

EVALUAREA INCERTITUDINII DE MĂSURARE LA PUNCTELE FIXE DE DEFINIȚIE ALE SIT-90 DIN DOMENIUL DE TEMPERATURĂ (0...961,78) °C

|| Sonia GAIȚĂ*)

Abstract: *The paper presents a specific procedure for the practical evaluation of the uncertainty of measurement at the defining fixed points of ITS-90, within the temperature range from 0 °C to 961.78 °C. The influence on the electrical resistance determined at the fixed points is analysed for all relevant parameters and quantities. Measurement uncertainties are analysed and concretely evaluated at the triple point of water and the freezing point of zinc. The procedure presented for the freezing point of zinc can easily be replicated for any other freezing point.*

Résumé: *Cet article présente une procédure spécifique pour évaluer pratiquement l'incertitude de mesure aux points fixes de définition de l'EIT-90 dans le domaine allant de 0 °C à 961.78 °C. L'influence de tous les paramètres et grandeurs d'influence qui affectent la résistance du thermomètre déterminée aux points fixes est analysée. Les incertitudes de mesure au point triple de l'eau et au point de congélation du zinc sont analysées et concrètement évaluées, la procédure décrite pour le zinc pouvant être appliquée à tout autre point de congélation.*

1 Introducere

În conformitate cu Scara Internațională de Temperatură din 1990 (SIT-90) [1], în domeniul de temperatură cuprins între 0 °C și 961,78 °C, temperatura T_{90} este definită cu ajutorul termometrului cu rezistor din platină etalonat la punctele fixe de definiție (tabelul 1).

Atunci când se raportează rezultatul unei măsurări este obligatoriu să se prezinte și incertitudinea evaluată a acestuia [2]. Ca urmare, în paralel cu efectuarea măsurărilor la punctele fixe, este necesar să se efectueze și evaluarea incertitudinii acestor măsurări. Evaluarea incertitudinii de măsurare la punctele fixe trebuie să fie făcută într-un mod deosebit de riguros deoarece orice eroare de evaluare se propagă la nivelurile inferioare ale lanțului ierarhic de măsurare și, în final, la utilizarea mijloacelor de măsurare a temperaturii.

Ghidul pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM) [2] este documentul de referință în ceea ce privește analiza incertitudinilor. Ghidul stabilește **reguli generale** pentru

Tabelul 1

Punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C

| Număr | Temperatură | | Substanță ^a | Tip ^b |
|-------|-------------|--------------------|------------------------|------------------|
| | T_{90}/K | $t_{90}/^{\circ}C$ | | |
| 1 | 273,16 | 0,01 | H ₂ O | T |
| 2 | 505,078 | 231,928 | Sn | S |
| 3 | 692,677 | 419,527 | Zn | S |
| 4 | 933,473 | 660,323 | Al | S |
| 5 | 1234,93 | 961,78 | Ag | S |

^a compoziție izotopică naturală.

^b T: punct triplu (temperatură de echilibru între fazele solidă, lichidă și gazoasă); S: punct de solidificare (temperatură de echilibru între fazele solidă și lichidă la presiunea de 101 325 Pa).

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

evaluarea și exprimarea incertitudinilor măsurărilor și nu **instrucțiuni detaliate**, specifice unor tehnici de măsurare [2]. Regulile formulate în GUM constituie baza din care pot fi derivate proceduri practice de evaluare.

Articolul de față propune o procedură specifică pentru evaluarea practică a incertitudinii de măsurare la punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C. Procedura a fost deja aplicată în cadrul studiului efectuat în INM privind stabilitatea etalonului național al unității de temperatură în domeniul (0...420) °C [5].

2 Modelarea măsurării

Prima etapă de urmat pentru evaluarea incertitudinii o constituie modelarea măsurării. Modelarea măsurării își propune să dea o descriere matematică – funcția de modelare – a procesului de măsurare, într-un mod în care toate mărimile – inclusiv corecțiile și factorii de corecție – care afectează rezultatul măsurării să fie luați în considerare. În cazul etalonării termometrelor cu rezistor din platină la punctele fixe de definiție ale SIT-90, funcția de modelare exprimă matematic relația dintre măsurand – rezistența electrică R_t determinată la temperatura fiecărui punct fix – și mărimile de intrare X_1, X_2, \dots, X_N de care depinde acesta:

$$R_t = f(X_1, X_2, \dots, X_N). \quad (1)$$

3 Mărimile de intrare

Analiza influenței mărimilor de intrare de care depinde rezistența electrică determinată la punctele fixe din tabelul 1 are în vedere efectele sistematice și aleatorii provocate de:

- **sistemul de măsurare a rezistenței electrice a termometrului etalon cu rezistor din platină**

Măsurarea rezistenței electrice trebuie să se efectueze cu o punte de înaltă stabilitate, prevăzută cu posibilitatea selectării curentului de lucru și a multiplicării acestuia cu $\times 2$, în scopul eliminării efectului de auto-încălzire. În general, o astfel de punte măsoară raportul $X = R_X/R_E$ dintre rezistența electrică R_X a termometrului etalon cu rezistor din platină și rezistența electrică R_E a unui rezistor etalon. Rezistorul etalon se menține la o temperatură constantă, prin imersarea sa într-o baie cu ulei termostată. Valoarea rezistenței electrice a rezistorului etalon trebuie să fie corectată în funcție de temperatură folosindu-se relația:

$$R_E = R_{20} [1 + \alpha (t - 20) + \beta (t - 20)^2] \quad (2)$$

unde:

- R_E rezistența electrică a rezistorului etalon la temperatura t ;
- R_{20} rezistența electrică a rezistorului etalon la temperatura de 20 °C;
- α, β coeficienții rezistorului etalon.

- **presiunea hidrostatică a apei sau a metalului din celula de punct fix**

La o adâncime de h metri sub suprafața apei sau a metalului lichid, temperatura de echilibru t_{90} la interfața solid/lichid este dată de $t_{90} = A + Bh$ [1], unde A este valoarea temperaturii punctului fix respectiv, iar B este coeficientul de variație a temperaturii cu adâncimea de imersie h (tabelul 2).

- **impuritățile chimice din substanța de punct fix**

Apa folosită pentru umplerea celulelor de punct triplu trebuie să fie de înaltă puritate și să

Tabelul 2

Efectul presiunii asupra temperaturii punctelor fixe de definiție*

| Substanța | Valoarea atribuită temperaturii de echilibru T_{90}/K | Variația temperaturii | |
|-----------|---|---|---|
| | | cu presiunea p (dt/dp)/(10 ⁻⁸ °C · Pa ⁻¹) | cu adâncimea de imersie h (dt/dh)/(10 ⁻³ °C · m ⁻¹) |
| Apă (T) | 273,16 | -7,5 | -0,73 |
| Staniu | 505,078 | 3,3 | 2,2 |
| Zinc | 692,677 | 4,3 | 2,7 |
| Al | 933,473 | 7,0 | 1,6 |
| Ag | 1 234,93 | 6,0 | 5,4 |

* Presiunea de referință pentru punctele de solidificare este presiunea atmosferică normală ($p_0 = 101\,325$ Pa). În cazul punctelor triple (T), efectul presiunii rezultă numai din presiunea hidrostatică suplimentară care este funcție de adâncimea în lichid.

aibă compoziția izotopică a apei oceanice. Purificarea apei poate să modifice ușor compoziția sa izotopică (distilarea antrenează, în mod normal, o scădere a conținutului de ^2H). O scădere de $10 \mu\text{mol}$ de ^2H per mol de ^1H corespunde unei scăderi a temperaturii punctului triplu de $40 \mu\text{K}$ [3]; aceasta este diferența dintre punctul triplu al apei oceanice și, respectiv, al apei continentale de suprafață.

Metalele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare trebuie să aibă puritatea nominală de 99,999 % pentru etalonarea cu cea mai mare exactitate. Temperaturile punctelor de solidificare situate sub $420 \text{ }^\circ\text{C}$ vor fi atunci în limitele a (0,1...0,2) mK față de temperatura unui lingou cu puritatea de 100 %. Pentru Sn și Zn cu o puritate de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de 1 mK, aceasta depinzând, totuși, de impuritățile prezente; pentru Al și Ag cu puritatea de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de „câțiva mK“ [3].

- **pierderile electrice prin izolatorii termometrului etalon cu rezistor din platină**

În cazul unui termometru etalon cu rezistor din platină cu teacă lungă de 25Ω , rezistența de izolație între conductorii săi trebuie să fie mai mare de $70 \text{ M}\Omega$ la $500 \text{ }^\circ\text{C}$, dacă eroarea introdusă de pierderile electrice prin izolatori trebuie să fie mai mică decât o valoare echivalentă cu 1 mK [3]. Dacă pierderile sunt exact repetabile la toate temperaturile, o mare parte a efectului se compensează în cadrul procedurii de etalonare. Totuși, în general, pierderea electrică este variabilă în timp și trebuie să fie luată în considerare la evaluarea incertitudinii.

În cazul unui termometru etalon cu rezistor din platină pentru temperaturi înalte, efectul pierderilor electrice prin izolatori la punctul de solidificare al argintului este de maximum (1...2) mK, dacă $R_0 = 2,5 \Omega$ și de (0,1...0,2) mK, dacă $R_0 = 0,25 \Omega$ [3].

- **auto-încălzirea provocată de curenții de măsurare**

Măsurarea unei rezistențe electrice implică trecerea unui curent electric prin rezistorul supus măsurării, cu disipare implicită de căldură ce conduce la creșterea temperaturii elementului sensibil peste aceea a mediului său înconjurător. Efectul de încălzire poate fi determinat prin măsurarea rezistenței electrice cu doi curenți de

măsurare, aflați în raport de $1:\sqrt{2}$, urmată de extrapolarea acestuia la curent zero:

$$R_0 = R_1 - \frac{I_1^2}{I_2^2 - I_1^2} (R_2 - R_1) \quad (3)$$

unde:

R_0 valoarea rezistenței electrice extrapolate la curent zero;

R_1 și R_2 valoarea rezistențelor electrice măsurate folosind curenții I_1 și, respectiv, I_2 .

- **schimbul de căldură dintre celulă și mediul său înconjurător**

Pentru evaluarea influenței diferitelor fluxuri de căldură de la și spre elementul sensibil al termometrului etalon cu rezistor din platină, se determină profilul temperaturii pe verticală în tubul interior al celei de punct fix. Metoda folosită fiind prea grosieră, rezultatul obținut nu poate fi folosit ca o corecție, dar poate fi luat în considerare la evaluarea incertitudinii.

- **panta palierului de solidificare**

Temperatura unui palier de solidificare nu este aceeași pe toată lungimea acestuia. Panta palierului de solidificare este influențată de o serie de factori, și anume: distribuția impurităților chimice în metalul lichid, istoria termică a răcirii etc. Pentru obținerea celei mai bune exactități posibile (0,1 mK), fie se exclud primele și ultimele 15 % până la 20 % din valorile determinate și se face media aritmetică a valorilor rămase, fie se măsoară rezistența electrică a termorezistorului etalon într-o fază specificată a solidificării, în general 50 % [3].

- **presiunea gazului din celulele pentru puncte de solidificare**

Celulele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare sunt celule de tip etanș. Deoarece presiunea de referință pentru punctele de solidificare este presiunea atmosferică normală ($p_0 = 101\,325 \text{ Pa}$), aceste celule sunt etanșate după umplerea lor cu argon la o presiune egală cu p_0 . Incertitudinea de măsurare a presiunii de umplere cu gaz inert este convertită într-o incertitudine a temperaturii prin coeficientul dt/dp (tabelul 2).

4 Întocmirea bilanțului incertitudinii de măsurare

Pentru structurarea datelor relevante în analiza incertitudinilor și pentru accesul rapid la informațiile necesare, este recomandabil ca acestea să fie

prezentate sub formă de tabel. În acest tabel, toate mărimile trebuie să fie marcate printr-un simbol fizic sau printr-un identificator scurt, X_i . Pentru fiecare mărime de intrare trebuie să se specifice:

- estimăția x_i ;
- incertitudinea standard $u(x_i)$;
- distribuția de probabilitate;
- coeficientul de sensibilitate (sau de influență) c_i ;
- contribuția $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă $u_c(y)$.

După întocmirea tabelului, se calculează incertitudinea standard compusă $u_c(y)$. În mod uzual, incertitudinea standard compusă $u_c(y)$ se calculează presupunând că toate mărimile de intrare sunt necorelate:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2 \equiv \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (4)$$

unde contribuția $u_i(y)$ ($i = 1, 2, \dots, N$) este dată de:

$$u_i(y) \equiv |c_i| u(x_i). \quad (5)$$

În mod riguros, însă, corelația între mărimile de intrare, dacă există și este semnificativă, nu trebuie să fie ignorată. În acest caz, incertitudinea standard compusă $u_c(y)$ asociată cu rezultatul măsurării se determină cu relația:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N u_i(y) u_j(y) r(x_i, x_j) \quad (6)$$

unde $r(x_i, x_j)$ este coeficientul de corelație estimat:

$$r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i) \text{ și } -1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1. \quad (7)$$

Dacă mărimile de intrare sunt complet dependente, atunci $r(x_i, x_j) = 1$ și relația (6) se reduce la:

$$u_c(y) = \sum_{i=1}^N u_i(y) \quad (8)$$

Dacă gradul de corelație între mărimile de intrare nu este cunoscut, incertitudinea standard compusă poate fi estimată prin:

$$u_{c0}(y) \leq u_c(y) \leq u_{c1}(y) \quad (9)$$

unde $u_{c0}(y)$ este incertitudinea standard compusă pentru mărimi de intrare necorelate ($r(x_i, x_j) = 0$), care se determină cu relația 4, iar $u_{c1}(y)$ este incertitudinea standard compusă pentru mărimi de intrare complet corelate ($r(x_i, x_j) = 1$), care se determină cu relația 8.

5 Evaluarea incertitudinii extinse

Incetitudinea extinsă U se obține prin multiplicarea incertitudinii standard compuse $u_c(y)$ cu un factor de extindere k :

$$U = k \times u_c(y). \quad (10)$$

Pentru determinarea factorului de extindere este, de obicei, suficient să se presupună că distribuția de probabilitate caracterizată prin rezultatul măsurării și incertitudinea standard compusă a acestuia este distribuția t ; în această situație, $k_p = t_p(v_{ef})$, unde p este fracțiunea p a distribuției. Factorul t_p se determină pe baza numărului efectiv de grade de libertate v_{ef} ale lui $u_c(y)$, obținut cu formula Welch-Satterthwaite [2]:

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (11)$$

Rezultatul unei măsurări, adică rezistența electrică a termometrului determinată la temperatura punctului fix, t , se exprimă sub forma:

$$R_t = \{R_t\}_\Omega \pm \{U\}_\Omega. \quad (12)$$

6 Procedură de evaluare a incertitudinii de măsurare la punctul triplu al apei

Primul pas al procedurii constă în exprimarea matematică a relației dintre măsurand – rezistența electrică $R_{0,01}^{\circ C}$ determinată la punctul triplu al apei – și mărimile de intrare de care depinde acesta:

$$R_{0,01}^{\circ C} = (R_E + \Delta R_E + \Delta R_{ED} + \Delta R_{ET})(X + \Delta X + \Delta X_D) + \quad (13)$$

$$+ C_{0,01}^{\circ C} \times \Delta t_H + C_{0,01}^{\circ C} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi$$

unde:

R_E rezistența electrică a rezistorului etalon la temperatura t a băii cu ulei;

ΔR_E corecția rezistenței electrice a rezistorului etalon;

ΔR_{ED} deriva în timp a rezistenței electrice a rezistorului etalon;

ΔR_{ET} corecția cu temperatura a rezistenței electrice a rezistorului etalon;

$X = R_X/R_E$ raportul de rezistențe al punții;

ΔX corecția raportului de rezistențe al punții;

ΔX_E deriva în timp a raportului de rezistențe al punții;

$C_{0,01}^{\circ C}$ coeficientul de sensibilitate la temperatura punctului triplu al apei;

| | |
|-----------------|---|
| Δt_H | corecția influenței efectului hidrostatic; |
| Δt_I | corecția influenței diferitelor impurități chimice; |
| ΔR_P | corecția pierderilor de rezistență prin izolatori; |
| ΔR_C | corecția efectului de auto-încălzire; |
| ΔR_Φ | corecția influenței fluxurilor de căldură parazite. |

Neglijând termenii $\Delta R_E \times \Delta X$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X$, $\Delta R_{ET} \times \Delta X$, $\Delta R_E \times \Delta X_D$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X_D$ și $\Delta R_{ET} \times \Delta X_D$, expresia funcției de modelare se reduce la:

$$R_{0,01^\circ\text{C}} = X \times R_E + X \times \Delta R_E + X \times \Delta R_{ED} + \\ + X \times \Delta R_{ET} + R_E \times \Delta X + R_E \times \Delta X_D + C_{0,01^\circ\text{C}} \times \Delta t_H + \\ + C_{0,01^\circ\text{C}} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi \quad (14)$$

unde:

$X \times R_E = R_X$ rezistența electrică determinată la punctul triplu al apei.

Rezistența electrică determinată la punctul triplu al apei, R_X :

Întrucât rezistența electrică a unui termometru etalon cu rezistor din platină la punctul triplu al apei se determină dintr-o serie de n observații repetate și independente statistic ale mărimii $R_X = X \times R_E$, efectuate în aceleași condiții de măsurare, avem de-a face cu o evaluare de tip A [2]. În această situație, estimația mărimii de intrare este $x_1 = \{\bar{R}_X\}_\Omega$, adică media aritmetică a celor n observații, iar incertitudinea standard asociată cu x_1 este abaterea standard experimentală a mediei, $u(x_1) = \{s(\bar{R}_X)\}_\Omega$. În acest caz, distribuția de probabilitate este o distribuție normală. Coeficientul de sensibilitate este $c_1 = 1,0$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_1)$ este: $u_1(R_{0,01^\circ\text{C}}) = \{s(\bar{R}_X)\}_\Omega$.

Corecția rezistenței electrice a rezistorului etalon, ΔR_E :

În certificatul de etalonare al rezistorului etalon este înscrisă valoarea rezistenței sale electrice R_{20} la 20°C și incertitudinea extinsă asociată U_1 , determinată pentru o distribuție normală și o valoare a factorului de extindere k_1 . Ca urmare, estimația acestei corecții este $x_2 = 0 \Omega$, iar incertitudinea standard asociată cu x_2 este $u(x_2) = (1/k_1)\{U_1\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_2 = \{X\}$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard

compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a lui $u(x_2)$ este: $u_2(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/k_1)\{X\}\{U_1\}_\Omega$.

Deriva rezistenței electrice a rezistorului etalon, ΔR_{ED} :

Deriva rezistenței electrice a rezistorului etalon este estimată din istoria etalonărilor sale la $x_3 = 0 \Omega$ în limitele $\pm \{a_3\}_\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare va fi $u(x_3) = (1/\sqrt{3})\{a_3\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_3 = \{X\}$. Ca urmare, contribuția la $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_3)$ va fi: $u_3(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{X\}\{a_3\}_\Omega$.

Corecția cu temperatura a rezistorului de referință, ΔR_{ET} :

Temperatura băii cu ulei în care este menținut rezistorul de referință se măsoară cu un termometru având incertitudinea extinsă asociată $U_2 = 0,01^\circ\text{C}$ și factorul de extindere k_2 . Deoarece valorile $R_X = X \times R_E$ ale termorezistorului etalon la punctul triplu al apei se determină pe baza valorilor R_E corectate cu temperatura (relația 2), se poate admite că estimația lui ΔR_{ET} este $x_4 = 0 \Omega$ în limitele $\pm (0,01/k_2)\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_\text{C}^{-1}$ și că este foarte puțin probabil ca valoarea sa să se afle în afara acestui interval. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_4) = (0,0058/k_2)\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_\text{C}^{-1}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_4 = \{X\}$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_4)$ va fi: $u_4(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (0,0058/k_2)\{X\}\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_\text{C}^{-1}$.

Corecția raportului de rezistențe al punții, ΔX :

În certificatul de etalonare al punții sunt înscrise valorile corecțiilor ΔX ale raportului $X = R_X/R_E$ și incertitudinea extinsă asociată acestora U_3 , determinată pentru o distribuție normală și o valoare a factorului de extindere k_3 . Deoarece valorile R_X se calculează după aplicarea corecțiilor ΔX , estimația lui ΔX este $x_5 = 0$ iar incertitudinea standard asociată cu x_5 este $u(x_5) = (1/k_3)\{U_3\}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_5 = \{R_E\}_\Omega$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_5)$ va fi: $u_5(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/k_3)\{U_3\}\{R_E\}_\Omega$.

Deriva raportului de rezistențe al punții, ΔX_D :

Deriva raportului de rezistențe al punții este estimată din istoria etalonărilor a fi $x_6 = 0$ în

limitele $\pm \{a_6\}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare va fi $u(x_6) = (1/\sqrt{3})\{a_6\}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_6 = \{R_E\}_\Omega$. Ca urmare, contribuția la $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_6)$ va fi: $u_3(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{R_E\}_\Omega\{a_6\}$.

Corecția influenței efectului presiunii hidrostatice, Δt_H :

Estimația lui Δt_H este $x_7 = -0,73 \times 10^{-3} \{h\}_m \text{ } ^\circ\text{C m}^{-1}$ (tabelul 2). Deoarece h poate fi măsurată cu exactitatea $\{\Delta h\}_m$, se poate admite că valoarea lui Δt_H este cuprinsă cu probabilitate egală într-un interval având semilărgimea $a_7 = -0,73 \times 10^{-3} \{\Delta h\}_m \text{ } ^\circ\text{C m}^{-1}$ și că este foarte puțin probabil ca valoarea sa să se afle în afara acestui interval. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_7) = (-0,73/\sqrt{3}) \times 10^{-3} \{\Delta h\}_m \text{ } ^\circ\text{C m}^{-1}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_7 = \{C_{0,01^\circ\text{C}}\}_\Omega / ^\circ\text{C}$. Ca urmare, contribuția la $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_7)$ va fi: $u_7(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (-0,73/\sqrt{3}) \times 10^{-3} \{C_{0,01^\circ\text{C}}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C m}^{-1}$.

Corecția influenței diferitelor impurități chimice, Δt_I :

Deoarece intervalul de topire al unei celulei de punct triplu al apei este foarte mic, ceea ce demonstrează concentrația redusă a impurităților, se poate admite că estimația lui Δt_I este $x_8 = 0^\circ\text{C}$ în limitele $\pm \{a_8\}_\text{ } ^\circ\text{C}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_8) = (1/\sqrt{3})\{a_8\}_\text{ } ^\circ\text{C}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_8 = \{C_{0,01^\circ\text{C}}\}_\Omega / ^\circ\text{C}$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_8)$ va fi: $u_8(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{C_{0,01^\circ\text{C}}\}_\Omega / ^\circ\text{C} \{a_8\}_\text{ } ^\circ\text{C}$.

Corecția pierderilor electrice prin izolatori, ΔR_P :

Corecția datorată pierderilor electrice prin izolatori este estimată a fi $x_9 = 0 \Omega$ în limitele $\pm \{a_9\}_\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_9) = (1/\sqrt{3})\{a_9\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_9 = 1,0$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_9)$ va fi: $u_9(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{a_9\}_\Omega$.

Corecția efectului de auto-încălzire, ΔR_C :

Pentru eliminarea efectului de auto-încălzire, se extrapolează valoarea rezistenței electrice a termo-

rezistorului etalon la curent zero (relația 3). Ca urmare, estimația lui ΔR_C este $x_{10} = 0 \Omega$ în limitele $\pm \{a_{10}\}_\Omega$. Incertitudinea corecției ΔR_C provine din incertitudinea de cunoaștere a valorilor celor doi curenți de măsurare [4]. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_{10}) = (1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{10} = 1,0$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_{10})$ va fi: $u_{10}(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$.

Corecția influenței fluxurilor de căldură parazite, ΔR_Φ :

Pentru a se estima incertitudinea datorată fluxurilor de căldură parazite, se studiază variația temperaturii cu adâncimea de imersie a termometrului în tubul celulei. Estimația lui ΔR_Φ este $x_{11} = 0 \Omega$ în limitele $\pm \{a_{11}\}_\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_{11}) = (1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{11} = 1,0$. Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})$ a incertitudinii standard $u(x_{11})$ va fi: $u_{11}(R_{0,01^\circ\text{C}}) = (1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_\Omega$.

7 Procedură de evaluare a incertitudinii de măsurare la punctul de solidificare al zincului

În afară de punctul triplu al apei, toate punctele de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) $^\circ\text{C}$ sunt puncte de solidificare (tabelul 1). Deoarece instalațiile și metodologia de lucru utilizate pentru materializarea celor patru puncte de solidificare sunt aproape identice, analiza și evaluarea incertitudinii de măsurare se va face pentru punctul de solidificare al zincului, procedura descrisă pentru zinc putând fi aplicată oricărui alt punct de solidificare.

Se stabilește, mai întâi, funcția de modelare care descrie dependența funcțională dintre măsurand – rezistența electrică R_{Zn} determinată la punctul de solidificare al zincului – și mărimile de intrare de care depinde:

$$R_{Zn} = (R_E + \Delta R_E + \Delta R_{ED} + \Delta R_{ET})(X + \Delta X + \Delta X_D) + C_{Zn} \times \Delta t_H + C_{Zn} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi + C_{Zn} \times \Delta t_\alpha + C_{Zn} \times \Delta t_B \quad (15)$$

unde notațiilor folosite la punctul triplu al apei li s-au adăugat:

C_{Zn} coeficientul de sensibilitate la temperatura de solidificare a zincului;

Tabelul 3

Bilanțul incertitudinii de măsurare a rezistenței electrice la punctul triplu al apei

| Mărimea | Estimația | Incertitudinea standard | Distribuția de probabilitate | Coefficientul de sensibilitate | Contribuția |
|------------------------------------|---|---|------------------------------|---|---|
| X_i | x_i | $u(x_i)$ | | c_i | $u_c(R_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C})$ |
| R_X | $\{\bar{R}_X\}_\Omega$ | $\{s(\bar{R}_X)\}_\Omega$ | normală | 1,0 | $\{s(\bar{R}_X)\}_\Omega$ |
| ΔR_E | 0 Ω | $(1/k_1) \{U_1\}_\Omega$ | normală | $\{X\}$ | $(1/k_1) \{X\} \{U_1\}_\Omega$ |
| ΔR_{ED} | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_3\}_\Omega$ | dreptunghiulară | $\{X\}$ | $(1/\sqrt{3}) \{X\} \{a_3\}_\Omega$ |
| ΔR_{ET} | 0 Ω | $(0,0058/k_2) \{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | $\{X\}$ | $(0,0058/k_2) \{X\} \{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| ΔX | 0 | $(1/k_3) \{U_3\}$ | normală | $\{R_E\}_\Omega$ | $(1/k_3) \{R_E\}_\Omega \{U_3\}$ |
| ΔX_D | 0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_6\}$ | dreptunghiulară | $\{R_E\}_\Omega$ | $(1/\sqrt{3}) \{R_E\}_\Omega \{a_6\}$ |
| Δt_H | $-0,73 \times 10^{-3}$ $\{h\}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ | $(-0,73/\sqrt{3}) \times 10^{-3}$ $\{\Delta h\}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ | dreptunghiulară | $\{C_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(-0,73/\sqrt{3}) \times 10^{-3}$ $\{C_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{ \Delta h \}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ |
| Δt_I | 0 $^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{a_8\} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | $\{C_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{C_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{a_8\} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| ΔR_P | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_9\}_\Omega$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_9\}_\Omega$ |
| ΔR_C | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_{10}\}_\Omega$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_{10}\}_\Omega$ |
| ΔR_Φ | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_{11}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_{11}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| $R_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}$ | $\{R_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C}\}_\Omega$ | | | | $\{u_c(R_{0,01} \text{ } ^\circ\text{C})\}_\Omega$ |

Δt_α corecția pantei palierului de solidificare;
 Δt_B corecția efectului presiunii gazului din celulă asupra temperaturii punctului de solidificare.

Neglijând termenii $\Delta R_E \times \Delta X$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X$, $\Delta R_{ET} \times \Delta X$, $\Delta R_E \times \Delta X_D$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X_D$ și $\Delta R_{ET} \times \Delta X_D$ expresia funcției de modelare se reduce la:

$$R_{Zn} = X \times R_E + X \times \Delta R_E + X \times \Delta R_{ED} + \\ + X \times \Delta R_{ET} + R_E \times \Delta X + R_E \times \Delta X_D + \\ + C_{Zn} \times \Delta t_H + C_{Zn} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \\ + \Delta R_\Phi + C_{Zn} \times \Delta t_\alpha + C_{Zn} \times \Delta t_B \quad (16)$$

unde $X \times R_E = R_X$ - rezistența electrică determinată la punctul de solidificare al zincului.

Pentru fiecare dintre primele 11 mărimi de intrare, evaluarea estimației x_i , a incertitudinii standard $u(x_i)$, a coeficientului de sensibilitate c_i și a contribuției $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă se face așa cum s-a arătat pentru punctul triplu al apei.

Corecția pantei palierului de solidificare, Δt_α :

Estimația lui Δt_α este $x_{12} = 0^\circ\text{C}$ în limitele $\pm \{a_{12}\} \text{ } ^\circ\text{C}$. Incertitudinea standard de tip B a

acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_{12}) = (1/\sqrt{3}) \{a_{12}\} \text{ } ^\circ\text{C}$. Deoarece coeficientul de sensibilitate este $c_{12} = \{C_{Zn}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C}$, contribuția la $u_c(R_{Zn})$ a incertitudinii standard $u(x_{12})$ va fi: $u_{12}(R_{Zn}) = (1/\sqrt{3}) \{C_{Zn}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{a_{12}\} \text{ } ^\circ\text{C}$.

Corecția efectului presiunii gazului din celulă, Δt_B :

Celula cu zinc este închisă etanș, presiunea gazului din celulă fiind de o atmosferă normală. Incertitudinea presiunii de umplere este convertită într-o incertitudine a temperaturii de solidificare prin coeficientul de temperatură dt/dp . Incertitudinea extinsă asociată cu presiunea de umplere este U_4 cu factorul de extindere k_4 . Ca urmare, se poate admite că estimația lui Δt_B este $x_{13} = 0^\circ\text{C}$ în limitele $\pm (2,15/k_4) \times 10^{-8} \{U_4\}_{Pa} \text{ } Pa \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții dreptunghiulare este: $u(x_{13}) = (1,241/k_4) \times 10^{-8} \{U_4\}_{Pa} \text{ } Pa \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{13} = \{C_{Zn}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C}$. Ca urmare, contribuția la $u_c(R_{Zn})$ a incertitudinii standard $u(x_{13})$ va fi: $u_{13}(R_{Zn}) = (1,241/k_4) \times 10^{-8} \{C_{Zn}\}_\Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{U_4\}_{Pa} \text{ } Pa \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

Tabelul 4

Bilanțul incertitudinii de măsurare a rezistenței electrice la punctul de solidificare al zincului

| Mărimea X_i | Estimația x_i | Incertitudinea standard $u(x_i)$ | Distribuția de probabilitate | Coeficientul de sensibilitate c_i | Contribuția $u_i(R_{Zn})$ |
|-------------------|---|---|------------------------------|---|---|
| R_X | $\{\bar{R}_X\} \Omega$ | $\{s(\bar{R}_X)\} \Omega$ | normală | 1,0 | $\{s(\bar{R}_X)\} \Omega$ |
| ΔR_E | 0 Ω | $(1/k_1) \{U_1\} \Omega$ | normală | $\{X\}$ | $(1/k_1) \{X\} \{U_1\} \Omega$ |
| ΔR_{ED} | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_3\} \Omega$ | dreptunghiulară | $\{X\}$ | $(1/\sqrt{3}) \{X\} \{a_3\} \Omega$ |
| ΔR_{ET} | 0 Ω | $(0,0058/k_2) \{R_{20}\} \Omega$ $\{\alpha\} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | $\{X\}$ | $(0,0058/k_2) \{X\} \{R_{20}\} \Omega$ $\{\alpha\} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| ΔX | 0 | $(1/k_3) \{U_3\} \Omega$ | normală | $\{R_E\} \Omega$ | $(1/k_3) \{R_E\} \Omega \{U_3\}$ |
| ΔX_D | 0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_6\}$ | dreptunghiulară | $\{R_E\} \Omega$ | $(1/\sqrt{3}) \{R_E\} \Omega \{a_6\}$ |
| Δt_H | $2,7 \times 10^{-3}$ $\{h\}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ | $(2,7/\sqrt{3}) \times 10^{-3}$ $\{\Delta h\}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ | dreptunghiulară | $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(2,7/\sqrt{3}) \times 10^{-3}$ $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{\Delta h\}_m \text{ } ^\circ\text{C} \text{ } m^{-1}$ |
| Δt_I | 0 $^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{a_8\} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{a_8\} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| ΔR_P | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_9\} \Omega$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_9\} \Omega$ |
| ΔR_C | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_{10}\} \Omega$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_{10}\} \Omega$ |
| ΔR_Φ | 0 Ω | $(1/\sqrt{3}) \{a_{11}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | 1,0 | $(1/\sqrt{3}) \{a_{11}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| Δt_α | 0 $^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{a_{12}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ | dreptunghiulară | $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(1/\sqrt{3}) \{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{a_{12}\} \text{ } ^\circ\text{C}$ |
| Δt_B | 0 $^\circ\text{C}$ | $(1,241/k_4) \times 10^{-8}$ $\{U_4\}_{Pa} \text{ } Pa \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ | dreptunghiulară | $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C}$ | $(1,241/k_4) \times 10^{-8}$ $\{C_{Zn}\} \Omega \text{ } ^\circ\text{C} \{U_4\}_{Pa} \text{ } Pa \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ |
| R_{Zn} | $\{R_{Zn}\} \Omega$ | | | | $\{u_c(R_{0,01^\circ\text{C}})\} \Omega$ |

3 Concluzii

Procedura de evaluare prezentată în acest articol indică etapele care trebuie să fie parcurse la evaluarea incertitudinii de măsurare la punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) $^\circ\text{C}$. Stabilirea funcțiilor de modelare și a parametrilor sau mărimilor de influență care afectează rezistența electrică determinată la punctele fixe, precum și analizarea acestor influențe, fac procedura accesibilă tuturor persoanelor care etalonează termometre etalon cu rezistor din platină la punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) $^\circ\text{C}$; procedura stabilește modul de evaluare a estimației, a incertitudinii standard asociată cu aceasta, a coeficientului de sensibilitate și, respectiv, a contribuției $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă $u_c(y)$, pentru fiecare

dintre mărimile de intrare stabilite, utilizatorilor procedurii rămânându-le doar ca, în funcție de instalațiile și etaloanele folosite, să estimeze valorile numerice corespunzătoare.

BIBLIOGRAFIE

- [1] ... L'Échelle internationale de température de 1990 (EIT-90), BIPM, 1990
- [2] ... SR 13 434:1998, Ghid pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM)
- [3] ... Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, BIPM, 1990
- [4] *Bonnier G.*, Calibration of temperature sensors. Uncertainty in the realization of the scale, Proceedings TEMP/MEKO 87, Londra, 1987
- [5] ... Determinarea stabilității caracteristicilor metrologice ale termometrelor cu rezistență electrică din platină la punctul triplu al apei și punctele de solidificare ale Sn și Zn, Studiu INM, 1998