成 21 年 6 月 29 日受付, 平成 21 年 8 月 26 日再受付)

#### 文 献

- (1) JIS C 1605, シース熱電対 (1995)
- (2) 林国洋, 尾見和人: 「K 熱電対の焼鈍による熱起電力変化」, 東京都立工業技術センター研究報告, 第 15 号, pp.93-96 (1986)
- (3) Hans Liedberg: "THERMOELECTRIC INHOMOGENEITY OF METAL-SHEATHED TYPE K THERMOCOUPLES", TEMPMEKO 2004 Proceedings, Vol.1, pp.453-458 (2004)
- (4) 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)
- (5) 沼尻治彦, 尾出順: 「熱電対比較校正の不確かさ評価」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター平成 20 年度研究発表会要旨集, p.42 (2008)