

	Рекомендация КООМЕТ	COOMET R/T/33:2018
	Калибровка платиновых термометров сопротивления методом непосредственного сличения	
<i>Утверждена на 28-м заседании Комитета КООМЕТ (Сараево, Босния и Герцеговина, 11 – 12 апреля 2018 г.)</i>		

Содержание

1.		Область применения	2
2.		Сокращения	2
3.		Применяемые эталоны и оборудование	2
3.	1	Рабочие эталоны	2
3.	2	Вспомогательное калибруемое оборудование	2
3.	3	Вспомогательное оборудование, не подлежащее калибровке	2
4.		Действующие документы	2
5.		Требования безопасности	2
6.		Условия калибровки	2
7.		Этапы калибровки	3
7.	1	Внешний осмотр	3
7.	2	Подготовка вспомогательного оборудования	3
7.	3	Подготовка и установка эталонных и калибруемых термометров	3
7.	4	Определение зависимости сопротивления ТС от температуры	3
7.	5	Определение стабильности показаний ТС при 0 °С	4
7.	6	Определение составляющей неопределенности измерений, связанной с самонагреванием калибруемого ТС	4
7.	7	Определение составляющей неопределенности измерений, связанной с гистерезисом калибруемого ТС	5
8.		Расчет неопределенности результатов калибровки ТС	5
9.		Оформление результатов калибровки	12
Приложение		Определение нестабильности и неоднородности жидкостных, воздушных термостатов, климатических камер и термопечей	13

1. Область применения

Данная рекомендация применяется для калибровки платиновых термометров сопротивления в диапазоне температур от -80 °С до 650 °С.

2. Сокращения

ТС - термометр сопротивления

EUT - equipment under test (калибруемый ТС)

SPRT - standard platinum resistance thermometer (эталонный платиновый ТС)

PRT - platinum resistance thermometer (платиновый ТС)

3. Эталонное и вспомогательное оборудование

3.1 Рабочие эталоны

1. PRT Pt₁₀
2. PRT Pt₂₅
3. PRT Pt₁₀₀
4. Преобразователь температуры
5. Мультиметр (омметр)

3.2 Дополнительное калибруемое оборудование

1. термостат водяной
2. термостат масляный
3. термостат низкотемпературный
4. воздушный термостат

3.3 Дополнительное оборудование, не подлежащее калибровке

1. сосуд Дьюара

4. Действующие документы

1. Руководство по реализации ITS-90, BIPM (ССТ), 2016;
2. Руководство DKD-R 5-1 «Calibration of Resistance Thermometers», 2003;
3. Руководство DKD-R 5-6 «Bestimmung von Thermometerkennlinien», 2008;
4. СМС review protocol for calibration of industrial thermometers (Правила рассмотрения СМС при калибровке промышленных термометров), 6.05.2010;
5. МЭК 60751:2008;
6. ГОСТ 6651-2009;
7. JCGM 100 «Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement», 2008;
8. паспорт и техническое описание на калибруемый ТС.

5. Требования безопасности

При калибровке ТС методом непосредственного сличения должны соблюдаться инструкции по технике безопасности при работе с используемыми эталонными и калибруемыми термометрами сопротивления, термостатами и электрическими измерительными средствами (мультиметром и преобразователем температуры) согласно рабочим инструкциям и техническим описаниям.

6. Условия калибровки

При калибровке ТС методом непосредственного сличения в лаборатории должны поддерживаться следующие условия окружающей среды:

- Температура воздуха: $(23 \pm 5) \text{ °C} / (20 \pm 5) \text{ °C}$
- Относительная влажность воздуха: не более 80 %.

7. Этапы калибровки

7.1 Внешний осмотр

Внешний осмотр проводится визуально. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие ТС следующим требованиям:

1. термометр сопротивления и соединительные провода не должны иметь видимых повреждений, также недопустимо появление коррозии на всех металлических частях ТС, ТС должен быть чистым.
2. определяется тип, класс точности термометра сопротивления, диапазон измерений, глубина погружения.

7.2 Подготовка вспомогательного оборудования

Используемое вспомогательное оборудование подготавливается к работе согласно соответствующим рабочим инструкциям.

7.3 Подготовка и установка эталонных и калибруемых термометров

Перед установкой в термостат, сосуд Дьюара термометры сопротивления тщательно очищаются спиртом и высушиваются салфеткой. Эталонные термометры погружаются на глубину, при которой они откалиброваны. При установке в термостат, сосуд Дьюара термометры не должны подвергаться механической и термической нагрузке. Для этого термометры закрепляются в подходящих держателях (пробковых, резиновых или металлических) так, чтобы рукоятка и кабель не были погружены, и предварительно постепенно нагреваются или охлаждаются для установки в высокотемпературный или низкотемпературный термостат, соответственно. **Не закручивайте зажимы слишком крепко. Сильное закрепление может повредить гильзу.** Преобразователь температуры подготавливается согласно рабочей инструкции на него.

При калибровке более, чем одного термометра (но не более пяти термометров), калибруемые термометры устанавливаются в термостат между двумя эталонными термометрами. И калибруемые и эталонные термометры устанавливаются как можно ближе друг к другу, но так, чтобы они не соприкасались. Калибруемые и эталонные термометры устанавливаются на глубину погружения, при которой они были отградуированы (если указание о глубине погружения термометра отсутствует, то ТС погружают на максимально возможную глубину, чтобы исключить погрешность, связанную с палочным эффектом и чтобы чувствительные элементы ТС находились на одном уровне). **SPRT и EUT устанавливаются в соответствующие по размеру отверстия воздушного термостата неплотно так, чтобы они не застряли в них.** ТС подсоединяются к преобразователю температуры и омметру, соответственно.

7.4 Определение зависимости сопротивления ТС от температуры

1. При калибровке платиновых ТС зависимость сопротивления от температуры определяется, используя уравнения Каллендара Ван-Дюзена (CVD-коэффициенты) зависимости сопротивления от температуры. Согласно этим уравнениям оптимальное число калибруемых точек выбирают следующим образом: две точки из отрицательного диапазона, 4 точки из положительного диапазона и точка 0 °С. Но не менее числа коэффициентов интерполяционного уравнения. Калибруемые точки должны делить калибруемый диапазон примерно на равные интервалы. Дополнительно калибруемые точки оговариваются с заказчиком.
Допускается рассчитывать коэффициенты для функции отклонения ΔW . В этом случае калибровочные точки выбираются согласно соответствующим поддиапазнам ITS-90. Число калибровочных точек должно быть не менее числа коэффициентов функции отклонения.
2. Калибровку проводят переходя от более низких температур к более высоким.

3. Измерения в нулевой точке проводятся в начале измерений и в конце. Нулевая температура реализуется с помощью сосуда Дьюара.
4. При калибровке ТС измеряют сопротивление калибруемых ТС и температуру, измеренную с помощью эталонных ТС, в выбранных температурных точках. *Температура измеряется с точностью до третьего знака после запятой, измерение сопротивления – с точностью до четвертого знака.* Все измерения выполняются после установления показаний эталонных и калибруемых термометров. Считается, что показания установились, когда систематические изменения температуры больше не наблюдаются. Считывается 10 показаний эталонных и калибруемых термометров, соответственно. Показания термометров считываются через минимальные и равные промежутки времени.
5. По измеренному сопротивлению вычисляется температура, измеренная с помощью калибруемого ТС, используя стандартные коэффициенты Каллендара Ван-Дюзена согласно ГОСТ 6651-2009 (МЭК 60751:2008). *Температура вычисляется с точностью до третьего знака после запятой, так же как и измеренные значения температуры эталонного термометра.* В калибруемых температурных точках определяется отклонение температуры, измеренной калибруемым рабочим ТС, от температуры, измеренной эталонным ТС. Отклонение температуры не должно превышать допускаемых пределов, указанных в технических данных на ТС, в ГОСТ 6651-2009 (МЭК 60751:2008). Если это условие выполняется, то работать с ТС можно по таблицам и коэффициентам, указанным в технических данных на ТС в ГОСТ 6651-2009 (МЭК 60751:2008). Если это не выполняется, то ТС присваивают более низкий класс. По запросу заказчика для ТС рассчитываются индивидуальные коэффициенты Каллендара Ван-Дюзена (CVD-коэффициенты) или коэффициенты для функции отклонения ITS-90. В обоих случаях, индивидуальные коэффициенты A, B, C и R₀, и коэффициенты функции отклонения ITS-90 рассчитываются методом наименьших квадратов. Температура по индивидуальным коэффициентам рассчитывается методом последовательных приближений, реализованным с помощью соответствующего программного обеспечения. А температура с применением функции отклонения ITS-90 рассчитывается с помощью обратной зависимости $T(W_r)$. Интерполяционные функции W_r , обратные функции $T(W_r)$ и функции отклонения ΔW приведены в Руководстве по реализации ITS-90, ВІРМ (ССТ), 2016.

7.5 Определение стабильности показаний ТС при 0 °С

Стабильность показаний ТС определяется как разность значений температуры, вычисленных по измеренному сопротивлению калибруемого ТС при 0 °С до и после определения сопротивления ТС во всех температурных точках. Полученное значение стабильности вносит дополнительный вклад в неопределенность измерений.

7.6 Определение составляющей неопределенности измерений, связанной с самонагреванием калибруемого ТС

Для определения составляющей неопределенности измерений, связанной с самонагреванием калибруемого ТС, с помощью температурного преобразователя измеряется температура для определенного значения тока I , на котором работает ТС в обычном режиме согласно паспортным данным. Затем соответствующими клавишами управления температурного моста устанавливается значение тока $I\sqrt{2}$ и снова измеряется температура в данной температурной точке. Проводится 10 последовательных измерений и находится среднее значение для каждого значения рабочих токов. Находится разность между полученными средними значениями. Для расчета стандартной неопределенности

измерений, связанной с самонагреванием калибруемого ТС, полученную разность делят на 2 корня из 3.

Вышеуказанная операция выполняется при 0 °С.

7.7 Определение составляющей неопределенности измерений, связанной с гистерезисом калибруемого ТС

Гистерезис калибруемого ТС определяется как разность значений температуры ТС, измеренных в одной и той же температурной точке, соответствующей середине рабочего диапазона в условиях нагрева и охлаждения ТС от верхнего до нижнего предела рабочего диапазона. Для расчета стандартной неопределенности измерений, связанной с гистерезисом калибруемого ТС, полученную разность делят на корень из 3.

Гистерезис измеряется по запросу заказчика. В других случаях в сертификат калибровки следует добавить информацию в виде: «Термометр сопротивления откалиброван в последовательности от низких температур к высоким. Если термометр используется в обратной температурной последовательности, то следует иметь в виду, что неопределенность измерений может увеличиться вследствие гистерезиса.»

8. Расчет неопределенности результатов калибровки ТС

1) Для отклонения Δt температуры калибруемого ТС t_{ind} , вычисленной по измеренному значению сопротивления с помощью **стандартных CVD коэффициентов**, от температуры t_{std} измеренной с помощью эталонного ТС, получена следующая модель:

$$\Delta t = t_{ind} - t_{std} + \delta t_{std} + \delta t_{stdA} + \delta t_{ind} + \delta t_{indA} + \delta t_{inhom} + \delta t_{instab} + \delta t_{stab} + \delta t_{sheat},$$

где

δt_{std} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, определяется из данных (неопределенность измерений) сертификатов калибровки SPRT ($\delta t_{cal\ SPRT}$) и температурного моста ($\delta t_{cal\ std}$):

$$\delta t_{std} = \delta t_{cal\ SPRT} + \delta t_{cal\ std}.$$

Стандартная неопределенность, связанная с SPRT, определяется по формуле:

$$u(\delta t_{cal\ SPRT}) = \delta t_{cal\ SPRT}/2.$$

$\delta t_{cal\ SPRT}$ - расширенная неопределенность, с которой откалиброван SPRT, указанная в сертификате калибровки на данный SPRT. Стандартная неопределенность, связанная с температурным мостом, определяется по формуле:

$$u(\delta t_{cal\ std}) = \delta t_{cal\ std}/\sqrt{3},$$

$\delta t_{cal\ std}$ - точность измерений температуры мостом сопротивления с использованием внутреннего эталонного резистора. Или

$$u(\delta t_{cal\ std}) = \delta t_{cal\ std}/2,$$

где $\delta t_{cal\ std}$ – расширенная неопределенность преобразователя температуры из сертификата калибровки.

δt_{stdA} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу А, определяется из стандартного отклонения среднего значения показаний SPRT, считанных несколько раз:

$$u(\delta t_{stdA}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{std\ i} - \bar{t}_{std})^2}{n(n-1)}},$$

где n – число измерений;
 i – номер единичного измерения.

δt_{indA} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу А, определяется из стандартного отклонения среднего значения показаний температуры калибруемого термометра, считанных несколько раз:

$$u(\delta t_{ind}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{indi} - \bar{t}_{ind})^2}{n(n-1)}},$$

где n – число измерений;
 i – номер единичного измерения.

δt_{ind} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, связанный с измерителем сопротивления калибруемого ТС.

Стандартная неопределенность определяется по формуле:

$$u(\delta t_{cal}) = \delta t_{cal} / 2.$$

δt_{cal} - расширенная неопределенность, с которой откалиброван измеритель сопротивления, указанная в сертификате калибровки на него. И стандартная неопределенность определяется по формуле:

$$u(\delta t_{cal}) = \delta t_{cal} / \sqrt{3},$$

если δt_{cal} - точность измерения сопротивления из технических данных измерителя сопротивления.

δt_{inhom} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, связанный с пространственной неоднородностью температуры жидкости в термостате, в термопечи. Стандартная неопределенность определяется по формуле:

$$u(\delta t_{inhom}) = \delta t_{inhom} / \sqrt{3}.$$

δt_{instab} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, связанный с временной нестабильностью температуры жидкости в термостате, в термопечи. Стандартная неопределенность определяется по формуле:

$$u(\delta t_{instab}) = \delta t_{instab} / \sqrt{3}.$$

δt_{stab} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, связанный со стабильностью (гистерезисом) калибруемых термометров в точке 0°C. Стандартная неопределенность определяется по формуле:

$$u(\delta t_{stab}) = \delta t_{stab} / 2\sqrt{3}.$$

δt_{sheat} : вклад в неопределенность, рассчитываемую по типу В, связанный с самонагреванием калибруемого ТС. Стандартная неопределенность, связанная с самонагреванием калибруемого ТС, определяется по формуле:

$$u(\delta t_{sheat}) = (t(I) - t(I\sqrt{2})) / 2\sqrt{3}.$$

Суммарная стандартная неопределенность отклонения Δt показаний калибруемого термометра t_{ind} от температуры эталонного ТС t_{std} вычисляется как:

$$u_c(\Delta t) = \sqrt{u^2(\delta t_{cal\ SPRT}) + u^2(\delta t_{cal\ std}) + u^2(\delta t_{std\ A}) + u^2(\delta t_{ind}) + u^2(\delta t_{ind\ A}) + u^2(\delta t_{inhom}) + u^2(\delta t_{instab}) + u^2(\delta t_{stab}) + u^2(\delta t_{sheat})}.$$

Расширенная неопределенность при калибровке ТС вычисляется как:

$$U(\Delta t) = k \cdot u_c(\Delta t),$$

k – это фактор охвата, равный 2.

2) Для отклонения Δt температуры калибруемого ТС t_{ind} , вычисленной по измеренному значению сопротивления с помощью **индивидуальных CVD коэффициентов**, от температуры t_{stab} измеренной с помощью эталонного ТС.

В этом случае, неопределенность определения температуры при определении индивидуальной зависимости $R(t)$ по формуле распространения неопределенностей (JCGM 100, DKD-R-5-6) следующим образом:

$$u^2(R(t_i)) = \left(\frac{\partial R}{\partial A} u(A)\right)^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial B} u(B)\right)^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial R_0} u(R_0)\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial R}{\partial A} \cdot \frac{\partial R}{\partial B} \cdot u_{AB} + \frac{\partial R}{\partial A} \cdot \frac{\partial R}{\partial R_0} \cdot u_{AR_0} + \frac{\partial R}{\partial B} \cdot \frac{\partial R}{\partial R_0} \cdot u_{BR_0}\right), \quad \text{для } t \geq 0 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$U(R(t_i)) = 2 \cdot u(R(t_i)) \quad U(t_i) = \frac{U(R(t_i))}{\left(\frac{\partial R}{\partial t_i}\right)}, \quad i = 1 \dots 5.$$

Неопределенность индивидуальных коэффициентов оценивается следующим образом (пример для положительного диапазона):

$$\begin{aligned} u^2(B) &= \left(\frac{\partial B}{\partial R_1} u(R_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial R_2} u(R_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial R_3} u(R_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial R_4} u(R_4)\right)^2 + \\ &+ \left(\frac{\partial B}{\partial R_5} u(R_5)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial t_1} u(t_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial t_2} u(t_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial t_3} u(t_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial t_4} u(t_4)\right)^2 + \left(\frac{\partial B}{\partial t_5} u(t_5)\right)^2. \\ u^2(A) &= \left(\frac{\partial A}{\partial R_1} u(R_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial R_2} u(R_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial R_3} u(R_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial R_4} u(R_4)\right)^2 + \\ &+ \left(\frac{\partial A}{\partial R_5} u(R_5)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial t_1} u(t_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial t_2} u(t_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial t_3} u(t_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial t_4} u(t_4)\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial t_5} u(t_5)\right)^2. \end{aligned}$$

$$u^2(R_0) = \left(\frac{\partial R_0}{\partial R_1} u(R_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial R_2} u(R_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial R_3} u(R_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial R_4} u(R_4)\right)^2 + \\ + \left(\frac{\partial R_0}{\partial R_5} u(R_5)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial t_1} u(t_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial t_2} u(t_2)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial t_3} u(t_3)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial t_4} u(t_4)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_0}{\partial t_5} u(t_5)\right)^2.$$

И ковариации, связанные с индивидуальными коэффициентами:

$$u_{AB} = \frac{\partial A}{\partial R_1} \cdot \frac{\partial B}{\partial R_1} u^2(R_1) + \frac{\partial A}{\partial R_2} \cdot \frac{\partial B}{\partial R_2} u^2(R_2) + \frac{\partial A}{\partial R_3} \cdot \frac{\partial B}{\partial R_3} u^2(R_3) + \\ + \frac{\partial A}{\partial R_4} \cdot \frac{\partial B}{\partial R_4} u^2(R_4) + \frac{\partial A}{\partial R_5} \cdot \frac{\partial B}{\partial R_5} u^2(R_5) + \frac{\partial A}{\partial t_1} \cdot \frac{\partial B}{\partial t_1} u^2(t_1) + \frac{\partial A}{\partial t_2} \cdot \frac{\partial B}{\partial t_2} u^2(t_2) + \\ + \frac{\partial A}{\partial t_3} \cdot \frac{\partial B}{\partial t_3} u^2(t_3) + \frac{\partial A}{\partial t_4} \cdot \frac{\partial B}{\partial t_4} u^2(t_4) + \frac{\partial A}{\partial t_5} \cdot \frac{\partial B}{\partial t_5} u^2(t_5).$$

$$u_{AR_0} = \frac{\partial A}{\partial R_1} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_1} u^2(R_1) + \frac{\partial A}{\partial R_2} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_2} u^2(R_2) + \frac{\partial A}{\partial R_3} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_3} u^2(R_3) + \\ + \frac{\partial A}{\partial R_4} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_4} u^2(R_4) + \frac{\partial A}{\partial R_5} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_5} u^2(R_5) + \frac{\partial A}{\partial t_1} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_1} u^2(t_1) + \frac{\partial A}{\partial t_2} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_2} u^2(t_2) + \\ + \frac{\partial A}{\partial t_3} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_3} u^2(t_3) + \frac{\partial A}{\partial t_4} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_4} u^2(t_4) + \frac{\partial A}{\partial t_5} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_5} u^2(t_5).$$

$$u_{BR_0} = \frac{\partial B}{\partial R_1} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_1} u^2(R_1) + \frac{\partial B}{\partial R_2} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_2} u^2(R_2) + \frac{\partial B}{\partial R_3} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_3} u^2(R_3) + \\ + \frac{\partial B}{\partial R_4} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_4} u^2(R_4) + \frac{\partial B}{\partial R_5} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial R_5} u^2(R_5) + \frac{\partial B}{\partial t_1} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_1} u^2(t_1) + \frac{\partial B}{\partial t_2} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_2} u^2(t_2) + \\ + \frac{\partial B}{\partial t_3} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_3} u^2(t_3) + \frac{\partial B}{\partial t_4} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_4} u^2(t_4) + \frac{\partial B}{\partial t_5} \cdot \frac{\partial R_0}{\partial t_5} u^2(t_5).$$

Для отрицательно диапазона температур дополнительно вычисляется коэффициент С и включается для расчетов в приведенные выше формулы.

Для функции отклонения действительны те же расчеты. В общем виде формулы выглядят следующим образом:

$$W_r = W - \Delta W,$$

W_r – интерполяционная функция,
 W – относительное сопротивление,
 ΔW – функция отклонения.

$$\begin{aligned}
u^2(W_r) &= \left(\frac{\partial W_r}{\partial W} u(W) \right)^2 + \left(\frac{\partial W_r}{\partial (\Delta W)} u(\Delta W) \right)^2, \\
u^2(W_i) &= \left(\frac{\partial W}{\partial R_i} u(R_i) \right)^2 + \left(\frac{\partial W}{\partial R_{TPW}} u(R_{TPW}) \right)^2, \\
u^2(\Delta W) &= \sum_{j=1}^m \left(\frac{\partial \Delta W}{\partial c_j} u(c_j) \right)^2 + 2 \cdot \sum_{\substack{j=1 \\ \text{at } j \neq k}}^{m-1} \sum_{k=j+1}^m \frac{\partial \Delta W}{\partial c_j} \cdot \frac{\partial \Delta W}{\partial c_k} \cdot u_{c_j c_k}, \\
u^2(c_k) &= \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial c_k}{\partial W_r} \cdot \frac{\partial W_r}{\partial T_i} u(T_i) \right)^2 + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial c_k}{\partial W_i} u(W_i) \right)^2, \\
u_{c_j c_k} &= \sum_{\substack{j=1 \\ \text{at } j \neq k}}^{m-1} \sum_{k=j+1}^m \left[\frac{\partial c_j}{\partial W_r} \cdot \frac{\partial c_k}{\partial W_r} \cdot \left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i} u(T_i) \right)^2 + \frac{\partial c_j}{\partial W_i} \cdot \frac{\partial c_k}{\partial W_i} \cdot u^2(W_i) \right],
\end{aligned}$$

c_k, c_j – коэффициенты функции отклонения, вычисленные путем аппроксимации измеренных данных (T_i и W_i) по методу наименьших квадратов.

i – число калибровочных точек,

j, k – число коэффициентов функции отклонения;

R_{TPW} – сопротивление при температуре тройной точки воды, $R_{TPW} = 0,99996 \cdot R_0$;

R_0 – сопротивление при температуре плавления льда 0°C .

$$U(W_r) = 2 \cdot u(W_r) \quad U(T_i) = \frac{U(W_r(T_i))}{\left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i} \right)}, \quad i = 1 \dots n.$$

Но в обоих случаях, вычисление неопределенности может быть упрощено и принято в следующем виде: Неопределенность в любой точке внутри калибруемого диапазона может быть принята равной сумме максимальной из неопределенностей в точках калибровки u_{\max} и максимальному отклонению от индивидуальной градуировочной характеристики в точках калибровки Δ_{\max} :

$$U(t) = 2\sqrt{[u_c(\Delta t)_{\max}]^2 + [\Delta_{\max}]^2}.$$

Более сложный вариант – это указывать функцию распространения неопределенности:

$U(t) = f(t)$ для интерполяционного уравнения Каллендара-Ван Дюзена

и

$U(t) = f(W)$ для функции отклонения.

Бюджет неопределенности

Вклад	Источник	Распределение	Коэффициент чувствительности
1. Эталонный ТС	Сертификат	Нормальное	-1
2. Преобразователь температуры для эталонного ТС	Сертификат/ технические данные	Нормальное/ прямоугольное ($\sqrt{3}$)	-1
3. Стандартное отклонение среднего значения показаний температуры эталонного термометра (случайная составляющая)	Измеренные данные		-1
4. Стандартное отклонение среднего значения показаний сопротивления калибруемого термометра (случайная составляющая)	Измеренные данные		$1/\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)$ или $1/\left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i}\right)$
5. Измеритель сопротивления для калибруемого ТС	Сертификат/ технические данные	Нормальное/ прямоугольное ($\sqrt{3}$)	$1/\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)$ или $1/\left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i}\right)$
6. Кратковременная стабильность калибруемого ТС в точке 0 °С	Измеренные данные	Прямоугольное ($2\sqrt{3}$)	$1/\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)$ или $1/\left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i}\right)$
7. Самонагрев калибруемого ТС	Измеренные данные	Прямоугольное ($2\sqrt{3}$)	$1/\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)$ или $1/\left(\frac{\partial W_r}{\partial T_i}\right)$
8. Нестабильность оборудования для создания температуры (термостаты)	Исследование	Прямоугольное ($\sqrt{3}$)	-1
9. Неоднородность оборудования для создания температуры (термостаты)	Исследование	Прямоугольное ($\sqrt{3}$)	-1
10. Максимальное отклонение от индивидуальной градуировочной характеристики	Измеренные данные		1

Пример бюджета неопределенности измерений при калибровке платинового термометра сопротивления

Калибруемый термометр сопротивления:

тип Pt100, electrotherm, Германия
 Диапазон калибровки: от 0 °С до 200 °С
 Калибруемые точки: (0/ 30/ 50/ 100/ 150/ 200) °С
 Общая длина датчика: 31,5 см
 Глубина погружения: 20 см
 Измерительный ток: 0,5 мА
Калибруемая точка: 100 °С

Эталонное и вспомогательное оборудование

Эталонный термометр:

Pt₂₅, тип Fluke 5699
 Диапазон измерений: от (-200) °С до 660 °С
 Глубина погружения: 20 см
 Расширенная неопределенность из сертификата калибровки: 0,0042 К

Преобразователь температуры:

Thermometer readout, тип Fluke 1575A

Точность измерения температуры с внутренним эталонным резистором: $\pm 0,002$ °С

Точность измерения сопротивления: ± 8 ppm

Жидкостный термостат:

1. тип Fluke 6331

Диапазон измерений: от 40 °С до 300 °С

Неоднородность: 0,007 К (при 50 °С, 100 °С и 150 °С)

0,017 К (при 200 °С)

Нестабильность: 0,0031 К (при 50 °С)

0,0061 К (100 °С и 150 °С)

0,0132 К (при 200 °С)

Калибруемый и эталонный термометры установлены в термостате на одну глубину и на расстояние ≈ 1 см.

2. тип Fluke 7381

Диапазон измерений: от (-80) °С до 110 °С

Неоднородность: 0,0054 К (при 30 °С)

Нестабильность: 0,003 К (при 30 °С).

3. Температура плавления льда реализована в сосуде Дьюара из смеси измельченного льда из дистиллированной воды. Нестабильность и неоднородность в точке плавления льда оцениваются пренебрежимо малыми.

1. Для отклонения Δt температуры калибруемого ТС t_{ind} , вычисленной по измеренному значению сопротивления с помощью **стандартных CVD коэффициентов**, от температуры t_{stab} измеренной с помощью эталонного ТС.

Входная величина	Оценка входной величины	Делитель	Стандартная неопределенность u_j	Коэффициент чувствительности c_j	Вклад в общую неопределенность $c_j^2 \cdot u_j^2$, К ²	Вклад в общую неопределенность $c_j^2 \cdot u_j^2$, %
$\delta t_{cal SPRT}$	0,0042 К	2	0,0021 К	-1	$441 \cdot 10^{-8}$	11,6
$\delta t_{cal. std}$	0,002 К	$\sqrt{3}$	0,0012 К	-1	$144 \cdot 10^{-8}$	3,8
δt_{stdA}	0,0003 К	1	0,0003 К	-1	$9 \cdot 10^{-8}$	0,2
δt_{indA}	0,00012 Ω	1	0,00012 Ω	1/0,380=2,63 К/ Ω	$10 \cdot 10^{-8}$	0,3
δt_{ind}	0,0008 Ω	$\sqrt{3}$	0,00046 Ω	1/0,380=2,63 К/ Ω	$146,4 \cdot 10^{-8}$	3,9
δt_{sheat}	0,0003 Ω	$2\sqrt{3}$	0,00009 Ω	1/0,380=2,63 К/ Ω	$5,6 \cdot 10^{-8}$	0,1
δt_{stab}	0,002 Ω	$2\sqrt{3}$	0,00056 Ω	1/0,391=2,56 К/ Ω	$205,5 \cdot 10^{-8}$	5,4
δt_{inhom}	0,007 К	$\sqrt{3}$	0,004 К	-1	$1600 \cdot 10^{-8}$	42,3
δt_{instab}	0,0061 К	$\sqrt{3}$	0,0035 К	-1	$1225 \cdot 10^{-8}$	32,4
				$\sum c_j^2 \cdot u_j^2$	$3786,5 \cdot 10^{-8}$	100,0
Суммарная стандартная неопределенность, К				$u_c(\Delta t)$	0,0062	
Расширенная неопределенность (k=2), К				$U(\Delta t)$	0,013	

2. Для отклонения Δt температуры калибруемого ТС t_{ind} , вычисленной по измеренному значению сопротивления с помощью **индивидуальных CVD коэффициентов или функции отклонения ΔW** , от температуры t_{std} , измеренной с помощью эталонного ТС.

Неопределенность в калибруемой точке 100 °С и в любой точке внутри калибруемого диапазона может быть принята равной сумме максимальной из неопределенностей в точках калибровки (0,026 К для точки 200 °С) и максимальному отклонению от индивидуальной градуировочной характеристики в точках калибровки (0,003 К):

$$U(t) = 2\sqrt{(0,026/2)^2 + 0,003^2} = 0,027 \text{ К.}$$

9. Оформление результатов калибровки

Результаты калибровки представляются в виде следующих таблиц:

Показания эталонного термометра, °С	Показания калибруемого термометра, Ω	Температура калибруемого термометра согласно IEC 60751:2008, °С	Δt , К	$U(\Delta t)$, К
				$U(\Delta t) = k \cdot u_c(\Delta t)$

И дополнительная информация, если вычислялись индивидуальные CVD-коэффициенты:

$$R(t) = R_0 \cdot (1 + A \cdot t + B \cdot t^2 + C \cdot (t - 100^\circ\text{C}) \cdot t^3), \text{ for } t > 0^\circ\text{C} \quad C = 0$$

Индивидуальные коэффициенты: R_0 , A , B , C .

Или, если вычислялась функция отклонения:

$$W_r = W - \Delta W, \quad \Delta W = f(W, c_j) \text{ и } c_j.$$

Показания эталонного термометра, °С	Показания калибруемого термометра, Ω	Температура калибруемого термометра согласно индивидуальным коэффициентам CVD или рассчитанная через функцию отклонения, °С	Δt (ненулевое в случае аппроксимации), К	$U(\Delta t) = U(t)$, К
				$U(t) = 2\sqrt{[u_c(\Delta t)_{\max}]^2 + [\Delta_{\max}]^2}$ или $U(t) = f(t)$ $U(t) = f(W)$

Определение нестабильности и неоднородности жидкостных, воздушных термостатов, климатических камер и термопечей

Для работы в одном температурном диапазоне нужно откалибровать, по крайней мере, три температурные точки для этого диапазона.

Определения

Измерительная позиция:

Измерительная позиция – это пространственное местоположение, в которое устанавливается температурный сенсор в полезном объеме для калибровки термостата. Таким образом, измерительная позиция – это маленький объем, который определяется геометрическими размерами сенсора и точностью их расположения (т. е. примерно максимум 5 см в каждом размере). Если измерения выполняются только в одной позиции, то результат калибровки действителен только для этой позиции. Экстраполяция к большему объему не допускается.

Полезный объем:

Полезный объем жидкостного термостата – это объем жидкостного термостата, охватываемый измерительными позициями сенсоров, используемых для калибровки. В соответствии с расположением измерительных позиций полезный объем может значительно отличаться от полного объема жидкостного термостата. Калибровка жидкостного термостата, в основном, действительна только для полезного объема. Должны выполняться минимальные требования для расположения измерительной позиции.

Исходная измерительная позиция:

Исходная измерительная позиция – это местоположение в полезном объеме, для которого устанавливается разница между температурой термостата и значениями, индицируемыми на дисплее термостата. В большинстве случаев в качестве исходной позиции выбирается геометрический центр полезного объема. Возможны другие определения для исходной измерительной позиции. Местоположение исходной измерительной позиции должно быть указано.

Эталоны и оборудование

1. PRT
2. преобразователь температуры
3. термопары, тип S
4. милливольтметр

Действующие нормативные документы

1. руководство DKD-R 5-7 «Калибровка климатических камер», 2004.
2. руководство по эксплуатации и технические характеристики на термостат, подлежащий калибровке.

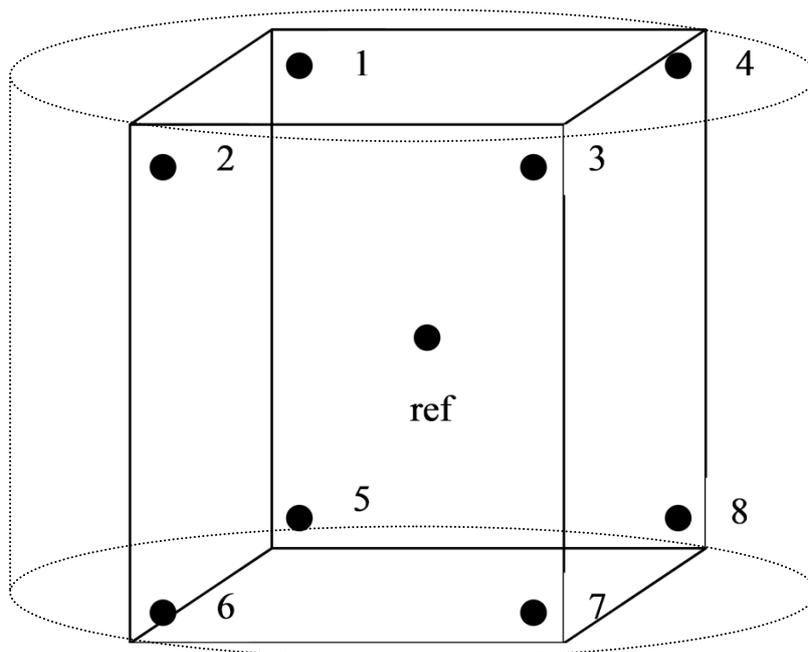
Установка сенсоров температуры

1) Для пространственного числа измерительных позиций для калибровки полезного объема имеют силу следующие требования:

- Для полезных объемов < 2000 л должны быть выбраны, по крайней мере, 9 измерительных позиций, т.е. измерительные позиции образуют угловые точки и

пространственный центр кубоида, охватывающего полезный объем (всего 9 измерительных позиций). Возможен выбор других позиций, но должно быть обеспечено, что полезный объем включен в объем, охватываемый измерительными позициями. Эти требования действительны как для термостатов прямоугольной конструкции, так и для термостатов с круглым или овальным поперечным сечением (с вписанным в него квадратом).

Геометрические размеры общего объема жидкостного термостата и выбранное местоположение измерительных позиций должны быть указаны в виде чертежа. Измерительные позиции должны быть пронумерованы. Пример чертежа приведен на следующем рисунке:



Вычисленная неоднородность действительна для всего полезного объема. Экстраполяция результата измерения за пределы объема, охваченного измерительными позициями, не допускается.

2) Для пространственного числа измерительных позиций для калибровки индивидуальных измерительных позиций имеют силу следующие требования:

- калибровка может быть выполнена только в индивидуальных измерительных позициях. В этом случае, однако, некоторые составляющие неопределенности не будут определены и учтены. А результат калибровки будет действителен только для этих позиций, но не для жидкостного термостата в целом. В качестве предмета калибровки должно быть указано **“измерительная(ые) позиция(и) в жидкостном термостате”**. Вклад локальной пространственной неоднородности в измерительных позициях должен быть определен для каждой измерительной позиции с помощью двух термометров (исходного и вспомогательного), расположенных на расстоянии примерно от 2 см до 5 см (по крайней мере, на расстоянии, соответствующем активной длине сенсора). Один из этих термометров (исходный) устанавливается в позицию, для которой устанавливается результат калибровки (измерительная позиция), а другой термометр (вспомогательный) устанавливается на необходимом расстоянии.

При калибровке более чем в одной измерительной позиции можно обойтись без использования двух термометров в одной измерительной позиции, если вклад в неопределенность, связанный с локальной неоднородностью и точностью расположения, соответствующим образом оценен из разности показаний термометров для индивидуальных измерительных позиций.

Геометрические размеры общего объема жидкостного термостата и выбранные позиции измерительных точек должны быть указаны в виде чертежа.

Определение пространственной неоднородности температуры жидкости в термостате δt_{inhom}

Пространственная неоднородность определяется как максимальное отклонение среднего значения температуры в угловой или околостенной измерительной позиции от среднего значения температуры в исходной позиции (в большинстве случаев в центре полезного объема). Она должна быть определена для всех калибруемых температур. Пространственная неоднородность исследуется только при калибровках для полезного объема по методу 1. Для вычисления пространственной неоднородности должны быть записаны, по крайней мере, 10 значений температуры, измеренные с помощью SPRT в исходной позиции, и, по крайней мере, по 10 значений температуры, измеренные с помощью SPRT (или PRT) в каждой измерительной позиции через более или менее постоянные промежутки времени. Затем вычисляются средние значения в каждой измерительной позиции в исходной позиции. И затем вычисляется пространственная неоднородность.

При калибровках по методу 2, определяется локальная неоднородность, чтобы оценить вклад в неопределенность, связанный с пространственной неоднородностью (см. разделы 4 и 5). Локальная неоднородность определяется как максимальное отклонение среднего значения температуры, измеренного с помощью SPRT, от среднего значения температуры, измеренного вспомогательным SPRT (или PRT) в одной измерительной позиции. Для вычисления локальной неоднородности должны быть записаны, по крайней мере, 10 значений температуры, измеренные с помощью исходного SPRT и, по крайней мере, 10 значений температуры, измеренные с помощью вспомогательного SPRT (или PRT), в одной измерительной позиции через более или менее постоянные промежутки времени. Вычисляются среднее значение температуры, измеренное с помощью SPRT, и среднее значение температуры, измеренное с помощью вспомогательного SPRT (или PRT). И затем вычисляется пространственная неоднородность.

При калибровках по методу 2 более чем в одной измерительной позиции локальная неоднородность определяется как максимальное отклонение средних значений температуры, измеренных с помощью SPRT (или PRT), в измерительных позициях. Для вычисления локальной неоднородности должны быть записаны, по крайней мере, по 10 значений температуры, измеренные с помощью SPRT, в каждой измерительной позиции, соответственно, через более или менее постоянные промежутки времени. Вычисляются средние значения температуры, измеренные с помощью SPRT, в каждой измерительной позиции. И затем вычисляется локальная неоднородность.

Все измерения выполняются после установления показаний SPRT. Считается, что показания установились, когда систематические изменения температуры больше не наблюдаются.

Пространственная неоднородность равнозначна полуширине интервала, в котором измеряемые значения температуры распределены равномерно с ожидаемым значением 0.

При калибровке по методу 1:

$$|\delta t_{inhom}| = \text{Max } |t_{ref} - t_i|$$

где, t_{ref} – это среднее значение температуры в исходной позиции, измеренное с помощью SPRT;

t_i – это среднее значение температуры в i -ой измерительной позиции, измеренное с помощью SPRT или PRT.

$1 \leq i \leq n$, где n – это число измерительных позиций, охватывающих полезный объем.

При калибровке по методу 2:

а) для одной индивидуальной измерительной позиции:

$$|\delta t_{inhom}| = |t_{ref} - t_{auxil}|$$

где, t_{ref} – среднее значение температуры, измеренное с помощью SPRT в данной измерительной позиции;

t_{auxil} – среднее значение температуры, измеренное с помощью вспомогательного SPRT или вспомогательного PRT в данной измерительной позиции.

б) для более чем одной индивидуальной измерительной позиции:

$$|\delta t_{inhom}| = |t_{std\ i} - t_{std\ j}|$$

где, $t_{std\ i}$ – среднее значение температуры, измеренное с помощью SPRT в i -ой измерительной позиции;

$t_{std\ j}$ – среднее значение температуры, измеренное с помощью SPRT в j -ой измерительной позиции;

$1 \leq i \leq n$ and $1 \leq j \leq n$, где n – это число индивидуальных измерительных позиций.

Стандартная неопределенность, связанная с пространственной неоднородностью, определяется следующим образом:

$$u(\delta t_{inhom}) = |\delta t_{inhom}| / \sqrt{3}.$$

Определение временной нестабильности температуры жидкости в термостате δt_{instab}

Временная нестабильность определяется из зарегистрированного временного изменения температуры жидкости в термостате за период времени, по крайней мере, 30 мин после установления показаний SPRT. Считается, что показания установились, когда систематические изменения температуры больше не наблюдаются.

Для измерения временной нестабильности должны быть записаны, по крайней мере, 30 значений температуры, измеренных с помощью SPRT, в течение 30 мин через более или менее постоянные интервалы времени. Измерение надо проводить, по крайней мере, в исходной измерительной позиции полезного объема (при калибровке по методу 1) или в каждой индивидуальной измерительной позиции (при калибровке по методу 2), соответственно, и для каждой калибруемой температуры.

Максимальное отклонение температуры за 30 мин от временного среднего значения в формульном виде выражается как полуширина интервала, в котором измеряемые значения температуры распределены равномерно с ожидаемым значением 0.

$$|\delta t_{instab}| \leq \text{Max } |t_{ref} - t_i|$$

где, t_{ref} – это среднее значение температуры, измеренное с помощью SPRT за 30 мин;
 t_i – это i -ое значение температуры, измеренное с помощью SPRT за 30 мин.

Стандартная неопределенность, связанная с временной нестабильностью, определяется следующим образом:

$$u(\delta t_{instab}) \leq |\delta t_{instab}| / \sqrt{3}.$$

Для расчета нестабильности и неоднородности температуры в термостате приведен один из возможных вариантов. Нестабильность может быть также оценена через среднее квадратическое отклонение (2σ), а неоднородность – не относительно центра рабочего объема, а как максимальная разность температуры между измерительными позициями.

В случае термостатов с блоком стабилизации температуры и термопечей, который, как правило, представляет собой металлический блок с отверстиями различных диаметров, исследуется нестабильность и аксиальная и радиальная неоднородность.

Измерение радиальной неоднородности: выполняется 10 измерений температуры в каждом из необходимых отверстий блока при погружении на полную глубину отверстия. За радиальную неоднородность принимается максимальное отклонение между наибольшим и наименьшим средними значениями температуры в отверстиях блока.

Для определения нестабильности выполняется 10 измерений в течение 10 минут при тех же условиях как для радиальной неоднородности. И за нестабильность принимается максимальное значение из максимальных отклонений единичных результатов измерений от средних значений температуры для каждого отверстия блока, соответственно.

Для определения аксиальной неоднородности выполняются измерения при погружении PRT (SPRT) или ТП на полную глубину отверстия блока и при последовательном уменьшении глубины погружения на несколько сантиметров (в зависимости от глубины блока). Минимум в двух положениях: при погружении на полную глубину и при погружении чувствительного элемента (т.е. при минимальном погружении в отверстие блока). В каждом положении измеряется 10 значений температуры. За аксиальную неоднородность принимается максимальное отклонение между наибольшим и наименьшим средними значениями температуры на соответствующих погружениях. Аксиальная неоднородность определяется только в одном из отверстий блока.

Все замеры выполняются при трех температурах рабочего диапазона термостата (жидкостного или воздушного) или термопечи: минимальной, средней и максимальной.

Выбранные измерительные отверстия должны быть указаны в виде чертежа и пронумерованы.

ИНФОРМАЦИЯ

Рекомендация КООМЕТ R/T/32:2018

1. Координатор: *Центр по стандартизации и метрологии при Министерстве экономики Кыргызской Республики (ЦСМ при МЭ КР)*
2. Тема КООМЕТ 633/KG/14
3. *Рекомендация утверждена на 28-м заседании Комитета КООМЕТ (Сараево, Босния и Герцеговина, 11 – 12 апреля, 2018)*
4. Рекомендация согласована и утверждена членами и председателем на заседании ТК 1.10 КООМЕТ “Термометрия и теплофизика” 8-9 ноября, 2017, Сараево, Босния и Герцеговина.