

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на термометры сопротивления платиновые эталонные ВТС (далее - термометры) - рабочие эталоны 0-го разряда согласно ГОСТ 8.558-2009, часть 2, предназначены для измерений температуры жидких и газообразных сред при поверке и калибровке средств измерений температуры.

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость термометров сопротивления платиновых эталонных ВТС к государственному первичному эталону единицы температуры ГЭТ 34 – 2020.

Метод поверки основан на непосредственном сличении поверяемого термометра с эталонным термометром в тройной точки воды и основных реперных точек металлов МТШ-90.

Нормативные документы:

ГОСТ 8.558- 2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.

Положение о Международной температурной шкале 1990 г. (МТШ-90). Документ международного Бюро по мерам и весам, 1989¹.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

При проведении первичной и периодической поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2.1

Таблица 2.1

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр термометра	7	Да	Да
2 Определение метрологических характеристик термометра	9	Да	Да
3 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	Да	Да
4 Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	+20±5
- относительная влажность, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	101,3±3

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на термометры, имеющие необходимую квалификацию в области теплофизических измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

¹ При поверке следует руководствоваться действующей редакцией Государственной поверочной схемы и Международной температурной шкалы.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства измерений, указанные в таблице 5.1
Таблица 5.1

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.1	термогигрометр ИВА-6Н-Д, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 46434-11; диапазон измерений относительной влажности, от 0 до 98 %, температуры от -20 до +60 °С, атмосферного давления от 700 до 1100 гПа; погрешность измерений относительной влажности при (+23,0)°С, от 0 до 90 % ±2 %, св. 90 до 98 % ±3 %, температуры ±0,3 °С, атмосферного давления ±2,5 гПа
9	Государственный вторичный эталон единицы температуры (эталон-копия) в диапазоне от минус 189,3442 °С до 1768,2 °С, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 2.1.ZZB.0029.2013, в составе:
	Ампула для реализации тройной точки воды, значение воспроизводимой температуры 0,01 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 0,07 мК
	Ампула для реализации реперной точки плавления галлия (<i>Ga</i>), значение воспроизводимой температуры +29,7646 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 0,1 мК
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания цинка (<i>Zn</i>), значение воспроизводимой температуры +419,527 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 1,0 мК
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания алюминия (<i>Al</i>) Значение воспроизводимой температуры +660,323 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 2,0 мК
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания меди (<i>Cu</i>), значение воспроизводимой температуры +1084,62 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 20,0 мК
	Установка для реализации реперных точек плавления (затвердевания) металлов, включающая печь с рабочим объемом для размещения ампул и систему регулирования температуры. Перепад температуры не более 0,01°С по высоте металла в термометровом канале ампулы при температуре около фазового перехода (плавления, затвердевания) металла. Дискретность задания температуры печи не более 0,1°С. Нестабильность поддержания заданного значения температуры не более: ±0,03°С – для ампулы с галлием; ±0,05 °С – для ампулы с цинком; ±0,1 °С – для ампулы с алюминием, ±0,4 °С – для ампулы с медью
	Комплекс аппаратуры для измерений сопротивления термометров в составе: - прибор вторичный прецизионный Fluke серии 159, модификации 1595A Super – Thermometer, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 52358-13; - набор термостатированных мер сопротивления, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 46843-11;
	Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 19736-11
	Термостат для тройной точки воды, Fluke, тип 7312, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 40415-15; диапазон температуры от -5 до +110 °С, нестабильность поддержания температуры ±0,001°С мегомметр Е6-24/1, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 47135-11
Примечание: допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью	

5.2 Указанные средства поверки должны иметь действующие документы о поверке или аттестации.

5.3 Работа с указанными средствами измерений должна проводиться в соответствии с документацией по их эксплуатации.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 При работе с термометрами, имеющими хрупкую защитную трубку из кварцевого стекла, следует соблюдать особую осторожность.

6.3 Во время проведения измерений термометр следует извлекать из ампулы медленно, соблюдая особую осторожность во избежание получения ожогов и закрепить его в вертикальном положении на штативе.

6.4 Средства поверки, вспомогательные средства поверки и оборудование должны соответствовать требованиям безопасности, изложенным в их эксплуатационной документации.

6.5 При поверке должны соблюдаться требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на термометры.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении внешнего осмотра необходимо убедиться в:

- целостности термометров (отсутствие трещин или вмятин на корпусе);
- витки платиновой спирали чувствительного элемента не должны быть деформированы и замкнуты;
- соответствии комплектности, маркировки, упаковки требованиям, указанным в эксплуатационной документации.

Результат внешнего осмотра считают положительным, если выполняются вышеуказанные требования. При наличии дефектов термометр подлежит ремонту или бракуется.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Проверить наличие всех средств измерений и вспомогательных средств, необходимых для поверки, согласно разделу 5 и нормативным документам, устанавливающим методику их эксплуатации.

8.2 Проверить соответствие условий поверки требованиям раздела 3.

8.3 Подготовить к работе средства измерений и вспомогательные средства согласно эксплуатационным документам на них.

8.4 Протереть погружаемые части термометров этанолом.

8.5 Электрические цепи термометров не должны быть нарушены. Опробование электрической схемы проводят с помощью измерителя температуры многоканального прецизионного МИТ 8.15.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверка электрического сопротивления изоляции

9.1.1 Проверка электрического сопротивления изоляции проводится по ГОСТ Р 52931-2008 мегомметром при напряжении 100 В.

Электрическое сопротивление изоляции между электрической цепью чувствительного элемента термометра и защитной арматурой, при температуре окружающей среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха от 0 до 80 %, должно быть не менее $1 \cdot 10^8$ Ом.

9.2 Определение нестабильности термометров

9.2.1 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды ($R_{ТТВ}$). Ампула тройной точки воды должна быть предварительно подготовлена к работе. Термометр погружают в канал ампулы после выдерживания в течении 15 минут в термостате при температуре 0°C . За результат измерений сопротивления термометра принимают среднее арифметическое значение пяти отсчетов, произведенных через 15 минут после погружения термометра в канал.

9.2.2 Термометр помещают в печь для отжига при температуре на 10°C выше верхнего предела измерений и выдерживают в течении 5 часов. Печь охлаждают до температуры $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$ при скорости изменения температуры не более $100^\circ\text{C}/\text{ч}$, а затем извлекают термометр из печи и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

9.2.3 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды ($R_{ТТВ}$)

9.2.4 Рассчитывают значение расхождения ΔR_T между $R_{ТК}$ и $R_{ТН}$ в температурном эквиваленте по следующей формуле 1:

$$\Delta R_T = (R_{ТК} - R_{ТН}) / (dR/dT)_T \quad (1)$$

где ΔR_T - расхождение между $R_{ТК}$ и $R_{ТН}$ в температурном эквиваленте, $^\circ\text{C}$

$R_{ТН}$ - сопротивление термометра в тройной точке воды до отжига, Ом

$R_{ТК}$ - сопротивление термометра в тройной точке воды после отжига, Ом

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

(Чувствительность термометра при $0,01^\circ\text{C}$ для термометра с $R_0 = 0,6$ Ом - $0,0024$ Ом/ $^\circ\text{C}$).

9.2.5 Нестабильность термометров ΔR_T должна находиться в пределах $\pm 0,0006^\circ\text{C}$.

9.3 Определение относительного сопротивления термометров

9.3.1 Измеряют сопротивление термометра (R_{Ga}) в установке для реализации точки плавления галлия через 15 минут после начала фазового перехода. За результат измерений сопротивления термометра принимают среднее арифметическое значение пяти отсчетов, после достижения теплового равновесия.

9.3.2 Измеряют сопротивление термометра в тройной точке воды ($R_{ТТВ}$)

9.3.3 Рассчитывают относительное сопротивление по формуле 2:

$$W_{Ga} = R_{Ga} / R_{ТТВ} \quad (2)$$

Значение относительного сопротивления термометра должно быть не менее 1,11807.

9.4 Определение градуировочной характеристики термометров.

9.4.1 Градуировку термометров проводят при температуре реперных точек металлов - цинка, алюминия, меди и в тройной точке воды.

9.4.2 Проводят три цикла измерений сопротивления термометра в реперных точках. После каждого измерения проверяют сопротивление в тройной точке воды. Последовательность реализации реперных точек - по таблице 9.4. Реперные точки обозначены символами соответствующих химических элементов, ТТВ - тройная точка воды.

Таблица 9.4

Диапазон температуры, $^\circ\text{C}$	Последовательность реализации реперных точек
от 0,01 до 1084,62	Cu, ТТВ, Al, ТТВ, Zn, ТТВ

9.4.3 Термометр помещают в капсулу с металлом установки для реализации реперной точки после того, как зафиксировано начало фазового перехода, через 15 мин начинают измерять сопротивление термометра.

9.4.4 Изменение значения сопротивления в температурном эквиваленте за 5 мин не должно превышать $\pm 0,0005$ °С.

9.4.5 Выполняют не менее пяти отсчетов сопротивления термометра на площадке фазового перехода, результаты записывают в протокол. За значение сопротивления в реперной точке принимают среднее арифметическое из результатов пяти отсчетов.

9.4.6 После окончания измерений сопротивления термометра в реперных точках, термометр охлаждают в соответствии п.9.2.2.

9.4.7 Измерение сопротивления термометра в тройной точке воды должно быть проведено после каждого измерения его сопротивления в реперной точке металла. Предварительно термометр погружают в термостат со смесью льда и воды и после выдержки в течение 15 мин погружают в ампулу тройной точки воды и через 15 мин проводят измерения. За результат измерения сопротивления термометра принимают среднее арифметическое из результатов пяти отсчетов.

9.4.8 Градуировочную характеристику термометров определяют в виде функции отклонения относительного сопротивления термометра $\Delta W(T)$ от стандартной функции МТШ-90 $W_p(T)$

$$\Delta W(T) = W(T) - W_p(T), \quad (3)$$

где $W(T)$ – зависимость относительного сопротивления термометра от температуры.

Функция отклонения от МТШ-90 в диапазоне от 0,01 до плюс 1084,62 °С:

$$\Delta W(T) = a[W(T) - 1] + b[W(T) - 1]^2 + c[W(T) - 1]^3 + d[W(T) - W(Al)]^2, \quad (4)$$

9.5 Определение суммарного среднеквадратического отклонения (СКО) сличения с эталоном - копией

9.5.1 Суммарное СКО оценивают в точках градуировки и выражают в единицах сопротивления для $R_{ТТВ}$ и единицах температуры в реперных точках.

9.5.2 СКО результата измерений сопротивления термометра $R_{ТТВ}$ в тройной точке воды рассчитывают по формуле:

$$S_T = \sqrt{\frac{\sum (R_i - R_T)^2}{n(n-1)}} \quad (5)$$

где S_T - СКО среднего значения сопротивления поверяемого термометра,

R_i – значение сопротивления поверяемого термометра в ТТВ при i -ом измерении, Ом;

R_T – среднее значение сопротивления поверяемого термометра в ТТВ, Ом;

n – общее число измерений.

9.5.3 Суммарное СКО результата измерений сопротивления $R_{ТТВ}$ термометра в тройной точке воды рассчитывают по формуле:

$$S_\Sigma = \sqrt{S_T^2 + \delta_R^2 + \left(\frac{dR}{dT_{нов}} \cdot S_{0,01} \right)^2}, \quad (6)$$

В качестве измерителя сопротивлений применяют мост отношения сопротивлений с внешней мерой сопротивления номиналом $R_{МЕРЫ}$, δ_R рассчитывают по формуле:

$$\delta_R = \sqrt{(N \cdot \delta_{R_{МЕРЫ}})^2 + (R_{МЕРЫ} \cdot \delta_N)^2} \quad (7)$$

где

$$N = \frac{R_i}{R_{МЕРЫ}} - \text{показание моста отношения сопротивлений} \quad (8)$$

где $\delta_{R_{МЕРЫ}}$ – погрешность градуировки внешней меры сопротивления, Ом;

$S_{0,01}$ – суммарное СКО для ампулы тройной точки воды, °С.

В качестве погрешности градуировки меры сопротивления может быть принято:

$$\delta_{R_{\text{МЕРЫ}}} = \frac{a_{\text{МЕРЫ}}}{\sqrt{3}}, \quad (9)$$

где $a_{\text{МЕРЫ}}$ – нестабильность меры сопротивления между поверками согласно ее разряду по поверочной схеме.

$$\delta_N = \frac{a_N}{\sqrt{3}} - \text{погрешность измерений отношения сопротивлений мостом}; \quad (10)$$

a_N – удвоенная цена младшего разряда моста отношения сопротивлений.

9.5.4 Стандартное СКО результата измерений сопротивления термометра в реперной точке рассчитывают по формуле:

$$S_W = \sqrt{\frac{\sum (\Delta W(T_i) - \Delta W(T))^2}{n(n-1)}} \quad (11)$$

где S_W – СКО среднего арифметического значения $\Delta W(T)$,
 $\Delta W(T_i)$ – значение функции отклонения при температуре T_i ;
 $\Delta W(T) = \sum \Delta W(T_i) / n$ – среднее арифметическое значение $\Delta W(T_i)$ по всем измерениям градуировки;
 n – число измерений.

9.5.5 Суммарное СКО результата измерений термометра в реперной точке рассчитывают по формуле:

$$S_\Sigma = \sqrt{\left(\frac{dT}{dW_p} \cdot S_W \right)^2 + \left(\frac{dT_{\text{нос}}}{dR} \cdot \delta_R \right)^2 + \delta_T^2}, \quad (12)$$

где $\frac{dT}{dW_p}$ – обратная производная стандартной функции $W(T)$ МТШ-90 при температуре градуировки;

В качестве измерителя сопротивлений применяют мост отношения сопротивлений с внешней мерой сопротивления номиналом $R_{\text{МЕРЫ}}$, δ_R – рассчитывают по формуле (7), δ_T – по формуле:

$$\delta_T = \sqrt{\left(\frac{\Delta_\varepsilon}{3} \right)^2 + \left\{ \frac{\delta_R}{\left(\frac{dR}{dT_\varepsilon} \right)} \right\}^2 + (S_{Rt})^2}, \quad (13)$$

Δ_ε – доверительная погрешность эталонного термометра;
 S_{Rt} – Суммарное СКО для реперной точки металла в температурном эквиваленте (из сертификата калибровки или свидетельства о поверке), °С

9.5.6 Производные $\frac{dR}{dT}$ в формулах (6), (12), (13) для поверяемого и эталонного термометров (*пов.*; ε) рассчитывают по уравнению:

$$\frac{dR}{dT} = R_{\text{ТТВ}} \cdot (A + 2 \cdot B \cdot t), \quad (14)$$

где $A = 0,003969 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $B = -5,841 \cdot 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$, t – измеренное значение температуры, °С.

9.5.7 Результат поверки считают положительным, если значения суммарного СКО сличения с эталоном – копией находятся в пределах указанных в таблице 9.5.

Таблица 9.5

Измерительный ток, мА	10,0
Допускаемые значения суммарного среднеквадратического отклонения (СКО) сличения с эталоном - копией, °С, не более при температуре:	
+419,527 °С	0,003
+660,323 °С	0,005
+1084,62 °С	0,030

10 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Для подтверждения соответствия метрологических характеристик термометров сопротивления платиновых эталонных ВТС обязательным метрологическим требованиям используют значения суммарного СКО сличения с эталоном – копией в точках температуры: 0,010 °С, 419,527 °С; 660,323 °С, 1084,62 °С, определенные в соответствии с пунктами 9.5.3, 9.5.5 настоящей методики.

10.2 Алгоритм принятия решения о соответствии метрологических характеристик термометров сопротивления платиновых эталонных ВТС обязательным метрологическим требованиям:

10.2.1 Метрологические характеристики должны соответствовать требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам единицы температуры 0-го разряда, согласно ч. 2 Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры (ГОСТ 8.558-2009).

10.2.2 В диапазоне температуры от 0 °С до 1084,62 °С суммарное СКО результата сличений с эталоном – копией при трех независимых измерениях должно быть:

не более $0,3 \cdot 10^{-3}$ °С в точке 0,010 °С и не более $45 \cdot 10^{-3}$ °С в точке 1084,62 °С – при использовании эталонных ампул для воспроизведения реперных точек температуры МТШ-90 или эталонных термометров сопротивления;

10.2.3 Если значения суммарного СКО всех результатов сличений с эталоном -копией, определенные в соответствии с пунктами 9.5.3, 9.5.5, удовлетворяют требованию пунктов 10.2.1 и 10.2.2, выполнены требования пунктов 4, 7, 8.5 и 9 настоящей методики, то принимают решение о соответствии термометров сопротивления платиновых эталонных ВТС обязательным метрологическим требованиям.

Если хотя бы одно из значений суммарного СКО результата сличений с эталоном-копией в точках температуры 0,010 °С, 419,527 °С; 660,323 °С, 1084,62 °С, полученные по пунктами 9.5.3, 9.5.5, не удовлетворяют требованиям пунктов 10.2.1 и 10.2.2 и/или требования пунктов 4, 7, 8.5 и 9 настоящей методики не выполнены, то принимают решение о несоответствии термометров сопротивления платиновых эталонных ВТС обязательным метрологическим требованиям.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки оформляют протоколом на термометр (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1).

При положительных или отрицательных результатах поверки осуществляется передача сведений в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

По заявлению владельца термометров или лица, представившего их на поверку при положительных результатах поверки, выдается свидетельство о поверке установленной формы и (или) в паспорт вносится запись о проведенной поверке. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности к применению.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и (или) в паспорт.

Протокол поверки
№ _____ от «__» _____ 2021 г.

Наименование прибора, тип	Термометр сопротивления платиновый эталонный ВТС
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	XXXXXX-21
Заводской номер	XXX
Изготовитель	ООО «Владимирский завод «Эталон»
Заказчик	ФБУ «Новосибирский ЦСМ», г. Новосибирск ИНН 5407108720
Серия и номер знака предыдущей поверки Дата предыдущей поверки	XXXXXXXXX от «__» _____ 202__ г.

Вид поверки: периодическая

Методика поверки: МП 2411-0183 -2021 «ГСИ. Термометры сопротивления платиновые эталонные ВТС. Методика поверки», согласованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 30.04.2021 г.

Средства поверки: Государственный вторичный эталон единицы температуры (эталон-копия) в диапазоне от минус 189,3442 °С до 1768,2 °С (ГВЭТ 34-29-2009), регистрационный номер 2.1.ZZB.0029.2013, свидетельство об аттестации государственного эталона _____

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	+20±5	
Относительная влажность воздуха, %, не более	80	
Атмосферное давление, кПа	101,3±3	

Результаты поверки:

- 1 Внешний осмотр _____
- 2 Сопротивление изоляции _____
- 3 Сопротивление в тройной точке воды: $R_0 =$ _____ Ом
- 4 Функция отклонения от МТШ-90 в диапазоне от 0,01 до плюс 1084,62 °С:

$$\Delta W(T) = a[W(T) - 1] + b[W(T) - 1]^2 + c[W(T) - 1]^3 + d[W(T) - W(At)]^2,$$

где $a =$ _____ $\cdot 10^{-6}$, $b =$ _____ $\cdot 10^{-6}$, $c =$ _____ $\cdot 10^{-6}$, $d =$ _____ $\cdot 10^{-4}$.

Значение температуры реперной точки, °С	+419,527	+660,323	+1084,62
S_Σ , мК			

5 Вывод: Термометр сопротивления ВТС № _____, признан пригодным к применению в качестве рабочего эталона единицы температуры 0-го разряда по ГОСТ 8.558 – 2009, часть 2. Результаты измерений прослеживаются к Государственному первичному эталону единицы температуры.

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от «__» _____ 202__ г.

извещение о непригодности № _____

Причина непригодности _____

Поверку провел _____

ФИО

подпись

Дата