

TARTU ÜLIKOOL
Loodus- ja tehnoloogiateaduskond
Füüsika instituut

Riho Vendt

**TEMPERATUURI RIIGIETALONI VÄLJAARENDAMINE
EESTI VABARIIGIS**

Magistritöö rakendusfüüsika erialal

Juhendajad: Tartu Ülikooli füüsika instituudi
erakorraline teadur,
tehn dr Mart Noorma

AS Metrosert divisjonijuht,
tehn dr Toomas Kübarsepp

Tartu 2008

1	SISSEJUHATUS	4
2	RIIGIETALONID EESTIS	5
2.1	Riigietalonid	5
2.2	Riigietalonide väljaarendamise vajadus Eestis	5
2.3	Ettevalmistused temperatuuri riigietaloni väljaarendamiseks	6
2.4	Eesti riigi temperatuurietaloni väljaarendamise lähteülesanne	7
3	RAHVUSVAHELINE TEMPERATUURISKAALA ITS-90.....	8
3.1	ITS-90 kui termodünaamilise temperatuuriskaala praktiline lähend	8
3.2	Temperatuuriskaalat ITS-90 defineerivad kinnispunktid.....	11
3.3	Interpoleerivad termomeetrid ja interpolatsioonvalemid	12
3.3.1	Heelium-aururõhutermeeter	13
3.3.2	Heelium-gaastermomeeter	13
3.3.3	Plaatinatakistustermomeeter.....	14
3.3.4	Kiirgustermomeeter.....	16
3.4	Temperatuurimõõtmiste hierarhia ja ühiku edastamine	17
4	TEMPERATUURI RIIGIETALONI VÄLJAARENDAMINE	18
4.1	Tehniline tase ja jälgitavusskeem.....	18
4.1.1	Temperatuuriskaala sissetoomine	19
4.1.2	Temperatuuriskaala säilitamine.....	19
4.1.3	Temperatuuriskaala edastamine	20
4.2	Seadmed ning nende metrooloogiliste omaduste hindamine	20
4.2.1	Etalon-plaatinatakistustermomeetrid.....	22
4.2.2	Takistuspoolid	25
4.2.3	Takistuse mõõtesillad	27
4.2.4	Kinnispunktid	28
4.2.5	Võrdluskeskkond.....	29
4.2.6	Automaatne temperatuurikontroll ja andmehõive.....	34
4.3	Mõõtemudel ja -määramatuse koondtabel	34
4.4	Võrdlusmõõtmised ja rahvusvaheline koostöö	37
4.5	Eesti temperatuuri riigietaloni mõõtevõime	39
5	KOKKUVÕTE.....	40
6	DEVELOPMENT OF THE NATIONAL STANDARD FOR TEMPERATURE IN REPUBLIC OF ESTONIA	41

7	KIRJANDUSVIITED	42
8	LISAD	48

1 SISSEJUHATUS

Iga riik vajab hästitoimivat ja rahvusvaheliselt tunnustatud mõõtesüsteemi, mis võimaldab riigis sooritatavate mõõtmiste tulemusi seostada rahvusvahelise mõõtühikute süsteemiga SI [1]. Usaldusväärsed mõõtmistulemused on olulised teadusuuringutes, tööstuses, kaubanduses, riiklikus järelevalves, meditsiiniteenuste osutamisel ja keskkonnakaitstes. Lisaks riigisiseste mõõtetulemuste seostatuse kindlustamisele tuleb igal riigil täita ka rahvusvahelisi leppeid, mis aitavad tagada riikidevahelist kaupade ja teenuste vaba liikumist ning tugevdada riigi majanduslikku arengut ja konkurentsivõimet [2]. Eesti Vabariigis sätestab metrooloogilise infrastruktuuri toimimise „Mõõteseadus“, millest riigietalonid moodustavad ühe osa [3]. Lähtudes mõõteseaduse sätetest, rahvusvaheliselt tunnustatud reeglitest ning siseriiklikult sooritatavate mõõtmiste usaldusväärsuse tagamise vajadusest on käesoleva magistritöö eesmärgiks plaatinatakestustermomeetrite grupil põhineva Eesti temperatuuri riigietaloni väljaarendamine mõõtepiirkonnas (-40...+400) °C orienteeruva laiendmõõtemääramatusega 10 mK (tõenäosusnivool 95%, kattetegur $k = 2$) [4].

Käesoleva magistritöö teises peatükis mõtestatakse lahti mõisted „etalon“ ja „riigietalon“, kirjeldatakse riigietalonide väljaarendamise vajadust Eestis ja varasemaid ettevalmistusi Eesti temperatuuri riigietaloni väljaarendamisel, püstitakse lähteülesanne. Kolmandas peatükis antakse ülevaade rahvusvahelisest temperatuuriskaalast ITS-90. Neljandas peatükis — antud magistritöö põhiosas — määratletakse riigietaloni tehniline tase ja jälgitavusskeemi põhimõtteline ülesehitus. Valitakse lähteülesande täitmiseks vajalikud seadmed, hinnatakse konkreetsete seadmete omaduste sobivust püstitatud eesmärkide täitmisel ning analüüsitakse mõõtemääramatuse komponentide panuseid temperatuuriskaala säilitamisel ja edastamisel. Töö tulemused antakse mõõtemääramatuse koondtabelina, mis on aluseks ka Eesti temperatuuri riigietaloni mõõtevõime hindamisele. Lisades esitatakse käesoleva magistritöö tulemuste põhjal avaldatud teadusartiklid.

2 RIIGIETALONID EESTIS

2.1 Riigietalonid

Etalon — materiaalmõõt, mõõteriist või mõõtesüsteem, mis on ette nähtud mõõtühiku või sama liiki suuruse mõnede teiste väärtuste määratlemiseks, realiseerimiseks, säilitamiseks või reprodutseerimiseks — on põhiline vahend mõõtetulemuste jälgitavuse tagamisel. Mõõtetulemuse jälgitavus e seostatus on mõõtetulemuse või etaloni väärtuse omadus, mis võimaldab neid seostada sobiva lähtesuurusega (tavaliselt riigi- või rahvusvahelise etaloniga) katkematu võrdlusahela kaudu. Riigietalon on etalon, mis on riikliku õigusaktiga tunnistatud aluseks väärtuste omistamisel vaadeldava suuruse teistele etalonidele selles riigis [5]. Riigietalonide soetamise, säilitamise, arendamise, kalibreerimise ja kasutamisega tegelevad Eesti mõõteteenistuses riigietaloni laborid [3]. Riigietalonide peamine ülesanne on riigisiseste mõõtetulemuste seostatuse kindlustamine rahvusvahelise mõõtühikute süsteemiga SI [1].

2.2 Riigietalonide väljaarendamise vajadus Eestis

Riiklikult ülesehitatud ja rahvusvaheliselt tunnustatud mõõtesüsteemil on riigi toimimise ja konkurentsivõime toetamisel oluline roll [6]. Teadusuuringutes, tööstuses, kaubanduses, riiklikus järelevalves ning muudes valdkondades tehtud otsused ja järeldused tuginevad mõõtetulemustele. Usaldusväärsed mõõtetulemused on olulised nii tervishoius kui ka keskkonnakaitses [7]. Lisaks siseriikliku mõõteteenistuse organiseerimisele tuleb täita ka rahvusvaheliselt aktsepteeritud reegleid, mis on suunatud riikidevahelisele kaupade ja teenuste vabale liikumisele, mis omakorda soodustab riigi majanduslikku arengut ja konkurentsivõimet [2,8]. Rahvusvaheliselt väljakujunenud reegliteks on: a) riikliku metroloogia keskasutuse (RMKA) loomine ja käigushoidmine; b) Rahvusvahelise Kaalude ja Mõõtude Komitee liikmelisuse või kaalude ja mõõtude peakonverentsi assotsieerunud liikmelisuse tagamine RMKA tegevuse kaudu; c) osalemine regionaalse metroloogia-organisatsiooni töös; d) ühinemine rahvusvahelise leppega, mis kohustab RMKA-si väljastama samaväärseid kalibreerimis- ja mõõtetulemusi ning neid ka vastastikku tunnustama [9]. Rahvusvaheliste reeglite põhiidee on keskse institutsiooni eksistents, mille kaudu oleks tagatud mõõtmiste usaldusväärsus ja jälgitavus riigis ning rahvusvaheline koostöö [2]. Eesti riigil lasuvate rahvusvaheliste kohustuste täitmiseks, Eestis tegutsevate ettevõtete konkurentsivõime toetamiseks, uute toodete ja teenuste arendamiseks ning usaldusväärsete analüüsi- ja katsetulemuste kindlustamiseks on vajalik riiklik metroloogia arengukava, mis väljendab riiklikul tasemel püstitatud prioriteetide saavutamise püüdlusi [8]. Eesti riikliku

metroloogia arengukava koostamisel seati eesmärgiks avaliku ja erasektori jaoks rahvusvahelistele nõuetele vastava metrooloogilise infrastruktuuri rajamine. Arengukava ettevalmistamisel osales Eesti rahvusvahelistes projektides: a) Phare 99 projektis nr ES9903.1 „*Institution building of Regulatory Bodies Under Supervision of the Ministry of Economic Affairs — Metrology*”, mis keskendus tehnilise baasi ja inimressursside arenguvajaduste hindamise ning strateegilise planeerimise vajadustele metrooloogias; b) Phare 2001 projektis nr ES 0102.01 „Vastavushindamise infrastruktuuri arendamine metroloogia valdkonnas”, mille eesmärgiks oli saavutada mõõtetulemuste jälgitavus rahvusvahelise mõõtühikute süsteemini (SI) ja viia riikliku metrooloogiasüsteemi funktsioneerimine vastavusse Euroopa Liidu nõuetega [7]. Majandus- ja kommunikatsiooniministeeriumi tellimusel valmis 2002. a uuring kalibreerimisteenuste hetke- ja arendamisvajadustest Eesti ettevõtetes ning arendus- ja teadusorganisatsioonides [10]. Uuringu ülesandeks oli koguda ja töödelda andmeid Eestis sooritavatest mõõtmistest, mõõtepiirkondadest ning täpsuse tasemetest, mis on olulised ettevõtete konkurentsivõime säilitamiseks, toodete ja teenuste arendamiseks ning usaldusväärsete analüüsi- ja katsetulemuste kindlustamiseks. Eelnimetatud projektide ja uuringu aruannete alusel valmis „Eesti metroloogia arengukava aastateks 2004–2007“, mis nägi ette temperatuuri ja elektriliste suuruste riigietalonide väljaarendamist Eesti Metroloogia Keskasutuses AS Metrosert [7].

2.3 Ettevalmistused temperatuuri riigietaloni väljaarendamiseks

Endise Nõukogude Liidu koosseisus ei olnud Eestis riiklike etalonide olemasolu ette nähtud. Toonane mõõtesüsteem pidi kindlustama ainult töömõõtevahendite taatlemise Eesti NSV-s vastavalt Nõukogude Liidus kehtinud taatlusskeemidele [11]. Eesti taasiseseisvumise järel 1991. a augustis tekkis Eestis vajadus uue, rahvusvahelistele nõuetele vastava ning iseseisva riigi vajadusi rahuldava metroloogia infrastruktuuri väljaarendamiseks. Uue metroloogia infrastruktuuri väljatöötamist alustati juba samal aastal, mil rahandusministeeriumi alluvusse loodi riikliku institutsioonina Eesti Vabariigi Standardiamet eesmärgiga arendada ning koordineerida tegevusi standardimise, metroloogia ja akrediteerimise valdkonnas. Standardiameti ja Füüsika Instituudi metroloogia töörühma tihedas koostöös algatati 1992. a sihtprogramm „Etalon“, mille peamisteks eesmärkideks olid iseseisva Eesti Vabariigi vajadustele vastava metroloogia infrastruktuuri ja „Mõõteseaduse“ kavandi väljatöötamine ning Riigi Metroloogiakeskuse loomine. Loetletud eesmärgid sisaldasid ka Eesti Vabariigi arengu seisukohalt esmavajalike SI põhiühikute riiklike etalonide väljaarendamist, sealhulgas ka rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 reprodutseerimist [1,12]. Kooskõlastatult Eesti

Vabariigi Standardiametiga alustati 1994. a programmi „Etalon“ raames Tartu Ülikooli eksperimentaalfüüsika ja tehnoloogia instituudi rakendusfüüsika õppetooli juures PhD Olev Saksa juhendamisel ettevalmistusi temperatuuriskaala ITS-90 reprodutseerimiseks Eestis. Saavutatud tulemused on kokku võetud diplomitöös „Ettevalmistav uurimus rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 realiseerimiseks Eesti Vabariigis“ [13].

Riigi Metroloogiakeskus loodi 1995. a ning kohe alustati esimese riigietaloni — massietaloni — väljaarendamisega. Massietaloni väljaarendamisel tekkis kohe vajadus temperatuuriskaalaga ITS-90 seostatud temperatuuri täppismõõtmiste järele, sest temperatuur on massi mõõtmisel oluline mõjur [14]. Seetõttu soetati 1998. a massietaloni mõõtevõime toetamiseks esimesed seadmed, mis võimaldasid realiseerida temperatuuriskaalat ITS-90 primaartasemel temperatuurivahemikus vee kolmikpunktist (0,01 °C) galliumi sulamispunktini (29,7646 °C) [12].

2.4 Eesti riigi temperatuurietaloni väljaarendamise lähteülesanne

Lähtudes 2003. a väljatöötatud Eesti metroloogia arengukavast ning kalibreerimisteenuste arendamisvajaduste uuringu tulemustest, on Eesti riigi temperatuurietaloni väljaarendamise eesmärgiks luua Eestis sooritatavate temperatuurimõõtmiste seostatus SI-ga ja rahvusvahelise temperatuuriskaalaga ITS-90 läbi rahvusvaheliselt tunnustatud riigietaloni [1,7,10,12]. Platinatakistustermomeetrite grupil põhinev riigietalon peab tagama mõõtetulemuste seostatuse rahvusvahelise temperatuuriskaalaga ITS-90 mõõtepiirkonnas (-40...+400) °C orienteeruva laiendmõõtemääramatusega 10 mK (tõenäosusnivool 95%, kattetegur $k = 2$).

3 RAHVUSVAHELINE TEMPERATUURISKAALA ITS-90

3.1 ITS-90 kui termodünaamilise temperatuuriskaala praktiline lähend

Temperatuur on keha soojuslik olek, mis iseloomustab keha võimet anda ära soojust teistele kehadele. Isoleeritud süsteemis on kehad soojuslikus tasakaalus, kui nad ei vaheta omavahel soojust ülekande teel energiat. Sellisel juhul on nendel kehadel sama temperatuur. Mitme erineva temperatuuriga keha puhul tekib nende kehade vahel alati soojusvahetus, kuni süsteem on jõudnud soojuslikku tasakaalu. Kõrgem temperatuuriväärtus omistatakse nendele kehadele, mille võime soojust ära anda on suurem.

Temperatuuri mõõtmiseks vaatleme Carnot' tsüklil töötavat ideaalset soojusmasinat, mille kasutegur ei sõltu töötavast kehast, vaid ainult soojendi temperatuurist ϑ_1 ning jahuti temperatuurist ϑ_2 [15]. Temperatuuriväärtusi ϑ_1 ja ϑ_2 võib esitada mistahes tundmatu temperatuuriskaala järgi. Termodünaamilise analüüsi abil saab näidata, et temperatuuril ϑ_1 saadud soojushulga Q_1 ning temperatuuril ϑ_2 ära antud soojushulga Q_2 suhe sõltub ainult suhtest

$$\frac{Q_1}{Q_2} = \frac{\Theta(\vartheta_1)}{\Theta(\vartheta_2)}, \quad (1)$$

milles Θ on universaalne, ainult temperatuurist sõltuv funktsioon. William Thomson (lord Kelvin) näitas, et $\Theta(\vartheta_1) = T_1$ ja $\Theta(\vartheta_2) = T_2$ on termodünaamilised temperatuurid ning antud seost (1) saab kujul

$$\frac{Q_1}{Q_2} = \frac{T_1}{T_2} \quad (2)$$

kasutada termodünaamilise temperatuuriskaala defineerimiseks. Nii defineeritud temperatuuriskaala ei sõltu seejuures töötava keha valikust. Seose (2) abil saame moodustada suhteskaala olgugi, et mõõdetav suurus ei ole aditiivne [16]. Termodünaamilise temperatuuriskaala nullpunkti määrab termodünaamika teine seadus ning temperatuuriühiku defineerimiseks piisab ainult ühe suvalise skaalapunkti valimisest ja sellele punktile arvulise väärtuse omistamisest [16,17]. Rahvusvahelise kaalude ja mõõtude 10. peakonverentsil 1954. a valiti selleks defineerivaks punktiks vee kolmikpunkt, mille termodünaamilise temperatuuri väärtuseks omistati 273,16 kraadi Kelvinit [18]. Kaalude ja mõõtude 13. peakonverentsil 1967–1968. a otsustati temperatuuriühiku nimetus „kraadi Kelvinit“ asendada nimetusega „kelvin“ ning defineerida termodünaamilise temperatuuri ühik järgnevas sõnastuses: „Kelvin, termodünaamilise temperatuuri ühik, on 1/273,16 vee kolmikpunkti

termodünaamilisest temperatuurist“ [19–20]. Temperatuuriskaala ITS-90 rakendamise ajal oli küll teada, et vee kolmikpunkti temperatuur sõltub kasutatava vee isotoopkoostisest [21–23], kuid toleaegete parimate laborite mõõtevõimet arvestades ei peetud isotoopkoostise täpsustamist vajalikuks. Tänapäeva teadus- ja tööstuslaborite mõõtevõime on aga oluliselt paranenud ning seetõttu määratleti 2005. a täiendavalt, et temperatuuriühiku definitsioonis peetakse silmas vett, mis sisaldab 0,000 155 76 mooli ²H iga ¹H mooli kohta; 0,000 379 9 mooli ¹⁷O iga ¹⁶O mooli kohta ja 0,002 005 2 mooli ¹⁸O iga ¹⁶O mooli kohta [24]. Selline koostis vastab kokkuleppelisele maailmaookeani vee keskmisele koostisele (V-SMOW) [25–26].

Ajaloolistel põhjustel on tavaline, et termodünaamilist temperatuuri (tähis T) väljendatakse erinevusena jää sulamise temperatuurist $T_0 = 273,15$ K. Seda temperatuurierinevust

$$t = T - T_0 = T - 273,15 \text{ K} \quad (3)$$

nimetatakse Celsiuse temperatuuriks (tähis t). Celsiuse temperatuuri ühik on „*kraad Celsiust*“ (tähis °C), mis võrdub ühikuga „*kelvin*“ (tähis K). Tänapäeval on „*kraad Celsiust*“ seega erinimetus, mida kasutatakse „*kelvini*“ asemel [12]. Temperatuurivahemikke ja -erinevusi võib esitada nii kelvinites kui ka Celsiuse kraadides [12,19,20].

Rakendades termodünaamikat ja statistilist füüsikat ideaalsetele süsteemidele, saame tuletada mitmeid võimalusi termodünaamilise temperatuuri mõõtmiseks. Ideaalseid süsteeme tegelikkuses ei eksisteeri, kuid teatud lähenduses on ideaalilähedasi süsteeme võimalik luua. Näiteks piisavalt madalal rõhul käitub gaas sarnaselt ideaalse gaasiga. Enim rakendust leidnud termodünaamilise temperatuuri mõõtmise viisid on esitatud tabelis 1.

Termodünaamilise temperatuuri mõõtmiseks piisaks ainult termodünaamika seadustest ja nendel seadustel põhinevatest termomeetritest, kuid paraku on sellised (primaar-) termomeetrid väga keerulised ja tavarakendustes raskesti kasutatavad. Seetõttu on rahvusvaheliselt kokku lepitud praktilise temperatuuriskaala kasutamises, mis on defineerimise hetke teadmiste ja teadussaavutuste abil saavutatud parim termodünaamilise temperatuuriskaala lähend [27].

Viimati kehtestatud praktiline temperatuuriskaala — rahvusvaheline temperatuuriskaala ITS-90 (*The International Temperature Scale of 1990*) — pakub termodünaamilise temperatuuriskaala lähendust alates 0,65 K kuni kõrgeimate praktiliselt mõõdetavate temperatuurideni [12]. Lähendus rajaneb kolmele vahendile.

1. Erinevate puhaste ainete sulamis-, keemis- ja kolmikpunktidele e *kinnispunktidele*. Igale sellisele praktiliselt hästikorratavale tasakaalulisele faasisiirde punktile on omistatud temperatuuri arvvärtus — antud punkti termodünaamilise temperatuuri väärtuse parim teadaolev hinnang.
2. Nelja erinevat tüüpi *interpoleerivale termomeetritele*: heeliumi aururõhu termomeetritele; heeliumi või vesiniku gaastermomeetritele; platinatakestustermomeetritele ning kiirgustermomeetritele.
3. Iga interpoleeriva termomeetri tüübi jaoks kokkulepitud kujuga *interpolatsioonvalemitele*. Interpoleeriv termomeeter kalibreeritakse interpolatsioonvalemite suhtes, kas kahes või enam kinnispunktis.

Tabel 1. Termodünaamilise temperatuuri mõõtmiseks kasutatavad (primaar)termomeetrid ja nende tööpõhimõtet kirjeldavad valemid [23].

Konstantse ruumalaga gaastermomeeter	$pV = nkT$	p – gaasi rõhk, V – gaasi ruumala, n – gaasi molekulide arv.
Akustiline gaastermomeeter	$c_s^2 = \frac{\gamma kT}{m}$	c_s – heli kiirus gaasis, γ – gaasi isobaarilise ja isokoorilise erisoojuse suhe, m – gaasi molekulmass.
Dielektriline gaastermomeeter	$p = \frac{kT(\varepsilon - \varepsilon_0)}{\alpha_0}$	p – gaasi rõhk, ε_0 – elektriline konstant, ε – gaasi suhteline dielektriline läbitavus, α_0 – molekulide polariseeritavus.
Müratermomeeter	$\langle U^2 \rangle = 4kTR\Delta f$	$\langle U^2 \rangle$ – müra ruutkeskmine pingetakistus, R – takisti takistus, Δf – sagedusvahemik.
Kiirgustermomeeter	$M = \frac{2\pi^5 k^4}{15c^2 h^3} T^4$	M – musta keha kiirgavus.
Selektiivne kiirgustermomeeter	$L_\lambda = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1}$	L_λ – musta keha kirkus lainepikkusel λ .
k – Boltzmanni konstant;	h – Plancki konstant;	c – valguse kiirus.

3.2 Temperatuuriskaalat ITS-90 defineerivad kinnispunktid

Kinnispunkt on tasakaaluline suletud süsteem, mille temperatuur on määratud mingi füüsikalise protsessi poolt. Seetõttu on kinnispunktid universaalsed ja taastekitatavad. Temperatuuriskaala reprodutseerimiseks kasutatavates etalonides leiavad rakendust puhaste ainete faasisiirded. Temperatuuriskaalat ITS-90 defineerivad kinnispunktid koos vastavate temperatuuriväärtustega T_{90} on loetletud tabelis 2 (indeks '90' tähistab vastavust temperatuuriskaalale ITS-90).

Tabel 2. Temperatuuriskaalat ITS-90 defineerivad kinnispunktid koos vastavate temperatuuriväärtustega T_{90} . Indeks '90' tähistab vastavust temperatuuriskaalale ITS-90 [12].

Nr	Aine	Kinnispunkt	Temperatuur		dT/dP^* $\times 10^{-8}$ K/Pa	dT/dL^{**} $\times 10^{-3}$ K/m
			T_{90} (K)	T_{90} (°C)		
1	^3He või ^4He	aururõhu punkt aururõhu punkt	3...5	-270,15...-268,15		
2	e- H_2^{***}	kolmikpunkt	13,8033	-259,3467	34	0,25
3	e- H_2^{***} või ^3He või ^4He	aururõhu punkt gaastermomeeter gaastermomeeter	≈ 17	$\approx -256,15$		
4	e- H_2^{***} või ^3He või ^4He	aururõhu punkt gaastermomeeter gaastermomeeter	$\approx 20,3$	$\approx -252,85$		
5	Neon (Ne)	kolmikpunkt	24,5561	-248,5939	16	1,9
6	Hapnik (O_2)	kolmikpunkt	54,3584	-218,7916	12	1,5
7	Argoon (Ar)	kolmikpunkt	83,8058	-189,3442	25	3,3
8	Elavhõbe (Hg)	kolmikpunkt	234,3156	-38,8344	5,4	7,1
9	Vesi (H_2O)	kolmikpunkt	273,16	0,01	-7,5	-0,73
10	Gallium (Ga)	sulamispunkt	302,9146	29,7646	-2,0	-1,2
11	Indium (In)	tahkumispunkt	429,7485	156,5985	4,9	3,3
12	Tina (Sn)	tahkumispunkt	505,078	231,928	3,3	2,2
13	Tsink (Zn)	tahkumispunkt	692,677	419,527	4,3	2,7
14	Alumiinium (Al)	tahkumispunkt	933,473	660,323	7,0	1,6
15	Hõbe (Ag)	tahkumispunkt	1234,93	961,78	6,0	5,4
16	Kuld (Au)	tahkumispunkt	1337,33	1064,17	6,1	10
17	Vask (Cu)	tahkumispunkt	1357,77	1084,62	3,3	2,6

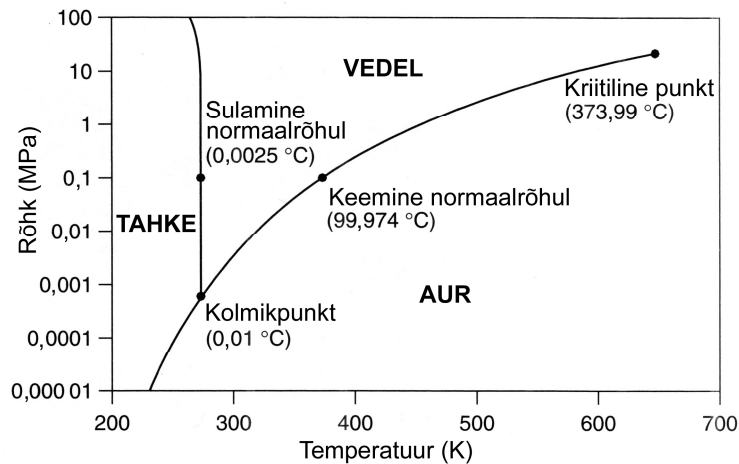
* dT/dP – kinnispunkti temperatuuri sõltuvus rõhust.

** dT/dL – kinnispunkti temperatuuri sõltuvus aine samba poolt tekitatud hüdrostaatilisest rõhust.

*** e- H_2 – tasakaaluline vesinik e vesinik, mille allotroopide (orto- ja paravesiniku) kontsentratsioonid on tasakaalulises olekus [28].

Teiste kinnispunktide seas erilisel kohal on temperatuuriühikut defineeriv vee kolmikpunkt — vee kolme faasi (vedelik, jää, aur) tasakaaluline olek, mis realiseerub alati ühel ja samal temperatuuril (joonis 1). Selline olek reprodutseeritakse muutumatu ruumalaga kvartsrakus

(joonis 2). Kolmikpunkti tekitamiseks külmutatakse raku osa veest jääks ning teatud stabiliseerumisaja möödumisel tekib selles raku faasidevaheline tasakaal. Kindlaid protseduure järgides jääb vee kolmikpunkti korratavus $\pm 0,1$ mK piiridesse ning parimal juhul on võimalik saavutada korratavus kuni ± 10 μK [12,23].



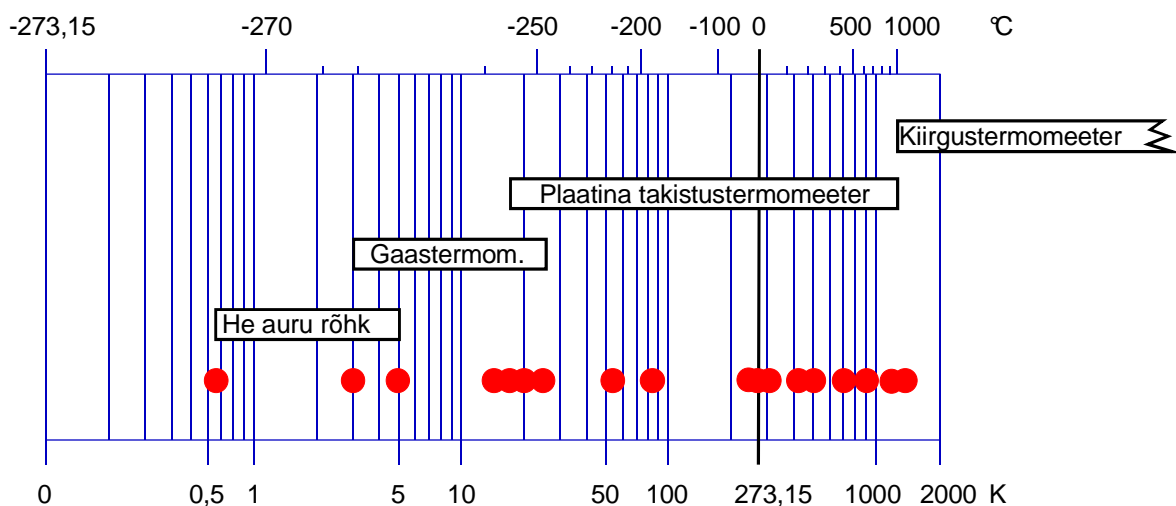
Joonis 1. Vee faasidiagramm [23].



Joonis 2. Vee kolmikpunkti rakk.

3.3 Interpoleerivad termomeetrid ja interpolatsioonvalemid

Interpoleeriv termomeeter defineerib temperatuuriskaala kinnispunktide vahelises piirkonnas. Interpoleerivate termomeetrite — heelium-auruõhutermostomeetri, heelium-gaastermomeetri, platinatakestustermomeetri ja kiirgustermomeetri — poolt defineeritavad temperatuurivahemikud on kujutatud joonisel 3.



Joonis 3. Erinevate interpolateerivate termomeetrite poolt defineeritavad temperatuuripiirkonnad. Täpid tähistavad kinnispunkte.

3.3.1 Heelium-aururõhutermeeter

Temperatuurivahemikus (0,65...5,0) K defineerib temperatuuri T_{90} He-aururõhu termomeeter tuginedes valemile

$$T_{90} / \text{K} = A_0 + \sum_{i=1}^9 A_i [(\ln p / \text{Pa} - B) / C]^i, \quad (4)$$

milles:

p – aururõhk;

i – summeerimisindeks;

A_0, A_i, B, C – konstandid, mille väärtused on toodud tabelis 3.

Tabel 3. Valemis (4) sisalduvate konstantide väärtused vastavalt erinevatele temperatuurivahemikele ja heeliumi isotoopidele [12].

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

3.3.2 Heelium-gaastermeeter

Temperatuurist 3,0 K kuni neooni kolmikpunktini (24,5561 K) defineerib temperatuuri T_{90} heelium-gaastermeeter, mis kalibreeritakse kolmel temperatuuril: ühes temperatuurivahemikku (3,0...5,0) K jäävas punktis, mille temperatuur määratakse p 3.3.1 kirjeldatud aururõhu termomeetriga, neooni kolmikpunktis (24,5562 K) ja tasakaalulise vesiniku kolmikpunktis (13,8033 K) kasutades interpolatsioonvalemit

$$T_{90} = \frac{a + bp + cp^2}{1 + B_x(T_{90}) N/V}, \quad (5)$$

milles:

p – rõhk;

N/V – gaasi tihedus, milles N on gaasi ainehulk ja V gaasi sisaldava kolvi ruumala;

x – ³He puhul 3 ja ⁴He puhul 4;

$$B_3(T_{90})/\text{m}^3\text{mol}^{-1} = \{16,69 - 336,98(T_{90}/\text{K})^{-1} + 91,04(T_{90}/\text{K})^{-2} - 13,82(T_{90}/\text{K})^{-3}\} \times 10^{-6} \quad (6)$$

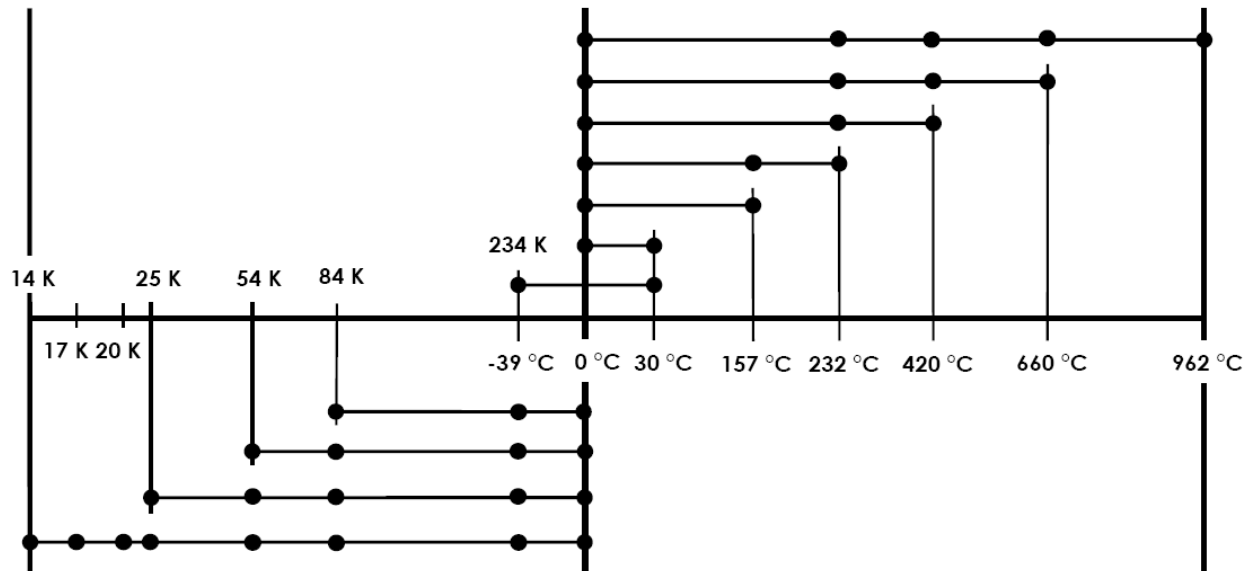
ja

$$B_4(T_{90})/\text{m}^3\text{mol}^{-1} = \{16,708 - 374,05(T_{90}/\text{K})^{-1} - 383,53(T_{90}/\text{K})^{-2} + 1799,2(T_{90}/\text{K})^{-3} - 4033,2(T_{90}/\text{K})^{-4} + 3232,8(T_{90}/\text{K})^{-5}\} \times 10^{-6} \quad (7)$$

koefitsiendid a , b , c arvutatakse mõõtmistest kolmes eelnimetud kinnispunktis.

3.3.3 Platinatakistustermomeeter

Tasakaalulise vesiniku kolmikpunktist (13,8033 K) hõbeda tahkumispunktini (961,78 °C) defineerib temperatuuriskaala platinatakistustermomeeter. Praktikas ei ole ainult ühe termomeetriga võimalik nii laia temperatuurivahemikku (13,8033 K...961,78 °C) piisava täpsusega katta. Seetõttu jagatakse platinatakistustermomeetri abil defineeritav temperatuurivahemik omakorda alampiirkondadeks (joonis 4).



Joonis 4. Temperatuuriskaala ITS-90 alampiirkonnad temperatuurivahemikus (13,8033 K...961,78 °C). Täpid tähistavad kinnispunkte, milles tuleb antud temperatuurivahemikku defineeriv takistustermomeeter kalibreerida [12].

Takistustermomeetri tööpõhimõtte aluseks on tundliku elemendi (nt platinatraadist mähise) elektrilise takistuse sõltuvus temperatuurist. Temperatuuriskaala esitamisel määratakse temperatuur T_{90} takistuste suhtest

$$W(T_{90}) = \frac{R(T_{90})}{R(273,15\text{K})} \quad (8)$$

Praktilised platinatakistustermomeetrid kalibreeritakse selle suhte erinevusena ideaal-termomeetrit kirjeldavast tugifunktsioonist

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}). \quad (9)$$

Valemis (8):

$R(T_{90})$ – takistustermomeetri tundliku elemendi takistus temperatuuril T_{90} ja

$R(276,16 \text{ K})$ – takistustermomeetri takistus vee kolmikpunkti temperatuuril (276,16 K).

Temperatuurivahemikus (13,8033...273,16) K on tugifunktsioon $W_r(T_{90})$ defineeritud kujul

$$\ln[W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln(T_{90} / 273,16 \text{ K}) + 1,5}{1,5} \right]^i, \quad (10)$$

millele vastab 0,1 mK täpsusega pöördfunktsioon

$$T_{90} / 273,16 \text{ K} = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r(T_{90})^{1/6} - 0,65}{0,35} \right]^i. \quad (11)$$

Võrrandites (10) ja (11) sisalduvad konstandid A_0, A_i, B_0 ja B_i on toodud tabelis 4.

Temperatuurivahemikus (0...961,78) °C on tugifunktsioon $W_r(T_{90})$ defineeritud kujul

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90} / \text{K} - 754,15}{481} \right]^i \quad (12)$$

millele vastab 0,13 mK täpsusega pöördfunktsioon

$$T_{90} / \text{K} - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right]^i. \quad (13)$$

Võrrandites (12) ja (13) sisalduvad konstandid C_0, C_i, D_0 ja D_i on toodud tabelis 4.

Tabel 4. Valemities (10), (11), (12) ja (13) sisalduvate konstantide väärtused [12].

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

Alampiirkondades, mille ülemiseks piiriks on vee kolmikpunkt (273,16 K), iseloomustab praktilisi plaatinatakistustermomeetreid funktsioon

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1]^2 + \sum_{i=1}^5 c_i [\ln W(T_{90})]^{i+n} \quad (14)$$

ning alampiirkondades, mille alumiseks piiriks on vee kolmikpunkt (273,16 K), funktsioon

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1]^2 + c[W(T_{90}) - 1]^3 + d[W(T_{90}) - W(660,323^\circ\text{C})]^2 \quad (15)$$

Konkreetset termomeetrit kirjeldavad kalibreerimiskonstandid a , b , c , ja d arvutatakse võrrandsüsteemist vastavalt kinnispunktides tehtud mõõtmistele. Alampiirkondadele vastavad interpolatsioonvalemid ja kalibreerimiseks kasutatavad kinnispunktid on loetletud tabelis 5.

Tabel 5. Takistustermomeetri abil defineeritava temperatuurivahemiku alampiirkondadele vastavad interpolatsioonvalemid ja kalibreerimispunktid [12].

Alampiirkonna alumine piir	Alampiirkonna ülemine piir	Interpolatsioonvalem	Kalibreerimispunktid *
13,8033 K	273,16 K	(14)	2–9
24,5561 K	273,16 K	(14)	2, 5–9
54,3584 K	273,16 K	(14)	6–9
83,8058 K	273,16 K	(14)	7–9
0,01 °C	961,78 °C	(15)	9, 12–15
0,01 °C	660,323 °C	(15), $d=0$	9, 12–14
0,01 °C	419,527 °C	(15), $c=d=0$	9, 12, 13
0,01 °C	231,928 °C	(15), $c=d=0$	9, 11, 12
0,01 °C	156,5985 °C	(15), $b=c=d=0$	9, 11
0,01 °C	29,7646 °C	(15), $b=c=d=0$	9, 10
-38,8344 °C	29,7646 °C	(15), $c=d=0$	8–10

* Kalibreerimispunkti number vastab tabeli 2 esimeses veerus toodud järjekorranumbrile.

3.3.4 Kiirgustermomeeter

Hõbeda tahkumispunktist (961,78 °C) kõrgematel temperatuuridel on temperatuuriskaala defineeritud Plancki seadusel põhineva kiirgustermomeetriga vastavalt seosele:

$$\frac{L_\lambda(T_{90})}{L_\lambda[T_{90}(X)]} = \frac{e^{\frac{c_2}{\lambda T_{90}(X)}} - 1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T_{90}}} - 1}, \quad (16)$$

milles: $L_\lambda(T_{90})$; $L_\lambda[T_{90}(X)]$ – musta keha kirkus vaakumis lainepikkusel λ ja temperatuuril T_{90} ;

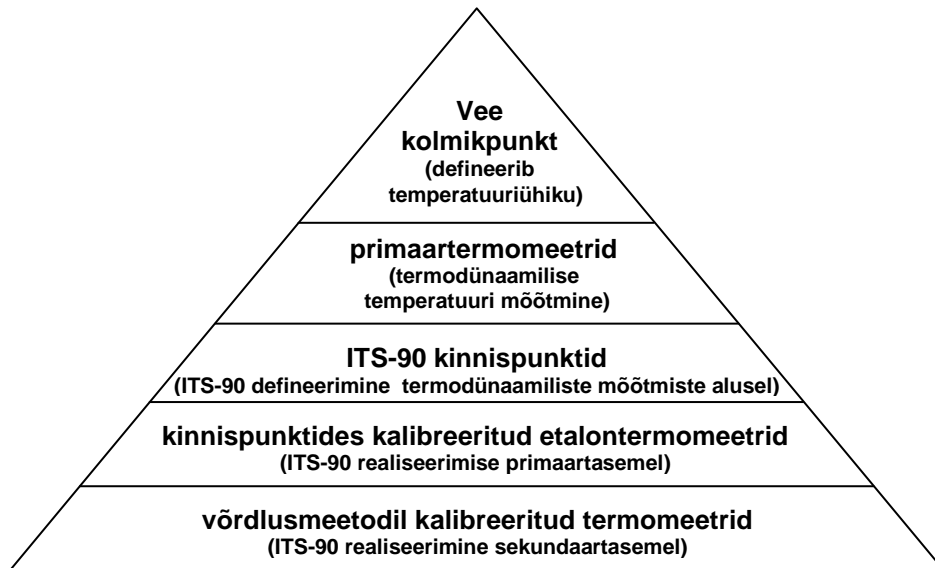
$T_{90}(X)$ – hõbeda $\{T_{90}(\text{Ag})=1234,93 \text{ K}\}$, kulla $\{T_{90}(\text{Au})=1337,33 \text{ K}\}$ või

vase $\{T_{90}(\text{Cu})=1357,77 \text{ K}\}$ tahkumispunktile vastav temperatuur;

$c_2 = 0,014388 \text{ m}\cdot\text{K}$.

3.4 Temperatuurimõõtmiste hierarhia ja ühiku edastamine

Temperatuurimõõtmiste hierarhiast ja mõõtühiku edastamisest annab ülevaate joonis 5. Ahela tipus asetseb vee kolmikpunkt, mis defineerib termodünaamilise temperatuuri ühiku kelvini [20]. Primaartermomeetritega mõõdetakse puhaste ainete faasisiirete termodünaamilise temperatuuri väärtused, mis omistatakse rahvusvahelist temperatuuriskaalat defineerivatele kinnispunktidele [12,29]. Kinnispunktides kalibreeritud interpoleerivad termomeetrid esitavad kokkulepitud interpolatsioonvalemite abil temperatuuriväärtusi ka kinnispunktide vahelistel temperatuuridel [12]. Ahela madalaimal astmel — sekundaartasemel — edastatakse temperatuurühikut võrdluskalibreerimise teel. Primaartaseme laboris põhineb praktiline temperatuuriskaala kinnispunktide kohapealsel realiseerimisel. Sekundaartaseme laboris on praktilise temperatuuriskaala realiseerimise aluseks kinnispunktide abil primaartaseme laboris kalibreeritud plaatinatakistustermomeetrite grupp [23].

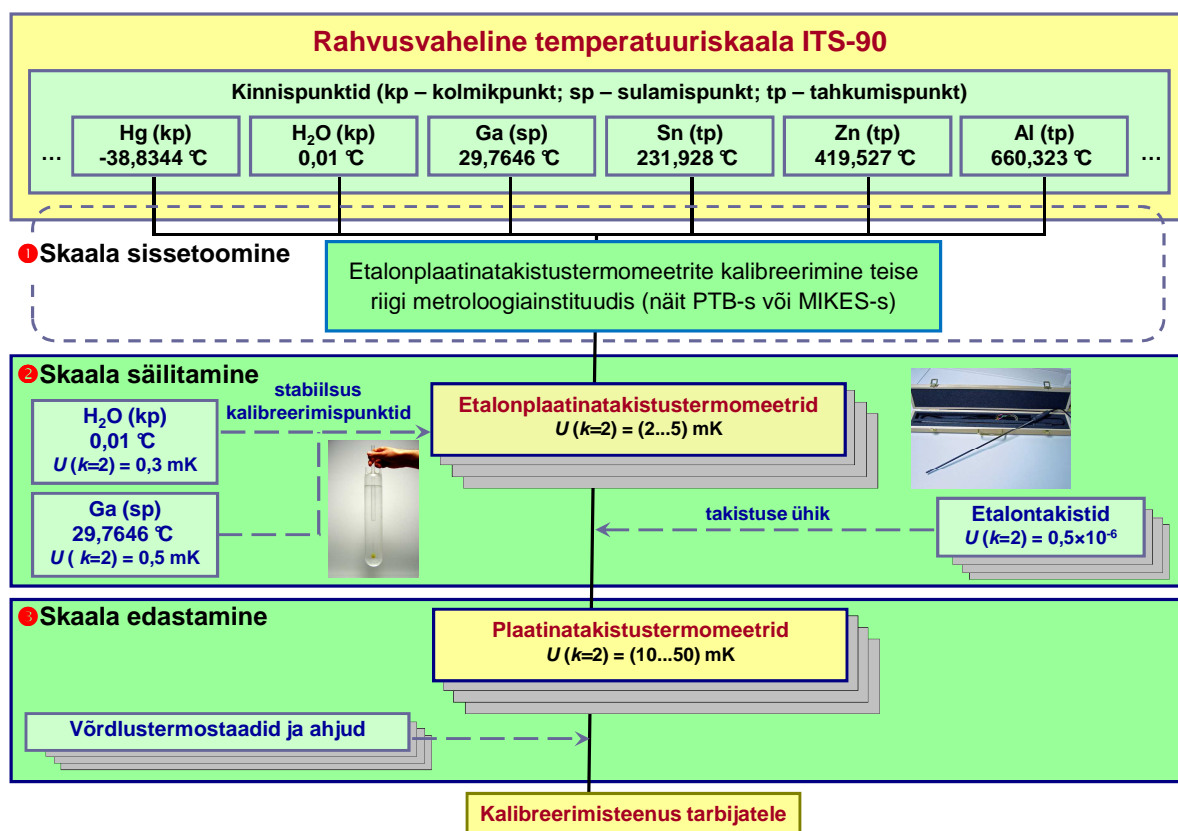


Joonis 5. Temperatuurimõõtmiste hierarhia ja ühiku edastamine.

4 TEMPERAATUURI RIIGIETALONI VÄLJAARENDAMINE

4.1 Tehniline tase ja jälgitavusskeem

Eesti temperatuuri riigietaloni väljaarendamise lähteülesanne (p 2.4) vastab rahvusvaheliselt väljakujunenud temperatuurimõõtmiste hierarhias sekundaartaseme labori tehnilisele tasemele [30,31]. Seetõttu on temperatuuri riigietaloni väljaarendamise aluseks võetud sekundaartaseme labori tööpõhimõtted, mis määravad omakorda realiseeritava jälgitavusskeemi põhistruktuuri (joonis 6). Sekundaartaseme temperatuurilabori jälgitavusskeemi võib jaotada kolmeks põhiliseks osaks: 1) etalon-takistustermomeetrite kalibreerimine e „temperatuuriskaala sissetoomine laborisse“; 2) etalon-takistustermomeetrite stabiilsuse jälgimine e „temperatuuriskaala säilitamine“ ja 3) termomeetrite kalibreerimine etalon-takistustermomeetrite abil e „temperatuuriskaala edastamine“.



Joonis 6. Jälgitavusskeemi põhistruktuur, mis on aluseks Eesti temperatuuri riigietaloni väljaarendamisel. U tähistab orienteeruvat laiendmõõtemääramatuse taset tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$.

4.1.1 Temperatuuriskaala sissetoomine

Eesti temperatuuri riigietalonilabori etalontakistustermomeetrid kalibreeritakse Euroopa juhtivates metroloogiainstituutides — Saksa *Physikalische und Technische Bundesanstalt*-s (PTB) ja Soome *Mittatekniikan Keskus*-s (MIKES). Eesti temperatuuri riigietaloni väljaarendamise eesmärgist lähtudes piisab, kui etalontakistustermomeetrid kalibreerida temperatuurivahemikus (-40...+600) °C laiendmõõtemääramatusega $U = (1...5)$ mK (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k=2$). Nimetatud temperatuurivahemik vastab temperatuuriskaala ITS-90 alampiirkondadele: 1) elavhõbeda kolmikpunktist (-38,8344 °C) vee kolmikpunktini (0,01 °C) ja 2) vee kolmikpunktist (0,01 °C) alumiiniumi tahkumispunktini (660,323 °C). Etalontakistustermomeetrid kalibreeritakse seega elavhõbeda kolmikpunktis (-38,8344 °C), vee kolmikpunktis (0,01 °C), galliumi sulamispunktis (29,7646 °C), tina tahkumispunktis (231,928 °C), tsingi tahkumispunktis (419,527 °C) ja alumiiniumi tahkumispunktis (660,323 °C). Etalontakistustermomeetri kalibreerinud labor vormistab kinnispunktides sooritatud mõõtmiste põhjal kalibreerimistunnistuse, millel toodud andmete alusel edastatakse temperatuuriskaala interpolatsioonvalemite (14)–(15) ning tugifunktsioonide (12)–(13) abil juba järgmistele tasemetele.

4.1.2 Temperatuuriskaala säilitamine

Temperatuuriskaala säilitamiseks sekundaartaseme laboris tuleb lähtuda süsteemselt planeeritud protseduuridest. Temperatuuriskaala säilitamine ei tähenda ainult etalonide perioodilist kalibreerimist, vaid ka nende stabiilsuse jälgimist, sest ka kõige moodsamate, paremate ja ideaalilähedasemate, mõõtevahendite metrooloogilised omadused on ajas muutuvad [32]. Takistustermomeetrite ebastabiilsust põhjustavatest mõjuritest olulisemad on näiteks: ka kõige ettevaatlikumal kasutamisel esinevad põrutused, vibratsioon ja tundliku elemendi saastumine. Mehhaaniliste mõjutuste tulemusena tekivad termomeetri tundliku elemendi mähises pinged, mis suurendavad tundliku elemendi elektrilist takistust. Isegi oskusliku ja ülimalt ettevaatliku kasutamise puhul on parimate takistustermomeetrite triiv mõned millikelvinid aastas [23,33]. Seetõttu on tarvilik Eesti temperatuuri riigietalonilabori takistustermomeetrite stabiilsuse hindamine perioodiliste mõõtmistega vee kolmikpunktis (p 4.2.1).

Temperatuuriskaalat ei saa usaldusväärselt säilitada üksiku etalontermomeetriga, sest sel juhul on suur risk, et skaala säilimise järjepidevus võib katkeda. Ainult ühte termomeetrit kasutades on raske avastada nii töö käigus tekkinud riket kui ka väikseid muutusi mõõtesüsteemis.

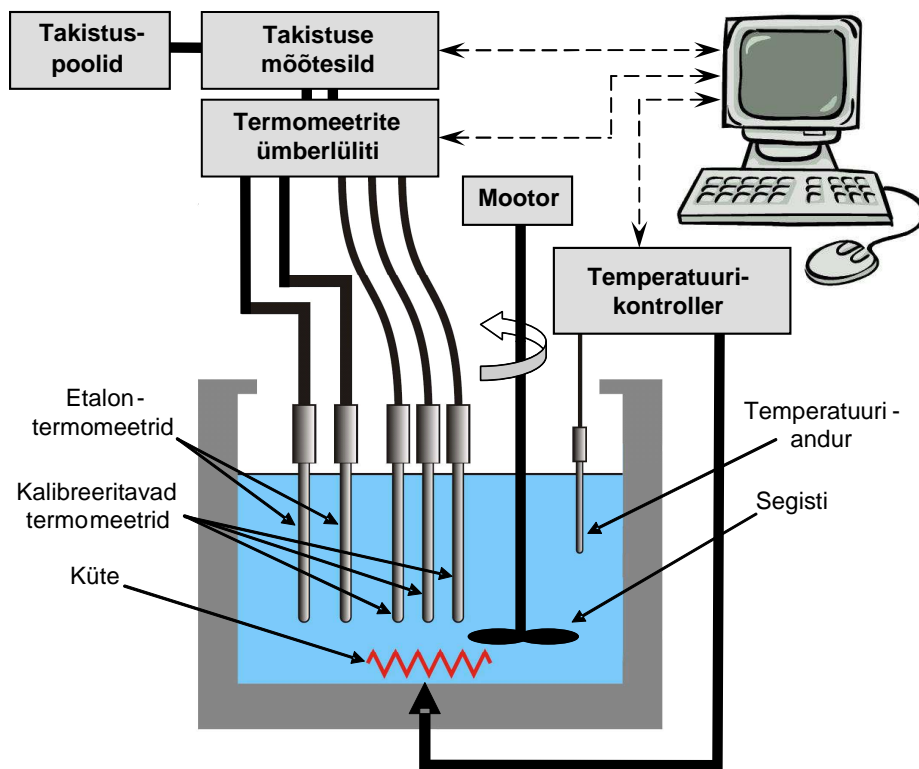
Ainsa termomeetri riknemisega katkeks laboris sooritatavate mõõtmiste seostatus rahvusvahelise mõõtühikute süsteemiga. Katkeks ka mõõtetulemuste järjepidevus, mis tähendab, et eelnevalt ja järgnevalt sooritatud mõõtmised ei ole ilma teiste laborite abita enam võrreldavad. Kahe etalontermomeetri kasutamisel on kerge avastada, kui üks nendest on muutunud või ei vasta enam nõuetele. Samas ei anna kahe etaloni omavaheline võrdlus meile piisavalt informatsiooni, millise mõõtevahendi omadused on muutunud. Kolmanda termomeetri abil saame teada, millise mõõtevahendi omadused on muutunud ning hinnata ka toimunud muutuse suurusjärku. Suurema etalontermomeetrite arvu puhul on võimalik juba usaldusväärselt jälgida iga üksiku termomeetri omaduste püsimist ning temperatuuriskaala edastamist järgmistele tasemetele. Seetõttu rajatakse temperatuuriskaala säilitamine Eesti temperatuuri riigietalonilaboris mitmele termomeetrile e termomeetrite grupile.

4.1.3 Temperatuuriskaala edastamine

Sekundaartaseme laboris edastatakse temperatuuriskaala järgmistele tasemetele võrdluse teel. Võrdlemise käigus seostatakse kontrollitud keskkonnas (nt vedeliktermostaadis või ahjus) kalibreeritava(te) termomeetri(te) omadused kalibreeritud etalontermomeetri(te) omadustega. Võrdlus- e kalibreerimisprotseduur sooritatakse kindlate kokkulepitud reeglite kohaselt [23,31]. Võrdlusmeetodil põhineva kalibreerimissüsteemi skeem on kujutatud joonisel 7.

4.2 Seadmed ning nende metrooloogiliste omaduste hindamine

Eesti temperatuuri riigietaloni laborisse soetati seadmed, mis võimaldaks tootja spetsifikatsiooni alusel täita püstitatud lähteülesannet (p 2.4). SI ühikutega seostatud mõõtetulemuste saamiseks tuleb veel täiendavalt hinnata iga konkreetse mõõtevahendi metrooloogilisi omadusi [34].



Joonis 7. Võrdlusmeetodil põhinev kalibreerimissüsteem.

4.2.1 Etalon-plaatinatakistustermomeetrid

Etalon-plaatinatakistustermomeetrite grupi moodustamiseks valiti sobiva mõõtepiirkonnaga termomeetrid, mis vastavad ITS-90 nõuetele [12]. Nende termomeetrite spetsifikatsiooni-järgsed omadused on loetletud tabelis 6 [35,36]. Plaatinatakistustermomeetrid kalibreeriti Soome metroloogiainstituudis MIKES. Tabelis 7 loetletud takistustermomeetrite kalibreerimispiirkonnad ja -punktid valiti vastavalt lähteülesandele ning iga konkreetse termomeetri mõõtepiirkonnale. Kalibreerimise laiendmäärmatuse tuleneb MIKES temperatuurilabori kalibreerimisprotseduurist antud kinnispunktis ja konkreetse termomeetri lühiajalisest ebastabiilsusest kalibreerimise ajal. Lähteülesandes kirjeldatud mõõtemäärmatuse taseme kindlustamiseks loeme termomeetri temperatuurietaloni realiseerimiseks sobivaks, kui selle kalibreerimise mõõtemäärmatuse on etaloni soovitud mõõtevõimest kuni kolm korda väiksem [23,37]. Tabelis 7 toodud andmetest on näha, et sellele kriteeriumile vastavad kõik loetletud termomeetrid.

Tabel 6. Eesti temperatuuri riigietaloni labori etalon-plaatinatakistustermomeetrite grupp.

Tüüp	Nr	Mõõtepiirkond °C	Nimitakistus Ω	Tundlikkus m Ω /mK	Tüüpiline triiv mK/aastas
Isotech 670	052	-196...+670	25,5	0,1	<1
Hart-Scientific 5699	0088	-189...+661	25,5	0,1	<3
Hart-Scientific 5699	0091	-189...+661	25,5	0,1	<3
Hart-Scientific 5682	1134	-189...+480	100	0,4	<5
Hart-Scientific 5682	1135	-189...+480	100	0,4	<5
Hart-Scientific 5682	1137	-189...+480	100	0,4	<5
Hart-Scientific 5682	1139	-189...+480	100	0,4	<5

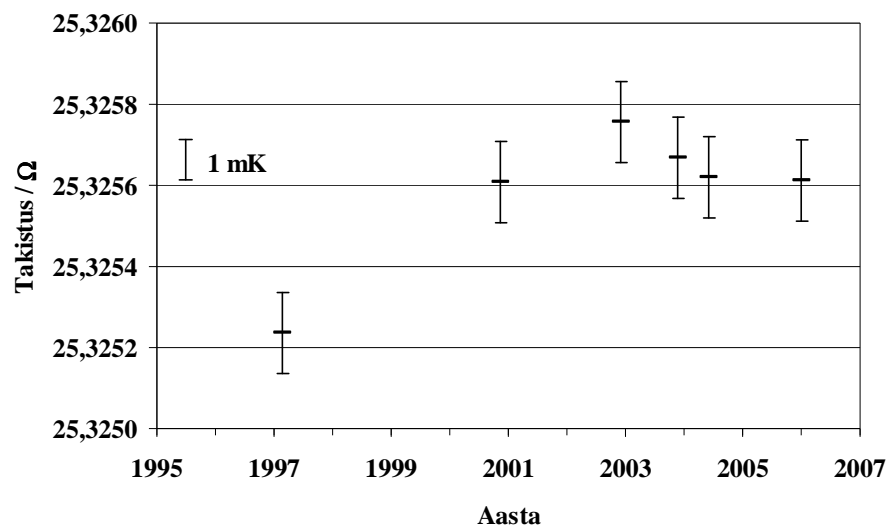
Tabel 7. Takistustermomeetrite kalibreerimistingimused.

Termomeeter		Kalibreerimisparameetrid				
Tüüp	Nr	Piirkond °C	Punktid	Laiendmäärmatuse* mK	Labor	Periood kuud
Isotech 670, Pt25	052	-40...+660	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn, Al	1...3	MIKES	36
Hart Scientific 5699, Pt25	0088	-40...+660	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn, Al	1...3	MIKES	24
Hart Scientific 5699, Pt25	0091	-40...+660	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn, Al	1...3	MIKES	24
Hart Scientific 5682, Pt100	1134	-40...+420	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn	1...7	MIKES	24
Hart Scientific 5682, Pt100	1135	-40...+420	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn	1...7	MIKES	24
Hart Scientific 5682, Pt100	1137	-40...+420	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn	1...2	MIKES	24
Hart Scientific 5682, Pt100	1139	-40...+420	Hg, H ₂ O, Ga, Sn, Zn	1...2	MIKES	24

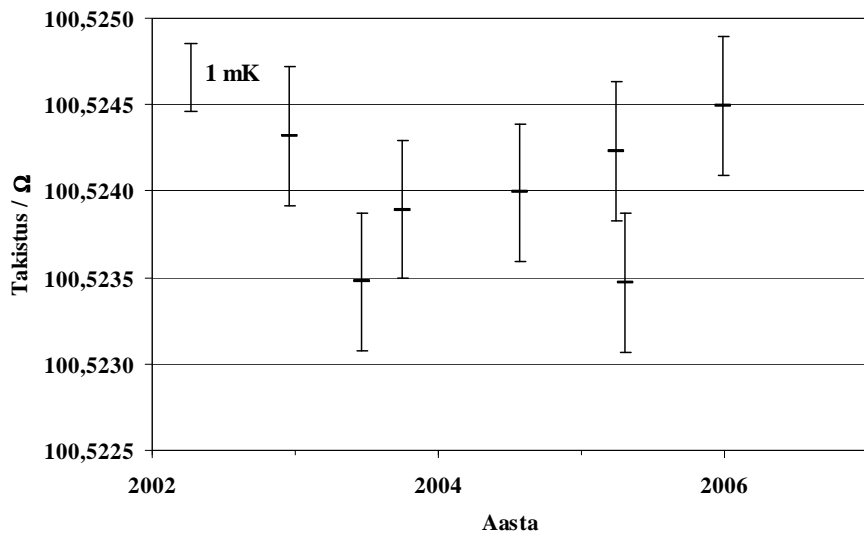
* Laiendmäärmatuse tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$.

Kalibreerimisperioodi määratlemiseks jälgitakse termomeetrite omaduste pikaajalist ebastabiilsust, mida põhjustavatest teguritest olulisemad on termomeetri valmistamise

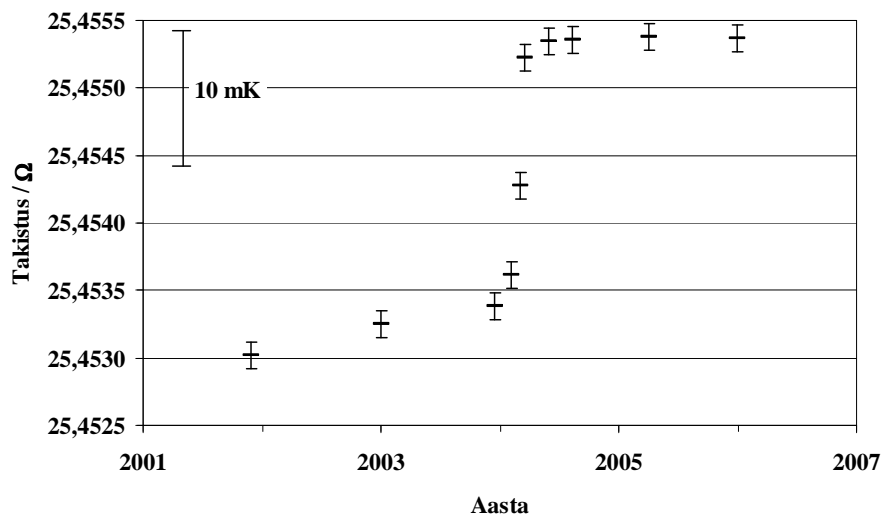
kvaliteet, kasutamissagedus, mõõtetemperatuur ja mehhaanilised mõjutused [33]. Tabeli 7 viimases tulbas toodud kalibreerimisperiodid on valitud selliselt, et termomeetri takistuse hinnanguline triiv vee kolmikpunkti temperatuuril ei panustaks temperatuuri mõõtmisesse suurema hälbe, kui 3 mK. Triivi hindamiseks kalibreerimiste vahelisel perioodil mõõdetakse termomeetrite takistust vee kolmikpunkti temperatuuril iga kuue kuu möödumisel. Väikseima triivi näitena on joonisel 8 esitatud termomeetri Isotech 670 nr 052 takistuse mõõtetulemused vee kolmikpunktis. Analoogilised mõõtmised on sooritatud kõikide termomeetritega. Mõõtmistulemused näitavad, et üldjuhul on termomeetri takistuse triivist põhjustatud mõõtehälve vee kolmikpunkti temperatuuril väiksem, kui 3 mK (joonis 9) ja halvimal juhul kuni 25 mK (joonis 10). Halvima juhu näite puhul on suure triivi põhjuseks mehhaanilised mõjutused (põrutused ja vibratsioon), mis said termomeetrile osaks transpordil kalibreerimislaborisse ja tagasi. Esitatud joonised 8–10 kinnitavad ilmekalt stabiilsuse jälgimise protseduuride rakendamise vajadust. Seetõttu tehakse termomeetrite stabiilsuse hindamiseks vee kolmikpunkti temperatuuril ka täiendavaid mõõtmisi [38]. Termomeetrite perioodilise kontrollimisega kinnispunktis on etaloni triivi võimalik kergesti avastada, hinnata ja arvesse võtta ning vajadusel vastav termomeeter korduskalibreerimisele saata.



Joonis 8. Platinatakestustermomeetri Isotech 670 nr 052 takistuse muutus vee kolmikpunktis. Mõõtepunktide juures asuvad ristlõigud tähistavad laiendmääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Eraldiseisev ristlõik tähistab takistuse muutusele vastavat temperatuurihälvet.



Joonis 9. Platinatakestustermomeetri Hart Scientific 5682 nr 1134 takistuse muutus vee kolmikpunktis. Mõõtepunktide juures asuvad ristolõigud tähistavad laiendmääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Eraldiseisev ristolõik tähistab takistuse muutusele vastavat temperatuurihälvet.



Joonis 10. Platinatakestustermomeetri Hart Scientific 5699 nr 0088 takistuse muutus vee kolmikpunktis. Mõõtepunktide juures asuvad ristolõigud tähistavad laiendmääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Eraldiseisev ristolõik tähistab takistuse muutusele vastavat temperatuurihälvet.

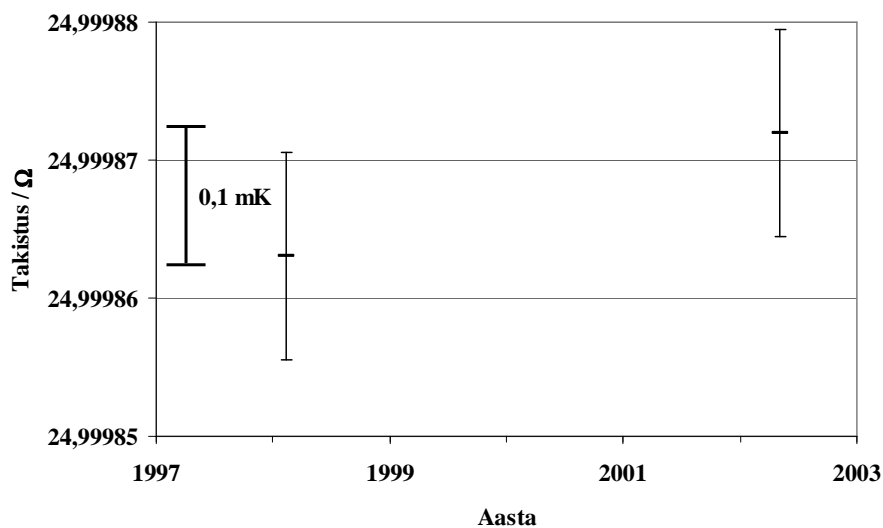
4.2.2 Takistuspoolid

Temperatuuri mõõtmisel takistustermomeetriga on oluline roll takistuse täppismõõtmisel. Näiteks 25 Ω nimitakistusega termomeetri puhul vastab 1 m Ω takistuse mõõtemääramatusele temperatuuri mõõtemääramatus 10 mK (tabel 6). Seetõttu on sekundaartaseme temperatuurilaboris täpseimate temperatuurimõõtmiste sooritamiseks ja elektrilise takistuse ühiku usaldusväärseks säilitamiseks vajalikud ka takistuse etalonid — takistuspoolid. Eesti temperatuuri riigietaloni laborisse valiti takistuspoolid nimiväärtustega 10 Ω , 25 Ω ja 100 Ω . Loetletud nimiväärtuste eelistamisel on lähtunud kahest põhimõttest: 1) takistuspooli nimiväärtust peab saama valida nii, et temperatuurivahemikus (-40...+600) °C jääks takistustermomeetri ja -pooli takistuste suhe takistuse mõõtesilla suhete mõõtepiirkonda (0...3,999 999); 2) takistuspoolide nimiväärtustest peab saama moodustada mitmeid erinevaid suhteid, mille abil saab kontrollida takistuse mõõtesilla omadusi kogu suhete mõõtepiirkonnas. Takistuspoolid kalibreeriti esmakordselt Inglismaa kalibreerimislaboris *Nothorn Temperature Primary Laboratory* (N.T.P.L). Korduskalibreerimine toimus 50 kuud hiljem Soome metroloogiainstituudis MIKES. Joonisel 11 kujutatud kalibreerimistulemustest on näha, et 25 Ω nimiväärtusega takistuspooli takistuse muutus on väiksem, kui 10 $\mu\Omega$, mis temperatuuriühikutesse teisendatult 100 Ω nimiväärtusega plaatinatakistustermomeetri puhul on 0,1 mK ja 25 Ω nimiväärtusega plaatinatakistustermomeetri puhul ligikaudu 0,03 mK. Takistuspoolide kalibreerimise suhteline mõõtemääramatus $0,3 \times 10^{-6}$ annab temperatuuri mõõtemääramatusesse panuse 0,08 mK. Joonisel 12 kujutatud kalibreerimistulemustest on näha, et 100 Ω nimiväärtusega takistuspooli takistuse muutus on väiksem, kui 15 $\mu\Omega$, mis temperatuuriühikutesse teisendatult 100 Ω nimiväärtusega plaatinatakistustermomeetri puhul on ligikaudu 0,04 mK ja 25 Ω nimiväärtusega plaatinatakistustermomeetri puhul 0,15 mK. Tabelis 8 esitatud määramatuse panused on seega lähteülesande määramatuse taseme suhtes tähtsusetud ning loetletud takistuspoolide kalibreerimise määramatus ja korduskalibreerimise periood sobivad lähteülesande täitmiseks.

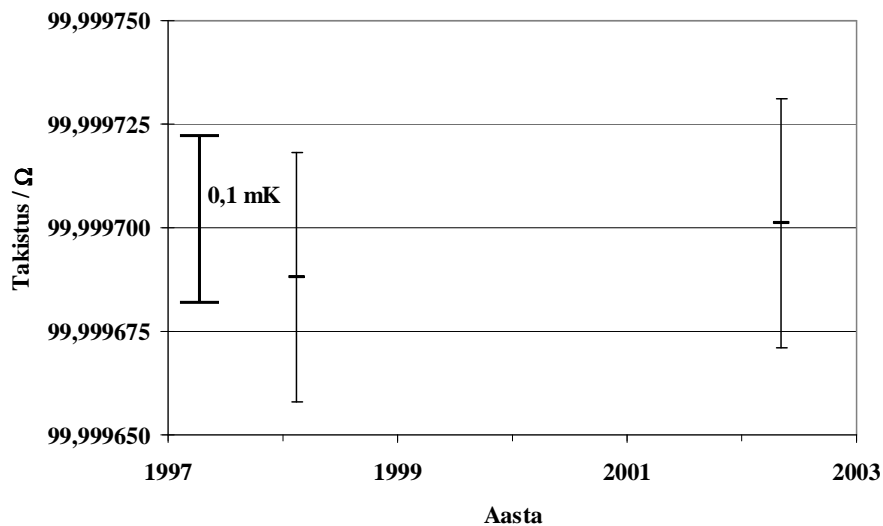
Tabel 8. Takistuspoolide kalibreerimise andmed.

Takistuspool			Kalibreerimisparameetrid		
Tüüp	Nr	Nimiväärtus Ω	Laiendmääramatus*	Labor	Periood kuud
Tinsley 5685A	280083	10	$0,4 \times 10^{-6}$	MIKES	60
Tinsley 5685A	274862	25	$0,4 \times 10^{-6}$	MIKES	60
Tinsley 5685A	274521	100	$0,03 \times 10^{-6}$	MIKES	60
Tinsley 5685A	274924	100	$0,4 \times 10^{-6}$	MIKES	60

* Laiendmääramatus tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$.



Joonis 11. Takistuspooli Tinsley 5685A nr 274862 takistuse muutuse hinnang 50 kuu möödudes. Mõõtepunktide juures asuvad ristlõigud tähistavad laiendmääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Eraldiseisev ristlõik tähistab takistuse muutusele vastavat temperatuurihälvet 25Ω nimiväärtusega plaatina-takistustermomeetri puhul.



Joonis 12. Takistuspooli Tinsley 5685A nr 274521 takistuse muutuse hinnang 50 kuu möödudes. Mõõtepunktide juures asuvad ristlõigud tähistavad laiendmääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Eraldiseisev ristlõik tähistab takistuse muutusele vastavat temperatuurihälvet 100Ω nimiväärtusega plaatina-takistustermomeetri puhul.

4.2.3 Takistuse mõõtesillad

Temperatuuriskaala säilitamiseks vajalike temperatuurimõõtmiste tarbeks valiti takistuste suhet mõõtev sild, mille omadustest tulenev mõõtemääramatuse panus temperatuuri laiendmõõtemääramatusesse ei ületa 0,5 mK [39]. Temperatuuriskaala edastamiseks järgmistele tasemetele valiti mitme sisendkanaliga temperatuuri otsenäiduga mõõtesillad e temperatuurinäidikud, mille määramatuse panus temperatuuri mõõtemääramatusesse ei ületa 1/10 kalibreeritava termomeetri mõõtemääramatusest. Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kasutatavad takistuse mõõtesillad on loetletud tabelis 9.

Tabel 9. Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kasutatavate takistuse mõõtesillad ja nende omadused [39–41].

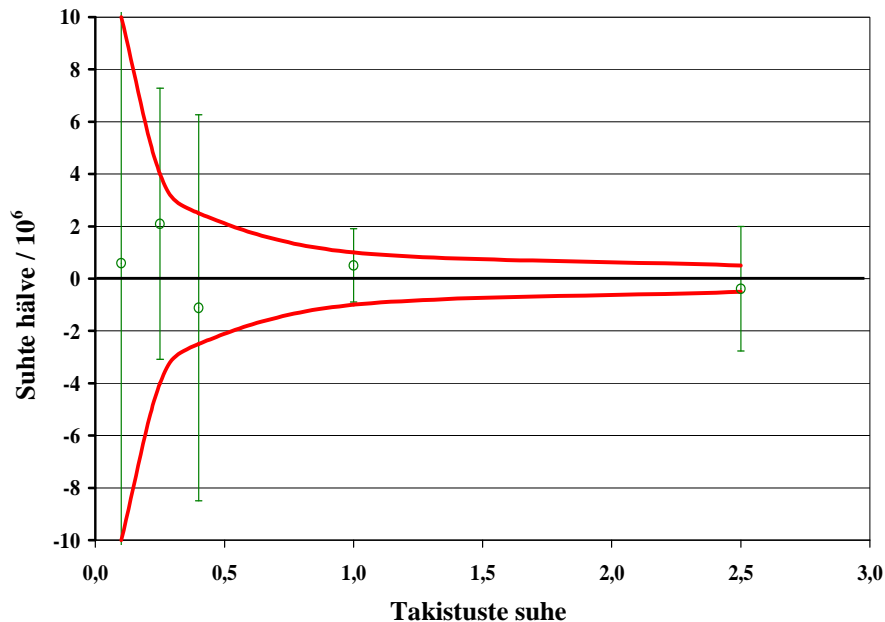
Tüüp	Nr	Mõõtepiirid °C	Laiendmääramatus* mK
ASL F700	03194 007	-200...+800	0,5 (üle mõõtepiirkonna)
Anton Paar TTI-2	188616	-200...+800	1 (üle mõõtepiirkonna)
Hart Scientific 1529	A44621	-200...+800	4...24 (sõltuvalt temperatuurist)

* Laiendmääramatus tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$.

Temperatuurimõõtmise kogumääramatusesse annavad oma panuse mitmed takistuse mõõtesildade ehituse ja kasutamise seotud määramatuse allikad, mille koosmõju hinnatakse mõõtesilda kirjeldavate omaduste — mittelineaarsuse, näiduvea ja korratavuse uurimise teel [23,42–43]. Kõige lihtsam on mõõtesilla viga hinnata kalibreeritud — teadaoleva takistuse väärtusega — takistusmõõtude abil, mis ühendatakse mõõtesilla sisenditesse [44,45]. Erinevate nimiväärtustega takistusmõõtude poolt moodustatud takistuste suhteid mõõdetakse mõõtesillaga ning võrreldakse takistusmõõtude takistuste teadaolevatest väärtustest arvatud suhtega [Lisa 1]. Selliseid mõõtmisi tehakse mitmel suhte väärtusel, mis on jaotatud võimalikult ühtlaselt üle silla mõõtepiirkonna. Korrates mõõtmisi mingi konkreetse suhte väärtuse juures, hinnatakse mõõtetulemuste korratavust.

Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kasutatava täpseima mõõtesilla ASL F700 (tabel 9) omadusi kontrolliti meetodil, mille puhul mõõtesilla sisenditesse ühendatakse kalibreeritud takistuspoolid. Selleks kasutati tabelis 8 loetletud takistuspoole, mis õlivanni sukeldatult stabiliseeriti temperatuurile $(20,00 \pm 0,05)$ °C. Nelja takistuspooli (10 Ω, 25 Ω, 100 Ω, 100 Ω) abil saab moodustada viis erinevat takistuste suhte väärtust, mis jäävad antud silla mõõtepiirkonda: 0,1; 0,25; 0,4; 1 ja 2,5. Mõõtmisi korrati iga suhte väärtuse juures 100 korda. Saadud tulemused on esitatud joonisel 13 koos mõõtemääramatusega, mis on hinnatud

vastavalt juhenditele [4,46]. Takistuste suhte $0,5 < n < 2,5$ puhul on mõõtesilla kalibreerimise standardmääramatus väiksem, kui 2×10^{-6} , mis sobivatesse mõõtühikutesse ümber teisendatult annab väiksema panuse, kui 0,5 mK. Seega võimaldab antud mõõtesild meil lähteülesannet täita.



Joonis 13. Takistuse mõõtesilla ASL F700 omaduste kontrollimine kalibreeritud takistuspoolidega. Vertikaalsed sirgloigud tähistavad mõõtemääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Punaste joontega märgitud koridor tähistab takistuse mõõtesilla tootja spetsifikatsiooni.

4.2.4 Kinnispunktid

Eesti temperatuuri riigietaloni labor on võimeline realiseerima kahte ITS-90 kinnispunkti: vee kolmikpunkti ($0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$) ja galliumi sulamispunkti ($29,7646 \text{ } ^\circ\text{C}$), mille tähtsaim ülesanne sekundaartaseme laboris on etalontakistustermomeetrite stabiilsuse jälgimine. Samuti võimaldab nende kinnispunktide olemasolu ITS-90 realiseerimist primaartasemel temperatuurivahemikus ($0,01 \dots 29,7646$) $^\circ\text{C}$ [31]. Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kasutatavad kinnispunktid on loetletud tabelis 10. Kinnispunktide kasutamine Eesti temperatuuri riigietaloni laboris võimaldab hinnata ka täiendavaid mõjureid nagu termomeetrite isesoojenemisest põhjustatud määramatuse panust [Lisa 2].

Tabel 10. Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kasutatavad kinnispunktid ja nende omadused [47,48].

Kinnispunkt	Tüüp	Nr	Temperatuur $^\circ\text{C}$	Laiendmääramatus* mK
H ₂ O kolmikpunkt	Isotech A11, Jarrett	J2027	0,01	0,15
H ₂ O kolmikpunkt	Isotech B11, Jarrett	B11-320	0,01	0,15
H ₂ O kolmikpunkt	Isotech E11, Jarrett	E11-284	0,01	0,15
Ga sulamispunkt	Isotech ITL M 17401	GA232	29,7646	0,25

* Laiendmääramatus tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$.

4.2.5 Võrdluskeskkond

Temperatuuriskaalat saab usaldusväärset edastada vaid kontrollitud tingimustega võrdluskeskkonnas (joonis 7), mis tekitatakse spetsiaalsetes termostaatides ja ahjudes [49]. Selleks soetati Eesti temperatuuri riigietaloni laborisse tabelis 11 loetletud seadmed, mille tööpiirkonnad võimaldavad käesoleva magistritöö punktis 2.4 kirjeldatud temperatuurivahemikus tekitada stabiilse ning ühtlase (st nii ajas kui ka ruumis vähemuutuva) temperatuuriga keskkonna. Valiku tegemisel lähtuti eesmärgist, et keskkonna ebastabiilsusest ning -ühtlusest tingitud määramatuse panus ei ületaks 1/3 termomeetri kalibreerimise kogumääramatusest [23,37].

Tabel 11. Eesti temperatuuri riigietaloni laboris kontrollitud temperatuurikeskkonna tekitamiseks kasutatavad seadmed ja nende omadused [50–53].

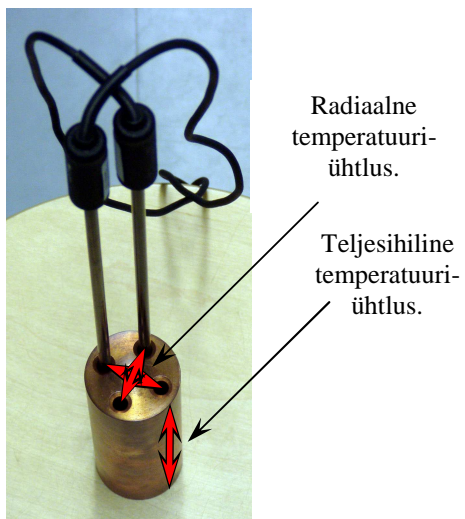
Seade	Tüüp	Nr.	Tööpiirkond °C	Temperatuur °C	Stabiilsus mK	Ühtlus mK	Keskkond
Vedelik- termostaat	Hart Scientific 7012	9C109 ja 6A4416	-10...+110	0 25 100	±1 ±0,5 ±0,8	±1 ±1 ±2	etanool vesi õli
Vedelik- termostaat	Hart Scientific 7341	A44030	-40...+150	-40 25 150	±5 ±5 ±7	±7 ±7 ±10	etanool vesi õli
Vedelik- termostaat	Isotech 915	171070-2	-30...+300	-30...+300	±10	±3	õli
Ahi	Hart Scientific 9114	A45076	+100...+680	+100...+680	±30	±10	Al ₂ O ₃ plokk

Seadmete omadusi saab täiendavalt parandada keskkonda sukeldatud massiivse metallist või keraamilisest materjalist temperatuuriühtlustusplokiga, mis võimaldab vähendada keskkonna ebastabiilsusest ning -ühtlusest tingitud määramatuse panuseid kuni 10 korda [54]. Selline ühtlustusplokk moodustab termostaadis/ahjus piiratud töötsooni, milles on võimalik termomeetreid alati samadesse ruumpunktidesse asetada, mis omakorda loob võimalused mõõtmiste heaks korratavuseks [54–56]. Seetõttu huvitab meid termostaadi omaduste hindamisel ainult selle ruumiosa temperatuuristabiilsus ja -ühtlus, mis on määratud ühtlustusploki kanalitega (joonis 14). Temperatuuriühtluse kontrollimiseks kasutati kahte termomeetrit, millest üks oli alaliselt ühes punktis paiknev baastermomeeter ning teine skaneeriv mõõtetermomeeter [56,57]. Töötsooni radiaalse temperatuuriühtluse hindamiseks mõõdeti skaneeriva termomeetriga temperatuuri ühtlustusploki erinevates kanalites baastermomeetriga samal kõrgusel. Töötsooni teljesihilise temperatuuriühtluse hindamiseks liigutati skaneerivat termomeetrit ühtlustusploki kanalites baastermomeetri suhtes vertikaalselt (joonis 15). Temperatuuristabiilsuse hindamiseks mõõdeti ühtlustusploki süvendi põhjas perioodiliselt temperatuuri 30 minuti jooksul. Mõõtetitingimused on koondatud

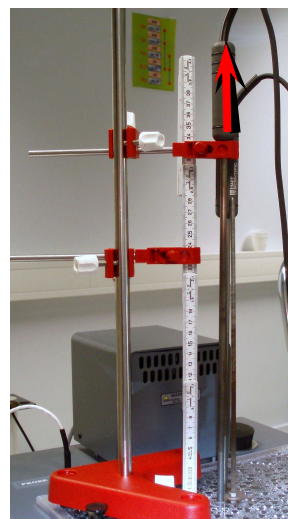
tabelisse 12 ning mõõtetulemused joonistele 16–19. Esitatud mõõtetulemused kinnitavad, et tabelis 11 loetletud seadmete omadused vastavad lähteülesande täitmiseks vajalikele tingimustele.

Tabel 12. Temperatuuriühtluse ja -stabiilsuse mõõdetingimused.

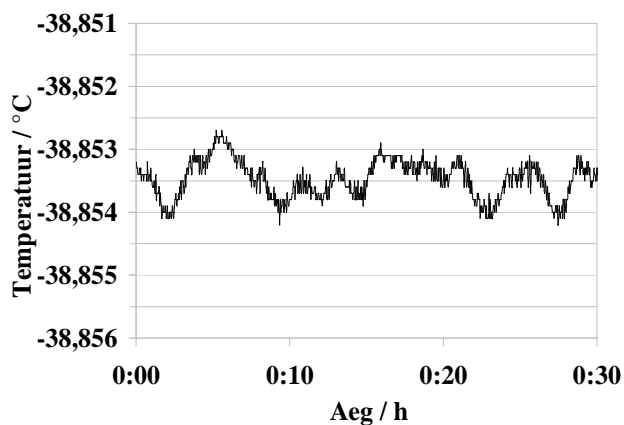
Tüüp	Temperatuuri- vahemik °C	Mõõtepunktid °C	Ühtlustus- plokk	Keskkond
Hart Scientific 7341	-40...-20	iga 20 °C järel	vask	silikoonõli
Hart Scientific 7012	0...+80	iga 20 °C järel	vask	vesi
Isotech 915	+100...+300	iga 20 °C järel	vask	silikoonõli
Hart Scientific 9114	+400	iga 20 °C järel	Al-oksiid	õhk



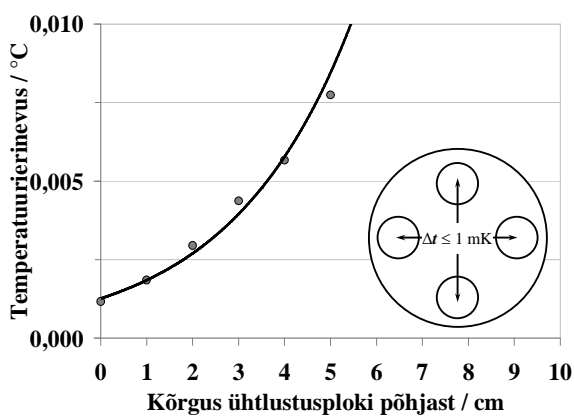
Joonis 14. Temperatuuriühtlus ühtlustusplokis.



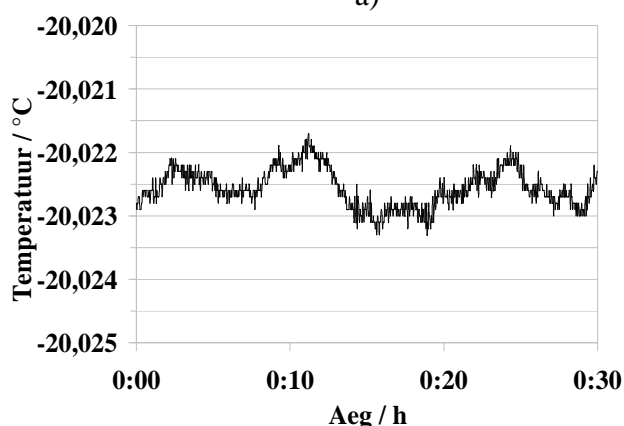
Joonis 15. Temperatuuriühtluse mõõtmine kahe takistustermomeetriga.



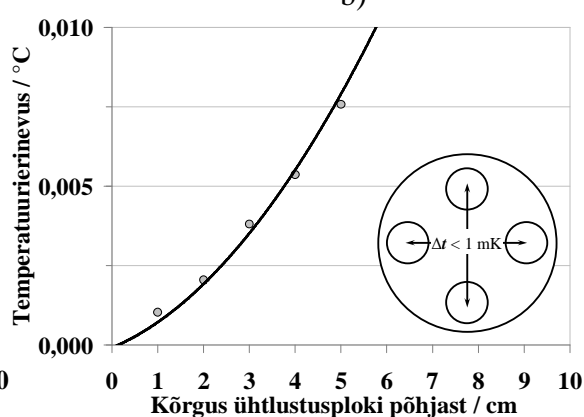
a)



b)

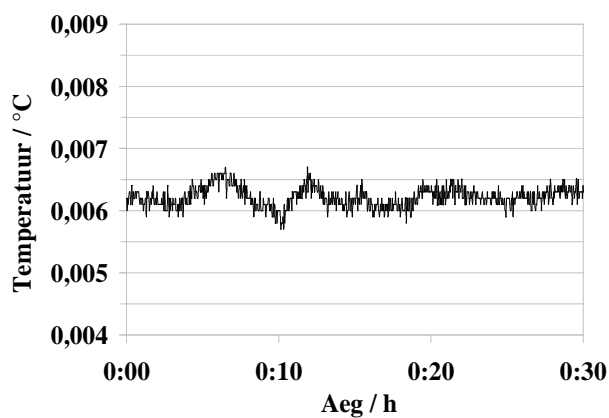


c)

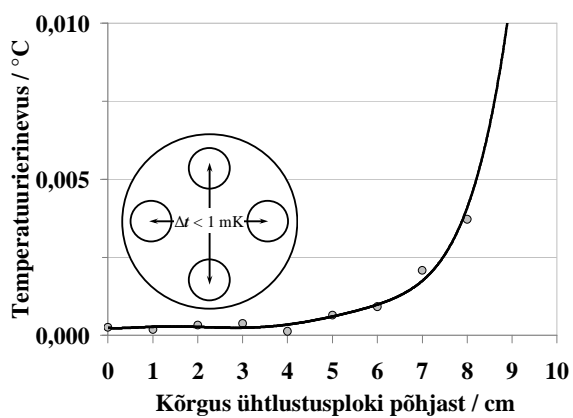


d)

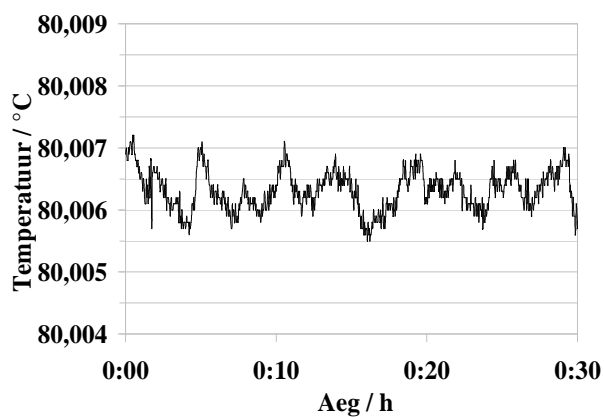
Joonis 16. Temperatuuri stabiilsus ja ühtlus termostaati Hart Scientific 7341 sukeldatud ühtlustusplokis: a) stabiilsus temperatuuril -40 °C; b) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril -40 °C; c) stabiilsus temperatuuril -20 °C; d) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril -20 °C.



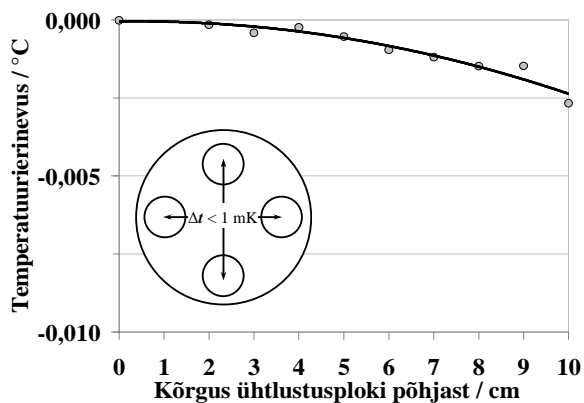
a)



b)

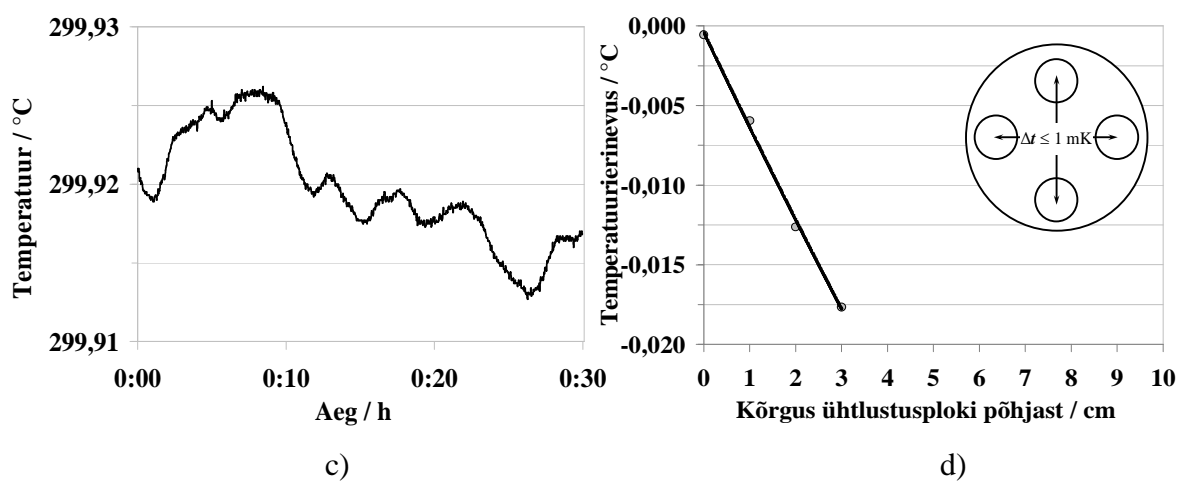
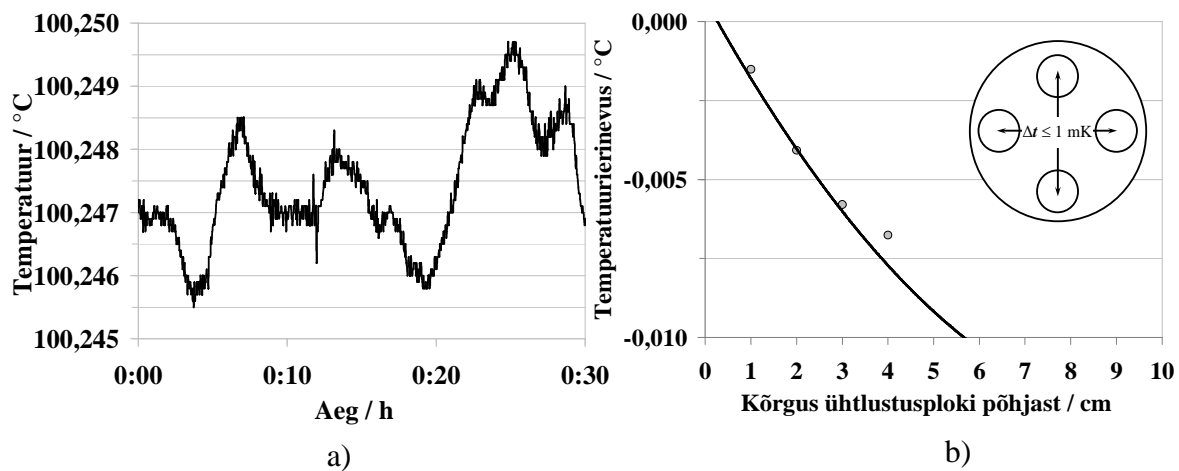


c)

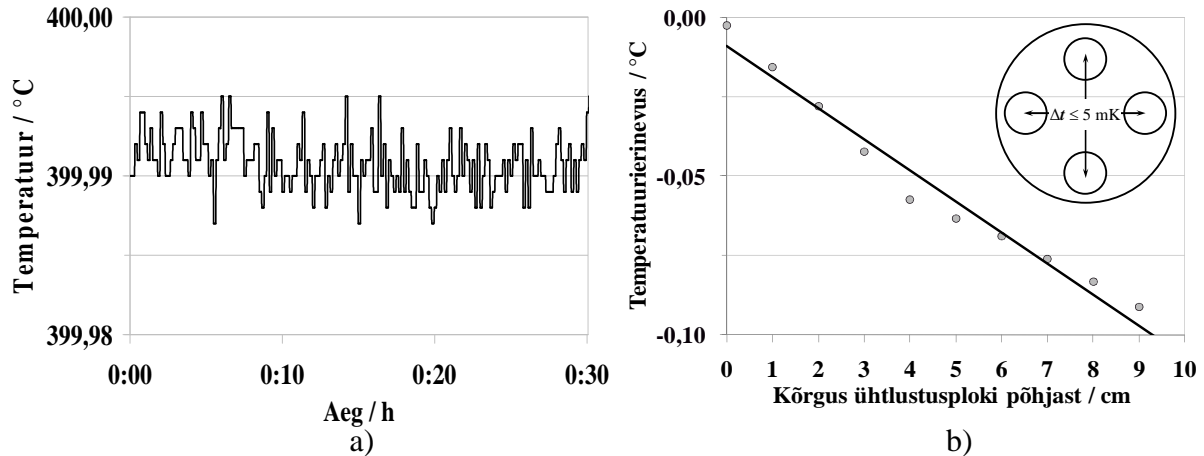


d)

Joonis 17. Temperatuuri stabiilsus ja ühtlus termostaati Hart Scientific 7012 sukeldatud ühtlustusploki: a) stabiilsus temperatuuril 0 °C; b) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril 0 °C; c) stabiilsus temperatuuril 80 °C; d) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril 80 °C.



Joonis 18. Temperatuuri stabiilsus ja ühtlus termostaati Isotech 915 sukeldatud ühtlustusploki: a) stabiilsus temperatuuril 100 °C; b) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril 100 °C; c) stabiilsus temperatuuril 300 °C; d) teljesihiline ja radiaalne temperatuuriühtlus temperatuuril 300 °C.



Joonis 19. Temperatuuristabiilsus ja -ühtlus ahju Hart Scientific 7114 sukeldatud ühtlustusplokis: a) stabiilsus temperatuuril 400 °C; b) teljesihiline ja radiaalne temperatuurühtlus temperatuuril 400 °C.

4.2.6 Automaatne temperatuurikontroll ja andmehõive

Eelnevates punktides kirjeldatud mõõtesildade ja termostaatide valimisel jälgiti, et need oleks varustatud RS232 ja/või IEEE488 andmesideliidestega, mis võimaldavad seadmete automaatset kaugjuhtimist personaalarvutite abil. Sobivat tarkvara kasutades saab muuta näiteks termostaatide temperatuuri seadeväärtust, jälgida keskkonna stabiilsust ning salvestada mõõtetulemusi. Kirjeldatud omadused teenivad kahte eesmärki: 1) kaugjuhtimine võimaldab vähendada operaatori läheduse häirivat mõju mõõteseadmetele; samuti ka mõõteseadmete eraldamist termostaatide poolt tekitatud temperatuuriväljast; 2) automaatne seadmete juhtimine ja mõõtetulemuste salvestamine võimaldab oluliselt kiirendada termomeetrite kalibreerimisprotseduuri, vähendades seejuures operaatori pideva osaluse vajadust. Mõõteobjektide soojusliku tasakaalu saavutamine ja stabiilsuse jälgimine on üldjuhul aeganõudev protsess. Seetõttu on automaatse temperatuurikontrolli ja mõõtetulemuste registreerimise puhul võimalik salvestada ning graafiliselt esitada suurel hulgal mõõtetulemusi, mis annavad selgema ülevaate toimuvast mõõteprotsessist. Automaatne mõõtetulemuste registreerimine võimaldab koguda sellise suurusega andmemahu, mis ei ole käsitsi sooritatavate mõõtmiste puhul võimalik; vähendab operaatori vigu mõõtetulemuste ülesmärkimisel ning säästab oluliselt operaatori aega.

4.3 Mõõtemudel ja -määramatuse koondtabel

Mõõtemääramatuse väljendamise juhendi alusel lähteülesande täitmiseks konstrueeritud mõõtemudel koosneb mitmest osast. Esmalt vaatleme mõõtühiku edastamiseks vajaliku stabiilse ning ühtlase temperatuurikeskkonna loomist [4]. Sel juhul termostaati sukeldatud ühtlustusplokki asetatud kalibreeritava termomeetri temperatuur t avaldub kujul

$$t = t'_e + \delta t_{kk}, \quad (17)$$

milles:

t'_e – etalontermomeetriga ühtlustusplokis mõõdetud temperatuur;

δt_{kk} – mõõtekeskkonna ebastabiilsusest ja -ühtlusest tingitud etalon- ja kalibreeritava termomeetri temperatuuride erinevus.

Etalontermomeetriga mõõdetud temperatuur t_e koosneb omakorda komponentidest

$$t'_e = t_e + \delta t_{kal} + \delta t_s + \delta t_r + \delta t_n + \delta t_{kal,vkp}, \quad (18)$$

milles:

t_e – etalontermomeetri näit;

δt_{kal} – etalontermomeetri kalibreerimisparand;

δt_s – etalontermomeetri ebastabiilsusest tingitud parand;

δt_r – etalontermomeetri takistuse mõõtmiseks kasutatava takistuspooli omadustest tingitud parand;

δt_n – etalontermomeetri takistuse mõõtmiseks kasutatava mõõtesilla omadustest tingitud parand;

$\delta t_{kal,vkp}$ – etalontermomeetri kalibreerimisparand vee kolmikpunkti temperatuuril.

Mõõtekeskkonna ebastabiilsusest ja -ühtlusest tingitud parand δt_{kk} koosneb komponentidest

$$\delta t_{kk} = \delta t_s + \delta t_x + \delta t_y, \quad (19)$$

milles:

δt_s – temperatuuri ebastabiilsusest tingitud parand;

δt_x – temperatuuri radiaalsest ebaühtlusest tingitud parand;

δt_y – temperatuuri teljesihilisest ebaühtlusest tingitud parand.

Lähtudes labori mõõtevõime hindamise põhimõtetest, peame eeltoodud mõjuritele lisama veel selles laboris kalibreeritava parima mõõtevahendi st objekti enda omadustest tulenevad määramatuse allikad [58]. Seega kalibreeritud termomeetrile omistatud temperatuuri väärtus

$$t_k = t + \delta t'_{rx} + \delta t'_s + \delta t'_r + \delta t'_n + \delta t'_{kal,vkp}, \quad (20)$$

milles:

$\delta t'_{rx}$ – kalibreeritava termomeetri takistuse mõõtetulemuste hajumisest tingitud parand;

$\delta t'_s$ – kalibreeritava termomeetri lühiajalisest ebastabiilsusest tingitud parand;

$\delta t'_r$ – kalibreeritava termomeetri takistuse mõõtmiseks kasutatava takistuspooli omadustest tingitud parand;

$\delta t'_n$ – kalibreeritava termomeetri takistuse mõõtmiseks kasutatava mõõtesilla omadustest tingitud parand;

$\delta t'_{\text{kal,vkp}}$ – kalibreeritava termomeetri kalibreerimistulemustele vastav parand vee kolmikpunkti temperatuuril.

Väikese või elimineeritava panusega määramatuse komponendid, nagu termomeetri isesoojenemine, soojusjuhtivus ja hüsterees, on siintoodud mõõtemudelist välja jäetud kui antud mõõteülesande suhtes tähtsusetud. Kogudes valemities (17)–(20) loetletud suurused määramatuse koondtabelitesse (tabelid 13–14), saame ülevaate erinevate komponentide panusest lõpliku mõõtemääramatuse hinnangu kujunemisel. Liitmääramatuse u_c arvutamiseks liidetakse määramatuse panused $u_i(y)$ ruutreegli alusel:

$$u_c^2 = \sum_i u_i^2(y). \quad (21)$$

Laiendmääramatuse U arvutamiseks 95 % tõenäosusnivool korrutame liitmääramatuse katteteguriga $k = 2$ ehk

$$U = k \times u_c ; k = 2. \quad (22)$$

Tabel 13. Mõõtemääramatuse koondtabel temperatuurivahemikus (-40...+200) °C.

Suurus X_i	Standardmääramatus $u(x_i)$ / mK	Tõenäosusjaotus	Tundlikkuse koefitsient $\delta t/\delta x_i$	Panus määramatusse $u_i(y)$ / mK	Hinnangu alus jaotis
<i>Etalon</i>					
δt_{kal}	3,0	normaal	1	3,0	4.2.1
$\delta t_{\text{kal,vkp}}$	0,5	normaal	2*	1,0	4.2.1
δt_s	0,3	ühtlane	2**	0,6	4.2.1
δt_r	0,2	normaal	1	0,2	4.2.2
δt_n	0,5	normaal	1	0,5	4.2.3
t_e	1,0	normaal	1***	1,0	4.2.5
<i>Võrdluskeskkond</i>					
δt_s	1,2	ühtlane	1	1,2	4.2.5
δt_x	0,3	ühtlane	1	0,3	4.2.5
δt_y	0,9	ühtlane	1	0,9	4.2.5
<i>Kalibreeritav</i>					
$\delta t'_r$	0,2	normaal	1	0,2	4.2.2
$\delta t'_n$	0,5	normaal	1	0,5	4.2.3
$\delta t'_s$	0,3	ühtlane	1	0,3	4.2.1
$\delta t'_{\text{kal,vkp}}$	0,5	normaal	2*	1,0	[63]
$\delta t'_{rx}$	1,0	normaal	1***	1,0	4.2.5
u_c					4,0
U (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$)					8,0

* Termomeetri kalibreerimise määramatus vee kolmikpunkti temperatuuril kandub edasi kogu termomeetri mõõtepiirkonnale, andes suurima panuse mõõtepiirkonna ülemise piiri (+200 °C) juures, millele vastab tundlikkuse koefitsient 2 [22,23,59,60,61].

** Termomeetri ebastabiilsusest tingitud määramatus, mida hinnatakse vee kolmikpunkti temperatuuril mõjutab mõõtetulemusi kogu mõõtepiirkonnas, andes suurima panuse mõõtepiirkonna ülemise piiri (+200 °C) juures, millele vastab tundlikkuse koefitsient 2 [22,23,59,60,61].

*** A-tüüpi määramatus [4].

Tabel 14. Mõõtemääramatuse koondtabel temperatuurivahemikus (+200...+400) °C.

Suurus X_i	Standardmääramatus $u(x_i)$ / mK	Tõenäosusjaotus	Tundlikkuse koefitsient $\delta t/\delta x_i$	Panus määramatusse $u_i(y)$ / mK	Hinnangu alus jaotis
<i>Etalon</i>					
δt_{kal}	3,0	normaal	1	3	4.2.1
$\delta t_{\text{kal,vkp}}$	0,5	normaal	3*	2	4.2.1
δt_s	0,3	ühtlane	3**	1	4.2.1
δt_r	0,2	normaal	1	0	4.2.2
δt_n	0,5	normaal	1	1	4.2.3
t_e	1,0	normaal	1***	1	4.2.5
<i>Võrdluskeskkond</i>					
δt_s	2,8	ühtlane	1	3	4.2.5
δt_x	1,4	ühtlane	1	1	4.2.5
δt_y	18,8	ühtlane	1	19	4.2.5
<i>Kalibreeritav</i>					
$\delta t'_r$	0,2	normaal	1	0	4.2.2
$\delta t'_n$	0,5	normaal	1	1	4.2.3
$\delta t'_s$	0,3	ühtlane	1	0	4.2.1
$\delta t'_{\text{kal,vkp}}$	0,5	normaal	3*	2	[63]
$\delta t'_{\text{rx}}$	1,0	normaal	1***	1	4.2.5
u_c				20	
U (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$)				40	

* Termomeetri kalibreerimise määramatus vee kolmikpunkti temperatuuril kandub edasi kogu termomeetri mõõtepiirkonnale, andes suurima panuse mõõtepiirkonna ülemise piiri (+400 °C) juures, millele vastab tundlikkuse koefitsient 3 [22,23,59,60,61].

** Termomeetri ebastabiilsusest tingitud määramatus, mida hinnatakse vee kolmikpunkti temperatuuril mõjutab mõõtetulemusi kogu mõõtepiirkonnas, andes suurima panuse mõõtepiirkonna ülemise piiri (+400 °C) juures, millele vastab tundlikkuse koefitsient 3 [22,23,59,60,61].

*** A-tüüpi määramatus [4].

4.4 Võrdlusmõõtmised ja rahvusvaheline koostöö

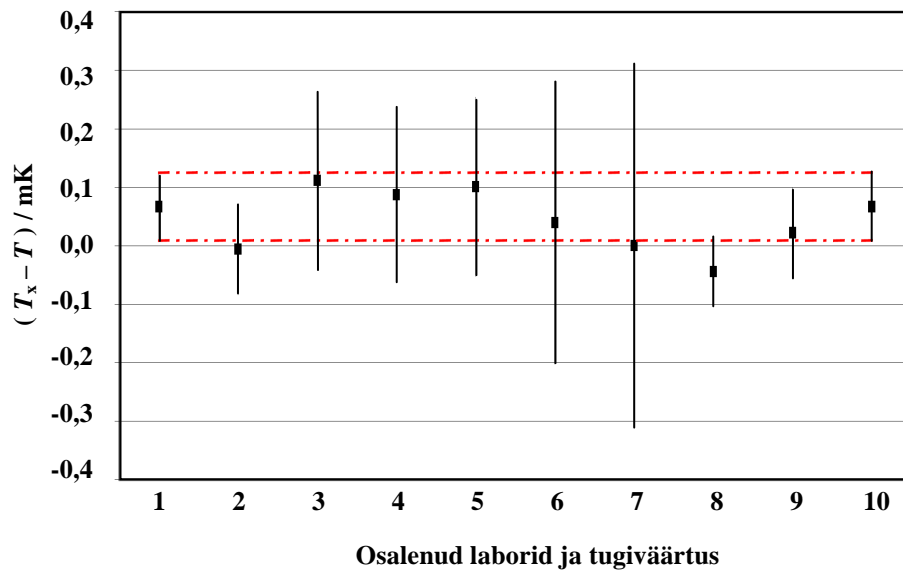
Üldtunnustatud rahvusvaheliste reeglite kohaselt tuleb labori poolt hinnatud parimat mõõtevõimet kontrollida võrdlusmõõtmistega [34,62]. Riigi temperatuurietaloni labor osales aastatel 2003–2004 kolmes rahvusvahelises võrdlusmõõtmises:

- EUROMET Project no. 714. Comparison of Realization of the Triple-Point of Water [63];
- EUROMET Project no. 809. Interlaboratory comparison of PRT-calibration and evaluation of uncertainty budget [64];
- Thermometer Comparison L12 in the range from -80 °C to 400 °C [65].

Kõigi kolme võrdlusmõõtmise tulemused kinnitavad Eesti riigi temperatuurietaloni laboris sooritatavate mõõtmiste seostatust SI-ga tabelites 13–14 esitatud mõõtemääramatuse tasemel. Joonisel 20 kujutatud võrdlusmõõtmise [63] tulemused näitavad Eesti temperatuuri

riigietalonilaboris realiseeritava vee kolmikpunkti temperatuuri seostatust temperatuuriühiku kelvin definitsiooniga [66].

Eesti temperatuuri riigietaloni struktuuri ja mõõtevõimet tutvustati rahvusvahelisele üldsusele 2004. a Rahvusvahelisel temperatuurimõõtmiste alasel sümposiumil *TEMPMEKO (International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science)* [Lisa 1].



Joonis 20. Rahvusvahelise võrdlusemõõtmise „EUROMET Project no. 714. Comparison of Realization of the Triple-Point of Water“ tulemused [63]. T_x – temperatuur labori rakus; T – temperatuur võrdlusemõõtmises ringelnud võrdlusrakus. Osalenud laborid ja tugiväärtus: 1 ja 10 – temperatuuriühiku definitsiooniga seostatud tugiväärtus; 2 ja 9 – LNE-INM/CNAM, Prantsusmaa; 3 – Metroserit, Eesti temperatuuri riigietalonilabor, rakk nr J2027; 4 – Metroserit, Eesti temperatuuri riigietalonilabor, rakk nr B11-320; 5 – Metroserit, Eesti temperatuuri riigietalonilabor, rakk nr E11-284; 6 – MSA, Malta; 7 – LNMC, Läti; 8 – NSC, Ukraina. Vertikaalsed sirglõigud tähistavad mõõtemääramatust (tõenäosusnivool 95 %, kattetegur $k = 2$). Punased katkendjooned tähistavad temperatuuriühiku definitsiooniga seotud tugiväärtust.

4.5 Eesti temperatuuri riigietaloni mõõtevõime

Tabelites 13 ja 14 esitatud tulemuste alusel on Eesti temperatuuri riigietaloni võimalik temperatuuriskaalat edastada:

- temperatuurivahemikus (-40...+200) °C laiendmõõtemääramatusega 8 mK (tõenäosusnivool 95%, $k = 2$);
- temperatuurivahemikus (+200...+400) °C laiendmõõtemääramatusega 40 mK (tõenäosusnivool 95%, $k = 2$) [67, Lisa 3].

Tuginedes Eesti temperatuuri riigietalonilabori koosseisu kuuluvate seadmete kirjeldusele, mõõtemääramatuse komponentide hinnangule, mõõtemääramatuse koontabelile ja rahvusvaheliste võrdlusmõõtmiste tulemustele (kõik eelnevad loetletud ja kirjeldatud käesolevas magistritöös), kinnitas Eesti Vabariigi majandus- ja kommunikatsiooniminister 19. jaanuari 2005. a määrusega nr 6 Eesti temperatuuri riigietaloni mõõtevõime [68].

5 KOKKUVÕTE

Käesoleva magistritöö tulemusena on välja arendatud Eesti temperatuuri riigietalon, mis:

- tagab temperatuurivahemikus (-40...+400) °C mõõtetulemuste seostatuse rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 definitsiooniga;
- võimaldab säilitada ja edastada temperatuuriskaalat ITS-90 sekundaartasemel
 - temperatuurivahemikus (-40...+200) °C laiendmõõtemääramatusega 8 mK (tõenäosusnivool 95%, kattetegur $k = 2$);
 - temperatuurivahemikus (+200...+400) °C laiendmõõtemääramatusega 40 mK (tõenäosusnivool 95%, kattetegur $k = 2$);
- on näidanud oma rahvusvahelist usaldusväärset rahvusvahelistes võrdlusmõõtmistes ning avaldatud publikatsioonides.

Käesolev väitekirj valmis aastatepikkuse uurimis- ja arendustöö tulemusena, millesse andsid oma panuse paljud head kolleegid, sõbrad ja perekonnaliikmed. Väitekirja autori südamlük tänu kuulub: PhD Olev Saksale ja Rein Karniolile, kes on andnud suurima panuse autori metrooloogialasesse teadmiste ja kogemuste pagasisse; juhendajatele Mart Noormale ja Toomas Kübarsepale; Viktor Vabsonile ja teistele kaastöötajatele; samuti vanematele, abikaasale ja lastele. Antud töö valmis tänu Euroopa Liidu toetusprogrammidele Phare 99 ja Phare 2001 ning Eesti Teadusfondi projektile nr ETF7431.

Eesti Vabariigi majandus- ja kommunikatsiooniminister kinnitas läbiviidud uurimis- ja arendustöö tulemuste põhjal 19. jaanuari 2005. a määrusega nr 6 ametlikult Eesti temperatuuri riigietaloni mõõtevõime.

Riho Vendt

19.05.2008

6 DEVELOPMENT OF THE NATIONAL STANDARD FOR TEMPERATURE IN REPUBLIC OF ESTONIA

Every independent state needs a well-functioning national measurement system in order to support economy, trade and other related activities. Manufacturing, trade, health and safety, environmental protection, science, enforcement of government regulations, generation and distribution of energy are only a few examples of applications that need measurement results traceable to the units of SI. In addition, non-uniformity of measurement results has been revealed as one of the major technical barriers to the free movement of goods and services. It is a governmental responsibility to assure the fulfilment of international agreements and obligations to minimize these barriers. In Estonia the national measurement system is established by enforcement of the Metrology Act, which states, in line with other regulations, that the traceability of measurement results to the units of SI is achieved by implementation of the national measurement standards. Considering the requirements of the Metrology Act, national needs for reliable measurement results and international agreements, this Master's thesis describes development of the national standard for temperature in Estonia. The second chapter of this work gives an overview of the surveys and preparations that preceded the development of this standard. Also, the task — development of the national standard for temperature in the range of (-40...+400) °C at approximate uncertainty level of 10 mK — is set. The third chapter describes the basic key elements of the *International Temperature Scale of 1990* (ITS-90). The main part of the work — setting up the technical level and base scheme of the traceability chain, description of the measurement equipment, overview of the measurements performed and evaluated uncertainty contributions — is presented in chapter four. Finally, the uncertainty budget is compiled and the measurement capability: 8 mK in the range from -40 °C to +200 °C, and 40 mK in the range from +200 °C to +400 °C of the developed standard is stated. On 19th of January in 2005 the Minister of Economic Affairs and Communications of Estonia approved the measurement capability and official status of the national standard for temperature with the Regulation no. 6.

7 KIRJANDUSVIITED

- 1 Bureau International Des Poids et Mesures. „The International System of Units (SI)“, 8th ed., Sèvres, BIPM, 2006.
- 2 Bureau International Des Poids et Mesures. „National and International Needs Relating to Metrology: International Collaborations and the Role of BIPM“, Sèvres, BIPM, 1998.
- 3 „Eesti Vabariigi Mõõteseadus“, *Riigi Teataja* I, 2004, 18, 132.
- 4 BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“, Geneva, International Organisation for Standardisation, 1995.
- 5 EVS-758:1998. „Metroloogia. Terminid ja määratlused“, Tallinn, Eesti Standardiamet, 1998.
- 6 Vabariigi Valitsuse 28.01.2004. a korraldus nr 37. „Eesti riiklik arengukava Euroopa Liidu struktuurifondide kasutuselevõtuks — ühtne programmdokument 2004–2006“.
- 7 „Eesti metroloogia arengukava aastateks 2004–2007“, Tallinn, Eesti Vabariigi Majandus- ja Kommunikatsiooniministeerium, 2003.
- 8 Bureau International Des Poids et Mesures. „Evolving Needs for Metrology in Trade, Industry and Society and the Role of the BIPM“, Sèvres, BIPM, 2003.
- 9 Comité International des Poids et Mesures. „Mutual Recognition of National measurement Standards and of Calibration Certificates Issued by National Metrology Institutes“, Paris, CIPM 1999.
- 10 „Kalibreerimisvajaduste uuring: tulemused ja analüüs. Lepingu nr 1/41-104 aruanne“, Tallinn, AS Metrosert, 2002.
- 11 Бурдун , Г. Д., Марков, Б. А. „Основы метрологий“, Ленинград, Изд. стандартов, 1972.
- 12 Preston-Thomas, H. „The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)“, *Metrologia*, 1990, 27, 3–10.
- 13 Vendt, R. „Ettevalmistav uurimus rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 realiseerimiseks Eesti Vabariigis: diplomitöö“, Tartu, Tartu Ülikool, 1994.
- 14 Kochsiek, M., Gläser, M. „Comprehensive Mass Metrology“, Berlin, Wiley-VCH, 2000.

- 15 „Reflections on the Motive Power of Fire by Sadi Carnot and other Papers on the
Second Law of Thermodynamics by É. Clapeyron and R. Clausius“, toimetaja
Mendoza, E. Gloucester, Peter Smith Publisher Inc., 1977.
- 16 Thomson, W. „On Dynamic Theory of heat“, *Transactions of the Royal Society of
Edinburgh*, 1851 ja *Philosophical Magazine*, IV, 1852.
- 17 de Boer, J. „Temperature as a Basic Physical Quantity“,
Metrologia 1965, 1, 158–169.
- 18 Bureau International Des Poids et Mesures. „Comptes Rendus des Séances de la
Dixième Conférence Générale des Poids et Mesures“, Resolution 3, 79, Sèvres,
BIPM, 1954.
- 19 Bureau International Des Poids et Mesures. „Comptes Rendus des Séances de la
Treizième Conférence Générale des Poids et Mesures“, Resolution 3, 104,
Sèvres, BIPM, 1969.
- 20 Bureau International Des Poids et Mesures. „Comptes Rendus des Séances de la
Treizième Conférence Générale des Poids et Mesures“, Resolution 4, 104,
Sèvres, BIPM, 1969.
- 21 Bureau International Des Poids et Mesures. „Procès-Verbaux des Séances du
Comité International des Poids et Mesures“, Recommendation 5, 57, 115, Sèvres,
BIPM, 1989.
- 22 Preston-Thomas, H., Bloembergen, P., Quinn, T.J. „Supplementary Information
for the International Temperature Scale of 1990“, Sèvres, BIPM, 1990.
- 23 Nicholas, J.V., White, D.R. „Traceable Temperatures“, 2nd ed. Chichester, John
Wiley & Sons Ltd., 2001.
- 24 Bureau International Des Poids et Mesures. „Procès-Verbaux des Séances du
Comité International des Poids et Mesures“, Recommendation 2 (CI-2005), 73,
235, Sèvres, BIPM, 2006.
- 25 Gonfiantini R. „Standards for Stable Isotope Measurements in Natural
Compounds“, *Nature*, 1978, 271, 534–536.
- 26 De Laeter, J. R., Böhlke, J. K., De Bièvre, P., Hidaka, H., Peiser, H. S., Rosman, K.
J. R., Taylor, P. D. P. „Atomic Weights of the elements: Review 2000“, *Pure and
Applied Chemistry*, 2003, 75, 683–800.
- 27 Rusby, R. L., Hudson, R. P., Durieux, M., Schooley, J. F., Steur, P. P. M.,
Swenson, C. A. „Thermodynamic Basis of the ITS-90“, *Metrologia* 1991, 28, 9–18.

- 28 McCarty, R. D., Hord, J., Roder, H. M. „Selected properties of hydrogen (Engineering design data)“, National Bureau of Standards Monograph 168, Washington D.C., U.S. Government Printing Office, 1981.
- 29 Fischer, J., Fellmuth, B. „Temperature Metrology“, *Reports on Progress in Physics* 2005, 68, 1043–1094.
- 30 Bureau International Des Poids et Mesures. „Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990“, Sèvres, BIPM, 1990.
- 31 Bureau International Des Poids et Mesures. „Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990“, Sèvres, BIPM, 1990.
- 32 Rabinovich, S. G. „Measurement errors and uncertainties, theory and practice“, 3rd ed., New York, Springer-Verlag New York Inc., 2005, 32–36.
- 33 Riddle, J. L., Furukawa, G. T., Plumb H. H. „Platinum Resistance Thermometry“, National Bureau of Standards Monograph 126, Washington D.C., U.S. Government Printing Office, 1972.
- 34 EVS-EN ISO/IEC 17025:2006. „Katse ja kalibreerimislaborite kompetentsuse üldnõuded“, Tallinn, Eesti Standardikeskus, 2006.
- 35 „Model 670 Handbook: Handbook for Precision Platinum Resistance Thermometer“, Issue 01 9/97, Pine Grove, Isothermal Technology Ltd., 1997.
- 36 „5680/5682/5699 Metal Sheath Standard Platinum Resistance Termometer: User’s Guide“, Rev. 9C2001, American Fork, Hart Scientific, 2001.
- 37 International Organization of Legal Metrology. OIML D 5. „Principles for the establishment of hierarchy schemes for measuring instruments“, Paris, OIML, 1982.
- 38 Kuusik, M. „Täppistakistustermomeetrite stabiilsuse uurimine: magistritöö“, Tartu, Tartu Ülikool, 2004.
- 39 „F700 Precision Thermometry Bridge: Operator’s Handbook. F700-14-001“, Issue 3, New Addington, Automatic Systems Laboratories, 2003.
- 40 „True Temperature Indicator Handbook (TTI-2)“, Pine Grove, Isothermal Technology Ltd., 1998.
- 41 „1529 Chub-E4 Thermometer Readout: User’s Guide“, Rev. 261201, American Fork, Hart Scientific, 2001.
- 42 White, D. R. „Contribution of Uncertainties in Resistance Measurements to Uncertainty in ITS-90“, *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*, 2003, 7, 321–326.

- 43 White, D. R. „A Method for Calibrating Resistance Thermometry Bridges“, *Proceedings of TEMPMEKO '96, The 6-th International Symposium on Temperature and Thermal measurements in Industry and Science*, toimetaja Macarino, P. Torino, Levrotto & Bella, 1997, 129–134.
- 44 Pokatilov, A., Kübarsepp, T. „Development of Automated Measurement Setup for Standard Resistors“, *Proceedings of International Baltic Electronics Conference*, 2006, 161–162.
- 45 Pokatilov, A., Kübarsepp, T. „Traceability of Voltage and Resistance Measurements in Estonia“, *Proceedings of 13-th International Metrology Congress, Lille, France*, 2007, 18–21.
- 46 EA-04/02 „Mõõtemääramatuse väljendamine kalibreerimisel“, tõlge eesti keelde, tõlkijad Vabson, V., Vendt, R., Kübarsepp, T., Tallinn, Eesti Akrediteerimiskeskus, 2003.
- 47 ISS 02-03/02 „Jarret-Isotech Water Triple Point Cells“, Pine Grove, Isothermal Technology Ltd., 2002.
- 48 „Operation and Maintenance Manual for Gallium Temperature Standard: Model 17402A (Including 17401 Ga Cell)“, Issue 3 12/97, Pine Grove, Isothermal Technology Ltd., 1997.
- 49 Michalski, L., Eckersdorf, K., Kucharski, J., McGhee, J. „Temperature Measurement“, 2nd ed., Chichester, John Wiley & Sons Ltd., 2001, 439–445.
- 50 „Model 7012 Calibration Bath: User Manual“, Rev. 970802, American Fork, Hart Scientific, 2002.
- 51 „7341 Calibration Bath: User's Guide“, Rev. 370901, American Fork, Hart Scientific, 2001.
- 52 Isothermal Technology. „Parallel Tube Liquid Bath: Model 915“, Evaluation report. [WWW] <http://www.isotech.co.uk/pdfs/915.pdf> (12.04.2000)
- 53 „9114 Freeze Point Furnace: User Manual“, Rev. 8C1102, American Fork, Hart Scientific, 2002.
- 54 Bojkovski, J., Drnovšek, J., Pušnik, I. „Analysis of Equalising Blocks in Calibration of Thermometers“, *Measurement*, 1998, 23, 145–150.
- 55 Drnovšek, J., Pušnik, I., Bojkovski, J. „Reduction of Uncertainties in temperature calibrations by comparison“, Design note, *Measurement Science and Technology*, 1998, 9, 1907–1911.

- 56 Drnovšek, J., Bojkovski, J., Pušnik, I. „A General Procedure for Evaluation of Calibration Baths in Precision Temperature Measurements“, *IEEE IMTC/97*. 1997, 1370–1372.
- 57 Groselj, D., Pavlovčić, F., Fefer, D. „An Evaluation of Calibration Baths Using the Resistance Ratio of Two Precision Thermometers“, *Proceedings / 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*. Cavtat-Dubrovnik, 22–25 juuni 2004, toimetaja Zvidic, D. Zagreb, Laboratory for Process Measurement, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2005, 2, 867–872.
- 58 Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM (JCRB). Document JCRB-8/9. „Uncertainty Contributions of the Device Under Calibration or Measurement“. [<http://www.bipm.org/en/committees/jc/jcrb/documents.html>] (14.02.2002)
- 59 White, D. R., Saunders, P. „The Propagation of Uncertainty on Interpolated Scales, With Examples from Thermometry“, *Metrologia* 2000. 37, 285–293.
- 60 White, D. R. „The Propagation of Uncertainty With Non-Lagrangian Interpolation“, *Metrologia* 2001, 38, 63–69.
- 61 Meyer, C. W., Ripple, D. C. „Determination of the Uncertainties for ITS-90 Realization by SPRTs Between Fixed Points“, *Metrologia* 2006, 43, 327–340.
- 62 Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM (JCRB). Document 14/06(2a)_final. „Criteria for acceptance of data for Appendix C“. [<http://www.bipm.org/en/committees/jc/jcrb/documents.html>] (26.08.2005)
- 63 EUROMET Project no. 714. „Comparison of Realization of the Triple-Point of Water“, Final Report. [<http://www.euromet.org/cgi-bin/projectfile.pl?prefno=714>] (14.09.2006)
- 64 EUROMET Project no. 809. „Interlaboratory comparison of PRT-calibration and evaluation of uncertainty budget“, Final Report. [<http://www.euromet.org/cgi-bin/projectfile.pl?prefno=809>] (01.03.2006)
- 65 Weckström, T. Thermometer „Comparison L12 in the range from -80 °C to 400 °C“, Final Report, Helsinki, Centre for Metrology and Accreditation / Mittatekniikan Keskus, 2005.

- 66 Renaot, E., Valin, M. H., Elgourdou M. „Analysis of the Comparison of TPW Realizations in Europe in Light of CCT Recommendation 2 (CI-2005)“, *International Journal of Thermophysics*. Ilmumas.
[Online doi:10.1007/s10765-008-0376-2] (14.02.2008)
- 67 Kübarsepp, T., Vabson, V., Vendt, R., Pokatilov, A. „Riigi mõõteinfrastruktuur. Massi, pikkuse, temperatuuri ja elektriliste suuruste etalonlaborid“, *Eesti füüsikalise aastaraamat*, 2005, XVI, 83–85.
- 68 Majandus- ja kommunikatsiooniministri 19. jaanuari 2005.a. määrus nr 6. „Riigietalonide nimistu“, *Riigi Teataja Lisa*, 2005,14,132.

8 LISAD

- LISA 1** Vendt, R., Kuusik, M., Kübarsepp, T. „Basis for Traceable Temperature Measurements in Estonia“, *Proceedings / 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*. Cavtat-Dubrovnik, 22–25 juuni 2004, toimetaja Zvidic, D. Zagreb, Laboratory for Process Measurement, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2005, 2, 941–944.
- LISA 2** Vendt, R., Kübarsepp, T. „Self-heating effect of SPRT in Water Triple Point Cells“, *Proceedings of 12-th International Metrology Congress*, Lyon, 20–23 juuni 2005. Collège Français de Métrologie, 2005. [CD-ROM] (27.06.2005)
- LISA 3** Kübarsepp, T., Vabson, V., Vendt, R., Pokatilov, A. „Riigi mõõteinfrastruktuur. Massi, pikkuse, temperatuuri ja elektriliste suuruste etalonlaborid“, *Eesti füüsikaseltsi aastaraamat*, 2005, XVI, 83–85.

LISA 1

Vendt, R., Kuusik, M., Kübarsepp, T. „Basis for Traceable Temperature Measurements in Estonia“, *Proceedings / 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*. Cavtat-Dubrovnik, 22–25 juuni 2004, toimetaja Zvidic, D. Zagreb, Laboratory for Process Measurement, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2005, 2, 941–944.

BASIS FOR TRACEABLE TEMPERATURE MEASUREMENTS IN ESTONIA

Riho Vendt, Mehis Kuusik, Toomas Kübarsepp

AS Metrosert, Tartu, Estonia

ABSTRACT

The development of national standard for temperature measurements in Estonia is described. The temperature standard for contact thermometry is established on a secondary level by using standard platinum resistance thermometers, a thermometry bridge and water triple points. It is shown that, presently, the measurements of temperature in the range from -30 °C to $+280\text{ °C}$ can be realized at an uncertainty level below 30 mK. As an example, the uncertainty budget for a comparison calibration at $+60\text{ °C}$ with an expanded uncertainty ($k=2$) of 8 mK is briefly discussed.

1. INTRODUCTION

Reliable measurements have a considerable importance in almost every field of human activity. Manufacturing, trade, health and safety, environmental protection, science, enforcement of government regulations, generation and distribution of energy are but a few examples of applications that need measurement confidence. In addition, non-uniformity of the measurement results in testing and product certification has been revealed as one of the major technical barriers to trade. To minimize technical barriers, most countries have adopted the international system of units SI [1].

In Estonia the measurement system is being updated and new national standards are being developed to better maintain and reliably disseminate measurements traceable to the SI. In 2002, a survey of needs for national standards was carried out in our country. The results of the survey were used to elaborate a strategy for the development of measurement standards. According to this plan, one of the aims is to assure the traceability of temperature measurements by developing a national standard for contact thermometry in the range of -40 °C to $+400\text{ °C}$ with a best measurement uncertainty less than 30 mK. The present paper describes achievements in the development of the national standard for reliable temperature measurements in Estonia. The methods and equipment selected to establish the measurement standards are described and an example of an uncertainty budget is presented.

2. MAINTENANCE OF TEMPERATURE SCALE

The temperature measurement standard has been developed at a secondary level. For that purpose, the realization of the temperature scale is based on a group of calibrated standard platinum resistance thermometers (SPRT) which are regularly checked in water triple points (WTP) on-site (Figure 1). The group consists of three SPRTs calibrated at the fixed points of the international temperature scale ITS-90 [1] in the temperature range of -40 °C to $+420\text{ °C}$ with an expanded measurement uncertainty of 2 mK. Two types of thermometers are used in this group: an Isotech 670 thermometer and two Hart Scientific 5699 thermometers.

In maintaining the temperature scale at a secondary level, it is important to observe the stability of the SPRTs by periodically checking their electrical resistance at the water triple point [2]. A set of three WTP cells is used to carry out these checks following standard procedures and

recommendations [3]. An example of the stability of one of our thermometers is given in Table 1. A change of $135 \mu\Omega$ in the electrical resistance of the SPRT was observed between calibrations in 2001 and 2003. This result confirms the establishment of the group of SPRTs and the regular check procedure using WTPs and, also, indicates some need for annealing to remove strains or appropriate treatment to reduce oxide growth.

Table 1: Long-term stability of the Isotech SPRT used to maintain the temperature scale at the Temperature Laboratory, Metroser (Estonia).

Year	Resistance / Ω	Uncertainty ($k = 2$) / $\mu\Omega$
2001	25,325605	30
2003	25,325740	30

The traceability of resistance measurements is based on a set of Tinsley 5685A standard resistors with nominal values of 10Ω , 25Ω and 100Ω . The resistors are regularly calibrated at NMIs abroad. Comparison of the calibration results from 1999 and 2003 indicates a relative change in the resistance value of $0,05 \times 10^{-6}$ per year for the 100Ω -resistor and $0,13 \times 10^{-6}$ per year for the 25Ω -resistor. This means that the uncertainty contribution to temperature measurement uncertainty due to the apparent drift in the reference resistors is at the level of $0,01 \text{ mK}$ per year.

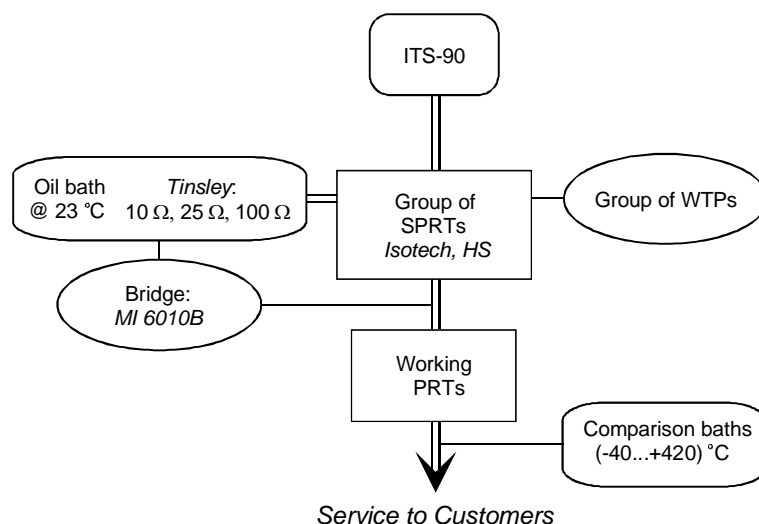


Figure 1: Scheme for maintenance of the traceability of temperature measurements at the Temperature Laboratory, Metroser (Estonia).

All resistors are immersed in a temperature controlled oil-bath (Lauda Ecoline E200) which is set to a reference temperature of 23 °C with a stability of $\pm 0,02 \text{ °C}$. The uncertainty of the temperature setpoint is estimated to result in an uncertainty contribution of $0,01 \text{ mK}$ to the temperature measurements.

The resistance measurements are performed using an automated thermometry bridge (Measurements International MI6010B). The properties of the bridge were thoroughly studied in the ratio range from 0,8 to 3,0 which roughly corresponds to the temperature range -40 °C to $+400 \text{ °C}$. By combining the 10Ω , 25Ω and two 100Ω standard resistors, the ratios 0,4; 1; 2,5 and 4 were measured. The differences between the measured ratio values and the ones calculated values from the calibration certificates of the standard resistors were estimated to be within $\pm 0,1 \times 10^{-6}$ (Figure 2). This result verifies that the values measured using our bridge can be used without additional corrections within the relative standard uncertainty of $0,3 \times 10^{-6}$, resulting in an uncertainty contribution of $0,08 \text{ mK}$ to the temperature measurements.

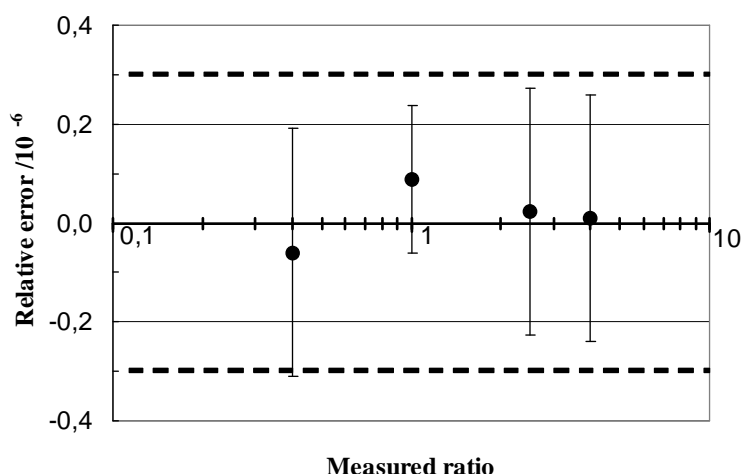


Figure 2: Measured deviations of the MI6010B bridge at the ratios 0,4; 1; 2,5 and 4. The bars indicate the expanded uncertainty of the measurement.

3. TRACEABILITY DISSEMINATION AND UNCERTAINTY ESTIMATION

The described standards are used to calibrate several kinds of contact thermometers in Hart Scientific 7012 and Isotech 915 comparison baths. The baths cover the temperature range from $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+280\text{ }^{\circ}\text{C}$. In 2004, the range will be extended by using an alcohol bath down to $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ and a vertical tube furnace with a heat pipe up to $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. At present, calibration by comparison is conducted in oil in the Isotech bath and in water in the Hart Scientific bath. As an example, the uncertainty budget for a PRT calibration in a comparison bath at $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ is presented in Table 2.

The largest uncertainty contributions arise from the properties and use of the standard thermometers, as well from the comparison facilities and procedures, while the uncertainty contribution due to the resistance measurements is clearly insignificant. The expanded uncertainty of 8 mK corresponds to our goal for measurement capability. The uncertainty contribution due to the thermometer under calibration is added to the presented uncertainty budget.

Table 2: Uncertainty budget for a PRT calibration in a comparison bath at $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Source of uncertainty	Contribution to temperature measurement
Measurement of electrical resistance	
Calibration of the standard resistors	0,10 mK
Temperature difference of the standard resistors $\pm 0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ from the reference temperature $23\text{ }^{\circ}\text{C}$	0,01 mK
Drift of the standard resistors between calibrations	0,06 mK
Calibration of the resistance measurement bridge	0,08 mK
Calibration and use of the SPRT	3 mK
Calibration bath stability and gradients	3 mK
Combined uncertainty	4 mK
Expanded uncertainty ($k = 2$)	8 mK

4 SUMMARY

We have developed a measurement system that is used to establish the national temperature standard in Estonia. The measurement system was built up as a basis for the maintenance and dissemination of traceability in contact thermometry in the range from $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+400\text{ }^{\circ}\text{C}$. For that purpose, a set of three high-quality SPRTs are used. By using a set of three WTPs and a thoroughly-studied thermometry bridge, the stability of the SPRTs is regularly monitored. Dissemination of the temperature scale is carried out through comparison calibration in liquid baths. The facilities used and the procedures developed are suitable to assure the traceability of temperature measurements in the required temperature range with a best measurement uncertainty of less than 30 mK.

REFERENCES

- [1] Preston–Thomas H., “The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)”, *Metrologia* 27, 1990, pp. 3-10.
- [2] Nicholas J.V., White D.R., “Traceable Temperatures”, 2nd ed., Chichester, John Wiley & Sons Ltd., 2001, pp. 221-238.
- [3] Working Group 1, “Supplementary information for the international temperature scale of 1990”, Sèvres, BIPM, 1990, pp. 29-35.

Addresses of the Authors:

Riho Vendt,
AS Metrosert, Riia 185B, EE-51014 Tartu, Estonia,
tel. +372 7 30 29 33,
fax +372 7 30 29 31,
e-mail: riho.vendt@metrosert.ee,
website: www.metrosert.ee

Mehis Kuusik,
AS Metrosert, Riia 185B, EE-51014 Tartu, Estonia,
tel. +372 7 30 29 33,
fax +372 7 30 29 31

Toomas Kübarsepp,
AS Metrosert, Riia 185B, EE-51014 Tartu, Estonia,
tel. +372 7 30 29 38,
fax +372 7 30 29 31,
e-mail: toomas.kubarsepp@metrosert.ee,
website: www.metrosert.ee

LISA 2

Vendt, R., Kübarsepp, T. „Self-heating effect of SPRT in Water Triple Point Cells“, *Proceedings of 12-th International Metrology Congress*. Lyon, 20–23 juuni 2005, Collège Français de Métrologie, 2005. [CD-ROM] (27.06.2005)

SELF-HEATING EFFECT OF SPRT IN WATER TRIPLE POINT CELLS

R. Vendt, T. Kübarsepp
AS Metrosert
Central Office of Metrology
Riia 185B EE-51014Tartu, Estonia

Résumé

La température du point triple de l'eau est le point fixe le plus important de l'Échelle Internationale de Température de 1990 (EIT-90). La mesure de cette température avec un thermomètre étalon à résistance de platine est influencée par l'effet d'auto-échauffement du thermomètre. Cet effet d'auto-échauffement du thermomètre peut être différent dans différentes cellules au point triple de l'eau. Dans les études courantes, les résultats d'effet d'auto-échauffement sont donnés dans différentes cellules au point triple de l'eau.

Abstract

Temperature of the triple point of water is the most important fixed point of the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). Measurement result of this temperature by using a standard platinum resistance thermometer (SPRT) is influenced by self-heating effect, which may vary in individual water triple point (WTP) cells. In the present study, the self-heating effect has been measured and the influence of self-heating on resistance values extrapolated to zero current in various WTP cells will be reported.

1 Introduction

The unit of thermodynamic temperature (kelvin) in SI is defined at the temperature of the triple point of water, which is the most important fixed point of the international temperature scale of 1990 (ITS-90). Temperatures according to this scale are determined with standard platinum resistance thermometers (SPRT) in terms of the ratio of the resistance $R(T_{90})$ at temperature T_{90} and the resistance $R(0,01\text{ °C})$ at the triple point of water [1]. SPRTs are used as interpolating instruments of the ITS-90 in the wide temperature range from -260 °C to 962 °C . Therefore, the accurate measurements with SPRT in WTP cells are important in establishment and dissemination of the temperature scale. These measurements require extreme care and all sources of errors have to be investigated. Amongst the others, the self-heating effect of the SPRT is always presented. Self-heating is due to the external stimulation of the SPRT in form of a measuring current that causes dissipation of heat in the sensing element of SPRT [2]. Considering, that the self-heating depends on the measurement current passing through the thermometer sensor element, and the ambient conditions the thermometer is exposed to, the magnitude of the self-

heating effect of the SPRT may vary in individual WTP cells. In the present study, the self-heating effect has been measured in three different WTP cells using the same quartz-sheathed thermometer. Three measuring current values in different combinations were used to calculate the resistance values $R(0,01\text{ °C})$ with respective type-A uncertainty evaluation [3] at zero current.

2 Measurement model

Electrical resistance in metals depends on temperature. This effect is employed in the design of SPRTs, where a sensing element in form of platinum wire coil is mounted on an insulating support. Measurement of the electrical resistance of this sensing element needs electrical current to be passed through the wire coil. This current causes heating of the wire and the measured temperature is higher as compared to the actual temperature of the measurement object. Consequently, the measured electrical resistance is higher, also. The self-heating effect ΔR can be expressed in terms of resistance as:

$$\Delta R \sim I^2,$$

where I is the current passing through the platinum coil [2, 4]. By defining that at measured temperature t with zero current $I_0 = 0$ the electrical resistance of the platinum wire is equal to R_0 , and with current I_i ($i = 1, 2, \dots, n$) to R_i , it can be written:

$$R_i = R_0 + \Delta R = R_0 + aI_i^2.$$

Zero current resistance R_0 can be determined by conducting measurements with at least two current values.

3 Experimental results

3.1 Measurements

In our measurements, the self-heating effect was measured in three different WTP cells (cell A – Isotech A11; cell B – Isotech B11; cell E – Isotech E11) with quartz-sheathed SPRT (Isotech 670) using high precision thermometry bridge (MI6010B). The measurement set-up has been described in Ref [5]. Measurements were conducted at three current values:

$$I_1 = I_2 / \sqrt{2}; I_2 = 1\text{ mA}; I_3 = I_2 \sqrt{2}$$

in each cell by recording four measurement series of 150 readings on four days. This set of measurements was repeated for three different ice-mantle realizations in each WTP cell.

3.2 Calculation of R_0 and uncertainty

The zero current resistance R_0 of the SPRT was calculated by combining the recorded resistance values in five different ways:

1) using measured resistance values at currents I_1 and I_2

$$R'_0 = 2R_1 - R_2,$$

corresponding uncertainty

$$u_A^2(R'_0) = 2u_A^2(R_1) + u_A^2(R_2),$$

2) using measured resistance values at currents I_2 and I_3

$$R''_0 = 2R_2 - R_3,$$

corresponding uncertainty

$$u_A^2(R''_0) = 2u_A^2(R_2) + u_A^2(R_3)$$

3) using measured resistance values at currents I_1 and I_3

$$R'''_0 = R_1 - \frac{(R_3 - R_1)}{3},$$

corresponding uncertainty

$$u_A^2(R'''_0) = \frac{4}{3}u_A^2(R_1) + \frac{1}{3}u_A^2(R_3),$$

4) as average value of R'_0 , R''_0 and R'''_0 ,

corresponding uncertainty

$$u_A^2(\overline{R_0}) = \frac{u_A^2(R'_0) + u_A^2(R''_0) + u_A^2(R'''_0)}{3},$$

5) using least-squares fitting technique with respective uncertainty estimation.

Results of the calculations for each cell are presented in Table 1. It can be noticed, that the estimated uncertainty of the zero current resistance value is the largest using the highest current values in the measurement.

The self-heating effect in resistance values can be transformed to temperature scale. As an example, the average self-heating effect is presented for each cell at current value $I_3 = \sqrt{2}$ mA on Figure 1.

4 Conclusions

We have studied the self-heating effect of SPRT in three WTPs at several current values. The results show that the sequence of measurement uncertainties of the resistance was

$$u_A(R_1) < u_A(R_2) < u_A(R_3).$$

This indicates that the scattering of the measurement results within the studied current range is larger at higher current values. As can be seen from Figure 1 the larger scattering of the measured resistance causes increase in the uncertainty estimation of the extrapolated zero current resistance value. This can be avoided by choice of optimal measurement current values in accordance with Ref [4] and the results of the present paper.

Table 1. Calculated values of the resistance at zero current with corresponding type-A uncertainty evaluation.

		Resistance (Ω)	u_A (Ω)
Cell A	least-sq.	25,325573	0,000002
	R'_0	25,325574	0,000002
	R''_0	25,325572	0,000003
	R'''_0	25,325573	0,000001
	$\overline{R_0}$	25,325573	0,000002
Cell B	least-sq.	25,325572	0,000001
	R'_0	25,325573	0,000001
	R''_0	25,325571	0,000002
	R'''_0	25,325572	0,000001
	$\overline{R_0}$	25,325572	0,000002
Cell E	least-sq.	25,325572	0,000002
	R'_0	25,325573	0,000002
	R''_0	25,325572	0,000003
	R'''_0	25,325573	0,000001
	$\overline{R_0}$	25,325572	0,000002

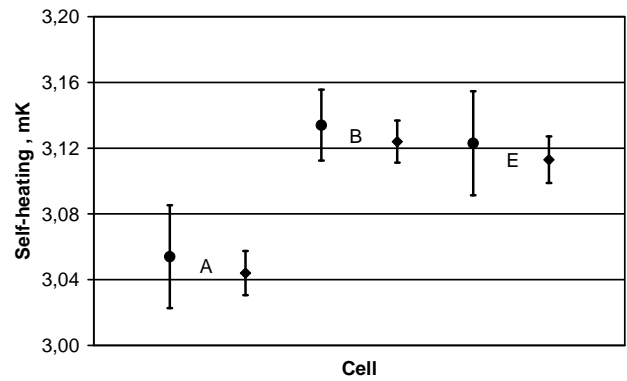


Figure 1. Self-heating of the SPRT in three WTP cells at current value $I_3 = \sqrt{2}$ mA; a) symbol “•” represents self-heating calculated from the current values I_2 and I_3 ; b) symbol “◆” describes self-heating calculated from the current values I_1 and I_3 . The bars indicate the estimation of type-A standard uncertainty.

References

- [1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia* 27, pp. 3-10, 1990.
- [2] J.V. Nicholas, D.R. White, *Traceable Temperatures*, Chichester: John Wiley & Sons Ltd., 2001, ch. 6, pp. 223-225.
- [3] International Organization for Standardization, *Guide to the Expression of Uncertainty*, Geneva: ISO, 1993.
- [4] V. Batagelj, J. Bojkovski and J. Drnovšek, "Methods of reducing the uncertainty of the self-heating correction of a standard platinum resistance thermometer of the highest accuracy", *Measurement Science and Technology*, Vol. 14, pp. 2151-2158, October 2003.
- [5] R. Vendt, M. Kuusik, T. Kübarsepp, "Basis for traceable temperature measurements in Estonia", in *Proceedings of TEMPMEKO 2004*, in press.

LISA 3

Kübarsepp, T., Vabson, V., Vendt, R., Pokatilov, A. „Riigi mõõteinfrastruktuur. Massi, pikkuse, temperatuuri ja elektriliste suuruste etalonlaborid“, *Eesti füüsikaltsi aastaraamat*, 2005, XVI, 83–85.

toimus ainult nanotoru-kilede juhtivuse vähenemine. Võrreldes süstemaatiliselt reaktsioone valgustamisele erinevates gaasides ja vaakumis, näidati katseandmetele tuginedes üheselt, et juhtivuse vähenemine on tingitud hapniku fotodesorptsioonist ning juhtivuse suurenemine vee fotodesorptsioonist. Kui kiireid ja pöörduvaid juhtivuse muutusi polaarsete molekulide korral seletati füüsikalise adsorptsiooniga nanotorude pinnal, siis pikaajalisi fotoprotsesse (ning neile järgnenud pöördprotsesse) seostati nanotorude defektidel või nanotorude vahelistel kontaktpindadel adsorbeerunud molekulidega. Võrdluskatsed kuivas ja niiskes argoonis ning hapnikus viitasid ka hapniku ja vee sorptsiooni osalisele seotusele.

LASERKAMM JA FOOTONIKUHILAD

Henn Käämbre (TÜ FI)

Ettekandes püütakse anda üldarusaadav ülevaade 2005. aasta Nobeli füüsikaauhinna saanud töödest: John Halli ja Theodor Hänschi loodud meetodist valguse sageduse ülitäppismääramiseks ja selle rakendustest ning Roy Glauberi arendatud valguse koherentsusilmingute kvantoptilisest teooriast.

RIIGI MÕÕTEINFRASTRUKTUUR. MASSI, PIKKUSE, TEMPERATUURI JA ELEKTRILISTE SUURUSTE ETALONILABORID

**Toomas Kübarsepp, Viktor Vabson, Riho Vendt, Andrei Pokatilov
(AS Metrosert, Etaloniteenuste divisjon)**

Metroloogia annab suure panuse nii füüsikalistesse alusuuringutesse kui ka nende rakendamisse ühiskonna argiellu. Etaloni-, mõõte- ja katselaborid täidavad sageli varjujäävat, kuid väga tähtsat osa moodsa ühiskonna majandust toetavas infrastruktuuris, mille efektiivne toimimine on väga oluline tööstuse, uurimis- ja arendustegevuse, kaubanduse, tervishoiu ja keskkonnakaitse seisukohalt. See mõjutab riigi konkurentsivõimet, tehnoloogilist suutlikkust ning elukeskkonna turvalisust ja inimsõbralikkust. Tõhusa mõõteinfrastruktuuri tagamine on ja jääb iga arenemispüüdega riigi ülesandeks.

Olulisel kohal on riigi mõõteetalonide väljaarendamine ja säilitamine majandusele tarvilikus mahus, et kindlustada pakutavate mõõteteenuste rahvusvaheline ekvivalentsus ja teha need kasutajatele hõlpsasti kättesaadavaks. Riigi mõõteetalonid kindlustavad

usaldusväärset mõõtmiste rahvusvahelise seostatuse, realiseerides ja esitades suuruste skaalad, hinnates ning parendades mõõtemääramatusi tarvilikus mõõtepiirkonnas.

Eestis kinnitati esimesed riigi mõõteetalonid ametlikult 2001. a, nendeks olid massietalon ja pikkuseetalon, 2005. a järgnes temperatuurietalon ja 2006. a algul alalispinge ja takistuse etalon.

- Riigi massietalonilabori koosseisu kuulub kolm automaatset kaalkomparaatorit ja neli kaalu, üle saja tipptasemel vihi ja hulk täiendavaid mõõtevahendeid. Etalon on ette nähtud vihi füüsikalise ja/või leppelise massi määramiseks piirkonnas 1 mg kuni 50 kg väikseima suhtelise laiendmääramatusega 10^{-7} . Füüsikalise massi kalibreerimisel tarvilikku ruumala saab määrata vihtide korral 1 g kuni 2 kg suhtelise määramatusega kuni 10^{-4} . Kõige täpsemate massimõõtmiste kindlustamiseks on võimalik vihtide 1 g kuni 50 kg magnetiliste omaduste katsetamine.
- Riigi pikkuseetalonilabori käsutuses on kaks pikkusekomparaatorit ning neli interferomeetriliselt kalibreeritud terasest otsmõõtude komplekti ja erikomplekt komparaatorite kontrolliks. Komparaatorite lahusus on 10 nm ning laiendmääramatus 100 mm otsmõõdu kalibreerimisel on väiksem kui $0,1 \mu\text{m}$ ning 500 mm korral alla $1,2 \mu\text{m}$. Arendusena on käsil laserinterferomeetri rakendamine pikkustel kuni 20 m määramatusega alla 0,1 mm.
- Riigi temperatuurietalonilabor põhineb etalonplatinatakistustermomeetrite grupil, mis on kalibreeritud rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 kinnispunktide järgi teiste maade riigietalonilaborites. Etalontermomeetrite stabiilsust jälgitakse ITS-90 tähtsaima kinnispunkti – vee kolmikpunkti abil ($0,01^\circ\text{C}$). Temperatuurietalon võimaldab erinevat tüüpi termomeetrite ja termoandurite kalibreerimist võrdlusmeetodil temperatuurivahemikus ($-40\dots+200$) $^\circ\text{C}$ mõõtemääramatusega alla 10 mK.
- Riigi pinge ning takistuse etalonilaboris on kuus Zener-tüüpi etalonpingeallikat voldi esitamiseks. Iga ploki väljundpinged on 1 V, 1,018 V, 10 V suhtelisel määramatusel $(1\dots20)\cdot 10^{-6}$. Nelja samasugust pingeallikat kasutatakse voldi „maaletoomiseks“ – neid kalibreeritakse Soomes Josephsoni efektil põhineva etaloni alusel. Takistuseetaloni koosseisu kuulub grupp täppistakisteid nimiväärtustega 1 m Ω kuni 10 k Ω , mis asuvad väga stabiilses

termostaadis (temperatuur muutub $\pm 0,01$ K piires). Etalontakistid on kalibreeritud kvant-Halli efekti esitava etaloni alusel Soomes. Takistite omavaheline võrdlus ning kliendile kalibreerimine toimub alalisvoolu silla abil suhtelise määramatusega $(1...5) \cdot 10^{-6}$.

Riigietalonide mõõtevõime arendamise ning säilitamise seisukohalt on väga oluline osalemine rahvusvahelises koostöös. Sellega seondub otseselt etaloni ja selle mõõteteenuste ekvivalentsuse demonstreerimine kooskõlas asjakohaste rahvusvaheliste lepete ja Eesti rahvusvaheliste kohustustega. Etaloni baasil toimub klientide mõõtevahendite kalibreerimine, kuid see ei ole sugugi ainus ja kõige olulisem väljund. Etalonidega töötavate spetsialistide kompetentsi saab kasutada mõõtejuhendite ja -soovituste väljatöötamisel, võrdlusmõõtmiste korraldamisel Eestis, laborite tehnilisel hindamisel, konsultatsiooniks ja täiendõppeks. Tarvilikku kompetentsi on väga raske ning kallis saavutada või asendada teisel viisil kui järjepideva tööga.

KVADRUPOOLVASTASMÕJUDE JA KEEMILISE NIHKE ERISTAMINE TMR EKSPERIMENDIS

Marina Lulla, Enn Kundla, Ago Samoson (KBFI)

Käesolevas töös uuriti kvadrupoolmomendiga, spinn-kvantarvuga $I=3/2$ Na^{23} tuuma kasutades vastasmõjude mõõtmiseks tuuma magnet-resonants-(TMR) spektroskoopiat. Eksperimendi uurimisobjekt – $\text{Na}_5\text{RbCu}_4(\text{AsO}_4)_4\text{Cl}_2$ pulber – pannakse kiiresti, sagedustel 30 kHz, pöörlema ümber telje, mis moodustab välise magnetväljaga nurga 54,7 (nn. maagiline nurk) või 70,1. Need nurgad kõrvaldavad spektrist vastavalt teist või neljandat järku Legendre'i polünoomidega kirjelduvad vastasmõjud, mis annab võimaluse eristada elektrilise kvadrupoolvastasmõju ja keemilise nihke anisotroopia mõju. Kasutasime erinevaid magnetvälju (4,7 T, 8,4 T ja 14,1 T), et muuta kvadrupool- ja magnetnähtuste suhtelist suurust. Saadud parameetrid võimaldavad paremini mõista *spin-gap*-materjalide olemust.

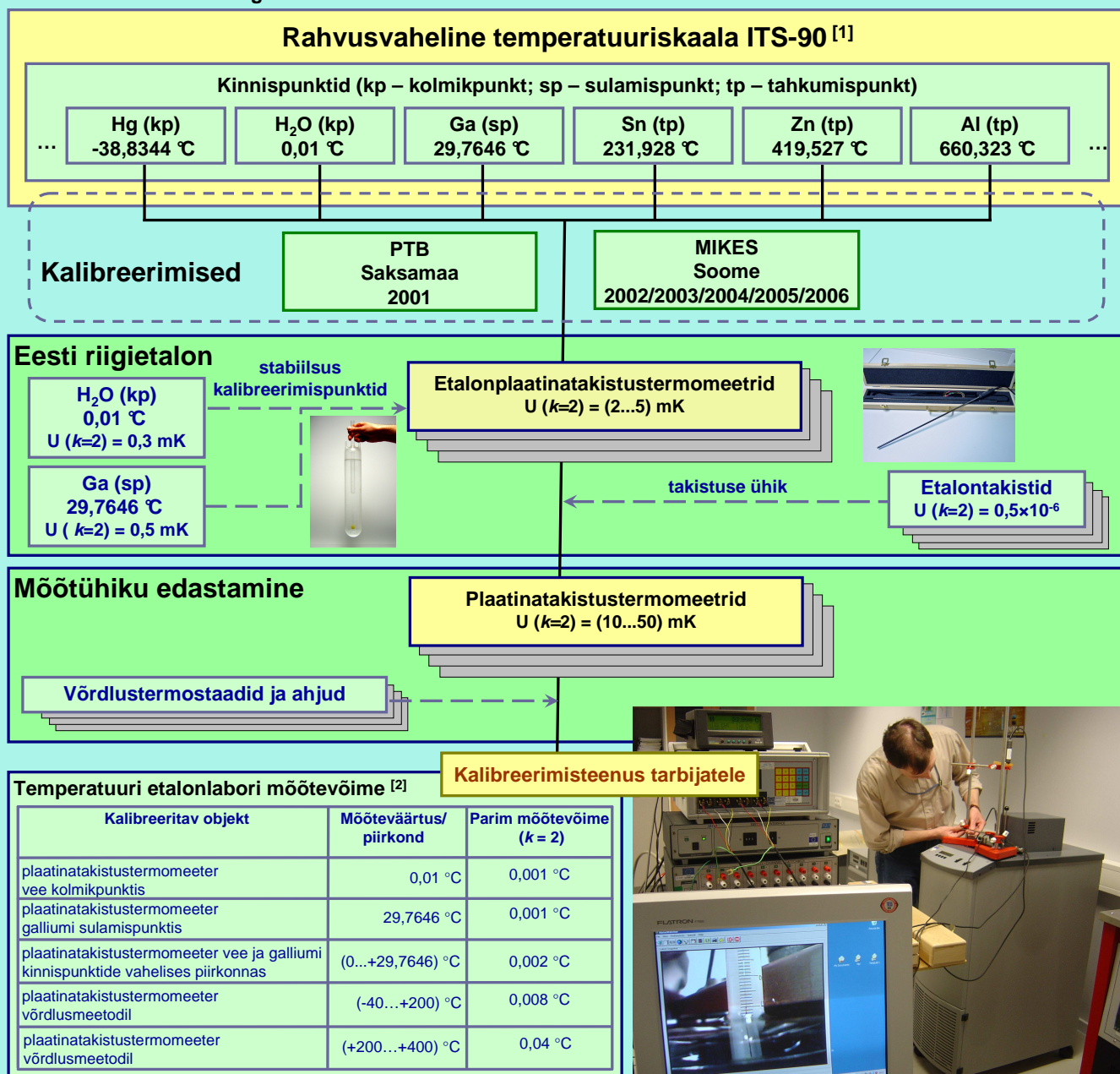
TEMPERATUURI ETALON

Riho Vendt

Eesti Metroloogia Keskus

Riia 185B, 51014 Tartu, Riho.Vendt@metrosert.ee, www.metrosert.ee

Riigi temperatuurietalon põhineb etalonplatinatakestustermomeetrite grupil, mis on kalibreeritud rahvusvahelise temperatuuriskaala ITS-90 kinnispunktide järgi teiste maade riigietalonlaborites. Etalontermomeetrite stabiilsust jälgitakse ITS-90 tähtsaima kinnispunkti – vee kolmikpunkti abil (0,01 °C). Temperatuurietalon võimaldab erinevat tüüpi termomeetrite ja termoandurite kalibreerimist võrdlusmeetodil temperatuurivahemikus (-40...+200) °C laiendmõõtemääramatusega alla 10 mK.



Temperatuuri etalonlabor osaleb oma mõõtevaldkonnas regulaarselt Euroopa metroloogiaorganisatsiooni EUROMET tehnilise komitee töös. Edukalt on osaletud kahes EUROMET koostööprojekti: “Interlaboratory Comparison of the Water Triple-Point Cells” ja “Interlaboratory Comparison of PRT-calibration and evaluation of uncertainty budget”. [3]

VIITED:

- [1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia* 27, pp. 3-10, 1990.
 [2] Majandus- ja kommunikatsiooniministri 21. aprilli 2004.a määrus nr 111, "Riigietalonide nimistu", RTL 2004.47.821, RTL 2005.14.132.
 [3] www.euromet.org