

# Blockkalibrator mit reduzierten axialen Temperaturgradienten und integrierter Mehrfach-Fixpunktzelle

*Michael Hohmann, Sebastian Marin, Marc Schalles, Thomas Fröhlich*

*Institut für Prozessmess- und Sensortechnik, Technische Universität Ilmenau, Gustav-Kirchhoff-Straße 1, D-98693 Ilmenau, michael.hohmann@tu-ilmenau.de, Tel.: +49 3677 69-5047*

## Zusammenfassung

Zur Reduzierung der Kalibrierunsicherheit bei Verwendung von Blockkalibratoren zur Kalibrierung von Temperatursensoren wurde am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik der TU Ilmenau ein Konzept mit einer Mehrzonenheizung, Wärmestromsensoren und einer Mehrfach-Fixpunktzelle entwickelt. Der Artikel erläutert das Konzept anhand eines Blockkalibrators im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C. Es konnte eine Stabilität der Referenztemperatur von  $\pm 4$  mK und axiale Temperaturdifferenzen kleiner  $\pm 55$  mK erreicht werden.

**Keywords:** Blockkalibrator, Wärmestromsensoren, Mehrzonenheizung, Mehrfach-Fixpunktzelle

## Einführung

Die Reduzierung der Unsicherheit bei der Verwendung von Blockkalibratoren für die Kalibrierung von Temperatursensoren ist Gegenstand aktueller Forschung im Institut für Prozessmess- und Sensortechnik (IPMS) der TU Ilmenau. Als wesentliche Einflüsse auf die Kalibrierunsicherheit sind Temperaturgradienten im Ausgleichsblock des Blockkalibrators und die Kennliniendrift des internen Referenzthermometers anzusehen. Durch die Temperaturgradienten im Ausgleichsblock wird die Temperaturmessung ortsabhängig. Die Kalibrierung des Prüflings gegen die vom Referenzthermometer des Blockkalibrators gemessene Temperatur ist dadurch mit einer höheren Unsicherheit behaftet. Zusätzlich verursacht die Kennliniendrift des Referenzthermometers einen Unsicherheitsbeitrag. Zur Reduzierung dieser Einflüsse wurde ein Konzept entwickelt, welches zwei Kernpunkte umfasst. Zum einen dient ein Regelungskonzept mit einer Mehrzonenheizung und Wärmestromsensoren zur Minimierung der axialen Temperaturgradienten und zum anderen wird eine Mehrfach-Fixpunktzelle zur in-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers integriert. Das entwickelte Konzept wird im Folgenden anhand eines am IPMS aufgebauten Blockkalibrators mit einem Arbeitstemperaturbereich von 70 °C bis 430 °C gezeigt.

## Funktionsprinzip und mechanischer Aufbau

Das Fourier'sche Gesetz der Wärmeleitung (1) beschreibt die Wärmetransportvorgänge in einem Fluid oder Festkörper mit der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  für den statischen Fall.

$$\dot{q} = -\lambda \nabla T \quad (1)$$

$$\dot{q} = -\lambda \left( \frac{\partial T}{\partial \rho} \vec{e}_\rho + \frac{1}{\rho} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \vec{e}_\varphi + \frac{\partial T}{\partial z} \vec{e}_z \right) \quad (2)$$

Anhand der für rotationssymmetrische Körper, wie dem vorliegenden Ausgleichsblock, günstigen Schreibweise in Zylinderkoordinaten (2) ist erkennbar, dass jede Komponente des Vektorfeldes der Wärmestromdichte  $\dot{q}$  nur vom Temperaturgradienten in der jeweiligen Richtung abhängt. Umgekehrt bedeutet dies, dass der Temperaturgradient gleich Null ist, wenn die Wärmestromdichte in der entsprechenden Richtung gleich Null ist.

Durch den rotationssymmetrischen Aufbau des Ausgleichsblockes und die hohe Wärmeleitfähigkeit des Materials (Cu,  $\lambda = 320 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  bei 20 °C [3]) kann der Temperaturgradient in Richtung des Polarwinkels  $\varphi$  vernachlässigt werden. Der Einfluss des Gradienten in radialer Richtung  $\frac{\partial T}{\partial \rho}$  wird durch die koaxiale Anordnung von Referenzthermometer und Prüfling verringert und im Idealfall eliminiert (Abb. 1). Zur Reduzierung der Temperaturgradienten in  $z$ -Richtung dient die Mehrzonenheizung in Verbindung mit drei Wärmestromsensoren (WSS). Diese sind innerhalb des Ausgleichsblockes angeordnet und unterteilen diesen axial in drei Teile. Die oberen beiden Teile des Ausgleichsblockes bestehen aus Kupfer, das zur Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen mit Nickel beschichtet wurde. Der untere Teil des Ausgleichsblockes enthält die Mehrfach-Fixpunktzelle (MFPZ). Diese ist in offener Bauform ausgeführt, besteht aus Graphit und enthält in getrennten Kammern die

Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink. Die Heizleistungen der Heizzonen an den Teilen des Ausgleichsblockes werden so geregelt, dass der von den WSS detektierte Wärmestrom in axialer Richtung minimiert wird. Ist dieser Zustand bei allen drei WSS eingestellt sind alle Teile des Ausgleichsblockes im thermischen Gleichgewicht und damit die axialen Temperaturgradienten im Rahmen der Unsicherheit gleich Null. Gleichzeitig hält der Regler die Temperatur des Referenzthermometers auf ihrem Sollwert. Um die Temperaturgradienten in radialer Richtung zu reduzieren und den Ausgleichsblock gegen thermisch Umgebungseinflüsse abzuschirmen ist der innere Aufbau aus Ausgleichsblock, WSS und zugehörigen Heizzonen von einer Schildheizung in radialer und axialer Richtung umgeben.

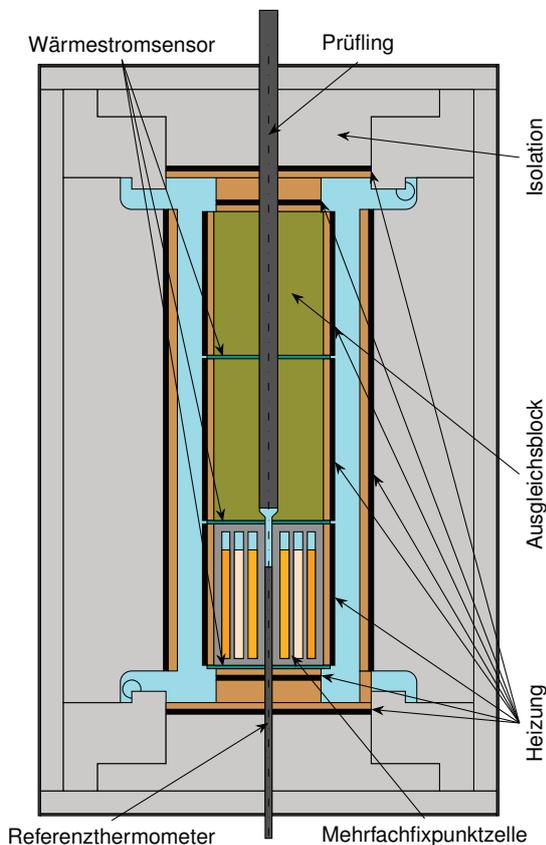


Abb. 1: Schema des mechanischen Aufbaus des Blockkalibrators.

Die Konstruktion des mechanischen Aufbaus wurde auf Basis von durch numerische Simulationen und Optimierungen [8] gewonnenen Parametern durchgeführt. Mittels dieser Optimierungen wurden sowohl geometrische Parameter als auch Materialeigenschaften sowie die Position der WSS im Ausgleichsblock gefunden. Der Aufbau der MFPZ wurde ebenfalls mittels numerischer Methoden optimiert [11].

## Wärmestromsensoren

Die im Blockkalibrator verwendeten Wärmestromsensoren basieren auf dem Transversalen Seebeck-Effekt [4]. Dieser kann in Materialien mit anisotropen thermoelektrischen Eigenschaften nachgewiesen und genutzt werden. Für die Anwendung im Blockkalibrator wurden Sensoren aus einem Material mit künstlich erzeugter Anisotropie hergestellt. Hierfür wurde ein Block aus NiCr- und CuNi-Schichten diffusionsgeschweißt und unter einem Winkel von  $45^\circ$  geschnitten. Aus diesem Ausschnitt wurden die Sensoren gefertigt (Abb. 2). In einem anisotropen Material ist der Seebeck-Koeffizient  $\sigma$  ein Tensor 2. Stufe. Hierfür kann ein winkelabhängiges Modell der thermoelektrischen Transporteigenschaften erstellt werden [10]. Diese werden durch die Materialeigenschaften senkrecht (3) und parallel (4) zur Schichtung und den Winkel  $\beta$  bestimmt. Der Parameter  $\nu$  bezeichnet das Schichtdickenverhältnis der beiden Materialien. Für die gefertigten WSS ist  $\beta = 45^\circ$  und  $\nu = 1$ .

$$\sigma_{\perp} = \frac{\sigma_{\text{CuNi}} \lambda_{\text{NiCr}} + \nu \sigma_{\text{NiCr}} \lambda_{\text{CuNi}}}{\nu \lambda_{\text{CuNi}} + \lambda_{\text{NiCr}}} \quad (3)$$

$$\sigma_{\parallel} = \frac{\sigma_{\text{CuNi}} \gamma_{\text{CuNi}} + \nu \sigma_{\text{NiCr}} \gamma_{\text{NiCr}}}{\gamma_{\text{CuNi}} + \nu \gamma_{\text{NiCr}}} \quad (4)$$

Mit der bereits erläuterten Annahme eines rotationssymmetrischen Temperaturfeldes ( $\frac{\partial T}{\partial \varphi} = 0 \text{ K rad}^{-1}$ ) und eines über der Sensordicke  $b$  konstanten Temperaturgradienten ergibt sich die am WSS messbare Spannung  $U_x$  gemäß (5).

$$U_x = (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{r}{b} \Delta T_z \quad (5)$$

Damit ergibt sich ein Sensorsignal in  $x$ -Richtung in Abhängigkeit des Temperaturgradienten in  $z$ -Richtung.

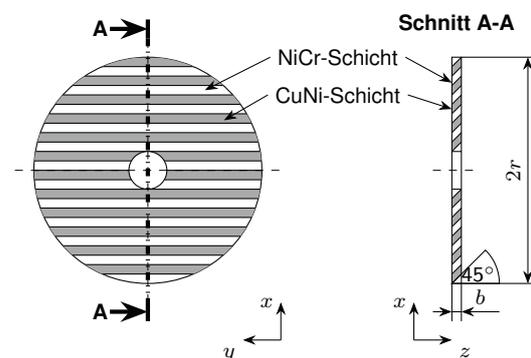


Abb. 2: Aufbau der Wärmestromsensoren. Durch den  $45^\circ$ -Schnitt des Metall-Multilagen-Blockes entsteht ein Material mit künstlicher Anisotropie.

Die Anwendung im Blockkalibrator stellt einen Spezialfall der Wärmestrommessung dar, da nicht

der absolute Wert des Wärmestromes sondern nur seine Richtung von Interesse ist. Die WSS dienen hier als Nullindikatoren. Daher wurde für die Kalibrierung ein eigens entwickelter Aufbau [7, 6] verwendet. In diesem kann die Empfindlichkeit  $S$  (6) von WSS ermittelt werden.

$$S = \frac{U_x}{\Delta T_z} \quad (6)$$

Die WSS zeigen prinzipbedingt ein Signal von 0 V bei verschwindendem Temperaturgradienten. Die ermittelte Empfindlichkeit dient als Parameter für die Reglerdynamik. Da der Wärmestrom im Arbeitspunkt als dem Temperaturgradienten proportional angenommen werden kann (vgl. Gl. (1)) treten daher nur dynamische Fehler während des Einschwingens auf.

### Regelverhalten

Im Blockkalibrator kommt ein dezentraler Regler zum Einsatz (Abb. 4). Als Regelgrößen dienen die Temperatur des Referenzthermometers  $T_{\text{Ref}}$ , die Signale der WSS und die Temperaturen des Schildes  $T_A$  und  $T_{D_a}$  (Abb. 3).

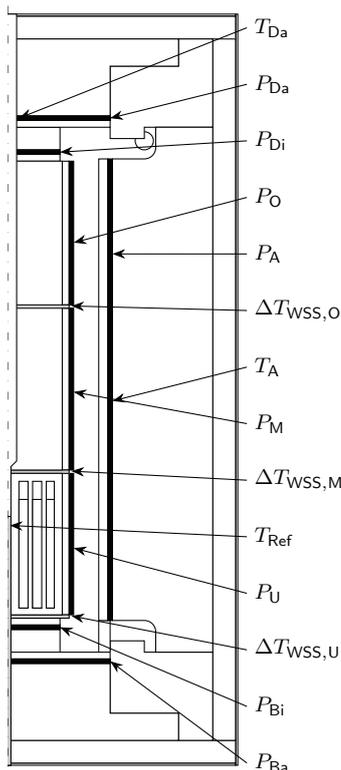


Abb. 3: Position der Eingangsgrößen ( $P$ ) und Ausgangsgrößen ( $\Delta T_{WSS}$ ,  $T_{\text{Ref}}$ ,  $T_A$ ,  $T_{D_a}$ ) im Blockkalibrator.

Der Regler für den Schild verwendet zwei unabhängige PID-Regler, mittels derer die Heizleistungen der äußeren Heizung  $P_A$  und der äußeren Heizung des Deckels  $P_{D_a}$  geregelt wird.

Regelgröße ist hier jeweils die an der Heizung gemessene Temperatur.

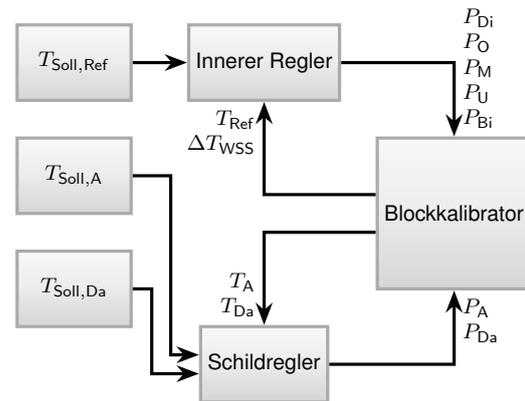


Abb. 4: Struktur der dezentralen Regelung.  $T_{\text{Soll,Ref}}$  ist der Sollwert der Referenztemperatur,  $T_{\text{Soll,A}}$  ist der Sollwert der Temperatur der äußeren Heizzone und  $T_{\text{Soll,Da}}$  ist der Sollwert der Temperatur der äußeren Heizzone am Deckel.

Der innere Regler verwendet einen PID-Regler mit der Temperatur des Referenzthermometers  $T_{\text{Ref}}$  als Regelgröße. Die Stellgröße wird auf alle Heizzonen gegeben und mittels der Signale der WSS und jeweils einem I-Regler innerhalb der Heizzonen verteilt. Hierbei ist das Prinzip, dass die durch die I-Regler auf einer Seite eines WSS addierte Leistung auf der anderen Seite subtrahiert wird. Dadurch

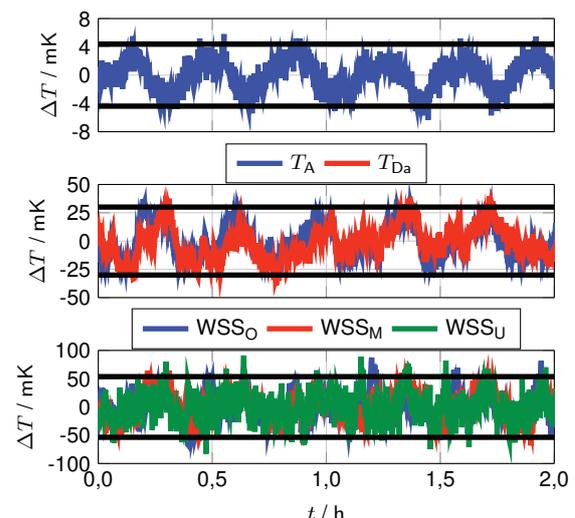


Abb. 5: Stabilität der Referenztemperatur (oben), der Schildtemperaturen (Mitte) und der WSS (unten). Als Maß für die Stabilität ist jeweils die zweifache Standardabweichung der Stichprobe eingezeichnet.

ist die Gesamtheizleistung immer durch den PID-Regler der Referenztemperatur vorgegeben. Die Heizleistungen am Deckel innen  $P_{Di}$  und am Boden aussen  $P_{Ba}$  werden in einem festen Verhältnis zu der Leistung der Heizzonen Oben  $P_O$  bzw. Boden innen  $P_{Bi}$  betrieben.

Der implementierte Regler ist in der Lage den Sollwert der Referenztemperatur zu halten und gleichzeitig die Temperaturdifferenzen an den WSS zu minimieren. Abbildung 5 zeigt die Stabilität der Regelgrößen bei einem Sollwert von  $430\text{ }^\circ\text{C}$  für  $T_{Ref}$ . Mit der zweifachen Standardabweichung der Stichprobe ( $\approx 95\%$  Überdeckung) als Maß für die Stabilität ergeben sich  $\pm 4\text{ mK}$  für  $T_{Ref}$ ,  $\pm 30\text{ mK}$  für  $T_A$  und  $T_{Da}$  und  $\pm 54\text{ mK}$  für die WSS über einen Zeitraum von 2 h. Das Regelverhalten liegt damit in einem mit dem aktuellen Stand der Technik vergleichbaren Bereich [5].

### Temperaturprofil

Zur Bestimmung des Temperaturprofils in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators wurde ein Pt100 mit einem Durchmesser von 1 mm verwendet. Diese wurde bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von  $70\text{ }^\circ\text{C}$  bis  $430\text{ }^\circ\text{C}$  beginnend bei der Position des Referenzsensors in 10 mm-Schritten nach oben gezogen (Abb. 6).

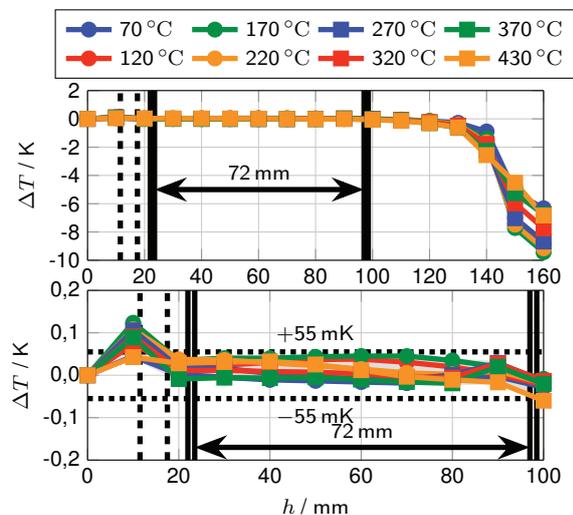


Abb. 6: Temperaturprofil in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators. Die durchgezogenen vertikalen Linien markieren die Positionen der Wärmestromsensoren  $WSS_M$  (links) und  $WSS_O$  (rechts). Die gestrichelten Linie markieren die Position der Luftvolumina in den Kammern der MFPZ.

Es ist zu erkennen, dass in der Zone homogener Temperatur zwischen den beiden Wärmestromsensoren  $WSS_M$  und  $WSS_O$  (Länge 72 mm) die

Temperaturdifferenzen über den gesamten Temperaturbereich kleiner  $\pm 55\text{ mK}$  sind. Hier ist die kombinierte Unsicherheit der Profilbestimmung von  $\approx 8\text{ mK}$  berücksichtigt.

Es ist zu erkennen, dass die Temperatur zwischen  $h = 0\text{ mm}$  und  $h = 20\text{ mm}$  erhöht ist. Dies wird durch die veränderten Wärmetransportbedingungen in diesem Bereich verursacht. Die Kammern der MFPZ verfügen über Luftvolumina im oberen Bereich (vgl. Abb. 1), die als Reservoir für die sich ausdehnenden Fixpunktmaterialien dienen. Da das Profil in der Zone homogener Temperatur von diesem Effekt nicht betroffen ist, ist er der Funktion des Blockkalibrators nicht abträglich.

### Phasenumwandlungen

Die in der MFPZ eingesetzten Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink weisen unterschiedliche Werte hinsichtlich der Latenten Wärme auf (Tab. 1). Dies ist zum einen durch die jeweilige spezifische Latente Wärme des Materials und zum anderen durch geometrische Randbedingungen im Aufbau der MFPZ bedingt. Hier sind die Volumina für die einzelnen Materialien festgelegt wodurch sich maximal einsetzbare Masse durch die jeweilige Dichte ergibt.

Tab. 1: Masse und Latente Wärme der eingesetzten Fixpunktmaterialien [1, 12, 2].

| Fixpunktmaterial | Masse / kg | Latente Wärme / kJ |
|------------------|------------|--------------------|
| Indium           | 0,056      | 0,136              |
| Zinn             | 0,105      | 6,217              |
| Zink             | 0,123      | 13,769             |

Die Latente Wärme beeinflusst die Dauer des Fixpunktplateaus (Abb. 7). In den Plateaus der Phasenumwandlungen können mittels verschiedener Methoden Fixpunkttemperaturen bestimmt werden [9]. Die systematische Abweichung zwischen diesen Temperaturen und der ITS-90-

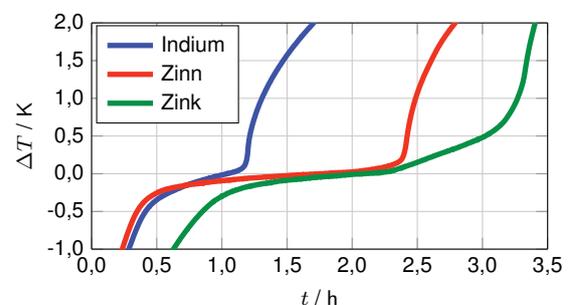


Abb. 7: Auf die jeweilige Temperatur am Wendepunkt des Plateaus normierte Temperaturverläufe während der Phasenumwandlungen der Fixpunktmaterialien.

Temperatur der Fixpunktmaterialien [13] kann bestimmt werden und zur Kalibrierung des internen Referenzthermometers verwendet werden. Dadurch wird eine rückführbare Kalibrierung möglich.

### Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde ein Konzept zur Reduzierung der axialen Temperaturgradienten und zur in-situ-Kalibrierung des internen Referenzthermometers in einem Blockkalibrator dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Temperaturdifferenzen in der Zone homogener Temperatur in der Prüflingsaufnahme auf  $\pm 55$  mK reduziert werden können und eine Stabilität der Referenztemperatur von  $\pm 4$  mK erreicht wird. Die in-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers ist an den drei Fixpunkten der Mehrfachfixpunktzelle möglich. In weitergehenden Untersuchungen müssen die Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen und deren Drift über einen längeren Zeitraum ermittelt werden. Diese Eigenschaften sind wichtig für das gezeigte Konzept und können erst nach Abschluss der Untersuchungen bewertet werden.

### Förderung

Die Arbeit steht im Kontext des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten VIP-Projektes "TempKal".

### Literaturnachweis

- [1] Barin, I. und Sauer, F. *Thermochemical data of pure substances*. Weinheim: VCH, 1989.
- [2] Cardarelli, F. *Materials Handbook: A Concise Desktop Reference*. London: Springer, 2008.
- [3] Deutsches Kupferinstitut. *CuCr1Zr - CW106C (2.1293)*. 2005.
- [4] Fischer, K. et al. *Applied Physics A: Materials Science & Processing* 78 (3) (2004), S. 323–326. DOI: 10.1007/s00339-003-2326-y.
- [5] Friedrichs, R., Villacrés, G. und Weiß, E. C. *Sensoren und Messsysteme 2014 - Beiträge der 17. ITG/GMA Fachtagung* (2014).
- [6] Fröhlich, T., Hohmann, M. und Schalles, M. *Journal of Thermoelectricity* (1) (2015), S. 49–59.
- [7] Hohmann, M. et al. *Shaping the future by engineering : 58th IWK, Ilmenau Scientific Colloquium, Technische Universität Ilmenau* (2014).
- [8] Hohmann, M. et al. *International Journal of Thermophysics* 36 (8) (2015), S. 2085–2098. DOI: 10.1007/s10765-015-1943-y.
- [9] Krapf, G., Schalles, M. und Fröhlich, T. *Measurement* 44 (2) (2011), S. 385–390.
- [10] Kyarad, A. „Thermoelektrische und Photovoltaische Effekte in Metall-Halbleiter Multilagenstrukturen“. Dissertation. Universität Regensburg, 2007.
- [11] Marin, S. et al. *Technisches Messen: tm* 82 (7/8) (2015), S. 402–410.
- [12] NIST National Institute of Standards and Technology. *CODATA-Datenbank*. 2015. URL: <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/>. Stand: 24.02.2016.
- [13] Preston-Thomas, H. *Metrologia* 27 (1) (1990), S. 3–10. DOI: 10.1088/0026-1394/27/1/002.