

02-2-115

ФБУ «Калининградский ЦСМ»
УСТАНОВИТЕЛЬ ЭКСТРАМЕТРОВ

УТВЕРЖДАЮ
ДИРЕКТОР ЦЕНТРАЛЬНЫХ
Черепанов В.Я.
11 1999 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Термометры сопротивления эталонные ЭТС-100

1999-00
Х0 2.821.066 ДЗ

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на термометры сопротивления эталонные 3-го разряда, предназначенные для поверки термометров и точного измерения температур от минус 196 до 660,323 °С (77 – 933,473 К) (далее – термометры) и устанавливает методы их первичной и периодической поверок. Межповерочный интервал 2 года. Технические требования к термометрам установлены в технических условиях ТУ 4211-014-02566450-2001.

2 Нормативные ссылки

В настоящем документе использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 8.381-80 (СТ СЭВ 403-76) ГСИ. Эталоны. Способы выражения погрешностей;
ГОСТ 8.558-93 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры;
ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия;
ГОСТ 23737-79 (СТ СЭВ 593-85) Меры электрического сопротивления. Общие технические условия.

3 Определения, обозначения и сокращения

Термометр – термометр сопротивления эталонный типа ЭТС-100 3-го разряда.

Относительное сопротивление термометра при температуре

t – отношение сопротивления термометра при температуре t к его сопротивлению в тройной точке воды.

Номинальное сопротивление термометра – сопротивление термометра при температуре 0°C .

Измерительный ток – сила тока, протекающего через чувствительный элемент термометра при измерении температуры.

R_0 – номинальное сопротивление термометра

R_t – сопротивление термометра в тройной точке воды.

R_p – сопротивление термометра в реперной точке.

W_p – относительное сопротивление термометра в реперной точке (p – символ химического элемента или вещества).

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Метод расчета градуировочных характеристик термометров ЭТС-100 для диапазона температур выше 0°C

А.1 Градуировочную характеристику термометров определяют в виде функции отклонения относительного сопротивления термометра $W(T)$ от стандартной функции МТШ-90 $W_r(T)$:

$$\Delta W(T) = W(T) - W_r(T) \quad (\text{А.1})$$

А.2 Функция отклонения для диапазона температур $0 - 660,323^\circ\text{C}$ имеет вид:

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

А.3 Коэффициенты функции $\Delta W(T)$ рассчитываются с использованием данных градуировки термометров в реперных точках (9.4).

А.4 При необходимости рассчитывают на ЭВМ таблицу функции $\Delta W(T)$ или $W(T)$ в зависимости от температуры.

А.5 Вычисление температуры по градуировочной характеристике термометра

А.5.1 По результатам измерения сопротивления термометра $R(T_n)$ рассчитывают

$$W(T_n) = R(T_n) / R_t \quad (\text{А.3})$$

где $W(T_n)$ – относительное сопротивление термометра при температуре T_n ;

$R(T_n)$ – сопротивление термометра при температуре T_n ;

T_n – измеряемая температура;

R_t – сопротивление термометра в тройной точке воды.

А.5.2 Если градуировочная характеристика приведена в виде $\Delta W(T)$, то для определения температуры используют стандартную функцию МТШ-90 $W_r(T)$. В этом случае по формуле А.2 определяют $\Delta W(T_n)$, а затем рассчитывают $W_r(T_n)$, используя формулу (А.1). По зависимости $W_r(T)$ [таблице значений $W_r(T)$] находят значение температуры T_n , соответствующее $W_r(T_n)$. Значение температуры можно также рассчитать с помощью обратной стандартной функции МТШ-90 $T(W_r)$.

5. Средства поверки

При поверке должны быть использованы средства поверки и вспомогательные средства, приведенные в табл. 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательные средства

Наименование средств поверки и вспомогательных средств	Нормативно – техническая характеристика	
1 Линейка с делениями	Длина шкалы 750 мм по ГОСТ 17435 Длина внутреннего колодца 300-350 мм, диаметр 8-20 мм погрешность воспроизведения температуры фазового перехода не более 0,002 °С Внутренняя поверхность печи не должна содержать металлических частей. Рабочая температура 100-660 °С. Абсолютная погрешность поддержания температуры ± 5 °С. Градиент температуры в рабочем пространстве печи не более 0,5 °С/м. Изменение температуры Абсолютная погрешность по длине ампулы реперной точки °С·10 ² .	
2 Ампула тройной точки воды		
3 Печь для отжига		
4 Установка для реализации реперных точек МТШ-90 [1]:	0,2 0,2 0,5	
4.1 Точка затвердевания олова		+ 1
4.2 Точка затвердевания цинка		+ 2
4.3 Точка затвердевания алюминия	+ 5	
5 Установка для реализации ванн охлажденных газов типа ВКТ	Диапазон температур минус 219 – минус 196 °С. Нестабильность температуры за время измерения не более 0,005 °С	
6 Термометр – эталонный 1-го разряда типа ПТС	Диапазон температур минус 196 – 0 °С	
7 Измерительная установка для измерения сопротивления термометров	Погрешность измерения сопротивления не более ± 0,002 %	
8 Образцовая мера электрического сопротивления	Номинальное сопротивление: 100 Ом – по ГОСТ 23737. Погрешность аттестации не более 0,001 %. Нестабильность температуры не должна приводить к изменению значения меры за время измерений более чем на 0,001 %	

δ_p – средняя квадратическая погрешность среднего арифметического значения относительного сопротивления термометра в реперной точке в температурном эквиваленте;

$(dW_r / dT)_p$ – производная стандартной функции МТШ-90 W, (T) по температуре в реперной точке.

Значения производной стандартной функции МТШ-90 в реперных точках приведены в табл. 3.

Таблица 3 – Производная стандартной функции МТШ-90 в реперных точках

Реферная точка	$dW_r / dT_p, °C$
Точка кипения азота	0,00433
Точка затвердевания олова	0,00371
Точка затвердевания цинка	0,00350
Точка затвердевания алюминия	0,00321

10.1.4 Рассчитывают доверительную погрешность δ_p результата определения относительного сопротивления в реперной точке в температурном эквиваленте по формуле:

$$\delta_p = t_q \cdot S_p, \quad (8)$$

где t_q – коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности 0,95 и числе степеней свободы (n-1). При $n = 3, t_q = 4,303$;

10.1.5 Сравнивают рассчитанные по 10.1.1 и 10.1.4 значения доверительной погрешности со значениями, приведенными в таблице 4.

Значения δ_p и δ_r должны быть не более значений, указанных в таблице 4. В противном случае термометр бракуют.

Таблица 4 – Допускаемые доверительные погрешности результатов измерений температуры в реперных точках термометрами ЭТС-100, в градусах Цельсия.

Температура, °С	Реферная точка	Доверительная погрешность, °С
минус 196	точка кипения азота тройная точка воды точка затвердевания олова точка затвердевания цинка точка затвердевания алюминия	0,05
0,01		0,02
231,928		0,04
419,527		0,07
660,323		0,15

10.1.6 Градуировочную характеристику термометров, удовлетворяющую требованиям 10.1.5, рассчитывают по методике, приведенной в приложении А и Б.

Наименование средств поверки и вспомогательных средств	Нормативно – техническая характеристика
9 Термометр для измерения температуры меры электрического сопротивления	Погрешность не более $\pm 0,1$ °C
10 Термометр для измерения температуры помещения	Погрешность не более $\pm 0,2$ °C
11 Мегаомметр	Тип М4100/3
12 Психрометр бытового	Тип ПБ-1Б
13 Комбинированный прибор	Ц 4342
Примечание - Допускается использовать другие вновь разработанные или находящиеся в применении средства поверки, прошедшие поверку и удовлетворяющие требованиям настоящего стандарта	

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 6.1 Измерительный пульт должен находиться в помещении при температуре $(20 \pm 2,0)$ °C, относительной влажности не более 80%, атмосферном давлении $(101,3 \pm 10)$ кПа.
- 6.2 Измерительный ток для термометров устанавливается равным $(1,0 \pm 0,1)$ мА.
- 6.3 В помещении, в котором проводят поверку не должно быть дыма, пыли, вибрации.
- 6.4 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки следует:

- 7.1 Проверить наличие всех средств измерений, необходимых для поверки, согласно разделу 5 и нормативной документации, устанавливающей методику их эксплуатации.
- 7.2 Проверить соответствие условий поверки требованиям раздела 6.
- 7.3 Подготовить к работе измерительный пульт, установки, печи и поверяемые термометры согласно нормативной документации на соответствующие средства измерений и вспомогательные средства.

$$\delta_T = t_q * S_T; \quad (2)$$

$$S_T = \left(\sum (R_{Ti} - R_T)^2 / n (n-1) \right)^{0.5} / (dR / dT)_T; \quad (3)$$

$$R_T = \sum R_{Ti} / n, \quad (4)$$

где t_q – коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 и числа степеней свободы $(n-1)$;
 n – количество измерений сопротивления термометра в тройной точке воды за все циклы градуировки;

R_{Ti} – результат i -ого измерения сопротивления термометра в тройной точке воды (п. 9.4.1.);

R_T – среднее арифметическое значение сопротивления термометра в тройной точке воды;

S_T – среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического значения сопротивления термометра в тройной точке воды в температурном эквиваленте;

δ_T – доверительная погрешность среднего арифметического значения сопротивления термометра, измеренного в тройной точке воды в температурном эквиваленте;

$(dR / dT)_T$ – чувствительность термометра при температуре тройной точки воды.

10.1.2 Рассчитывают относительной сопротивление в каждой реперной точке по формуле

$$W_{pi} = R_{pi} / R_{Ti}, \quad (5)$$

где W_{pi} – относительное сопротивление термометра в реперной точке i – м цикле измерений;

R_{pi} – результат измерения сопротивления термометра в реперной точке в i – м цикле измерений (п.9.4.1.);

R_{Ti} – результат измерения сопротивления термометра в тройной точке воды, проведенного после измерений в реперной точке в i – м цикле измерений.

10.1.3 Рассчитывают среднее арифметическое значение относительно сопротивления термометра в реперной точке и среднюю квадратическую погрешность среднего арифметического в температурном эквиваленте по формулам:

$$W_p = \sum W_{pi} / n; \quad (6)$$

$$S_p = \left(\sum (W_{pi} - W_p)^2 / n (n-1) \right)^{0.5} / (dW_r / dT)_p; \quad (7)$$

где W_p – среднее арифметическое значение относительного сопротивления термометра в реперной точке по всем циклам измерений;

W_{pi} – относительное сопротивление термометра в реперной точке в i – м цикле;

n – число циклов измерения сопротивления в реперной точке;

Термометр погружают в термостат со с мясью льда и воды при температуре 0°C и выдерживают там не менее 15 мин. Затем термометр извлекают из термостата и погружают в канал ампулы тройной точки воды. Ампула должна быть подготовлена к работе по методике, приведенной в нормативной документации. Через 15 мин начинают измерения. За результат измерения сопротивления термометра принимают среднее арифметическое из результатов пяти отсчетов.

9.4.9 после проведения первого цикла градуировки рассчитывают относительное сопротивление W_{100} по значениям W_{21} и W_{Sn} , используя методику определения градуировочной характеристики, изложенную в приложении А. Значение W_{100} должно быть не менее 1,3850.

9.5 Градуировка термометров ЭТС-100 в диапазоне температур ниже 273,16 К Градуировку термометров проводят методом сличения градуируемого термометра с эталонным 1-го разряда.

Примечание – Допускается проводить градуировку термометров методом калибровки непосредственно в реперных точках МТШ-90 ниже 273,16 К.

9.5.1 Градуировка и определение нестабильности термометров в интервале 77 – 273,16 К заключается в измерении их сопротивлений в тройной точке воды, в последующем одновременном измерении сопротивлений градуируемого термометра и эталонного 1-го разряда термометра при температуре кипения азота ($T \approx 77\text{K}$) при атмосферном давлении и повторном измерении сопротивления в ТТВ.

Разность сопротивлений, измеренных в ТТВ до и после измерений в азоте не должна превышать в температурном эквиваленте $0,01^{\circ}\text{C}$.

9.5.2 Для проведения градуировки термометров при температуре кипения азота их вместе с эталоном 1-го разряда помещают в блок сравнения установки для реализации ванн сжиженных газов при атмосферном давлении. Измерение сопротивления термометров проводят в соответствии с нормативной документацией на установку.

9.5.3 При градуировке термометров в диапазоне температур 77 – 273,16 К проводят не менее 5 измерений (по два отсчета каждое) в двух температурных точках – при температуре кипения азота и в тройной точке воды. Нестабильность температуры должна быть не более 5 мК за время каждого измерения. Дрейф температуры в точке 77 К при проведении 5 измерений должен быть не более $0,05\text{K}$.

Значения сопротивлений термометров рассчитывают как среднее арифметическое из результатов пяти измерений при каждой температуре.

10 Обработка результатов поверки. Определение доверительной погрешности термометра

10.1 Обработка результатов измерений сопротивления термометров в температурном диапазоне выше 0°C

10.1.1 Рассчитывают доверительную погрешность результата измерения сопротивления в тройной точке воды в температурном эквиваленте по формулам:

8 Требования безопасности

8.1 При работе с ампулами тройной точки воды следует соблюдать особую осторожность. Работать с ампулами разрешается только в защитных очках.

8.2 Сосуды Дьюара, предназначенные для работы с жидкими газами, должны быть чистыми и сухими.

8.3 Необходимо беречь сосуды Дьюара от попадания в них органических веществ.

8.4 В помещении, в котором проводят поверку, категорически запрещается курить, пользоваться огнем, хранить огнеопасные и горючие вещества и материалы.

8.5 Во время проведения поверки при высоких температурах термометр следует извлекать из печи медленно, соблюдая особую осторожность во избежание получения ожогов.

8.6 После извлечения из печи запрещается трогать термометр руками и класть его на легко воспламеняющуюся поверхность.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр и опробование
9.1.1 При осмотре следует установить соответствие требованиям, изложенным ниже. Комплектность, упаковка, маркировка и габаритные размеры термометра должны соответствовать требованиям нормативной документации. Корпус термометра должен быть без повреждений.
9.1.2 Электрические цели термометра не должны быть нарушены. Опробование электрической схемы проводят с помощью прибора Ц 4342.
Термометры, не удовлетворяющие требованиям, изложенным выше, дальнейшей поверке не подлежат.

9.2 Проверка электрического сопротивления изоляции термометра

Проверку проводят при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ и относительной влажности $(60 \pm 15)\%$ с помощью мегомметра типа М 4100/3. Электрическое сопротивление изоляции между выводами и корпусом термометра должно быть не менее 100 МОм. В противном случае термометр бракуют.
9.3 Определение нестабильности термометра, работающего в диапазоне температур от 0 до $660,323^\circ\text{C}$

9.3.1 Определение нестабильности термометров при первичной поверке

9.3.1.1 Проводят измерение сопротивления термометра в тройной точке воды $R_{\text{тн}}$ по методике изложенной в 9.4.8.

9.3.1.2 Проводят отжиг термометра – выдерживают термометр в печи, предварительно нагретой до $(660 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 5 ч.

9.3.1.3 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды $R_{\text{тк}}$.

9.3.1.4 Рассчитывают значение расхождения $\Delta R_{\text{т}}$ между $R_{\text{тк}}$ и $R_{\text{тн}}$ в температурном эквиваленте по следующей формуле:

$$\Delta R_{\text{т}} = (R_{\text{тк}} - R_{\text{тн}}) / (dR/dT)_{\text{т}} \quad (1)$$

где $\Delta R_{\text{т}}$ – расхождение между $R_{\text{тк}}$ и $R_{\text{тн}}$ в температурном эквиваленте, $^\circ\text{C}$

$R_{\text{тн}}$ – сопротивление термометра в тройной точке воды до отжига, Ом

$R_{\text{тк}}$ – сопротивление термометра в тройной точке воды после отжига, Ом

$(dR/dT)_{\text{т}}$ – чувствительность термометра при $0,01^\circ\text{C}$, Ом/ $^\circ\text{C}$

(Чувствительность термометра ЭТС-100 при $0,01^\circ\text{C}$ – $0,4$ Ом/ $^\circ\text{C}$).

9.3.1.5 Значение $\Delta R_{\text{т}}$ не должно превышать $0,01^\circ\text{C}$ для ЭТС-100/1, ЭТС-100/2. В противном случае повторяют отжиг по 9.3.1.2.

9.3.1.6 Общая продолжительность отжига во время определения нестабильности не должна превышать 60 ч. Если условия п. 9.3.1.5 по-прежнему не выполняются, то термометр бракуют.

9.3.2 Определение нестабильности термометров при периодической поверке

9.3.2.1 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды $R_{\text{тн}}$ по методике, изложенной в 9.4.8, и вычисляют разность между $R_{\text{тн}}$ и значением, приведенным в свидетельстве о поверке $R_{\text{тп}}$, в температурном эквиваленте по формуле (1).

Если разность превышает $0,01^\circ\text{C}$ для термометров ЭТС-100, то определяют нестабильность по 9.3.1.1.....9.3.1.6. Термометры, не удовлетворяющие требованиям нестабильности, бракуют.

9.3.3 Определение нестабильности термометров в диапазоне $77 - 273,16\text{ К}$ осуществляется в процессе градуировки по п. 9.5.

9.4 Определение градуировочной характеристики термометров в диапазоне температур выше 0°C

Градуировку термометров в диапазоне температур выше 0°C проводят в реперных точках.

9.4.1 Проводят три цикла измерений сопротивления термометра в реперных точках. После каждого измерения проверяют сопротивление в тройной точке воды ТТВ. Последовательность реализации реперных точек следующая: Al, ТТВ, Zn, ТТВ, Sn, ТТВ.

9.4.2 Методика измерения сопротивления термометров в реперных точках металлов следующая. Термометр помещают в капсулу с металлом после того, как зафиксировано начало фазового перехода. Через 15 мин начинают измерять сопротивление термометра.

9.4.3 Изменение значения сопротивления за 5 мин не должно превышать $\pm 0,005^\circ\text{C}$ в температурном эквиваленте, что является критерием достижения теплового равновесия термометра и металла. Если данное условие не выполняется, измерения повторяют до тех пор, пока не будет достигнуто тепловое равновесие.

9.4.4 Выполняют не менее пяти отсчетов сопротивления термометра на площадке фазового перехода. Результаты фиксируют в специальном журнале поверки. За значение сопротивления в реперной точке принимают среднее арифметическое из результатов пяти отсчетов.

9.4.5 После окончания измерений сопротивления термометра во всех реперных точках, кроме реперной точки алюминия, термометр извлекают из капсулы и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

9.4.6 После окончания измерений сопротивления термометра в реперной точке алюминия термометр охлаждают в печи со скоростью не более $100^\circ\text{C}/\text{ч}$ до температуры $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$.

С, извлекают и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

9.4.7 Если термометр необходимо быстро извлечь из печи после измерений его сопротивления в реперной точке алюминия, то после извлечения из печи для реализации реперных точек термометр погружают в отжиговую печь, предварительно нагретую до $(600 \pm 20)^\circ\text{C}$. выдерживают в ней в течение 3 – 5 ч и охлаждают в печи со скоростью не более $100^\circ\text{C}/\text{ч}$ до температуры $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$, после чего извлекают из отжиговой печи на воздух.

9.4.8 Измерение сопротивления термометра в тройной точке воды должно быть проведено после каждого измерения его сопротивления в реперной точке металла. Методика измерения следующая.

4 Операции поверки

Поверка термометров включает в себя операции, указанные в табл. 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Пункт настоящей методики	Обязательность проведения	
		Первичной поверки	Периодической поверки
1 Внешний осмотр и опробование	9.1	+	+
2 Проверка электрического сопротивления изоляции	9.2	+	-
3 Определение метрологических характеристик термометров	9.3	+	+
3.1 Определение неустойчивости термометров	9.4	+	+
3.2 Определение градуировочной характеристики термометров и относительного сопротивления W_{100}	9.5	+	+
3.3 Определение доверительной погрешности термометров	10	+	+

11 Оформление результатов поверки

При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке. В свидетельство должны быть включены следующие дополнительные данные:

- диапазон градуировки;
- значения сопротивления в тройной точке воды;
- значения температуры градуировки и соответствующие им значения относительного сопротивления термометра;
- дата градуировки;
- градуировочная характеристика термометра в виде полинома;

$\Delta W(T)$ с указанием значений коэффициентов полинома.

Допускается градуировочную характеристику приводить в виде таблицы функции $\Delta W(W)$ или $W(t)$.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное)

Метод расчета градуировочных характеристик термометров сопротивления ЭТС-100 и вычисления температуры для диапазона температур ниже 273,16 К

Б.1 Метод расчета градуировочных характеристик

Б.1.1 Градуировочную характеристику платиновых термометров рассчитывают по МТШ-90 в виде

$$\Delta W(T) = W(T) - W_r(T), \quad (Б.1)$$

где $\Delta W(T)$ – функция отклонения по МТШ-90;

$W(T)$ – зависимость относительного сопротивления от температуры;

$W_r(T)$ – стандартная функция МТШ-90.

Б.1.2 Для определения функции отклонения в этом диапазоне используют линейную зависимость

$$\Delta W(T) = M(W(T) - 1), \quad (Б.2)$$

$$M = W(T) / (W(T) - 1) \quad (Б.3)$$

где M – константа, определяемая из результатов градуировки при температуре кипения азота (9.5.1 настоящей методики).

Б.1.3 При необходимости рассчитывают на ЭВМ таблицы значений $\Delta W(W)$ или $W(T)$, а также производных dW/dT для поверяемого термометра.

Б.2 Вычисление температуры по градуировочной характеристике термометра

Б.2.1 По результатам измерения сопротивления термометра R рассчитывают

$$W(T_w) = R(T_w) / R_t, \quad (Б.4)$$

где $W(T_w)$ – относительное сопротивление термометра при температуре T_w ;

T_w – измеряемая температура;

$R(T_w)$ – сопротивление термометра при температуре T_w ;

R_t – сопротивление термометра в тройной точке воды.

Б.2.2 Если градуировочная характеристика представлена в виде $\Delta W(T)$, то для определения температуры используют стандартную функцию МТШ-90 $W_r(T)$. В этом случае по формуле (Б.2) определяют $\Delta W(T_w)$, а затем рассчитывают $W_r(T_w)$ по формуле (Б.1). По зависимости $W_r(T)$ [в таблице значений $W_r(T)$ в зависимости от температуры] находят значение температуры T_w , соответствующее $W_r(T_w)$. Значение температуры можно также рассчитать с помощью обратной стандартной функции МТШ-90 $T(W_r)$.