

Entwicklung von Messwiderständen für sekundäre ITS-90-Präzisionsthermometer

Development of temperature detectors for secondary ITS-90 precision thermometers

Dipl.-Ing.(FH) Thomas Klasmeier, Geschäftsführender Gesellschafter, Klasmeier Kalibrier- und Messtechnik GmbH, Flemingstraße 12-14, 36041 Fulda

Kurzfassung

In der Thermometrie ist die Präzision des Messwiderstandes einer der entscheidenden Faktoren für die Genauigkeit und Zuverlässigkeit von Temperaturmessungen. Aufgrund begrenzter Verfügbarkeit von Messwiderständen hat die Firma Klasmeier über einen Zeitraum von zwei Jahren eigene Pt25,5-Ohm-Messwiderstände entwickelt. Die neuen Messwiderstände zielen darauf ab, im Vergleich zu am Markt vorhandenen Messwiderständen und Präzisionsthermometern, Verbesserungen in folgenden Bereichen zu erzielen:

- Schnellere Ansprechzeit
- Verbesserte Hysterese-Eigenschaften
- Verringerung der Eigenerwärmung
- Hohe Stabilität und Reproduzierbarkeit

Die Messwiderstände sollen in sekundären Präzisionsthermometern verbaut und als Temperaturnormal bei Kalibrierungen nach der Vergleichsmethode oder allgemein zum Messen von präzisen Temperaturen eingesetzt werden. Dieser Beitrag stellt die einzelnen Entwicklungsschritte vor und zeigt den aktuellen Stand der Entwicklung.

Abstract

In thermometry, the precision of the temperature detector is one of the critical factors for the accuracy and reliability of temperature measurements. Due to the limited availability of temperature detectors, Klasmeier has developed its own Pt25.5 ohm temperature detectors over a period of two years.

The new temperature detectors are developed to achieve improvements in the following areas compared to existing temperature detectors and precision thermometers available on the market:

- Faster response time
- Improved hysteresis properties
- Reduction of self-heating
- High stability and reproducibility

The temperature detectors are supposed to be installed in secondary precision thermometers and used as temperature standards in calibrations using the comparison method or generally for measuring precise temperatures. This article shows the individual development steps and the current state of development.

1. Methodik

Die Messwiderstände wurden unter Berücksichtigung der Anforderungen der Internationalen Temperaturskala von 1990 (ITS-90)[1] entwickelt. Sie unterscheiden sich von konventionellen Messwiderständen nach DIN EN 60751[2] durch ihre Konstruktion und den verwendeten Platindraht. Der Fokus liegt auf der Herstellung von hochreinem Platindraht, der als Spirale präzise auf Trägerkörper aus Keramik oder Quarz gewickelt wird. Das Wickeln des hochreinen und sehr dünnen Platindrahtes ist eine der großen Herausforderungen bei der Herstellung von Messwiderständen. Hierfür wurde ein spezielles Verfahren etabliert und in einer Spezialanfertigung einer Drahtwickelmaschine umgesetzt.

Um Messwiderstände ausmessen zu können, werden sie in der Thermometer-Manufaktur von Klasmeier konfektioniert und zu Präzisionsthermometern weiterverarbeitet. Im Kalibrierlabor können die Messwiderstände so kalibriert und die Messunsicherheit berechnet werden, um den Entwicklungsstand zu bewerten und zu dokumentieren.

2. Messwiderstände

In der Entwicklung von Messwiderständen für Präzisionsthermometer liegt ein besonderes Augenmerk auf der sorgfältigen Auswahl und Verarbeitung des Platindrahtes, welcher das Herzstück des Messwiderstandes bildet. Um ein ausgewogenes Verhältnis zwischen Präzision und praktischer Anwendbarkeit zu erzielen, wurde ein hochreiner Platindraht mit einem Durchmesser von 0,07 mm gewählt. Diese Dimension stellt einen Kompromiss dar, der sowohl die notwendige Stabilität und Reproduzierbarkeit des Messwiderstandes sicherstellt als auch eine angemessene Ansprechgeschwindigkeit gewährleistet. Im Vergleich zu dünneren Drähten, die zwar schneller reagieren, aber eine geringere Stabilität und höhere Eigenerwärmung aufweisen, bietet dieser Durchmesser eine optimale Balance für den täglichen Laboreinsatz und die präzise Temperaturmessung.

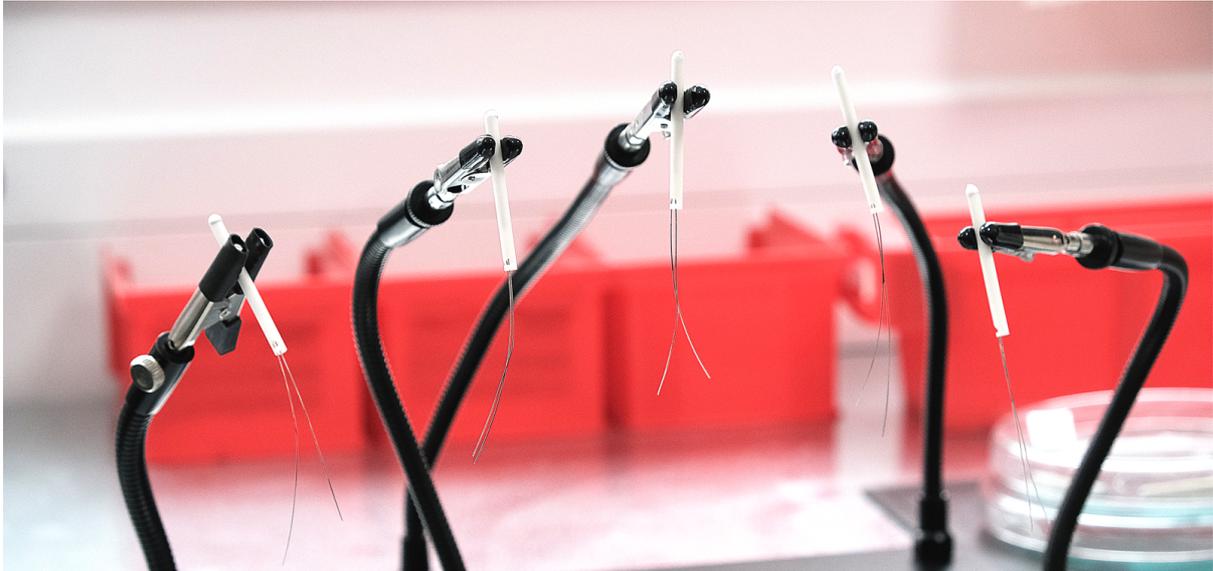


Abb. 1. SPRT Messwiderstände während des Produktionsprozesses

Die Entscheidung für einen Drahtdurchmesser von 0,07 mm führt dazu, dass der Messwiderstand in der gewählten Konfiguration einen Nennwert von 25,5 Ohm bei 0°C aufweist.[3] Diese Wahl bedeutet, bewusst keinen Pt100 zu konstruieren, sondern den Fokus auf optimierte technische Eigenschaften zu legen. Ein Pt100 erfordert einen dünneren Drahtdurchmesser von lediglich 0,05 mm, was jedoch zu Lasten der Stabilität und Reproduzierbarkeit gehen würde und zu einer erhöhten Eigenerwärmung führen würde. Somit wurde ein gezielter Kompromiss zwischen der Ansprechgeschwindigkeit und den essentiellen Eigenschaften wie Stabilität und Eigenerwärmung gewählt.

Der sorgfältig ausgewählte Platindraht wird mit einer Drahtwickelmaschine zu einer Spirale verarbeitet. Eine wesentliche Herausforderung in diesem Prozess sind die Zugkräfte, die kontrolliert werden müssen, um den Draht korrekt abzuwickeln. Ohne geeignete Maßnahmen besteht das Risiko, dass der Draht reißt. Hier ist der Einsatz einer aktiven Führung notwendig, die in Einklang mit den spezifischen Einstellungen der Drahtwickelmaschine arbeitet. Die Dimensionen der Spirale, insbesondere der Innendurchmesser, der Außendurchmesser und die Steigung – der Abstand zwischen den Windungen –, sind entscheidend für die technischen Eigenschaften des Messwiderstandes.

Die verschiedenen Parameter wurden ermittelt, um einen optimalen Kompromiss zwischen Präzision und Baugröße zu erreichen. Der Außendurchmesser der Platinspirale wurde auf 0,49 mm festgelegt, und die Steigung so justiert, dass der fertige Messwiderstand eine Gesamtlänge von etwa 30 mm erreicht.

Die Konstruktion und Herstellung von Präzisionsthermometern erfordert sorgfältige Überlegungen bezüglich des Trägersystems für den Platindraht. Traditionell werden in der

Literatur, einschließlich der Ergänzungen der ITS-90[1], Träger beschrieben, in denen der Platindraht spannungsfrei auf Quarzträgern montiert wird, um eine freie Ausdehnung ohne Reibung zu ermöglichen. Diese Methode minimiert Hysterese-Effekte, birgt jedoch das Risiko der Kontamination des Platindrahtes, da dieser nicht vor Umwelteinflüssen geschützt ist. Um dieses Problem zu umgehen, müssen derartige Messwiderstände in einer Schutzgasatmosphäre platziert sein. Zudem führt diese Konstruktionsweise zu einem größeren Außendurchmesser des Schutzrohres aufgrund der herstellungsbedingten Größe der Quarzträger.

Für unseren Messwiderstand haben wir uns für eine alternative Lösung entschieden: gasdichte Zwei-Loch-Kapillaren aus Keramik. Diese Wahl schützt den Platindraht effektiv vor Umgebungseinflüssen und ermöglicht eine deutlich kompaktere Bauweise. Obwohl diese Konstruktion eine leichte Zunahme der Hysterese mit sich bringt, ermöglicht sie dennoch die Fertigung von Thermometern mit einem Außendurchmesser von nur 6 mm, wobei der Messwiderstand selbst nur einen Durchmesser von 3 mm aufweist.

3. Thermische Behandlung

Ein weiterer kritischer Aspekt in der Herstellung von Präzisionsthermometern ist die thermische Behandlung des Platindrahtes. Bevor der Draht zu einer Spirale geformt wird, sowie nach der Fertigung des Messwiderstandes, ist eine spezifische Wärmebehandlung erforderlich. Diese Prozedur verändert das Kristallgitter des Platins, was für die Umformbarkeit des Drahtes unerlässlich ist und nachträglich die Stabilität des Messwiderstandes signifikant erhöht. Dieser Prozess, oft als Tempern oder Altern bezeichnet, ist praktisch ein Rekristallisationsglühen des Platindrahtes, um ihn vollständig entspannt und spannungsfrei zu machen.

Die Wärmebehandlung stellt ein zentrales Element des Know-hows in der Fertigung von Präzisionsthermometern dar. Sie ist entscheidend für die langfristige Stabilität und Reproduzierbarkeit des Thermometers. Die Stabilisierung von SPRT-Messwiderständen erfordert maßgeschneiderte Verfahren, um eine nachhaltige Stabilisierung zu gewährleisten. Eine unsachgemäß durchgeführte Wärmebehandlung birgt das Risiko, den Messwiderstand zu destabilisieren oder gar zu zerstören. Im Laufe unserer Entwicklungsarbeit konnten wir eine individuelle Methode etablieren, um den Platindraht derart zu behandeln, dass er die strengen Anforderungen der ITS-90 erfüllt und eine hervorragende Stabilität und Reproduzierbarkeit gewährleistet.

Unsere experimentellen Arbeiten führten wir nicht mit dem endgültigen, für SPRTs vorgesehenen Platindraht durch, sondern mit einem etwas dickeren Draht, der eine Reinheit von 99,99 % aufweist.

Die Effektivität dieser Behandlung zeigt Abbildung 2. Es ist der Einfluss der Wärmebehandlung auf die Stabilität von Messwiderständen dargestellt. Die initiale Messung der $W(29,7646^\circ\text{C})$ -Werte an zwei Messwiderständen erfolgte unmittelbar nach der Fertigstellung der Messwiderstände. Weiterführende Messungen bestätigten, dass sich der Zustand der Messwiderstände nach der Wärmebehandlung so weit stabilisiert hat, dass zwischen den einzelnen Messungen keine signifikanten Veränderungen der Messergebnisse durch thermische Belastungen mehr verursacht werden.

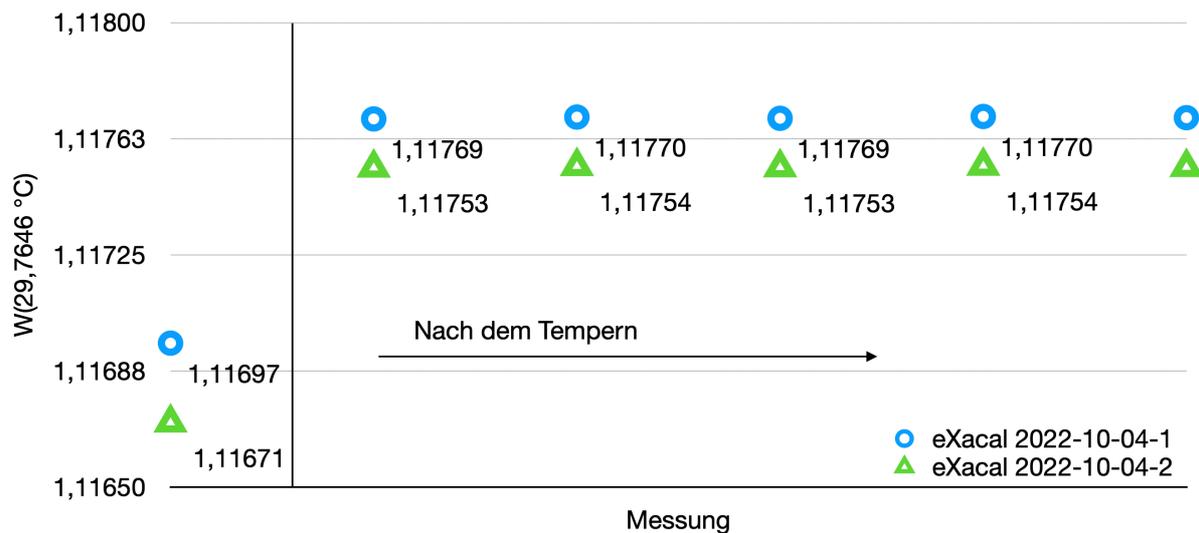


Abb. 2. $W(29,7646^\circ\text{C})$ -Wert Messreihe von Messwiderständen aus 99,99% reinem Platin. Zwischen den einzelnen Messungen wurden die Messwiderstände thermisch belastet.

4. Ergebnisse

Aus den entwickelten Messwiderständen wurden zwei Typen von Präzisionsthermometern konfektioniert, die sich über den Temperaturbereich unterscheiden. Typ 1 deckt den Temperaturbereich vom Argon-Tripelpunkt bis zum Zinn-Erstarrungspunkt ab. Der zweite Typ wurde als Hochtemperaturvariante konzipiert und deckt die Fixpunkte vom Quecksilbertripelpunkt bis zum Aluminium-Erstarrungspunkt ab. Für diesen Bericht wurden für jeden Thermometertyp zwei Prototypen untersucht. Als Vergleich dienten jeweils etwa baugleiche Präzisionsthermometer mit kommerziellen, am Markt verfügbaren Messwiderständen.

Bei einer DAkkS-Kalibrierung (DIN EN ISO/IEC 17025)[4] an Temperaturfixpunkten (inkl. Abweichungsfunktion) wurde die Messunsicherheit von 2,8 mK bis 4,8 mK bei Typ 1 und 2,9 mK bis 14,4 mK bei Typ 2 berechnet.

Das Ansprechverhalten wurde am "Einschwingverhalten" am Argon-Tripelpunkt verglichen. Durch Übereinanderlegen der zeitlichen Verläufe kann erkannt werden, dass sich die Stabilisierungszeit um ca. 10 bis 15 Minuten verkürzt hat.

Die Hysterese wurde untersucht, indem die Thermometer mit aufsteigenden und sinkenden Temperaturen an Temperaturfixpunkten kalibriert wurden. Die Hysterese beträgt ca. 3,1 mK (Typ 1) bzw. ca. 5,4 mK (Typ 2) bei den neuen Messwiderständen und ca. 18 mK bei den Vergleichsthermometern.

Die Eigenerwärmung wird mit unterschiedlichen Messströmen am Galliumschmelzpunkt ermittelt. Sie liegt bei ca. 2 mK bei den neuen Messwiderständen und bei ca. 7 mK bei den Vergleichsthermometern.

5. Schlussfolgerungen

Die neuen SPRT Messwiderstände zeichnen sich durch hohe Stabilität, hervorragende Reproduzierbarkeit, geringe Eigenerwärmung, kleine Hysterese und Konformität mit den Anforderungen der ITS-90 aus. Sie erfüllen z.B. die Anforderung aus der ITS-90[1] von W-Gallium $\geq 1,11807$.

Die fertigen Prototypen sollen nun einer Langzeituntersuchung unterzogen werden. Sie werden im täglichen Laboreinsatz verwendet und regelmäßig auf ihren W-Wert überprüft. Zusätzlich wird alle vier Wochen eine Kalibrierung durchgeführt, um umfassende Daten über die Langzeitstabilität zu sammeln.

Darüber hinaus werden neue Prototypen gefertigt, um sicherzustellen, dass die technischen Eigenschaften reproduzierbar sind und sich konsistent verhalten.

Langfristig stellen die neuen Messwiderstände für die Firma Klasmeier einen bedeutenden Fortschritt in der Produktion von Präzisionsthermometern dar. Die Integration der Messwiderstandsherstellung in die Thermometer-Manufaktur ermöglicht die Produktion verschiedener Arten von Präzisionsthermometern, darunter SPRT-Normalthermometer, Sekundär-SPRT und industrielle Referenz-PRT und RTD.

6. Literatur

- [1] Preston-Thomas, H.: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)
- [2] DIN EN IEC 60751:2023-06: Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren
- [3] Thomas Klasmeier: Tabellenbuch Temperatur, Ausgabe 3
- [4] DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien

Kontakt: Dipl.-Ing.(FH) Thomas Klasmeier, <https://klasmeier.engineer/>