# FUNCȚIE DE MODELARE PENTRU ETALONAREA TERMOCUPLURILOR Pt10%Rh/Pt LA PUNCTELE FIXE DE DEFINIȚIE ALE SIT-90

 SONIA GAIȚĂ, Biroul Român de Metrologie Legală – Institutul Național de Metrologie, *Şos. Vitan-Bârzeşti 11, sector 4, 75669 Bucureşti, ROMÂNIA Tel: 40 94 35 22 63, Fax: 40 1 334 53 45, E-mail: soniagaita@hotmail.com,*  **CONSTANTIN ILIESCU,** Universitatea "Politehnica" Bucureşti – Facultatea de Electrotehnică, *Splaiul Independenței 313, sector 6, 77206 Bucureşti, ROMÂNIA, E-mail: ciliescu@electro.măsuri.pub.ro*

**Abstract.** An uncertainty budget is always based on a model for the measurand that, once settled, is the model guiding the evaluation of the uncertainty. The paper presents a model for the calibration of the Pt10%Rh/Pt thermocouples (S type) at the defining fixed points of the ITS-90.

The authors analyze the influence of all known quantities and parameters that could contribute to the calibration uncertainty and propose a function for modeling the measurement. The input quantities that the measurand depends upon are the thermocouple reading at the fixed point and a series of corrections to compensate for all systematic effects involved in the measurement process.

The combined standard uncertainty associated with the electromotive force (emf) generated by the Pt10%Rh/Pt thermocouple is evaluated at the Zinc freezing point (419,527 °C); the contribution to the combined standard uncertainty is analyzed and evaluated for each input quantity.

Cuvinte cheie: SIT-90, puncte fixe de definiție, termocuplu Pt10%Rh/Pt, incertitudine de măsurare

# **1 INTRODUCERE**

Termocuplul Pt10%Rh/Pt (tip S) a fost considerat multă vreme ca cel mai exact tip de termocuplu și a fost studiat, probabil, mai mult decât oricare alt tip; din acest motiv, el a servit ca mijloc de definiție pentru SIT-27, SIPT- 48 și SIPT- 68 [1]. În noua Scară de temperatură (SIT-90 [2]), acest tip de termocuplu nu mai este mijloc de definiție, locul său fiind luat de termometrul cu rezistență din platină pentru temperaturi înalte.

Cu toate acestea, termocuplul Pt10%Rh/Pt poate fi etalonat într-un mod ce este asociat cu SIT-90 și anume, prin metoda punctelor fixe, în care t.t.e.m. generată de termocuplul Pt10%Rh/Pt este măsurată la punctele fixe de definiție ale Scării (Tabelul 1).

Atunci când se raportează rezultatul unei măsurări este obligatoriu să se prezinte și incertitudinea evaluată a acestuia [3]. 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.

Nr. crt.	Temperatură		Substanță <sup>a</sup>	Tip <sup>b</sup>
	<i>T<sub>90</sub></i> /K	<i>t<sub>90</sub></i> /°C		
1	505,078	231,928	Sn	S
2	692,677	419,527	Zn	S
3	933,473	660,323	Al	S
4	1234,93	961,78	Ag	S
5	1337,33	1064,18	Au	S
6	1357,77	1084,62	Cu	S

<sup>a</sup> Toate substanțele au o compoziție izotopică naturală

<sup>b</sup>Simbolul S semnifică: punct de solidificare (temperatura la

presiunea normală, la care fazele solidă și lichidă sunt în echilibru

Incertitudinea de măsurare este evaluată în mod obișnuit pe baza unui model matematic al măsurării și a legii de propagare a incertitudinii. Singurele măsurări implicate în determinarea caracteristicii  $E = f(t_{90})$  a unui termocuplu Pt10%Rh/Pt sunt măsurările t.t.e.m. generate de termocuplu la punctele fixe. Astfel, funcțiile de modelare pentru aceste măsurări sunt de importanță critică. Identificarea mărimilor de intrare de care depinde măsurandul, caracterizarea acestora și reprezentarea lor în funcția de modelare sunt făcute pe baza fenomenelor fizice implicate în procesul de măsurare.

Articolul de față propune o metodologie pentru evaluarea practică a incertitudinii de etalonare a termocuplurilor Pt10%Rh/Pt la punctele fixe de definiție ale SIT-90. Implementarea și utilizarea modelului este exemplificată pentru un set de date de intrare provenind din temele de cercetare ale Institutului Național de Metrologie și din literatura de specialitate. Procedura a fost deja aplicată în cadrul studiilor efectuate în INM privind stabilitatea etaloanelor naționale și de referință [4, 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 termocuplurilor Pt10%Rh/Pt la punctele fixe de definiție ale SIT-90, funcția de modelare exprimă matematic relația dintre măsurand - t.t.e.m.,  $E_t$ , determinată la temperatura fiecărui punct fix - și mărimile de intrare X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, ..., X<sub>N</sub> de care depinde acesta:

$$E_t = f(X_1, X_2, ..., X_N).$$
(1)

# **3 MĂRIMILE DE INTRARE**

Analiza influenței mărimilor de intrare de care depinde t.t.e.m. determinată la punctele fixe din Tabelul 1 are în vedere efectele sistematice și aleatorii provocate de:

#### • neomogenitățile termoelectrozilor

Deoarece t.t.e.m. a unui termocuplu este generată în porțiunile din termoelectrozi ce sunt expuse la gradienți de temperatură, principala sursă de incertitudine o reprezintă neomogenitățile care apar în aceste porțiuni în timpul utilizării termocuplului. Aceste neomogenități rezultă din producerea inevitabilă a  $Rh_2O_3$  în termoelectrodul format din aliaj (Pt10%Rh) și din variațiile de concentrație a vacanțelor din ambii termoelectrozi, în porțiunile expuse la temperaturi cuprinse între 500 °C și 850°C.

T.t.e.m. a unui termocuplu Pt10%Rh/Pt, recopt în conformitate cu procedurile indicate [6, 8, 9], nu este constantă pentru diferite adâncimi de imersie ale joncțiunii de măsurare în creuzetul cu metal. La solidificarea cuprului, de exemplu, t.t.e.m. variază ușor neregulat dar, în general, crește la o creștere a imersiei cu 10 cm. Variația maximă a t.t.e.m. este, în mod obișnuit, de 2 până la 4  $\mu$ V [6, 8, 9]. Această variație este provocată de neomogenitățile din termoelectrozi, rezultate din procesele menționate mai înainte. Recoacerea termocuplului face ca termoelectrozii să revină la starea lor omogenă originară dar, din nefericire, această stare nu poate fi menținută în timpul utilizării.

# • contaminarea termoelectrozilor

O altă sursă de incertitudine o constituie contaminarea termocuplului. Elemente ca Si, Al, P, Zn și Sn se combină cu Pt formând eutectice cu punct de topire coborât [6, 8], provocând fragilizarea termoelectrozilor și conducâd la ruperea acestora. Alte elemente, ca Ni, Fe, Co, Cr și Mn, pot afecta t.t.e.m. a termocuplului într-o măsură mai mare sau mai mică, dar contaminarea cu aceste elemente este posibil să nu provoace ruperea termoelectrozilor, putând fi detectată numai prin verificarea regulată a exactității termocuplului.

Contaminarea termoelectrodului din platină pură prin transferul rhodiului - cel mai probabil prin faza de oxid - de la termoelectrodul din aliaj poate fi eliminată prin utilizarea unui izolator continuu din alumină cu două canale, destinat să susțină și să protejeze termoelectrodul pe toată porțiunea sa aflată în zona cu gradient de temperatură.

Contaminarea prin reducerea aluminei poate fi evitată prin asigurarea condițiilor pentru accesul liber al aerului la termocuplu în timpul utilizării.

# • presiunea hidrostatică a metalului din celula de punct fix

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

În funcție de înălțimea coloanei de substanță topită, pe baza valorilor specificate în Tabelul 2 se calculează efectul presiunii hidrostatice asupra temperaturii punctelor fixe iar rezultatele măsurărilor se corectează corespunzător.

			I abelul 2	
Substanța	Valoarea atribuită temperaturii de echilibru <i>T<sub>90</sub>/</i> K	Variația temperaturii		
		cu presiunea <i>p</i> ( <i>dT/dp</i> )/(10 <sup>-8</sup> K · Pa <sup>-1</sup> ) <sup>*</sup>	cu adâncimea de imersie <i>h</i> ( <i>dt/dh</i> )/(10 <sup>-3</sup> K · m <sup>-1</sup> )**	
Staniu	505,078	3,3	2,2	
Zinc	692,677	4,3	2,7	
Aluminiu	933,473	7,0	1,6	
Argint	1234,93	6,0	5,4	
Aur	1337,33	6,1	10	
Cupru	1357,77	3,3	2,6	

\* Echivalent cu mK pe o atmosferă normală

\*\* Echivalent cu mK pe metr u de lichid

Presiunea de referință pentru punctele de solidificare este  $p_0 = 101 325$  Pa.

# • impuritățile chimice din substanța de punct fix

Metalele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare trebuie să aibă puritatea nominală de 99,9999 % pentru etalonarea cu cea mai mare exactitate. Pentru Sn şi Zn cu o puritate de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de 1 mK, aceasta depinzând, totuși, de impuritățile prezente; pentru Al şi Ag cu puritatea de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de "câțiva mK" [7].

# • 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 celulei 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.

# • presiunea gazului din celulele pentru puncte de solidificare

• Celulele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare sunt celule de tip etanş. Deoarece presiunea de referință pentru punctele de solidificare este presiunea atmosferică normală ( $p_0 = 101\ 325\ Pa$ ), aceste celule sunt etanşate 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).

#### • sistemul de măsurare a t.t.e.m

Mijlocul de măsurare a t.t.e.m. trebuie să aibă, pentru domeniul de măsurare cuprins între 0 mV și 11 mV, clasa de exactitate 0,001 și rezoluția de  $0,1 \mu$ V.

# • realizarea temperaturii joncțiunii de referință

Foarte importantă pentru utilizarea corectă a unui termocuplu este realizarea unei joncțiuni de referință stabile. O joncțiune de referință la 0 °C, sigură până la  $\pm$  0,01 °C, se realizează ușor prin utilizarea unui vas Dewar umplut cu un amestec de gheață pisată și apă distilată.

Pentru realizarea joncțiunii de referință, capetele libere ale termoelectrozilor se sudează fără flux cu două conductoare din cupru pur; cele două suduri se izolează una de cealaltă și se imersează într-un vas Dewar ce conține un amestec de gheață pisată și apă distilată. Joncțiunile termoelectrozi-conductoare din cupru se imersează în acest amestec la o adâncime suficientă (> 20 cm), rezultând, astfel, o temperatură de referință stabilă și exactă.

# 4 EVALUAREA INCERTITUDINII DE MĂSURARE LA PUNCTUL DE SOLIDIFICARE A ZINCULUI

Deoarece instalațiile și metodologia de lucru utilizate pentru materializarea celor șase puncte de solidificare sunt aproape identice, analiza și evaluarea incertitudinii de măsurare se va face pentru punctul de solidificare a 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 - t.t.e.m. generată de termocuplu la punctul de solidificare a zincului  $E_{Zn}$  - și mărimile de intrare de care depinde:

$$E_{Zn} = E_x + \delta E_x + \delta E_D + \delta E_N + \delta E_C + C_{0/Zn} \ \delta t_0 + C_{Zn} \ \delta t_{\phi} + C_{Zn} \ \delta t_i - C_{Zn} \ B_{Zn} \ \delta p_{Zn} - C_{Zn} \ A_{Zn} \ h_{Zn}$$
(2)

unde:

 $E_x$  - t.t.e.m. măsurată la punctul de solidificare a zincului;  $\delta E_x$  - corecția compensatorului determinată la etalonare;  $\delta E_D$  - deriva compensatorului;  $C_{Zn}$  - coeficientul de sensibilitate al termocuplului la temperatura de solidificare a zincului;  $\delta E_N$  - corecția efectului neomogenităților din termoelectrozi;  $\delta E_C$  - corecția influenței contaminării termoelectrozilor;  $C_L$  - corecția influenței contaminării termoelectrozilor;

 $C_{0/Zn}$  - coeficientul de sensibilitate al termocuplului la temperatura de topire a gheții;

- corecția abaterii față de 0 °C a temperaturii joncțiunii de referință;
- $\delta t_{\Phi}$  corecția influenței fluxurilor de căldură parazite;
- $\delta t_i$  corecția influenței diferitelor impurități chimice prezente în metal;
- $B_{Zn}$  coeficientul de variație a temperaturii punctului fix cu abaterea presiunii gazului din celulă față de presiunea de referință;
- $\delta p_{Zn}$  abaterea presiunii gazului din celulă de la presiunea de referință;
- $A_{Zn}$  coeficientul de variație a temperaturii cu adâncimea de imersie;
- $h_{Zn}$  adâncimea de imersie.

Un exemplu de utilizare a modelului este prezentat în continuare pentru setul valorilor de intrare arătat în Tabelul 3. Pentru economia notației, se va utiliza același simbol atât pentru mărime cât și pentru estimația sa.

# T.t.e.m. măsurată la punctul de solidificare a zincului, E<sub>x</sub>

Întrucât t.t.e.m. a unui termocuplu Pt10%Rh/Pt la punctul de solidificare a zincului se determină dintr-o serie de n=5 observații repetate și independente statistic ale mărimii  $E_x$ , efectuate în aceleași condiții de măsurare, avem de-a face cu o evaluare de tip A. În această situație, estimația mărimii de intrare este  $x_1=E_{x,med}$ , adică media aritmetică a celor 5 observații: 3,4449 mV. Incertitudinea standard asociată cu  $x_i$  este abaterea standard experimentală a mediei  $u(x_1)=s(x_1)=0,25 \ \mu$ V. În acest caz, distribuția de probabilitate este o distribuție *normală* iar coeficientul de sensibilitate  $c_1 = 1,0$ . Ca urmare, contribuția la incertitudinea standard compusă  $u_c$   $(E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_1)$  este:  $u_1(E_{Zn}) = 0,25 \ \mu$ V.

# Corecția compensatorului electric de curent continuu, $\delta E_x$

În certificatul de etalonare al compensatorului folosit sunt înscrise valorile corecțiilor ce trebuie să fie aplicate, incertitudinea extinsă asociată acestor corecții, de 0,1  $\mu$ V, fiind determinată pentru o distribuție *normală* și o valoare a factorului de extindere k = 2. Ca urmare, incertitudinea standard a estimației  $x_2 = -0,15 \mu$ V este  $u(x_2) = 0,05 \mu$ V. Coeficientul de sensibilitate este  $c_2 = 1,0$ . Ca urmare, contribuția la  $u_c(E_{Zn})$  a lui  $u(x_2)$  este:  $u_2(E_{Zn}) = 0,05 \mu$ V.

					Tabelul 3
Mărime	Estimație	Incertitudine standard	Mărime	Estimație	Incertitudine standard
$E_x$	3,4449 mV	0,25 µV	$\delta t_{\varPhi}$	0 °C	0,0035 °C
$\delta E_x$	- 0,15 μV	0,05 µV	$\delta t_i$	0°C	0,000 12 °C
$\delta E_D$	0 µV	0,06 µV	$B_{Zn}$	4,3 x 10 <sup>-8</sup> °C Pa <sup>-1</sup>	6x10 <sup>-10</sup> °C Pa <sup>-1</sup>
$\delta E_N$	0 μV	0,39 µV	$\delta p_{Zn}$	0 Pa	1x10 <sup>2</sup> Pa
$\delta E_C$	0 μV	0,18 μV	$A_{Zn}$	2,70 x 10 <sup>-3</sup> °C m <sup>-1</sup>	$6 \ge 10^{-5} \circ C m^{-1}$
$\delta t_0$	0 °C	0,012 °C	$h_{Zn}$	195 x 10 <sup>-3</sup> m	3 x 10 <sup>-3</sup> m

#### Deriva compensatorului electric de curent continuu, $\delta E_D$

Abaterea corecțiilor compensatorului față de ultima sa etalonare este estimată din istoria etalonărilor a fi  $x_3 = 0 \ \mu V$  în limitele a  $\pm 0,10 \ \mu V$ . Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții *dreptunghiulare* va fi  $u(x_3) = 0,06 \ \mu V$ . Coeficientul de sensibilitate este  $c_3 = 1,0$ . Ca urmare, contribuția la  $u_c (E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_3)$  va fi:  $u_3 (E_{Zn}) = 0,06 \ \mu V$ .

Corecția influenței neomogenităților din termoelectrozi,  $\delta E_N$ 

S-a estimat că, în urma aplicării tratamentului termic,  $x_4 = 0 \mu V$  în limitele a  $\pm 0,67 \mu V$ . Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții *dreptunghiulare* este:  $u(x_4) = 0,39 \mu V$ . Coeficientul de sensibilitate este  $c_4 = 1,0$ . Ca urmare, contribuția la  $u_c(E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_4)$  va fi:  $u_4(E_{Zn}) = 0,35 \mu V$ .

#### Corecția influenței contaminării termoelectrozilor, $\delta E_C$

S-a estimat că  $x_5 = 0 \mu V$  în limitele a  $\pm 0,32 \mu V$ . Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții *dreptunghiulare* este:  $u(x_5) = 0,18 \mu V$ . Coeficientul de sensibilitate este  $c_5 = 1,0$ . Ca urmare, contribuția la  $u_c (E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_5)$  va fi:  $u_5(E_{Zn}) = 0,18 \mu V$ .

# *Corecția datorată abaterii față de 0 °C a temperaturii joncțiunii de referință*, $\delta t_0$ Realizând în mod riguros punctul de topire a gheții și imersarea corespunzătoare a joncțiunii de referință, s-a constatat că $x_6 = 0$ °C în limitele a $\pm 0,02$ °C. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții *dreptunghiulare* este $u(x_6) = 0,012$ °C. Coeficientul de sensibilitate este $c_6 = C_{0/Zn}$ $= 5,37\mu$ V /°C. Ca urmare, contribuția la $u_c(E_{Zn})$ a incertitudinii standard $u(x_6)$ va fi: $u_6(E_{Zn}) =$

0,06µV.

#### Corecția influenței fluxurilor de căldură parazite, $\delta t_{\Phi}$

Pentru evaluarea diferitelor fluxuri de căldură de la și spre joncțiunea de măsurare a termocuplului, s-a determinat profilul pe verticală a temperaturii cuptorului. Presupunându-se că transferul termic este neglijabil la partea inferioară a tubului central al creuzetului, s-a măsurat diferența de temperatură, pe verticală, dintre un termometru cu rezistență din platină și interfața solid-lichid a punctului de solidificare. Metoda fiind prea grosieră, rezultatul obținut nu poate fi folosit ca o corecție dar poate fi luat în considerare la evaluarea incertitudinii. S-a estimat că  $x_7 = 0^{\circ}$ C în limitele a ± 0,006 °C. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuții dreptunghiulare* este  $u(x_7) = 0,0035$  °C. Coeficientul de sensibilitate este  $c_7 = C_{Zn} = 9,64$  µV /°C. Ca urmare, contribuția la  $u_c$  ( $E_{Zn}$ ) a incertitudinii standard  $u(x_7)$  va fi:  $u_7(E_{Zn}) = 0,033$  µV.

# Corecția influenței diferitelor impurități chimice, $\delta t_i$

Influența impurităților asuprar temperaturii de solidificare este dificil de evaluat. Puritatea nominală a zincului a fost de 99,9999 % dar puritatea efectivă a metalului în creuzet nu poate fi cunoscută. Chiar dacă natura și concentrația impurităților ar fi cunoscute, este practic imposibil (cu excepția cazului în care ar exista un singur tip de impurități) să se deducă abaterea corespunzătoare a temperaturii punctului de solidificare. Întrucât se știe [7] că dispersia valorilor temperaturii de solidificare a zincului cu puritatea de 99,9999 % este de 0,0002 °C, s-a estimat că  $x_8 = 0$  °C în limitele a  $\pm 0,0002$  °C. Incertitudinea standard de tip B a acestei distribuții *dreptunghiulare* este:  $u(x_8)=0,000$  12 mK. Coeficientul de sensibilitate este  $c_8 = C_{Zn} = 9,64$  µV /°C. Ca urmare, contribuția la  $u_c$  ( $E_{Zn}$ ) a incertitudinii standard  $u(x_8)$  va fi:  $u_8(E_{Zn}) = 0,001$  µV.

# Coeficientul de variație a temperaturii punctului fix cu abaterea presiunii gazului din celulă față de presiunea de referință, $B_{Zn}$

Conform Tabelului 2, estimația lui  $B_{Zn}$  este  $x_9 = 4,3 \times 10^{-8}$  K Pa<sup>-1</sup>. Incertitudinea standard de tip B a distribuției *dreptunghiulare* este:  $u(x_9) = 6 \times 10^{-10}$  K Pa<sup>-1</sup>. Coeficientul de sensibilitate este  $c_9 = C_{Zn} \delta p_{Zn} = 0$ . Ca urmare, contribuția *la u<sub>c</sub>* (*E<sub>Zn</sub>*) a incertitudinii standard  $u(x_9)$  va fi:  $u_9(E_{Zn}) = 0,000 \mu$ V.

# Abaterea presiunii gazului din celulă de la presiunea de referință, $\delta p_{Zn}$

Presiunea de referință pentru un punct de solidificare este de 101 325 Pa. Incertitudinea presiunii de umplere a celulei este convertită într-o incertitudine a temperaturii de solidificare prin coeficientul de temperatură  $B_{Zn}$ . S-a estimat că  $x_{10} = 0$  Pa. Incertitudinea standard de tip B a *distribuției dreptunghiulare* este:  $u(x_{10}) = 1 \times 10^2$  Pa iar coeficientul de sensibilitate  $c_{10} = C_{Zn} B_{Zn} =$ 

 $4 \times 10^{-7} \mu V$  /Pa. Ca urmare, contribuția la  $u_c$  ( $E_{Zn}$ ) a incertitudinii standard  $u(x_{10})$  va fi:  $u_{10}(E_{Zn}) = 0,00004 \mu V$ .

# Coeficientul de variație a temperaturii cu adâncimea de imersie, A<sub>Zn</sub>

Conform Tabelului 2, estimația lui  $A_{Zn}$  este  $x_{11} = 2,70 \times 10^{-3}$  K m<sup>-1</sup> iar incertitudinea standard de tip B a distribuției *dreptunghiulare* este:  $u(x_{11}) = 6 \times 10^{-5}$  K m<sup>-1</sup>. Coeficientul de sensibilitate este  $c_{11} = C_{Zn} h_{Zn} = 1,8798 \mu$ V m/K. Ca urmare, contribuția la  $u_c (E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_{11})$  va fi:  $u_{11}(E_{Zn}) = 0,0001 \mu$ V.

# Adâncimea de imersie, h<sub>Zn</sub>

Efectul presiunii hidrostatice a coloanei de metal lichid trebuie să fie corectat în funcție de distanța *h* dintre suprafața metalului și elementul sensibil al termometrului. Pentru celula cu zinc, estimația lui *h* este  $x_{12} = 195 \times 10^{-3}$  m. Deoarece valoarea lui *h* este cunoscută cu o exactitate de 1 cm, se poate admite că estimația  $x_{12}$  este cuprinsă cu probabilitate egală într-un interval având semilărgimea a = 1 cm 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:  $u(x_{12}) = 5,78 \times 10^{-3}$  m. Coeficientul de sensibilitate este  $c_{11} = C_{Zn} A_{Zn} = 0,026 \mu V m^{-1}$ . Ca urmare, contribuția la  $u_c(E_{Zn})$  a incertitudinii standard  $u(x_{11})$  va fi:  $u_{11}(E_{Zn}) = 0,0002 \mu V$ .

Contribuțiile incertitudinilor asociate acestor ultime cinci mărimi de intrare fiind extrem de mici, nu vor fi luate în considerare la calculul incertitutidinii standard compuse,  $u_c(E_{Zn})$ .

În Tabelul 4 sunt prezentate valorile coeficienților de sensibilitate și ale contribuțiilor incertitudinilor standard la  $u_c(E_{Zn})$ , calculate pentru fiecare mărime de intrare.

Presupunând că toate mărimile de intrare sunt necorelate, incertitudinea standard compusă asociată cu  $E_{Zn}$ ,  $u_c(E_{Zn})$ , se determină folosind legea de propagare a incertitudinilor pentru mărimide intrare necorelate, care devine:

$$u_c^2(E_{Zn}) = \sum_{i=1}^7 \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i)$$
(3)

unde  $x_1, x_2, ..., x_7$  sunt estimațiile de intrare și *f* este funcția de modelare (1), cu forma sa analitică dată de ecuația (2). Pentru setul de valori prezentate în Tabelul 3, valoarea incertitudinii standard compuse asociate cu  $E_{Zn}$  este  $u_c(E_{Zn})=0.51 \mu$ V, adică 0.053°C.

			Tabelul 4
$X_i$	$c_i = ?f/?x_i$	$u_i(E_{Zn})/\mu V$	
Ex	1,0	0,25	
$\delta Ex$	1,0	0,05	
$\delta E_D$	1,0	0,06	
$\delta E_N$	1,0	0,39	
$\delta E_C$	1,0	0,18	
$\delta t_0$	5,37 μV/°C	0,06	
$\delta t_{\Phi}$	9,64 μV/°C	0,03	

Graficul din Fig. 1 prezintă cele mai mari varianțe contributive ale mărimilor de intrare, care rezultă din Tabelul 4. Neomogenitățile din termoelectrozi furnizează contribuția dominantă la  $u_c(E_{Zn})$ . Alte contribuții importante provin din dispersia rezultatelor măsurărilor și din incertitudinea de evaluare a contaminării termoelectrozilor. Celelalte mărimi de intrare au o contribuție mică sau neglijabilă la incertitudinea de etalonare la punctul de solidificare al zincului.



#### 5 **CONCLUZII**

Procedura de evaluare prezentată în acest articol indică etapele care trebuie să fie parcurse la evaluarea incertitudinii de etalonare a termocuplurilor Pt10%Rh/Pt la punctele fixe de definitie ale SIT-90. Stabilirea functiilor de modelare și a parametrilor sau mărimilor de influentă care afectează t.t.e.m. determinată la punctele fixe, precum si analizarea acestor influente, fac procedura accesibilă tuturor persoanelor care etalonează termocupluri Pt10%Rh/Pt la punctele fixe de de definiție ale SIT-90; procedura stabilește modul de evaluare a estimației, a incertitudinii standard asociată cu aceasta, a coeficientului de sensibilitate si, respectiv, a contributiei  $u_i(y)$  la incertitudinea standard compusă u<sub>c</sub>(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] The International Practical Temperature Scale of 1968, Amended Edition of 1975, Metrologia 12, 7, 1976 Échelle internationale de température de 1990 (EIT-90), BIPM, 1990

[2] Échelle internationale de température de 1990 (EIT-90), BIPM, 1990
[3] SR 13 434:1998, Ghid pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare
[4] Tema A 11:1998, Caracterizarea metrologică și comportarea în timp a termocuplurilor Pt10%Rh/Pt etaloane secundare

[5] Tema A5:1999, Determinarea stabilității caracteristicilor metrologice ale etalonului național al unității de temperatură în domeniul temperaturilor medii

[6] Supplementary Information for the IPTS -68 and EPT-76; BIPM, Monography, 1983

[7] Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, BIPM, 1990

[8] Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990, BIPM, Pavillon de Breteuil, F-92310 Sèvres, 1990

[9] E. Renaot, "Noble metal thermocouples for the approximation of the ITS-90", Workshop of the WG 3 of the CCT and EUROMET on uncertainties and CMCs in the field of thermometry. Berlin, February 2001