

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии  
стандартных образцов

(ВНИИМСО)



## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СВОЙСТВ ТЕРМОЭЛЕКТРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
ИЗ СПЛАВОВ ВР 5 И ВР 20 (СОТМ ВР 5/20)

Методика поверки

МИ 1745-87

УДК 536.532.089.68:669.27

Группа Т 88.2

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**ГСИ. Стандартные образцы свойств термоэлектродных  
материалов из сплавов ВР 5 и ВР 20 (СОТМ ВР 5/20)**

**Методика аттестации**

**МИ 1745-87**

Взамен МИ 85-76  
Введены в действие  
с 1 января 1988 г.

Настоящие методические указания распространяются на стандартные образцы свойств термоэлектродных материалов из сплавов ВР 5 и ВР 20 2-го и 3-го разрядов (СОТМ-1 ВР 5/20 № 625-74 и СОТМ-2 ВР 5/20 № 626-74, в дальнейшем СОТМ-1 и СОТМ-2), предназначенные для передачи размера единицы температуры в диапазоне температуры от 900 до 2500°C образцовым и рабочим средствам измерений согласно государственной поверочной схеме по ГОСТ 8.080-80, и устанавливают методику юс аттестации.

Аттестованная характеристика: термоэлектродвижущая сила (ТЭДС) термопары ВР 5/20, скомплектованной из любого участка двух бухт проволоки ВР 5 и ВР 20 в диапазоне температуры от 900 до 2500 °С.

Для аттестации СОТМ-1 и СОТМ-2 используется термоэлектродная проволока типа ТЕР с номинальной статической характеристикой ВР(А)-1 по ГОСТ 3044-84.

## 1. ОПЕРАЦИИ АТТЕСТАЦИИ

1.1. При проведении аттестация должны быть выполнены следующие операции внешнего осмотра;  
определение термоэлектрической неоднородности бухт термоэлектродной проволоки;  
определение градуировочных характеристик СОТМ-1 и СОТМ-2.

## 2. СРЕДСТВА АТТЕСТАЦИИ

2.1. При проведении аттестации должны быть применены следующие средства

2.1.1. Металлы и оксиды металлов высокой чистоты, аттестованные по действительным температурам плавления о помощью рабочих эталонов единицы температуры проволока из серебра марка Ср 999,9, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 7222-75;  
медь марки МВЧк по ГОСТ 859-78 (СТ СЭВ 226-75);  
проволока из никеля марки НП1, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 492-73 (СТ СЭВ 1257-78);  
проволока из палладия марки Пд-99,9, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 18390-73;  
проволока из платины марки ПлО, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 21007-75;  
проволока из родия марки РД 99,9, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 19351-74;  
стандартный образец температуры плавления на основе синтетического корунда СОТМ-1  $Al_2O_3$  № 652-75;

проволока из иридия марки Ир 99,9, диаметром 0,3 мм по ГОСТ 19351-74.

Температуры плавления материалов, рекомендованные международной практической температурной шкалой (МППШ-68), и номинальные значения ТЭДС приведены в справочном приложении 1.

2.1.2. Установка вакуумная высокотемпературная типа УПВ-2,5, (выпускается по индивидуальным заказам), включающая в себя:  
вакуумную печь сопротивления;  
электроизмерительную компенсационную установку с многопозиционным бестермоточным переключателем для измерения термоэлектродвижущей Силы с погрешностью не более  $1 \cdot 10^{-6}$  В (с верхним пределом измерения потенциометра 2.12III В).

Технические характеристики установки УПВ-2,5 приведены в справочном приложении 2.

2.1.3. Устройство для дробления льда УДЛ-I по ТУ 50-240-80.

2.1.4. Стекланный вакуумный сосуд Дьюара внутренним диаметром от 80 до 100 мм, высотой не менее 200 мм, вместимостью от 0,5 до 2 л.

2.1.5. Пробирки стеклянные длиной  $(150 \pm 10)$  мм, о внутренним диаметром  $(6,5 \pm 0,5)$  мм для термостатирования свободных концов термоэлектродов.

2.1.6. Спирт технический по ГОСТ 18300-72.

2.1.7. Трубки корундовые по ТУ I4-8-116-74.

2.1.8. Ампервольтметр Ц 4317 по ГОСТ 10374-82.

Примечание: Допускается применять другие средства измерения, прошедшие метрологическую аттестацию или поверку и удовлетворяющие требованиям настоящих методических указаний.

## 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Обслуживающий персонал должен быть аттестован на группу электробезопасности согласно "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТЭ) и "Правил техники безопасности при эксплуатации установок потребителей" (ПТБ).

3.2. При работе на оборудовании необходимо соблюдать требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на него.

## 4. УСЛОВИЯ АТТЕСТАЦИИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1. При проведении аттестации СОТМ-1 и СОТМ-2 должны быть соблюдены следующие условия

температура и относительная влажность воздуха в помещении, напряжение питающей сети должны соответствовать нормам, установленным в инструкциях по эксплуатации используемых при аттестации оборудования и электроизмерительной аппаратуры;

изменение температуры воздуха в помещении не должно превышать  $0,5$  °С в течение 1 час.

4.1.1. К проведению измерений по аттестации СОТМ-1 и СОТМ-2 и обработке результатов измерений допускаются лица, аттестованные в качестве государственных или ведомственных поверителей в порядке, устанавливаемом Госстандартом по ГОСТ 8.513-84.

4.2. Перед проведением аттестации должны быть выполнены следующие

подготовительные работы

4.2.1. От представленных на аттестацию бухт термоэлектродной проволоки из сплавов ВР 5 и ВР 20 (диаметр проволоки от 0,2 до 0,5 мм, длина бухты 120-180 м) отбирается по три образца: от начала, середины и конца каждой бухты. Длина каждого образца не менее 3 м, образцы маркируются и подвергаются внешнему осмотру.

4.2.2. Внешний осмотр проводится визуально. Внешним осмотром должно быть установлено

отсутствие крутых изгибов у свободно свешенного конца проволоки длиной  $(1 \pm 0,5)$  м (допускается крупная волна с радиусом кривизны 10 см);

отсутствие изломов, заусениц и штрихов.

4.2.3. При неудовлетворительном результате осмотра отбор образцов производится вторично. При повторе неудовлетворительного результата проволока бракуется к дальнейшей аттестации не подвергается.

4.2.4. Отобранные термоэлектроды обезжиривают спиртом (расход спирта 5 г на 20 м проволоки), армируют гибкими электроизоляционными трубками внутренним диаметром 2-3 мм и комплектуют в три термодпары: образцы от начала, середины и конца бухты проволоки ВР 5 комплектуют соответственно с образцами от начала, середины и конца бухты проволоки ВР 20.

4.2.5. Термодпары монтируют на вакуумном вводе печи (справочное приложение 3). Часть термодпары, погружаемую в печь, армируют трубкой из окиси алюминия наружным диаметром от 1,5 до 3 мм. Каждый термоэлектрод армируется отдельно. Армирующая трубка должна заканчиваться на расстоянии 40-100 мм от рабочего спая в зависимости от максимальной рабочей температуры (до 1800 °С на расстоянии 40 мм, до 2500 °С на расстоянии 100 мм).

Рабочий спай выполняют дополнительной скруткой. Скрутку готовят из 4-6 витков проволоки ВР 20, надевают ее на термоэлектроды и обжимают плоскогубцами. Вакуумный ввод о подсоединенными термодпарами устанавливают в рабочее пространство печи так, чтобы рабочий спай находился в средней точке по высоте нагревателя, а термоэлектроды располагают параллельно оси нагревателя. Контролируют отсутствие замыкания пучка термодпар на нагреватель печи.

4.2.6. Оборудование и средства измерений готовят к работе в соответствии с описаниями и инструкциями по их эксплуатации.

4.2.7. В сосуд Дьюара с льдодводяной смесью помещают пробирки с установленными в них свободными концами термодпар.

4.2.8. Собирают схему поэлектродного сличения на бестермоточном переключателе (справочное приложение 4).

## 5. ПРОВЕДЕНИЕ АТТЕСТАЦИИ

5.1. Аттестация СОТМ-1 и СОТМ-2 осуществляется на шести образцах-свидетелях, отобранных от начала, середины и конца бухт термоэлектродной проволоки и скомплектованных в термодпары, путем исследования термоэлектрической неоднородности и установления единой градуировочной характеристики для данной пары бухт.

5.2. Определение термоэлектрической неоднородности

5.2.1. При исследовании неоднородности монтаж термодпар на вакуумном вводе производят по п.4.2.5. Проверка осуществляется при температуре  $(1500 \pm 30)$  °С, значение которой оценивается по показаниям любой из исследуемых термодпар.

5.2.2. После достижения заданной температуры устанавливают температурный ход печи на уровне  $(3-5)$ °С/мин и измеряют ТЭДС между одноименными термоэлектродами термодпар, составленных из начала, середины и конца бухт:

$$e_{iBP5}^{N-C}; e_{iBP5}^{N-N}; e_{iBP20}^{N-C}; e_{iBP20}^{N-K}$$

Число отсчетов должно быть не менее 4 в прямом и обратном направлениях. За время измерений температура не должна изменяться больше, чем на  $(15-20)$  °С.

5.2.3. Вычисляют среднеарифметическое значение

$$\bar{e} = \frac{1}{n} \sum e_i$$

ТЭДС неоднородности между одноименными термоэлектродами.

5.2.4. Вычисляют ТЭДС неоднородности термодпар, составленных из образцов, отобранных от бухт проволоки

$$\bar{e}_{\text{НС09}}^{Н-С} = \bar{e}_{\text{БР5}}^{Н-С} - \bar{e}_{\text{БР20}}^{Н-С}$$

$$\bar{e}_{\text{НС09}}^{Н-К} = \bar{e}_{\text{БР5}}^{Н-К} - \bar{e}_{\text{БР20}}^{Н-К}$$

5.2.5 Операции, указанные в п.п.5.2.2-5.2.4 повторяют.

5.2.6. Пара бухт считается пригодной к дальнейшей аттестации, если максимальная  $\bar{a}_{\text{iäiä}}$ .

термопар, изготовленных из начала, середины и конца бухт проволоки, не превышает для СОТМ-1  $3 \cdot 10^{-5}$  В, а для СОТМ-2  $6 \cdot 10^{-5}$  В.

Термоэлектродная проволока, не удовлетворяющая вышеперечисленным требованиям, дальнейшей аттестации не подвергается.

5.3. Градуирование методом плавления малых количеств металлов или оксидов на рабочем спае осуществляют при аттестации СОТМ-1 на образцах от начала и конца бухт проволоки. В случае, если длина бухт термоэлектродной проволоки превышает 150 м, или если величина

$\bar{a}_{\text{iäiä}} \geq \frac{2}{3}$  допускаемой п.5.2.6 величины, градуируется образец и от середины бухты.

5.3.1. Градуирование СОТМ-1 можно начинать с любой температуры и проводить в любой последовательности. Термопары градуируют поочередно.

5.3.2. На рабочий спай термопары навивают отрезок проволоки или фольги из металла о определенной температурой плавления или надевают бусинку из корунда. Масса навески (0,04-0,05) г.

5.3.3. Температуру в печи устанавливают на 15-20°C ниже температуры плавления навески. Температура контролируется при помощи градуируемой термопары. Номинальные ТЭДС при температурах плавления металлов или оксидов для градуировки ВР (А)-1 приведены в таблице справочного приложения 1.

5.3.4. Дальнейший нагрев осуществляют со скоростью (2-3)°С в мин. Момент плавления определяют визуально через смотровое окно, одновременно измеряя ТЭДС ( $E_i$ ) термопары. Отсчеты проводят через каждые 5 сек. В период плавления изменения ТЭДС не должны

5.3.5.

превышать величины, эквивалентной 1°C. Измерения проводят с точностью до  $1 \cdot 10^{-6}$  В. Время площадки составляет от 20 до 60 сек. После окончания процесса плавления, когда ТЭДС термопары начинает быстро повышаться, проводят еще три-четыре отсчета и снижают температуру печи.

5.3.5. Определение ТЭДС в каждой реперной точке проводят не менее трех раз. Каждый раз готовят новый монтаж по п.5.3.2, удаляя от 40 до 120 мм длины термопары, находившейся в горячей зоне, Расхождение между площадками не должно превышать  $1 \cdot 10^{-5}$  В.

5.3.6. Операции по п.п.5.3.1-5.3.6 повторяют на остальных термопарах.

5.4. Градуирование СОТМ-2 методом поэлектродного сличения

5.4.1. При аттестации СОТМ-2 градуировочная характеристика устанавливается методом поэлектродного сличения с СОТМ-1. На вакуумном вводе монтируют три термопары: СОТМ-1 и термопары от начала и конца бухт (градуирование термопары от середины бухты проводят в

случае, если длина бухт превышает 150 м, или если величина ТЭДС неоднородности  $\bar{a}_{\text{iäiä}} \geq \frac{2}{3}$

допускаемой п.5.2.6 величины для СОТМ-2.

5.4.2. Градуирование термопар проводят дважды: сначала от низких температур к высоким и обратно, затем спай возобновляют и градуируют от высоких температур к низким и обратно. В случае недостаточного отжига термоэлектродной проволоки может наблюдаться гистерезис ТЭДС. Градуировочную характеристику усредняют, если расхождение ТЭДС при температуре 1500°C не превышает  $6 \cdot 10^{-5}$  В. В противном случае проволока не аттестуется в качестве СОТМ-2, а переводится в состав рабочего средства измерения.

5.4.3. Градуирование проводят через 100°C (шаг может быть увеличен или уменьшен), с допускаемым отклонением от круглых сотен градусов не более  $\pm 20$  °С.

5.4.4. Температура в печи в процессе измерения ТЭДС не должна изменяться более чем на 3 °С в мин.

5.4.5. Измерения ТЭДС термопар производят, начиная с СоТМ-1 ( $E_{\text{СотМ-1}}$ ), переходя последовательно от первого градуируемого преобразователя ко второму и измеряя разность между одноименными термоэлектродами, затем измеряют ТЭДС градуируемой термопары ( $E_{\text{град}}$ ), разность термоэлектродов ВР 5 СОТМ-1 и градуируемой термопары ( $\Delta$  ВР 5) и разность термоэлектродов ВР 20 СОТМ-1 и градуируемой термопары ( $\Delta$  ВР 20), затем измерения повторяют в обратном порядке. Для каждой термопары делают не менее 2 серий измерений.

В процессе измерений заполняется протокол (справочное приложение 5).

## 6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Обработка результатов измерений при градуировании методом плавления малых навесок

6.1.1. Полученные данные  $E_i$  по каждой площадке усредняют, исключив данные, полученные до и после температурной остановки.

6.1.2. Вычисляют среднеарифметическое значение ТЭДС  $\bar{E}_i$  термопары из трех измерений при каждом значении температуры плавления и заполняют 2 графу табл.6.1, форма которой приведена ниже

Таблица 6.1

Температура плавления материала, t °С	ТЭДС, $\bar{E}_i$ мкВ	$\Delta_i$ мкВ
I	2	3

6.1.3. В графу I записывают действительные значения температуры плавления чистых металлов или оксидов. В графу 3 записывают величину,  $\Delta_i$  вычисленную по формуле

$$\Delta_i = E_{\text{табл}} - \bar{E}_i$$

где  $E_{\text{табл}}$  - значения ТЭДС в реперных точках (берут из справочного приложения 1).

6.1.4. Строят график зависимости  $\Delta_i$  от t °С. По графику находят значения  $\Delta_i'$  для температур, кратных 100 °С.

6.1.5. Вычисляют значения ТЭДС аттестуемого СОТМ для температур, кратных 100 °С по формуле

$$E_i' = E_{\text{ГОСТ}} - \Delta_i'$$

где  $E_{\text{ГОСТ}}$  - значение ТЭДС для температур, кратных 100 °С по ГОСТ 3044-84 для градуировки ВР(А)-1.

6.2. Обработка результатов измерений при градуировании методом поэлектродного сличения

6.2.1. Составляется табл.6.2, форма которой приведена ниже

Таблица 6.2

Температура	$\Delta$ ВР 5	$\Delta$ ВР 20	$\Delta_j = \Delta \hat{A} \hat{D} 5 - \Delta \hat{A} \hat{D} 20$
1	2	3	4

В графу 1 записывают среднюю температуру по градуировочной характеристике СОТМ-1 в диапазоне от 900 до 2500°C через каждые 100 °С. В графы 2 и 3 записывают средние алгебраические значения разности ТЭДС при данной температуре между электродами ВР 5 и ВР 20 СОТМ-1 и градуируемой термопары. В четвертой графе записывают величину  $\Delta_j$ , вычисленную по формуле:

$$\Delta_j = \Delta \text{ВР 5} - \Delta \text{ВР 20}$$

6.2.2. Строят график зависимости  $\Delta_j$  от  $t$  °С.

6.2.3. По графику находят значения  $\Delta_j'$  для температур, кратных 100 °С.

6.2.4. Вычисляют значения ТЭДС градуируемого термопара для температур, кратных 100°C по формуле:

$$E_j' = E_{\text{СОТМ-1}} - \Delta_j'$$

где  $E_{\text{СОТМ-1}}$  - значения ТЭДС СОТМ-1 для температур, кратных 100 °С

6.2.5. Данные, полученные при градуировании начала и конца бухт усредняют и полученную градуировочную характеристику приписывают паре бухт проволоки.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ

7.1. На аттестованные СОТМ выдают свидетельство по ГОСТ 8.315-78.

7.2. В обязательном приложении к свидетельству приводят следующие данные:

для обоих типов СОТМ - градуировочную характеристику при температурах, соответствующих круглым сотням градусам;

для СОТМ-1 дополнительно значения ТЭДС в реперных точках.

7.3. Если предоставленные на аттестацию бухты проволоки не удовлетворяют требованиям настоящих МИ, выдается извещение о непригодности.

Зам.директора института по научной работе

В.В.Леонов

Зав. лабораторией государственной метрологической службы и стандартизации

Ю.А. Вдовин

Руководитель темы

И.В.Добровинский

Исполнитель

Л.С.Андреева

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## Реперные точки по МПТШ-68

Материал	Температура плавления, t °C	ТЭДС, мкВ ВР (А)-1 ГОСТ 3044-84
Серебро	961,93	15527
Медь	1084,88	17430
Никель	1455	22712
Палладий	1554	24004
Платина	1769	26634
Родий	1963	28794
О к и с ь алюминия $Al_2O_3$	2054	29733
Иридий	2447	33226

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Справочное

## Технические характеристики установки УПВ-2,5

Диапазон рабочих температур от 500 до 2200 °С. Максимальная кратковременная температура 2500 °С.

Температурный градиент в средней части рабочего пространства (25 мм вверх от середины нагревателя) не превышает 5 °С/см при температуре (2200 ± 50) °С.

Предельно достигаемый вакуум при максимальной температуре не менее 0,1 Па ( $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст.).

Время достижения вакуума в печи 0,1 Па не более 1 час.

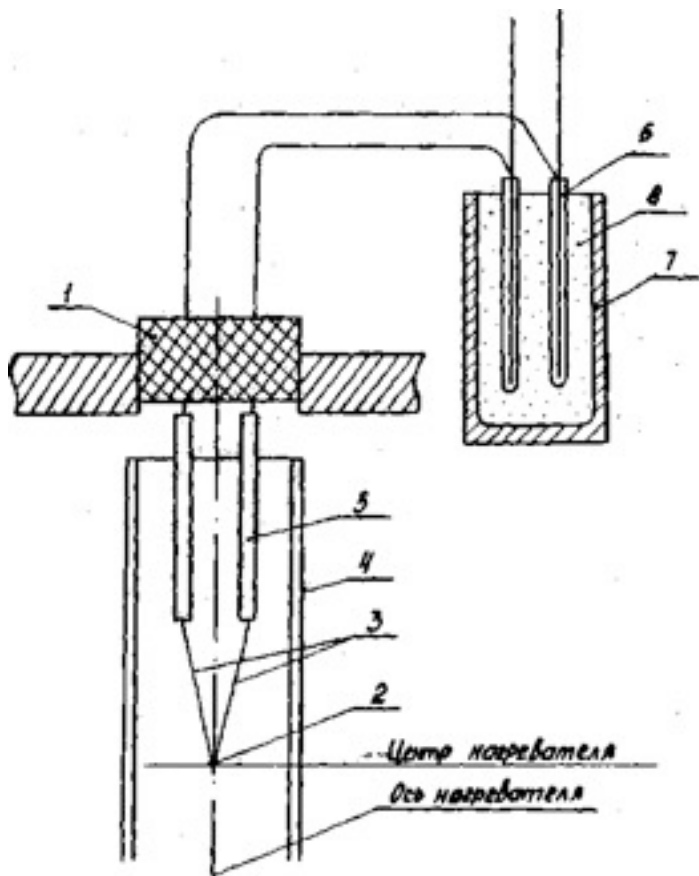
Максимальная потребляемая мощность не более 14,0 кВт.

Размеры рабочего пространства печи:

диаметр, мм - 15 + 24

длина, мм - 180 + 250.

Монтаж термопары на вакуумном вводе

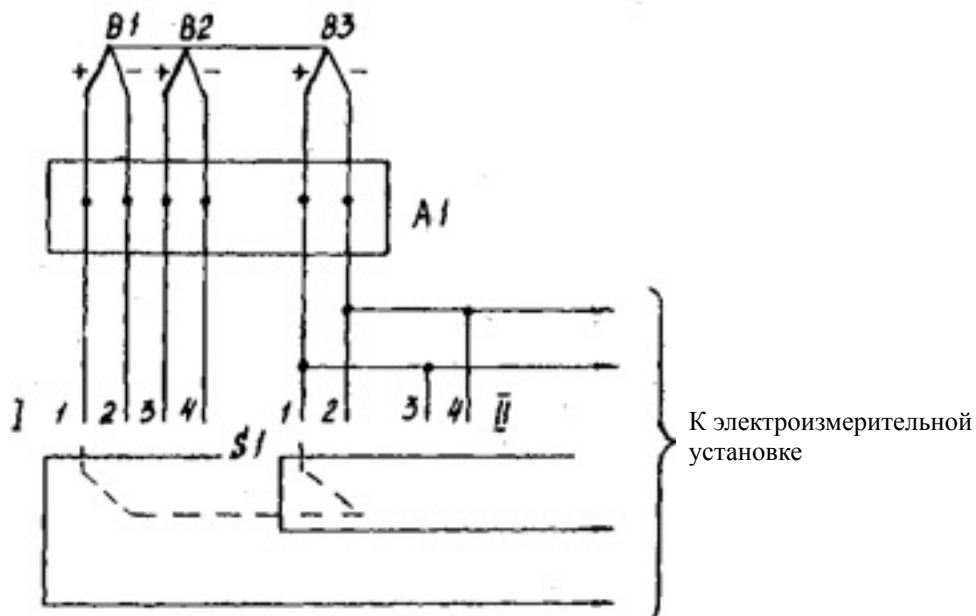


1 Вакуумный ввод 2. Рабочий спай 3. Термоэлектроды 4. Нагреватель 5. Керамическая трубка 6. Пробирки для свободных концов 7. Сосуд Дьюара 8. Льдоводяная смесь



СХЕМА

подключения термопреобразователей образцового и градуируемых термоэлектрических термометров к электроизмерительной установке при поэлектродном сличении



*A1* - сосуд Дьюара с льдоводяной смесью,  
*B1* и *B2* - градуируемые термопреобразователи,  
*B3* - образцовый термопреобразователь,  
*S1* - бестермочный переключатель

ПРОТОКОЛ

аттестации СОТМ-2 ВР 5/20  
методом поэлектродного сличения

1. Исходные данные

- 1.1. Номер катушки ВР 5 \_\_\_\_\_ ВР 20 \_\_\_\_\_
- 1.2. Кем представлен на аттестацию \_\_\_\_\_
- 1.3. Диаметр проволоки \_\_\_\_\_
- 1.4. Длина бухт \_\_\_\_\_
- 1.5. Результаты внешнего осмотра образцов термоэлектродной проволоки \_\_\_\_\_
- 1.6. Результаты измерения неоднородности при  $(1500 \pm 30) ^\circ\text{C}$ , \_\_\_\_\_

2. Средства аттестации

- 2.1. СОТМ-1 ВР 5/20 № \_\_\_\_\_
- 2.2. Установка типа \_\_\_\_\_ потенциометр класса \_\_\_\_\_

### 3. Результаты градуирования

Таблица

Температура, °С	Значения ТЭДС, мкВ			
	Е <sub>сотм-1</sub>	Е <sub>градуир</sub>	ВР 5	НР 20
I	2	3	4	5
900				
Среднее				
1000				
Среднее				
1100				
Среднее				

И т.д. до температуры 2500 °С через каждые 100 °С.

Аттестацию провел:

РАЗРАБОТАНЫ ВНИИМСО Государственного комитета СССР по стандартам

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Добровинский И.Е., канд. техн. наук (руководитель темы):

Андреева Л.С.

ПОДГОТОВЛЕННЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ лабораторией государственной метрологической службы и стандартизации ВНИИМСО

Заведующий лабораторией Вдовин Ю.А.

Младший научный сотрудник Урванцев Б.А.

УТВЕРЖДЕННЫ директором ВНИИМСО Н.Г.Семенко

ССЫЛОЧНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

Таблица

Обозначение документа, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 492-73	п.2.1.1
ГОСТ 859-78	п.2.1.1

ГОСТ 3044-84	п.6.1.5; вводная часть; приложение I
ГОСТ 7222-75	п.2.1.1
ГОСТ 8.080-80	вводная часть
ГОСТ 8.315-78	п.7.1
ГОСТ 8.513-84	п.4.1.1
ГОСТ 10374-82	п.2.1.8
ГОСТ 18300-72	п.2.1.6
ГОСТ 18390-73	п.2.1.1
ГОСТ 19351-74	п.2.1.1
ГОСТ 21007-75	п.2.1.1
ТУ 14-8-118-74	п.2.1.7
ТУ 50-240-80	п.2.1.3

---