

# UME YÜKSEK SISAĞLIK ISILÇİFT KALİBRASYON ÖLÇÜM SİSTEMİ

**Narcisa Arifoviç**  
**Ahmet Diril**

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü PK. 54 41470 Gebze/KOCAELİ  
Tel: 0262 679 50 00  
E-Mail\*: [narcisa.arifovic@tubitak.gov.tr](mailto:narcisa.arifovic@tubitak.gov.tr)

## ÖZET

100 °C ile 1084 °C sıcaklık aralığında TÜBİTAK UME'de kurulmuş olan Isılçift Kalibrasyon ölçüm sisteminin 1084 °C olan üst limitini, 1325 °C'ye yükseltmiştir. Referans ısıçift ve pirometre kullanılarak yüksek sıcaklık fırının karakterizasyon ölçümleri yapılmıştır. Isılçiftin bu sıcaklık aralığındaki izlenebilirliği bakır (Cu) ve ötetik kobalt (Co-C) sabit nokta sıcaklıklarındaki kalibrasyonu ile sağlanacaktır. Son olarak sistem için belirsizlik hesabı yapılmıştır.

Anahtar sözcükler: Uluslararası Sıcaklık Ölçeği (ITS-90), izlenebilirlik zinciri, referans ısıçift, sabit nokta sıcaklık hücresi, ötetik sabit nokta sıcaklık hücresi, ölçüm belirsizliği

## 1.Giriş

Referans olarak kullanılan ısıçiftlerin birincil seviye kalibrasyonları Uluslararası sıcaklık ölçeği (ITS-90) [1] tarafından tanımlanan; İndiyum (156,5985 °C), Kalay (231,928 °C), Çinko (419,527 °C), Alüminyum (660,323 °C), Gümüş (961,78 °C), Altın (1064 °C) ve Bakır (1084,62 °C) sabit nokta sıcaklıklarında gerçekleştirilmektedir. Tekrarlanabilirlikleri iyi olan, ergime ya da donma faz geçiş sıcaklık platoları elde etmek için yüksek saflıkta metal ile doldurulan bu sabit nokta hücreleri, sıcaklık kaynakları olarak kullanılmaktadır. Bu sabit nokta sıcaklık kaynaklarının kullanımı ile ölçümlerde yüksek doğruluk ve izlenebilirlik sağlanır. ITS-90 da yüksek sıcaklık ölçeği; Gümüş (961,78 °C), Altın (1064 °C) ve Bakır (1084,62 °C) sabit nokta sıcaklıklarında pirometreler kullanılarak oluşturulur. Pirometreler uzaktan, cisimlerin yaydığı ışığa yolu ile sıcaklık ölçen termometrelerdir. ITS-90 da tanımlanan bakır sabit nokta sıcaklık değerlerinin üzerindeki sıcaklıklar için (1084 °C ve üzerindeki sıcaklıkları elde etmek için) Planck radyasyon kanununu kullanarak ekstrapolasyon yapılmaktadır. 1084,62 °C'nin üzerinde ITS-90 tarafından tanımlanan herhangi bir sabit nokta yer almamaktadır. Bu sıcaklık aralığı için son zamanlarda sıcaklık metrolojisinde karbon ile saf metal karışımlarından elde edilen ötetik olarak adlandırılan yeni tip sıcaklık sabit nokta araştırmaları yapılmaktadır.

ITS-90, 1084,62 °C ve üzerindeki sıcaklıklarda referans termometre olarak pirometrelerin kullanımını tavsiye etmesine rağmen, bu sıcaklık aralığında izlenebilirliği olmadığı halde yoğun olarak ısıçiftler kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda yapılan kontak ölçümlerinde platin bazlı referans ısıçiftler (S, R ve B tip) ile saf metallere oluşan ısıçiftler (Pt/Pd tip) kullanılır.

## 2.Sistem Karakterizasyon Ölçümleri ve Sonuçları

Yüksek sıcaklık üç bölgeyi Carbolite markalı fırın içerisine alümina bloğu [2] yerleştirdikten sonra UME yapımı S,R ve Platin-Paladyum tipi referans ısılıçiftler kullanılarak karakterize edilmiştir.(Şekil 1)



Şekil 1. Yüksek sıcaklık fırını ölçüm düzeneği

“Master-Slave” fırın ayarı için ölçüm sonuçları 10 cm için ısılıçiftler arasındaki sıcaklık farkı 0,3 °C - 0,5 °C iken 1 cm için ısılıçiftler arasındaki sıcaklık farkı 0,2 °C - 0,3 °C arasında ölçüldü. (Tablo 1.) R 02 nolu ısılıçift 75 cm daldırma derinliği için ölçülen sıcaklık değeri ile TSP2 radyasyon termometresi ile ölçülen sıcaklık değeri arasındaki fark 0,4 °C- 0,7 °C arasında ölçülmüştür.(Tablo 2.) Alümina blok içindeki sıcaklık farkı ise 0,3 °C olarak ölçüldü. (Tablo 3.)

Tarih	Daldırma Derinliği / cm	Isılıçift Seri No	Isılıçift Sıcaklık Değeri / °C	Fırın Merkezinden Isılıçiftler Arasındaki Sıcaklık farkı / °C	
				10 cm için	1 cm için
06.07.2011	65	S 03	956,3	0,3	0,03
	65	Pt/Pd 5	956,1	0,5	0,05
	75	R 02	956,6	-	0,20*
07.07.2011	65	S 03	959,3	0,3	0,03
	65	Pt/Pd 5	959,6	0,3	0,03
	75	R 02	959,6	-	0,30*
08.07.2011	65	S 03	956,5	0,2	0,02
	65	Pt/Pd 5	956,8	0,1	0,01
	75	R 02	956,7	-	0,30*
22.08.2011	75	R 02	959,9	1,7	0,17
23.08.2011	75	R 02	959,7	1,2	0,12

\*ölçülen değerleridir.

Tablo 1. “Master-Slave” Fırın Ayarı İçin Ölçüm Sonuçları

Tarih	R 02 Nolu Isılıçift Sıcaklık Değeri / °C	TSP2 Sıcaklık Değeri / °C	Sıcaklık farkı / °C
06.07.2011	956,6	956,0	0,6
07.07.2011	959,6	959,0	0,6
08.07.2011	956,7	956,0	0,7
22.08.2011	959,9	959,5	0,4
23.08.2011	959,7	959,4	0,3
24.08.2011	959,7	959,4	0,3

Tablo 2. “Master-Slave” Fırın Ayarı İçin 75 cm Daldırma Derinliği Ölçüm Sonuçları

Isılçift Daldırma Derinliği / cm	R 02 Nolu Isılçift Sıcaklık Değeri / °C	Blok içindeki Sıcaklık farkı / °C
75	960,9	
74	960,6	0,3
73	960,0	0,6

Tablo 3. Daldırma Derinliği Ölçüm Sonuçları

Sıcaklık gradiyenti değeri daha düşük seviyeye getirebilmek için fırın kontrol ünitesinin ayarları; "Master-Slave" ayar modundan "Ayrı bölgeler" moduna değiştirilmiştir. Fırın içerisindeki her üç ısıtılan bölgeye ait kontrol üniteleri, bağımsız olarak ayarlanarak karakterizasyon ölçümleri gerçekleştirilmiştir. 960 °C sıcaklığı için yapılan karakterizasyon, farklı set değerleri için gerçekleştirilmiştir. Fırın içerisindeki sıcaklık dağılımının değişimi referans ısılıçiftleri ile ölçülmüştür. (Tablo 4, Tablo 5 ve Tablo 6)

Tarih	Isılçift Daldırma Derinliği / cm	Isılçift Seri No	Isılçift Sıcaklık Değeri / °C	Fırın Merkezinden Isılçiftler Arasındaki Sıcaklık farkı / °C	
				10 cm için	1 cm için
08.07.2011 960-957-960 set	65	S 03	959,2	0,1	0,01
	65	Pt/Pd 5	959,5	0,4	0,04
	75	R 02	959,1	-	0,30*
09.07.2011 960-957-960 set	65	S 03	959,3	0,1	0,01
	65	Pt/Pd 5	959,5	0,3	0,03
	75	R 02	959,2	-	0,20*
09.09.2011 960-962-960 set	60	R 02	958,3	0,0	0,03
	60	S 03	958,3	0,0	0,03
15.09.2011 960-962-960 set	70	R 02	959,6	-	-
	60	S 03	960,3	0,7	0,07

\*ölçülen değerleridir.

Tablo 4. "Ayrı Bölgeler" Fırın Ayarı İçin Ölçüm Sonuçları

Tarih	R 02 Nolu Isılçift Sıcaklık Değeri / °C	TSP2 Sıcaklık Değeri / °C	Sıcaklık farkı / °C
08.09.2011 960-957-960 set	959,1	959	0,1
09.09.2011 960-957-960 set	959,2	959	0,2

Tablo 5. "Ayrı Bölgeler" Fırın Ayarı İçin Ölçüm Sonuçları

Isılçift Daldırma Derinliği / cm	Isılçift Sıcaklık Değeri / °C	Blok içindeki Sıcaklık farkı / °C
75	960,5	-
74	960,5	0,0
73	959,6	0,9

Tablo 6. "Ayrı bölgeler" Fırın Ayarı İçin Daldırma Derinliği Sonuçları

“Ayrı bölgeler” fırın ayarı için ölçüm sonuçları 10 cm için ısılıçiftler arasındaki sıcaklık farkı 0,3 °C iken 1 cm için ısılıçiftler arasındaki sıcaklık farkı 0,2 °C - 0,3 °C arasında ölçülmüştür. (Tablo 4.) R 02 nolu ısılıçift 75 cm daldırma derinliği için ölçülen sıcaklık değeri ile TSP2 radyasyon termometresi ile ölçülen sıcaklık değeri arasındaki fark 0,15 °C olarak ölçüldü.(Tablo 5.) Alümina blok içindeki sıcaklık farkı ise 0 °C olarak ölçüldü.(Tablo 6.)

Sonuç olarak; farklı ayar modu için, fırının sıcaklık dağılımı değişmiştir. “Master-Slave” ayarı için; R 02 nolu referans ısılıçift ile radyasyon termometre arasındaki en büyük sıcaklık farkı 0,6 °C olarak ölçüldü. “Ayrı Bölgeler” ayarı için bu değer 0,2 °C olduğu gözlemlendi. Referans ısılıçiftlerin arasındaki sıcaklık dağılımı ise “Master-Slave” ayarı için; 0,3 °C ile 0,5 °C arasında olduğu görüldü. “Ayrı Bölgeler” ayarı için bu değer 0,3 °C olduğu gözlemlendi. Bu durumda fırının içerisinde bulunan bloğun sıcaklık dağılımı “Master-Slave” ayarı için; 0,6 olurken , “Ayrı Bölgeler” ayarı için bu değer yaklaşık 0 °C olarak ölçüldü.

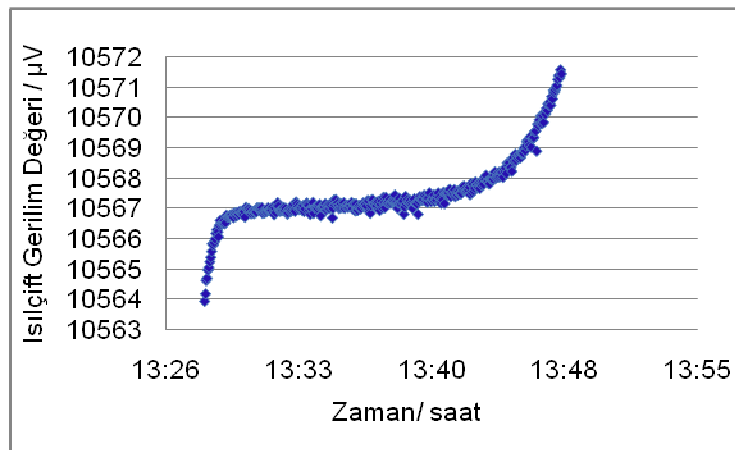
### 3. Referans ısılıçiftlerin İzlenebilirliği Bakır (Cu) ve Ötetik Kobalt (Co-C) Sabit Nokta ile Sağlanması

UME yapımı S ve R tipi Referans ısılıçiftlerin bakır ve kobalt-karbon sabit noktalarında ölçümleri alınmıştır. [3] Ölçümlerde referans S tipi ısılıçift (Seri No 06S05), R tipi ısılıçift (Seri No R02) ve kalibreli HP 34420 nanovoltmetre kullanılmıştır.

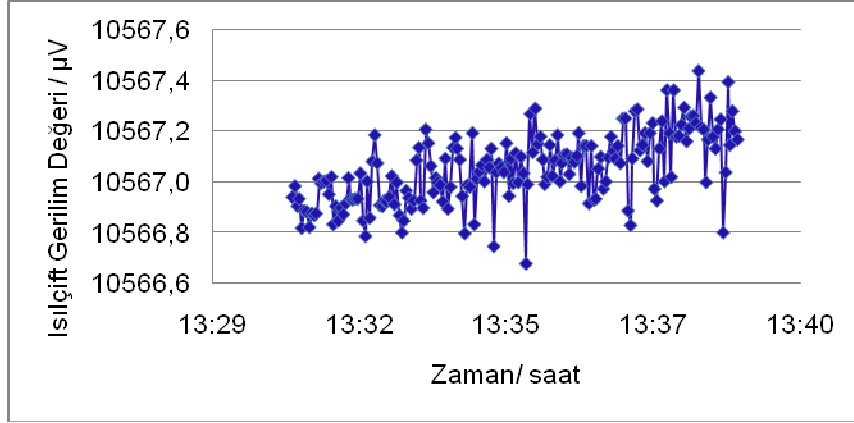
Sabit nokta hücrelerini fırına dikkatlice yerleştirdikten sonra fırın plato değerini 50 °C altındaki sıcaklığa kadar yaklaşık 10 °C/dk ayarlandı. Sabit nokta değerinin yaklaşık 10 °C altına giderek sıcaklığın kararlı olması sağlandı. Ergime platosu elde edebilmek için fırın set değeri ergime sıcaklığından yaklaşık 10 °C üstünde ayarlanarak hücre içindeki metal tamamen eritildi.(Şekil 2 ve Şekil 3). Ergime platosundaki termometre değerlerini kaydettikten sonra, sıcaklık kararlı oluncaya kadar beklendi. Fırının sıcaklığı donma platosunu elde edebilmek için plato değerinin yaklaşık 10 °C altına ayarlayarak yaklaşık 30-60 dakika sonra kontrol termometresinden donma platosu elde edildi. (Şekil 4.)

Bu işlemler gün içerisinde birkaç defa tekrarlanarak ölçümler alındı. Ergime ve donma noktası plato şekilleri mümkün olduğunca düz (plato şeklinde) olmasını, plato boyunca standart sapmanın düşük olması ve ergime ve donma değerlerinin birbirine yakın olması gerekmektedir. Daha iyi platolar elde etmek için, plato öncesi ve sonrası kararlı sıcaklık değerleri ve süreleri değiştirilerek en iyi değerler elde edildi.

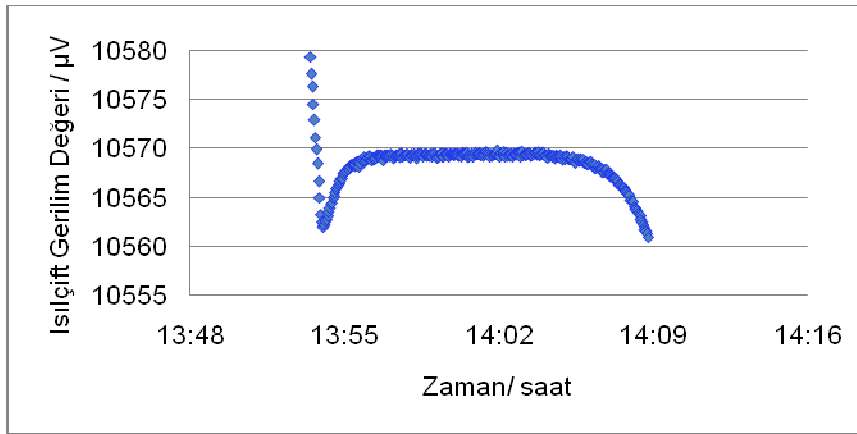
S tipi Seri Nolu 06S05 ısılıçift ile alınan Bakır (Cu) Sabit nokta ölçümleri Şekil 2, Şekil 3 ve Şekil 4'te yer almaktadır.



Şekil 2. 06S05 Nolu Referans ısılıçiftin Cu Ergime Plato Ölçümleri



Şekil 3. 06S05 Nolu Referans Isılçiftin Cu Ergime Plato Ölçümleri



Şekil 4. 06S05 Nolu Referans Isılçiftin Cu Donma Plato Ölçümleri

S tipi Seri Nolu 06S05 ısıçift ile alınan Bakır (Cu) Sabit nokta ölçüm sonuçları Tablo 7'de yer almaktadır.

Plato tipi	Plato No	Plato Süresi / min	Isılçift Gerilim Değeri (E) / $\mu\text{V}$	Isılçift Sapma Değeri ( $\Delta E$ ) / $^{\circ}\text{C}$	Belirsizlik / $^{\circ}\text{C}$
Ergime	1	14	10570,35	-0,38	1,0
Donma	1	18	10570,33	-0,38	1,0
Ergime	2	8,5	10567,05	-0,66	1,0
Donma	2	12	10567,48	-0,62	1,0
Ergime	1	10	10569,45	-0,45	1,0
Donma	1	13	10568,63	-0,52	1,0
Ergime	2	12	10569,21	-0,47	1,0
Donma	2	8	10569,33	-0,46	1,0

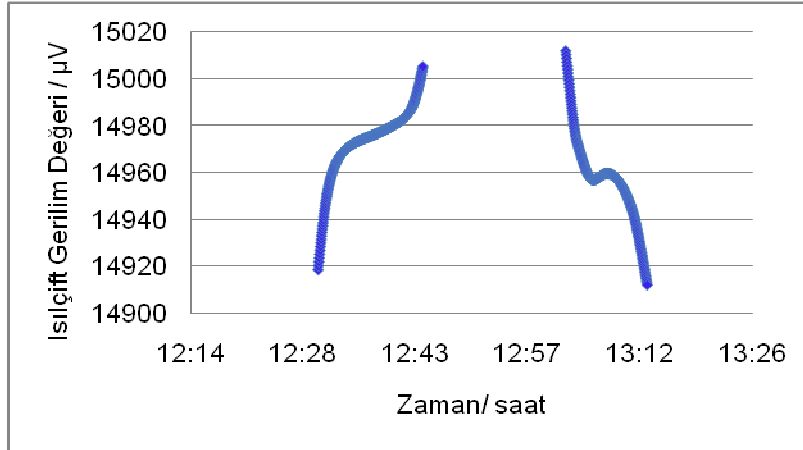
Tablo 7. 06S05 Nolu Referans Isılçiftin Ölçüm Sonuçları

11-CoC-2 seri nolu hücreyle R tipi R02 seri nolu ısıçift kullanılarak alınan 3 ergime platosu ölçüm sonuçları Tablo 8'de yer almaktadır.

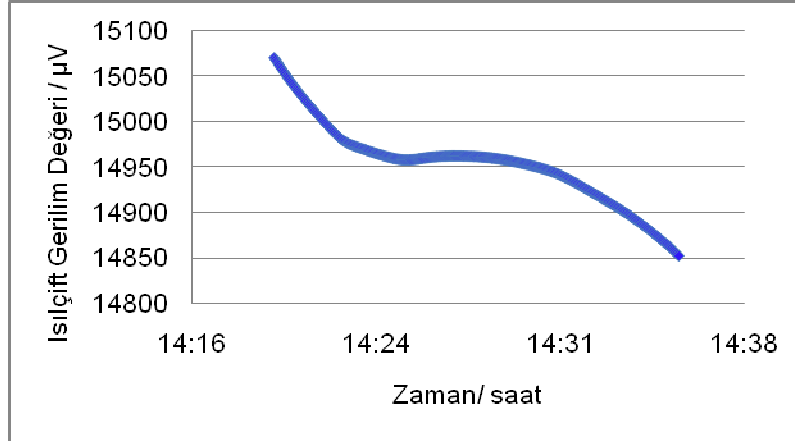
Plato tipi	Plato No	Plato Süresi / min	Emk / ( $\mu\text{V}$ )	Stdev (V)
Ergime	1	4,5	14919,8	7,25 E-7
Ergime	2	3	14924,3	6,32 E-7
Ergime	3	3	14924,6	6,19 E-7

Tablo 8. R02 Seri Nolu Referans Isılçiftin Ölçüm Sonuçları

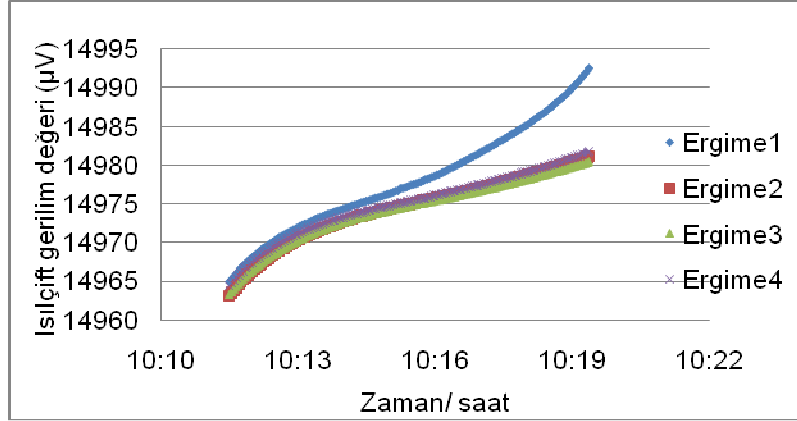
R tipi 3B Seri Nolu ısılıçift ile alınan 11-CoC-02 Kobalt Karbon (CoC) Sabit nokta ölçümleri Şekil 5, Şekil 6, ve Şekil 7'de yer almaktadır.



Şekil 5. 3B Nolu Referans Isılçiftin Co-C Ergime-Donma Plato Ölçümleri



Şekil 6. 3B Nolu Referans Isılçiftin Co-C Donma Plato Ölçümleri



Şekil 7. 3B Nolu Referans Isılçiftin Co-C Ergime Plato Ölçümleri

11-CoC-2 seri nolu hücreyle R tipi R02 seri nolu ısıılçift kullanılarak alınan 3 ergime platosu ölçüm sonuçları Tablo 9'da yer almaktadır.

Plato tipi	Plato No	Plato Süresi / min	Emk / ( $\mu\text{V}$ )	Stdev (V)
Donma	1	1	14961,0	9,63 E-8
Donma	2	1	14960,6	1,31 E-7
Donma	3	1	14959,6	1,20 E-7
Donma	4	1	14962,5	1,23 E-7

Tablo 9. R02 Seri Nolu Referans Isılçiftin Ölçüm Sonuçları

#### 4. Belirsizlik Hesabı

Isılçiftlerin 1325 °C'deki kalibrasyonları için ölçüm belirsizliklerini dört ana grupta toplayabiliriz:

- Sabit noktadan kaynaklanan belirsizlik
- Elektriksel ölçümlerden kaynaklanan belirsizlik
- Referans uç ve ortam şartlarından kaynaklanana belirsizlik
- Isılçiftin kendisinden kaynaklanan belirsizlik

Bu maddeler ışığında, R tipi ısıılçift ile gümüş sabit noktasında elde edilen ölçümlerin belirsizlik bütçesi tablo 10'da bulunabilir.

Belirsizlik Bileşenleri	Standart Belirsizlik / °C
<i>A tipi</i>	
İstatiksel dağılım	0,043
<i>B tipi</i>	
Referans Pirometre	0,753
Referans Isılçift Karakteristiği	0,445
Elektriksel Ölçümler	0,040
Kalibre Edilen Isılçift	0,191
Sıcaklık Kaynakları	0,283

<b>Bileşik Belirsizlik</b>	<b>0,9</b>
<b>Genişletilmiş Belirsizlik</b>	<b>1,8</b>

Tablo 10. Belirsizlik bileşenleri ve değerleri

## 5. Sonuç

TÜBİTAK UME'deki referans ısılıçift kalibrasyonlarının gerçekleştirildiği 100 °C ile 1084 °C sıcaklık aralığında kalibrasyon ölçüm sisteminin, 1084 °C olan üst limitini 1325 °C'ye yükselterek laboratuvarın ölçüm kabiliyetleri geliştirildi. Ayrıca bu sistem için 1325 °C'ye kadar CMC belirsizlik değeri 1,8 °C olarak hesaplandı.

## 5.REFERANSLAR

- [1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia*, vol.27,pp.3-10, 1990
- [2] M. Astrua, M. Battuello and F Girard, Facility for the calibration of Pt/Pd thermocouples in the temperature range from 960 °C to 1500 °C" *Meas. Sci. Technol.* 17, pp. 2186–2190, 2006
- [3] F. Edler and A.C. Baratto, A cobalt-carbon fixed point for the calibration of contact thermometers at temperature above 1100 °C, *Metrologia*, 2005, 42:201-207
- [4] Daniel D. Pollock, "Thermocouples Theory and Properties", *CRC press*, pp 137-139

## ÖZGEÇMİŞ

### Narcisa ARİFOVİÇ

Çukurova Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünü'nden 1997 yılında mezun olmuştur. 2002 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsünde "Platin Paladyum ısılıçiftlerde Tavlama Sıcaklığının ısılıçiftin Safsızlık Ve Homojenliğine Etkisini Araştırılarak Referans Fonksiyon Teklifi" adlı tez çalışması ile Yüksek Fizikçi ünvanını almıştır. 1997 yılı itibarıyla TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Sıcaklık Standartları Laboratuvarında Kontak sıcaklık ölçüm sistemleri ve ölçümlerde kullanılan cihazlar üzerine çalışmaktadır. Her türlü sıcaklık ölçüm cihazları: referans standart ve endüstriyel platin direnç termometreleri, referans ısılıçift (R,S,Platin / Paladyum, Altın / Platin tipi) ve nikel-bazlı endüstriyel ısılıçiftler (K,J,T,E,N tipi), sayısal göstergeli termometreler, sıvı cam termometreleri ve termistörleri ve sıcaklık kaynak (sıvı banyolar, kabinleri, kuru fırınları, etüv) karakterizasyon, kalibrasyon, elektriksel ölçüm düzenekleri ve belirsizlik hesaplamaları konularında çalışmalar yapmaktadır. Ayrıca bu konularda Uluslararası ve Ulusal Sıcaklık Eğitimleri vermektedir.

Birincil seviye sıcaklık ölçümlerinde kullanılmak üzere sıcaklık sabit nokta hücre tasarımı, yapımı, geliştirilmesi, karakterizasyonu ve belirsizlik hesaplamaları ve Referans ısılıçift (R,S,Platin / Paladyum, Altın / Platin tipi) tasarımı, yapımı, geliştirilmesi, eğitim verilmesi, karakterizasyonu ve belirsizlik hesaplamaları konularında çalışmalar yapmaktadır. BIPM anahtar karşılaştırma veritabanı (KCDB) Ek C yayımlanmış olan Sıcaklık Laboratuvarı kalibrasyon ve ölçüm yetenekleri (CMC) hazırlanmaktadır. İzlenebilir Yüksek Sıcaklık ısılıçift Ölçüm Sisteminin kurulması konusunda çalışmalar yapmaktadır. Bu konularda uluslar arası projelerde de katılmaktadır.

Isılıçift Laboratuvarlararası karşılaştırmaların TS/EN ISO 17025 ve ISO 17043 Standardlarına uygun olarak düzenlenmesi, denetlenmesi ve değerlendirilmesi konusunda çalışmaktadır.



**Dr. Ahmet DİRİL**

Bilkent Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü'nden 1998 yılında mezun olmuştur. Yüksek lisansını, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü'nde 2002 yılında tamamlamış, aynı bölümden 2010 yılında doktora derecesini almıştır.

1998-1999 yılları arasında Bilkent Üniversitesi Fizik Bölümü'nde asistanlık yapmış 1999 yılında TÜBİTAK UME Radyasyon Sıcaklığı Laboratuvarı'nda göreve başlamıştır. Radyasyon Sıcaklığı Laboratuvarı'nda Radyasyon Sıcaklığı Ölçeğinin ITS-90 Uluslararası Sıcaklık Ölçeği'ne uygun olarak oluşturulması kapsamındaki referans düzeydeki tüm ölçümlerin gerçekleştirilmesi, radyasyon sıcaklığı ölçümleri, tayfsal tepki ölçümleri, doğrusallık ölçümleri, kaynak büyüklüğü etkisi ölçümleri, sabit nokta ölçümleri, radyasyon termometresi kalibrasyonu, belirsizlik hesaplamaları, termal kameraların sıcaklık kalibrasyonları, siyah cisim kalibrasyonları, yüksek sıcaklık ötetik sabit nokta yapımı ve ısı çift ölçümlerine uygun ötetik sabit nokta yapımı konularında çalışmalar yapmaktadır. Radyasyon Sıcaklığı Laboratuvarı'nın uluslararası izlenebilirliğini sağlamak için düzenlenen uluslar arası karşılaştırmalara TÜBİTAK UME adına katılmıştır. Radyasyon sıcaklığı laboratuvarının çalışma alanlarında endüstrinin ihtiyaç duyduğu eğitim ve danışmanlık hizmetleri vermiştir.