



**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

УТВЕРЖДАЮ
Директор ИШНПТ

_____ **А.Н. Яковлев**
« ____ » 2018 г.

Измерение температуры в технологии силикатов

Методические указания к выполнению лабораторной и самостоятельной работы по курсам **«Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов»** и **«Физикохимия твердого тела»** для студентов направления подготовки бакалавров **18.03.01 Химическая технология**

Томск 2018

УДК 936.5:546.284

Измерение температуры в технологии силикатов

Методические указания к лабораторному практикуму и самостоятельной работе студентов по курсу «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов»

Томск: Изд. ТПУ, 2018.- 22 с.

Составители: д.т.н. Хабас Т.А.
 д.т.н. Вакалова Т.В.

Рецензент: д.т.н., профессор Верещагин В.И.

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром НОЦ Н.М. Кижнера (отделение технологии силикатов и наноматериалов) 18 января 2018г.

1. Общие сведения о температуре

Известно, что частицы в газах, жидкостях и твердых телах находятся в непрерывном хаотическом движении, это движение воспринимается как тепло. Энергия неупорядоченного движения частиц, усредненная по их огромному числу, определяет температуру. Более строго определение понятия температуры формулируется следующим образом: температура - статистически формирующаяся термодинамическая величина, определяемая уровнем внутренней энергии тела.

Если тела имеют разную температуру, то при их контакте происходит выравнивание энергий: тело, имеющее более высокую температуру, а значит, большую среднюю кинетическую энергию молекул, передает свою теплоту (энергию) телу, имеющему меньшую температуру, а значит и меньшую среднюю энергию молекул. Таким образом, температура является параметром, характеризующим как качественную, так и количественную сторону процесса теплообмена, теплопереноса.

Более 40 % общего числа всех измерений, производимых в мире, составляют измерения температуры. Поэтому качество температурного контроля обуславливает успех процесса производства. Однако измерить температуру непосредственно нельзя, ее значение определяют по каким-то другим физическим параметрам тела, которые изменяются однозначно в зависимости от температуры. Такими параметрами, зависящими от температуры, являются, например, объем, длина, электрическое сопротивление, термоэлектродвижущая сила, энергетическая яркость излучения и др. Причем эти свойства должны быть просто и удобно воспроизводимы.

Для измерения температуры существуют различные температурные шкалы: Кельвина, Цельсия, Фаренгейта. Все эти шкалы построены на измерении какого-либо термодинамического свойства вещества между двумя выбранными реперными точками. Как правило, это точки фазового равновесия чистых веществ. Изменение термометрического свойства в этом интервале аппроксимируется линейной зависимостью от температуры.

В России допускается применение двух температурных шкал: абсолютной термодинамической в градусах Кельвина (К) и международной практической в градусах Цельсия (°С). Абсолютную температуру обозначают буквой T , а температуру по шкале Цельсия t .

$$T = t + T_0; \quad t = T - T_0, \quad \text{где } T_0 = 273,15 \text{ К} \quad (1).$$

Международная практическая температурная шкала (МПТШ-68), принята в 1968г. и введена как обязательная с 1 января 1971г. Она основана на системе постоянных, точно воспроизводимых температурах равновесия, которым присвоены числовые значения. Определяющие постоянные точки МПТШ-68 приведены в таблице 1.

В Англии, США и некоторых европейских странах до сих пор употребляется шкала Фаренгейта и термометры на ее основе. Реперными точками для такой шкалы служат равновесия в смесях некоторых солей -

$NaCl$, NH_4Cl , льда и точка кипения воды. Нормальная температура человеческого тела по Фаренгейту считается $98,5^{\circ} F$ ($37^{\circ}C$).

Таблица 1. - Определяющие постоянные точки МПТШ-68

Состояние равновесия	Присвоенное значение международной практической температуры	
	T_{68} , К	T_{68} , $^{\circ}C$
... между твердой, жидкой и газообразной фазами равновесного водорода (тройная точка равновесного водорода)	13,81	-259,34
... между жидкой и газообразной фазами равновесного водорода при давлении 33330,6 Па (25/76 нормальной атмосферы)	17,042	-256,108
... между жидкой и газообразной фазами равновесного водорода (точка кипения равновесного водорода)	20,28	-252,87
... между жидкой и газообразной фазами неона (точка кипения неона)	27,102	-246,048
... между твердой, жидкой и газообразной фазами кислорода (тройная точка кислорода)	54,361	-218,789
... между жидкой и газообразной фазами кислорода (точка кипения кислорода)	90,188	-182,962
... между жидкой, твердой и газообразной фазами воды (тройная точка воды)	273,16	0,01
... между жидкой и парообразной фазами воды (точка кипения воды)	373,15	100
... между твердой и жидкой фазами цинка (точка затвердевания цинка)	692,73	419,58
... между твердой и жидкой фазами серебра (точка затвердевания серебра)	1235,08	961,93
... между твердой и жидкой фазами золота (точка затвердевания золота)	1337,58	1064,43

соотношение между T_{68} и t_{68} :

$$t_{68} = T_{68} - 273,15 \text{ К.}$$

* За исключением тройных точек и одной точки равновесного водорода (17,042 К), присвоенные значения температур действительны для состояний равновесия при давлении 101325 н/м^2 (1 нормальная атмосфера).

2. Классификация приборов для измерения температуры

В зависимости от принципа действия приборы для измерения температуры по ГОСТ 13417-76 подразделяются на следующие группы:

Манометрические термометры основаны на изменении давления рабочего вещества при постоянном объеме с изменением температуры.

Термоэлектрические термометры включают термоэлектрический преобразователь /ТЭП/, действие которого основано на использовании зависимости термоэлектродвижущей силы от температуры.

Термометры сопротивления содержат термопреобразователь сопротивления, действие которого основано на использовании зависимости электрического сопротивления чувствительного элемента /проводника или полупроводника/ от температуры.

Пирометры излучения, из них наиболее распространены:

- квазимонохроматический пирометр, действие которого основано на использовании зависимости спектральной энергетической яркости от температуры тела;
- пирометры спектрального отношения, действие которых основано на зависимости от температуры тела отношений энергетических яркостей в двух или нескольких спектральных интервалах;
- пирометры полного излучения, действие которых основано на использовании зависимости интегральной энергетической яркости излучения от температуры.

2.1. Пирометры излучения

В настоящее время часто пользуются оптическими пирометрами с переменной яркостью образцового излучателя (рисунок 1).

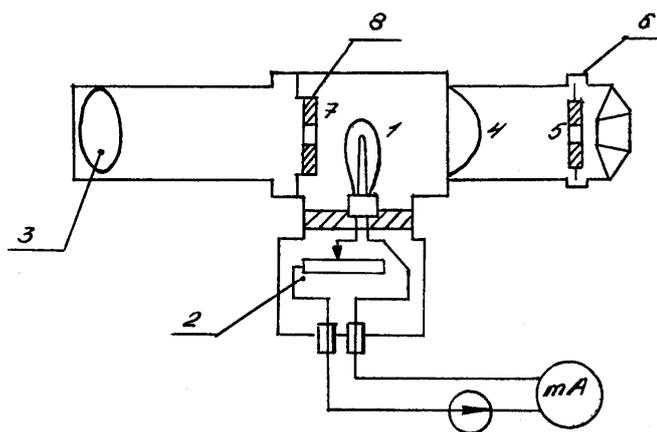


Рисунок 1 - Принципиальная схема пирометра: 1 - лампа накаливания; 2 - реостат; 3 - объектив; 4 - окуляр; 5 - красный светофильтр; 6 - механизм установки светофильтра; 7 - нейтральный дымчатый светофильтр для измерения температур выше 1500°C; 8 - механизм установки светофильтра.

Пирометр представляет собой телескоп, в котором изображение нагретого тела проектируется объективом 3 на плоскость вольфрамовой нити

лампы накаливания 1. Изображение и нить можно рассматривать через окуляр 4, причем наблюдатель видит на фоне тела либо более темное, либо более светлое изображение нити. Регулируя реостатом 2 ток в лампе, добиваются исчезновения средней части нити на фоне измеряемого тела, что соответствует равенству их температур. Включенный в цепь миллиамперметр заранее градуируется в градусах и, таким образом, показывает температуру этой нити - соответствующую температуре тела (рисунок 2).

Красный светофильтр 5 обеспечивает сравнение яркости нити и нагретого тела в лучах света с длиной волны 0,65 мкм.

С помощью механизма 6 светофильтр 5 может отводиться в сторону, что облегчает визирование телескопа на объект при низкой температуре нагрева.

Нейтральный дымчатый светофильтр 7 ставится при помощи механизма 8 между объективом и лампой. Этот светофильтр задерживает часть лучей, идущих от измеряемого тела, и поэтому яркость нити сравнивается с пониженной яркостью объекта.

Нижняя граница измеряемых температур 700°C, наибольшая может быть доведена до 4000°C.

Наиболее распространен оптический пирометр с «исчезающей» нитью. В выпускаемом нашей промышленностью оптическом пирометре ОППИР-0,9 аккумуляторы расположены в ручке, шкала измерительного прибора находится над телескопом.

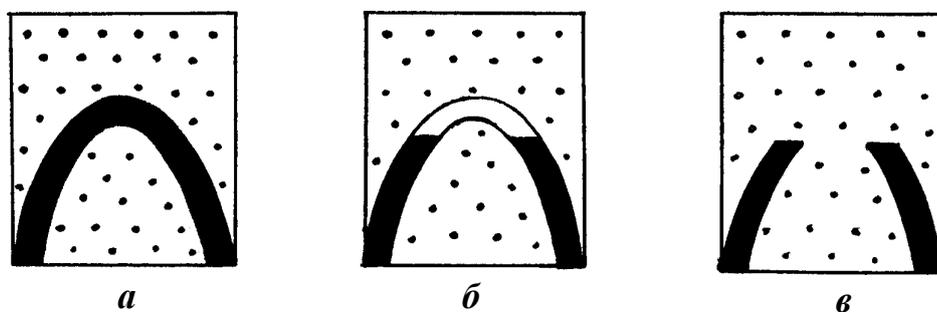


Рисунок 2 - Видимость нити накаливания оптического прибора:
а - Температура нити накаливания ниже температуры нагретого тела;
б - Температура нити выше температуры нагретого тела;
в - Температура нити равна температуре нагретого тела.

Прибор снабжен двумя шкалами 800-1400°C и 1200-2000°C, последняя действительна при включении нейтрального светофильтра.

Оптические пирометры могут обеспечить четкое визирование объекта при показателе визирования около 1:50, т.е. при величине объекта приблизительно 2 см и расстоянии от него 1м.

Оптический пирометр является достаточно точным прибором, и при многих практических измерениях его суммарная погрешность не превосходит $\pm 10^\circ\text{C}$.

3. Термоэлектрический пирометр (термопара)

Термопарой называется простейшая термоэлектрическая цепь, состоящая из двух разнородных металлических проводников, соединенных между собой в двух точках и электрически изолированных друг от друга на всем остальном протяжении.

Сущность работы термопары основано на явлении Зеебека, которое заключается в следующем:

Возникновение электродвижущей силы (E_T) в замкнутой электрической цепи, составленной из последовательно соединенных разнородных проводников, если места их контакта поддерживать при различных температурах.

Природа термо-ЭДС (ТЭДС), возникающей при нагревании проводников, достаточно сложна, так как является суммой нескольких ЭДС, а именно:

1. ЭДС Пельтье - появляется в спаях двух разнородных проводников, благодаря неодинаковому числу свободных электронов, приходящихся на единицу объема в различных металлах.

2. ЭДС Томпсона, возникает в каждом проводнике при неравномерном распределении электронов, вызванном разностью температур различных участков длины проводника.

3. Преимущественная диффузия носителей тока в проводнике от нагретого конца к холодному (объемная составляющая термо-ЭДС).

4. Зависимость контактной разности потенциалов от температуры (контактная термо-ЭДС).

5. Увеличение числа электронов фононами, которые перемещаются преимущественно от горячего конца к холодному и взаимодействуя с электронами, заставляют их двигаться в том же направлении (фононы - волны, возникающие за счет колебаний узлов кристаллической решетки).

4. Расчет термо-ЭДС термопар

В замкнутой электрической цепи, состоящей из двух разнородных проводников А и В (рисунок 3), образующих термопару, одновременно действуют все указанные факторы, вызывающие появление в спаях 1 и 2 и между концами каждого однородного термоэлектрода А и В термо-ЭДС в зависимости от температур спаев t и t_0 и материала проводников, что определяется уравнением /2/:

$$E_{AB(t,t_0)} = E_{AC(t,t_0)} - E_{BC(t_1-t_0)} \quad /2/$$

ЭДС термопары равна разности двух действующих навстречу друг другу Т. ЭДС, появляющихся на ее концах в спаях 1 и 2. При равенстве температур обоих спаев результирующая термо-ЭДС равна нулю.

Практически термопара подключается к измерительному прибору при помощи соединительных проводов, при этом, спай 1, погружаемый в измеряемую среду, называется рабочим концом (горячий спай), а спай 2 - свободным концом (холодный спай). Применяются два способа включения измерительного прибора в цепь термопары - в свободный конец или в один из ее термоэлектродов (рисунок 3). Наибольшее распространение получил первый из этих способов.

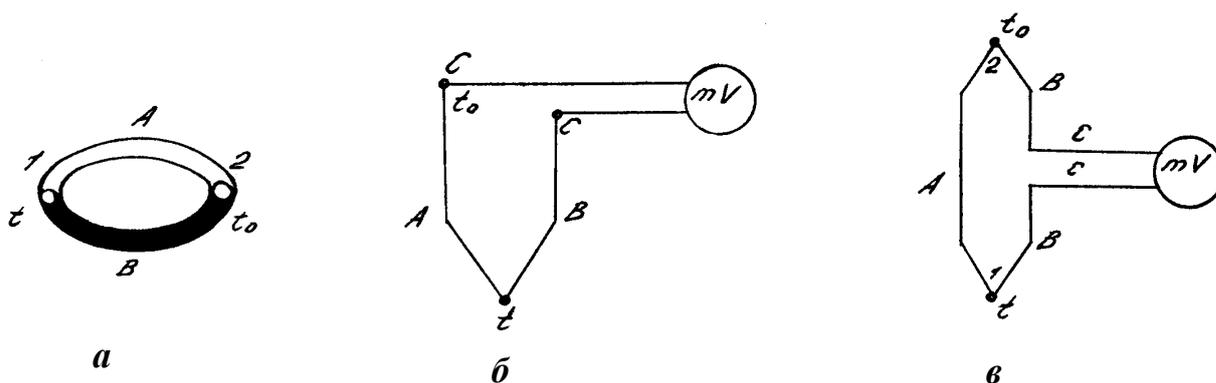


Рисунок 3 - Принципиальная схема и способы подключения термопары
а - схема термопары; б - подключение измерительного прибора в свободный конец; в - в термоэлектрод

Следует отметить, что способ изготовления рабочего конца термопары (сварка, пайка, скрутка и т.д.) не влияет на развиваемую ею термо-ЭДС, если только размеры рабочего конца таковы, что температура во всех его точках одинакова. К тому же, в цепи термопары замеряется ток, пропорциональный термо-ЭДС. Следовательно, сопротивление цепи в процессе эксплуатации должно оставаться неизменным и равным его значению при градуировке.

Для оценки величины термо-ЭДС различных термопар E_{AB} пользуются полученными опытным путем значениями термо-ЭДС металлов, сплавов, а также неметаллических проводников в паре с химически чистой платиной, при температуре рабочего конца 100°C и свободного конца 0°C , т.е. определяют $E_{АП}$ и $E_{ВП}$, подставляя в формулу находят E_{AB} . Выбор платины в качестве основного термоэлектрода обусловлен тем, что она обладает постоянством термоэлектрических свойств, устойчива против действия высоких температур и окисления и легко получается в химически чистом виде.

В таблице 2 даны значения термо-ЭДС различных термоэлектродов в паре с платиной при $t = 100^{\circ}\text{C}$ и $t_0 = 0^{\circ}\text{C}$. Знак "+" или "-" перед значениями термо-ЭДС означает, что данный термоэлектрод в паре с платиной является положительным или отрицательным.

При помощи таблицы 2 и уравнения 2 можно определить термо-ЭДС термопары, составленной из двух любых указанных в ней термоэлектродов.

Допустим, требуется определить термо-ЭДС хромель-алюмелевой термопары при температуре ее концов $t = 100^\circ\text{C}$ и $t_0 = 0^\circ\text{C}$.

Из таблицы 2 находим термо-ЭДС хромелевого и алюмелевого электродов в паре с платиной:

$$E_{\text{ХП}}(100^\circ, 0^\circ) = + 2,95 \text{ мВ}; \quad E_{\text{АП}}(100^\circ, 0^\circ) = - 1,2 \text{ мВ}.,$$

Тогда исходная термо-ЭДС хромель-алюмелевой термопары будет равна: $E_{\text{ХА}}(100^\circ, 0^\circ) = 2,95 - (-1,2) = + 4,15 \text{ мВ}$.

В таблице 6 приведено значение $3,30 \text{ мВ}$ для интервала свободных и рабочих концов термопары $20\text{-}100^\circ\text{C}$.

Таблица 2 - Металлы и сплавы, применяемые для изготовления термопар

Наименование металла или сплава	Состав	Термо- ЭДС, мВ $t = 100^\circ\text{C}$ $t_0 = 0^\circ\text{C}$	Длительный нагрев, $^\circ\text{C}$	Кратковременный нагрев, $^\circ\text{C}$
Хромель	90%Cr+10%Ni	+2,95	1000	1250
Нихром	80%Ni+20%Cr	+2,0	1000	1100
Железо	Fe	+1,8	600	800
Молибден	Mo	+1,31	2000	2500
Платино-иридий	90%Pt+10% Ir	+1,3	1000	1200
Золото	Au	+0,8	-	-
Вольфрам	W	+0,79	2000	2500
Медь	Cu	+0,75	350	500
Платино-родий	90%Pt+10%Rh	+0,64	1300	1600
Платина	Pt	0,0	1300	1600
Алюмель	95%Ni+5%л.д.	-1,2	1000	1250
Константан	60%Cu+40%Ni	-3,4	600	800
Копель	56%Cu+44%Ni	-4,0	600	800

5. Характеристики термопар

При подборе материалов для изготовления термопар следует учитывать:

1. Материалы должны хорошо воспроизводить свои свойства;
2. Не должны иметь полиморфных превращений в диапазоне измеряемых температур;
3. Обладать большой термо-ЭДС;
4. Быть механически прочными и однородными по составу;
5. Иметь высокую электрическую проводимость;

6. Должны иметь малый температурный коэффициент сопротивления. Всем этим требованиям отвечают материалы таблицы 2, но в качестве термопары могут быть использованы их определенные комбинации.

По используемым материалам термопары делятся на две группы:

1. Термопары из благородных металлов и их сплавов.
2. Термопары из неблагородных металлов и их сплавов. Рассмотрим характеристики наиболее часто используемых термопар.

Платинородий-платиновая термопара (ПП)

Имеются две разновидности термопар такого типа.

В первом случае положительный электрод состоит из сплава 90% платины и 10% родия, отрицательный - из платины. Во втором случае положительный электрод из сплава 87% платины и 13% родия, а отрицательный тот же. ТЕРМО- ЭДС, развиваемая при 1000°C первой термопарой - 9,57 мВ, для второй - 10,47 мВ. Термопары работают в интервале температур 200-1600 °С. Применяются для определения международной температурной шкалы, для высокоточных измерений температуры в интервале 400-1500 °С и в тех случаях, когда нельзя применить термопары с более низкой температурой плавления.

Существенным недостатком такой термопары является нелинейная зависимость Т. ЭДС от температуры (100 °С соответствует лишь 0,64 мВ), взаимодействие платины с углеродом, сероводородом, металлами, особенно в восстановительной среде.

Хромель-алюмелевая термопара (ХА)

ХА - термопара относится к числу наиболее употребительных термопар. По сравнению с другими термопарами из неблагородных металлов она обладает большей стойкостью к окислению и пригодна для измерения температур от 150 до 1100 °С. Чувствительность термопары составляет 4 мкВ на градус. Термо-ЭДС изменяется по линейному закону в координатах температуры - ЭДС. Роль положительного электрода в такой термопаре выполняет проволока из сплава хромель: 89,0 % Cr, 9,8 % Ni, 1,0 % Fe и 0,2 % Mn, а отрицательного - из сплава алюмель: 94 % Ni, 0,5 % Fe, 2,0 % Al, 2,5 % Mn, 1,0 % Si.

Хромель-копелевая термопара (ХК)

Положительный электрод выполнен из хромеля, отрицательный - из сплава копель: 56-57% Cu и 43-44% Ni. Хромель-копелевая термопара позволяет измерять температуру длительно до 600 °С и кратковременно до 800°C. Она успешно работает как в окислительной, так и в восстановительной среде, а также в вакууме. Термо-ЭДС такой термопары весьма велика и составляет 67 мВ при 800 °С.

Железо-копелевая термопара (ЖК)

Положительный электрод - чистое железо, отрицательный - сплав копель. Пределы измерения те же, что и у хромель-копелевой термопары, условия работы аналогичны. Термо- ЭДС такой термопары меньше, чем у

хромель-копелевой и составляет 30,9 мВ при 500 °С. Существенным недостатком ЖК-термопары является коррозия железного электрода.

Медь-копелевая термопара (МК)

МК термопара используется для измерения низких температур от -100 до +350°С. Роль положительного электрода выполняет чистая проводниковая медь, отрицательного - сплав копель.

Кроме перечисленных термопар, для измерения высоких температур (более 1800°С) находят применение специальные термопары: молибден-вольфрамовая, вольфрам-графитовая, карборунд-графитовая, силит-вольфрамовая.

6. Особенности промышленных термопар

При измерении температуры поверхности твердых тел используют несколько типов термопар. Термоэлектроды или спаи термопар первых трех типов плотно прижимаются или привариваются к поверхности тела. Электроды пятачковых термопар крепятся к медной или никелевой пластине (пятачку).

В одноэлектродной термопаре вторым термоэлектродом является само тело, температура которого измеряется.

Термоэлектроды двухэлектродной термопары без спаи замыкаются через тело, температуру которого измеряют, поэтому термопару можно использовать для измерения температуры только электропроводящих твердых тел.

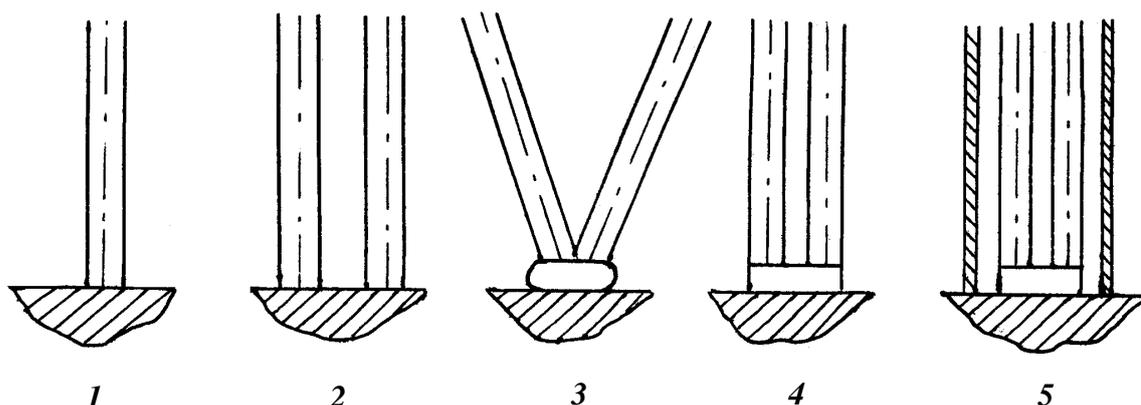
Двухэлектродная термопара со спаем и пятачковые термопары применяются для измерения температуры любых тел.

Пятачковые термопары измеряют результирующую температуру на верхней поверхности пятачка, отличающуюся от температуры на площадке контакта, которая в свою очередь отличается от неискаженной температуры тела.

Двухэлектродная термопара со спаем измеряет температуру в точке разветвления термоэлектродов. Поэтому к погрешности измерения, связанной с искажающим температурным полем в теле, добавляется погрешность, обусловленная градиентом температуры по длине спаи. В общем случае погрешность измерения в такой термопаре уменьшается при переходе от большего диаметра к меньшему и при увеличении площади контакта с телом, температуру которого измеряют.

В промышленности очень широко применяются термопары в герметичном металлическом чехле, который предохраняет термопару от механических повреждений. С целью снижения стоимости больших заводских устройств, в которых многие сотни термопар подключены к центральной системе обработки информации, термопары применяются совместно с "удлинительными" и "компенсационными" проводами. Эти провода включаются между системой обработки и той точкой вблизи конкретной машины, где

температура начинает отличаться от комнатной. В случае недефицитных материалов удлинительные провода изготавливаются из того же материала, что и термопара, для работы с которой они предназначены, однако требования к свойствам проволок в этом случае гораздо менее строже. В других случаях подбирают провода, которые в паре с термоэлектродом имеют нулевую ЭДС (поэлектродная компенсация) или так, чтобы номинальная статистическая характеристика удлинительных проводов отвечала в заданном интервале температур (до 100°C) аналогичной характеристике



термопреобразователя (суммарная компенсация). Иначе в местах спаев свободных концов термопреобразователя с соединительными проводами образуется "паразитная" ЭДС.

Рисунок 4 - Термопары, применяемые для измерения температуры поверхности твердых тел: 1 - одноэлектродная; 2 - двухэлектродная без спая; 3 - двухэлектродная со спаем; 4 - пяточковая; 5 - пяточковая с трубкой.

Необходимо соблюдать полярность при присоединении, иначе при измерениях возникает погрешность, равная удвоенной величине той погрешности, от которой хотели бы избавиться, применяя удлинительные провода. Во-избежании этих ошибок промышленностью выпускается комплектованный (двужильный) провод с различным цветом оболочек или с пометкой положительного термоэлектрода.

Например, для платиновых термопар в качестве удлинительных проводов применяется медь (+), имеющая красный или розовый цвет оболочки, и сплав ТП, т.е. 99,4% Cu и 0,6% Ni (-), цвет оболочки - зеленый. Для термопары ХА - медь (+) и константан (-), 60% Cu и 40% Ni, последний имеет коричневую оболочку.

7. Изготовление термопары

Выбор проводов для изготовления термопары определяется стоимостью, назначением (техническая, лабораторная), пределами измерения температур, точностью измерения, точностью вторичных приборов и т.д. Термоэлектроды из благородных металлов изготавливают обычно диаметром 0,2-0,5 мм, а для обычных металлов от 0,2 до 3,5 мм. Длина термоэлектродов

выбирается в зависимости от условий ее установки, в пределах 500-3000 мм. Сопротивление термоэлектродов стандартных термопар из неблагородных металлов составляет 0,13-0,18 Ом на 1 м длины (в оба конца), для платинородий-платиновых термопар 1,5-1,6 Ом на 1 м. Допустимые отклонения термо-ЭДС от градуировочных для неблагородных термопар $\pm 1\%$; для платинородий-платиновых $\pm 0,3 - 0,35\%$.

На точность измерения температуры с помощью термопары существенное влияние оказывает предварительная термообработка термоэлектродов, так как проволока обычно неоднородна по длине как по составу, так и по структуре. Поэтому проволоку для термопар предварительно отжигают. Отжиг ведут при температуре темно-красного каления, в течение 20-30 минут. Изготовление термопары заключается в следующем.

Проволоку из разных материалов (длиной 0,5-1 м) прикладывают друг к другу, концы, подлежащие свариванию, слегка закручивают. Оба провода тщательно изолируют друг от друга. В качестве изоляционного материала в промышленных термопарах применяются двухканальные фарфоровые или корундовые трубки, которые можно применять до 1000-1500°C. Приготовленная таким образом термопара присоединяется к одной из клемм автотрансформатора. К другой клемме присоединяется медный провод, присоединенный одним концом к емкости с порошком графита (рисунок 5).

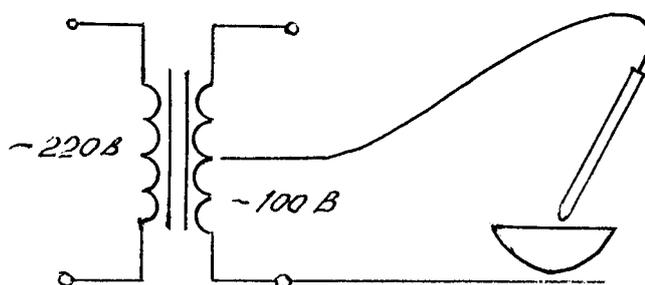


Рисунок 5 - Схема сварки термоэлектродов

Сваривание производится осторожным приближением скрученного конца термопары к графитовому порошку так, чтобы образовалась незначительная дуга. В месте сварки образуется спай (королек). Диаметр короляка должен быть чуть больше или равен сумме диаметров свариваемых проводов. Сваривание проводов из платины и других благородных металлов и их сплавов производят в пламени газовой горелки с кислородным дутьем.

Для присоединения термопары к измерительной аппаратуре к свободным концам термоэлектродов припаивают медные многожильные провода. Места спаев термопарных проводов с медными проводами называются холодными спаями. При работе холодный спай термостатируется помещением в сосуд Дьюара, либо подключается к компенсационным коробкам.

Существует несколько видов термопар: простая, дифференциальная и комбинированная. Дифференциальная термопара (ДТ) состоит из двух одинаковых термопар, включенных навстречу друг другу. При нагревании рабочих спаев такой термопары, возникающие в ней термоэлектрические ЭДС направлены навстречу друг другу и, если они равны, то будут взаимно компенсироваться. Комбинированная термопара отличается от ДТ тем, что в ней одна из простых термопар, составляющая ДТ, используется для одновременного измерения температуры образца.

8. Градуировка термопары

Теоретически рассчитать величину термо-ЭДС (E_{AB}) термопары довольно трудно, тем не менее, известно, что для многих пар металлов в очень широких интервалах температур (несколько сотен градусов) E_{AB} достаточно точно аппроксимируется квадратичной функцией температуры:

$$E_{AB} = a + b \cdot t + c \cdot t^2 \quad (3)$$

где: E_{AB} - термо-ЭДС термопары в мВ; а, в, с - эмпирические коэффициенты; t - температура, °С

или для линейной зависимости: $E_{AB} = bt + c \quad (4).$

Исходя из (3) достаточно определить E_{AB} только при трех температурах, чтобы получить полную градуировку в заданном интервале температур, а для линейной зависимости - по двум точкам (4).

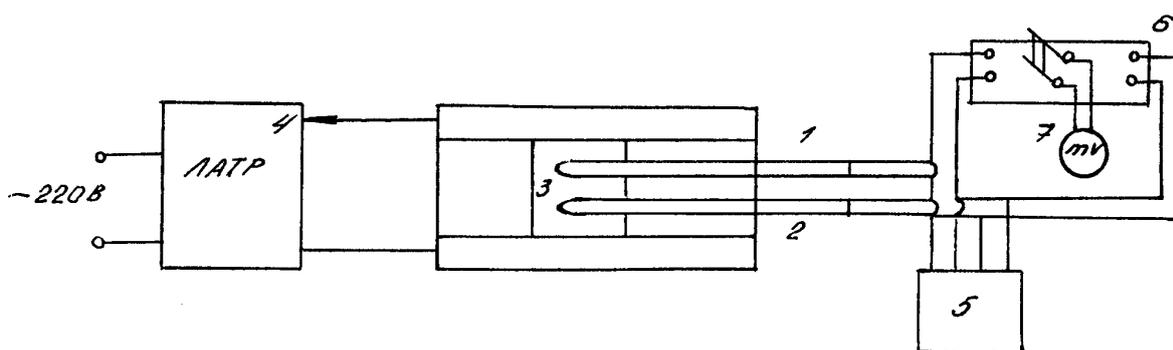


Рисунок 6 - Схема установки для проверки термопар в электрической трубчатой печи: 1 - Образцовая термопара; 2 - проверяемая термопара; 3 - металлический блок; 4 - автотрансформатор; 5 - термостат; 6 - переключатель; 7 - потенциометр (милливольтметр)

Проверка и градуировка термопар производится, как правило, двумя способами: путем сравнения показаний проверяемых термопар с показателями образцовой термопары и по постоянным температурным точкам плавления (затвердевания) и кипения химически чистых веществ.

В первом случае проверку термопар до температуры порядка 1500 °С проводят в электрической трубчатой печи по образцовой платинородий-платиновой термопаре. В процессе градуировки температура свободных концов термопар поддерживается постоянной и равной 0°С при помощи термостата с тающим льдом.

Измерение термо-ЭДС образцовой и проверяемой термопар производится посредством лабораторного или переносного потенциометра, либо милливольтметром с классом точности 0,2 (рис. 6).

При проведении градуировки измерение термо-ЭДС производят через каждые 20-40 °С, начиная с комнатной температуры до верхнего предела регулировки (около 1000 °С). Подъем температуры в печи ведут со скоростью 2-10 °С /мин.

При помощи образцовой термопары, используя градуировочные таблицы 5-7, определяют температуру печи в данный момент времени. В этот же момент производят переключение термопар переключателем 6 и определяют термо-ЭДС проверяемой термопары. Полученные результаты измерений заносятся в таблицу 3.

Таблица 3

Эталонная термопара, ПП		Экспериментальная термопара, ХА		
<i>mB</i>	<i>t, °C</i>	<i>mB</i> эксп.	ΔmB	Примечание
0,115	20	0,80		
0,237	40	1,61		
0,366	60	2,44		
0,500	80	3,26		

Перед проведением работы заполняются 1,2 и 4 графы из таблицы. Остальные графы заполняются в процессе проведения работы (или вычисляются после проведения замеров).

Замеры проводятся через 10 или 20 °С. Результатом является градуировка милливольтметра по температуре, если шкала в милливольттах, либо вычисление ошибки, если шкала милливольтметра проградуирована в °С.

По трем температурам, взятым в различных частях температурного интервала (исследуемого) находится аналитическое уравнение, соответствующее уравнению 3 или 4.

По данным таблицы и найденному аналитическому выражению строятся графические зависимости термо-ЭДС от температуры.

Для пересчета на температуру холодного спая отличную от нуля необходимо построить график термо-ЭДС $=f(t^{\circ}, C)$ при температуре °С (для соответствующей термопары) и перенести его параллельно до точки пересечения его с осью абсцисс равной температуре холодного конца, либо воспользоваться формулой (5):

$$E_{t,t'} = E_{t_0,t'} - E_{t,0} \quad (5),$$

где: $E_{t,t'}$ - ЭДС термопары при температуре холодного спая - t ;

$E_{t,0}$ - ЭДС термопары при температуре холодного спая 0 °С, горячего при температуре t ;

$E_{t_0,t'}$ - ЭДС термопары при температуре t' .

Пример: Определить ЭДС (E_t) ХА-термопары при 200 °С, холодный конец которой находится при 30 °С.

Воспользуемся таблицей 7, которая составлена для термопары с холодным концом при 20 °С. Определяем значение термо-ЭДС для 30 °С.

$E_{30} = 0,4$ мВ. Находим значение $E_{200} = 7,33$ мВ по данным, определяемым $E_{200,30} = 7,33 - 0,4 = 6,93$ мВ.

В диапазоне температур $1000-3000$ °С в качестве эталонного прибора применяют оптический пирометр. В этом случае градуировка отличается значительно большей трудностью и меньшей точностью. При этом градуируемая термопара должна быть введена в полость, представляющую собой модель абсолютно черного тела (температура его измеряется пирометром), и должна достичь термического равновесия с ней.

Проведение градуировки термопары описанным способом требует наличия эталонной термопары или пирометра, что не всегда удобно, поэтому часто пользуются градуировкой термопары по реперным точкам. Суть способа заключается в том, что термопара помещается в тигель с веществом, у которого точно известна температура плавления. Вся система нагревается до температуры плавления вещества, которая определяется по постоянству ЭДС термопары. В таблице 4 приведены вещества, применяемые для калибровки термопар.

Таблица 4. - Реперные точки для калибровки термопар

Вещество	Точка	Температура, °С
Лед	плавление	0,000
Натрий хромовокислый	фазовый переход	19,525
Натрий сернокислый	фазовый переход	32,384
Нафтиламин	плавление	50,0
Индий	плавление	156,63
Олово	плавление	321,97
Свинец	плавление	327,50
Цинк	плавление	419,58
Алюминий	плавление	660,37
Натрий хлористый	плавление	800,4
Серебро	кристаллизация	960,5
Литий кремнекислый	плавление	1202
Платина	плавление	1755

8. Вопросы к лабораторной работе

1. Какие методы измерения температуры используются при термообработке силикатов?
2. Что представляет собой термопара, как она обозначается на схеме?
3. Применение термопар.
4. Какие материалы используются для изготовления термопар?
5. Особенности термопары из благородных металлов (обозначение, интервал измеряемых температур, среды, в которых могут применяться)?
6. Как получить спай для термопары из благородных и неблагородных металлов?
7. Как производится градуировка термопары? (изложить методику)

9. Программа работы

1. Ознакомиться с описанием работы. Уяснить устройство и принцип работы оптического пирометра.
2. Изготовить термопару.
3. Одним из описанных способов (по указанию преподавателя) произвести градуировку термопары (результаты наблюдений занести в таблицу 3)
4. На основании экспериментальных данных найти численные коэффициенты для уравнений 3 и 4, задавшись двумя или тремя производными.
5. Построить графические зависимости термо ЭДС от температуры по данным эксперимента и на основании уравнения /3/.
6. Выводы.

Градуировочные таблицы для термопар

Таблица 5

Хромель-копелевая гр. ХК

Свободные концы при 20°C

°C	0°	10°	20°	30°	40°	50°	60°	70°	80°	90°	°C	На 1°C среднее значение, мВ
	МИЛЛИВОЛЬТЫ											
0	-	-	0	0,67	1,35	2,04	2,74	3,45	4,17	4,90	0	0,047
100	5,64	6,38	7,12	7,87	8,62	9,38	10,15	10,93	11,72	12,53	100	0,077
200	13,34	14,16	14,98	15,80	16,63	17,45	18,28	19,11	19,93	20,76	200	0,082
300	21,59	22,43	23,28	24,13	24,99	25,84	26,70	27,57	28,44	29,30	300	0,086
400	30,17	31,03	31,90	32,76	33,63	34,50	35,36	36,23	37,10	37,97	400	0,087
500	38,84	39,71	40,59	41,47	42,35	43,23	44,12	45,01	45,90	46,79	500	0,088
600	47,69	48,58	49,45	50,33	51,20	52,08	52,95	53,82	54,70	55,57	600	0,088
700	56,44	57,31	58,18	59,04	59,91	60,78	61,64	62,50	63,37	64,23	700	0,087
800	65,09											

Таблица 6.
Свободные концы при 20°C

Платинородий-платина гр. III

°C	М И Л И М Е Т Р Ы										°C	На 1°C среднее значение мм
	0°	10°	20°	30°	40°	50°	60°	70°	80°	90°		
0	-	-	0	0,061	0,122	0,186	0,251	0,317	0,385	0,454	0	0,005
100	0,525	0,597	0,671	0,746	0,822	0,899	0,978	1,058	1,139	1,222	100	0,0077
200	1,306	1,393	1,481	1,569	1,657	1,746	1,835	1,925	2,015	2,105	200	0,0089
300	2,196	2,287	2,379	2,471	2,563	2,658	2,751	2,845	2,939	3,034	300	0,0093
400	3,129	3,224	3,320	3,416	3,512	3,608	3,704	3,801	3,899	3,997	400	0,0096
500	4,096	4,196	4,295	4,394	4,494	4,594	4,645	4,796	4,847	4,996	500	0,0100
600	5,099	5,201	5,304	5,407	5,510	5,613	5,717	5,821	5,926	6,031	600	0,0104
700	6,136	6,241	6,347	6,453	6,560	6,667	6,774	6,881	6,989	7,099	700	0,0107
800	7,208	7,317	7,426	7,536	7,646	7,756	7,867	7,978	8,090	8,202	800	0,0110
900	8,314	8,426	8,539	8,652	8,766	8,880	8,994	9,108	9,223	9,338	900	0,0113
1000	9,454	9,570	9,686	9,806	9,921	10,038	10,156	10,274	10,392	10,511	1000	0,0120
1100	10,630	10,749	10,869	10,989	11,109	11,230	11,351	11,472	11,594	11,716	1100	0,0121
1200	11,839	11,959	12,079	12,200	12,320	12,440	12,560	12,680	12,801	12,923	1200	0,0120
1300	13,043	13,164	13,284	13,405	13,525	13,645	13,765	13,885	14,006	14,126	1300	0,0120
1400	14,246	14,366	14,486	14,607	14,727	14,847	14,967	15,087	15,208	15,328	1400	0,0120
1500	15,448	15,568	15,689	15,810	15,930	16,050	16,170	16,290	16,411	16,531	1500	0,0120

Таблица 7

Свободные концы при 20°C

Хромель-алюмелевая гр. ХА

°C	0°	10°	20°	30°	40°	50°	60°	70°	80°	90°	C°	Среднее значение на 1°C, мВ
	МиллиВольты											
0	-	-	0	0,40	0,81	1,22	1,63	2,05	2,46	2,88	0	0,028
100	3,30	3,71	4,12	4,53	4,93	5,33	5,73	6,13	6,53	6,93	100	0,04
200	7,33	7,74	8,14	8,54	8,95	9,40	9,80	10,20	10,60	11,00	200	0,041
300	11,40	11,80	12,20	12,70	13,10	13,50	13,90	14,30	14,80	15,20	300	0,042
400	15,60	16,00	16,40	16,90	17,30	17,70	18,20	18,60	19,00	19,40	400	0,043
500	19,90	20,30	20,70	21,10	21,60	22,00	22,40	22,80	23,30	23,70	500	0,042
600	24,10	24,50	25,00	25,40	25,80	26,20	26,70	27,10	27,50	27,90	600	0,042
700	28,30	28,80	29,20	29,60	30,00	30,40	30,90	31,30	31,70	32,10	700	0,042
800	32,50	32,90	33,30	33,70	34,10	34,50	35,00	35,40	35,80	36,20	800	0,041
900	36,60	37,00	37,40	37,80	38,20	38,60	39,00	39,30	39,70	40,10	900	0,041
1000	40,5	40,90	41,30	41,70	42,10	42,50	42,60	43,20	43,60	44,00	1000	

Измерение температуры в технологии силикатов

Методические указания к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсу «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов дневной формы обучения.

Составители: д.т.н. Хабас Т.А.
 д.т.н. Вакалова Т.В.