
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EASC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
Х.ХХХ -
(проект)
окончательная
редакция

**Государственная система обеспечения
единства измерений**

**ТЕРМОМЕТРЫ СОПРОТИВЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫЕ
ЭТАЛОННЫЕ**

Методика поверки и калибровки

Издание официальное

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации
202_

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 ВЗАМЕН ГОСТ 8.568-99

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
X.XXX –

Государственная система обеспечения
единства измерений

ТЕРМОМЕТРЫ СОПРОТИВЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫЕ
ЭТАЛОННЫЕ

Методика поверки и калибровки

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
202_

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от _____ 20__ г. № _____ межгосударственный стандарт ГОСТ X.XXX–_____ введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с _____ 20__ г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8.568-99

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 202_



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Общие положения	5
5 Операции поверки	5
6 Средства поверки	6
7 Условия поверки и требования к квалификации поверителей	10
8 Требования безопасности	10
9 Подготовка к поверке	11
10 Проведение поверки	12
11 Расчет расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности измерений при проведении поверки ТС в реперных точках МТШ-90	23
12 Расчет расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности измерений при проведении поверки ТС в термостате	30
13 Критерии годности ТС	36
14 Построение градуировочной функции ТС	36
15 Оформление результатов поверки и калибровки ТС	39
Приложение А (рекомендуемое) Методика предварительного исследования и настройки печей для реализации температур реперных точек МТШ-90	40
Приложение Б (справочное) Примеры расчета коэффициентов функции отклонения от стандартной функции МТШ-90	46
Приложение В (справочное) Пример расчета температуры, измеренной эталонным термометром	50
Приложение Г (рекомендуемое) Контроль стабильности ТС и корректировка градуировочной функции в интервале между поверками	51
Библиография	52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**Государственная система обеспечения единства измерений
ТЕРМОМЕТРЫ СОПРОТИВЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫЕ ЭТАЛОННЫЕ**

Методика поверки и калибровки

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Standard platinum resistance thermometers.
Verification and calibration methods

Дата введения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на термометры сопротивления платиновые эталонные 1, 2 и 3-го разрядов (далее – ТС) по ГОСТ Х.ХХХ, предназначенные для передачи единицы температуры в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения температуры (далее – ГПС), а также для измерения температуры в диапазоне от минус 200 °С до плюс 1085 °С или в части данного диапазона и устанавливает методику их первичной и периодической поверки, а также калибровки.

Значения температуры в настоящем стандарте соответствуют Международной температурной шкале 1990 г. МТШ-90 [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Х.ХХХ Термометры сопротивления платиновые эталонные 1-го и 2-го разрядов. Общие технические требования.

ГОСТ 8.461 Термометры сопротивления из платины, меди и никеля.

Методика поверки.

ГОСТ Р 8.855 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопреобразователи сопротивления эталонные низкотемпературные из платины и сплава родий-железо. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 8.381 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения точности.

ГОСТ 34100.3 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения.

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электро технические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.9 Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.3.019 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования -- на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен, дополнен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться замененным (измененным, дополненным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 эталонный термометр ТС: Термометр сопротивления, прямо или опосредованно получающий единицу температуры от государственного первичного эталона и используемый для передачи единицы температуры другим средствам измерения (далее СИ) температуры в соответствии с ГПС.

3.2 термометр типа ЭТС: Термометр сопротивления платиновый эталонный стержневой предназначенный для измерений температуры от минус 200 °С до 660,323 °С или в части данного диапазона.

Примечание – Производитель вправе присвоить термометрам данного типа другое, отличное от ЭТС наименование типа, как, например, ПТС, ПТСВ, ТСРВ и т.п.

3.3 термометр типа ВТС: Термометр сопротивления платиновый эталонный высокотемпературный стержневой предназначенный для измерения температуры от 0,01 °С до 1084,62 °С.

Примечание – Производитель вправе присвоить термометрам данного типа другое, отличное от ВТС наименование типа.

3.4 поверка термометра сопротивления: Установление пригодности ТС к применению на основании контроля соответствия основных характеристик требованиям, установленным ГОСТ 30679 и ГПС.

3.5 относительное сопротивление термометра при температуре t , $W(t)$: Отношение сопротивления термометра при температуре t к его сопротивлению в тройной точке воды.

3.6 номинальное сопротивление термометра, $R(0,01)$: Сопротивление термометра при температуре тройной точки воды 0,01 °С.

3.7 градуировка термометра сопротивления: Определение сопротивления ТС при нескольких заданных значениях температуры (в градуировочных точках) в целях построения градуировочной функции.

3.8 градуировочная функция термометра: Зависимость сопротивления термометра от температуры.

3.9 калибровка термометра сопротивления: Определение метрологических характеристик термометра, градуировочной функции термометра и расширенной неопределенности измерений.

3.10 измерительный ток: Сила тока, протекающего через чувствительный элемент термометра при измерении температуры.

3.11 реперная точка: Температура, характеризующая состояние равновесия различных фаз чистых веществ или смеси чистых веществ.

Примечание - Основные реперные точки МТШ-90 установлены в Положении о Международной температурной шкале МТШ-90 [1].

3.12 площадка фазового перехода: Участок на графике изменения температуры в металле с течением времени в условиях фазового перехода (плавления, затвердевания), характеризующийся неизменной температурой.

3.13 термостат: Устройство для воспроизведения и поддержания температуры в определенном объеме с нормированной однородностью в пространстве и стабильностью во времени.

3.14 неопределенность измерений: Параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

3.15 неопределенность градуировки ТС: Неопределенность измерения сопротивления ТС и относительного сопротивления в градуировочных точках.

3.16 стандартная неопределенность u : Неопределенность результата измерений, выраженная как среднее квадратическое отклонение (далее – СКО).

Примечание – Различают два метода оценивания стандартной неопределенности: «по типу А» и «по типу В»:

- метод оценивания по типу А – оценивание неопределенности путем статистического анализа результатов многократных измерений;
- метод оценивания по типу В – оценивание неопределенности иным, чем статистический анализ результатов измерений, способом.

3.17 суммарная стандартная неопределенность u_c : Стандартная неопределенность результата измерений, равная положительному квадратному корню из суммы квадратов стандартных неопределенностей, входящих в бюджет неопределенности измерения, с учетом коэффициентов их влияния на результат измерения.

3.18 бюджет неопределенности измерений: Сводная таблица составляющих суммарной стандартной неопределенности измерений.

3.19 расширенная неопределенность U : Величина, определяющая интервал вокруг результата измерений, в пределах которого находится большая часть значений, с достаточным основанием могущих быть приписанными измеряемой величине.

Примечание – Расширенную неопределенность рассчитывают умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата k , который в настоящем стандарте принят равным двум ($k = 2$) в предположении нормальности закона распределения возможных значений измеряемой величины при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.20 доверительные границы погрешности измерений: Границы интервала, в котором находится значение погрешности измерения с заданной доверительной вероятностью.

3.21 нестабильность эталонного термометра за интервал между поверками: Изменение сопротивления термометра в температурном эквиваленте при температуре тройной точки воды и относительных сопротивлений в реперных точках за интервал времени между двумя последовательными поверками (далее – ИМП).

4 Общие положения

4.1 ТС подвергают первичной и периодической поверкам в аккредитованных в установленном порядке поверочных лабораториях. Первичную поверку совмещают с приемосдаточными испытаниями ТС, если ее выполняют в аккредитованной на право проведения поверки лаборатории предприятия-изготовителя. Требования к максимальному интервалу между поверками (ИМП) устанавливаются при проведении испытаний в целях утверждения типа. ИМП может сокращаться в зависимости от стабильности ТС по решению организации, проводящей поверку, и по согласованию с заказчиком поверки, если это не запрещено в описании типа средства измерений.

4.2 Поверка ТС должна включать в себя градуировку ТС в нескольких градуировочных точках в целях построения градуировочной функции термометра, расчет доверительных границ погрешности измерений, а также проверку нестабильности ТС. Полный перечень операций поверки приведен в разделе 5.

4.3 Поверка ТС может проводиться в комплекте с прибором (отдельным или встроенным) для измерения сопротивления и преобразования измеренного значения в значение температуры.

4.4 Калибровка ТС проводится по требованию заказчика с целью построения градуировочной функции термометра и оценки расширенной неопределенности измерений. Калибровка ТС требуется для международной аккредитации лабораторий по ГОСТ ISO/IEC 17025, для проведения международных сличений эталонов и других международных метрологических работ.

4.5 Поверка (калибровка) ТС может выполняться в сокращённом диапазоне измерений исходя из фактической потребности владельца ТС. Возможные диапазоны измерений и необходимые для поверки градуировочные точки приведены в Таблицах 6 и 7.

5 Операции поверки и калибровки

При проведении поверки и калибровки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки и калибровки

Наименование операции	Пункт настоящего стандарта	Обязательность проведения операций	
		первичной	периодической
Внешний осмотр и опробование	10.1	+	+

Проверка электрического сопротивления изоляции	10.2	+	-
Определение нестабильности ТС	10.3	+	+
Определение относительного сопротивления в точке галлия и ртути	10.4	+	+
Градуировка ТС в реперных точках МТШ-90 или в термостате	10.5,10.6,10.7	+	+
Определение расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности	11,12	+	+
Построение градуировочной функции ТС	14	+	+
Примечания - 1) "+" - операция обязательна, "-" - операция необязательна 2) Определение доверительных границ погрешности проводится при поверке термометров, определение расширенной неопределенности измерений – при калибровке термометров.			

6 Средства поверки и калибровки

6.1 При проведении поверки и калибровки применяют установки для реализации реперных точек МТШ-90 с ампулами в составе рабочих эталонов 0-го и 1-го разрядов.

6.1.1 Допустимое СКО суммарной погрешности для ампул 0-го разряда: 0,0002 °С (тройная точка воды); 0,0006 °С (тройная точка ртути); 0,0006 °С (точка плавления галлия); 0,0017 °С (точка затвердевания индия); 0,0024 °С (точка затвердевания олова); 0,004 °С (точка затвердевания цинка); 0,007 °С (точка затвердевания алюминия); 0,015 °С (точка затвердевания серебра); 0,05 °С (точка затвердевания меди).

6.1.2 Доверительные границы абсолютной погрешности ($P=0,95$) для ампул 1-го разряда: от 0,002 °С (тройная точка воды); 0,0025 °С (точка плавления галлия); 0,005 °С (точка затвердевания индия); 0,0065 °С (точка затвердевания олова); 0,01 °С (точка затвердевания цинка); 0,02 °С (точка затвердевания алюминия); 0,06 °С (точка затвердевания серебра); до 0,2 °С (точка затвердевания меди).

6.2 Ампла тройной точки воды должна быть установлена в жидкостной термостат, имеющий действующее свидетельство о поверке или действующий аттестат испытательного оборудования, нестабильность поддержания температуры и неравномерность температуры в рабочем объеме термостата не должна превышать $\pm 0,01$ °С.

6.3 Требования к характеристикам и настройкам установок для реализации реперных точек МТШ-90 представлены в Таблице 2. Реперные точки обозначены символами соответствующих химических элементов. Методика предварительного исследования и настройки печей приведена в рекомендуемом Приложении А.

Таблица 2 Требования к характеристикам и настройкам печей для реализации реперных точек.

Реп. точка	Продолж. площадки фазового перехода, ч	Нестаб. температуры на площадке (наклон площадки), мК	Воспроизв. температуры фазового перехода, мК	Нестаб. поддержания температуры в печи, мК	Перепад температуры в канале ампулы на расстоянии 60 мм от дна канала во время фазового перехода, мК
Ga	10	0,2	0,5	± 10	0,2
In	4	0,5	1,0	± 30	0,5
Sn	4	0,5	1,0	± 30	1,0
Zn	4	0,5	2,0	± 30	1,0
Al	3	1,0	3,0	± 50	2,5
Ag	1	2,0	5,0	± 100	10,0
Cu	0,5	2,0	10,0	± 300	20,0

Примечание: Для реализации тройной точки ртути должны применяться жидкостные термостаты с равномерностью температуры в рабочем пространстве не хуже $\pm 0,01$ °С.

6.4 Для поверки и калибровки ТС 2-го и 3-го разрядов в диапазоне температур от минус 50 °С до 250 °С могут применяться жидкостные термостаты, имеющие действующее свидетельство о поверке или действующий аттестат испытательного оборудования и отвечающие следующим требованиям:

- неравномерность температуры в рабочем объеме термостата на длине чувствительных элементов эталонного и поверяемого термометров – не более 0,005 °С,
- нестабильность поддержания температуры за 30 мин – не более 0,01 °С.

6.5 Для поверки и калибровки ТС 3-го разряда в диапазоне температур от 250 °С до 660 °С допускается применять сухоблочные термостаты, соответствующие следующим требованиям:

- каналы в выравнивающем блоке должны иметь изотермическую зону (зону с нормированным температурным градиентом) высотой не менее максимального значения из длины чувствительного элемента эталонного и поверяемого ТС, в любом случае не менее 40 мм. Точное расположение зоны должно быть указано в документах на термостат;

- нестабильность поддержания температуры в канале блока за время не менее 30 мин после установления стационарного режима термостата должна быть не более 0,01 °C;

- расхождение значений температуры между каналами блока (горизонтальный перепад температуры) должно быть не более 0,005 °C;

- вертикальный перепад температуры в изотермической зоне блока не должен превышать 0,01 °C;

- внутренний диаметр канала в блоке должен отличаться от внешнего диаметра поверяемого термометра не более чем на 0,5 мм. Для улучшения теплового контакта рекомендуется использовать различные теплопроводящие вещества, указанные в документах на термостат;

- глубина погружения ТС в блок должна быть по крайней мере в 15 раз больше, чем диаметр ТС плюс длина ЧЭ. Сухоблочные термостаты должны применяться для поверки ТС, диаметр которых не более 6 мм.

6.6 При проведении настройки оборудования и калибровки ТС в термостатах должны применяться эталонные платиновые термометры.

6.6.1 Эталонный платиновый термометр сопротивления 1-го разряда типа ЭТС для настройки печей для реализации реперных точек МТШ-90, также для поверки (калибровки) эталонных термометров 2-го и 3-го разрядов методом сличения в термостате. Доверительные границы абсолютной погрешности ($P=0,95$) от 0,002 °C при 0,01 °C до 0,02 °C при 660,323 °C.

6.6.2 Эталонный платиновый термометр сопротивления 1-го разряда типа ВТС для настройки печей для реализации реперной точки меди и для контроля выхода печи в режим реализации затвердевания меди. Доверительные границы абсолютной погрешности ($P=0,95$) 0,1 °C при 1084,62 °C.

6.6.3 Эталонный платиновый термометр сопротивления типа ЭТС 2-го или 3-го разряда для контроля выхода печей в режим реализации фазового перехода. Доверительные границы абсолютной погрешности ($P=0,95$) от 0,01 °C при 0,01 °C до 0,25 °C при 660,323 °C.

6.6.4 Эталонный платиновый термометр сопротивления 0-го разряда (диапазон температур от минус 189,344 °C до 0,01 °C) по ГОСТ Р 8.855 для поверки (калибровки)

эталонных термометров 1-го разряда в точке кипения азота. Суммарное СКО от 0,001 °С при минус 189,344 °С до 0,0007 °С при 0,01 °С.

6.6.5 Эталонный платиновый термометр сопротивления 1-го разряда (диапазон температур от минус 196 до 0,01 °С) для поверки (калибровки) эталонных термометров 2-го и 3-го разрядов в точке кипения азота, а также в термостате при отрицательных температурах. Доверительные границы абсолютной погрешности ($P=0,95$) от 0,005 °С при минус 196 °С до 0,002 °С при 0,01 °С.

6.7 Для измерения сопротивления ТС должны применяться мосты постоянного и переменного токов, цифровые мультиметры, прецизионные измерители температуры, установки типа автоматизированное рабочее место для поверки термометров сопротивления (АРМ ПТС), а также (при работе моста с внешней мерой сопротивления) должна использоваться мера сопротивления не ниже 1-го разряда. Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения сопротивления (в эквиваленте температуры) в тройной точке воды должны быть не более $0,2 \cdot 10^{-3}$ °С для ЭТС 1-го разряда, не более $0,5 \cdot 10^{-3}$ °С для ВТС, не более $1 \cdot 10^{-3}$ °С для ЭТС и ВТС 2-го разряда, $2 \cdot 10^{-3}$ для ЭТС и ВТС 3-го разряда. Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения сопротивления (в эквиваленте температуры) в других реперных точках не должны превышать 1/10 от допустимого значения доверительных границ погрешности ТС. Разрешающая способность моста сопротивления должна составлять не менее 1/10 от допустимого значения доверительных границ погрешности ТС. При работе с внешней мерой сопротивления предел погрешности измерения отношения двух сопротивлений должен быть не более $1,0 \cdot 10^{-6}$ для ЭТС 1-го разряда, $2,5 \cdot 10^{-6}$ для ВТС 1-го разряда, $5,0 \cdot 10^{-6}$ для ЭТС и ВТС 2-го и 3-го разрядов. Границы НСП измерения сопротивления в этом случае рассчитываются по формуле (17).

6.8 Для контроля условий поверки должны применяться следующие средства измерений: термометр для контроля температуры окружающего воздуха с диапазоном измерений температуры от 10 °С до 30 °С и пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ °С, гигрометр для контроля относительной влажности с диапазоном измерений от 30 % до 80 % и пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 3 %.

6.9 Для измерения электрического сопротивления изоляции между выводами и защитным корпусом ТС должны быть применены мегомметры типов Ф4102/01-1М, Е6-17 или другие измерительные приборы с верхним пределом измерения не ниже 500 МОм и пределом погрешности, не превышающим ± 5 %.

6.10 Для отжига термометров должна использоваться вертикальная печь. Рабочая температура от 300 до 1100 °С, стабильность поддержания температуры в пределах 2 °С. Градиент температуры по высоте рабочего пространства печи не более 5 °С/м. Внутренняя поверхность печи не должна содержать металлических частей.

6.11 Вспомогательное оборудование, такое как измерительные линейки, штативы, защитные экраны, защитные очки, перчатки, стеклянные и кварцевые пробирки, сосуды Дьюара и т.п., должно быть использовано при необходимости для обеспечения удобства и безопасности проведения измерений и в соответствии с инструкциями по применению средств измерений конкретных типов.

6.12 Перед первым использованием средств поверки (калибровки) ТС необходимо провести расчет ожидаемой расширенной неопределенности поверки ТС по данным свидетельств о поверке (сертификатов калибровки) ампул реперных точек, термостатов, измерительной аппаратуры по методике, изложенной в разделах 11 и 12.

7 Условия поверки и требования к квалификации поверителей

7.1 При проведении поверки (калибровки) должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха в помещении, предназначенном для поверки, должна быть (20 ± 5) °С; относительная влажность не более 80 %.
- вибрация, тряска, удары, магнитные поля, кроме земного, влияющие на работу эталонных ТС и других средств поверки, должны быть исключены;
- напряжение питания сети должно быть в пределах, установленных эксплуатационными документами на средства поверки.

7.2 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7.3 К проведению поверки должны быть допущены лица, имеющие необходимую квалификацию.

8 Требования безопасности

8.1 Должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.007.9, ГОСТ 12.3.019.

8.2 Следует соблюдать осторожность при работе с жидкостными термостатами, не допускать попадания влаги в рабочую среду.

8.3 Запрещается трогать нагретый ТС руками и класть его на легковоспламеняющиеся поверхности.

8.4 При использовании сжиженного азота необходимо соблюдать осторожность и не допускать попадания азота на открытые участки тела. При заполнении сосудов Дьюара и извлечении из них охлажденных ТС необходимо пользоваться хлопчатобумажными перчатками и очками.

8.5 При работе со стеклянными сосудами Дьюара необходимо пользоваться защитными очками.

9 Подготовка к поверке (калибровке)

9.1 Проверка документации

Перед проведением поверки проверяют наличие: паспорта ТС, описания типа ТС (при поверке), и, если поверка (калибровка) повторная, свидетельства о предыдущей поверке (калибровке) ТС.

9.2 Подготовка средств поверки (калибровки)

Все средства поверки (калибровки), такие как установки для реализации реперных точек, термостаты, измерительные приборы, должны быть подготовлены к работе в соответствии с инструкциями по их эксплуатации. Должно быть обеспечено правильное заземление приборов и должны быть выполнены все требования безопасности. Методика предварительного исследования и настройки печей для реализации реперных точек МТШ-90 приведена в рекомендуемом Приложении А.

9.3 Экспериментальная оценка параметров воспроизведения температуры реперной точки в условиях конкретной поверочной (калибровочной) лаборатории

9.3.1 Методика воспроизведения всех реперных точек МТШ-90 с наивысшей точностью публикуется в документе МБМВ «Руководство по реализации Международной температурной шкалы 1990 г.» [2]. В Приложении А приводится рекомендуемая методика настройки печей для реализации реперных точек, предназначенных для поверки ТС 1 – 3 разрядов в диапазоне температур от 156,5985 до 1084,62 °С. В процессе настройки печей определяют следующие параметры:

- нестабильность поддержания температуры в печи,
- продолжительность площадки затвердевания (плавления),
- нестабильность температуры на площадке (наклон площадки),

- перепад температуры в ампуле на расстоянии 60 мм от дна канала.

Требования к данным параметрам приведены в Таблице 2.

9.3.2 Для оценки воспроизводимости температуры реперной точки в условиях конкретной лаборатории проводят измерение сопротивления контрольного термометра через 20 мин после начала площадки фазового перехода в течение 10 мин. За результат принимают среднее арифметическое значение сопротивления. Измерения повторяют как минимум на пяти площадках каждой реперной точки. После каждой площадки реперной точки проводят измерение сопротивления в тройной точке воды и вычисляют относительное сопротивление термометра W_j по формуле:

$$W_j = R_j/R_j(0,01) \quad (1)$$

где R_j – результат измерения сопротивления на j -ой площадке реперной точки;

$R_j(0,01)$ – результат измерения сопротивления в тройной точке воды после измерения на j -ой площадке реперной точки.

9.3.3 Диапазон воспроизведения температуры фазового перехода в условиях конкретной лаборатории Δ_{lab} рассчитывают по формуле:

$$\Delta_{lab} = (W_{jmax} - W_{jmin}) / (dW_r/dT) \quad (2)$$

где W_{jmax} и W_{jmin} соответственно максимальное и минимальное значение W_j ,

dW_r/dT – производная стандартной функции МТШ-90 по температуре в данной реперной точке (Таблица 5)

Полученное значение Δ_{lab} не должно превышать требование к воспроизводимости фазового перехода, указанное в Таблице 2.

10 Проведение поверки (калибровки)

10.1 Внешний осмотр и опробование

10.1.1 Комплектность, упаковка, маркировка и габаритные размеры термометра должны соответствовать требованиям эксплуатационной документации и описанию типа.

10.1.2 Оболочка термометра должна быть без повреждений. Витки платиновой спирали чувствительного элемента не должны быть деформированы и замкнуты. Для ТС с прозрачной оболочкой следует осмотреть с помощью лупы спираль чувствительного элемента.

10.1.3 При невыполнении требований 10.1.1 и 10.1.2 ТС к дальнейшей поверке не допускают.

10.2 Проверка электрического сопротивления изоляции ТС при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$

10.2.1 Подключают клеммы прибора для измерения электрического сопротивления к выводам и корпусу ТС. Подают измерительное напряжение 100 В.

10.2.2 Показания снимают в течение 10 с после подачи напряжения и фиксируют минимальное значение сопротивления. Сопротивление изоляции ТС должно быть не менее $1 \cdot 10^8$ Ом. ТС, не удовлетворяющие требованиям, к дальнейшей поверке не допускают.

10.3 Определение нестабильности термометров

10.3.1 Определение нестабильности ТС при первичной поверке (калибровке).

10.3.1.1 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды $R(0,01)_1$ по методике, изложенной в 10.5.10.

10.3.1.2 Выдерживают термометр в отжиговой печи при температуре в соответствии с таблицей 3, в течение 5 ч.

Таблица 3. Требования к температуре печи и изменению сопротивления термометра после отжига при первичной поверке.

Верхний предел диапазона измерения ТС, $^\circ\text{C}$	Температура отжиговой печи, $^\circ\text{C}$	Допускаемое изменение сопротивления $R(0,01)$ в единицах температуры, мК		
		разряд ТС		
		1	2	3
0,01	450	1,0	2,0	3,0
30				
156				
232				
420				
660	670	2,0	3,0	5,0
1084	1090	3,0	5,0	10,0

Примечание:

1. В том случае, если конструкция или материал термометра не позволяет использовать его при температуре отжига, указанной в таблице 3, термометр выдерживают в печи при максимально допустимой температуре.

2. После отжига при температуре 670 и 1090 °С термометр должен охлаждаться в печи медленно со скоростью не более 150 °С в час и выводиться из печи при температуре не выше 450 °С.

10.3.1.3 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды после отжига $R(0,01)_2$.

10.3.1.4 Рассчитывают значение расхождения между двумя полученными значениями сопротивления в температурном эквиваленте по формуле:

$$\Delta R_T = (R(0,01)_2 - R(0,01)_1) / (dR/dT), \quad (3)$$

где dR/dT – чувствительность термометра при 0,01 °С, Ом/°С.

Примечание:

Чувствительность термометра при 0,01 °С зависит от номинального сопротивления термометра $R(0,01)$ и определяется по следующей формуле:

$$dR/dT = R(0,01) \cdot 0,004. \quad (4)$$

10.3.1.5 Значение ΔR_T по абсолютной величине не должно превышать значения, указанные в таблице 3. В противном случае повторяют отжиг по 10.3.1.2.

10.3.1.6 Если условия 10.3.1.5 по-прежнему не выполняются, то термометр бракуют или переводят в более низкий разряд, если этот разряд предусмотрен для данного типа ТС (перевод в более низкий разряд должен быть согласован с заказчиком поверки).

10.3.2 Определение нестабильности ТС при периодической поверке (калибровке).

10.3.2.1 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды $R_1(0,01)$ по методике, изложенной в 10.5.10.

10.3.2.2 Вычисляют разность ΔR_T между значением сопротивления в тройной точке воды $R_2(0,01)$, приведенным в свидетельстве о предыдущей поверке (или сертификате калибровки), и измеренным значением $R_1(0,01)$ в температурном эквиваленте по формуле (3).

10.3.2.3 Если разность ΔR_T по абсолютной величине не превышает значения, указанные в Таблице 3, то приступают к градуировке термометров в реперных точках или в термостате по 10.4, 10.5.

10.3.2.4 Если разность ΔR_T превышает значения, указанные в Таблице 3, но не превышает допускаемые значения нестабильности сопротивления за ИМП, установленные в ГОСТ 30679, то проводят проверку стабильности по 10.3.1.

10.3.2.5 Если разность ΔR_T превышает допускаемые значения нестабильности сопротивления за ИМП, указанные в ГОСТ 30679, то отжигают термометр при температуре 670 °С в течение 4 ч., после чего снова измеряют $R_1(0,01)$ и вычисляют разность ΔR_T между значением сопротивления $R_2(0,01)$, приведенным в свидетельстве о предыдущей поверке, и измеренным значением $R_1(0,01)$ в температурном эквиваленте по формуле (3).

Примечание: Если конструкция термометра не предусматривает его использование при температуре 670 °С, то отжиг проводят при максимально возможной температуре.

10.3.2.6 Если значения ΔR_T после отжига по п. 10.3.2.5 соответствуют требованиям к нестабильности сопротивления за ИМП, указанным в ГОСТ 30679, то приступают к градуировке термометров в реперных точках или в термостате по 10.4 - 10.7.

10.3.2.7 Если ΔR_T , полученные после отжига по п. 10.3.2.5, по-прежнему не соответствуют требованиям к нестабильности сопротивления за ИМП, указанным в ГОСТ 30679, термометр бракуют.

Примечания.

1) Если значения ΔR_T отличаются от требований ГОСТ 30679 к нестабильности сопротивления за ИМП не более, чем на 30%, то допускается, по решению поверителя и согласованию данного решения с заказчиком, продолжить поверку ТС, но при этом сократить ИМП в два раза.

2) По согласованию с заказчиком поверки в данном случае допускается также проводить калибровку термометра, не отвечающего требованиям по нестабильности за ИМП, с оформлением сертификата калибровки, указанием результатов калибровки в реперных точках, расширенной неопределенности измерений и нестабильности за ИМП.

10.4 Определение относительного сопротивления ТС в точке плавления галлия (29,7646 °С) и тройной точки ртути (минус 38,8344 °С).

10.4.1 Определяют значение сопротивления термометра в точке плавления галлия (29,7646 °С) по методике, изложенной в 10.5.3 – 10.5.9. Определяют значение сопротивления термометра в тройной точке воды по методике, изложенной в 10.5.10. Рассчитывают относительное сопротивление в точке плавления галлия по формуле:

$$W(\text{Ga}) = R(\text{Ga})/R(0,01), \quad (5)$$

где $W(\text{Ga})$ - относительное сопротивление термометра в точке плавления галлия;

$R(\text{Ga})$ - сопротивление термометра в точке плавления галлия, Ом;

$R(0,01)$ - сопротивление термометра в тройной точке воды, Ом.

Значение относительного сопротивления термометра должно быть не менее значений, указанных в таблице 4.

10.4.2 Для термометров, работающих при температурах ниже 0 °С, после градуировки в точке кипения азота (10.6) проводят расчет по градуировочной функции относительного сопротивления термометра в тройной точке ртути $W(\text{Hg})$.

Значение $W(\text{Hg})$ должно быть не более указанного в таблице 4.

Таблица 4 - Требования к относительным сопротивлениям $W(\text{Ga})$, $W(\text{Hg})$.

Разряд термометра	$W(\text{Ga})$, не менее	$W(\text{Hg})$, не более
1	1,11807	0,844235
2 и 3	1,11795	0,844235

10.4.3 В случае, когда точка плавления галлия и тройная точка ртути входят в набор точек градуировки, определение $W(\text{Ga})$ и $W(\text{Hg})$ осуществляют во время проведения цикла градуировки (10.5).

10.4.4 В случае, когда в поверочной лаборатории нет возможности реализовать точку плавления галлия и тройную точку ртути, значения $W(\text{Ga})$ и $W(\text{Hg})$ рассчитывают по градуировочной функции термометра, определенной после проведения цикла градуировки (10.5, 10.7).

10.5 Градуировка ТС в реперных точках МТШ-90

10.5.1 Градуировку в реперных точках проводят для ТС 1-го разряда. Градуировка ТС 2 и 3-го разрядов может проводиться как в реперных точках МТШ-90, так и в термостатах методом сличения с ТС 1-го разряда или 2 разряда (для поверки ТС 3 разряда). Для реализации тройной точки ртути ампула с металлом погружается в низкотемпературный термостат. Для реализации точки галлия используется метод плавления металла. Реперные точки остальных металлов могут быть реализованы как точки затвердевания или плавления, если при настройке печей (Приложение А) и анализе диапазона воспроизведения температуры реперной точки в условиях конкретной поверочной лаборатории (9.3.3) будет показано, что разница между температурой плавления и затвердевания не превышает допустимой воспроизводимости температуры реперной точки, приведенной в Таблице 2.

Температура реперных точек, а также значения стандартной функции и её производной по температуре приведены в Таблице 5. Реперные точки обозначены символами соответствующих химических элементов.

Таблица 5 Температура реперных точек и значения стандартной функции и её производной по температуре

Репер. точка	T, K	T, °C	станд. функция $W_r(T)$	dW_r/dt , mK
Hg	234,3156	-38,8344	0,844142110	4,04E-06
H ₂ O	273,16	0,01	1,0000000	3,99E-06
Ga	302,9146	29,7646	1,1181389	3,95E-06
In	429,7485	156,5985	1,6098018	3,80E-06
Sn	505,078	231,928	1,8927977	3,71E-06
Zn	692,677	419,527	2,5689173	3,50E-06
Al	933,473	660,323	3,3760086	3,21E-06
Ag	1234,93	961,78	4,2864205	2,84E-06
Cu	1357,77	1084,62	4,6271296	2,71E-06

10.5.2 Последовательность градуировки ТС в реперных точках в зависимости от диапазонов измерения приведена в таблице 6. Реперные точки обозначены символами соответствующих химических элементов, ттв - тройная точка воды.

Таблица 6 - Последовательность градуировки ТС в реперных точках МТШ-90 для различных диапазонов измерения

Диапазон температур, °C	Последовательность реализации реперных точек
- 38,8344 – 29,7646	Hg, ттв, Ga, ттв
0 – 29,7646	Ga, ттв
0 – 156,5985	In, ттв
0 – 231,928	Sn, ттв, In, ттв
0 – 419,527	Zn, ттв, Sn, ттв

Диапазон температур, °С	Последовательность реализации реперных точек
0 - 660,323	Al, ттв, Zn, ттв, Sn, ттв
0 – 961,78	Ag, ттв, Al, ттв, Zn, ттв, Sn, ттв
0 - 1084,62	Cu, ттв, Zn, ттв

Примечания:

- 1) Для градуировки ТС, работающих в диапазоне температур от минус 196 до 0,01 °С используют точку кипения азота, которая не включена в перечень основных реперных точек МТШ-90. Методика измерений по 10.6.
- 2) Для градуировки ТС 1-го разряда, работающих в диапазоне от минус 50 до 0,01 °С используют тройную точку ртути. Вид градуировочной функции ТС в этом случае аналогичен функции для диапазона от минус 196 до 0,01 °С (Таблица 11).
- 3) Для градуировки ТС 2-го и 3-го разрядов в диапазоне от минус 50 до 0,01 °С допускается использовать низкотемпературный жидкостной термостат.

10.5.3 Методика реализации тройной точки ртути следующая. Ампулу ртути устанавливают в жидкостной низкотемпературный термостат и выдерживают при температуре на 5 °С ниже температуры тройной точки, как минимум, 1 час. Температуру в ампуле регистрируют с помощью контрольного термометра. Повышают температуру в термостате до значения на 0,5 °С выше температуры тройной точки ртути. По контрольному термометру регистрируют стабилизацию температуры в ампуле, что свидетельствует о начале фазового перехода. Изменение сопротивления ТС в температурном эквиваленте за 5 мин не должно превышать $\pm 0,001$ °С. Контрольный термометр выводят из ампулы и ставят в ампулу поверяемый ТС. Через 20 мин начинают измерение сопротивления поверяемого ТС по 10.5.5, 10.5.6.

10.5.4 Методика реализации реперных точек затвердевания (плавления) металлов следующая. Начало процесса затвердевания (или плавления) металла регистрируют с помощью контрольного термометра. Контрольный термометр выводят из печи. При реализации точки затвердевания в ампулу с металлом вводят кварцевый или керамический стержень, имеющий комнатную температуру для формирования второй границы между жидкой и твердой фазой, стабилизирующей температуру металла вблизи канала ампулы. Выдерживают стержень в печи 2 мин, после чего его извлекают и погружают в

канал поверяемый ТС. При реализации точки плавления металла керамический стержень в ампулу не вводят. Погружают в канал поверяемый ТС. Через 20 мин начинают измерение сопротивления поверяемого ТС.

10.5.5 Изменение значения сопротивления ТС в температурном эквиваленте за 5 мин не должно превышать $\pm 0,0002$ °C (для точек серебра и меди $\pm 0,001$ °C), что является критерием достижения теплового равновесия термометра и металла. Если данное условие не выполняется, измерения продолжают до тех пор, пока не будет достигнуто тепловое равновесие.

10.5.6 Выполняют не менее 10 отсчетов сопротивления термометра при использовании моста сопротивления с ручной регулировкой и не менее 30 отсчетов при использовании автоматического моста сопротивления. По полученным данным рассчитывают среднее арифметическое значение сопротивления ТС и СКО среднего арифметического значения сопротивления:

$$R = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R_i \quad (6)$$

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(R_i - R)^2}{n(n-1)}} \quad (7)$$

где R_i – результат одного измерения (отсчета) сопротивления, Ом,

n – количество отсчетов,

R – среднее измеренное значение сопротивления ТС, Ом,

S – СКО среднего арифметического значения сопротивления ТС, Ом.

Примечания:

- 1) при использовании автоматических мостов сопротивления рекомендуется использовать для расчета среднего значения и СКО встроенное программное обеспечение.
- 2) Для оценки СКО в эквиваленте температуры СКО среднего арифметического значения сопротивления делят на чувствительность ТС при температуре T , dR/dT , которую определяют по формуле:

$$dR(T)/dT = R(0,01) \cdot (dW_{ref}(T)/dT) \quad (8)$$

где $dW_{ref}(T)/dT$ – производная стандартной функции МТШ-90 при температуре T (Таблица 5).

10.5.7 После окончания измерений сопротивления ТС в реперной точке термометр извлекают из печи и охлаждают на воздухе до комнатной температуры (кроме реперных точек алюминия, серебра и меди).

10.5.8 После окончания измерений сопротивления термометра в реперных точках алюминия, серебра и меди термометр охлаждают в печи установки для реализации реперной точки со скоростью изменения температуры не более $150\text{ }^{\circ}\text{C/ч}$. Термометр извлекают из печи при температуре не выше $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

10.5.9 Если термометр необходимо быстро извлечь из печи для реализации реперных точек алюминия, серебра и меди после измерений его сопротивления, то термометр после вывода из печи быстро, но осторожно, погружают в печь для отжига, предварительно нагретую до $(660 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, выдерживают в ней в течение, как минимум, 3 ч и охлаждают в этой печи со скоростью изменения температуры не более $150\text{ }^{\circ}\text{C/ч}$, извлекают из печи при температуре не выше $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

10.5.10 После каждого измерения сопротивления ТС в реперной точке металла проводят измерение сопротивления ТС в тройной точке воды. Ампла тройной точки воды должна быть предварительно подготовлена к работе согласно эксплуатационным документам на данный прибор. Перед измерениями необходимо проверить свободное вращение ледяной оболочки вокруг канала ампулы. В случае отсутствия вращения в канал следует ввести кварцевую пробирку или стержень комнатной температуры на 15-20 с и снова проверить вращение оболочки. Поверяемый термометр предварительно погружают в жидкостной термостат при температуре $0,01 - 0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$, или в сосуд со смесью льда и воды и выдерживают там 5 – 10 мин. Затем термометр извлекают из термостата, погружают в канал ампулы тройной точки воды и через 15 мин начинают измерение сопротивления.

10.5.11 Выполняют не менее 10 отсчетов сопротивления термометра при использовании моста сопротивления с ручной регулировкой и не менее 30 отсчетов при использовании автоматического моста сопротивления. По полученным данным рассчитывают среднее арифметическое значение сопротивления ТС и СКО среднего арифметического значения сопротивления по формулам (6), (7). При использовании автоматического моста сопротивления рекомендуется расчет проводить с использованием встроенного программного обеспечения.

10.5.12 Значения СКО среднего арифметического значения сопротивления термометра в эквиваленте температуры не должны превышать $0,1\text{ мК}$ для тройной точки воды, $0,2\text{ мК}$ для Hg, Ga, In, Sn, $0,4\text{ мК}$ для Zn, Al, $1,0\text{ мК}$ для Ag, Cu. В противном случае проводят

анализ возможной нестабильности площадки затвердевания и электрических шумов, после чего измерения повторяют.

10.5.13 Разброс значений $R(0,01)$, полученных за время градуировки, не должен превышать в эквиваленте температуры $\pm 0,001$ °С для ТС 1-го разряда, $\pm 0,005$ °С для ТС для ТС 2-го разряда, $\pm 0,01$ °С для ТС 3-го разряда. В противном случае повторяют проверку стабильности по 10.3.1 и заново выполняют градуировку. Если требования по-прежнему не выполняются, термометр бракуют.

10.5.14 Рассчитывают относительное сопротивление ТС в реперных точках.

$$W = \frac{R}{R(0,01)} \quad (9)$$

где R – сопротивление ТС в реперной точке, формула (5);

$R(0,01)$ – сопротивление в тройной точке воды, измеренное после реперной точки.

10.5.15 Сравнивают полученные значения W со значениями из свидетельства о предыдущей поверки. Если разность в какой-либо точке превышает требования к нестабильности термометра за ИМП по ГОСТ 30679, повторяют измерения в данной реперной точке по 10.5.3 – 10.5.13. Если требования по-прежнему не выполняются, ТС бракуют, либо, по согласованию с заказчиком поверки, переводят в более низкий разряд. На данный термометр допускается выпустить сертификат калибровки с указанием расширенной неопределенности измерений, а также нестабильности за ИМП (ИМК). Если разность между значением W , полученным при поверке, и значением W из свидетельства о предыдущей поверки отличается от требований ГОСТ 30679 не более, чем на 30%, то допускается, по решению поверителя и согласованию данного решения с заказчиком, сократить ИМП в два раза (если это не запрещено в описании типа средства измерений).

10.6 Градуировка ТС в точке кипения азота

10.6.1 Градуировка в точке кипения азота проводится для термометров 1-го разряда методом сличения с эталонным термометром 0-го разряда, для термометров 2 и 3-го разрядов методом сличения с эталонным термометром 1-го разряда в сосуде Дьюара, заполненном жидким азотом. Сосуд должен быть закрыт крышкой с отверстиями для ввода термометров.

10.6.2 Эталонный и поверяемый ТС погружают в сосуд Дьюара с жидким азотом на глубину не менее 300 мм, закрепляют в штативе и соединяют с измерительной установкой.

10.6.3 Термометры выдерживают в сосуде Дьюара не менее 1 ч, после чего начинают измерения сопротивления последовательно эталонного и поверяемого термометра. Каждое измерение должно содержать не менее 10 отсчетов. Всего проводят не менее

трёх циклов измерений. Изменение температуры жидкого азота в сосуде Дьюара, по показаниям эталонного термометра за время каждого цикла не должно превышать 0,002 °С.

10.6.4 По полученным данным рассчитывают среднее арифметическое значение сопротивления эталонного и поверяемого термометра и СКО среднего арифметического значения. Формулы (6), (7).

Примечание: при использовании автоматических мостов сопротивления рекомендуется использовать для расчета среднего значения и СКО встроенное ПО.

10.6.5 Измеряют сопротивление эталонного и поверяемого термометра в тройной точке воды по 10.5.10, 10.5.11 и рассчитывают относительные сопротивления по 10.5.14.

10.6.6 Определяют температуру кипения азота, используя полученное сопротивление в тройной точке воды, относительное сопротивление и градуировочную функцию эталонного термометра, приведенную в свидетельстве о его поверке или сертификате калибровки. Пример расчета температуры приведен в Приложении В.

10.6.7 Определяют градуировочную функцию поверяемого ТС по методике раздела 14.

10.7 Градуировка ТС 2 и 3 разрядов в термостате методом сличения с ТС 1-го разряда.

10.7.1 Поверка и калибровка ТС 2-го и 3-го разрядов в диапазоне температур от минус 50 °С до 250 °С проводится в жидкостных термостатах. Поверка и калибровка ТС 3-го разряда в диапазоне от 250 °С до 660 °С проводится в сухоблочных термостатах. Температуры градуировки должны отличаться от температур по таблице 6 не более, чем на 2 °С. В диапазоне температур от минус 200 °С до 0 °С применяют точку кипения азота (10.6). Для реализации точки 0 °С допускается использовать как жидкостный регулируемый термостат, так и пассивный термостат со смесью льда и воды, температура которой должна контролироваться ТС 1 разряда.

Таблица 7 – Температуры градуировки ТС 2 и 3-го разрядов в термостате методом сличения с ТС 1-го разряда.

Диапазон температур, °С	Последовательность реализации градуировочных точек
- 200 - 0	0, -196 (кип. азота), 0
- 50 - 0	0, - 50, 0
0 - 30	0, 30, 0
0 - 160	0,157, 0

Диапазон температур, °C	Последовательность реализации градуировочных точек
- 200 - 0	0, -196 (кип. азота), 0
0 - 250	0, 157, 232, 0
0 - 420	0, 420, 232, 0
0 - 660	0, 660, 420, 232, 0

10.7.2 Эталонный ТС 1-го разряда и поверяемые ТС помещают в рабочий объем термостата на глубину не менее 300 мм. Чувствительные элементы всех ТС должны находиться на одном уровне.

10.7.3 После достижения стабильного состояния (сопротивление ТС в эквиваленте температуры не должно изменяться более чем на 0,002 °C за 5 мин в жидкостном термостате, на 0,005 °C в сухоблочном термостате) проводят цикл измерений: измеряют температуру эталонным ТС, затем последовательно измеряют сопротивление поверяемых ТС и вновь повторяют измерение эталонным ТС. Цикл измерений повторяют не менее трех раз. Сопротивление эталонного ТС в эквиваленте температуры за все время измерений не должно измениться более чем на 0,005 °C в жидкостном термостате, на 0,01 °C в сухоблочном термостате.

10.7.4 По полученным данным, по формулам (6) и (7), рассчитывают среднее арифметическое значение сопротивления эталонного и поверяемого ТС, а также СКО результата измерения сопротивления эталонного и поверяемого ТС в каждой градуировочной точке.

10.7.5 В начале и в конце цикла градуировки проводят измерение сопротивления поверяемого ТС при температуре, близкой к 0 °C. Результат приводят к температуре 0,01 °C, внося поправку на основе показаний эталонного термометра.

$$R(0,01) = R(t) - (t - 0,01) \cdot (dR/dT), \quad (10)$$

где t – температура в термостате, измеренная эталонным ТС, °C,

dR/dT – чувствительность ТС в тройной точке воды (формула (4)).

10.7.6 Рассчитывают среднее значение из двух результатов $R(0,01)$, полученных до и после всех измерений в точках градуировки в термостате.

10.7.7 Рассчитывают относительное сопротивление поверяемого ТС для каждой точки градуировки по формуле (9).

11 Расчет расширенной неопределенности и доверительных границ погрешности измерений при градуировке ТС в реперных точках.

11.1 Расчет суммарной стандартной неопределенности типа В и доверительных границ неисключенной систематической погрешности

11.1.1 Уравнением измерений при градуировке ТС является уравнение (52), согласно которому значение измеренной температуры T зависит от измеренного значения относительного сопротивления W . Суммарная стандартная неопределенность типа В и доверительные границы неисключенной систематической погрешности (НСП) при измерении сопротивления ТС рассчитываются в процессе подготовки средств измерений, подбора измерительной установки и исследования параметров печей. Данный расчет следует проводить для оценки измерительных возможностей лаборатории каждый раз при изменении состава оборудования.

11.1.2 Источники НСП измерений при градуировке ТС в реперных точках, которые также относятся к источникам стандартных неопределенностей, оцениваемых по типу В, представлены в табл. 8. Тип распределения предполагается равномерным для всех составляющих, кроме составляющей, связанной с калибровкой ампулы реперной точки, для которой закон распределения нормальный.

Таблица 8 - Источники стандартных неопределенностей, оцениваемых по типу В, и НСП измерений при градуировке ТС в реперных точках

Источник НСП	Исходные данные	Метод расчета станд. неопред. по типу В и границ НСП	Коэф. чувствительности.
Воспроизводимость реп. точки в условиях лаборатории	Δ_{lab} – диапазон температуры фазового перехода, °С (9.3)	11.1.3	1
Калибровка (поверка) ампулы реп. точки	U_A расширенная неопределенность измерений, °С (из сертификата калибровки), либо суммарное СКО воспроизведения температуры (при поверке)	11.1.4	1
Точность установки для измерения сопротивления ТС	$\pm \Delta_n$ - предел допускаемой погрешности, Ом	11.1.5	1/C1
	$\pm a_r$ – разрешающая способность установки, Ом	11.1.6	1/C1

Нестабильность температуры, обусловленная наклоном площадки фазового перехода	Δ_n – наклон площадки фазового перехода	11.1.7	1
Перепад температуры в канале ампулы	$\pm \Delta_g$ – перепад температуры на высоте 60 мм от дна ампулы	11.1.8	1

Примечания:

- 1) Расчет стандартной и расширенной неопределенности измерений в точке кипения азота выполняется по методике раздела 12.
- 2) При расчете неопределенности и погрешности измерений в тройной точке воды составляющие от воспроизводимости реперной точки, нестабильности температуры и перепада температуры в канале ампулы не учитываются.
- 3) C_1 – коэффициент чувствительности ТС, определяемый по формуле (8). В том случае, если предел погрешности измерительной установки задан в °С, коэффициент C_1 принимают равным 1.

11.1.3 Стандартную неопределенность, связанную с воспроизводимостью температуры реперной точки в условиях лаборатории, $u(L)$, рассчитывают по данным, полученным в процессе подготовки к поверке по 9.3. Эта неопределенность рассчитывается в предположении равномерного закона распределения:

$$u(L) = \frac{\Delta_{lab}}{2\sqrt{3}} \quad (11)$$

Границы НСП:

$$\theta_L = \frac{\Delta_{lab}}{2} \quad (12)$$

11.1.4 Стандартную неопределенность, связанную с поверкой ампулы реперной точки, $u(A)$, °С, принимают равной суммарному СКО, приведенному в свидетельстве о поверке. Если ампула имеет сертификат калибровки, то стандартную неопределенность получают путем деления расширенной неопределенности U_A , приведенной в сертификате калибровки, на коэффициент охвата 2.

$$u(A) = U_A / 2 \quad (13)$$

Границы НСП считают равными U_A :

$$\Theta_A = U_A \quad (14)$$

11.1.5 Стандартную неопределенность, обусловленную погрешностью установки для измерения сопротивления, $u(r)$, рассчитывают по данным паспорта на установку, данным свидетельств о поверке установки и свидетельств о поверке эталонных сопротивлений. Границы НСП соответствуют пределу погрешности прибора.

$$u(r) = \frac{\Delta_{\Pi}}{\sqrt{3}} \quad (15)$$

$$\Theta_r = \Delta_{\Pi} \quad (16)$$

где $\pm \Delta_{\Pi}$ - предел абсолютной погрешности прибора, Ом

При использовании моста сопротивления, работающего с внешней термостатированной эталонной мерой сопротивления, формулы для расчета следующие:

$$\Theta_r = S \Delta_{\Delta} + R_{\Delta} \Delta_s \quad (17)$$

$$u(r) = \frac{\theta_r}{\sqrt{3}} \quad (18)$$

где - S – показание моста сопротивления (отношение сопротивления ТС к эталонному сопротивлению с точностью до второго знака после запятой);

R_{Δ} – номинальное сопротивление эталонной меры, указанное в свидетельстве о поверке, Ом;

Δ_{Δ} – предел погрешности или доверительные границы погрешности эталонной меры (из свидетельства о поверке) плюс нестабильность меры за ИМП, Ом;

Δ_s – предел относительной погрешности моста сопротивления (из паспорта прибора).

11.1.6 Стандартную неопределенность, обусловленную разрешающей способностью используемой электроизмерительной установки, $u(rs)$, рассчитывают по данным паспорта на установку. Формула следующая:

$$u(rs) = \frac{a_r}{2\sqrt{3}} \quad (19)$$

где a_r – разрешающая способность установки, Ом.

Границы НСП:

$$\Theta_{rs} = a_r/2 \quad (20)$$

11.1.7 Стандартную неопределенность, связанную с наклоном площадки фазового перехода, $u(f)$, определяют на этапе предварительной настройки печи и исследования процесса получения фазового перехода металла (Приложение А). Наклон площадки определяют при анализе кривой затвердевания как абсолютную величину разности между значением температуры в момент начала измерений (достижение стабильной температуры) и значением температуры в момент окончания периода градуировки поверяемых термометров. Эта неопределенность рассчитывается в предположении равномерного закона распределения:

$$u(f) = \frac{\Delta_H}{2\sqrt{3}} \quad (21)$$

где Δ_H – наклон площадки фазового перехода, °C

Границы НСП:

$$\Theta_f = \Delta_H / 2 \quad (22)$$

11.1.8 Стандартную неопределенность, обусловленную перепадом температуры в канале ампулы, $u(g)$, определяют на этапе предварительной настройки печи в предположении равномерного закона распределения.

$$u(g) = \frac{\Delta_g}{2\sqrt{3}} \quad (23)$$

где Δ_g – абсолютное значение перепада температуры на длине чувствительного элемента ТС, °C

Границы НСП соответствуют

$$\Theta_g = \Delta_g/2 \quad (24)$$

11.1.9 Суммарную стандартную неопределенность типа В, u_{CB} , оценивают по формуле:

$$u_{CB} = \sqrt{u^2(L) + u^2(A) + \frac{1}{C_1^2} u^2(r) + \frac{1}{C_1^2} u^2(rs) + u^2(f) + u^2(g)} \quad (25)$$

где C_1 - коэффициент чувствительности термометра dR/dT , Ом/К, определяемый по формуле (8)

11.1.10 Границы НСП при измерении в реперной точке для доверительной вероятности 0,95 оценивают по формуле:

$$\theta(0,95) = 1,1 \sqrt{\theta_A^2 + \theta_L^2 + \frac{1}{C_1^2} \theta_r^2 + \frac{1}{C_1^2} \theta_{rs}^2 + \theta_f^2 + \theta_g^2} \quad (26)$$

11.1.11 СКО НСП вычисляют по формуле:

$$S_\theta = \sqrt{\frac{\theta_A^2}{3} + \frac{\theta_L^2}{3} + \frac{1}{C_1^2} \frac{\theta_r^2}{3} + \frac{1}{C_1^2} \frac{\theta_{rs}^2}{3} + \frac{\theta_f^2}{3} + \frac{\theta_g^2}{3}} \quad (27)$$

11.2 Расчет расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности при градуировке ТС в реперных точках

11.2.1 Суммарную стандартную неопределенность измерения u_C оценивают по формуле:

$$u_C = \sqrt{\frac{1}{C_1^2} u^2(s) + u_{CB}^2} \quad (28)$$

где $u(S)$ - стандартная неопределенность, обусловленная случайными эффектами при измерениях, оцениваемая по типу А, которую принимают равной СКО среднего значения сопротивления, S , определенного в процессе измерений по 10.5.11.

11.2.2 Расширенную неопределенность измерения U , °С, оценивают по формуле:

$$U = 2u_c \quad (29)$$

11.2.3 СКО суммарной погрешности результата измерения в реперной точке вычисляют по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{1}{C_1^2} S_r^2 + S_{\theta}^2} \quad (30)$$

где S_r - СКО среднего значения сопротивления, S , определенного в процессе измерений по 10.5.11.

11.2.4 Доверительные границы суммарной погрешности результата измерений сопротивления при $p = 0,95$ и эффективном числе степеней свободы $n - 1$, где n – количество измерений, вычисляют по формуле:

$$\Delta(0,95) = S_{\Sigma} \frac{t_{0,95}(n-1)S_r + \theta(0,95)}{S_r + S_{\theta}} \quad (31)$$

где $t_{0,95}(n-1)$ - квантиль распределения Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 и числа степеней свободы $n-1$.

11.3 Расчет расширенной неопределенности градуировки в реперной точке с учетом вклада неопределенности измерений в тройной точке воды.

11.3.1 Результат измерения относительного сопротивления ТС в реперной точке W рассчитывают при проведении поверки по формуле (9).

11.3.2 Расширенную неопределенность относительного сопротивления W определяют по формуле:

$$U^2(W) = \frac{U^2(R) + W^2 U^2(R(0,01))}{(R(0,01))^2} \quad (32)$$

где $U(R)$ – расширенная неопределенность измерения сопротивления ТС в реперной точке, Ом,

$U(R(0,01))$ - расширенная неопределенность измерения сопротивления ТС в тройной точке воды, Ом, проведенного после измерения в реперной точке.

Значения $U(R)$ и $U(R(0,01))$ рассчитывают по следующим формулам:

$$U(R) = U \cdot C_1 \quad (33),$$

$$U(R(0,01)) = U(0,01) \cdot (dR(0,01)/dT) \quad (34)$$

где U – расширенная неопределенность измерений в реперной точке, °C, (формула 29),

$U(0,01)$ – значение U для тройной точки воды,

C_1 – чувствительность ТС в реперной точке (формула (8)),

$dR(0,01)/dT$ – чувствительность ТС в тройной точке воды (формула (4)).

11.3.3 Аналогично рассчитывают доверительные границы погрешности $\Delta_w(0,95)$, используя $\Delta(0,95)$ в реперной точке вместо U и $\Delta(0,95)$, определенное в тройной точке воды, вместо $U(0,01)$.

11.3.4 Расширенную неопределенность градуировки ТС в единицах температуры рассчитывают по формуле:

$$U(T) = U(W) / (dW_r(T)/dT) \quad (35)$$

где $dW_r(T)/dT$ – производная стандартной функции МТШ-90 при температуре реперной точки T (Таблица 5).

11.3.5 Аналогично рассчитывают доверительные границы погрешности в единицах температуры, заменяя $U(W)$ на $\Delta_w(0,95)$.

12 Расчет расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности при градуировке ТС в термостате

12.1 Расчет суммарной стандартной неопределенности типа В и доверительных границ неисключенной систематической погрешности при градуировке ТС в термостате

12.1.1 Градуировка ТС в термостате заключается в измерении сопротивления поверяемого ТС и эталонного ТС при заданных установившихся значениях температуры. При этом значения температуры в термостате определяются как среднее арифметическое из показаний эталонного термометра. Источники НСП, а также стандартных неопределенностей, оцениваемых по типу В определяют при выборе средств измерений, оборудования, по данным технической документации и свидетельств о поверке, также при исследовании термостатов. Данный расчет следует проводить для оценки измерительных возможностей лаборатории каждый раз при изменении состава оборудования.

12.1.2 Источники стандартных неопределенностей типа В и НСП при градуировке ТС 2 и 3-го разрядов в термостате методом сличения с ТС 1-го разряда представлены в табл. 9.

Таблица 9 – Источники стандартных неопределенностей, оцениваемых по типу В и НСП измерений при градуировке ТС в термостате

Источник погрешности	Исходные данные	Тип распределения/тип оценки неопр./тип погрешности	Метод расчета станд. неопределенности и границ НСП	Коеф. чувств.
Измерение сопротивления эталонного ТС				
Калибровка (поверка) эталонного термометра	U_1 — расшир. неопред. калибровки эталонного термометра при $k = 2$, (или дов. границы погрешности при дов. вероятности 95 %), °C	Нормальное Тип В НСП	12.1.3	1
Точность установки для измерения сопротивления эталонного ТС	$\pm \Delta_{ПЭ}$ - предел допускаемой погрешности прибора, Ом	равномерное Тип В, НСП	12.1.4	1/C ₁
	$\pm a_{Э}$ – разрешающая способность установки, Ом	равномерное Тип В, НСП	12.1.5	1/C ₁
Измерение сопротивления поверяемого ТС				
Точность установки для измерения сопротивления поверяемого ТС	$\pm \Delta_{ПП}$ - предел допускаемой погрешности прибора, Ом	равномерное Тип В, НСП	12.1.6	1/C ₂
	$\pm a_{П}$ – разрешающая способность установки, Ом	равномерное Тип В, НСП	12.1.7	1/C ₂
Перепад температуры в термостате по вертикальной оси	$\pm g_1$ – перепад температуры на длине ЧЭ, °C	равномерное Тип В, НСП	12.1.8	1
Перепад температуры в термостате по горизонтальной оси	$\pm g_2$ – осевой перепад температуры, °C	равномерное Тип В, НСП	12.1.8	1

Примечания:

- 1) При измерении в точке кипения азота составляющие от перепада температуры в азоте по вертикальной и горизонтальной оси не учитываются.
- 2) В жидкостных термостатах вместо перепада температуры по вертикальной и горизонтальной оси учитывается неравномерность распределения температуры $\pm g$.
- 3) C_1 – коэффициент чувствительности эталонного ТС dR/dt , Ом/°C.
- 4) C_2 – коэффициент чувствительности поверяемого ТС dR/dt , Ом/°C (формула 4).

5) В том случае, если предел погрешности измерительных установок задан в °С, коэффициенты C_1 и C_2 принимают равными 1.

6) Если для измерения сопротивления эталонного и поверяемого ТС используется одна и та же установка и номинальное сопротивления эталонного и поверяемого ТС одинаково, то при суммировании неопределенностей стандартные неопределенности, связанные с погрешностью установки для измерения сопротивления эталонного и поверяемого термометра не учитывают.

12.1.3 Стандартную неопределенность, связанную с калибровкой (поверкой) эталонного термометра рассчитывают по приведенному в сертификате калибровки значению расширенной неопределенности калибровки U_1 , либо по значению границ доверительной погрешности $\Delta_{0.95}$, соответствующих разряду эталонного ТС по ГОСТ 30679, при температуре реперной точки, наиболее близкой к температуре градуировки в термостате.

$$u(T_1) = U_1/2 \quad \text{либо} \quad u(T_1) = \Delta_{0.95}/2 \quad (36)$$

Границы НСП рассчитывают по следующей формуле:

$$\Theta_T = \Delta_{0.95} \quad \text{либо} \quad \Theta_T = U_1 \quad (37)$$

12.1.4 Стандартную неопределенность, обусловленную погрешностью электроизмерительной установки для измерения сопротивления эталонного ТС, $u(r_1)$ и соответствующие границы НСП Θ_{r1} рассчитывают по данным паспорта на установку, данным свидетельств о поверке установки и свидетельств о поверке эталонных сопротивлений. Методика расчета по п.11.1.5.

12.1.5 Стандартную неопределенность, обусловленную разрешающей способностью электроизмерительной установки для измерения сопротивления эталонного ТС $u(rs1)$ и соответствующие границы НСП Θ_{rs1} , рассчитывают по данным паспорта на установку. Методика расчета по п.11.1.6.

12.1.6 Стандартную неопределенность, обусловленную погрешностью электроизмерительной установки для измерения сопротивления поверяемого ТС, $u(r_2)$ и соответствующие границы НСП Θ_{r2} рассчитывают по данным паспорта на установку, данным свидетельств о поверке установки и свидетельств о поверке эталонных сопротивлений. Методика расчета по п.11.1.5.

12.1.7 Стандартную неопределенность, обусловленную разрешающей способностью электроизмерительной установки для измерения сопротивления поверяемого ТС $u(r_{s2})$ и соответствующие границы НСП Θ_{rs2} , рассчитывают по данным паспорта на установку. Методика расчета по п.11.1.6.

12.1.8 Стандартные неопределенности, обусловленные вертикальным и горизонтальным градиентами температуры в рабочем объеме термостата $u(g_1)$, $u(g_2)$, рассчитывают по формулам:

$$u(g_1) = \frac{g_1}{\sqrt{3}}, \quad u(g_2) = \frac{g_2}{\sqrt{3}}, \quad (38)$$

где: g_1 – абсолютное значение изменения температуры по вертикальной оси в рабочем объеме термостата на длине, соответствующей максимальной длине чувствительного элемента эталонного и поверяемого ТС,

g_2 – абсолютное значение изменения температуры по горизонтальной оси в рабочем объеме термостата (перепад температуры между каналами бока сравнения).

Границы НСП соответствуют

$$\Theta g_1 = g_1 \quad \Theta g_2 = g_2 \quad (39)$$

Примечание:

В жидкостных термостатах вместо перепада температуры по вертикальной и горизонтальной оси учитывается неравномерность распределения температуры $\pm g$.

12.1.9 Суммарную стандартную неопределенность типа В при градуировке ТС в термостате, u_c , в °C оценивают по формуле:

$$u_{cB} = \sqrt{u^2(T_1) + \frac{1}{C_1^2} u(r_1)^2 + \frac{1}{C_1^2} u^2(rs_1) + \frac{1}{C_2^2} u(r_2)^2 + \frac{1}{C_2^2} u^2(rs_2) + u^2(g_1) + u^2(g_2)} \quad (40)$$

12.1.10 Границы НСП при доверительной вероятности 0,95 вычисляют по формуле:

$$\theta = 1,1 \sqrt{\theta_T^2 + \frac{1}{C_1^2} \theta_{r1}^2 + \frac{1}{C_1^2} \theta_{rs1}^2 + \frac{1}{C_2^2} \theta_{r2}^2 + \frac{1}{C_2^2} \theta_{rs2}^2 + \theta_{g1}^2 + \theta_{g2}^2} \quad (41)$$

12.1.11 СКО НСП измерений при градуировке ТС в термостате вычисляют по формуле:

$$S_{\theta} = \sqrt{\frac{\theta_T^2}{3} + \frac{1}{C_1^2} \frac{\theta_{r1}^2}{3} + \frac{1}{C_1^2} \frac{\theta_{rs1}^2}{3} + \frac{1}{C_2^2} \frac{\theta_{r2}^2}{3} + \frac{1}{C_2^2} \frac{\theta_{rs2}^2}{3} + \frac{\theta_{g1}^2}{3} + \frac{\theta_{g2}^2}{3}} \quad (42)$$

12.2 Расчет расширенной неопределенности измерений и доверительных границ погрешности при градуировке ТС в термостате

12.2.1 Стандартную неопределенность, обусловленную случайными эффектами при измерении сопротивления эталонного ТС, $u(S_1)$, а также СКО, характеризующее случайную составляющую погрешности результата измерения S_1 , определяют при проведении поверки по 10.7.2 - 10.7.4:

$$u(S_1) = S_1 \quad (43)$$

где S_1 – СКО среднего значения сопротивления эталонного ТС (формула (7)).

12.2.2 Стандартную неопределенность, обусловленную случайными эффектами при измерениях сопротивления поверяемого ТС, $u(S_2)$, а также СКО, характеризующее случайную составляющую погрешности результата измерения сопротивления S_2 , определяют при проведении поверки по 10.7.2 - 10.7.4:

$$u(S_2) = S_2 \quad (44)$$

где S_2 – СКО среднего значения сопротивления поверяемого ТС (формула (6)).

12.2.3 Суммарную стандартную неопределенность измерения u_c и расширенную неопределенность U при $K=2$ оценивают по формулам:

$$u_c = \sqrt{\frac{1}{C_1^2} u^2(S_1) + \frac{1}{C_2^2} u^2(S_2) + u_{CB}^2} \quad (45)$$

$$U = 2 \cdot u_c$$

12.2.4 СКО суммарной погрешности ТС в точке градуировки вычисляют по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{1}{C_1^2} S_1^2 + \frac{1}{C_2^2} S_2^2 + S_{\theta}^2} \quad (46)$$

12.2.5 Доверительные границы погрешности результата измерений при $p = 0,95$ и эффективном числе степеней свободы $n - 1$, где n – количество измерений, вычисляют по формуле

$$\Delta(0.95) = S_{\Sigma} \frac{t_{0.95}(n-1)(S_1 + S_2) + \theta}{S_2 + S_1 + S_{\theta}} \quad (47)$$

где $t_{0.95}(n-1)$ - квантиль распределения Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 и числа степеней свободы $n-1$.

12.3 Расчет расширенной неопределенности при градуировке ТС в термостате с учетом вклада неопределенности при температуре 0,01 °С.

12.3.1 Результат измерения относительного сопротивления ТС в градуировочной точке W рассчитывают при проведении поверки по 10.7.5, 10.7.6.

Расширенную неопределенность W определяют по формуле

$$U^2(W) = \frac{U^2(R) + W^2 U^2(R(0,01))}{(R(0,01))^2} \quad (48)$$

где

$U(R)$ – расширенная неопределенность измерения сопротивления ТС в градуировочной точке, определяемая по формуле $U(R) = U \cdot C_2$

$U(R(0,01))$ - расширенная неопределенность градуировки ТС в тройной точке воды в эквиваленте сопротивления, которую принимают равной расширенной неопределенности измерения в точке 0 °С (или близкой к 0 °С), проведенного после измерения в градуировочных точках и определяемая по формуле $U(R(0,01)) = U(0) \cdot (dR/dT)$, где $U(0)$ – значение U , °С, для 0 °С.

12.3.2 Аналогично рассчитывают доверительные границы погрешности $\Delta_w(0,95)$, используя $\Delta(0,95)$ в градуировочной точке вместо U и $\Delta(0,95)$, определенное при 0 °С, вместо $U(0)$.

12.3.3 Расширенную неопределенность градуировки в термостате в единицах температуры рассчитывают по формуле:

$$U(T) = U(W) / (dW_r(T)/dT) \quad (49)$$

где $dW_r(T)/dT$ – производная стандартной функции МТШ-90 при температуре реперной точки T , близкой к точке градуировки (Таблица 5).

Аналогично рассчитывают доверительные границы погрешности в единицах температуры, заменяя $U(W)$ на $\Delta_w(0,95)$.

13 Критерии годности поверяемого ТС

13.1 ТС считается годным к применению и соответствующим заявленному разряду по ГПС, если выполняются требования к внешнему виду (10.1), сопротивлению изоляции (10.2), а также к границам доверительной погрешности и нестабильности за ИМП установленные ГОСТ 30679 для данного разряда.

13.2 В случае, если требования для заявленного разряда не выполняются, ТС может быть переведен в более низкий разряд, если, согласно описанию типа, такой разряд существует. Понижение разряда должно быть согласовано с заказчиком.

13.3 При калибровке ТС должны выполняться требования к внешнему виду (10.1) и сопротивлению изоляции ТС (10.2). Результаты, полученные при расчете расширенной неопределенности, а также, в случае если калибровка повторная, нестабильность за интервал между калибровками, должны указываться в Сертификате калибровки.

14 Построение градуировочной функции ТС

14.1 Метод построения градуировочной функции для платиновых ТС по МТШ-90 [1] основан на использовании двух стандартных функций относительных сопротивлений $W_r(T)$, определенных в интервалах температур от 13,8033 до 273,16 К и от 0,01 °С до 961,78 °С и представляющих собой полиномы высоких степеней с известными коэффициентами:

от 13,8033 до 273,16 К:

$$\ln[W_r(T)] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln\left(\frac{T}{273,16}\right) + 1,5}{1,5} \right]^i \quad (50)$$

от 0 °С до 961,78 °С:

$$W_r(T) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T - 754,15}{481} \right]^i \quad (51)$$

Коэффициенты полиномов имеют значения, приведенные в Таблице 10:

Таблица 10 - Значения коэффициентов стандартной функции МТШ-90.

Диапазон от 13,8033 до 273,16 К		Диапазон от 0 °С до 961,78 °С	
A ₀	-2,13534729;	C ₀	2,78157254;
A ₁	3,1832472;	C ₁	1,64650916;
A ₂	-1,80143597;	C ₂	-0,1371439;
A ₃	0,71727204;	C ₃	-0,00649767;
A ₄	0,50344027;	C ₄	-0,00234444;
A ₅	-0,61899395;	C ₅	0,00511868;
A ₆	-0,05332322;	C ₆	0,00187982;
A ₇	0,28021362;	C ₇	-0,00204472;
A ₈	0,10715224;	C ₈	-0,00046122;
A ₉	-0,29302865;	C ₉	0,00045724.
A ₁₀	0,04459872;		
A ₁₁	0,11868632;		
A ₁₂	-0,05248134;		

14.2 Интерполяционную зависимость относительного сопротивления ТС от температуры рассчитывают, как сумму стандартной функции $W_r(T)$ и функции отклонения от стандартной функции $\Delta W(T)$ по формуле:

$$W(T) = W_r(T) + \Delta W(T) \quad (52)$$

Градуировочную функцию $R(T)$ рассчитывают по формуле:

$$R(T) = R(0,01) \cdot W(T) \quad (53)$$

где $R(0,01)$ – среднее арифметическое значение сопротивления в тройной точке воды из всех значений, измеренных в процессе градуировки ТС после измерения в реперных точках.

Вид функции отклонения $\Delta W(T)$ определен для каждого температурного диапазона МТШ-90 и приведен в таблице 11. Для расчета коэффициентов функции используют значения относительных сопротивлений ТС в реперных точках МТШ-90 (10.5.14), а также значения стандартной функции в реперных точках (Таблица 5). Методика расчета коэффициентов в Приложении Б.

Таблица 11 – Вид функции отклонения и градуировочные точки в различных диапазонах температур.

Диапазон температур, °C	Градуировочные точки	Вид функции отклонения
-196 - 0,01	кип. азота	$M[W(T_{90})-1]$
- 38,8344 - 29.7646	Hg, Ga	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2$
0,01 - 29,7646	Ga	$a[W(T_{90})-1]$
0,01 - 156,5985	In	$a[W(T_{90})-1]$
0,01 - 231,928	In, Sn	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2$
0,01 - 419,527	Sn, Zn	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2$
0,01 - 660,323	Sn, Zn, Al	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2+c[W(T_{90})-1]^3$
0,01 - 961,78	Sn, Zn, Al, Ag	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2+c[W(T_{90})-1]^3+d[W(T_{90})-W(660,323\text{ °C})]^2$
0,01 - 1084,62	Zn, Cu	$a[W(T_{90})-1]+b[W(T_{90})-1]^2$
Примечания – 1) В набор градуировочных точек всегда включена тройная точка воды, которая измеряется после каждого измерения в перечисленных в таблице градуировочных точках. 2) Метод построения функции отклонения в диапазонах от минус 196 до 0,01 °C и от 0,01 до 1084,62 °C является аппроксимацией метода МТШ-90. 3) Точка кипения азота не является основной реперной точкой МТШ-90.		

14.3 В том случае, когда градуировка ТС проводится методом сличения в термостате с эталонным ТС 1-го разряда, для построения градуировочной функции по методу МТШ-90 также используются зависимости, приведенные в Таблице 11. Для расчета коэффициентов функции отклонения используются значения относительных сопротивлений поверяемого ТС в градуировочных точках, близких к реперным точкам МТШ-90 (10.7.6), а также расчетные значения стандартной функции МТШ-90 при температуре данных градуировочных точек, измеренной эталонным ТС.

14.4 Градуировочная функция для ТС 3-го разряда в диапазоне температур от минус 50 до 250 °С может строиться по результатам градуировки в нескольких градуировочных точках в термостате на основе уравнения Каллендара-Ван Дюзена по ГОСТ 8.461. Данный метод должен быть установлен в технической документации на ТС.

15 Оформление результата поверки и калибровки.

15.1 Поверитель должен составить протокол поверки (калибровки), включающий в себя следующие обязательные данные:

- заводской номер ТС;
- рабочий диапазон температур ТС;
- условия поверки (температура и относительная влажность в помещении);
- применяемые средства поверки (калибровки);
- сопротивление $R(0,01)$, полученное при первом измерении и после отжига при проверке стабильности;
- значения температур градуировочных точек и относительных сопротивлений $W(T)$;
- вид градуировочной функции и значения коэффициентов;
- заключение о годности (при поверке), дата поверки, фамилия и подпись поверителя.

Допускаются компьютерные записи и хранение протокола поверки (калибровки).

15.2 При положительных результатах поверки, данные о результатах поверки подлежат регистрации в установленном порядке в национальной системе учета поверки средств измерений.

15.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности ТС с указанием причин. Данные также подлежат регистрации в установленном порядке в национальной системе учета поверки средств измерений.

15.4 При калибровке термометра оформляют Сертификат калибровки, в который должны быть указаны следующие обязательные данные: значения температур градуировочных точек, относительных сопротивлений $W(T)$, среднее значение $R(0,01)$, расширенная неопределенность измерений для каждой точки, вид градуировочной функции и значения коэффициентов, нестабильность $R(0,01)$ за интервал между калибровками (ИМК).

15.5 Пользователь ТС, имеющий в наличии тройную точку воды, имеет возможность контролировать стабильность ТС во время эксплуатации. Процедура контроля описана в Приложении Г.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика предварительного исследования и настройки печей для реализации температур реперных точек МТШ-90

А.1 Исследование и настройка печей с тремя нагревателями для реализации реперных точек.

А.1.1 Печь должна быть включена и предварительно настроена согласно рекомендациям изготовителя. Необходимо обратить внимание на заземление корпуса и внутреннего металлического стакана, содержащего ампулу с металлом.

А.1.2 Если изготовителем не указаны конкретные задания на градиенты температуры для верхнего и нижнего нагревателя, то рекомендуется первоначально установить значения температур равными значениям на основном нагревателе (нулевые градиенты).

А.1.3 На первом этапе исследуют температурное поле в ампуле в твердом состоянии металла. На регуляторе основного нагревателя устанавливают значение температуры на 10 °С ниже температуры фазового перехода. Контроль температуры осуществляют с помощью контрольного эталонного платинового термометра 3 разряда, подключенного к мосту сопротивления с дисплеем или к мосту, связанному с компьютером для непрерывного отслеживания изменения температуры в ампуле. Контрольный термометр ставят на дно канала ампулы, и после того, как достигнута стабилизация температуры, фиксируют измеренное значение сопротивления R_T .

А.1.4 Контрольный термометр поднимают на 2 см, затем на 4 см, 6 см, 8 см, 10 см и фиксируют полученные значения сопротивления. Время выдержки ТС на каждой высоте перед измерением не менее 2 мин.

А.1.5 Контрольный термометр опускают на дно канала ампулы и повторяют измерения сопротивления R_T .

А.1.6 По полученным данным строят график изменения температуры в канале ампулы. Пример приведен на рис. А.1

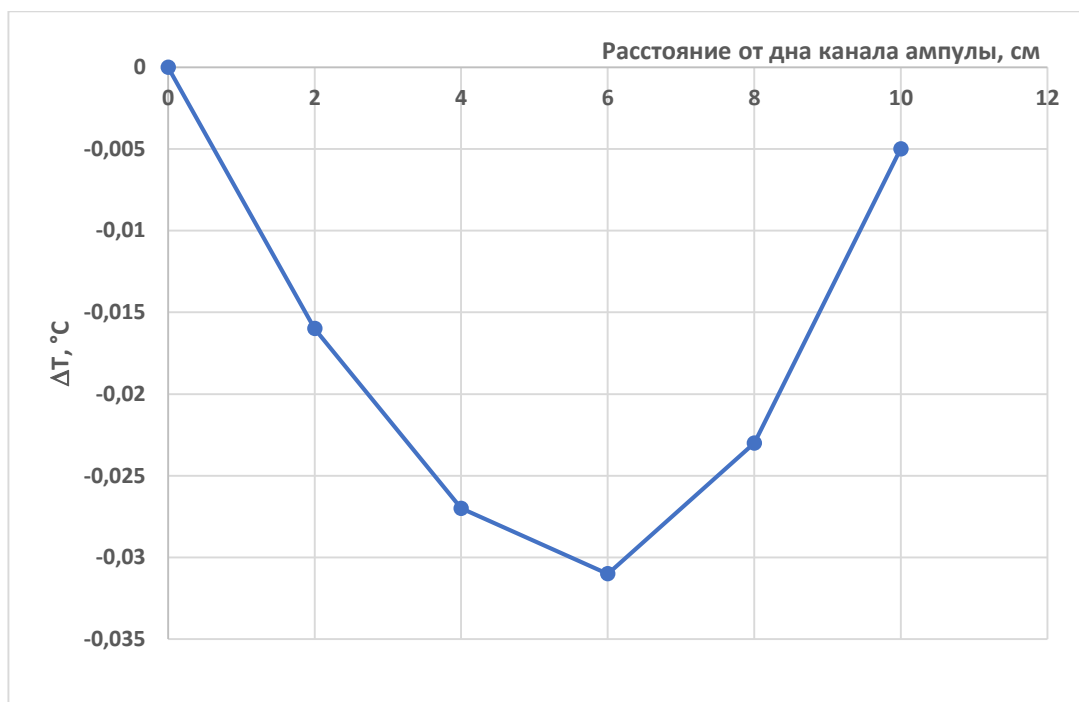


Рисунок А.1 – Изменение температуры в ампуле на расстоянии 10 см от дна канала (пример).

А.1.7 Изменение температуры в канале на расстоянии 10 см от дна канала не должно превышать 0,01 °C для точек In, Sn, 0,05 °C для Zn, Al и 0,5 °C для Ag, Cu. В противном случае корректируют задание температур на верхнем и нижнем нагревателях, после чего повторяют эксперимент. Температура в верхней части канала должна быть выше температуры на дне канала. Время выдержки печи в стабильном состоянии после корректировки градиентов перед новыми измерениями должно составлять не менее 2 ч для In, Sn, Zn, Al и 5 ч для Ag и Cu.

А.1.8 На следующем этапе получают площадку плавления металла, установив на основном нагревателе значение температуры на 5 °C выше температуры фазового перехода (T_z). После того, как достигнута стабилизация температуры (площадка на кривой изменения температуры) фиксируют измеренное значение сопротивления R_f при температуре фазового перехода T_f . После того, как площадка на кривой закончилась, ждут стабилизации температуры в расплавленном металле и фиксируют сопротивление контрольного термометра R_5 . По полученным данным рассчитывают погрешность датчика температуры для основного нагревателя:

$$\Delta T = T_z - T_f - (R_5 - R_f)/(dR/dt) \quad (A.1)$$

А.1.9 Получают площадку затвердевания металла. После плавления и стабилизации температуры в ампуле при температуре на 5 °C выше фазового перехода, задание

на контроллере основного нагревателя снижают до температуры на 5 °С ниже фазового перехода. Контролируют непрерывно температуру в металле и наблюдают переохлаждение металла ниже точки фазового перехода. Глубина переохлаждения разная для различных металлов, она также зависит от чистоты металла, скорости его охлаждения и температурного поля в печи. В Таблице А.1 приведены примерные значения глубины переохлаждения для различных металлов реперных точек МТШ-90. На рис. А.2 схематично изображен процесс получения площадок плавления и затвердевания металла.

Таблица А.1 Глубина переохлаждения для различных реперных точек МТШ-90.

Реперная точка	Глубина переохлаждения, °С
In	< 1,0
Sn	от 2 до 15
Zn	≤ 0,1
Al	0,4 – 0,6
Ag	≤ 0,5
Cu	до 2,0

Примечание:

Глубина переохлаждения галлия может достигать 20 °С. По этой причине используют только метод плавления металла. Рекомендуется не доводить металл до полного расплавления. Необходимо перед реализацией точки плавления галлия проверить, что металл твердый. Если есть подозрения на то, что металл жидкий, необходимо выдержать ампулу при пониженной температуре, например, в морозильной камере холодильника в течение нескольких часов.

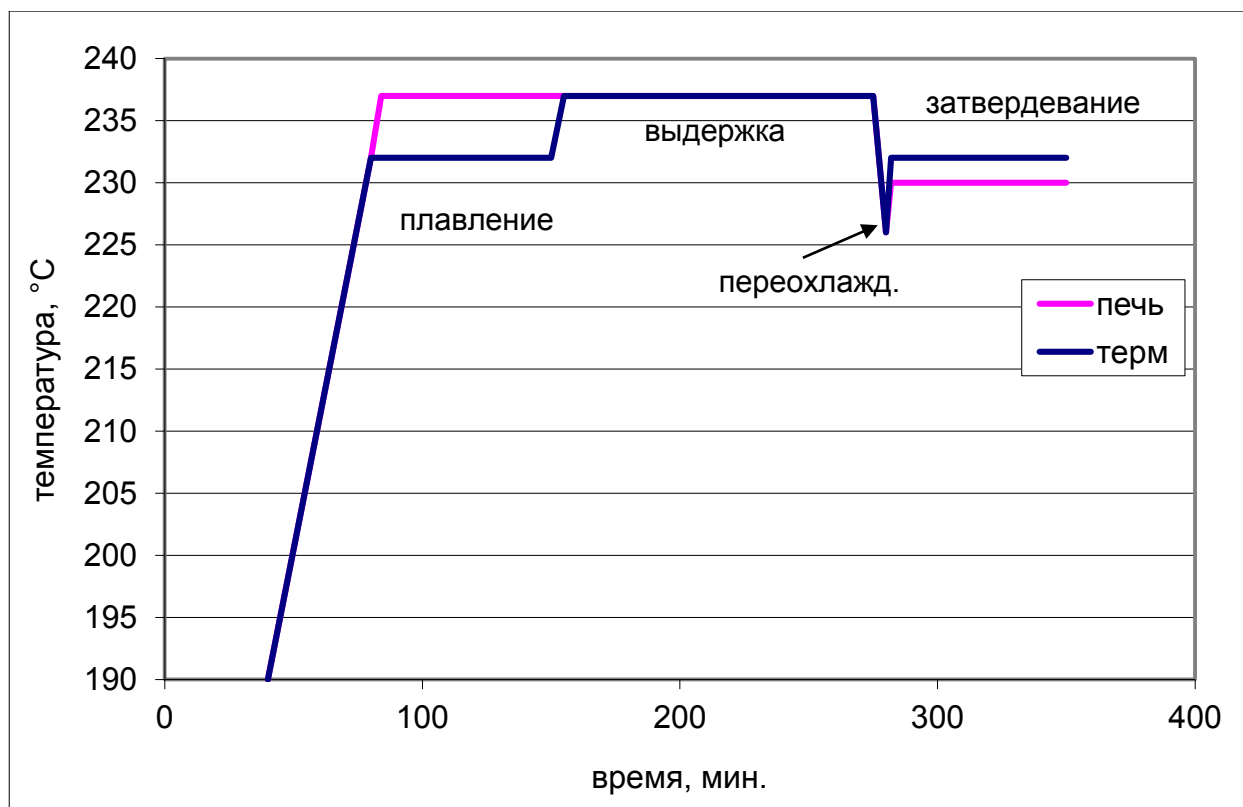


Рис А.2 - Режим работы печи при реализации температур затвердевания In, Sn, Zn, Al, Ag, Cu

Примечание: Поскольку олово имеет переохлаждение до 15 °С, рекомендуется во время процесса переохлаждения извлечь ампулу из печи и выдерживать её на воздухе до начала повышения температуры, после чего установить опять в печь. Если такой возможности нет, то следует понизить температуру в печи до значения на 10 °С ниже фазового перехода, затем, после выхода из переохлаждения, снова поднять температуру.

А.1.10 После того, как было зафиксировано повышение температуры в металле (выход из переохлаждения), контрольный термометр извлекают из печи и в печь погружают керамический стержень, имеющий комнатную температуру. Стержень выдерживают в печи в течение 2 мин. При этом на внутреннем канале ампулы намораживается тонкий слой твердого металла, благодаря чему образуется вторая граница двух фаз, что делает фазовый переход более стабильным. После извлечения стержня в канал вводят эталонный термометр 0-го или 1-го разряда. Задание на основном нагревателе увеличивают до значения на 2 °С ниже фазового перехода.

А.1.11 Эталонный ТС выдерживают в печи как минимум 20 мин. До стабилизации показаний, после чего начинают измерения.

А.1.12 Измеряют сопротивление ТС на дне канала, затем термометр поднимают на 1 см, на 2 см, и т.д. до 6 см. После чего снова повторяют измерения на дне канала. Время выдержки ТС на каждой высоте перед измерением не менее 2 мин. Получают кривую,

показывающую градиент температуры в канале ампулы во время затвердевания. Максимальный перепад температур не должен превышать требований Табл. 2. Если требования не выполняются, проводят корректировку задания на верхнем или нижнем нагревателе. Печь снова выводят на режим затвердевания и повторяют измерения градиента. Пример графика измерения перепада температуры в канале при различных заданиях на верхнем нагревателе (2 °C; 3,5 °C; 4 °C) приведен на Рисунке А.3. Значение полученного после настройки печи перепада используется в дальнейшем при расчете расширенной неопределенности градуировки в реперной точке (раздел 11).

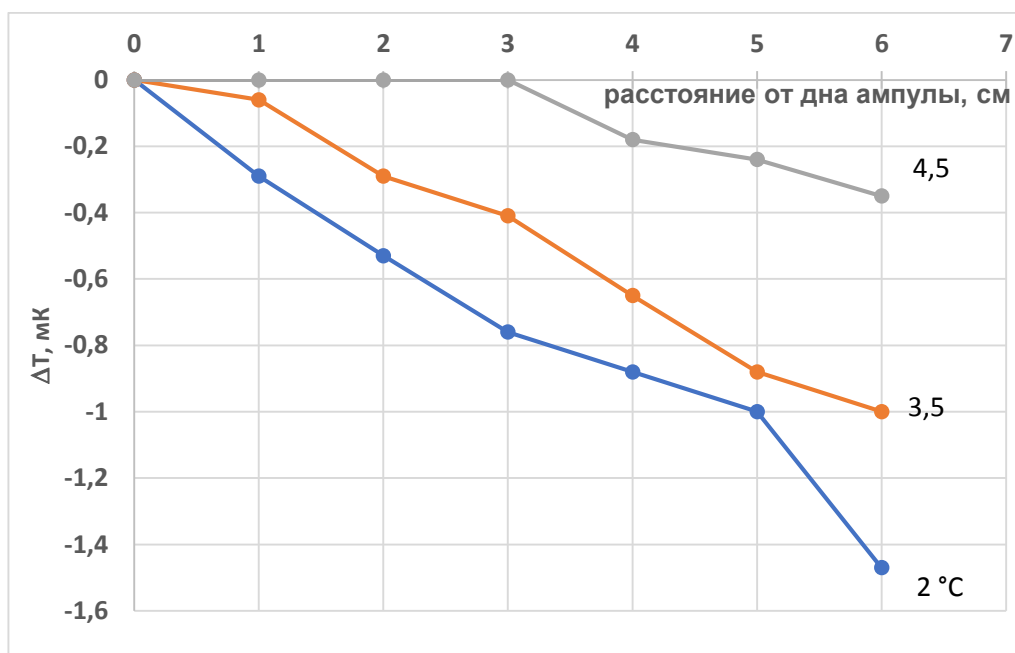


Рисунок А.3. Перепад температуры в канале ампулы при различных заданиях на верхнем нагревателе.

А.1.13 Для регулирования длительности площадки затвердевания следует изменять значения, заданные для основного нагревателя. Длительность площадки не должна быть меньше требуемой в Табл. 2. Наклон площадки не должен превышать требования Табл. 2. Наклон измеряется за время, необходимое для градуировки термометров, и в дальнейшем полученное значение наклона используется в расчете расширенной неопределенности градуировки (раздел 11).

А.2 Исследование возможности использования площадки плавления для градуировки ТС в реперных точках МТШ-90.

А.2.1 Для реперных точек In, Sn, Zn, Al возможно использование площадок плавления вместо затвердевания при условии применения металлов высокой чистоты и настройки режимов работы печей таким образом, чтобы было показано соответствие температуры плавления и затвердевания в пределах $\frac{1}{2}$ от допускаемой расширенной неопределенности калибровки ТС.

А.2.2 Для проверки соответствия температур плавления и затвердевания проводят измерения на не менее, чем на трех площадках плавления и затвердевания металла и получают кривые изменения температуры. Пример кривых показан на рисунке А.4

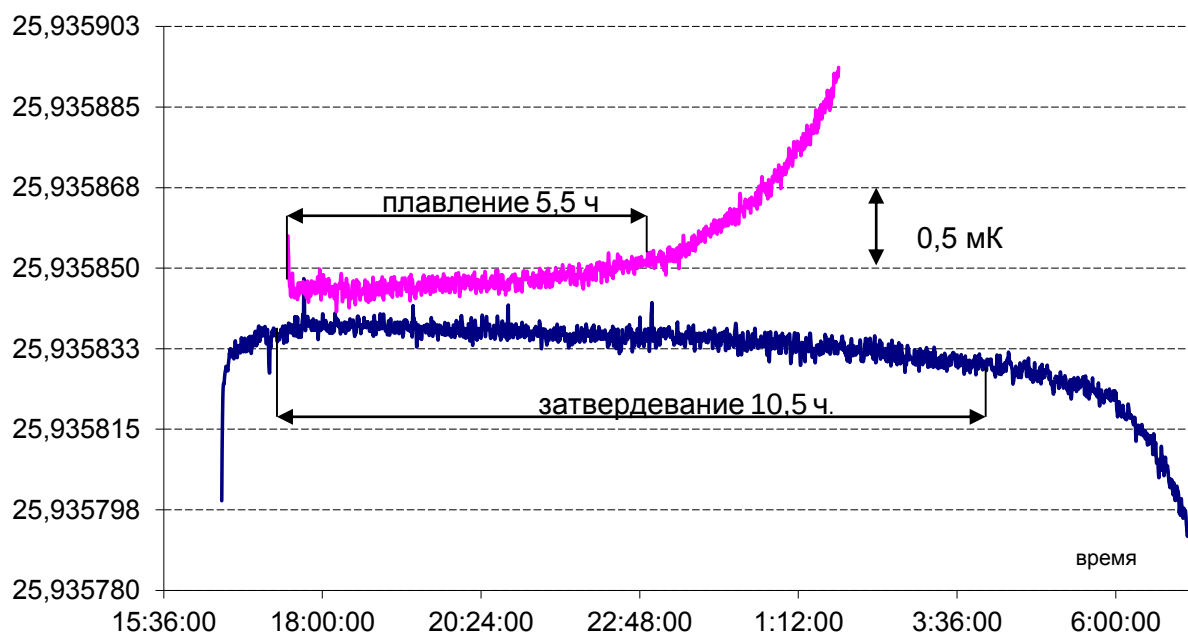


Рисунок А.4 Пример кривых плавления и затвердевания цинка

А.2.3 Для реализации реперной точки галлия используется всегда метод плавления металла, т.к. переохлаждение галлия очень глубокое (более 20 °С).

Приложение Б
(справочное)

Примеры расчета коэффициентов функции отклонения от стандартной функции МТШ-90.

Б.1. Диапазон 0,01 – 156,5985 °С.

Градуировка ТС в двух точках: тройной точке воды, точке затвердевания индия.

Функция отклонения (Таблица 11) имеет вид:

$$W(T) = a (W(T) - 1) \quad (\text{Б.1})$$

Откуда следует уравнение для коэффициента а:

$$a = \frac{W(T) - W_r}{W(T) - 1} \quad (\text{Б.2})$$

1) Предположим, что относительное сопротивление в точке затвердевания индия $W(\text{In}) = R(\text{In})/R(0,01) = 1,6098005$.

2) Подставляем в уравнение (Б.2) значение $W(\text{In})$ и значение стандартной функции МТШ-90 в точке индия $W_r = 1,60980185$. Значения W_r для реперных точек МТШ-90 приведены в Таблице 5.

Получаем $a = -2,21074 \cdot 10^{-6}$.

Аналогично рассчитывается коэффициент линейной функции отклонения для диапазона 0,01 – 29,7646 °С.

Б.2 Диапазон 0,01 – 419,527 °С.

Градуировка ТС в трех точках: тройной точке воды, точках затвердевания олова и цинка. Функция отклонения имеет вид:

$$\Delta W(T) = a (W(T) - 1) + b (W(T) - 1)^2 \quad (\text{Б.3})$$

1) Предположим, что результаты градуировки ТС следующие: $W(\text{Sn}) = R(\text{Sn})/R(0,01) = 1,8925898$, $W(\text{Zn}) = R(\text{Zn})/R(0,01) = 2,5685248$.

2) Записываем систему из 2 уравнений:

$$\begin{aligned} W(\text{Sn}) - W_r(\text{Sn}) &= a (W(\text{Sn}) - 1) + b (W(\text{Sn}) - 1)^2 \\ W(\text{Zn}) - W_r(\text{Zn}) &= a (W(\text{Zn}) - 1) + b (W(\text{Zn}) - 1)^2 \end{aligned} \quad (\text{Б.4})$$

3) Подставляем значения $W(\text{Sn})$ и $W(\text{Zn})$, а также $W_r(\text{Sn}) = 1,89279768$ и $W_r(\text{Zn}) = 2,56891730$ (Таблица 5) и решаем систему двух уравнений с 2 неизвестными относительно неизвестных а, b любым методом.

Получаем $a = -2,10001 \cdot 10^{-4}$ $b = 2,56497 \cdot 10^{-5}$.

Аналогично рассчитываются коэффициенты а и b для диапазона 0,01 – 231,928 °С и диапазона от - 38,8344 – 29,7646 °С.

Б.3 Диапазон 0,01 – 660,323 °С.

Градуировка ЭТС в четырех точках: тройной точке воды, точках затвердевания олова, цинка и алюминия. Функция отклонения имеет вид:

$$W(T) - W_r = a (W(T) - 1) + b (W(T) - 1)^2 + c (W(T) - 1)^3 \quad (\text{Б.5})$$

1) Предположим, что результаты градуировки: $W(\text{Sn}) = R(\text{Sn})/R(0,01) = 1,8926298$, $W(\text{Zn}) = R(\text{Zn})/R(0,01) = 2,5686145$, $W(\text{Al}) = R(\text{Al})/R(0,01) = 3,3755387$.

2) Записываем систему из 3 уравнений:

$$\begin{aligned} W(\text{Sn}) - W_r(\text{Sn}) &= a (W(\text{Sn}) - 1) + b (W(\text{Sn}) - 1)^2 + c (W(\text{Sn}) - 1)^3 \\ W(\text{Zn}) - W_r(\text{Zn}) &= a (W(\text{Zn}) - 1) + b (W(\text{Zn}) - 1)^2 + c (W(\text{Zn}) - 1)^3 \\ W(\text{Al}) - W_r(\text{Al}) &= a (W(\text{Al}) - 1) + b (W(\text{Al}) - 1)^2 + c (W(\text{Al}) - 1)^3 \end{aligned} \quad (\text{Б.6})$$

Подставляем значения $W(\text{Sn})$, $W(\text{Zn})$, $W(\text{Al})$, а также $W_r(\text{Sn}) = 1,89279768$, $W_r(\text{Zn}) = 2,56891730$, $W_r(\text{Al}) = 3,37600860$ (Таблица 5). Решаем систему трех уравнений с 3 неизвестными любым математическим методом. Получаем значения коэффициентов

$$a = -1,80179 \cdot 10^{-4} \quad b = -9,70290 \cdot 10^{-6} \quad c = 9,60570 \cdot 10^{-7}.$$

Б.4 Диапазон 0,01 – 961,78 °С.

Градуировка ПТС в пяти точках: тройной точке воды, точках затвердевания олова, цинка, алюминия, серебра. Функция отклонения имеет вид:

$$\Delta W(T) = a (W(T) - 1) + b (W(T) - 1)^2 + c (W(T) - 1)^3 + d (W(T) - W(660.323))^2 \quad (\text{Б.7})$$

причем $d = 0$ при температуре выше 660 °С.

1) Предположим, что результаты градуировки: $W(\text{Sn}) = R(\text{Sn})/R(0,01) = 1,8926298$, $W(\text{Zn}) = R(\text{Zn})/R(0,01) = 2,5686145$, $W(\text{Al}) = R(\text{Al})/R(0,01) = 3,3755387$, $W(\text{Ag}) = R(\text{Ag})/R(0,01) = 4,2856353$.

2) Записываем систему (Б.6) из 3 уравнений для диапазона 0,01 - 660,323 °С:

Подставляем значения $W(\text{Sn})$, $W(\text{Zn})$, $W(\text{Al})$, а также $W_r(\text{Sn}) = 1,89279768$, $W_r(\text{Zn}) = 2,56891730$, $W_r(\text{Al}) = 3,3760086$ (Таблица 5). Решаем систему трех уравнений с 3 неизвестными любым математическим методом. Получаем значения коэффициентов

$$a = -1,80179 \cdot 10^{-4} \quad b = -9,70290 \cdot 10^{-6} \quad c = 9,60570 \cdot 10^{-6}$$

2) Записываем уравнение для коэффициента d .

$$d = [W(\text{Ag}) - W_r(\text{Ag}) - a (W(\text{Ag}) - 1) - b (W(\text{Ag}) - 1)^2 - c (W(\text{Ag}) - 1)^3] / [W(\text{Ag}) - W(\text{Al})]^2 \quad (\text{Б.8})$$

Подставляем значения $W(\text{Ag})$, $W(\text{Al})$, а также значение стандартной функции $W_r(\text{Ag}) = 4,28642053$ (Таблица 5) Получаем $d = -1,47959 \cdot 10^{-4}$

Б.5 Диапазон от минус 196 до 0,01 °С.

Этого диапазона нет в определении МТШ-90, поэтому метод градуировки представляет собой аппроксимацию МТШ-90. Температура - 196 – это примерная температура

точки кипения азота (значение сильно зависит от атмосферного давления). Данную температуру определяют термометром нулевого разряда, который погружают в жидкий азот одновременно с поверяемым термометром (для поверки термометров 2 и 3 разряда используют эталон 1 разряда) (10.6).

В данном диапазоне установлена линейная функция отклонения

$$W(T) - W_r(T) = M (W(T) - 1) \quad (\text{Б.9})$$

Уравнение для коэффициента М:

$$M = \frac{W(N_2) - W_r(T)}{W(N_2) - 1} \quad (\text{Б.10})$$

В данном уравнении $W(N_2)$ – относительное сопротивление поверяемого ТС. $W_r(T)$ – значение стандартной функции МТШ-90 при температуре жидкого азота. Это значение следует рассчитать по формуле (47) при измеренной с помощью эталонного ТС температуре.

1) Предположим, что температура жидкого азота, измеренная эталонным термометром равна $-195,842\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2) Предположим, что результат градуировки поверяемого ТС: $W(N_2) = R(N_2)/R(0,01) = 0,18769540$.

3) Подставляем в уравнение (Б.5) значение $W(N_2)$ и значение стандартной функции МТШ-90 $W_r(T)$ для температуры $-195,842\text{ }^{\circ}\text{C}$, равное $0,1876897$.

Получаем $M = -7,02061 \cdot 10^{-6}$.

Б.6 Диапазон 0,01 – 1084,62 °C.

Этого диапазона нет в определении МТШ-90, поэтому этот метод градуировки представляет собой аппроксимацию МТШ-90. ВТС градуируется в трех точках – тройная точка воды ($0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$), точка затвердевания цинка ($419,527\text{ }^{\circ}\text{C}$) и точка затвердевания меди ($1084,62\text{ }^{\circ}\text{C}$). Функция отклонения имеет вид (Б.3). Расчет коэффициентов аналогичен Б.2

1) Предположим, что результаты градуировки: $W(\text{Cu}) = R(\text{Cu})/R(0,01) = 4,6261153$, $W(\text{Zn}) = R(\text{Zn})/R(0,01) = 2,5685468$.

2) Записываем систему из 2 уравнений:

$$\begin{aligned} W(\text{Cu}) - W_r(\text{Cu}) &= a (W(\text{Cu}) - 1) + b (W(\text{Cu}) - 1)^2 \\ W(\text{Zn}) - W_r(\text{Zn}) &= a (W(\text{Zn}) - 1) + b (W(\text{Zn}) - 1)^2 \end{aligned} \quad (\text{Б.11})$$

3) Подставляем значения $W(\text{Cu})$ и $W(\text{Zn})$, а также $W_r(\text{Cu}) = 4,6271296$ и $W_r(\text{Zn}) = 2,5689173$ (Таблица 5) и решаем систему двух уравнений с 2 неизвестными относительно неизвестных a , b любым методом.

Получаем: $a = -2,03047 \cdot 10^{-4}$ $b = -2,11391 \cdot 10^{-5}$.

Б.7 Расчет коэффициентов функции отклонения при градуировке ТС в термостате

Б.7.1 Расчет аналогичен вышеописанному для градуировки в реперных точках МТШ-90. Различие в том, что используются значения $W(T)$ поверяемого ТС, определенные в точках градуировки, близких к точкам МТШ-90, методика 10.7.2 – 10.7.7. Значения стандартной функции W_r , рассчитываются по формулам (47), (48) для температур градуировочных точек, измеренных эталонным ТС.

Приложение В

(справочное)

Пример расчета температуры, измеренной эталонным термометром

В.1 Допустим, что измеренное сопротивление ТС равно $R(T) = 25,568614$ Ом, сопротивление в тройной точке воды, приведенное в свидетельстве о поверке ТС равно $R(0,01) = 10,012536$.

В.2 Вычисляем $W(T) = R(T) / R(0,01) = 2,5536601$.

В.3 Коэффициенты функции отклонения a , b , c приведенные в свидетельстве о поверке:

$a = -1,80179E-04$, $b = -9,70290E-06$, $c = 9,60570E-07$.

В.4 Рассчитываем $W_{ref}(T) = W(T) + a(W(T)-1) + b(W(T)-1)^2 + c(W(T)-1)^3 = 2,5539599$.

В.5 Рассчитываем измеренную температуру по обратной функции МТШ-90. Коэффициенты функции для диапазонов положительных и отрицательных температур приведены в [1].

$T(W_{ref}) = 415,2508$ °С.

Примечание: Поскольку обратная функция МТШ-90 имеет ограничение по точности, рекомендуется в компьютерных программах расчета использовать прямую функцию $W_{ref}(T)$ и метод итераций.

В.6 Аналогично рассчитывается температура во всех других диапазонах температур. Используются соответствующие диапазону коэффициенты функции отклонения.

В.7 В диапазоне от минус 196 °С до 0,01 °С для расчета применяется приведенный в свидетельстве о поверке коэффициент M и линейная функция отклонения:

$W_{ref}(T) = W(T) + M(W(T)-1)$.

Допустим $M = -1,36853E-04$, измеренное значение $W(T) = 0,2159670$.

Тогда $W_{ref} = 0,2158597$, $T(W_{ref}) = -189,3442$ °С.

В.8 В диапазоне от минус 38,8344 °С до 29,7646 °С используются две различные стандартные функции для диапазонов положительных и отрицательных температур. Коэффициенты стандартных функций приведены в [1].

Приложение Г
(рекомендуемое)

Контроль стабильности ТС 1-го разряда и корректировка градуировочной функции в интервале между поверками.

Г.1 Контроль стабильности ТС 1-го разряда проводят в том случае, если при измерениях сопротивления ТС наблюдается отклонение от ожидаемых показаний и возникает подозрение, что ТС нестабилен. Рекомендуется проводить контроль стабильности ТС 1-го разряда в интервале между поверками каждые 6 мес., либо через 100 ч. эксплуатации термометра (что наступит раньше).

Г.2 Для контроля стабильности ТС проводят измерение сопротивления ТС в тройной точке воды $R_k(0,01)$.

Г.3 Полученные при контрольных измерениях значения $R_k(0,01)$ сравнивают с приведенными в свидетельстве о поверке либо сертификате калибровки ТС.

Г.4 Если разность превышает требования ГОСТ XXX к нестабильности $R(0,01)$ за ИМП более, чем на $\frac{1}{2}$ допустимого значения, но не превышает допустимое значение, проводят корректировку градуировочной функции $R(T)$, учитывая новое измеренное значение $R_k(0,01)$.

$$W(T) = R(T)/R_k(0,01)$$

При этом коэффициенты функции $\Delta W(T)$, приведенные в свидетельстве о поверке, сохраняются.

Г.5 Если разность между $R_k(0,01)$ и $R(0,01)$, приведенным в свидетельстве о поверке, превышает требования ГОСТ XXX к нестабильности $R(0,01)$ за ИМП, рекомендуется провести внеплановую поверку ТС.

Библиография

- [1] Международная температурная шкала, 1990 г. (The International Temperature Scale of 1990) (текст опубликован: Metrologia, 1990, v 27, pp 3-10) эл. версия на сайте МБМВ <https://www.bipm.org/en/committees/cc/cct/temperature-scales>
- [2] Руководство по реализации Международной температурной шкале 1990 г. (Guide to the Realization of the ITS-90) документы Международного бюро мер и весов (опубликованы только в электронном виде на сайте МБМВ) <https://www.bipm.org/en/committees/cc/cct/guides-to-thermometry>

УДК 536.531

МКС 17.200.20

Ключевые слова: термометры сопротивления, температура, методика поверки

Руководитель организации – разработчика

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 А.Н. Пронин

Руководитель разработки:

Руководитель отдела эталонов и научных исследований в области термодинамики ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Походун А.И.

Заместитель руководителя научно-исследовательской лаборатории 2411 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Фуксов В.М.

Руководитель группы научно-исследовательской лаборатории 2411 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Бекетов Н.А.

Старший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории 2411 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Моисеева Н.П.