

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ПЛАТИНОРОДИЙ-ПЛАТИНОРОДИЕВЫЕ ЭТАЛОННЫЕ 1, 2 и 3-го РАЗРЯДОВ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Standard thermoelectric converters platinum-rhodium / platinum-rhodium
of the first, second and third grades.
Verification procedure

Дата введения — _____

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на преобразователи термоэлектрические платинородий-платинородиевые эталонные 1, 2 и 3-го разрядов (далее – термопреобразователи или термопреобразователи ПРО), предназначенные для передачи единицы температуры в диапазоне температур от 600 °С до 1800 °С по ГОСТ 8.558 и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 10821-2007 Проволока из платины и платинородиевых сплавов для термоэлектрических преобразователей. Технические условия
- ГОСТ 18390-73 Проволока из палладия и его сплавов. Технические условия
- ГОСТ 18389-73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия
- ГОСТ 21007-75 Проволока из платины для термопреобразователей сопротивления. Технические условия
- ГОСТ Р 52314-2005 Преобразователи термоэлектрические платинородий-платиновые и платинородий-платинородиевые эталонные 1, 2 и 3-го разрядов. Общие технические требования
- проект ГОСТ 8.558 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения температуры

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 градуировка преобразователя термоэлектрического: Определение термоэлектродвижущей силы (ТЭДС) термопреобразователя при нескольких заданных значениях температуры (в градуировочных точках) в целях построения индивидуальной зависимости ТЭДС термопреобразователя от температуры

3.2 реперная точка: Постоянная температура, характеризующая состояние фазового равновесия различных однокомпонентных веществ

3.3 нестабильность термопреобразователя: Изменение первоначальной градуировочной характеристики термопреобразователя в процессе отжига или эксплуатации

3.4 неоднородность термопреобразователя: Термоэлектродвижущая сила, возникающая между отдельными участками термоэлектродов термопреобразователя, имеющими неодинаковые физико-химические свойства по своей длине, при попадании их в неоднородное температурное поле.

4 Операции поверки

4.1 При проведении поверки термопреобразователей должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Пункт настояще го стандарта	Обязательность операций при проведении поверок	
		первичной	периодичес кой
1 Внешний осмотр	9.1	+	+
2 Определение метрологических характеристик термопреобразователей			
2.1 Определение нестабильности	9.2	+	+
2.2 Определение неоднородности	9.3	+	+
2.3 Определение градуировочной характеристики: – термопреобразователей 1-го разряда	9.4	+	+
– термопреобразователей 2, 3-го разрядов	9.5	+	+

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки должны быть использованы следующие средства измерений и вспомогательное оборудование.

5.1.1 Установки для реализации реперных точек МТШ-90 [1]:

- ампула реперной точки алюминия (660,323 °С): перепад температуры по длине ампулы реперной точки не более 0,5 °С, суммарное среднеквадратическое отклонение (СКО) результата воспроизведения температуры затвердевания алюминия должно быть не более 3×10^{-2} °С;

- ампула реперной точки меди (1084,62 °С): перепад температуры по длине ампулы реперной точки не более 0,5 °С, суммарное СКО результата воспроизведения температуры затвердевания меди должно быть не более 5×10^{-2} °С.

5.1.2 Образцы чистых металлов для реализации реперных точек плавления палладия и платины (меры температуры плавления):

- проволока из палладия марки Пд-99,95 (содержание примесей не более 0,05 %), диаметром (0,3-0,5) мм по ГОСТ 18390-73, суммарное СКО результата воспроизведения температуры плавления палладия (1554,8 °С) должно быть не более 0,5 °С. Рекомендуемая масса проволоки, используемой для однократной градуировки, не менее 0,03 г;

- проволока из платины марки Пл0 (содержание примесей не более 0,001 %), диаметром (0,3-0,5) мм по ГОСТ 21007-75, температурный коэффициент электрического сопротивления проволоки α_{0-100} не менее $3,925 \cdot 10^{-3}$ °С⁻¹, суммарное СКО результата воспроизведения температуры плавления платины (1768,1 °С) должно быть не более 1,0 °С. Рекомендуемая масса проволоки, используемой для однократной градуировки, не менее 0,03 г.

5.1.3 Эталон ПР 30/6 (вторичный эталон – платинородий-платинородиевый термоэлектрический преобразователь) для определения неоднородности и градуировки термопреобразователя ПРО 1-го разряда методом непосредственного сличения. Диапазон температур (600 – 1800) °С, суммарное СКО результата сличений вторичных эталонов с эталоном-копией $\pm (0,3 - 1,0)$ °С.

5.1.4 Термопреобразователь ПРО 1-го разряда для определения неоднородности и градуировки термопреобразователей ПРО 2, 3-го разрядов. Диапазон температур (600 – 1800) °С, доверительные границы погрешности $\pm(0,5 - 2,0)$ °С.

5.1.5 Термопреобразователь ПРО 2, 3-го разрядов для контроля температуры в печах. Диапазон температур (600 – 1800) °С.

5.1.6 Электроизмерительная установка для градуировки термопреобразователей ПРО 1-го разряда. Диапазон измерений напряжения от 0 до 100 мВ, основная абсолютная погрешность не более $\pm 0,5$ мкВ, разрешающая способность 0,1 мкВ.

Электроизмерительная установка для градуировки термопреобразователей ПРО 2, 3-го разрядов. Диапазон измерений напряжения от 0 до 100 мВ, основная абсолютная погрешность не более $\pm 1,5$ мкВ.

5.1.7 Бестермоточный переключатель с контактной ЭДС, не превышающей 0,1 мкВ. Суммарная паразитная ЭДС всей измерительной цепи не должна превышать 0,2 мкВ.

5.1.8 Печь высокотемпературная с хромит-лантановым нагревателем для отжига и градуировки. Например, печь типа ВТП-1 [2] с рабочим диапазоном температур от 300 °С до 1600 °С или печь типа ППТ-1800 (рабочий диапазон температур от 300 °С до 1800 °С, градиент температуры по оси печи в средней ее части на участке 50 мм при температуре 1400 °С не превышает 1 °С, температурный ход печи не превышает 2 °С).

5.1.9 Вертикальная трубчатая печь сопротивления для реализации температур плавления палладия и платины методом малых навесок на спае градуируемого термопреобразователя. Рабочая температура в рабочей зоне печи (1554,8 + 10) °С или (1768,1 + 10) °С. Градиент температуры в рабочей зоне печи на участке длиной 20 мм при температуре (1500±20) °С не более 5 °С.

5.1.10 Устройство для дробления льда типа УДЛ-1 по ТУ 50-240-80.

5.1.11 Сосуд Дьюара внутренним диаметром от 80 до 100 мм, высотой не менее 200 мм, вместимостью от 0,5 до 2 дм³.

5.1.12 Сухоблочный термостат для термостатирования свободных концов термопреобразователей платинородий-платинородиевых при температуре от 0 °С до 25 °С.

5.1.13 Охранные тонкостенные пробирки из прозрачного кварцевого стекла длиной (500±10) мм, и наружным диаметром (7?8) мм. Допускается применять пробирки из окиси алюминия.

5.1.14 Проволока диаметром 0,5 мм из платины или платинородиевого сплава любой марки по ГОСТ 18389 в отожженном состоянии в отрезках длиной не менее 60 мм для обвязки пучка термопреобразователей по керамической арматуре.

5.1.15 Проволока диаметром (0,3-0,5) мм из платины марки Плт по ГОСТ 10821 или марки Пл по ГОСТ 18389 в отожженном состоянии в отрезках длиной не менее 30 мм для обвязки спаев термопреобразователей.

5.1.16 Стекланные пробирки длиной (150±10) мм и внутренним диаметром (6,5±0,5) мм для термостатирования свободных концов.

5.1.17 Медные нелуженые провода диаметром (0,3-0,5) мм в изоляции, марка меди не хуже М1 для подключения термопреобразователей к электроизмерительному прибору.

5.1.18 Линейка металлическая измерительная. Диапазон измерения (0-500) мм, цена деления 1 мм.

5.1.19 Допускается при поверке использовать другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

6 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

6.1 Электроизмерительная установка и печи должны быть надежно заземлены в соответствии с указаниями эксплуатационной документации на них.

6.2 Во время проведения поверки необходимо соблюдать меры предосторожности от получения ожогов от соприкосновения с корпусами печей и от нагретых термопреобразователей при извлечении их из печи.

6.3 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.4 В помещении, в котором проводят поверку, категорически запрещается курить, хранить горючие и химически опасные вещества и материалы

6.5 К выполнению измерений допускаются поверители, имеющие опыт работы по поверке эталонных СИ не менее 3 лет и имеющие квалификационную группу по технике безопасности при работе с установками с напряжением до 1000 В не ниже III.

7 Условия поверки

7.1 Температура воздуха, относительная влажность, барометрическое давление, вибрация в помещении должны соответствовать нормам, установленным в эксплуатационной документации на применяемые средства поверки.

7.2 В помещении, где проводят поверку, не должно быть пыли, дыма, пара и газов.

7.3 Изменение температуры воздуха в помещении, где проводят поверку, не должно превышать 0,5 °С в течение часа.

7.4 При работе с термопреобразователями следует принять меры, исключающие возможность пластического деформирования и загрязнения термоэлектродов термопреобразователей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Проверяют наличие средств измерений и вспомогательных средств, необходимых для проведения поверки, согласно разделу 5.

8.2 Проверяют соответствие условий поверки и безопасность требованиям, установленным в разделах 6 и 7.

8.3 Подготавливают к работе все средства поверки: электроизмерительный прибор, установки и печи в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на них.

8.4 Подготавливают термопреобразователи к поверке

8.4.1 Термопреобразователи с чистой поверхностью термоэлектродов, но с поврежденной или загрязненной керамической изоляцией, освобождают от изоляции и армируют запасной керамической трубкой.

8.4.2 Термопреобразователи, подвергнутые переармированию или другим пластическим деформациям, перед первичной и периодической поверками следует отжечь следующим образом.

8.4.2.1 Перед отжигом свободные концы термопреобразователей освобождают от гибких изоляционных трубок.

8.4.2.2 Термопреобразователи в количестве не более шести штук помещают в печь ВТП-1 на глубину (250±5) мм, отжигают в течение 1 ч при температуре (1400±20) °С и охлаждают вместе с печью до температуры окружающего воздуха.

8.5 При термостатировании свободных концов термопреобразователей выполняют следующие операции:

8.5.1 Сосуд Дьюара заполняют однородной смесью льда и воды. Стеклянные пробирки погружают в льдо-водяную смесь на глубину не менее 120 мм. Расстояние между пробирками должно быть не менее 15 мм.

8.5.2 Свободные концы термопреобразователей и концы медных измерительных проводов складывают вместе и плотно обматывают медной нелуженой проволокой для получения электрически надежного контакта, затем погружают в стеклянные пробирки в льдо-водяную смесь.

Термостатирование свободных концов проводят за (5-10) мин до проведения измерений для установления теплового равновесия между льдо-водяной смесью и термопреобразователем.

8.5.3 Термостатирование свободных концов термопреобразователей при 0 °С проводят при подготовке термопреобразователей к градуировке в реперных точках металлов.

8.5.4 При градуировке термопреобразователей методом поэлектродного сличения свободные концы термопреобразователей термостатируют в сухоблочном термостате при температуре от 0 °С до 25 °С.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

9.1.1 Термопреобразователи представляют на первичную поверку в комплекте с паспортом, на периодическую – со свидетельством о предыдущей поверке, паспортом и протоколами (при необходимости).

9.1.2 Проверяют комплектность, упаковку, маркировку, габаритные размеры термопреобразователя на соответствие требованиям ГОСТ Р 52314 и паспорту на термопреобразователь конкретного типа.

9.1.3 Термопреобразователи должны быть представлены на поверку без видимых повреждений элементов конструкции, электрическая цепь не должна быть нарушена.

Шарик на рабочем конце термопреобразователя должен иметь гладкую блестящую поверхность без раковин.

Допускается наличие не более одной сварки по длине свободных концов термопреобразователя (при представлении на периодическую поверку).

9.1.4 Термопреобразователи, не удовлетворяющие требованиям 9.1.1-9.1.3, к дальнейшей поверке не допускают.

9.2 Определение нестабильности

9.2.1 Нестабильность термопреобразователей при первичной поверке определяют в последовательности, приведенной ниже:

а) определяют значения ТЭДС термопреобразователей при температуре, соответствующей реперной точке меди:

– для 1-го разряда – в расплавленном металле по 9.4, на одной «площадке» затвердевания меди;

– для 2, 3-го разрядов – методом поэлектродного сличения по 9.5 при температуре, соответствующей реперной точки меди;

б) помещают термопреобразователи в печь ВТП-1 на глубину (250±5) мм и отжигают в течение 1 часа при температуре (1400±20) °С. Затем термопреобразователи охлаждают вместе с печью до комнатной температуры;

в) повторяют процедуру определения значения ТЭДС в реперной точке меди отожженных термопреобразователей 1-го разряда по 9.4.3, а отожженных термопреобразователей 2, 3-го разрядов по 9.5.3.

Изменение ТЭДС термопреобразователей в точке меди после отжига (нестабильность) не должно превышать 4, 6 и 8 мкВ для термопреобразователей 1, 2, 3-го разрядов соответственно при первичной поверке.

Термопреобразователи, не удовлетворяющие этому требованию, переводят в более низкий разряд или бракуют.

9.2.2 Нестабильность термопреобразователей при периодической поверке определяют, градуируя их в точке меди, в соответствии с перечислением а) 9.2.1 и сравнивая полученное значение ТЭДС в реперной точке меди с соответствующим значением из свидетельства о предыдущей поверке.

Изменение значений ТЭДС термопреобразователей в реперной точке меди за интервал между поверками (нестабильность) не должно превышать 5, 8 и 10 мкВ для термопреобразователей 1, 2, 3-го разрядов соответственно.

Термопреобразователи, не удовлетворяющие этому требованию, переводят в более низкий разряд или бракуют.

9.3 Определение неоднородности

9.3.1 Определение неоднородности термопреобразователей проводят при температуре (1400 ± 20) °С методом поэлектродного сличения, изложенного в 9.5, определяя расхождение значений ТЭДС термопреобразователя при температуре (1400 ± 20) °С на глубинах погружения в печь ВТП-1 (250 ± 5) и (300 ± 5) мм.

При определении неоднородности термопреобразователей ПРО 1-го разряда используют исследованный на неоднородность термопреобразователь ПРО 1-го разряда или эталон ПР 30/6, а при определении неоднородности термопреобразователей 2, 3-го разрядов - термопреобразователь ПРО 1-го разряда.

9.3.2 Определение неоднородности термопреобразователей ПРО 1-го разряда проводят отдельно от градуировки, а термопреобразователей 2, 3-го разрядов – совместно с градуировкой.

9.3.3 Расхождение значений ТЭДС термопреобразователя на глубинах погружения в печь ВТП-1 (250 ± 5) и (300 ± 5) мм (неоднородность) при первичной поверке для термопреобразователей всех разрядов не должно превышать 8 мкВ.

При периодической поверке неоднородность должна быть не более 8, 15 и 20 мкВ для термопреобразователей ПРО 1, 2, 3-го разрядов соответственно.

Термопреобразователи, не удовлетворяющие этому требованию, переводят в более низкий разряд или бракуют.

9.4 Определение градуировочной характеристики термопреобразователей 1-го разряда

9.4.1 Термопреобразователи 1-го разряда при первичной и периодической поверках градуируют в реперных точках металлов в следующей последовательности:

- 1) точка плавления платины 1768,1 °С;
- 2) точка плавления палладия 1554,8 °С;
- 3) точка затвердевания меди 1084,620 °С;
- 4) точка затвердевания алюминия 660,323 °С.

При первичной поверке термопреобразователь в реперных точках градуируют не менее 2-х раз, при периодической поверке допускается однократная градуировка.

9.4.2 Градуирование в реперных точках палладия и платины осуществляется путем плавления небольших количеств соответствующего металла на рабочем спае термопреобразователя.

9.4.2.1 Нагревают печь для реализации температур плавления палладия и платины методом малых навесок до температуры на $(10-15)$ °С ниже температуры плавления металла; температуру измеряют контрольным рабочим термопреобразователем.

9.4.2.2 На термоэлектроды градуируемого термопреобразователя возможно ближе к рабочему спаю плотно наматывают платиновую или палладиевую проволоку (меру

температуры плавления), особое внимание обращают на обеспечение надежного контакта с термоэлектродами. Проволоку из палладия и платины, поставленную в твердом состоянии рекомендуется предварительно отжечь в течение нескольких секунд в печи при температуре (1100-1200) °С. Обязанный конец термоэлектродов следует вытянуть на 10-12 мм из каналов армирующей трубки и слегка раздвинуть термоэлектроды.

9.4.2.3 Градулируемый термопреобразователь вводят в печь в зону максимальной температуры так, чтобы рабочий спай не касался стенок печи.

9.4.2.4 Свободные концы термопреобразователя термостатируют при температуре 0 °С в сосуде Дьюара.

9.4.2.5 Устанавливают режим печи таким образом, чтобы температура повышалась со скоростью (2–3) °С/мин. Скорость изменения температуры контролируют при помощи градулируемого термопреобразователя.

9.4.2.6 При резком уменьшении скорости роста температуры (наступлением температурной остановки, связанной с началом плавления металла на спае) проводят отсчеты ТЭДС через 5 с. Продолжительность остановки должна быть не менее 30 с. Значение ТЭДС за время остановки не должно меняться более, чем на 5 мкВ.

9.4.2.7 При резком возрастании температуры (после окончания процесса плавления) проводят 2-3 измерения ТЭДС, снижают ток в нагревателе и извлекают термопреобразователь из печи.

9.4.2.8 Срезают образовавшийся спай с наплавленным металлом на длине (5 – 10) мм.

9.4.2.9 Повторяют операции, указанные в 9.4.2.2-9.4.2.8. При повторении градуировки сварка термоэлектродов градулируемого термопреобразователя не является обязательной при условии обеспечения тугй обвязки.

9.4.2.10 Вычисляют среднее арифметическое значение ТЭДС $E_{T(\cdot)}$ из отсчетов, полученных на каждой «площадке».

9.4.2.11 Сравнивают результаты, полученные на двух «площадках» плавления. Расхождение между ними в точке палладия не должно превышать 5 мкВ, в точке платины – 20 мкВ. Если расхождение больше, повторяют градуировку третий раз или отправляют термопреобразователь на дополнительный отжиг с последующей градуировкой.

9.4.3 Градуирование термопреобразователей ПРО 1-го разряда в реперных точках меди и алюминия осуществляется с применением ампул реперных точек.

Допускается градуировать термопреобразователи ПРО 1-го разряда в расплавленных металлах классическим «тигельным методом» в реперной точке «Медь». Контроль температуры «площадки» затвердевания металла осуществляют эталоном ПР 30/6, соответствующим 5.1.3. Контроль температуры расплавленного металла проводится перед каждой серией измерений.

9.4.3.1 Реперные точки выводят на уровень фазового перехода в соответствии с технической документацией на используемую аппаратуру.

9.4.3.2 Выполняют не менее пяти измерений ТЭДС E_T термопреобразователя на «площадке» затвердевания металла с точностью до 0,1 мкВ.

9.4.3.3 После окончания измерений ТЭДС в реперных точках термопреобразователь медленно извлекают из ампулы и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

9.4.4 При первичной проверке термопреобразователя его градуировку в реперных точках меди и алюминия повторяют на двух «площадках» затвердевания металла.

Вычисляют средние арифметические значения ТЭДС \bar{E}_T для каждой реперной точки и заносят его в протокол проверки.

9.4.5 Расхождение отдельных результатов измерений ТЭДС термопреобразователя на двух «площадках» затвердевания меди или алюминия не должно превышать 4 мкВ.

Если расхождение отдельных результатов измерений ТЭДС термопреобразователя на первой и второй «площадках» затвердевания меди превышает 4 мкВ, термопреобразователь следует отжечь по 8.4.2 и градуировать на третьей «площадке».

Если расхождение отдельных результатов измерений ТЭДС термопреобразователя на третьей и второй «площадках» более 4 мкВ, термопреобразователь переводят в более низкий разряд.

9.4.6 При периодической поверке допускается однократная градуировка термопреобразователя 1-го разряда в реперных точках меди и алюминия, если расхождение результата градуировки в реперной точке меди с данными свидетельства о предыдущей поверке не превышает ± 5 мкВ. В остальных случаях градуировку выполняют два раза в каждой реперной точке.

9.4.7 Допускается определять градуировочную характеристику ПРО 1-го разряда методом поэлектродного сличения с эталоном ПР 30/6 в диапазоне от 600 °С до 1800 °С по методике, описанной в 9.5.3 при температурах, близких к температурам реперных точек, а также при температурах, кратных 100 °С.

9.5 Определение градуировочных характеристик термопреобразователей 2, 3-го разрядов

9.5.1 Термопреобразователи 2, 3-го разрядов в диапазоне температур от 600 °С до 1800 °С градуируют в печи ВТП-1 до 1600 °С методом поэлектродного сличения с термопреобразователем ПРО 1-го разряда, а ПРО 3-го разряда – с ПРО 2-го разряда при температурах, близких к значениям температур реперных точек (1554,8 \pm 10) °С, (1084,62 \pm 10) °С, (660,32 \pm 10) °С. Значение ТЭДС при температуре реперной точки плавления платины 1768,1 °С определяют методом малых навесок в печи для реализации температур плавления палладия и платины.

При использовании градуировочной печи до 1800 °С, градуировку термопреобразователей ПРО 2, 3-го разрядов проводят методом поэлектродного сличения во всем диапазоне от 600 °С до 1800 °С.

9.5.2 Допускается термопреобразователи 2, 3-го разрядов градуировать в диапазоне от 600 °С до 1600 °С. Градуировку выполняют в печи ВТП-1 методом поэлектродного сличения при температурах (1554,8 \pm 10) °С, (1400 \pm 10) °С, (1084,62 \pm 10) °С, (660,32 \pm 10) °С.

9.5.3 При градуировке методом поэлектродного сличения выполняют следующие операции

9.5.3.1 Поверяемые термопреобразователи, подлежащие сличению, складывают в общий плотный пучок с термопреобразователем более высокого разряда, выравнивают рабочие концы и обвязывают армирующие керамические трубки в двух местах отрезками платиновой проволоки. Общее число термопреобразователей в пучке должно быть не более пяти.

9.5.3.2 Вытягивают на 12-15 мм из керамических трубок рабочие концы термопреобразователей и плотно стягивают их друг с другом вблизи спаев несколькими витками платиновой проволоки, при этом электрический контакт между отдельными термоэлектродами должен быть образован только в месте их связи.

9.5.3.3 Пучок термопреобразователей помещают в рабочее пространство градуировочной печи ВТП-1 на глубину (250 \pm 5) мм, центрируют его по оси печи.

9.5.3.4 Свободные концы всех термопреобразователей термостатируют при одной и той же температуре по 8.5.4 и подключают к электроизмерительной установке по схеме, приведенной в приложении А.

9.5.3.5 Нагревают печь до температуры, близкой к температуре затвердевания металлов. Отклонение от нее не должно превышать ± 10 °С. Градуировку начинают с высоких температур (1554,8 \pm 10) °С. Температуру в печи контролируют по показаниям эталонного

термопреобразователя ПРО более высокого разряда в пучке в начале и конце серии измерений.

9.5.3.6 Порядок измерений при поэлектродном сличении:

- 1) Измеряют ТЭДС эталонного термопреобразователя ПРО 1-го разряда.
- 2) Последовательно измеряют ТЭДС между одноименными термоэлектродами ($\Delta E_{\text{ПРО30}}$) и ($\Delta E_{\text{ПРО6}}$) поверяемого термопреобразователя и термопреобразователя ПРО 1-го разряда.

Измерение ТЭДС выполняют, переходя последовательно от первого поверяемого термопреобразователя к последнему, затем повторяют измерения в обратном порядке до получения требуемого числа отсчетов.

Число отсчетов должно быть не менее четырех для каждого термоэлектрода.

- 3) Измеряют ТЭДС термопреобразователя ПРО 1-го разряда.

9.5.3.7 Значения $\Delta E_{\text{ПРО30}}$ и $\Delta E_{\text{ПРО6}}$ измеряют с округлением до 1 мкВ с учетом знака в паре с одноименными термоэлектродами термопреобразователя ПРО 1-го разряда и записывают в протокол поверки, форма которого приведена в приложении Б.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Обработка результатов измерений при градуировке термопреобразователей 1-го разряда в реперных точках.

10.1.1 По значениям E_T вычисляют среднее арифметическое значения ТЭДС \bar{E}_T термопреобразователя для каждой реперной точки из результата градуировок на двух «площадках».

10.1.2 Значение \bar{E}_T термопреобразователей всех разрядов в реперных точках должно соответствовать требованиям ГОСТ Р 52314:

- 1) точка плавления платины 1768,1 °С – (13229±51) мкВ
- 2) точка плавления палладия 1554,8 °С – (10720±45) мкВ;
- 3) точка затвердевания меди 1084,620 °С – (5630±26) мкВ;
- 4) точка затвердевания алюминия 660,323 °С – (2167±11) мкВ.

Термопреобразователь, не удовлетворяющий этому требованию, бракуют и переводят в класс рабочих.

10.1.3 Вычисляют нестабильность термопреобразователя по формулам:

при первичной поверке (в реперной точке меди)

$$\Delta E_{\text{нст}} = \bar{E}_{T \text{ до отж}} - \bar{E}_{T \text{ отж}}, \quad (1)$$

где $\bar{E}_{T \text{ до отж}}$ – ТЭДС термопреобразователя в реперной точке меди до отжига, мкВ;

$\bar{E}_{T \text{ отж}}$ – ТЭДС термопреобразователя в реперной точке меди после отжига, мкВ.

при периодической поверке (в реперных точках меди, палладия и платины)

$$\Delta E_{\text{нст}} = \bar{E}_T - E_{\text{св}}^I, \quad (2)$$

где \bar{E}_T – ТЭДС термопреобразователя в реперных точках, полученных при периодической поверке, мкВ;

$E_{\text{св}}^I$ – ТЭДС термопреобразователя в реперных точках по свидетельству о предыдущей поверке, мкВ.

10.1.4 Нестабильность термопреобразователя при первичной и периодической поверках в реперной точке меди не должна превышать значений, указанных в перечислении в) 9.2.1. и 9.2.2.

10.1.5 Изменения ТЭДС термопреобразователей в реперных точках палладия и платины за интервал между поверками в эксплуатации должны быть не более:

- в реперной точке палладия ± 10 мкВ;
- в реперной точке платины ± 15 мкВ.

Термопреобразователь, не соответствующий требованиям, указанным в 10.1.4 и 10.1.5, бракуют.

10.1.6 Неоднородность термопреобразователя при первичной и периодической поверках не должна превышать значений, указанных в 9.3.3.

10.1.7 Рассчитывают значения ТЭДС поверяемого термопреобразователя для целых сотен градусов Цельсия в диапазоне от 600 °С до 1800 °С.

10.2 *Обработка результатов измерений при градуировке термопреобразователей 2, 3-го разрядов методом поэлектродного сличения.*

10.2.1 По результатам измерений ТЭДС между одноименными термоэлектродами в соответствии с 9.5.3.6 вычисляют средние арифметические значения $\Delta e_{\text{ПР30}}$ и $\Delta e_{\text{ПР6}}$ для каждого термопреобразователя с округлением до 1 мкВ.

Вычисления для каждой температуры градуировки и глубины погружения в печь выполняют отдельно.

10.2.2 Вычисляют разности ΔE_{300} и ΔE_{250} значений ТЭДС, измеренные на глубинах погружения 300 и 250 мм каждого термопреобразователя, по формулам:

$$\Delta E_{300} = \overline{\Delta e_{\text{ПР}}} - \overline{\Delta e_{\text{Пл}}}, \quad (3)$$

$$\Delta E_{250} = \overline{\Delta e_{\text{ПР}}} - \overline{\Delta e_{\text{Пл}}}. \quad (4)$$

При вычислении необходимо учитывать знаки $\overline{\Delta e_{\text{ПР}}}$ и $\overline{\Delta e_{\text{Пл}}}$.

10.2.3 Вычисляют для каждого термопреобразователя расхождение между значениями ΔE_{300} и ΔE_{250} - (неоднородность), полученные при температуре (1400 ± 20) °С, допустимые значения которых указаны в 9.3.3, по формуле

$$E_{\text{неод.}} = \Delta E_{300} - \Delta E_{250}. \quad (5)$$

10.2.4 Вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{\Delta E}$ на разных глубинах погружения в печь по формуле

$$\overline{\Delta E} = \frac{\Delta E_{300} + \Delta E_{250}}{2}. \quad (6)$$

10.2.5 Вычисляют значения ТЭДС каждого поверяемого термопреобразователя $E_{\text{пов.}}$ для температур 1768,1 °С, 1554,8 °С, 1084,62 °С, 660,323 °С (для диапазона температур от 600 °С до 1800 °С) и для температур 1554,8 °С, 1400 °С, 1084,62 °С, 660,323 °С (для диапазона температур от 600 °С до 1600 °С) по формуле

$$E_{\text{пов.}} = E_{\text{этл.св}} + \overline{\Delta E}, \quad (7)$$

где $E_{\text{этл.св}}$ - значение ТЭДС из свидетельства о поверке термопреобразователей ПРО 1-го или 2-го разряда в реперных точках металлов, мкВ.

Значение $E_{\text{пов.}}$ для термопреобразователей 2, 3-го разрядов при температурах реперных точек должно находиться в интервалах, указанных в 10.1.2.

Термопреобразователи, не удовлетворяющие этому требованию, бракуют.

10.2.6 Рассчитывают значения ТЭДС E_t каждого поверяемого термопреобразователя для целых сотен градусов в диапазоне температур от 600 °С до 1800 °С или от 600 °С до 1600 °С.

10.2.7 При расчете значений ТЭДС, соответствующих температурам реперных точек, следует использовать следующие данные о чувствительности термопреобразователей dE/dt :

при $t_1=660,323$ °С	$dE/dt=6,5 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С;
при $t_2=961,78$ °С	$dE/dt=9,0 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С;
при $t_3=1084,620$ °С	$dE/dt=9,7 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С;
при $t_4=1400$ °С	$dE/dt=11,3 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С;
при $t_5=1553,5$ °С	$dE/dt=11,7 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С;
при $t_6=1768,1$ °С	$dE/dt=11,6 \cdot 10^{-3}$ мкВ/°С.

11 Оформление результатов поверки

11.1 На преобразователи термоэлектрические платинородий-платинородиевые эталонные, прошедшие поверку с положительным результатом, выдают свидетельство о поверке в соответствии с требованиями ПР 50.2.006.

11.2 В разделе "Результаты поверки" свидетельства приводятся следующие данные.

Для термопреобразователей 1-го разряда: округленные до 1 мкВ значения ТЭДС термопреобразователя при температурах 1768,1 °С, 1554,8 °С, 1084,62 °С, 660,323 °С и таблицу значений ТЭДС термопреобразователя для целых сотен градусов Цельсия в диапазоне температур от 600 °С до 1800 °С.

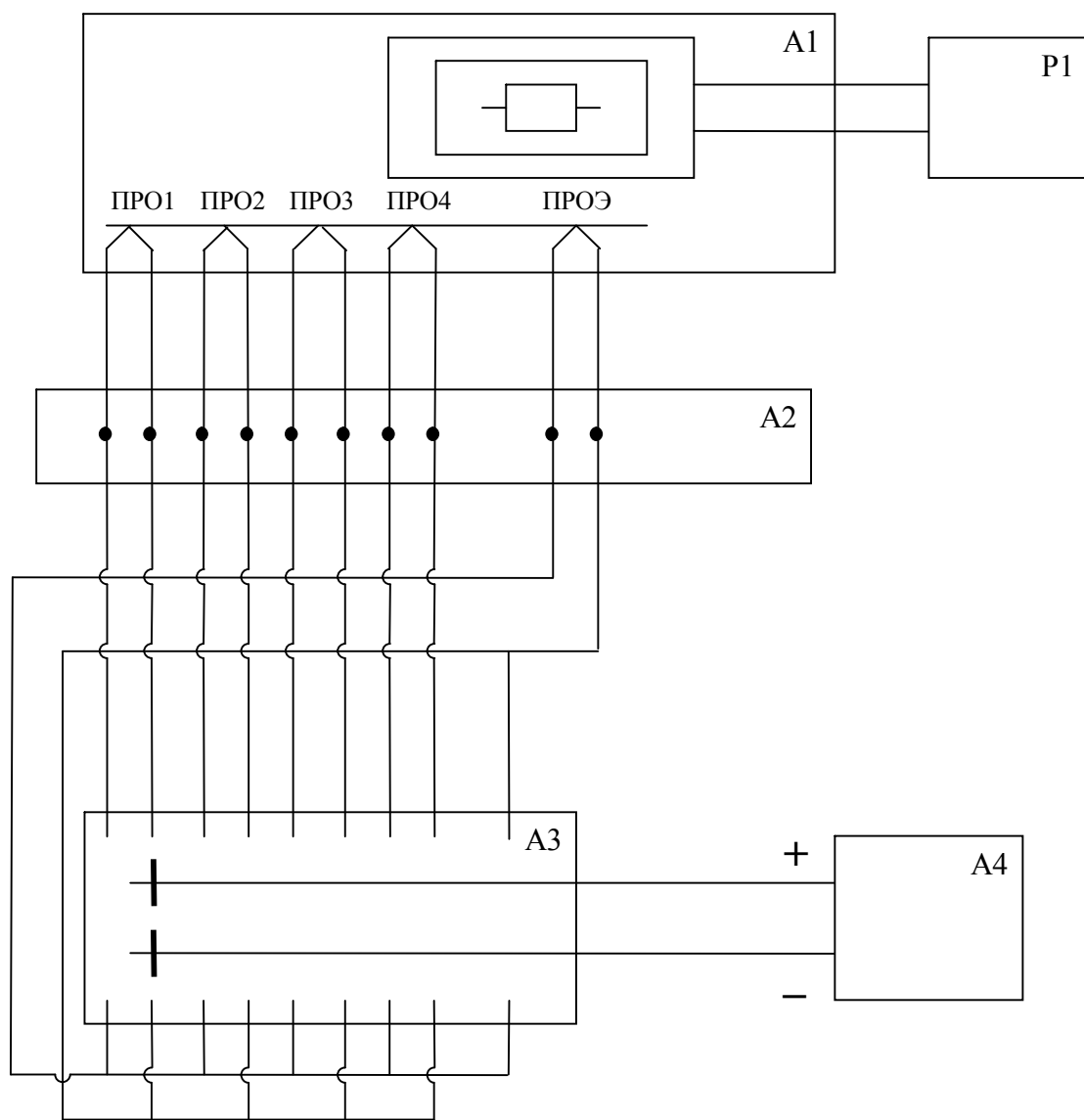
Для термопреобразователей 2, 3-го разрядов: округленные до 1 мкВ значения ТЭДС термопреобразователя при температурах 1768,1 °С, 1554,8 °С, 1084,62 °С, 660,323 °С и таблицу значений ТЭДС термопреобразователя для целых сотен градусов Цельсия в диапазоне температур от 600 °С до 1800 °С.

Допускается для термопреобразователей 2, 3-го разрядов приводить значения ТЭДС термопреобразователя при температурах 1554,8 °С, 1400 °С, 1084,62 °С, 660,323 °С и таблицу значений ТЭДС термопреобразователя для целых сотен градусов Цельсия в диапазоне температур от 600 °С до 1600 °С.

11.3 Термопреобразователи, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к применению не допускают, свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Приложение А
(справочное)

Электрическая схема подключения ПРО к электроизмерительной установке
при поэлектродном сличении



- A1 – печь;
- A2 – термостат для свободных концов ЧЭ ПРО;
- A3 – бестермоточный переключатель;
- A4 – измерительный потенциометр постоянного тока;
- P1 – регулятор напряжения;
- ПРО1...ПРО4 – поверяемые термопреобразователи;
- ПРОЭ – эталонный термопреобразователь более высокого разряда.

Рисунок А.1 – Электрическая схема подключения ПРО к электроизмерительной установке при поэлектродном сличении

Приложение Б
(рекомендуемое)

Формы протоколов поверки термопреобразователей

Б1. Форма протокола поверки термопреобразователя 1-го разряда

Протокол № ____
поверки термопреобразователя 1-го разряда

Номер поверяемого термопреобразователя	Кому принадлежит	Год выпуска	Длина термоэлектродов, мм		Вид поверки (первичная, периодическая)
			положительного	отрицательного	

Средства поверки:
(в соответствии с разделом 5 настоящего стандарта)

Результаты поверки

1. Замечания при внешнем осмотре в соответствии с 9.1 _____

2. Определение нестабильности термопреобразователей

Таблица 1 – Определение ТЭДС термопреобразователя в точке меди до отжига при первичной поверке

№ измерения	ТЭДС поверяемого термопреобразователя до отжига, мВ	
	1 площадка	2 площадка
1		
2		
3		
4		
5		
среднее		
$\bar{E}_{T \text{ до отж.}}$		

$$\bar{E}_{T \text{ до отж.}} \leq (5630 \pm 2) \text{ мкВ}$$

Таблица 2 – Определение ТЭДС термопреобразователя в реперной точке меди (после отжига при первичной поверке и после эксплуатации при периодической поверке)

№ измерения	ТЭДС поверяемого термопреобразователя $\bar{E}_{T \text{ отж}}$ или \bar{E}_T , мкВ	
	1 площадка	2 площадка
1		
2		
3		
4		
5		
среднее		
$\bar{E}_{T \text{ отж}}$		

При первичной поверке $\Delta E_{\text{нст}} = \bar{E}_{T \text{ до отж}} - \bar{E}_{T \text{ отж}}$

При периодической поверке $\Delta E_{\text{нестаб}} = \bar{E}_T - E_{\text{св}}^I$,

где $E_{\text{св}}^I$ – ТЭДС термопреобразователя при температуре 1084,62 °С по свидетельству о предыдущей поверке, мкВ,

\bar{E}_T – ТЭДС термопреобразователя при температуре 1084,62 °С, измеренное при периодической поверке, мкВ.

3 Проверка неоднородности термопреобразователей (после отжига при первичной поверке и после эксплуатации при периодической поверке)

Таблица 3 – Определение неоднородности термопреобразователя 1-го разряда (после отжига при первичной поверке и после эксплуатации при периодической поверке)

№№ п/п	Температура °С/ ТЭДС термопреобразователя	ТЭДС пар термоэлектродов, мкВ		Глубина погружения термопреобразователя мм
		№.....		
		$\Delta e_{\text{пр}}$	$\Delta e_{\text{пл}}$	
1				300
2				
3				
4				
$\bar{\Delta e}_{\text{пр}}; \bar{\Delta e}_{\text{пл}}$				
$\Delta E_{300} = \bar{\Delta e}_{\text{пр}} - \bar{\Delta e}_{\text{пл}}$				
1				250
2				
3				
4				
$\bar{\Delta e}_{\text{пр}}; \bar{\Delta e}_{\text{пл}}$				
$\Delta E_{250} = \bar{\Delta e}_{\text{пр}} - \bar{\Delta e}_{\text{пл}}$				
$E_{\text{несодн}} = \Delta E_{300} - \Delta E_{250}$				

4 Градуировка термопреобразователя в реперных точках

Таблица 4 – Градуировка термопреобразователя в реперных точках алюминия, серебра, меди, палладия и платины

№ измерения	ТЭДС поверяемого термопреобразователя, мВ	
	1 площадка	2 площадка
1		
2		
3		
4		
5		
среднее		
$\bar{E}_{T(t)} = \dots\dots$		
Примечание: $\bar{E}_{T(t)}$ – ТЭДС термопреобразователя в реперных точках алюминия, или серебра, или меди, или палладия, или платины (записывается в свидетельство о поверке)		

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Термопреобразователь типа _____ № _____ годен (не годен), соответствует _____ разряду, выписано свидетельство № _____ (извещение о непригодности)

Дата _____

Поверитель _____ (_____)
(подпись) (Ф.И.О.)

Знак поверки

Б2. Форма протокола поверки термопреобразователей 2 или 3-го разрядов

Протокол № _____
поверки термопреобразователя 2 или 3-го разрядов

Номер поверяемого термопреобразователя	Кому принадлежит	Год выпуска	Длина термоэлектродов, м		Вид поверки
			положительного	отрицательного	

Средства поверки:
(в соответствии с разделом 5 настоящего стандарта)

Результаты поверки

1. Замечания при внешнем осмотре _____

2. Определение нестабильности термопреобразователей

Таблица 1 – Определение нестабильности термопреобразователей в точке соответствующей реперной точке меди

№ п/п	Температура °С ТЭДС термопреобразователей	ТЭДС в точке меди до отжига, мкВ				ТЭДС в точке меди после отжига, мкВ				Глубина погружения термопреобразователя, мм
		№.....		№.....		№.....		№.....		
		$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	
1										250
2										
3										
4										
$\overline{\Delta e_{ПР30}} ; \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$\overline{\Delta E} = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$E_{Эт. св.}$ мкВ										
$E_T = E_{Эт. св.} + \overline{\Delta E}$										
$E_{нст} = E_{Т.доотж} - E_{Т.отж.}$										
$E'_{нст} = E_T - E'_{Т.посвид.}$										
<p><i>Примечание. E_T – ТЭДС термопреобразователя при температуре 1084,62 °С. $E'_{Т.посвид.}$ – ТЭДС термопреобразователя при температуре 1084,62 °С по свидетельству. $E_{нст}$ – нестабильность термопреобразователя при первичной поверке. $E'_{нст}$ – нестабильность термопреобразователя при периодической поверке.</i></p>										

Таблица 2 – Определение ТЭДС неоднородности термопреобразователей

№ п/п	Температура °С ТЭДС термопреобразовате лей	ТЭДС при температуре (1400±20) °С, мкВ								Глубина погружения термопреоб разователя мм
		№.....		№.....		№.....		№.....		
		$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	$\Delta e_{ПР30}$	$\Delta e_{ПР6}$	
1										300
2										
3										
4										
$\overline{\Delta e_{ПР30}} ; \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$\overline{\Delta E}_{300} = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
1										250
2										
3										
4										
$\overline{\Delta e_{ПР30}} ; \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$\overline{\Delta E}_{250} = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$E_{неодн} = \Delta E_{300} - \Delta E_{250}$										

3 Определение ТЭДС термопреобразователей

Таблица 3 – Определение ТЭДС термопреобразователей в реперных точках

Темпе ратур а, °С	Номера наблюдений	ТЭДС в реперной точке, мкВ								Глубина погружения термопреоб разователя, мм	
		№.....		№.....		№.....		№.....			
		$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$		
1554,8	1									250	
	2										
	3										
	4										
	$\overline{\Delta e_{ПР30}} ; \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
	$\overline{\Delta E} = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
	$E_{эт. сб}, мкВ$										
	$E_{нов} = E_{эт. сб.} + \overline{\Delta E}$										
1400	1									250	
	2										
	3										
	4										
	$\overline{\Delta e_{ПР30}} ; \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
	$\overline{\Delta E} = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$										
$E_{эт. сб}, мкВ$											

Температура, °С	Номера наблюдений	ТЭДС в реперной точке, мкВ								Глубина погружения термопреобразователя, мм
		№.....		№.....		№.....		№.....		
		$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	$\Delta e_{пр}$	$\Delta e_{пл}$	
	$E_{нов} = E_{эт.св.} + \Delta E$									
1084,62	1									
	2									
	3									
	4									
	$\overline{\Delta e_{ПР30}}; \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$\Delta E = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$E_{эт.св.}$, мкВ									
	$E_{нов} = E_{эт.св.} + \Delta E$									
961,78	1									
	2									
	3									
	4									
	$\overline{\Delta e_{ПР30}}; \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$\Delta E = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$E_{эт.св.}$, мкВ									
	$E_{нов} = E_{эт.св.} + \Delta E$									
660,323	1									
	2									
	3									
	4									
	$\overline{\Delta e_{ПР30}}; \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$\Delta E = \overline{\Delta e_{ПР30}} - \overline{\Delta e_{ПР6}}$									
	$E_{эт.св.}$, мкВ									
	$E_{нов} = E_{эт.св.} + \Delta E$									

Таблица 4 – Градуировка термопреобразователя 2 или 3-го разряда в реперной точке платины 1768,1 °С

№ измерения	ТЭДС поверяемого термопреобразователя, мВ	
	1 площадка	2 площадка
1		
2		
3		
4		
5		
среднее		
$\bar{E}_{PT} = \dots\dots$		

Примечание: \bar{E}_{Pt} – ТЭДС термопреобразователя в реперной точке платины
(записывается в свидетельство о поверке)

4. Исходные данные для расчета градуировочной таблицы

Таблица 5 – Исходные данные для расчета градуировочной таблицы

Температура, °С	Обозначение параметра	ТЭДС термопреобразователя, мВ			
		№ _____	№ _____	№ _____	№ _____
1768,1	$E_{Pt}=E_1$				
1553,5	$E_{Pd}=E_2$				
1450	$E=E_3$				
1084,62	$E_{Cu}=E_4$				
961,78	$E_{Ag}=E_5$				
660,323	$E_{Al}=E_6$				

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Термопреобразователь типа _____ № _____ годен (не годен),

соответствует _____ разряду, выписано свидетельство № _____ (извещение о непригодности)

Дата _____

Поверитель _____ (_____)
(подпись) (Ф.И.О.)

Библиография

- | | |
|--|--|
| [1] Документ Международного Бюро по мерам и весам, 1989. | Международная температурная шкала МТШ-90 |
| [2] Технические условия ТУ 3443-022-02566540-2004 | Высокотемпературная печь ВТП 1600-1 |
| [3] Технические условия ТУ 50-240-80 | Устройство для дробления льда УДЛ-1 |

УДК 536.5.087.92.089.6: 006.354

ОКС 17.200.20

Т 88.6

Ключевые слова: преобразователи термоэлектрические, эталонный, разряд, температура, поверка, реперная точка, поэлектродное сличение, неоднородность, нестабильность, поверочная схема

Председатель ТК53

личная подпись

инициалы, фамилия

Ответственный секретарь ПК53

личная подпись

инициалы, фамилия

Руководитель разработки
ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»

личная подпись

Е.А. Клевакин

Ответственный исполнитель
ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»

личная подпись

Н.М. Кутергина