

# 用于标准铂电阻温度计的固定点装置校准规范

## 1 范围

本规范适用于-189.3442℃~961.78℃范围中用于分度高温铂电阻温度计及标准铂电阻温度计的固定点装置的校准。(以下简称固定点装置)(高温铂电阻温度计及标准铂电阻温度计简称铂电阻温度计)

## 2 引用文献

1990《国际温标宣贯手册》

JJG160-1992《标准铂电阻温度计检定规程》

JJG716-1991《0℃~419.527℃工作基准铂电阻温度计检定规程》

JJG859-1994《标准长杆铂电阻温度计检定规程》

JJG985-2004《高温铂电阻温度计工作基准装置检定规程》

使用本规范时,应注意所有上述引用文献的现行有效版本。

## 3 概述

定义固定点是国际温标中所规定的可复现的平衡温度。

ITS-90在-189.3442℃~961.78℃温度范围共有九个定义固定点,分别为:银凝固点,铝凝固点,锌凝固点,锡凝固点,铟凝固点五个凝固点,水三相点,汞三相点,氩三相点三个三相点以及镓熔点。

三相点是指单组分(一种纯物质)中三个相在平衡共存时的温度。

熔点与凝固点均定义为在标准大气压(101.325kPa)下纯物质的固相与液相两相平衡温度。

固定点容器是指装有可实现温标定义固定点温度的高纯物质的容器。

固定点中金属的纯度要求不低于99.9999%(按质量)。水三相点瓶中的水应采用按ITS-90国际温标要求的纯水,而氩三相点采用的氩气不得低于99.9999%(按质量)。

定义固定点装置是铂电阻温度计分度的装置。

定义固定点装置包括固定点容器、定点炉、恒温槽。

### 3.1 各定义固定点的温度值及 $W_r(t)$ 值

表1 定义固定点的温度值及 $W_r(t_{90})$ 值

No	固定点	温度		$W_r(t_{90})$
		$t_{90} / ^\circ\text{C}$	$T_{90} / \text{K}$	
1	银凝固点	961.78	1234.93	4.28642053
2	铝凝固点	660.323	933.473	3.37600860
3	锌凝固点	419.527	692.677	2.56891730
4	锡凝固点	231.928	505.078	1.89279768
5	铟凝固点	156.5985	429.9146	1.60980185
6	镓熔点	29.7646	302.9146	1.11813889
7	水三相点	0.01	273.16	1.00000000
8	汞三相点	-38.8344	234.3156	0.84414211
9	氩三相点	-189.3442	83.8058	0.21585975

3.2 温度值的定义及内插方法

1990 年国际温标 (ITS—90) 规定在 -189.3442℃~961.78℃温区内的温度值由在一组规定的定义固定点分度的铂电阻温度计确定。

温度值由下式确定：

$$W(t) = R(t) / R(0.01^\circ\text{C}) \dots\dots\dots (1)$$

式中， $W(t)$  为铂电阻温度计在温度  $t$  的电阻值与水三相点温度 (0.01℃) 的电阻值的比值。

3.3 符号说明

$R_{tp}$  为铂电阻温度计在水三相点 (0.01℃) 的电阻值；

$W_{Ag}$  为铂电阻温度计在银凝固点 (961.78℃) 的电阻值  $R_{Ag}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Al}$  为铂电阻温度计在铝凝固点 (660.323℃) 的电阻值  $R_{Al}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Zn}$  为铂电阻温度计在锌凝固点 (419.527℃) 的电阻值  $R_{Zn}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Sn}$  为铂电阻温度计在锡凝固点 (231.928℃) 的电阻值  $R_{Sn}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{In}$  为铂电阻温度计在铟凝固点 (156.5985℃) 的电阻值  $R_{In}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W(100^\circ\text{C})$  为铂电阻温度计在 100℃ 的电阻值  $R(100^\circ\text{C})$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Ga}$  为铂电阻温度计在镓熔点 (29.7646℃) 的电阻值  $R_{Ga}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Hg}$  为铂电阻温度计在汞三相点 (-38.8344℃) 的电阻值  $R_{Hg}$  与  $R_{tp}$  的比值；

$W_{Ar}$  为铂电阻温度计在氩三相点 (-189.3442℃) 的电阻值  $R_{Ar}$  与  $R_{tp}$  的比值；

4 计量特性

4.1 固定点复现装置

各种固定点复现装置包括：水三相点容器及保温装置，镓熔点装置，铟凝固点装置，锡凝固点装置，锌凝固点装置，铝凝固点装置，银凝固点装置，汞三相点装置及氩三相点装置。均应满足复现过程要求。

4.2 金属凝固点装置的温场要求

4.2.1 金属凝固点装置包括固定点容器和定点炉。在首次使用、每使用二年以及修理后使用时，需对其容器内垂直温场进行检查。垂直温场应在比凝固点温度高 1.5℃~3℃时的稳定状态下测量。从固定点容器中心管底部起 150mm (用于二等的小固定点炉为 120mm) 范围内最大温差要求小于或等于表 2 规定。

表 2 定点炉容器内最大温差 单位：℃

定 点 炉		银	铝	锌	锡	铟
最大 温差	工作基准	0.7	0.6	0.5	0.5	0.5
	一等标准	0.9	0.8	0.7	0.6	0.6

4.2.2 镓、水、汞、氩四个定义固定点装置不做温场检查。

4.3 定义固定点温坪的要求

应按校准周期对各个固定点装置温坪的温度变化进行检查。在温坪开始到结束的过程中始终用一支铂电阻温度计测量，记录温坪曲线。当铂电阻温度计的测量值的变化小于（或大于）0.5mK/10min 时可视为温坪开始（或结束），整个温坪的 15%至 85%之间的温度变化值要求小于或等于表 3 规定。

表 3 固定点温坪曲线的温度变化要求 单位：mK

固定点	工作基准装置的凝固点温坪曲线的温度变化	一等标准装置的凝固点温坪曲线的温度变化
银凝固点	1.5	2.0
铝凝固点	1.5	2.0
锌凝固点	1.0	1.5
锡凝固点	1.0	1.5
铟凝固点	1.0	1.5
镓熔点	0.8	1.2
汞三相点	1.0	1.5
氩三相点	1.0	1.5

4.4 固定点装置的复现性

新建及更换的固定点整套装置应进行复现性试验。每个点用不少于 6 次的复现结果的标准偏差按式（2）计算，其值换算成温度要求小于或等于表 4 的规定。

表 4 固定点的复现性要求 单位：mK

固定点	工作基准装置	一等标准装置
银凝固点	6.0	12
铝凝固点	4.5	9.0
锌凝固点	1.5	3.0
锡凝固点	1.3	2.6
铟凝固点	1.0	2.0
镓熔点	0.6	1.2
水三相点	0.5	1.0
汞三相点	1.5	3.0
氩三相点	1.5	3.0

$$s(x) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 / (n-1)} \dots\dots\dots (2)$$

式中：x …… 单次复现结果；  
 $\bar{x}$  …… 多次复现结果的平均值；  
 n …… 复现次数。

4.5 固定点装置复现要求

固定点装置的复现应按铂电阻温度计的检定周期用三支铂电阻温度计每二年进行复现，也可进行比对。作为标准器的铂电阻温度计在固定点的复现值与其上级单位检定结果差值换算为温度差值要求小于或等于表 5 所规定的数值。

表 5 温度计在配套固定点的复现值与上级检定结果的差值要求 单位：mK

项目	$R_{tp}$	$W_{Ag}$	$W_{Al}$	$W_{Zn}$	$W_{Sn}$	$W_{In}$	$W_{Ga}$	$W_{Hg}$	$W_{Ar}$
工作基准装置	3.0	7.0	7.0	3.5	3.0	2.5	2.0	1.5	3.0
一等标准装置	4.0	15.0	15.0	7.0	6.0	5.0	4.0	3.0	6.0

5 校准条件

5.1 环境要求

5.1.1 环境条件：环境温度（20±5）℃，相对湿度在 15%~80%范围。

5.1.2 室内要有冷却水通道及接地电阻小于 0.5 Ω 的屏蔽地线。

### 5.2 标准器

校准各固定点装置所使用的标准器其指标应符合标准铂电阻温度计的检定规程要求，并检定合格的三支铂电阻温度计。

### 5.3 电测设备

测量铂电阻温度计的电测设备为测温电桥，配工作基准装置的测温电桥要求在引用修正值后测量电阻值的相对误差不大于  $2 \times 10^{-6}$ 。配一等标准的测温电桥要求不大于  $1 \times 10^{-5}$ 。如需配用标准电阻，其标准电阻的环境温度应满足准确度要求。允许使用技术指标不低于此要求的其它电测设备。

## 6 校准项目和校准方法

### 6.1 校准项目(应根据所建标的分温区选择固定点)

表 6 校准项目内容

项目	$R_{tp}$	$W_{Ag}$	$W_{Al}$	$W_{Zn}$	$W_{Sn}$	$W_{In}$	$W_{Ga}$	$W_{Hg}$	$W_{Ar}$
工作基准装置	+	+	+	+	+	+	+	+	+
一等标准装置	+	+	+	+	+	+	+	+	+

“+”为应校项目。

### 6.2 校准方法

校准顺序为  $R_{tp} \rightarrow R_t \rightarrow R_p$ 。每个温坪用三支铂电阻温度计，在至少两个温坪上取值，然后取每支铂电阻温度计两个温坪的平均值做最后的校准结果。

任何固定点的  $W_t$  值确定均采用  $W_t = R_t / \overline{R_{tp}}$ ，其中  $\overline{R_{tp}}$  是固定点  $t$  前后两次的  $R_{tp}$  平均值。

固定点复现后的数据处理均见 6.3.2。

#### 6.2.1 $R_p$ 的复现

水三相点瓶冻制；

水三相点瓶冻制前，应放在冰槽中预冷 1~2 小时，然后用无水乙醇将温度计阱冲洗干净，向阱中不断地加入液氮或干冰，从阱底部开始逐步分层冻制到液面使阱周围冻成一层厚度约 10mm 的均匀冰套，要随时防止液面冻结。将稍高于 0℃ 的水倒入阱中，使冰套内融可自由转动，将水从阱中完全排出，换入预冷好的水后保持在冰槽中。

水三相点瓶的使用与测量；

水三相点瓶冻制后应保持 24 小时再使用，使用时应保持冰套能自由转动，铂电阻温度计应在预冷后再插入水三相点瓶中。当铂电阻温度计达到热平衡后，开始读数。首先读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，然后测量自热效应，再读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值。取测自热效应前后两次  $R_p$  的平均值  $\overline{R_p}$ 。按 6.3.2 修正后作为铂电阻温度计在水三相点的电阻值  $R_p$ 。

#### 6.2.2 $W_{Ag}$ 、 $W_{Al}$ 的复现

$W_{Ag}$ 、 $W_{Al}$  的复现可采用如下方法：当固定点容器内的金属熔化后，将炉温控制在比凝固点高 1.5℃~3℃ 的范围内。观察监视用的铂电阻温度计在固定点容器中的温度变化，若在 10 分钟

内温度波动小于  $0.1^{\circ}\text{C}$ ，即可以  $0.10^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 0.15^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率降温，当监视铂电阻温度计数值停止下降并开始回升时，立即取出铂电阻温度计，插入一支清洗好常温的石英管诱导 1 分钟。然后将清洗好的温度计插入固定点炉中，同时将炉温控制在比凝固点约低  $1^{\circ}\text{C}$  的温度上。铂电阻温度计达到热平衡后，开始读数。首先读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，然后测量自热效应，再读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，前后读数的差值要求小于或等于  $0.4\text{mK}$ ，取其平均值  $\overline{R_{Ag}}$ 、 $\overline{R_{Al}}$ 。按 6.3.2 修正后作为温度计在银凝固点及铝凝固点的电阻值  $R_{Ag}$ 、 $R_{Al}$ 。

第二、第三支复现的铂电阻温度计在插入前须进行  $700^{\circ}\text{C}$ （或  $650^{\circ}\text{C}$ ）预热。分度完后的温度计要立即插回  $700^{\circ}\text{C}$ （或  $650^{\circ}\text{C}$ ）的退火炉中进行 2 小时（或 1.5 小时）的退火处理，退火后的温度计在退火炉中随炉温降到  $420^{\circ}\text{C}$  以下方可取出。

$R_{Ag}$ 、 $R_{Al}$  测量完毕并退火后的铂电阻温度计，应立即测量  $R_p$  值。

### 6.2.3 $W_{Zn}$ 、 $W_{In}$ 的复现

$W_{Zn}$ 、 $W_{In}$  的复现可采用如下方法：当固定点容器内的金属样品完全熔化后，将定点炉的炉温控制并保持在比凝固点高  $1.5^{\circ}\text{C}\sim 3^{\circ}\text{C}$  的范围内。用一支作监视的铂电阻温度计插入固定点容器中观察其温度变化，若在 10 分钟内温度波动小于  $0.1^{\circ}\text{C}$ ，即可以  $0.10^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 0.15^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率降温，当监视铂电阻温度计的温度数值停止下降并开始回升时，立即取出监视铂电阻温度计，插入一支常温的石英管诱导 1 分钟后取出。同时将炉温控制并保持在比凝固点低约  $1^{\circ}\text{C}$  的温度上。当插入的铂电阻温度计达到热平衡后，开始读数。首先读取铂电阻温度计通过规定电流的数值，然后测量自热效应，再读取铂电阻温度计通过规定的电流的数值，前后读数的差值换算为温度值要求小于或等于  $0.3\text{mK}$ ，取其平均值  $\overline{R_{Zn}}$ 、 $\overline{R_{In}}$ 。按 6.3.2 修正后作为在锌凝固点、铟凝固点的电阻值  $R_{Zn}$ 、 $R_{In}$ 。

$R_{Zn}$ 、 $R_{In}$  测量完毕后的铂电阻温度计，应立即测量  $R_p$ 。

第二、第三支被复现的铂电阻温度计在插入前须进行  $420^{\circ}\text{C}$ （或  $156^{\circ}\text{C}$ ）预热。

### 6.2.4 $W_{Sn}$ 的复现

$W_{Sn}$  的复现可采用如下方法：当固定点容器内的金属锡完全熔化后，将定点炉的温度控制并保持在比凝固点高  $1.5^{\circ}\text{C}\sim 3^{\circ}\text{C}$  范围内，用一支监视用的铂电阻温度计插入固定点容器中观察其温度变化，若在 10 分钟内温度波动小于  $0.1^{\circ}\text{C}$  时，即可使熔锡以  $0.10^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 0.15^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率降温。当监视的铂电阻温度计其数值低于锡凝固点数值时，可取出铂电阻温度计，将室温下的不锈钢棒插入容器，并同时接通容器均热块的通气管，吹入惰性气体或干燥空气（压缩空气）使锡迅速冷却。1 分半钟至 2 分钟后取出不锈钢棒后再插入监视用的铂电阻温度计，如其电阻值已上升至接近温坪数值，取出铂电阻温度计，将铂电阻温度计插入锡凝固点炉中，同时快速将固定点炉的炉温控制并保持在比凝固点低约  $1^{\circ}\text{C}$  的温度上。铂电阻温度计达到热平衡后，开始读数。首先读取温度计在规定测量电流的数值，然后测量自热效应，再读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，前后读数的差值要求小于或等于  $0.3\text{mK}$ ，取其平均值  $\overline{R_{Sn}}$ 。按 6.3.2 修正后作为温度计在锡凝固点的电阻值  $R_{Sn}$ 。

$R_{Sn}$  测量完毕后的铂电阻温度计，应立即测量  $R_p$ 。

第二、第三支被复现的铂电阻温度计在插入前须进行 231℃ 预热。

### 6.2.5 $W_{Ga}$ 的复现

镓熔点容器内的金属在使用前应使其处于固态，使用时将容器放入可控温的复现装置（可以是干体炉或液体槽）中，将其温度控制并保持在比熔化点温度高 1.5℃~3℃ 范围内，将铂电阻温度计插入其中，当铂电阻温度计到达温坪并平衡后，首先读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，然后测量自热效应，再读取铂电阻温度计在规定测量电流的数值，前后读数的差值要求小于或等于 0.3mK，取其平均值  $\overline{R_{Ga}}$ 。按 6.3.2 修正后作为铂电阻温度计在镓熔点的电阻值  $R_{Ga}$ 。

$R_{Ga}$  测量完毕后的铂电阻温度计，应立即测量  $R_p$ 。

### 6.2.6 $W_{Hg}$ 的复现

把汞三相点容器放入低温槽内，插入被复现铂电阻温度计。降低温槽内温度至 -46℃，使容器中的汞自然冷却。当确认汞完全凝固并出现过冷（约低于汞三相点温度 7℃）后，将恒温槽的温度回升至 -37℃，并控制在此温度附近，使汞缓慢熔化。监测铂电阻温度计电阻变化，当温坪出现后，即开始测量其电阻。如果在不少于 10 分钟内数个读数的最大差值换算为温度值要求小于或等于 0.2mK，则取数个读数的平均值  $\overline{R_{Hg}}$ 。按 6.3.2 修正后作为铂电阻温度计在汞三相点的电阻值  $R_{Hg}$ 。

$R_{Hg}$  测量完毕后的铂电阻温度计，应立测量  $R_p$ 。

### 6.2.7 $W_{Ar}$ 的复现

将液氮注入杜瓦瓶中，使氩三相点容器逐渐全部浸泡在液氮中，以保证氩全部冷凝。插入被检温度计，观测温度计的电阻变化，当确认氩全部凝固后，将杜瓦瓶注满液氮。增加液氮的蒸汽压（或用脉冲加热法），将温度控制在高于氩三相点 (0.3~0.5)℃ 范围内，使固态氩逐渐融化，当温坪出现后（10 分钟内温度变化小于 0.2mK）即可进行测量，即开始测量其电阻。如果在不少于 10 分钟内数个读数的最大差值换算为温度值要求小于或等于 0.2mK，取数个读数的平均值  $\overline{R_{Ar}}$ 。

按 6.3.2 修正后作为铂电阻温度计在氩三相点的电阻值  $R_{Ar}$ 。

$R_{Ar}$  测量完毕后的铂电阻温度计，应立即测定  $R_p$ 。

## 6.3 数据处理

### 6.3.1 温度值

在各固定点测得的  $W_i$  值与上级单位检定的三支铂电阻温度计证书上的  $W_i$  值相减，再由  $dW/dt$  求得其温度值。

下面列出各固定点的  $dW/dt$  以便使用。

表 7 各固定点的  $dW/dt$  值 单位:  $\text{mK}^{-1}$

项 目	$W_{Ag}$	$W_{Al}$	$W_{Zn}$	$W_{Sn}$	$W_{In}$	$W_{Ga}$	$W_{Hg}$	$W_{Ar}$
$dW/dt$ ( $1 \times 10^{-6}$ )	2.841	3.205	3.495	3.713	3.801	3.952	4.037	4.342

水三相点的测量结果与上级单位证书给出值的差值由  $R_p$  求, 一般  $R_p$  为  $25 \Omega$  约  $0.1 \Omega/^\circ\text{C}$ 。

$R_p$  为  $2.5 \Omega$  及  $R_p$  为  $0.25 \Omega$  的依此类推。

### 6.3.2 数据修正

铂电阻温度计在各固定点的测量值应进行静压、自热、电桥所配标准电阻的温度修正。如果金属固定点容器在凝固点温度充入的氩气压力与标准大气压差值的绝对值小于  $2.0\text{kPa}$ , 对凝固点温度的影响可忽略不计, 可不作气压修正, 否则需要进气压修正。

### 6.3.3 静压修正

$R_p, R_{Ag}, R_{Al}, R_{Zn}, R_{Sn}, R_{In}, R_{Ga}, R_{Hg}, R_{Ar}$  的静压修正后的电阻值

$$R_p = \overline{R_p} \times (1 + 2.91 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_p) \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$R_{Ag} = \overline{R_{Ag}} - \overline{R_p} \times 1.53 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_{Ag} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$R_{Al} = \overline{R_{Al}} - \overline{R_p} \times 5.13 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_{Al} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$R_{Zn} = \overline{R_{Zn}} - \overline{R_p} \times 9.44 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_{Zn} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$R_{Sn} = \overline{R_{Sn}} - \overline{R_p} \times 8.17 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_{Sn} \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$R_{In} = \overline{R_{In}} - \overline{R_p} \times 1.25 \times 10^{-7} \text{ cm}^{-1} \times l_{In} \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$R_{Ga} = \overline{R_{Ga}} + \overline{R_p} \times 4.74 \times 10^{-8} \text{ cm}^{-1} \times l_{Ga} \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$R_{Hg} = \overline{R_{Hg}} - \overline{R_p} \times 2.87 \times 10^{-7} \text{ cm}^{-1} \times l_{Hg} \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$R_{Ar} = \overline{R_{Ar}} - \overline{R_p} \times 1.43 \times 10^{-7} \text{ cm}^{-1} \times l_{Ar} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式 (3) (4) (5) (6) (7) (8) (9) (10) (11) 中的  $l_{**}$  为各固定点内样品液面至温度计感温元件的中部距离, 单位为  $\text{cm}$ 。

## 7 校准结果的表达

### 7.1. 校准信息

校准证书或报告应至少包括以下信息:

- a) 标题, 如“校准证书”或“校准报告”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果不在实验室进行校准);
- d) 证书或报告的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 送校单位的名称和地址;

- f) 被校准对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应对抽样程序进行说明;
- i) 对校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识, 以及签发日期;
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
  - o) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书或报告的声明。

## 7.2 校准数据

校准证书应给出标准器的证书数据及在本单位复现的数据, 以及两者之差。

$R_p / \Omega$  工作基准位数给到 0.1mK, 一等标准位数给到 1mK。

$W_{Ag}$ 、 $W_{Al}$ 、 $W_{Zn}$ 、 $W_{Sn}$ 、 $W_{In}$ 、 $W_{Ga}$ 、 $W_{Ar}$ 、 $W_{Hg}$  工作基准位数给出七位有效数字,

一等标准位数给出六位有效数字。

## 7.3 证书内容

证书上应给出三支温度计检定证书上的各固定点值与本次校准结果差值的绝对值, 以 mK 为单位, 给到小数点后第一位。

校准证书格式见附录 A。

## 7.4 证书结论

校准中三支铂电阻温度计至少两支符合规范中表 5 的要求, 则该固定点装置满足量传要求。

## 8 复校时间间隔

固定点装置的校准周期由用户自定, 建议不超过两年。

## 附录 A

### 校准证书(背面)格式

项 目	上级单位证书 数据	本单位校准 数据	差值(mK)
$R_{tp} / \Omega$			
$W_{Ag}$			
$W_{Al}$			
$W_{Zn}$			
$W_{Sn}$			
$W_{In}$			
$W_{Ga}$			
$W_{Hg}$			
$W_{Ar}$			

注：温度计按 1990 国际温标分度； $W(t) = R(t) / R_{tp}$ 。

以下空白

## 附录 B

### 基准铝凝固点不确定度评定

1998 年我国温度基准参加了国际计量局组织的关键比对, 为保证测量结果的等同性, 我们根据国际上不确定度统一评定准则, 对基准铝凝固点进行了重新评定。

对于铝凝固点的不确定度估算, 采用了以前课题的研究及估算。其数学模型如下:

当对铝凝固点进行复现时, 温度表示为  $t_x$

$$\delta t_x = \delta t_1 + \delta t_2 + \delta t_3 + \delta t_4 + \delta t_5$$

其中  $\delta t_1$  为复现性对铝凝固点温度的影响;

$\delta t_2$  为微量杂质引起的凝固温坪的变化;

$\delta t_3$  为在铝凝固点温坪时充入氩气对一个标准大气压偏离的影响;

$\delta t_4$  为水三相点的影响;

$\delta t_5$  为测量中电测设备非线性的影响。

#### B.1 标准不确定度分量

用统计方法求得的不确定度分量为 A 类标准不确定度。

在铝凝固点上, 是采用数支温度计进行多次复现。这些复现包含了电测设备的零位漂移、噪声及读数误差等随机性的不确定度。对于铝凝固点其复现次数为 8 次, 其复现性  $u_1 = 0.60 \text{ mK}$ , 自由度  $\nu_1 = 7$ 。

#### B.2 不确定度分量

铝凝固点上的 B 类不确定度分量有:

##### B.2.1 铝金属中的微量杂质引起的标准不确定度 $u_2$

微量杂质对于铝凝固温度的变化是其中最大的, 也是最重要的一项。选用 99.9999% (质量百分比), 其各种杂质的总含量不超过百万分之一。要定量估算这些微量杂质对凝固温度的影响, 目前仍然为一个待解决的问题。通常根据化学分析报告给出的杂质含量, 以及相的二元系相图中的液相线斜率估算。另一种是测定不同名义纯度样品的液相点之差, 并按热分析中杂质含量和液相点降低之间的关系式进行估算。也就是按热分析有关理论将溶化分数的倒数 ( $1/F$ ) 与液—固相平衡温度之间的曲线, 外推至  $1/F=0$  的点, 由此进行估算。按以上两种方法进行估算的结果均为  $0.40 \text{ mK}$ 。则其微量杂质引起的标准不确定度  $u_2 = 0.40 \text{ mK}$ , 认为该结果的不可靠性为 50%, 则其

自由度  $\nu_2 = 0.5^{-2} / 2 = 2$

### B.2.2 由气压偏离大气压引起的标准不确定度 $u_3$

压力的大小影响固定点两相共存的平衡温度。ITS—90 规定的铝凝固点温度是在一个标准大气压 ( $p_0 = 101.323 \text{ kPa}$ ) 下的固液平衡温度。固定点容器中充入的高纯氩气的压力是可调的, 其压力用 0.2 级精密真空压力表测量, 测量压力的不确定度为 0.2kPa, 实际上要求调节的不确定性不超过 1kPa。各容器气压的平均值相对于标准大气压应不超过 2kPa, 由此引起的液固相平衡温度变化产生的扩展不确定度如下:

$$dT = (dT / dp) \cdot \Delta p = 7.0 \times 2 / 100 = 0.14 \text{ mK}$$

均匀分布, 则其标准不确定度为:

$$u_3 = 0.14 \text{ mK} / \sqrt{3} = 0.08 \text{ mK}$$

由气压表的不确定度的引入误差影响, 认为其不确定度的不可靠性为 20%,

则  $\nu_3 = 0.20^{-2} / 2 = 12.5 \approx 12$

### B.2.3 水三相点引起的标准不确定度 $u_4$

由水三相点瓶中微量残余气体, 水中杂质、水分子中氢与氧同位素成分的影响, 静压力修正不准等原因, 都会引起实际的温度与理想的水三相点温度的偏离。水三相点的扩展不确定度为 0.22mK, 水三相点的不确定度对铝点测量值的影响可计算如下:

$$dt_{Al} = kdt_0 = (3.3760 \times 3.987 / 3.205) \times 0.22 = 0.92 \text{ mK}$$

均匀分布, 则标准不确定度  $u_4 = 0.92 / \sqrt{3} = 0.53 \text{ mK}$ ,

其不可靠性为 20%, 则自由度为:  $\nu_4 = 12$ 。

### B.2.4 电测设备非线性引起的不确定度 $u_5$

凡是在复现性中已包含的因素, 这里不应再重复估算。

这里只考虑测量电阻比  $W(t)$  的不确定度。根据电桥说明书及多次比对的结果, 电阻比的扩展不确定度为  $2 \times 10^{-7}$ , 均匀分布, 则在铝凝固点引起的标准不确定度为:

$$u_5 = \frac{W_{Al}}{dW(Al) / dt} \times 2 \times 10^{-7} / \sqrt{3} = 0.12 \text{ mK},$$

其不可靠性为 20%, 则自由度为:  $\nu_5 = 12$ 。

由液态金属静压改正量不准及热传导引起的不确定度很小, 可忽略不计。

## B.3 标准不确定度

由于各标准不确定度分量彼此无关, 则其相关系数为零。故合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2} = 0.91, \text{ 有效自由度 } \nu_{eff} = \frac{u_c^4}{\sum_{i=1}^5 \frac{u_i^2}{\nu_i}} = 18。$$

表

序号	不确定度分量来源	类别	铝凝固点 $u_i$ (mK)	自由度 $\nu_i$
1	复现性	A	0.60	7
2	由样品中微量杂质引起的	B	0.40	2
3	气压偏离大气压引起的	B	0.08	12
4	水三相点引起的	B	0.53	12
5	电测设备非线性引起的	B	0.12	12
	合成标准不确定度		0.91	18

#### B.4 扩展不确定度

扩展不确定度  $U = ku_c$ ，取置信水平 99%，包含因子  $k$  由置信水平与有效自由度决定，查  $t$  分布表，铝凝固点的包含因子  $k = t_p(\nu_{eff}) = 2.88$ ，由此可知铝凝固点的扩展不确定度为 2.62mK。