

ISILÇİFT KALİBRASYONLARINDA HİSTEREZİS ETKİSİNİN ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİNE KATKISI

Melda PATAN ALPER
Ahmet T. İNCE
Maria AIORDACHIOAIEI
Berfu NACAR

ÖZET

Termokupllar (ısılçiftler), geniş ölçüm aralıkları ve yüksek sıcaklık ölçüm kabiliyetleri nedeniyle endüstride yaygın olarak kullanılan termoelektrik sensörlerdir. Isılçiftler ile yapılan ölçümlerde histerezis etkisi ölçüm belirsizliğini etkileyen önemli parametrelerden biridir. Araştırmalar göstermektedir ki bazı mekanik işlemlerle histerezis etkisi azaltılabilir ve böylelikle ölçüm belirsizliği düşürülebilir. Bu çalışmada 200...+1000 °C sıcaklık aralığında S tipi (soy metal) ısılçiftlere bu mekanik işlemlerden biri olan tavlama işlemi uygulandı ve tavlama işleminin ölçüm belirsizliği bütçesine olan etkisi araştırıldı.

Anahtar Kelimeler: Isılçift, Histerezis, Tavlama

ABSTRACT

Thermocouples are thermoelectric sensors commonly used in the industry due to their wide measuring range and high temperature measurement capabilities. Hysteresis effect in thermocouples is one of the important factors affecting the uncertainty of measurement. Research has shown that the effect of hysteresis can be reduced by certain mechanical procedures, thereby reducing measurement uncertainty. In this study, annealing process, which is one of these mechanical processes, was applied to S type (noble metal) thermocouples in the temperature range of 200 ... + 1000 ° C and the contribution of annealing to the measurement uncertainty budget was investigated.

Key Words: Thermocouple, Hysteresis, Annealing

1. GİRİŞ

Termokupllar -200°C'den +2320°C'ye kadar geniş ölçüm aralığına sahip sıcaklık sensörleridir. Geniş ölçüm aralıkları, düşük maliyeti, dayanıklılıkları, kullanım ömrünün uzun olması sebebiyle demir-çelik endüstrisinden, kimya sanayine, nükleer santrallerden, ilaç endüstrisine kadar geniş kullanım alanına sahiptir. Kullanımı en basit sıcaklık sensörleridir, yaygın olarak yüksek sıcaklık ölçümlerinde kullanılırlar. Isılçiftlerin uçları birbiri üzerine dolanmış, farklı metallere (alaşım) iki telden oluşur. Birbirine dolanmış burulu uçlar ısındığında sıcaklığa bağlı bir gerilim doğar. Kaynak noktası sıcak nokta (ölçüm noktası), açık iki uç soğuk nokta (referans noktası) olarak adlandırılır. Tellerin açık uçları, elektrik gerilimi farkını ölçmeye yarayan bir aygıt olan duyarlı bir voltmetreye bağlıdır. Termokupllar 3 ana grupta incelenir.

1. Asil Metal Termokupllar (S, R, B)
2. Baz Metal Termokupllar (N, K, E, T)
3. Refrakter Metal Termokupllar (C, G, D)

Asil metal olan birinci grup S, R ve B tipi termokupllar genellikle kalibrasyon işlemlerinde referans olarak kullanılmaktadırlar [1-4]. Özellikle yüksek sıcaklık ölçümlerinde ihtiyaç duyulan ısılçiftlerin

avantajlarının yanısıra ölçümlerde histerezis etkisinin direnç termometrelere göre yüksek olması dezavantaj olabilmektedir. Termoelektrik histerezis, termokupl kalibrasyonlarında ölçüm belirsizliğini etkileyen önemli parametrelerden biridir. Histerezis, termokupulların performansını doğrudan etkiler, maruz kalınan sıcaklık değişimleri termokupulların kristal yapısında kaçınılmaz şekilde değişiklik meydana getirir, bu da kalibrasyon süresince yukarı ve aşağı döngülerde alınan ölçümler arasında farklılığa sebep olur. Bu düzensizlik olayı genellikle 200 °C ile 600 °C arasında meydana gelir [5-11]. Termokupulların kristal yapılarındaki bu deformasyonun tavlama işlemi ile onarabileceğini biliyoruz [12]. Tavlamanın termokupullar üzerindeki etkisi üzerine çeşitli çalışmalar yapılmış olmasına rağmen genel olarak, tavlama işlemi iki farklı sıcaklıkta, 450 °C ve 1000 °C'de yapılmaktadır [13-17]. Bu çalışmanın amacı, tavlama işlemi yapılan termokupullarda histerezis değişimi ve histerezisin ölçüm belirsizliğine olan katkısını araştırmaktır.

2. CİHAZLAR

Deney düzeneğinde doğrusal gradyan Carbolite TZF 3 bölgesi tel sargılı boru fırın (Model: TZF12 / 100/900 Seri No: 20-400710), İki özdeş S Tipi termokupl Platin / % 10 Rodyum-Platin, 4.8 mm çapta 210 mm uzunlukta (Fluke, Model: 5650 Seri Numarası: 9294 ve 10112) kullanılmıştır. Veriler 8.5 basamaklı multimetreden elde edilmiştir (Fluke, Model: 8508A Seri Numarası: 860948247). Tüm sıcaklık kalibrasyonlarında olduğu gibi, bu çalışmada da kararlı, homojen bir ısı kaynağı ölçümlerin en önemli unsurudur. Çalışmalara başlamadan önce fırının sıcaklık profili yani homojenliği ve stabilitesinin etkisini belirlemek için dikkatli bir değerlendirme yapılmıştır. Bu analiz sonucuna göre fırının ideal bölgesi seçilerek, ölçümlerin tümü bu bölgede gerçekleştirilmiştir. Tablo 1'de fırının stabilite ve homojenite değerleri verilmektedir, bu değerler ölçüm belirsizliği hesaplarında değerlendirmeye katılmıştır.

Tablo 1. Carbolite TZF 3 bölgelifırın stabilite ve homojenite değerleri

Ölçüm Bölgesi	Stabilite/°C	Homojenite/°C
200-500 °C arası	0.05	0.6
500-800 °C arası	0.07	0.8
800-1000 °C arası	0.10	1.2

3. METOT VE ÖLÇÜMLER

S tipi termokupullar multimetre ile bağlantı noktasında, ortam sıcaklığı nedeniyle meydana gelen potansiyel fark (emf) 0 °C buz noktası kullanılarak ortadan kaldırılır. Multimetreye bağlanan termokupullar fırının içine yatay olarak yerleştirilmiş ve çalışma boyunca tam olarak aynı pozisyonda tutulmuştur. Tavlama işleminden önce, termokupulların ölçümü iki aşamalı bir döngüde gerçekleştirilmiştir, ilk ölçümler **ısıtma** olarak adlandırılmış 200 °C'den 1000 °C'ye (düşük sıcaklıktan yüksek sıcaklığa) ve **soğutma** sürecinde ise 1000 °C'den 200 °C'ye (yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa) gerçekleştirilmiştir. Yukarı ve aşağı yönlü 2 setten oluşan bir döngü (1. set yukarı yönlü alınan ölçümler, 2.set aşağı yönlü alınan ölçümler) aynı sıcaklıklarda 200, 400, 600, 800, ve 1000 °C'de gerçekleştirilmiştir. Her ölçüm noktası için 10 sn aralıklarla en az 20 değer alınmıştır. Belirtilen işlemler tavlama işlemi öncesi gerçekleştirilmiştir.

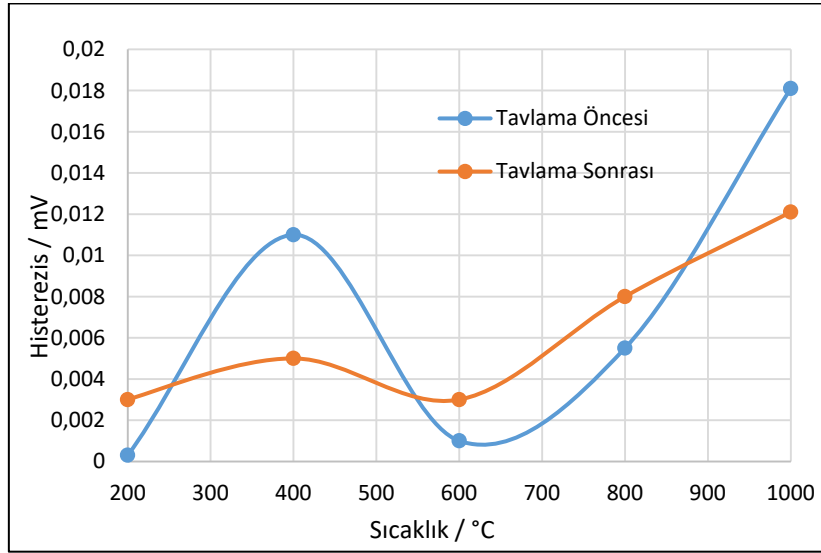
İlk döngü tamamlandıktan sonra her iki termokupulda 1100 °C'ye ayarlanan fırında, fırın termal dengeye ulaştığında yavaşça 50 cm'lik termokupl uzunluğu boyunca fırına yerleştirildi ve 4 saat süreyle ısıtma işlemi tabii tutuldu, 4 saatlik işlem bittiğinde fırın kapatılarak oda sıcaklığına kendi kendine ulaşması için bekletildi, bu sırada termokupullar fırın içinde yavaş soğumaya bırakıldı. Fırının soğutma hızı, 300-1200 °C aralığında 50 °C / saat. Ölçümler tamamlandıktan yaklaşık 24 saat sonra, fırın tamamen ortam sıcaklığına ulaştığında ısılıçiftler fırından çıkarıldı ve buz noktası ölçümleri alındı. Buz noktası ölçümleri, ölçümler sırasında termokupullar için sıcaklıktaki herhangi bir değişikliğin olup olmadığını kontrol etmek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Tavlama işlemi sonrasında termokupullar yeniden yukarıda belirtilen şekilde ölçülmüştür, ilk aşamada ısıtma 200 °C'den 1000 °C'ye, ikinci işlem soğutma 1000 °C'den 200 °C'ye tekrarlanmıştır ve aynı ölçüm noktalarındaki sıcaklık farkları hesaplanmıştır. Her ölçüm noktasının ısıtma ve soğutma ölçümleri arasındaki sıcaklık farkları, histeresis değeri olarak varsayılmıştır. Elde edilen bu histerezis değerleri ölçüm belirsizliği hesabında kullanılarak, histerezisin

ölçüm belirsizliğine katkısı analiz edilmiştir. Bu değerlendirme tavlama öncesi ve sonrası tüm ölçümleri kapsamaktadır.

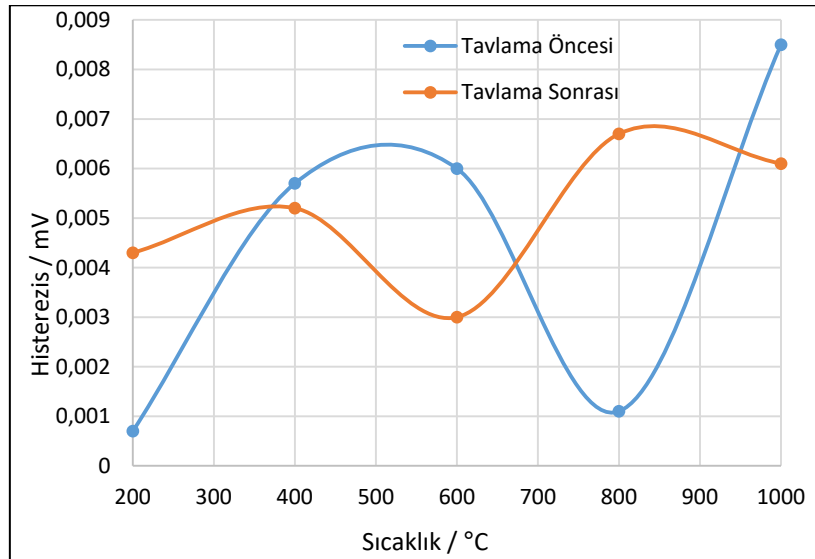
Termokuplların tavlama işleminden önce ve sonra ısıtma ve soğutma döngüsünde alınan ölçümler arasındaki fark yani histerezis değerleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Tavlama öncesi ve tavlama sonrası S tipi termokuplların histerezis değerleri

Sıcaklık (°C)	Tavlama Öncesi Isıtma-Soğuma (mV)	4 Saat Tavlama Sonrası (Isıtma-Soğuma) (mV)	Tavlama Öncesi Isıtma-Soğuma (mV)	4 Saat Tavlama Sonrası (Isıtma-Soğuma) (mV)
	Seri:9294	Seri:9294	Seri:10112	Seri:10112
200	0.001	0.003	0.0007	0.0043
400	0.011	0.005	0.0057	0.0052
600	0.001	0.003	0.0060	0.0030
800	0.006	0.008	0.0011	0.0067
1000	0.018	0.012	0.0085	0.0061



Şekil 1. 9294 seri numaralı S tipi termokupl sıcaklık histerezis değişim grafiği



Şekil 2. 10112 seri numaralı S tipi termokupl sıcaklık histerezis değişim grafiği

Çalışmanın ikinci aşaması ölçüm belirsizliği hesaplarını kapsar. Bu kısımda ölçümlere etki eden bütün belirsizlik parametreleri değerlendirilmiştir. Tablo 3'de 1000 °C de örnek olarak 9294 seri numaralı termokupla ait tavlama öncesi belirsizlik hesabı verilmiştir. Ölçümü etkileyen önemli parametrelerden histerezis etkisi de bu bütçede yerini almıştır ve sonuçlara olan etkisi analiz edilmiştir. Tavlama öncesi ve tavlama sonrası histerezis değerleri bütçeye ayrı ayrı yerleştirilmiştir ve ısılişlem sonrası toplam belirsizlikteki değişiklikler incelenmiştir. 1000°C'de her iki termokupla ait tavlama öncesi ve tavlama sonrasına ait genişletilmiş belirsizlik değerleri Tablo 4'te verilmiştir.

Tablo 3. 9294 seri numaralı S tipi termokuplun 1000 °C'de gerçekleştirilen ölçümüne ait ölçüm belirsizliği hesabı

Belirsizlik Kaynakları		Kısmi Belirsizlikler							
Belirsizlik Bileşeni	Tahmini Değer (°C)	Sembol	Tipi	Belirsizlik	İstatistiksel Dağılım	Hassasiyet Katsayısı (Duyarlılık)	Bölen	Standart Belirsizlik (°C)	Varyans (°C)
Referans Termometreden Okunan Değer	1000	t_s							
Referans Term. Drift (1 yıl)	0	δt_{RTD}	B	0.01 °C	Dikdörtgen	1	1.73	0.00578	33.4E-06
Referans Term. Belirsizliği	0	δt_{RU}	B	1.0 °C	Normal	1	2	0.5	0.25
Referans Term. Kararlılığı	0	δt_{RS}	A	0.00039 mV	Normal	100 °C/ mV	1	0.0325	1.06E-03
Multimetre 0-100mV bölgesi Belirsizlik	0	δV_{RG}	B	0.0025 mV	Normal	20 °C/ mV	2	0.025	625.0E-06
Multimetre Çözünürlük	0	δV_{RR}	B	0.00001 mV	Dikdörtgen	100 °C/ mV	1.73	5.78E-04	3.34E-07
Multimetre Kayma	0	δV_{RGD}	B	0.0037 mV	Dikdörtgen	20 °C/ mV	1.73	0.043	0.00185
Bağlantı Kablolarından Gelen Belirsizlik	0	δV_{XK}	B	0.0020 mV	Dikdörtgen	137°C/mV	1.73	0.158	0.025
İnhomojenite Testi	0	δV_{XI}	B	0.00102 mV	Dikdörtgen	137°C/mV	1.73	0.081	0.0065
Fırın Stabilite	0	δt_{FS}	A	0.1 °C	Normal	1	1	0.1	0.01
Fırın Homojenite	0	δt_{FH}	B	1.2 °C	Dikdörtgen	1	1.73	0.693	0.48
Delikler Arası Fark	0	δt_{FX}	B	0.5 °C	Dikdörtgen	1	1.73	0.289	0.083
Buz Noktası Belirsiz.	0	δt_{BN}	B	0.0044 °C	Normal	1	2	0.0022	4.84E-06
Test Çözünürlük	0	δV_{XR}	B	0.00001 mV	Dikdörtgen	20°C/mV	1.73	115.6E-06	13.4E-09
Test Term. Kararlılık	0	δV_{XS}	A	5.0E-04 mV	Normal	100°C/mV	1	0.05	2.5E-03
Test Term. Histerezis	0	δV_{XH}	B	0.018mV	Dikdörtgen	100°C/mV	1.73	1.0404	1.082
Kalibre Edilen Termometreden Okunan Değer		t_x							
Toplam Belirsizlik= $u(t_x)$								1.39 °C	
Genişletilmiş Belirsizlik= $U = k \cdot u(t_x)$ $k=2$ (%95 güvenilirlik)								2.78 °C	

Tablo 4. Tavlama işlemi öncesi ve sonrasında termokupllara ait belirsizlik değerleri

	Belirsizlik $\pm^{\circ}\text{C}$ (Seri No:9294)	Belirsizlik $\pm^{\circ}\text{C}$ (Seri No:10112)
Tavlama Öncesi	2.78	2.10
Tavlama Sonrası	2.31	1.98

SONUÇ

Bu çalışmada S tipi termokuplların histerezis etkisi incelenmiştir. Tavlama işleminin histerezis değerinde düşüşe sebep olduğu yapılan ölçümlerden anlaşılmaktadır. Kalibrasyonlarda belirsizlik değerini düşürmek tavlama işlemi ile mümkündür. 1000°C de belirsizlik tavlama işlemi ile 0.5 °C düşürülebilmekte. Her iki termokuplda benzer belirsizlik değerlerinin görülmemesinin sebebi, 10112 seri numaralı termokuplun yeni olmasından kaynaklanıyor olabilir, 9294 seri numaralı termokupl daha uzun süredir yüksek sıcaklık değişimlerine maruz kalmakta bu sebeple kristal yapısı zaman içerisinde fazlasıyla bozulmuş olabilir ve tavlama işlemi daha etkili sonuçlar verebilir. Sonuçlar göstermektedir ki ısıtışem yada tavlama işlemi termokuplların histerezis değerinde önemli ölçüde değişikliğe ve belirsizlik değerinde düşüşe sebep olur.

Sonraki çalışmalarda tavlama süresi ve tavlama sıcaklığı değiştirilerek histerezis etkisindeki değişiklik araştırılacaktır. Bununla birlikte farklı tipteki termokupllara ısıtışem uygulanacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Fisher, J., Fellmuth, B., "Temperature Metrology, Rep. Prog." Phys. 68 (2005) 1043-1094
- [2] Bentley, Robin E. "Thermocouples in Temperature Measurement", National Metrology Institute of Australia, Lindfield, 2004
- [3] Quinn, T.J., "Temperature, 2. ed." (Academic Press, San Diego, 1990), pp. 286-288
- [4] Bums, G. W., Scroger, M.G., "The Calibration of Thermocouples and. Thermocouple Materials", NIST,1989. ↴
- [5] Pavlasek, P, Elliott, C J, Pearce, J V, Duris, S, Palencar, R, Koval, M, Machin, G, Hysteresis Effects and Strain-Induced Homogeneity Effects in Base Metal Thermocouples, Int. J. Thermophysics, 2015, 36, (2-3), 467-481
- [6] F. Edler, H. Lehmann, Mechanical stability of Pt/Pd thermocouples, CCT/03-10, BIPM open-access document, <http://www1.bipm.org/cc/CCT/Allowed/22/CCT03-10.pdf>, (2009)
- [7] D.D. Pollock, Thermocouples Theory and Practice, p. 225, CRC press, Boca Raton, Florida, (1991), ISBN 0-8493-4243-0
- [8] F. Jahan,M. Ballico, in Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, vol.7, ed. by D.C. Ripple , New York: AIP, pp. 469–474, (2003)
- [9] A. Mangano, G. Coggiola Stability of K-, N- and S-type thermocouples in the temperature range from 0 °C to 1060 °C Measurement, 12 (1993), pp. 171-182
- [10] T.G. Kollie, J.L. Horton, K.R. Carr, M.B. Herskovitz, C.A. Mossman Temperature measurement errors with type K (Chromel vs Alumel) thermocouples due to short-ranged ordering in Chromel Rev. Sci. Instrum., 46 (1975), pp. 1447-1461
- [11] M. Scervini, C. Rae, The contributions to drift of positive and negative thermoelements in type K bare-wire thermocouples, Temperature: its measurement and control in science and industry Volume 8: Proceedings of the Ninth International Temperature Symposium. Vol. 1552. No. 1, AIP Publishing (2013), pp. 564-569
- [12] E.S. Webster, Effect of Annealing on Drift in Type S Thermocouples below 900°C, August 2015, International Journal of Thermophysics 36(8)

- [13]K. D. Hill, an Investigation of Pd Oxidation in the Pt/Pd Thermocouple System, Metrologia · February 2002
- [14]F. Jahan · M. J. Ballico, Annealing State Dependence of the Calibration of Type R and Type S Thermocouples, Int J Thermophys (2010) 31:1544–1553
- [15]G. W. Burns and D. C. Ripple, Variations in the Thermoelectric Behavior of Palladium Following Heat Treatment, TEMPMEKO 2001 conference, 2001
- [16]D.C. Ripple, Thermoelectric Properties of a Selected Lot of Gold versus Platinum Thermocouples, Proceedings TEMPMEKO 2004, Dubrovnik
- [17]E.S. Webster, Effect of Annealing on Drift in Type S Thermocouples below 900 °C, Int.J.Thermophys 2015

ÖZGEÇMİŞ

Melda PATAN ALPER

1981 yılı İstanbul doğumludur. 2004 yılında Yeditepe Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü, 2007 yılında Sosyal Bilimler Enstitüsü İşletme Yüksek Lisansını, 2019 yılında Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalında doktorasını tamamlamıştır. 2004-2006 yılları arasında Simkal Kalibrasyon Merkezinde Sıcaklık Kalibrasyon Laboratuvarı sorumlusu ve kalite yönetim sistemi vekili olarak görev almıştır. 2006 yılından bu yana Yeditepe Üniversitesi Metroloji ve Kalibrasyon Laboratuvarı kalite sistem yöneticisi, sıcaklık kalibrasyon laboratuvarı sorumlusu, Fizik Bölümü öğretim görevlisi olarak görev yapmaktadır. 2008 yılından buyana TÜRKAK sıcaklık kalibrasyonları alanı denetçisi ve 2014 yılı itibarı ile başdenetçi olarak görevini sürdürmektedir.

Ahmet T. INCE

1962 yılı Sivas doğumludur. 1992 yılında, Manchester Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Enstitüsü Enstrümantasyon ve Analitik Bilim bölümünden (DIAS-UMIST) doktorasını almıştır. 1992–1994 yılları arasında doktora sonrası çalışmalarında Londra Üniversitesinde devam etmiştir. 1994–1998 yılları arasında TÜBİTAK UME' de Fizik grup Başkanı ve Sıcaklık Laboratuvarı sorumlusu olarak çalışmıştır.

1997 yılında Doçentlik ve 2002 yılında da Profesörlük ünvanını almıştır. 1998 yılında Yeditepe Üniversitesi Fizik Bölüm Başkanı olarak çalışmaya başlamıştır. 2002-2005 yılları arası Yeditepe Üniversitesi Fen–Edebiyat Fakültesi Dekan yardımcılığı görevini yapmıştır. 2005 yılından bu yana ise aynı fakültenin dekanlık görevini sürdürmektedir. 2016-2018 yılları arasında Yeditepe Üniversitesi Rektör Yardımcılığı görevinde bulunmuştur. 2012 yılından bu yana TÜBİTAK-UME Sıcaklık laboratuvarının danışmanlığını yapmaktadır. Ayrıca, TÜRKAK denetçisi, Baş Denetçisi olarak görev almakta olup, yaklaşık 8 yıl TÜRKAK Sektör Komitesi Başkanlığı yapmıştır.

Maria AIORDACHIOAIEI

1959 yılı Romanya doğumludur. 1985 yılında Romanya Gheorghe Asachi Teknik üniversitesini bitirmiştir.1985-1992 yılları arasında Romanya Nükleer Santral Kalibrasyon Laboratuvarında çalışmıştır. 2003 yılından itibaren Yeditepe Üniversitesi Metroloji ve Kalibrasyon Laboratuvarında kalibrasyon uzmanı olarak görev almaktadır.

Berfu NACAR

1995 Adana doğumludur. Adana Gündoğdu Kolejinden mezun olmuştur. İstek Belde Okulları gözlemevinde staj yapmıştır. 2019 yılında Yeditepe Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü başarı ile tamamlamıştır.