



ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

ШКАЛИ ТЕМПЕРАТУРНІ

ДСТУ 4017-2001
(ГОСТ 8.157-2001)

Видання офіційне

БЗ № 1-2001/95

Київ
ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2001



ДСТУ 4017-2001
(ГОСТ 8.157-2001)

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

ШКАЛИ ТЕМПЕРАТУРНІ

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2001

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО Харківським державним науково-дослідним інститутом метрології (ХДНДІМ) Держстандарту України
ВНЕСЕНО Управлінням метрології, єдиного часу та еталонних частот Держстандарту України
- 2 ЗАТВЕРДЖЕНО І ВВЕДЕНО В ДІЮ наказом Держстандарту України від 30 березня 2001 р. № 145
- 3 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ
- 4 РОЗРОБНИКИ: Л. Назаренко, д-р. техн. наук; Г. Горне, канд. фіз-мат. наук

17. МЕТРОЛОГІЯ ТА ВИМІРЮВАННЯ. ФІЗИЧНІ ЯВИЩА

17.020; 17.200.01
ДСТУ 4017-2001

Метрологія. Шкали температурні

Місце поправки	Надруковано	Повинно бути
Обкладинка, Титульний лист, С. 1	ДСТУ 4017-2001	ДСТУ 4017-2001 (ГОСТ 8.157-2001)

(ІПС № 7-2001)

Поправка ІПС 7-2001 вкл.

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні положення	1
4 Температурні шкали і методи їх побудови.....	2
4.1 Діапазон температур від 0,01 до 0,65 К. Температурна шкала термометра магнітної сприйнятливості	2
4.2 Діапазон температур від 0,65 К до найвищої температури, яка практично доступна вимірюванню відповідно до закону випромінення Планка для монохроматичного випромінення. Міжнародна температурна шкала 1990 р.	2
Додаток А Засоби для відтворення МТШ–90	11
Додаток Б Розбіжності між МТШ–90 і попередніми температурними шкалами МПТШ–68, ТТШ–76	21
Додаток В Бібліографія.....	23

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МЕТРОЛОГІЯ
ШКАЛИ ТЕМПЕРАТУРНІ
МЕТРОЛОГІЯ
ШКАЛЫ ТЕМПЕРАТУРНЫЕ
METROLOGY
THE TEMPERATURE SCALES

Чинний від 2002–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на температурні шкали, призначені забезпечувати єдність вимірювань температури від 0,01 К до найвищої температури, яка практично доступна вимірюванню відповідно до закону випромінення Планка, і встановлює принципи побудови температурних шкал та методи їх здійснення.

У стандарті наведено рекомендації щодо засобів відтворення одиниці температури.

Стандарт базується на введений у дію рішенням 78-й сесії Міжнародного комітету мір і ваг Міжнародній температурній шкалі 1990 р. (МТШ–90).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на стандарт:

ГОСТ 21007–75 Проволока из платины для термопреобразователей сопротивления. Технические условия.

3 ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

3.1 Сукупність температурних шкал, що їх встановлює цей стандарт, створює єдину систему, яка охоплює температури від 0,01 К до найвищої температури, практично доступної вимірюванню відповідно до закону випромінення Планка для монохроматичного випромінення.

3.2 Одиницею основної фізичної величини — термодинамічної температури (T) є кельвін (К), визначений як $1/273,16$ частина термодинамічної температури потрійної точки води.

3.3 Допускається застосовувати температури Цельсія (t), тобто виражати термодинамічну температуру як різницю між її значенням і значенням температури плавлення льоду, що дорівнює 273,15 К:

$$t = T - 273,15, \quad (1)$$

Одиницею температури Цельсія є градус Цельсія ($^{\circ}\text{C}$), розмір якого дорівнює розміру кельвіна за визначенням.

Кельвін переважно застосовують у діапазоні низьких температур — нижче ніж 273,15 К, а градус Цельсія — для температур, що перевищують 273,15 К.

3.4 Різницю температур виражають як через кельвін, так і через градус Цельсія.

3.5 Методи відтворення температурних шкал, установлені цим стандартом, визначають вимоги до складу державних еталонів одиниці температури для відповідних температурних діапазонів та до засобів виміральної техніки, які входять до їхнього складу.

4 ТЕМПЕРАТУРНІ ШКАЛИ І МЕТОДИ ЇХ ПОБУДОВИ

4.1 Діапазон температур від 0,01 до 0,65 К. Температурна шкала термометра магнітної сприйнятливості

4.1.1 Температурна шкала термометра магнітної сприйнятливості (ТШТМС) охоплює температури від 0,01 до 0,65 К. У цьому діапазоні застосовують одиницю температури кельвін.

4.1.2 ТШТМС базується на залежності від температури магнітної сприйнятливості парамагнітної речовини — церій-магнієвого нітрату $\text{Ce}_2\text{Mg}_3(\text{NO}_3)_{12} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ (ЦМН), який використовують як термометричну речовину в магнітному термометрі.

За температур від 0,01 до 3 К ця залежність підпорядковується закону Кюрі, відповідно до якого магнітна сприйнятливості ідеального парамагнетика обернено пропорційна температурі:

$$\chi = \frac{C}{T}, \quad (2)$$

де χ — магнітна сприйнятливості;

C — стала Кюрі, що не залежить від температури і визначається основним станом атома. Значення C визначається градуванням магнітного термометра.

4.1.3. Оскільки для ЦМН відхилення реальної температурної залежності χ від закону Кюрі спостерігають за температур, що перевищують 3 К, градування магнітного термометра здійснюють за МТШ–90 (4.2) у діапазоні від 0,65 до 3,0 К. Визначене при цьому значення C зберігається в діапазоні температур від 0,01 до 0,65 К, в цьому діапазоні в основі ТШТМС лежить магнітний термометр.

4.2 Діапазон температур від 0,65 К до найвищої температури, яка практично доступна вимірюванню відповідно до закону випромінення Планка для монохроматичного випромінення. Міжнародна температурна шкала 1990 р.

4.2.1 Принцип побудови МТШ–90

4.2.1.1 У МТШ–90 застосовують як міжнародні температури Кельвіна (T_{90}), так і міжнародні температури Цельсія (t_{90}), одиницями яких відповідно є кельвін (К) і градус Цельсія ($^{\circ}\text{C}$). Співвідношення між T_{90} і t_{90} таке саме, як між T і t , тобто:

$$t_{90} = T_{90} - 273,15. \quad (3)$$

4.2.1.2 МТШ–90 базується на ряді відтворюваних рівноважних станів речовин — основних реперних точках, яким положенням про МТШ–90 [1] приписані певні значення температури, та на еталонних термометрах, градуйованих за цих температур. В інтервалах між температурами реперних точок інтерполяцію здійснюють за формулами, які встановлюють зв'язок між показами еталонних термометрів і значеннями температури.

Основні реперні точки реалізуються як певні стани фазних рівноваг (дво- або трифазних) деяких чистих речовин, які характеризуються високою відтворюваністю і стабільністю температури. До двофазних рівноваг належать точки кипіння, плавлення і тверднення, до трифазних — потрійна точка речовини.

Основні реперні точки МТШ–90 наведено в таблиці 1. У таблиці 2 подано поправки, що враховують вплив тиску на температуру цих точок унаслідок значної глибини занурення чутливого елемента термометра або з інших причин.

У додатку А наведено рекомендації щодо практичної реалізації реперних точок та вимоги до еталонних термометрів.

Таблиця 1 — Основні реперні точки МТШ-90

Номер реперної точки	Температура		Речовина	Тип точки	Значення стандартної функції $W_i(T)$
	T_{90}, K	$t_{90}, ^\circ C$			
1	від 3 до 5	від -270,15 до -268,15	He	P	
2	13,8033	-259,3467	p-H ₂	ПТ	0,001 190 07
3	≈ 17	≈ -256,15	p-H ₂ (або He)	P (або Г)	
4	≈ 20,3	≈ -252,85	p-H ₂ (або He)	P (або Г)	
5	24,5561	-248,5939	Ne	ТР	0,008 449 74
6	54,3584	-218,7916	O ₂	ТР	0,091 718 04
7	83,8058	-189,3442	Ar	ТР	0,215 859 75
8	234,3156	-38,8344	Hg	ТР	0,844 142 11
9	273,16	0,01	H ₂ O	ТР	1,000 000 00
10	302,9146	29,7646	Ga	П	1,118 138 89
11	429,7485	156,5985	In	ТТ	1,609 801 85
12	505,078	231,928	Sn	ТТ	1,892 797 68
13	692,677	419,527	Zn	ТТ	2,568 917 30
14	933,473	660,323	Al	ТТ	3,376 008 60
15	1 234,93	961,78	Ag	ТТ	4,286 420 53
16	1 337,33	1 064,18	Au	ТТ	
17	1 357,77	1 084,62	Cu	ТТ	

Примітка 1. Ізотопний склад речовин відповідний до природного, за винятком ³He; символ p-H₂ означає рівноважний склад молекулярних модифікацій орто- і параводню (Додаток А)

Примітка 2. Умовні позначення:

P — тиск насиченої пари;

ТР — потрійна точка (температура рівноваги між твердою, рідкою фазами і парою);

Г — газовий термометр;

П і ТТ — точки плавлення і тверднення відповідно (температура рівноваги рідкої і твердої фаз за тиску 101325 Па).

Таблиця 2 — Вплив тиску на температуру реперних точок

Речовина	Приписане значення температури рівноваги T_{90}, K	Змінення температури	
		за тиску p (σPa), $10^{-6} K \cdot Pa^{-1}$ ($mK \cdot atm^{-1}$)	за глибини занурення h $B = \sigma T \Delta h$, $10^{-3} K \cdot m^{-1}$
p-H ₂ (ТР)	13,803 3	34	0,25
Ne (ТР)	24,556 1	16	1,9
O ₂ (ТР)	54,358 4	12	1,5
Ar (ТР)	83,805 8	25	3,3
Hg (ТР)	234,315 6	5,4	7,1

Закінчення таблиці 2

Речовина	Приписане значення температури рівноваги T_{90} , К	Змінення температури	
		за тиску p (dT/dp), 10^{-6} К · Па ⁻¹ (МК · атм ⁻¹)	за глибини занурення h $B = dT/dh$, 10^{-3} К · м ⁻¹
H ₂ O (TP)	273,16	-7,5	- 0,73
Ga	302,914 6	-2,0	- 1,2
In	429,748 5	4,9	3,3
Sn	505,078	3,3	2,2
Zn	692,677	4,3	2,7
Al	933,473	7,0	1,6
Ag	1 234,93	6,0	5,4
Au	1 337,33	6,1	10,0
Cu	1 357,77	3,3	2,6

Примітка. Стандартним тиском для точок плавлення або тверднення є нормальний атмосферний тиск ($p = 101325$ Па). У випадку потрібних точок (TP) впливає тільки гідростатичний тиск, що є функцією глибини рідкої фази.

4.2.1.3 МТШ–90 охоплює ряд температурних діапазонів і піддіапазонів, у кожному з яких встановлено своє визначення температури T_{90} . Деякі з цих діапазонів і піддіапазонів перекриваються. У цьому випадку існують різні визначення T_{90} . Ці визначення є еквівалентними; жодному з них не може бути надано переваги. Практично в усіх таких випадках можливими розбіжностями внаслідок різного визначення T_{90} можна нехтувати.

4.2.2 Визначення МТШ–90

4.2.2.1 Положенням про МТШ–90 встановлено таке визначення цієї шкали:

— в діапазоні від 0,65 до 5,0 К температуру T_{90} визначено залежністю тиску насиченої пари ізотопів гелію ³He і ⁴He від температури (4.2.2.2);

— в діапазоні від 3,0 К до потрібної точки неону (24,5561 К) температуру T_{90} визначають за допомогою гелієвого газового термометра (градуйованого в трьох реперних точках) і встановлених інтерполяційних формул (4.2.2.3);

— в діапазоні від потрібної точки рівноважного водню (13,8033 К) до точки тверднення срібла (961,78 °С) температуру T_{90} визначають за допомогою платинових термометрів опору, які градуйовано у певних наборах основних реперних точок, із застосуванням установлених інтерполяційних формул (4.2.2.4);

— вище точки тверднення срібла (961,78 °С) температуру T_{90} визначають відповідно до закону випромінення Планка за допомогою однієї з трьох реперних точок: точки тверднення срібла, точки тверднення золота або точки тверднення міді (4.2.2.5).

Значення розбіжностей між МТШ–90 та попередніми температурними шкалами — Міжнародною практичною температурною шкалою 1968 р. (МПТШ–68) і Тимчасовою температурною шкалою 1976 р. (ТТШ–76) — наведено в додатку Б.

4.2.2.2 Діапазон від 0,65 до 5,0 К. Співвідношення між тиском насиченої пари і температурою гелію

У цьому діапазоні температуру T_{90} визначають залежністю температури від тиску насиченої пари ізотопів гелію ³He і ⁴He, використовуючи формулу:

$$T_{90} = A_0 + \sum_{j=1}^9 A_j \left[\frac{\ln p - B}{C} \right]^j, \tag{4}$$

де A_0, A_j, B, C — коефіцієнти;
 p — тиск, Па.

Значення коефіцієнтів A_0, A_1, B і C для ^3He в діапазоні від 0,65 до 3,2 К та для ^4He в діапазонах від 1,25 до 2,1768 К (λ — точка) і від 2,1768 до 5,0 К наведено в таблиці 3.

Таблиця 3 — Тиск насиченої пари ізотопів гелію. Значення коефіцієнтів рівняння (4) у відповідних діапазонах температур

Коефіцієнт	Ізотоп ^3He від 0,65 до 3,2 К	Ізотоп ^4He від 1,25 до 2,1768 К	Ізотоп ^4He від 2,1768 до 5,0 К
A_0	1,053 447	1,392 408	3,146 631
A_1	0,980 106	0,527 153	1,357 655
A_2	0,676 380	0,166 756	0,413 923
A_3	0,372 692	0,050 988	0,091 159
A_4	0,151 656	0,026 514	0,016 349
A_5	-0,002 263	0,001 975	0,001 826
A_6	0,006 596	-0,017 976	-0,004 325
A_7	0,088 966	0,005 409	-0,004 973
A_8	-0,004 770	0,013 259	0
A_9	-0,054 943	0	0
B	7,3	5,6	10,3
C	4,3	2,9	1,9

4.2.2.3 Діапазон від 3,0 К до потрійної точки неону (24,5561 К). Газовий термометр

У цьому діапазоні температуру T_{90} визначають за допомогою газового термометра сталого об'єму, в якому використовують як термометричний газ ізопопи гелію ^3He або ^4He і який градуйовано за трьох значень температури: потрійної точки неону (24,5561 К), потрійної точки рівноважного водню (13,8033 К) та за температури, що перебуває в інтервалі між 3,0 і 5,0 К.

Останню температуру визначають за температурною залежністю (4) тиску пари ^3He або ^4He , що наведено в 4.2.2.2.

Цей діапазон температур включає два піддіапазони:

а) від 4,2 К до потрійної точки неону (24,5561 К), із використанням як термометричного газу ізопопу ^4He .

У цьому піддіапазоні температуру T_{90} визначають за формулою:

$$T_{90} = a + bp + cp^2, \quad (5)$$

де p — тиск у газовому термометрі;

a, b і c — коефіцієнти, числові значення яких визначають за результатами вимірювань за трьох вищезазначених значень температури, але з додатковим обмеженням: значення температури найнижчої точки має бути між 4,2 та 5,0 К;

б) від 3,0 К до потрійної точки неону (24,5561 К) із використанням як термометричного газу ізопопу ^3He або ^4He .

Для газових термометрів, у яких використовують як термометричний газ ізопопи ^3He або ^4He і які застосовують за температури нижчої ніж 4,2 К, щоб забезпечити точність, слід враховувати неідеальність газу вводячи відповідний другий віріальний коефіцієнт $B_3(T_{90})$ для ^3He і $B_4(T_{90})$ для ^4He .

У цьому піддіапазоні температуру T_{90} визначають за формулою:

$$T_{90} = \frac{a + bp + cp^2}{1 + \frac{N}{V} B_x(T_{90})}, \quad (6)$$

де p — тиск у газовому термометрі;

a, b і c — коефіцієнти, числові значення яких визначають за результатами вимірювань за трьох вищезазначених значень температури;

N — кількість газу;

V — об'єм колби;

$B_x(T_{90})$ ($x = 3$ для ізоотопу ^3He та $x = 4$ для ізоотопу ^4He) — значення другого віріального коефіцієнта в $\text{м}^3 \cdot \text{мол}^{-1}$, що задано співвідношеннями:

$$B_3(T_{90}) = \{16,69 - 336,98(T_{90})^{-1} + 91,04(T_{90})^{-2} - 13,82(T_{90})^{-3}\} \cdot 10^{-6}, \quad (7)$$

$$B_4(T_{90}) = \{16,708 - 374,05(T_{90})^{-1} - 383,53(T_{90})^{-2} + 1799,2(T_{90})^{-3} - 4033,2(T_{90})^{-4} + 3252,8(T_{90})^{-5}\} \cdot 10^{-6}. \quad (8)$$

Точність, із якою за формулами (5) та (6) може бути визначено значення T_{90} , залежить від конструкції газового термометра та від щільності використаного газу. Інформацію щодо конструктивних особливостей термометра та способів практичної реалізації температурної шкали в цьому температурному діапазоні наведено в бібліографії [2,3] (додаток В).

4.2.2.4 Діапазон від потрійної точки рівноважного водню (13,8033 К) до точки тверднення срібла (961,78 °С). Платиновий термометр опору

У цьому діапазоні температуру T_{90} визначають платиновим термометром опору, градуйованим у встановлених групах основних реперних точок. Для інтерполяції застосовують стандартні функції та функції відхилення.

Примітка. Жодний платиновий термометр опору не може забезпечити високу точність або бути використаний у всьому зазначеному діапазоні температур. Вибір температурного діапазону або піддіапазону з наведених нижче, в якому можна застосовувати кожний конкретний термометр, визначається конструкцією цього термометра (відповідні рекомендації наведено в додатку А).

У зазначеному температурному діапазоні температуру визначають за допомогою відносного опору термометра $W(T_{90})$, тобто відношення опору термометра $R(T_{90})$ за температури T_{90} до його опору $R(273,16 \text{ К})$ у потрійній точці води:

$$W(T_{90}) = \frac{R(T_{90})}{R(273,16 \text{ К})}. \quad (9)$$

Примітка. Це визначення $W(T_{90})$ відрізняється від аналогічного визначення відносного опору в попередніх шкалах МТШ-27, МТШ-48, МПТШ-48, МПТШ-68, коли $W(T_{90})$ було визначено як функцію опорної температури 0 °С або 273,15 К.

Еталонний термометр опору має бути виготовлений з платини високої чистоти, вільної від усіх напруг, і задовольняти, принаймні, одне з двох співвідношень:

$$W(29,7646 \text{ °С}) \geq 1,11807, \quad (10)$$

$$W(-38,8344 \text{ °С}) \leq 0,844235. \quad (11)$$

Для термометра, придатного для роботи до точки тверднення срібла, крім того, має бути виконано вимогу:

$$W(961,78 \text{ °С}) \geq 4,2844. \quad (12)$$

У кожному з діапазонів, які наведено нижче, температуру T_{90} обчислюють виходячи з відповідних стандартних функцій $W_r(T_{90})$ та функцій відхилення $W(T_{90}) - W_r(T_{90})$:

а) У діапазоні від 13,8033 до 273,16 К стандартна функція має вигляд:

$$\ln[W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{j=1}^{12} A_j \left\{ \frac{\ln \frac{T_{90}}{273,16} + 1,5}{1,5} \right\}^j, \quad (13)$$

де A_0, A_j — коефіцієнти, значення яких наведено в таблиці 4.

Таблиця 4 — Платиновий термометр опору. Значення коефіцієнтів $A_0, A_j, B_0, B_j, C_0, C_j, D_0, D_j$ стандартних функцій

A_0	-2,135 347 29	B_0	0,183 324 722
A_1	3,183 247 20	B_1	0,240 975 303
A_2	-1,801 435 97	B_2	0,209 108 771
A_3	0,717 272 04	B_3	0,190 439 972
A_4	0,503 440 27	B_4	0,142 648 498
A_5	-0,618 993 95	B_5	0,077 993 465
A_6	-0,053 323 22	B_6	0,012 475 611
A_7	0,280 213 62	B_7	-0,032 267 127
A_8	0,107 152 24	B_8	-0,075 291 522
A_9	-0,293 028 65	B_9	-0,056 470 670
A_{10}	0,044 598 72	B_{10}	0,076 201 285
A_{11}	0,118 686 32	B_{11}	0,123 893 204
A_{12}	-0,052 481 34	B_{12}	-0,029 201 193
		B_{13}	-0,091 173 542
		B_{14}	0,001 317 696
		B_{15}	0,026 025 526
C_0	2,781 572 54	D_0	439,932 854
C_1	1,646 509 16	D_1	472,418 020
C_2	-0,137 143 90	D_2	37,684 494
C_3	-0,006 497 67	D_3	7,472 018
C_4	-0,002 344 44	D_4	2,920 828
C_5	0,005 118 68	D_5	0,005 184
C_6	0,001 879 82	D_6	-0,963 864
C_7	-0,002 044 72	D_7	-0,188 732
C_8	-0,000 461 22	D_8	0,191 203
C_9	0,000 457 24	D_9	0,049 025

Значення стандартної функції в реперних точках наведено в таблиці 1.
Обернена функція, що еквівалентна рівнянню (13) у границях до 0,1 МК:

$$\frac{T_{90}}{273,16} = B_0 + \sum_{j=1}^{15} B_j \left\{ \frac{[W_r(T_{90})]^{1/6} - 0,65}{0,35} \right\}^j, \quad (14)$$

де B_0, B_j — коефіцієнти, значення яких наведено в таблиці 4.
Функція відхилення в цьому діапазоні температур має вигляд:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1]^2 + \sum_{i=1}^5 c_i [\ln W(T_{90})]^{i+n}, \quad (15)$$

де a, b, c_j — коефіцієнти, значення яких визначають за результатами вимірювань у реперних точках за $n = 2$.

Термометр може бути градуйовано для застосування або в усьому зазначеному температурному діапазоні, або в разі використання для градування щоразу меншої кількості реперних точок для піддіапазонів із нижньою границею 24,5561; 54,3584 або 83,8058 К та верхньою — 273,16 К, однаковою для всіх цих піддіапазонів:

1) піддіапазон від потрійної точки рівноважного водню (13,8033 К) до потрійної точки води (273,16 К)

У цьому температурному піддіапазоні градування термометра виконують у потрійних точках рівноважного водню (13,8033 К), неону (24,5561 К), кисню (54,3584 К), аргону (83,8058 К), ртуті (234,3156 К) та води (273,16 К) і ще за двох температур, близьких до 17,0 та 20,3 К. Значення цих температур встановлюють двома способами: або за допомогою газового термометра відповідно до 4.2.2.3 (значення температур у цьому випадку мають бути в інтервалах від 16,9 до 17,1 К та від 20,2 до 20,4 К), або використовуючи залежність між тиском насиченої пари і температурою рівноважного водню (значення двох температур у цьому випадку мають бути в інтервалах від 17,025 К до 17,045 та від 20,26 до 20,28 К). Точні значення цих температур обчислюють відповідно за формулами:

$$T_{90} = \frac{p - 33,3213}{13,32} + 17,035, \quad (16)$$

$$T_{90} = \frac{p - 101,292}{30} + 20,27, \quad (17)$$

де T_{90} — температура, К;
 p — тиск, кПа.

Функцію відхилення визначено формулою (15) за $n = 2$. Значення коефіцієнтів a, b, c_j визначають за результатами вимірювань у реперних точках.

2) піддіапазон від потрійної точки неону (24,5561 К) до потрійної точки води (273,16 К)

У цьому температурному піддіапазоні градування термометра виконують у потрійних точках рівноважного водню (13,8033 К), неону (24,5561 К), кисню (54,3584 К), аргону (83,8058 К), ртуті (234,3156 К) та води (273,16 К).

Функцію відхилення визначено формулою (15) за $c_4 = c_5 = 0$ та $n = 0$. Значення коефіцієнтів a, b, c_1, c_2, c_3 визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

3) піддіапазон від потрійної точки кисню (54,3584 К) до потрійної точки води (273,16 К)

У цьому температурному піддіапазоні градування термометра виконують у потрійних точках кисню (54,3584 К), аргону (83,8058 К), ртуті (234,3156 К) і води (273,16 К).

Функцію відхилення визначено формулою (15) за $c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = 0$ та $n = 1$.

Значення коефіцієнтів a, b та c_1 визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

4) піддіапазон від потрійної точки аргону (83,8058 К) до потрійної точки води (273,16 К)

У цьому температурному піддіапазоні градування термометра виконують у потрійних точках аргону (83,8058 К), ртуті (234,3156 К) та води (273,16 К).

Функцію відхилення визначено формулою:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1] \ln W(T_{90}), \quad (18)$$

Значення коефіцієнтів a і b визначають за результатами вимірювань у реперних точках.

б) В діапазоні від 0 до 961,78 °С стандартна функція має вигляд:

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left(\frac{T_{90} - 754,15}{481} \right)^i, \quad (19)$$

де C_0, C_i — коефіцієнти, значення яких наведено в таблиці 4.

Значення стандартної функції $W_r(T_{90})$ у реперних точках зазначено в таблиці 1.

Обернена функція, еквівалентна рівнянню (19) у границях 0,1 мК:

$$(T_{90}) - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left(\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right)^i, \quad (20)$$

де D_0, D_i — коефіцієнти, значення яких наведено в таблиці 4.

Функція відхилення в цьому діапазоні температур має вигляд:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1]^2 + c[W(T_{90}) - 1]^3 + d \left[W(T_{90}) - W(660,323 \text{ °С}) \right]^2, \quad (21)$$

де a, b, c , та d — коефіцієнти.

За температур, нижчих ніж точка тверднення алюмінію $d = 0$, а значення коефіцієнтів a, b і c визначають за виміряним відхиленням від $W_r(T_{90})$ за температур тверднення олова, цинку й алюмінію. У діапазоні від точки тверднення алюмінію до точки тверднення срібла значення a, b та c залишаються ті самі, а значення d визначають за результатами вимірювань відхилення від $W_r(T_{90})$ за температури тверднення срібла.

Термометр може бути проградуїюваним для застосування або в усьому зазначеному температурному діапазоні, або в разі використання для градуювання щоразу меншої кількості реперних точок для піддіапазонів із однаковою нижньою границею 0 °С та верхньою границею 660,323; 419,527; 231,928; 156,5985 або 29,7646 °С:

1) піддіапазон від 0 °С до точки тверднення алюмінію (660,323 °С)

У цьому температурному піддіапазоні градуювання термометра виконують у потрібній точці води (0,01 °С), точках тверднення олова (231,928 °С), цинку (419,527 °С) і алюмінію (660,323 °С)

Функцію відхилення визначено формулою (21) за $d = 0$. Значення коефіцієнтів a, b та c визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

2) піддіапазон від 0 °С до точки тверднення цинку (419,527 °С)

У цьому температурному піддіапазоні градуювання термометра виконують у потрібній точці води (0,01 °С), точках тверднення олова (231,928 °С) і цинку (419,527 °С).

Функцію відхилення визначено формулою (21) за $c = d = 0$. Значення коефіцієнтів a та b визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

3) піддіапазон від 0 °С до точки тверднення олова (231,928 °С)

У цьому температурному піддіапазоні градуювання термометра виконують у потрібній точці води (0,01 °С), точках тверднення індію (156,5985 °С) і олова (231,928 °С).

Функцію відхилення визначено формулою (21) за $c = d = 0$. Значення коефіцієнтів a та b визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

4) піддіапазон від 0 °С до точки тверднення індію (156,5985 °С)

У цьому температурному піддіапазоні градуювання термометра виконують у потрібній точці води (0,01 °С) і точці тверднення індію (156,5985 °С).

Функцію відхилення визначено формулою (21) за $b = c = d = 0$. Значення коефіцієнта a визначають за результатами вимірювань у реперних точках;

5) піддіапазон від 0 °С до точки плавлення галію (29,7646 °С)

У цьому температурному піддіапазоні градуювання термометра виконують у потрібній точці води (0,01 °С) і точці плавлення галію (29,7646 °С)

Функцію відхилення визначено формулою (21) за $b = c = d = 0$. Значення коефіцієнта a визначають за результатами вимірювань у реперних точках.

в) У діапазоні від потрібної точки ртуті (мінус 38,8344 °С) до точки плавлення галію (29,7646 °С) стандартну функцію визначено двома рівняннями: нижче 0,01 °С — рівнянням (13), вище — рівнянням (19).

У цьому температурному діапазоні градування термометра виконують у потрібних точках ртуті (мінус 38,8344 °С), води (0,01 °С) і точці плавлення галію (29,7646 °С).

Функцію відхилення у всьому діапазоні визначено формулою (21) за $c = d = 0$. Значення коефіцієнтів a та b визначають за результатами вимірювань у реперних точках.

4.2.2.5 Діапазон вище точки тверднення срібла (961,78 °С). Закон випромінення Планка.

Вище точки тверднення срібла (961,78 °С) визначення T_{90} базується на законі випромінення Планка для монохроматичного випромінення.

При цьому застосовують одну з трьох реперних точок, перелічених нижче:

- точка тверднення срібла T_{90} (Ag) = 1234,93 К;
- точка тверднення золота T_{90} (Au) = 1337,33 К;
- точка тверднення міді T_{90} (Cu) = 1357,77 К.

Температуру T_{90} обчислюють зі співвідношення:

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}(T_{90}(x))} = \frac{\exp(C_2[\lambda T_{90}(x)]^{-1}) - 1}{\exp(C_2[\lambda T_{90}]^{-1}) - 1}, \quad (22)$$

де $L_{\lambda}(T_{90})$ і $L_{\lambda}(T_{90}(x))$ — спектральні щільності енергії випромінення чорного тіла для довжини хвилі (у вакуумі) λ за температур T_{90} і $T_{90}(x)$ відповідно.

$T_{90}(x)$ — температура будь-якої з трьох реперних точок, перелічених вище (x позначає Ag, Au, Cu відповідно);

C_2 — стала, значення якої дорівнює 0,014388 м · К.

4.2.3 Відтворення МТШ–90 здійснюється апаратурою, методами, технологією реалізації реперних точок та еталонними термометрами, що відповідають рекомендаціям, наведеним у додатку А. Більш докладну інформацію щодо цього питання наведено в бібліографії [2,3] (додаток В).

4.2.4 Розбіжності між МТШ–90 та попередніми температурними шкалами МПТШ–68 і ТТШ–76 наведено в додатку Б. Кількість значущих цифр, наведених у таблиці Б1, дає змогу здійснювати плавну інтерполяцію.

ДОДАТОК А

(довідковий)

ЗАСОБИ ДЛЯ ВІДТВОРЕННЯ МТШ–90**А.1 Загальні положення**

Для вимірювань температур за МТШ–90 із високою точністю необхідно дотримуватись вимог цього додатку. Правила і рекомендації щодо реалізації температурної шкали, які наведено нижче, відповідають практиці провідних термометричних лабораторій. У додатку описано засоби виміральної техніки і методи, застосування яких забезпечує вимірювання температури на еталонному рівні точності.

А.2 Криогенні реперні точки (водню, неону, кисню, аргону)**А.2.1 Загальні рекомендації**

Температуру потрійної точки речовини, тобто рівноваги між її твердою, рідкою і параподібною фазами, можна відтворювати як за методикою плавлення, так і за методикою тверднення. У разі використання методики плавлення речовина у вихідному стані перебуває у твердій та параподібній фазах, і трифазна рівновага виникає з появою третьої (рідкої) фази. Якщо ж використовують методику тверднення, речовина у вихідному стані перебуває в рідкій та параподібній фазах, і трифазна рівновага виникає з появою третьої (твердої) фази. Температуру потрійних точок криогенних газів (водню, неону, кисню, аргону), як правило, відтворюють за методикою плавлення.

Для реалізації цих реперних точок можна використовувати як герметичні, так і негерметичні чарунки (ампули). У другому випадку до чарунки приєднано систему регулювання подавання чистого газу і контролю його тиску. В останні роки переважно використовують герметичні чарунки.

Герметична чарунка повинна бути сконструйована таким чином, щоб вона була тривкою до впливу тиску газу, що відповідає максимальній температурі, за якої вона може перебувати в процесі експлуатації і збереження (за кімнатної температури це звичайно — від 0,5 до 15 МПа).

Оскільки переважно використовують методику плавлення, теплоємність чарунки не має істотного значення — вона важлива у разі використання методики тверднення внаслідок ефекту переохолодження, що спостерігається в цьому випадку. Від негерметичних чарунок не вимагають особливої міцності, отже вони можуть мати теплоємність значно меншу ніж теплоємність герметичних чарунок (відносно порівняної кількості термометричної речовини).

Оскільки теплопровідність рідких газів дуже низька, конструкція чарунки повинна забезпечувати максимально можливе зменшення теплового опору між термометром і термометричною речовиною. У внутрішню порожнину чарунки щільно встановлюють мідний блок, у який із використанням спеціального мастила встановлюють низькотемпературні платинові термометри опору капсульного типу.

Для мінімізації температурних градієнтів теплові потоки в чарунці повинні бути надзвичайно малі, для чого чарунка оточена одним або кількома тепловими екранами, температуру яких контролюють і регулюють за допомогою спеціальних терморегуляторів. Вся конструкція розміщена у вакуумній камері, яку звичайно занурюють у криогенну рідину (для потрійної точки аргону це, як правило, рідкий азот, для інших реперних точок — рідкий гелій).

Герметичні чарунки потрійних точок аргону і кисню для платинових термометрів опору стрижневого типу як за конструкцією, так і за принципом дії аналогічні чарункам для термометрів капсульного типу, але повинні бути значно довшими, щоб забезпечити необхідну глибину занурення термометра. Крім того потрібно вживати спеціальні заходи для мінімізації градієнтів температури в чарунці. До показів термометрів слід вводити поправки із врахуванням впливу гідростатичного тиску.

Рівноважна температура потрійної точки речовини T_p відповідає фізичному співіснуванню трьох фаз, тобто реалізується на поверхні розділу парової фази з двома іншими фазами. Нижче поверхні розділу температура T змінюється під впливом гідростатичного тиску і на глибині h від поверхні обчислюється за формулою:

$$T = T_p + B \cdot h, \quad (\text{А.1})$$

де T_p — установлене МТШ–90 рівноважне значення температури реперної точки, наведене в таблиці 1;

B — коефіцієнт, що враховує вплив гідростатичного тиску. Значення B для різних речовин наведено в таблиці 2.

Реалізацію потрібної точки криогенного газу здійснюють таким чином. Температуру чарунки знижують доти, доки термометрична речовина цілком не затвердіє. Потім температуру повільно підвищують і досягають того, щоб під час наближення до температури потрібної точки дрейф температури становив не більше ніж 5 мК/год.

В умовах сталого температурного дрейфу здійснюється плавлення термометричної речовини через подавання послідовних теплових імпульсів. Величина кожного теплового імпульсу повинна становити від 1 % до 10 % повної теплоти плавлення речовини.

Після кожного імпульсу в сталому тепловому режимі виконують вимірювання рівноважної температури. Помітне зменшення змінення рівноважної температури після дії чергового імпульсу вказує на початок процесу плавлення. Оптимальні параметри теплового імпульсу, а також час, необхідний для встановлення теплової рівноваги після його дії, визначають дослідами індивідуально для кожного газу. У разі правильної методики відтворення потрібної точки після повного розплавлення речовини температурний дрейф має залишатися на тому самому рівні (приблизно 5 мК/год).

У процесі реалізації потрібної точки креслять графік залежності рівноважної температури від частки F розплавленої речовини (або від $1/F$), за допомогою якого потім визначають відтворюване значення температури потрібної точки. Відповідно до міжнародної метрологічної практики в галузі термометрії застосовують два основні методи його визначення. Перший метод полягає у вилученні початкових і кінцевих 15 % графіка залежності температури від $1/F$ і визначенні відтворюваного значення температури потрібної точки як середнього значення температури, розрахованого в межах 70 %, що залишилися. Коли використовують другий метод, частина графіка, що міститься між $1/F = 5$ і $1/F = 2$, лінійно екстраполюється до значення $1/F = 1$ (100 % розплаву), і одержане значення температури $T_{100\%}$ вважають температурою потрібної точки.

Потрійні точки водню, неону, кисню та аргону, а також дві точки кипіння водню (близько 17 і 20,3 К) використовують для градування платинових термометрів опору капсульного типу. Потрійну точку аргону і, часом, кисню використовують для градування платинових термометрів опору стрижневого типу. Потрійні точки рівноважного водню і неону є двома з трьох точок, у яких виконують градування газового термометра.

А.2.2 Потрійна точка (13,8033 К) і точки, що визначаються за тиском насиченої пари ($\approx 17,035$ і 20,27 К) рівноважного водню

Водень має дві молекулярні модифікації, що позначаються префіксами орто- і пара-. Їхню наявність обумовлено різними відносними орієнтаціями спинів у двоатомних молекулах: в ортоводню спini двох протонів паралельні, у параводню — протилежно спрямовані або антипаралельні.

Рівноважна концентрація орто- і парамодифікацій водню залежить від температури: зі зниженням температури частка ортоводню меншає, а параводню більшає. Термін "рівноважний водень" означає, що водень має концентрацію орто- і парамодифікацій, що відповідає його температурі.

За кімнатної температури рівноважна концентрація становить 75 % ортоводню і 25 % параводню (так званий "нормальний" водень). Після скраплення співвідношення модифікацій повільно змінюється з часом; відповідно змінюються і фізичні властивості водню.

У точці кипіння рівноважна концентрація відповідає 0,21 % орто- і 99,79 % параводню. Температура кипіння цього рівноважного водню нижча ніж температура кипіння нормального водню приблизно на 0,12 К. Щоб уникнути помилок під час реалізації реперних точок водню, що обумовлені невизначеним орто- параскладом, рекомендується використовувати рівноважний водень, конвертований каталізатором, наприклад, дрібним порошком гідрооксиду заліза. При цьому слід використовувати водень високої хімічної чистоти, якої досягають дифундуванням його крізь паладій. Каталізатор необхідно активізувати нагріванням у вакуумі за 115 °С протягом не менше ніж 24 год. Як каталізатор можна також використовувати оксид хрому або оксиди залізонікелевих сплавів. Найбільш ефективний як каталізатор гідрооксид заліза у разі його безпосереднього контакту з рідким воднем.

Нормальний ізотопний склад водню: 0,15 ммоль дейтерію ^2H на 1 моль водню. Можливе ізо-топне фракціонування водню, яке може спричинити різницю в 0,4 мК між точкою роси (температура утворення рідкої фази) і точкою кипіння (температура утворення парової фази). На практиці використовується точка кипіння, тому що дія каталізатора ефективніша у разі його контакту з рідкою, а не параподібною фазою.

Відтворення температури рівноваги між рідким і параподібним воднем звичайно здійснюється статичним методом із використанням конденсаційного термометра. Основним елементом термометра є конденсаційна камера, виконана як порожнина в блоці з металу, який має високу теплопровідність (наприклад, високочистої безкисневої міді). У цьому ж блоці якнайближче до порожнини роблять отвори для встановлення еталонних платинових термометрів опору, змонтованих у щільно пригнаних гніздах. Зануренням блока в рідкий водень у компенсаційній камері створюється і за допомогою терморегулятора підтримується температура, близька до точки кипіння водню. При цьому для мінімізації температурних градієнтів, обумовлених гідростатичним тиском, із рідким воднем стикається тільки верхня частина блока, а нижню його частину захищено вакуумною оболонкою. Весь пристрій, оточений декількома радіаційними екранами, розташовано всередині вакуумної камери.

Конденсаційна камера містить невелику кількість дуже чистого рідкого водню за наявності одного із зазначених вище каталізаторів. Заповнюють її по трубці з нержавіючої сталі, що проходить крізь радіаційну пастку. Тиск пари водню в конденсаційній камері вимірюється манометром, розміщеним поза криогенною частиною установки. Цей тиск передається до манометра по спеціальній капілярній трубці з матеріалу низької теплопровідності (наприклад, нержавіючої сталі). Для того, щоб уникнути прямого випромінення по капіляру в порожнину, що може призводити до відмінності температури платинових термометрів опору від температури конденсаційної камери, капіляр теж пропускають через спеціальну радіаційну пастку. Необхідно також вжити заходів, щоб на всьому проміжку від конденсаційної камери до манометра температура капіляра була вищою ніж температура на поверхні рідкого водню в камері.

Температура T_{90} рівноважного водню залежно від тиску його пари, вимірюного манометром, в діапазонах від 17,025 до 17,045 К та від 20,26 до 20,28 К визначається відповідно за формулами (16) і (17). Оскільки нахил кривої цієї залежності зменшується від $30 \text{ кПа} \cdot \text{K}^{-1}$ для 20,27 К до $13,32 \text{ кПа} \cdot \text{K}^{-1}$ для 17,035 К, в останньому випадку необхідно звертати більше уваги на точність вимірювань тиску.

Градування термометрів виконують методом безпосереднього звірення показів конденсаційного термометра та платинових термометрів опору, встановлених у гнізда блоку.

Правильність вимірювань можна підтвердити, перевіряючи, чи не впливає на результати вимірювань відношення об'єму рідкого водню до об'єму пари в порожнині.

Реалізацію температури потрійної точки рівноважного водню здійснюють відповідно до методики, наведеної в А.2.1.

Похибка відтворення температури точок кипіння водню перебуває в границях від 0,2 до 1 мК, а потрійної точки становить приблизно $\pm 0,2$ мК. Температурний інтервал плавлення водню не перевищує 0,5 мК.

Вплив домішок на реперні точки водню незначний. Почасти це пов'язано з тим, що не всі найбільш поширені домішки потрапляють у конденсаційну камеру: гази, що мають точки кипіння вищі ніж азот, конденсуються в області, далекій від області рідкого водню. Найбільш імовірні домішки — азот, неон, гелій. Гелій не розчиняється ні в рідкому, ні у твердому водні, і тому не впливає на температуру його потрійної точки. Азот, який має вищу точку кипіння ніж водень, може бути вимороженим у криостаті. Найнесприятливішою домішкою є неон, наявність якого на рівні $1 \cdot 10^{-4} \%$ знижує температуру потрійної точки приблизно на 8 мК, а температуру точки кипіння на 1,5 мК.

А.2.3 Потрійна точка неону (24,5561 К)

Відтворюють температуру потрійної точки неону відповідно до методики, наведеної в А.2.1.

Відтворюваність температури потрійної точки неону чистотою 99,9999 мас. % знаходиться в границях $\pm 0,2$ мК. Температурний інтервал плавлення не перевищує 0,8 мК.

Нормальний ізотопний склад неону: 0,0026 моля ^{21}Ne і 0,088 моля ^{22}Ne на 0,909 моля ^{20}Ne . Зміни в ізотопному складі неону можуть зумовити різницю відтворюваних значень температури потрійної точки в границях 0,5 мК. Домішка азоту може знижувати температуру потрійної точки неону приблизно на 2 мК; такі можливі домішки, як гелій, водень, кисень, аргон, на неї практично не впливають.

А.2.4 Потрійна точка кисню (54,3584 К)

Реалізацію температури потрійної точки кисню здійснюють відповідно до методики, яку наведено в А.2.1.

Відтворюваність температури потрійної точки кисню чистотою 99,9999 мас. % знаходиться в границях $\pm 0,2$ мК. Температурний інтервал плавлення не перевищує 0,5 мК.

Змінення температури потрійної точки внаслідок наявності в кисні домішок становить: для азоту мінус 2 мК, для аргону плюс 1 мК, для криптону мінус 0,4 мК, для неону мінус 0,15 мК, для гелію плюс 0,15 мК за умови, що кількість кожної домішки перебуває на рівні $1 \cdot 10^{-4}$ %.

А.2.5 Потрійна точка аргону (83,8058 К)

Реалізацію температури потрійної точки аргону здійснюють відповідно до методики, наведеної в А.2.1.

Відтворюваність температури потрійної точки аргону чистотою 99,9999 мас. % знаходиться в границях $\pm 0,1$ мК. Температурний інтервал плавлення не перевищує 0,5 мК.

Наявність $1 \cdot 10^{-4}$ % кисню, азоту, метану і вуглекислого газу знижує температуру потрійної точки приблизно на 30 мК.

А.3 Потрійна точка ртуті (234,3156 К)

Для реалізації потрійної точки ртуті можна застосовувати герметичні ампули, виготовлені з плавненого кварцу, боросилікатного скла (пірексу) або нержавіючої сталі. В останньому випадку особливу увагу варто звернути на те, щоб усі внутрішні зварні шви були ретельно очищені і відполіровані до дзеркального блиску. Краще застосовувати ампули з нержавіючої сталі тому, що при цьому переохолодження ртуті становить не більше ніж 0,3 К. У разі застосування ампул із боросилікатного скла воно може досягати 6 К.

Розміри ампули повинні забезпечувати можливість градування в ній платинових термометрів опору стрижневого типу за умови достатньої глибини їх занурення — від 15 до 20 см нижче рівня ртуті. Кількість ртуті, необхідна для виконання цієї вимоги, становить від 2,0 до 2,5 кг. Як рідину, що забезпечує тепловий контакт у термометричному каналі, звичайно використовують метиловий або етиловий спирт.

Ампулу встановлюють у спеціальний тримач, який (залежно від конструкції установки та обраної методики реалізації потрійної точки ртуті) розміщують у рідинному або сухому кріостаті. Як робочу рідину в кріостаті можна застосовувати спирт (метиловий або етиловий), його суміш із твердою вуглекислою, ацетон, інші рідини, що мають низьку температуру тверднення. Холодоагентом у кріостаті, як правило, є рідкий азот або суміш спирту з вуглекислою.

Залежно від конкретної конструкції установки для реалізації реперної точки ртуті необхідний температурний режим ампули підтримують спеціальними нагрівачами і терморегуляторами або через регулювання рівня вакууму у внутрішньому просторі тримача (якщо конструкція передбачає його відкачування) або комбінацією обох методів.

Відтворення температури потрійної точки ртуті можна здійснювати за методикою як тверднення, так і плавлення. У першому випадку температуру в кріостаті задають на 1 К (у випадку ампули з нержавіючої сталі) або від 3 до 6 К (у випадку ампули з боросилікатного скла) нижче за температуру тверднення ртуті, і ртуть повільно охолоджується до температури реперної точки. Після її досягнення, щоб ініціювати процес утворення центрів кристалізації, з термометричного каналу виймають термометр і на його місце встановлюють пробірку зі спиртом, у яку послідовно встановлюють декілька попередньо охолоджених у парі рідкого азоту стрижнів (металевих або скляних). Тривалість витримування кожного стрижня в каналі від 3 до 5 хв. Після початку процесу тверднення пробірку виймають із каналу (вона необхідна для запобігання потрапленню в канал паморозі, що утворюється на поверхні охолоджених стрижнів) і в канал встановлюють попередньо охолоджений до температури тверднення ртуті термометр. Температуру в кріостаті встановлюють на декілька десятків кельвіна нижче за температуру реперної точки і підтримують на цьому рівні до закінчення процесу тверднення. За умови забезпечення надійної теплоізоляції ампули тривалість відтворення стану трифазної рівноваги може досягати 14 год.

У разі реалізації потрійної точки ртуті за методикою плавлення ртуть, рідка у вихідному стані, спочатку швидко охолоджується і повністю переходить у твердий стан. Потім температура в кріостаті встановлюється на декілька десятків кельвіна вище за температуру реперної точки, і ртуть повільно нагрівається до цієї температури. Для ініціювання процесу плавлення з боку термометричного каналу з нього виймають термометр і встановлюють маленький стрижневий нагрівач

потужністю від 5 до 10 Вт або послідовно встановлюють 2 або 3 нагрітих мідних стрижні (на 5 хв кожній). У результаті навколо термометричного каналу створюється шар розплавленого металу. У разі забезпечення надійної теплоізоляції ампули тривалість відтворення стану трифазної рівноваги за цією методикою може досягати 24 год.

Відтворюваність потрібної точки ртуті високої чистоти (99,9999 мас.%) за методикою як плавлення, так і тверднення знаходиться в границях $\pm 0,1$ мК.

А.4 Потрійна точка води (0,01 °С)

Температуру потрібної точки води можна відтворити в герметичних скляних ампулах, що містять воду високої чистоти з ізотопним складом, відповідним до складу океанської води. Об'єм води в ампулі звичайно становить від 400 до 1000 см³. Вздовж осі ампули розташовано термометричний канал для встановлення термометрів, який для поліпшення теплового контакту заповнюють спиртом. У режимі відтворення реперної точки ампула містить лід, воду і водяну пару, що перебувають у термодинамічній рівновазі.

У процесі підготовки ампули до роботи термометричний канал ретельно промивають і висушують, а ампулу охолоджують до температури приблизно 2 °С зануренням у посудину Дьюара з льодом не менше ніж на 1 год. Методика, що рекомендується для відтворення потрібної точки води, полягає у формуванні товстого шару льоду навколо термометричного каналу охолодженням його зсередини сумішшю здрібненої твердої вуглекислоти зі спиртом, а потім у частковому розплавленні цього шару (також ізсередини) промиванням каналу водою або спиртом, унаслідок чого формується друга поверхня поділу вода — лід, що безпосередньо примикає до термометричного каналу. Правильно наморожена крижана мантия має вільно повертатися навколо термометричного каналу в разі плавного повороту ампули навколо вертикальної осі.

Допускається для намороження крижаної мантиї застосовувати інші методи, наприклад, послідовно вводити в термометричний канал, який для поліпшення теплового контакту наповнено спиртом, металеві або скляні стрижні, попередньо охолоджені в рідкому азоті, але шар льоду, який утворюється при цьому, може мати тріщини, що значно погіршує якість потрібної точки. Під час роботи з ампулою не можна допускати утворення суцільної крижаної кірки в її верхній частині, тому що це може призвести до руйнування ампули.

Протягом перших годин після намороження мантиї температура, що вимірюється у термометричному каналі, швидко зростає на кілька десятих мілікельвіна, стаючи стабільною, коли мине час від одного до трьох днів. Таке початкове змінення температури, можливо, обумовлено ростом кристалів льоду і поступовою релаксацією напруг у них. Тому за необхідності градування термометрів у потрібній точці води її потрібно підготувати до роботи не менше ніж за добу.

Потрапляння на ампулу сонячного або штучного світла може спричинити значне підвищення температури, що вимірюється встановленим у термометричний канал термометром, порівняно з температурою потрібної точки. Тому рекомендується вживати спеціальні заходи для захисту ампули від різного роду випромінювання.

Потрійна точка води, що її приготовано відповідно до цих рекомендацій і встановлено в крижану ванну, яка забезпечує надійну теплоізоляцію ампули, здатна зберігати температуру сталою з відхиленням не більш як 0,1 мК протягом кількох місяців. У разі заповнення ампул потрібної точки води водою з різних джерел розбіжності в значеннях температури потрібної точки води, одержаних за умови застосування цієї методики, не повинні перевищувати 0,2 мК.

Деякі розбіжності у значеннях температури потрібної точки води, які відтворюються різними ампулами, можуть бути обумовлені і різним умістом у природній воді ізотопів. Океанська вода містить близько 0,016 моля дейтерію ²H на 100 молів водню ¹H, а також 0,04 моля ізотопу ¹⁷O і 0,2 моля ізотопу ¹⁸O на 100 молів ізотопу ¹⁶O. Це найвищий уміст важких ізотопів для природної води. Континентальні поверхневі води звичайно містять приблизно 0,015 моля дейтерію, а вода, що утворюється під час розтавання полярних снігів, може містити всього 0,01 моля дейтерію на 100 молів ¹H. Ізотопний склад води може дещо змінюватися в процесі її очищення, а ізотопний склад поверхні розділу вода — лід певною мірою залежить також від технології охолодження води. Зміна ізотопного складу води, яка обумовлена збільшенням умісту в ній дейтерію на 0,001 моля (у разі розрахунку на 100 молів ¹H), викликає підвищення температури потрібної точки води на 0,040 мК. Ця величина

відповідна до розбіжності між температурами потрійних точок океанської і звичайної континентальної поверхневої води. Максимальна розбіжність у температурах потрійних точок природної води становить не більш як 0,250 мК.

А.5 Точки плавлення і тверднення металів

А.5.1 Загальні рекомендації

Температуру рівноваги між рідкою і твердою фазами речовини можна реалізувати двома шляхами: як точку плавлення, тобто через перехід з твердої фази в рідку, або як точку тверднення, тобто через перехід з рідкої фази у тверду.

В останньому випадку може мати місце значне переохолодження розплаву, величина якого визначається рядом чинників: природою металу, його чистотою, матеріалом ампули, в якій він міститься, швидкістю охолодження і таке інше.

Відповідно до МТШ–90 більшість реперних точок — це точки тверднення металів. Винятком є точка плавлення галію, тому що для цього металу величина переохолодження занадто велика (досягає 70 К).

Реалізація як точок тверднення металів, так і точки плавлення галію передбачає утворення в ампулі мантиї твердого металу, яка однорідна завтовшки і повністю оточена рідиною. При цьому утворюються дві поверхні розділу рідини — тверда фаза: внутрішня, що оточує термометричний канал, у процесі фазового переходу вона практично нерухома, і зовнішня, що примикає до стінок ампули або тигля і зміщується в процесі переходу зі швидкістю від 1 до 5 мм/год.

Внаслідок ефекту переохолодження для утворення цих міжфазових границь у разі реалізації точки тверднення необхідно ініціювати процес утворення центрів кристалізації, бо якщо їхнє утворення відбувається спонтанно й ампула з металом сильно переохолоджується, то теплоти переходу, що виділяється, може виявитися недостатньо для її нагрівання до температури фазового переходу, і плато тверднення різко скорочується або зовсім зникає.

Ініціювання процесу утворення центрів кристалізації може здійснюватися:

- з боку термометричного каналу — через виймання з нього, охолодження і повторне встановлення в канал термометра;
- з боку зовнішніх стінок ампули — через переміщення її в зону нижчих температур із наступним поверненням у вихідне положення;
- поєднанням обох способів.

Конкретні технічні способи, які використовують для ініціювання процесу тверднення і зменшення ступеня переохолодження розплаву, залежать від властивостей конкретного металу і його схильності до переохолодження; їх наведено нижче.

Оскільки і в процесі реалізації точки плавлення, і в процесі реалізації точки тверднення температура не залишається строго постійною по всій довжині плато, для визначення відтворюваного значення температури реперної точки рекомендується застосовувати один із двох таких методів. Відповідно до першого вилучають початкові і кінцеві 15 % плато, і відтворюване значення температури визначається як середнє значення, розраховане в межах 70 %, що залишилися. Відповідно до другого методу відтворюваним значенням температури реперної точки вважають температуру, яка відповідає певній частці розплаву, наприклад 50 %.

Для відтворення температури реперних точок металів можна застосовувати ампули двох типів: герметичні або відкриті (негерметичні). Перевагою герметичних ампул є простота в експлуатації і надійний захист металу від зовнішнього забруднення, недоліком — неможливість контролювати внутрішній тиск в ампулі після її запаювання.

У більшості випадків зливки металу об'ємом від 100 до 250 см³ міститься в циліндричному тиглі діаметром приблизно 5 см, який виготовлено з дуже чистого (99,999 мас.%) штучного графіту. Для того щоб забезпечити високу точність вимірювань, кількість теплоти, що відводиться від металу термометром по вимірювальних проводах та арматурі, має бути такою, щоб нею можна було нехтувати порівняно з теплотою плавлення металу. Для цього термометр поміщають у зоні з мінімальним градієнтом температури на достатній глибині — як правило, його кінець має бути розміщений не менше ніж на 18 см нижче рівня рідкого металу. Відповідно висота тигля має бути більшою за 20 см. Графітовий тигель закривається графітовою кришкою з центральним отвором для термометричного каналу, виготовленого з графіту, пірексу або плавленого кварцу. Звичайно тигель встановлюють у спеціальний контейнер (колбу) із пірексу або плавленого кварцу.

Поверх тигля контейнер заповнюють кварцовою ватою (для температур, що перевищують 400 °С, кварцову вату насипають між графітовими дисками). Коли мають справу із алюмінієм замість кварцової вати вживають графітову. Верхній кінець контейнера щільно закривають кришкою з нержавіючої сталі або латуні, що забезпечує можливість заповнення контейнера інертним газом: для олова і цинку можна використовувати гелій і азот, для більш високих температур — аргон, що може застосовуватися для всіх реперних точок. При цьому необхідно вживати заходи щодо обмеження вмісту в газах кисню і водяної пари, особливо коли мають справу із алюмінієм, сріблом і міддю, які активно взаємодіють із ними.

Для зменшення теплообміну з навколишнім середовищем унаслідок випромінювання стінки термометричного каналу і контейнера, за винятком зон, які прилягають до чутливого елемента термометра, мають бути шорсткуватими.

Під час реалізації температури реперних точок металів найважливішою вимогою є ретельне дозування кількості теплоти, що підводиться до металу й відводиться від нього. Це досягають застосуванням печей, що мають достатньо велику зону однорідних температур, яка охоплює графітовий тигель із металом на всій його довжині.

Іншою важливою вимогою є гранично висока чистота металу, тому що наявність навіть невеликої кількості домішок змінює температуру плавлення або тверднення, а також спричиняє те, що ці процеси відбуваються у певному температурному інтервалі. Метал слід захищати від забруднення матеріалом тигля, сторонніми речовинами під час заповнення, а за високих температур також і від газових домішок.

Для реперних точок із температурою нижчою за 420 °С відтворюване значення температури у разі використання металу чистотою 99,9999 мас.% відрізняється від значення для ідеально чистого металу на величину від 0,1 до 0,2 мК. Для олова і цинку чистотою 99,9999 мас.%, очищених методом зонного плавлення, ця величина звичайно не перевищує 1 мК, а для алюмінію, срібла, золота та міді чистотою 99,999 мас.% вона знаходиться в границях декількох мілікельвінів.

Реперні точки металів використовують для градування стрижневих платинових термометрів опору для діапазонів середніх і високих температур (типу ПТС і ВТС). Точку плавлення галію часто використовують також для градування низькотемпературних платинових термометрів опору капсульного типу (ТСПН).

А.5.2 Точка плавлення галію (29,7646 °С)

Характерна особливість галію, яка відрізняє його від інших металів, полягає в значному (на 3,1 %) збільшенні його об'єму в процесі кристалізації, що, зумовлюючи підвищення внутрішнього тиску і зміну стану кристалів, веде до змінення температури на декілька мілікельвінів. Крім того, галій дуже схильний до переохолодження (на 70 К). Через це для галію МТШ–90 встановлює як реперну точку — точку плавлення металу.

Збільшення об'єму галію під час тверднення визначає конструктивні особливості апаратури для реалізації цієї точки. Ампулу галію і термометричний канал у ній виготовляють із гнучкого матеріалу (наприклад, фторопласту), щоб їхні стінки могли вільно деформуватися у разі збільшення об'єму речовини. Розміри контейнера, у який установлюють ампулу, мають забезпечувати можливість такої деформації. Шорсткість поверхні оброблених на верстаті стінок ампули і каналу обумовлює появу на стінках центрів кристалізації і зменшення ступеня переохолодження галію. Конструкція ампули має уможливити її заповнення інертним газом, наприклад, чистим аргоном.

Для реалізації реперної точки галій, який у вихідному стані перебуває в рідкій фазі, спочатку має бути повністю переведений у твердий стан. Для цього ампулу галію на декілька годин слід помістити в посудину зі здрібненим льодом. Появу центрів кристалізації можна ініціювати багаторазовим введенням у термометричний канал попередньо охолоджених рідким азотом мідних стрижнів.

Після закінчення кристалізації ампулу слід перенести у водяний, масляний або сухий термостат, температура якого на декілька градусів Цельсія перевищує температуру точки плавлення галію. Ампулу необхідно закріпити таким чином, щоб вона була повністю занурена в рідину або перебувала в зоні максимально однорідного температурного поля. У результаті відбувається плавлення галію з боку стінок ампули, й уздовж них утворюється поверхня розділу рідина — тверда фаза. Для ініціювання плавлення галію з боку термометричного каналу в нього необхідно вставити електричний нагрівач потужністю близько 10 Вт або декілька разів встановити попередньо нагріті мідні стрижні. При цьому створюється міжфазова поверхня, що примикає до термометричного каналу.

Після початку процесу плавлення температуру в термостаті слід підтримувати приблизно на 0,1 К вище за температуру плавлення галію. Перед встановленням у термометричний канал термометр необхідно попередньо нагріти до температури реперної точки.

Відтворюваність температури точки плавлення галію чистотою 99,9999 мас.% знаходиться в границях $\pm 0,1$ мК.

А.5.3 Точка тверднення індію (156,5985 °С)

Для реалізації точки тверднення індію можна використовувати ампули з дуже чистого штучного графіту (99,999 мас. %) або фторопласту.

У процесі відтворення цієї реперної точки метал спочатку слід розплавити, а потім повільно охолоджувати зі швидкістю не більшою за 0,1 К/хв. Оскільки індій має невелике природне переохолодження — не більше за 1 К, то немає потреби ініціювати процес створення центрів твердої фази на бічній поверхні ампули. Достатньо стимулювати їхнє створення на стінці термометричного каналу. Для цього після зниження температури ампули до точки тверднення індію термометр на час від 30 до 60 с виймають з термометричного каналу, охолоджують на повітрі, після чого занурюють ізнову. Внаслідок цього навколо каналу швидко утворюється мантія твердого індію. Через відтік теплоти крізь зовнішні стінки ампули від них також починається зростання твердої фази. На термограмі фіксується плато тверднення.

А.5.4 Точка тверднення олова (231,928 °С)

Для реалізації точки тверднення олова можна використовувати ампули, що складаються із закритого графітового тигля з металом і контейнера (колби), виготовленого з кварцового скла або пірексу, у який цей тигель установлюють, після чого контейнер заповнюють інертним газом (наприклад, аргоном) і запаюють. Тигель виготовляють із дуже чистого (99,999 мас.%) штучного графіту.

У процесі відтворення цієї реперної точки метал спочатку слід розплавити, а потім повільно охолоджувати в печі зі швидкістю не більшою за 0,1 К/хв. доти, доки розплавлене олово не досягне температури тверднення.

У зв'язку з тим, що олово високої чистоти (99,9999 мас.%) виявляє значний ступінь переохолодження (на величину від 20 до 30 К), необхідно вжити спеціальних заходів для ініціювання процесу створення центрів кристалізації.

Для цього ампулу з розплавом або переміщують до верхнього краю печі, або переносять в іншу піч, температура якої на 90 К нижча. В обох випадках ампула з оловом швидко охолоджується. Після початку рекалесценції ампулу повертають на попереднє місце в середині вихідної печі, температуру якої підтримують приблизно на 1 К нижчою за температуру тверднення. У результаті цієї операції біля зовнішньої стінки тигля утворюється шар твердого олова досить рівномірний за товщиною.

Ініціювання утворення центрів твердої фази на стінках термометричного каналу здійснюють за методикою, аналогічною тій, яку наведено в А.5.3 для реперної точки індію.

Для успішної реалізації точки тверднення олова із застосуванням рекомендованої методики величина переохолодження олова має бути досить великою (понад 4 К). Для виконання цієї вимоги олово високої чистоти повинно обов'язково бути в середовищі інертного газу, й у нього не повинен потрапляти порошок графіту з кришки тигля, тому що розповсюджуючись по всьому розплаву, він може відігравати роль модифікатора, на частках якого утворюються центри тверднення металу, внаслідок чого ступінь переохолодження олова може виявитися недостатнім (меншим ніж 4 К).

На величину переохолодження впливають також характеристики нагрівання, яке передуює твердненню олова. Розплав, витриманий за температури, що на 10 К перевищує точку плавлення, протягом 12 год, переохолоджується сильніше ніж у випадку витримування за тієї самої температури протягом 2 год. У разі витримування розплаву протягом 2 год за температури, яка на 2 К перевищує точку плавлення, величина переохолодження стає меншою ніж 4 К.

Відтворюваність температури точки тверднення олова високої чистоти (99,9999 мас.%) знаходиться в границях $\pm 0,1$ мК. Якщо в межах плато на кривій плавлення температура змінюється не більше ніж на 1 мК, це є критерієм достатньої чистоти металу.

Залежно від конкретної конструкції термометра глибина його занурення в зону постійної температури має становити від 13 до 25 см.

А.5.5 Точка тверднення цинку (419,527 °С)

Для реалізації точки тверднення цинку можна використовувати ампули, конструкція яких аналогічна конструкції ампул олова.

Оскільки величина переохолодження розплавленого цинку навіть дуже високої чистоти звичайно не перевищує 1 К, для відтворення цієї реперної точки рекомендується методика, аналогічна методиці відтворення точки тверднення індію. При цьому тривалість остигання на повітрі термометра, вийнятого з термометричного каналу, до його повторного занурення в канал не повинна перевищувати 1 хв (за цей час покази термометра опускаються нижче ніж 200 °С). За тривалості охолодження більшої за 1 хв навколо стінок термометричного каналу утвориться небажано велика кількість затверділого цинку.

Відтворюваність температури точки тверднення цинку високої чистоти (99,9999 мас.%) знаходиться в границях $\pm 0,1$ мК. Якщо в межах плато на кривій плавлення температура змінюється не більше ніж на 1 мК, це є критерієм достатньої чистоти металу.

Залежно від конкретної конструкції термометра глибина його занурення в зону постійної температури має становити від 17 до 33 см.

А.5.6 Точка тверднення алюмінію (660,323 °С)

Для реалізації точки тверднення алюмінію можна використовувати ампули, конструкція яких аналогічна конструкції ампул олова. Щоб уникнути вигорання графіту рекомендується під час нагрівання обмежувати доступ повітря до нього.

Перед плавленням металу з ампули мають бути видалені пара води і кисень, які активно взаємодіють із розплавленим алюмінієм. Крім того розплавлений алюміній не повинен контактувати з контейнером із плавленого кварцу, тому що це може спричинити хімічну реакцію, внаслідок якої в контейнері можуть утворитись отвори.

У процесі відтворення цієї реперної точки зливок металу спочатку необхідно нагріти до однорідної температури, яка на 10 К перевищує точку його тверднення, і повністю розплавити, витримавши за цієї температури протягом 2 год. Потім розплав слід повільно (зі швидкістю приблизно 0,1 К/хв.) охолоджувати до температури, нижчої за температуру тверднення. Переохолодження звичайно становить від 0,4 до 0,6 К. Після початку процесу рекалесценції термометр виймають з термометричного каналу і за хвилину знову встановлюють у нього, що стимулює утворення навколо каналу мантиї затверділого металу. Протягом усього періоду тверднення температуру печі підтримують на рівні від 0,5 до 1 К нижче ніж точка тверднення.

Залежно від чистоти алюмінію температура плато залишається сталою в границях $\pm 0,2$ мК для тверднення першої половини розплаву (від 0 до приблизно 50 %).

Відтворюваність температури точки тверднення алюмінію знаходиться в границях ± 1 мК.

А.5.7 Точка тверднення срібла (961,78 °С)

Для реалізації точки тверднення срібла можна використовувати тигли з дуже чистого (99,999 мас.%) штучного графіту або плавленого кварцу. Щоб уникнути вигорання графіту рекомендується під час нагрівання обмежувати доступ повітря до нього.

Розплавлене срібло повинно бути захищене від доступу кисню, який, розчиняючись у металі, знижує його точку тверднення.

Методика відтворення цієї реперної точки аналогічна методиці відтворення точки тверднення алюмінію (А.5.6).

Рівноважне значення температури встановлюється протягом 20 % усього часу тверднення і протягом наступного часу (40 %) воно залишається сталим у границях ± 1 мК.

А.5.8 Точки тверднення срібла (961,78 °С), золота (1064,18 °С) та міді (1084,62 °С) для радіаційної пірометрії

Конструкція ампул для реалізації точок тверднення металів із метою відтворення температурної шкали методами пірометрії має ряд особливостей. Насамперед вона повинна забезпечувати максимальну ізотермічність випромінювальної порожнини джерела випромінювання, яке виконано у вигляді моделі абсолютно чорного тіла (АЧТ). Для цього порожнину розташовують вздовж осі тигля з металом (аналогічно термометричному каналу в ампулах для контактної термометрії). Як тигель, так і випромінювальна порожнина мають бути виготовлені зі штучного графіту високої чистоти (99,999 мас.%).

Відношення глибини порожнини L до її діаметра D і шорсткість стінок порожнини вибирають таким чином, щоб значення ефективної випромінювальної спроможності моделі АЧТ було близьке до 1 (для цього, як правило, беруть $L/D \geq 4$). Бажано уникати застосування проміжних вікон між встановленою в печі ампулою металу з випромінювачем і пірометром, що міститься поза пічкою, тому що в них відбувається часткове поглинання випромінювання, і необхідно вводити відповідні поправки.

А.6 Еталонні термометри опору

Як еталонні термометри (термоперетворювачі) опору можна застосовувати:

а) низькотемпературні платинові термометри опору капсульного типу (діаметром не більші ніж 5 мм і завдовжки не більші ніж 60 мм).

Вони призначені для діапазону температур від 13,80 до 273,16 К, але часто використовуються до 303 і 373 К (іноді їх можна застосовувати до 430 і навіть 505 К, але тоді значно зростають похибки вимірювань);

б) платинові термометри опору стрижневого типу (діаметром не більші ніж 8 мм, завдовжки від 400 до 550 мм). Вони призначені для діапазону температур від 83 (іноді 77) до 933 К, при цьому термометри, в яких використовують слюду як ізоляційний матеріал, унаслідок ефекту дегідратації можуть застосовуватися тільки до температури, не вищої за 450 °С (723 К).

в) високотемпературні платинові термометри опору стрижневого типу, які спеціально сконструйовано для вимірювань температури до точки тверднення срібла (961,78 °С).

Платиновий термометр опору, що застосовується як еталонний, має задовольняти принаймні одне із співвідношень (10) і (11). Високотемпературний термометр має також додатково задовольняти співвідношення (12).

Як правило, капсульні платинові термометри опору мають номінальне значення опору за температури 0 °С R_0 , яке дорівнює 25, 50 або 100 Ом. Для звичайних стрижневих термометрів величина R_0 становить 10 або 25 Ом. Застосовують також стрижневі термометри з величиною R_0 50 Ом. Високотемпературні платинові термометри опору мають R_0 , що дорівнює 0,25, 0,6, 1,0 або 2,5 Ом.

Еталонний платиновий термометр опору потрібно виготовляти таким чином, щоб чотирипровідний чутливий елемент був якомога вільнішим від натягів і залишався таким під час роботи. Чутливі елементи еталонних термометрів виготовляють із платинового дроту сталого діаметра від 0,05 до 0,5 мм, чистою не меншою ніж 99,999 мас.% Pt (марка ПЛ-0 ГОСТ 21007). Коротку ділянку кожного виводу, що приймає до спіралі, роблять із платини. Деталі термометра, що містяться в безпосередній близькості до чутливого елемента, повинні виготовлятися з чистих матеріалів, які не реагують із платиною.

У процесі виготовлення термометра його гільзу вакуумують під час нагрівання до температури приблизно 450 °С, потім заповнюють сухим газом (для капсульних термометрів, звичайно, — гелієм, для стрижневих — сухим повітрям під тиском приблизно 30 кПа за кімнатної температури) і герметично запаюють. Для запобігання забрудненню металевими домішками у газі, що заповнює термометр, бажана наявність кисню, парціальний тиск якого має бути в границях від 1 до 3 кПа.

По закінченні виготовлення чутливий елемент слід стабілізувати нагріванням за температурою, яка перевищує верхню границю робочого діапазону температур термометра, і яка, незалежно від робочого діапазону температур, має бути не меншою ніж 450 °С.

Опір ізоляції каркаса і кріпильних деталей має бути достатньо високим, щоб уникнути значного шунтування опору термометра. Потрібно вжити запобіжних заходів, щоб уникнути конденсації водяної пари у просторі між виводами під час роботи термометра в умовах низьких температур, а також щоб уникнути можливих витоків в ізоляційних матеріалах в умовах високих температур.

Як ізоляційні матеріали застосовують слюду (внаслідок ефекту дегідратації тільки до температури 450 °С), кварц і оксид алюмінію.

Для забезпечення необхідної стабільності опору еталонного платинового термометра опору і його температурного коефіцієнта опору чутливий елемент слід зберігати якомога довше у відпаленому стані. Змінення опору термометра може виникнути як через наклеп, за звичайного користування термометром, так і через швидке охолодження, якщо термометр був швидко перенесений із середовища з температурою вищою ніж 500 °С у середовище з кімнатною температурою. В останньому випадку опір термометра зростає через обумовлену різким охолодженням появу нерівноважних концентрацій дефектів кристалічної ґратки і зберігається таким доти, поки термометр залишається за температури нижчої ніж 200 °С. Більшу частину опору, що виникає через наклеп, і опір, спричинений швидким охолодженням, можна усунути відпалом.

Після застосування високотемпературних термометрів за температур вищих ніж 700 °С, перед їх використанням за більш низьких температур їх потрібно відпалювати протягом 2 год за температури 700 °С, після чого протягом декількох годин охолоджувати разом із піччю природним чином до температури 450 °С, витримати за цієї температури від 30 до 60 хв і потім виїняти з печі і швидко охолодити до кімнатної температури на повітрі.

Термометри, які застосовують за температур вищих ніж 450 °С, але нижчих ніж 700 °С, потрібно спочатку піддати відпалу протягом від 1 до 2 год за максимальної температури експлуатації, а потім за методикою, яку наведено вище, охолодити спочатку до температури 450 °С, а потім до кімнатної.

Перед градуванням стрижневі термометри потрібно відпалювати за температури 450 °С або за температури, що відповідає верхній границі їхнього робочого діапазону (якщо ця температура вища), протягом 4 год.

Критерієм ефективності відпалу і стабільності термометра є сталість його опору за температури реперної точки. Для цього звичайно використовують потрібну точку води (0,01 °С). Встановлено, що змінення опору в цій реперній точці має бути не більшим ніж $4 \cdot 10^{-6} \cdot R(0,01 \text{ °С})$ для серійних високотемпературних термометрів і $5 \cdot 10^{-7} \cdot R(0,01 \text{ °С})$ для найкращих термометрів за умови вкрай обережного користування ними. Для термометрів, які використовують тільки за температур до 100 °С або нижчих, змінення опору в потрібній точці води має бути не більшим ніж $5 \cdot 10^{-7} \cdot R(0,01 \text{ °С})$.

Сила вимірювального струму термометра звичайно дорівнює 1 мА, в області низьких температур (нижчих ніж 40 К) — 2 мА. Величину невеликого підвищення показів термометра, обумовленого впливом його саморозігрівання вимірювальним струмом, можна визначити вимірюванням його опору за двох значень сили струму, як правило, 1 і 1,4 мА та екстраполяцією результатів вимірювань до значення сили струму, що дорівнює нулю.

Глибину занурення стрижневого термометра, що забезпечує усунення похибки через теплопередачу, встановлюють експериментально. Для цього достатньо перекопатися в тому, що температурний градієнт, який спостерігається у разі відтворення реперної точки, відповідає температурному градієнту, очікуваному в цій точці внаслідок впливу гідростатичного тиску (формула (А.1) і таблиця 2).

ДОДАТОК Б
(обов'язковий)

**РОЗБІЖНОСТІ МІЖ МТШ–90 І ПОПЕРЕДНИМИ
ТЕМПЕРАТУРНИМИ ШКАЛАМИ МПТШ–68 І ТТШ–76**

Значення розбіжностей між МТШ–90 і ТТШ–76, а також між МТШ–90 і МПТШ–68 у функції від T_{90} і t_{90} наведено в таблиці Б.1.

Таблиця Б.1 — Розбіжності між МТШ–90 і ТТШ — 76 та між МТШ–90 і МПТШ–68 у функції від T_{90} і t_{90}

$(T_{90} - T_{76}), \text{ мК}$										
$T_{90}, \text{ К}$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0						-0,1	-0,2	-0,3	-0,4	-0,5
10	-0,6	-0,7	-0,8	-1,0	-1,1	-1,3	-1,4	-1,6	-1,8	-2,0
20	-2,2	-2,5	-2,7	-3,0	-3,2	-3,5	-3,8	-4,1		
$(T_{90} - T_{68}), \text{ К}$										
$T_{90}, \text{ К}$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
10					-0,006	-0,003	-0,004	-0,006	-0,008	-0,009
20	-0,009	-0,008	-0,007	-0,007	-0,006	-0,005	-0,004	-0,004	-0,005	-0,006
30	-0,006	-0,007	-0,008	-0,008	-0,008	-0,007	-0,007	-0,007	-0,006	-0,006
40	-0,006	-0,006	-0,006	-0,006	-0,006	-0,007	-0,007	-0,007	-0,006	-0,006

Закінчення таблиці Б.1

$(T_{90} - T_{68}), K$										
T_{90}, K	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	-0,006	-0,005	-0,005	-0,004	-0,003	-0,002	-0,001	0,000	0,001	0,002
60	0,003	0,003	0,004	0,004	0,005	0,005	0,006	0,006	0,007	0,007
70	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008
80	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008
90	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,009	0,009	0,009
T_{90}, K	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
100	0,009	0,011	0,013	0,014	0,014	0,014	0,014	0,013	0,012	0,012
200	0,011	0,010	0,009	0,008	0,007	0,005	0,003	0,001		
$(t_{90} - t_{68}), ^\circ C$										
$t_{90}, ^\circ C$	0	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90
-100	0,013	0,013	0,014	0,014	0,014	0,013	0,012	0,010	0,008	0,008
0	0,000	0,002	0,004	0,006	0,008	0,009	0,010	0,011	0,012	0,012
$t_{90}, ^\circ C$	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
0	0,000	-0,002	-0,005	-0,007	-0,010	-0,013	-0,016	-0,018	-0,021	-0,024
100	-0,026	-0,028	-0,030	-0,032	-0,034	-0,036	-0,037	-0,038	-0,039	-0,039
200	-0,040	-0,040	-0,040	-0,040	-0,040	-0,040	-0,040	-0,039	-0,039	-0,039
300	-0,039	-0,039	-0,039	-0,040	-0,040	-0,041	-0,042	-0,043	-0,045	-0,046
400	-0,048	-0,051	-0,053	-0,056	-0,059	-0,062	-0,065	-0,068	-0,072	-0,075
500	-0,079	-0,083	-0,087	-0,090	-0,094	-0,098	-0,101	-0,105	-0,108	-0,112
600	-0,115	-0,118	-0,122	-0,125 ¹⁾	-0,08	-0,03	0,02	0,06	0,11	0,16
700	0,20	0,24	0,28	0,31	0,33	0,35	0,36	0,36	0,36	0,35
800	0,34	0,32	0,29	0,25	0,22	0,18	0,14	0,10	0,06	0,03
900	-0,01	-0,03	-0,06	-0,08	-0,10	-0,12	-0,14	-0,16	-0,17	-0,18
1000	-0,19	-0,20	-0,21	-0,22	-0,23	-0,24	-0,25	-0,25	-0,26	-0,26
$t_{90}, ^\circ C$	0	100	200	300	400	500	600	700	800	900
1000		-0,26	-0,30	-0,35	-0,39	-0,44	-0,49	-0,54	-0,60	-0,66
2000	-0,72	-0,79	-0,85	-0,93	-1,00	-1,07	-1,15	-1,24	-1,32	-1,41
3000	-1,50	-1,59	-1,69	-1,78	-1,89	-1,99	-2,10	-2,21	-2,32	-2,43

¹⁾ Перша похідна $(t_{90} - t_{68})$ має розрив за $t_{90} = 630,6 ^\circ C$, за якої $(t_{90} - t_{68}) = -0,125 ^\circ C$

ДОДАТОК В
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1. Международная температурная шкала 1990 г. (МТШ-90) / Echelle Internationale de Temperature de 1990 (EIT-90) // Международное бюро мер и весов, 1990. — 43 с.
2. Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990 // Bureau International des Poids et Mesures, 1990. — 175 p.
3. Techniques for Approximating International Temperature Scale of 1990 // Bureau International les Poids et Mesures, 1990. — 205 p.

Ключові слова: температура, одиниця температури, температурна шкала, реперні точки температури, магнітний термометр, газовий термометр, платиновий термометр опору, випромінення.

Редактор **Г. Яриш**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Г. Ніколаєва**
Комп'ютерна верстка **Ж. Салганік**

Підписано до друку 15.06.2001. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 3,25. Зам. **1781** Ціна договірна.

Відділ поліграфії науково-технічних видань УкрНДІСІ
03150, Київ-150, вул. Горького, 174