

# **PTB-Prüfregeln**

**Band 2**

## **Flüssigkeits-Glasthermometer**

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
Braunschweig und Berlin

ISSN 0341-7964



Diese elektronische Version der PTB-Prüfregel Band 2 ist durch Digitalisierung der 2003 erschienenen Druckversion erzeugt worden. Die folgenden Seiten sind Bilddateien.

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC BY-NC-ND 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).



### **Empfohlene Zitierweise:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Flüssigkeits-Glasthermometer [online]. 2. neubearbeitete Auflage 1999, 1. Ergänzung 2003. Bearbeitet von Erich Tegeler und Johannes Schramm. Braunschweig, 2003, digitalisiert 2020. PTB-Prüfregeln, Band 2. ISSN 0341-7964. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/510.20200716A>

**Herausgeber:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon:(05 31) 592-93 13

Telefax:(05 31) 592-92 92

[www.ptb.de](http://www.ptb.de)

# PTB-Prüfregeln

## Band 2

### Flüssigkeits-Glasthermometer

Bearbeitet von

Erich Tegeler und Johannes Schramm

unter Mitwirkung von

J. Henkel, Ilmenau

D. Heyer, Berlin

W. Kessel, Braunschweig

A. Liebegall, Berlin

M. Ruminski, Hannover

J. Schwind, Wertheim

A. Uihlein, Darmstadt

Herausgegeben von der

Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB)

in Zusammenarbeit mit den Eichaufsichtsbehörden

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**

Braunschweig und Berlin

ISSN 0341-7964

## **PTB-Prüfregeln Band 2: Flüssigkeits-Glasthermometer**

### **1. Ergänzung 2003**

#### **Vorbemerkung**

Die messtechnische Prüfung zur Eichung von Flüssigkeits-Glasthermometern erfolgt nach den PTB-Prüfregeln Band 2 „Flüssigkeits-Glasthermometer“. Dazu ergänzend werden die nachfolgenden Regelungen für verbindlich erklärt.

#### **1 Allgemeines**

Die Vorschriften dieser Prüfanweisung gelten für die allgemein zur Eichung zugelassenen Flüssigkeits-Glasthermometer nach Anlage 14 Abschn. 1 der Eichordnung (EO 14-1) in der jeweils gültigen Fassung.

#### **2 Beschaffenheitsprüfung**

Die Beschaffenheitsprüfung ist nach Abschn. 5.3.2 an jedem zur Eichung vorgelegten Thermometer durchzuführen. Bei der Beschaffenheitsprüfung ist festzustellen, ob die Prüflinge den Bauvorschriften der Eichordnung Anlage 14 Abschn. 1 (EO 14-1) und den PTB-Anforderungen (PTB-A 14.1) entsprechen.

#### **3 Messtechnische Prüfung**

Bei der messtechnischen Prüfung sind die Thermometer entspr. Abschn. 5.6 auf die Einhaltung der Fehlergrenzen nach EO 14-1 zu überprüfen.

##### **3.1 Anzahl der Prüfpunkte**

Jedes Thermometer ist auf seiner Hauptskala an mindestens  $n$  Punkten zu überprüfen; die Überprüfung an weiteren Punkten ist nach Absprache mit dem Antragsteller möglich. Die Zahl  $n$  berechnet sich wie folgt:

$$\text{für Skalenteilungswerte} \leq 1 \text{ } ^\circ\text{C: } n = \frac{\text{Messbereichsspanne}}{150 \cdot \text{Skalenteilungswert}} + 1$$

$$\text{für Skalenteilungswerte} \geq 2 \text{ } ^\circ\text{C: } n = \frac{\text{Messbereichsspanne}}{200} + 1.$$

Dabei gilt: Die Messbereichsspanne ist die Differenz der Werte, die dem obersten bezifferten bzw. dem untersten bezifferten Teilstrich entsprechen.

Der Ausdruck für  $n$  ist mathematisch auf eine ganze Zahl zu runden. Thermometer, bei denen  $n$  nach der obigen Formel  $< 3$  ist, sind an drei Punkten zu prüfen. Eine Ausnahme bilden Thermometer mit einer Messbereichsspanne von  $\leq 50$  bezifferten Skalenteilen: bei diesen Thermometern ist eine Prüfung an zwei Punkten ausreichend.

Liegt der Eispunkt innerhalb des Messbereichs, ist er ebenfalls zu prüfen, unter Umständen als zusätzlicher Prüfpunkt. Besitzt das Thermometer Hilfsskalen, so ist zusätzlich zu den Prüfpunkten auf der Hauptskale jede Hilfsskale an einem Punkt zu prüfen.

### **3.2 Lage der Prüfpunkte**

Die äußeren Prüfpunkte dürfen jeweils nicht weiter als 50 Skalenteile vom obersten bzw. untersten bezifferten Endpunkt entfernt liegen. Die Prüfpunkte sollen möglichst gleichmäßig über den Messbereich verteilt sein. Dabei ist der übliche Verwendungsbereich des Thermometers zu berücksichtigen.

### **3.3 Reihenfolge der Messungen und Wiederholungsmessung**

Die Prüfung beginnt bei Thermometern, deren Anzeigebereich den Eispunkt enthält, am Eispunkt. Bei Thermometern, deren Anzeigebereich den Eispunkt nicht enthält, ist an dem zum Eispunkt nächstliegenden Prüfpunkt zu beginnen. Nach der Prüfung bei der höchsten Temperatur ist die Prüfung beim ersten Punkt zu wiederholen. Diese Wiederholungsmessung ist bei der Zählung der Prüfpunkte nicht zu berücksichtigen.

Die PTB-Prüfregeln sollen als Unterlage und Richtlinie für die Prüfung von Meßgeräten und Betriebsmitteln dienen. Den wesentlichen Teil einer Prüfregel bildet demnach die ausführliche Beschreibung der Prüfverfahren, der benötigten Normalgeräte und anderer Prüfmittel. Soweit es zum besseren Verständnis nützlich erscheint, wird auch auf die Ausführung der Gerätearten und auf Besonderheiten, die bei ihrer Anwendung zu beachten sind, eingegangen. Das Gebiet der PTB-Prüfregeln umfaßt nicht nur die eich- und beglaubigungsfähigen Meßgeräte, sondern auch Meßgeräte und Objekte anderer Art, die im Bereich der PTB geprüft werden. Die Prüfregeln wenden sich sowohl an die Eichbehörden, staatlich anerkannten Prüfstellen und Überwachungsorgane als auch an die Prüflaboratorien von Industrie und Wirtschaft. Sie werden ferner für die Einrichtung von Prüfstellen und Meßräumen sowie für Lehrzwecke von Nutzen sein.

Redaktion: E. Rau  
Dr. J. Simon (verantw.)  
Physikalische-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100, D-38116 Braunschweig

PTB-Prüfregeln Band 2,  
2. neubearbeitete Auflage 1999

Alle Rechte vorbehalten

© 1999 by Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig  
Druckverarbeitung: Heckner Druck- und Verlags-GmbH & Co. KG  
38285 Wolfenbüttel



## Inhaltsverzeichnis

	<b>Vorbemerkungen</b>	1
<b>1</b>	<b>Allgemeine Grundlagen</b>	3
1.1	Temperaturdefinitionen	3
1.2	Grundsätzliche Angaben über Flüssigkeits-Glasthermometer	5
1.2.1	Wirkungsweise und Definitionen	5
1.2.2	Eintauchbedingungen und Justierung	7
1.2.3	Anforderungen an Flüssigkeits-Glasthermometer	8
<b>2</b>	<b>Meßgerätearten</b>	10
2.1	Grundformen	10
2.1.1	Stabthermometer	10
2.1.2	Einschlußthermometer	11
2.1.3	Plattenthermometer	13
2.1.4	Maschinen-Glasthermometer	13
2.2	Spezielle Bauarten	14
2.2.1	Kalorimeterthermometer	14
2.2.2	Fadenthermometer	14
2.2.3	Stock- und Winkelthermometer	15
2.2.4	Siedethermometer	16
2.2.5	Kontaktthermometer	16
2.2.6	Extremthermometer	17
2.2.7	Einstellthermometer	18
2.2.8	Umkippthermometer	19
2.2.9	Sonstige Hinweise zu Spezialthermometern	20
<b>3</b>	<b>Prüfeinrichtungen und Prüfmittel</b>	21
3.1	Normalthermometer	21
3.1.1	Rekalibrierfristen	21
3.2	Fadenthermometer	22
3.3	Darstellung des Eispunktes	23
3.4	Thermostate	23

---

<b>4</b>	<b>Korrekturen</b>	25
4.1	Korrektur, Eispunktkorrektur und reduzierte Korrektur	25
4.2	Fadenkorrektur	27
4.2.1	Fadenkorrektur für ganz eintauchend justierte Thermometer	29
4.2.2	Fadenkorrektur für teilweise eintauchend justierte Thermometer	33
4.3	Druckkorrektur	37
<b>5</b>	<b>Prüfung und Prüfverfahren</b>	39
5.1	Prüfung, Bauartzulassung, Eichung, Kalibrierung	39
5.2	Ablaufplanung	40
5.3	Vorbereitung der Thermometer	43
5.3.1	Transport und Lagerung von Thermometern	43
5.3.2	Eingangskontrolle und Beschaffenheitsprüfung	43
5.4	Einbau der Thermometer für die Prüfung	45
5.4.1	Einbau bei unterschiedlichen Eintauchtiefen	46
5.4.2	Halterung	47
5.4.3	Einbau für den Bereich niedriger Temperaturen	47
5.4.4	Einbau für den Bereich hoher Temperaturen	48
5.4.5	Einbau von Normalen und Prüflingen	49
5.4.6	Einbau von Faden- bzw. Hilfstermometern zur Bestimmung der Fadentemperatur	49
5.5	Ablesung der Thermometer	49
5.6	Meßtechnische Prüfung von Flüssigkeits-Glasthermometern	51
5.6.1	Meßtechnische Stabilität von Thermometern	51
5.6.2	Darstellung der Prüftemperaturen	52
5.6.3	Anzahl, Auswahl und Reihenfolge der Prüfpunkte	52
5.6.4	Bestimmung der Anzeige Korrekturen	53
5.6.5	Wiederholungsmessungen	55
5.7	Meßtechnische Prüfung von Spezialthermometern	56
5.7.1	Stock- und Winkelthermometer	56
5.7.2	Siedethermometer	58
5.7.3	Extremthermometer	60

5.7.3.1	Maximum-Thermometer für Abreißeinrichtung	60
5.7.3.2	Minimum-Thermometer mit Schleppmarke	60
5.7.3.3	Maximum-Minimum-Thermometer mit metallischer Schleppmarke	61
5.7.4	Beckmanthermometer	61
5.7.4.1	Einstellen von Beckmanthermometern	62
5.7.4.2	Bestimmung der Anzeigekorrekturen	63
5.7.5	Umkippthermometer	64
5.7.5.1	Thermometrische Korrekturen und Überprüfung der Abreißeinrichtung	64
5.7.5.2	Kontrolle des Volumens der Erweiterung	66
5.7.5.3	Thermometrische Prüfung der Hilfsthermometer	67
5.7.5.4	Manometrische Prüfung	67
<b>6</b>	<b>Meßunsicherheiten</b>	<b>69</b>
6.1	Grundlagen	69
6.2	Meßunsicherheiten bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern	74
6.3	Beispiele für die Bestimmung der kleinsten angebbaren Meßunsicherheit für ein Muster Kalibrierlaboratorium	79
<b>7</b>	<b>Anhang</b>	<b>84</b>
7.1	Depression und Anstieg	84
7.1.1	Depression	84
7.1.2	Anstieg	85
7.2	Behandlung der thermometrischen Flüssigkeit bei Gasblasen oder Fadentrennung	85
7.3	Anzeigeverzögerung und Einstelldauer	88
7.4	Die Wassertripelpunktzelle	90
7.4.1	Aufbau und Wirkungsweise	90
7.4.2	Vorbereitung	92
7.4.3	Handhabung	92
7.5	Sicherheitshinweise	93

7.6	Muster für Angaben in Kalibrier- und Eichschein	94
7.7	Englische Begriffe	100
7.8	Verzeichnis der Normen und Vorschriften zu Flüssigkeits-Glas-thermometern (ohne medizinische Thermometer)	101
7.9	Literatur	103
	Bildverzeichnis	104
	Tabellenverzeichnis	105

## Vorbemerkung

Seit der letzten Ausgabe der PTB Prüffregel „Flüssigkeits-Glasthermometer“ aus dem Jahr 1967 hat sich in der Temperaturmeßtechnik ein tiefgreifender Wandel vollzogen. In weiten Bereichen werden Flüssigkeits-Glasthermometer zunehmend durch andere, vorwiegend elektrische Thermometer ersetzt. Trotzdem ist zu erwarten, daß Flüssigkeits-Glasthermometer aufgrund einiger vorteilhafter Eigenschaften in der Präzisionsthermometrie auch zukünftig häufig eingesetzt werden: durch Verbesserungen der Technologie der Glasherstellung können jetzt Flüssigkeits-Glasthermometer hergestellt werden, die in einem größeren Temperaturbereich Unsicherheiten von 5 mK bis 10 mK zulassen, und die Langzeitstabilität ist auf gleichem Niveau gegeben, was durch eine routinemäßige Überprüfung am Eispunkt nachgewiesen werden kann. Trotzdem besteht die Gefahr, daß ein Teil des über mehr als hundert Jahre angesammelten Wissens zur Fertigung, Kalibrierung und Handhabung der Flüssigkeits-Glasthermometer verlorengeht, da die wissenschaftliche Forschung sich mit diesem Gegenstand kaum noch befaßt und aufgrund eingeschränkter Finanzmittel auch bei den Kalibrierlaboratorien und Eichbehörden nur noch wenig Personal ausgebildet wird. Dabei wird häufig außer acht gelassen, daß Flüssigkeits-Glasthermometer bei sachgemäßer Behandlung sehr zuverlässige Meßgeräte sind, die in vielen Anwendungsbereichen den elektrischen Thermometern gleichwertig oder sogar überlegen und dabei wesentlich preisgünstiger sind.

Die vorhergehende Ausgabe der Prüffregel „Flüssigkeits-Glasthermometer“ war in vieler Hinsicht auf das in Deutschland geltende gesetzliche Meßwesen (Eichordnung) abgestimmt. Durch die im Rahmen der europäischen Einigung bedingten Veränderungen im gesetzlichen Meßwesen, die durch das Qualitätssicherungswesen (ISO 9000 ff.) bedingten Anforderungen an die Rückführbarkeit auf die nationalen Normale und die deutlich präziser formulierten Anforderungen zur Bestimmung der Meßunsicherheit sind einige Verschiebungen in den Gewichtungen notwendig geworden. Diese Prüffregel erhebt damit den Anspruch, nicht nur für die Eichämter, sondern für alle Kalibrierlaboratorien geeignete Richtlinien aufzustellen.

Wesentliche Konstruktionsmerkmale sowie der Gebrauch von Flüssigkeits-Glasthermometern sind in Normen festgelegt. Der Umgang mit Flüssigkeits-Glasthermometern erfordert jedoch häufig ein breites Spezialwissen, das in Normen nicht festgelegt werden kann. Diese Prüffregel verfolgt das Ziel, einen Teil dieses Wissens allgemein zugänglich zu machen.



# 1 Allgemeine Grundlagen

## 1.1 Temperaturdefinitionen

Da der Nullpunkt der Thermodynamischen Temperatur  $T$  aufgrund des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik festgelegt ist, genügt es, die Temperatureinheit als einen bestimmten Teil einer eindeutig festgelegten Thermodynamischen Temperatur zu definieren. Die 13. Generalkonferenz für Maß und Gewicht hat 1967/68 festgelegt, daß 1 Kelvin der 273,16te Teil der Temperatur  $T_{\text{TPW}}$  des Tripelpunktes von Wasser ist. Es gilt also genau  $T_{\text{TPW}} = 273,16 \text{ K}$  [ITS-90].

Da thermodynamische Temperaturen im allgemeinen schwierig zu bestimmen sind, wurde für praktische Anwendungen eine sicher reproduzierbare Temperaturskala eingeführt, die die thermodynamische Temperaturskala möglichst gut wiedergeben soll. Zur Zeit gibt die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-90) die gesetzlich gültige Temperatur an [ITS-90].

Im täglichen Leben benutzt man häufig eine besondere Temperaturskala, die Celsius-Temperatur mit dem Formelzeichen  $t$ . Sie ist definiert durch

$$t = T - 273,15 \text{ K.} \quad (1.1)$$

Die Einheit der Celsius-Temperatur ist der Grad Celsius, das Formelzeichen ist  $^{\circ}\text{C}$ . Temperaturdifferenzen können gleichberechtigt in Kelvin oder Grad Celsius angegeben werden. Nach den Vorschriften der ITS-90 gemessene Temperaturen werden durch den Index 90 am Formelzeichen gekennzeichnet, also  $T_{90}$  oder  $t_{90}$  [ITS-90].

Die ITS-90 erstreckt sich von 0,65 K bis zu den höchsten Temperaturen, die praktisch mit Hilfe des Planckschen Strahlungsgesetzes meßbar sind. Sie stützt sich auf 17 gut reproduzierbare thermodynamische Gleichgewichtszustände, die definierenden Fixpunkte, denen bestimmte Temperaturen zugeordnet sind. Die Fixpunkte in dem Temperaturbereich, in dem Flüssigkeits-Glasthermometer eingesetzt werden können, sind in Tabelle 1.1 aufgeführt. Temperaturen zwischen den Fixpunkten werden mit festgelegten Normalgeräten gemessen, die an den Fixpunkten kalibriert werden. Für den in Tabelle 1.1 aufgeführten Temperaturbereich wird mit Standard-Platinwiderstandsthermometern (SPRT), die bestimmte Anforderungen erfüllen müssen, interpoliert. Aus den Anzeigen der Normalgeräte erhält man die Temperatur mit Hilfe vorgeschriebener Definitionsgleichungen.

Tabelle 1.1: Definierende Fixpunkte der ITS-90  
im Temperaturbereich – 190 °C bis 962 °C

Gleichgewichtszustand	$T_{90}$ in K	$t_{90}$ in °C
Tripelpunkt des Argons	83,8058	– 189,3442
Tripelpunkt des Quecksilbers	234,3156	– 38,8344
Tripelpunkt des Wassers	273,16	0,01
Schmelzpunkt des Galliums	302,9146	29,7646
Erstarrungspunkt des Indiums	429,7485	156,5985
Erstarrungspunkt des Zinns	505,078	231,928
Erstarrungspunkt des Zinks	692,677	419,527
Erstarrungspunkt des Aluminiums	933,473	660,323
Erstarrungspunkt des Silbers	1234,93	961,78

Temperaturen, die nach einer nicht mehr gültigen Temperaturskala angegeben sind (z. B. der IPTS-68), sind entsprechend zu korrigieren. Die Temperaturdifferenz ( $t_{90} - t_{68}$ ) wurde experimentell bestimmt und als Empfehlung des CCT\* gemeinsam mit der ITS-90 veröffentlicht. Für den Temperaturbereich von 630 °C bis 1064 °C wurden später veränderte Werte für ( $t_{90} - t_{68}$ ) empfohlen [Rusby].

Das CCT hat darüber hinaus Temperaturen auf der Basis der ITS-90 für sekundäre Fixpunkte empfohlen [Bedford]. Die Temperaturen einiger dieser sekundären Fixpunkte, die für die Kalibrierung von Flüssigkeits-Glaskthermometern von Bedeutung sind, sind in Tabelle 1.2 aufgeführt.

Tabelle 1.2: Sekundäre Fixpunkte der ITS-90, die für die Kalibrierung von Flüssigkeits-Glaskthermometern von Bedeutung sind. Flüssiger Stickstoff und Trockeneis in technischer Form sind i. allg. nicht hinreichend rein, und die angegebenen Temperaturen sind daher nur als Richtwerte zu nehmen.

Gleichgewichtszustand	$T_{90}$ in K	$t_{90}$ in °C
Siedepunkt des Stickstoffs	77,352	– 195,798
Sublimationspunkt von Kohlendioxid	194,686	– 78,464
Erstarrungspunkt von Wasser (Eispunkt)	273,15	0,000

\* Das Comité Consultatif de Thermométrie (CCT) beim Comité International des Poids et Mesures (CIPM) ist innerhalb der Meterkonvention das maßgebliche Gremium in allen Fragen der Thermometrie.



Einige Staaten verwenden im industriellen Bereich noch die Fahrenheit-Skala. Zwischen den Zahlenwerten der Temperaturen  $t$  der Celsius-Skala und der Temperaturen  $t_F$  der Fahrenheit-Skala bestehen folgende Beziehungen:

$$t / ^\circ\text{C} = 5/9 (t / ^\circ\text{F} - 32), \quad t / ^\circ\text{F} = (9/5) \cdot t / ^\circ\text{C} + 32. \quad (1.2)$$

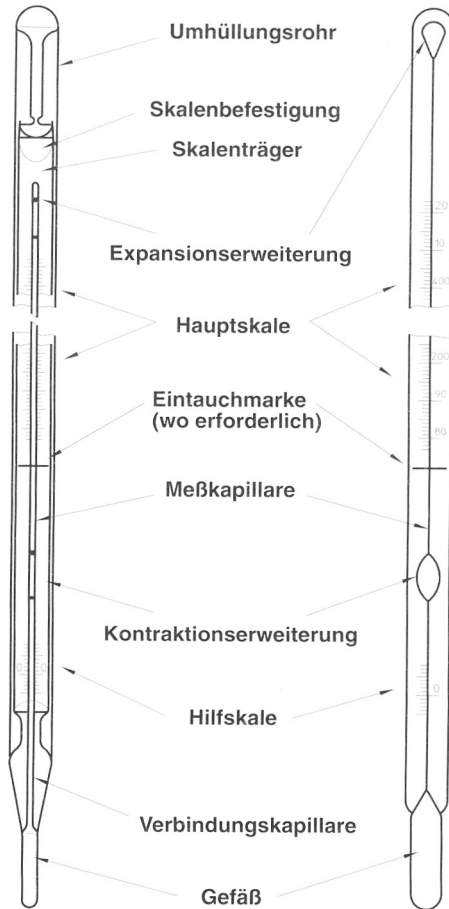
## 1.2 Grundsätzliche Angaben über Flüssigkeits-Glasthermometer

### 1.2.1 Wirkungsweise und Definitionen

Die Wirkungsweise von Flüssigkeits-Glasthermometern (Bild 1.1) beruht auf der thermischen Ausdehnung einer thermometrischen Flüssigkeit, die in ein Glasgefäß (Thermometergefäß, Gefäß) mit angeschlossener Kapillare (Thermometerkapillare) eingefüllt ist. Der Kapillare ist eine Skale zugeordnet. Die in der Kapillare befindliche thermometrische Flüssigkeit wird als Faden bezeichnet, ihre obere Begrenzung dient als Ablesestelle. Die wichtigste thermometrische Flüssigkeit ist Quecksilber.

Die Thermometerkapillare umfaßt die Meßkapillare, die Verbindungskapillare sowie gegebenenfalls Erweiterungen. Die Meßkapillare ist der der Skale zugeordnete Teil der Thermometerkapillare. Die Verbindungskapillare ist der Kapillarabschnitt, der das Gefäß mit der Meßkapillare verbindet. Kontraktionserweiterungen sind Erweiterungen in der Kapillare, durch welche die Anzeige in einem bestimmten Bereich unterdrückt oder unterbrochen, das Anbringen einer Hilfsskala ermöglicht oder das Absinken des Fadens in das Gefäß verhindert wird. Die Expansionserweiterung (Sicherheitsblase) ist eine Erweiterung am Ende der Kapillare, die das Thermometer in gewissem Umfang gegen Beschädigung durch Überhitzen schützt. Über der thermometrischen Flüssigkeit befindet sich in der Kapillare gelegentlich eine unter erhöhtem Druck stehende Schutzgasfüllung aus einem sauerstofffreien, trockenen Gas (z. B. Stickstoff oder Argon), die ein Trennen oder Abdestillieren der thermometrischen Flüssigkeit erschweren und deren Siedepunkt heraufsetzen soll. Nur bei einigen Spezialthermometern (Abschn. 2.2) wird die Kapillare oberhalb des Fadens evakuiert.

Der Verwendungsbereich von Flüssigkeits-Glasthermometern liegt im allgemeinen zwischen  $-200\text{ }^\circ\text{C}$  und etwa  $630\text{ }^\circ\text{C}$ . Mit Spezialthermometern lassen sich Temperaturen bis zu etwa  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  messen.



Einschlußthermometer

Stabthermometer

Bild 1.1: Flüssigkeits-Glasthermometer

### 1.2.2 Eintauchbedingungen und Justierung

Die Anzeige eines Flüssigkeits-Glasthermometers hängt außer von der Temperatur des Thermometergefäßes von der Temperatur des Fadens ab. Die Fadentemperatur hängt wesentlich von den Eintauchbedingungen des Thermometers und den Umgebungsbedingungen ab; Flüssigkeits-Glasthermometer sind daher für eine vorgegebene Eintauchtiefe justiert. Hierbei unterscheidet man drei verschiedene Fälle: teilweise eintauchend justierte (partial immersion), ganz eintauchend justierte (total immersion) und vollständig eintauchend justierte (complete immersion) Thermometer (s. Bild 1.2).

Flüssigkeits-Glasthermometer können zur Anpassung an ihren Verwendungszweck teilweise, ganz oder vollständig eintauchend justiert werden. Im ersten Fall ist die Eintauchtiefe und die Bezugstemperatur für den herausragenden Faden (Fadenbezugstemperatur) z. B. durch eine Norm oder durch Vereinbarung zwischen Verbraucher und Hersteller eindeutig festzulegen. Bei Einsatz der Thermometer entsprechend ihrer Justierung ist keine Fadenkorrektur erforderlich.

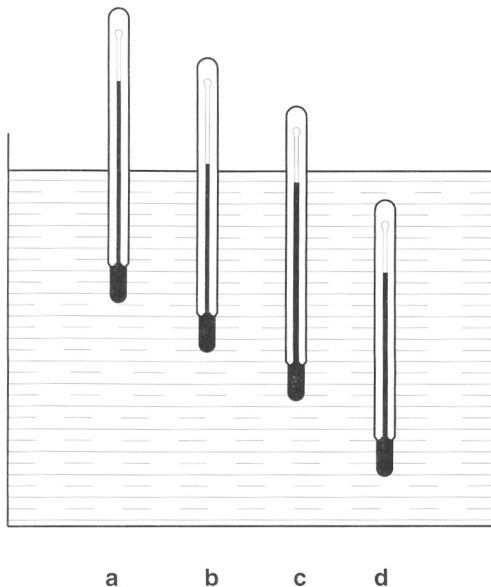


Bild 1.2: Eintauchbedingungen

- a) teilweise eintauchend
- b) ganz eintauchend (in einigen Ländern)
- c) ganz eintauchend
- d) vollständig eintauchend

Teilweise eintauchend justierte Thermometer sind Thermometer, die so justiert sind, daß bei ihnen keine Fadenkorrektion erforderlich ist, wenn sie teilweise eintauchend mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe benutzt werden und sich ihr herausragender Faden auf der Fadenbezugstemperatur befindet. Der Teil des Fadens, der nicht der zu messenden Temperatur ausgesetzt ist, wird als herausragender Faden bezeichnet. Die Linie, bis zu der ein teilweise eintauchend justiertes Thermometer bei der Messung eintaucht, wird im folgenden als Eintauchlinie bezeichnet. Sie sollte in der Regel mit der häufig auf dem Thermometer aufgebrauchten Eintauchmarke übereinstimmen.

Ganz eintauchend justierte Thermometer sind Thermometer, die so justiert sind, daß bei ihnen keine Fadenkorrektion erforderlich ist, wenn sie ganz eintauchend benutzt werden. Allgemein sind für Präzisionsmessungen ganz eintauchende Thermometer zu bevorzugen. Unter ganz eintauchend wird dabei nach DIN 12 770 verstanden, daß sich das Thermometer bis zur Fadenkuppe auf der zu messenden Temperatur befindet, bei einer Kalibrierung im Flüssigkeitsthermostaten also bis zur Fadenkuppe eintaucht. Dies ist in der Praxis kaum zu realisieren. In Deutschland werden deswegen Thermometer beim Kalibrieren unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche abgelesen, was allerdings nur bei durchsichtigen Flüssigkeiten möglich ist. Die Expansionserweiterung darf allerdings nie eingetaucht werden. Wenn es nicht möglich ist, das Thermometer unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche abzulesen, wird das Thermometer oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche abgelesen. Gegebenenfalls ist zusätzlich eine Korrektur für die von der zu messenden Temperatur abweichende Temperatur des herausragenden Fadens anzubringen. In einigen Ländern ist es üblich, daß auf diese Korrektur verzichtet wird, wenn bei der Messung die Fadenkuppe sich nur wenig (bis zu 10 mm) oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche befindet [Wise]. Es ist zu dokumentieren, welche Eintauchbedingungen vorgelegen haben.

Vollständig eintauchend justierte Thermometer sind Thermometer, die so justiert sind, daß bei ihnen keine Fadenkorrektion erforderlich ist, wenn sie vollständig eintauchend benutzt werden. Thermometer zur Messung der Lufttemperatur werden beispielsweise vollständig eintauchend justiert. Vorsicht: bei Thermometern mit Schutzgasfüllung besteht Zerstörungsgefahr, wenn hierfür nicht vorgesehene Thermometer vollständig eintauchend eingesetzt werden.

### **1.2.3 Anforderungen an Flüssigkeits-Glasthermometer**

Die Anforderungen, die im Interesse einer einwandfreien Beschaffenheit und Brauchbarkeit an die Konstruktion und Ausführung von Flüssigkeits-Glasthermometern gestellt werden, sind stichwortartig in Tabelle 1.3 mit Angabe der jeweils heranzuziehenden Norm oder sonstigen Vorschrift aufgeführt.

Tabelle 1.3: Anforderungen an Flüssigkeits-Glasthermometer

Thermometer-Teil	Anforderung	Norm, Vorschrift
Thermometergefäß	Glas thermisch stabil mit geringer thermischer Nachwirkung, chemisch beständig Glas zugelassen für Flüssigkeits-Glasthermometer	DIN 12 770 ISO 4795
Abreißeinrichtung bei Maximumthermometern	gut reproduzierbar, thermisch stabil	DIN 12 770
Thermometerflüssigkeit	bei Hg: rein und trocken farbbeständig bei benetzender Flüssigkeit, zusammenhängend ohne Gasblasen und Fadentrennungen, oberhalb Fadenkuppe keine Flüssigkeitsreste oder Verunreinigungen	DIN 12 770
Schutzgasfüllung	trocken, sauerstofffrei	
Skalenträger	Glas, Metall, Papier oder ähnliches dicht an Kapillare anliegend	DIN 12 770
Meßkapillare innen	glatt, homogen	DIN 12 770
Skale	Teilstriche senkrecht zur Thermometerachse Teilstrichabstand mindestens 0,4 mm Breite der Teilstriche höchstens 1/5 des Teilstrichabstandes, gleichmäßig Meßbereich nur im Bereich der Verwendungstemperatur Skalenteilungswert 1, 2, 5 bzw. dezimale Bruchteile oder Vielfache hiervon	DIN 12 770
meßtechnische Aufschriften	Angabe der Temperatureinheit Glassorte des Gefäßes (außer anderweitig gekennzeichnet), bei teilweise eintauchend justierten Thermometern: Eintauchtiefe Mittlere Fadenbezugstemperatur oder Norm bei Extremthermometern: Minimum und/oder Maximum spezielle Aufschriften (z. B. Maximum 23 °C)	z. B. DIN, ASTM
Sonstiges (nach Absprache)	Herstellerzeichen bzw. Name des Herstellers Seriennummer und Jahr der Herstellung (evt. verschlüsselt)	
fertiges Thermometer	thermisch stabilisiert	DIN 12 770

## 2 Meßgerätearten

### 2.1 Grundformen

Flüssigkeits-Glasthermometer sollen gerade sein und einen runden Querschnitt haben (s. DIN 12 770, Flüssigkeits-Glasthermometer, Allgemeine Bestimmungen). Der Durchmesser des Gefäßes soll nicht größer sein als der des Thermometers. Für Sonderformen von Thermometern darf von diesen Forderungen abgewichen werden.

Wesentliche Grundformen sind Einschluß- und Stabthermometer. Während insbesondere im deutschsprachigen Raum nahezu alle Präzisionsthermometer als Einschlußthermometer ausgelegt sind, sind im angelsächsischen Sprachraum nahezu ausschließlich Stabthermometer verbreitet.

#### 2.1.1 Stabthermometer

Die Skale befindet sich unmittelbar auf der dickwandigen Kapillare. Das im allgemeinen zylindrisch gehaltene Gefäß schließt direkt an die Kapillare an. Eine erforderliche Kontraktionserweiterung sollte durch ein kurzes Stück Kapillare vom Gefäß getrennt sein (s. DIN 12 770).

Folgende Kapillarformen sind üblich:

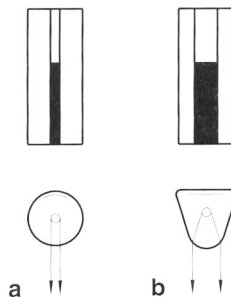


Bild 2.1: Kapillarformen bei Stabthermometern

- a) Kapillare rund (farbig belegt) mit ovaler oder runder Öffnung
- b) Kapillare prismatisch (farbig belegt) mit runder Öffnung

Die nachfolgend dargestellten Verschußarten sind üblich:

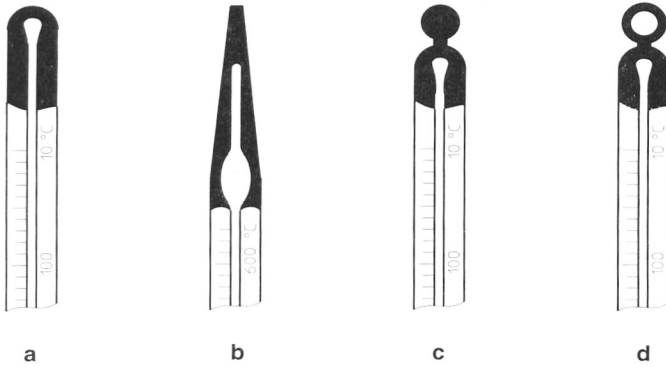


Bild 2.2: Verschußarten bei Stabthermometern

- a) oben rund zugeschmolzen
- b) oben ausgezogen
- c) oben mit Knopf
- d) oben mit Ring

### 2.1.2 Einschlußthermometer

Die Skale befindet sich auf einem von der Kapillare getrennten Skalenträger; Kapillare und Skalenträger sind in einem Umhüllungsrohr eingeschlossen. Der Skalenträger des Einschlußthermometers muß so befestigt sein, daß er an der Kapillare dicht anliegt. Er muß sich bei Erwärmung des Thermometers frei ausdehnen können.

Folgende Kapillarformen sind üblich:

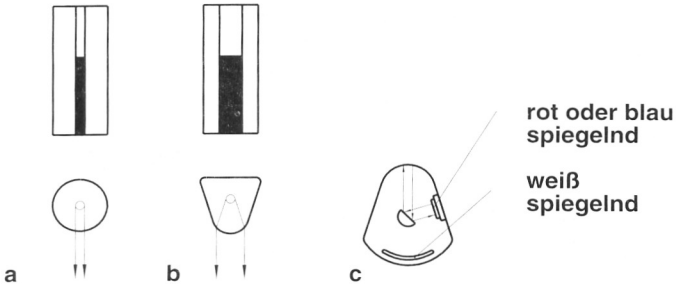


Bild 2.3: Kapillarformen bei Einschlußthermometern

- a) Kapillare rund mit ovaler oder runder Öffnung
- b) Kapillare prismatisch (auch farbig belegt) mit runder Öffnung
- c) rot bzw. blau

Die Ausführung des Thermometerverschlusses hängt von der Art der Skalenbefestigung ab. Man unterscheidet zwischen Skalenträgerfixierung oben hängend oder unten aufsitzend (siehe DIN 12 770).

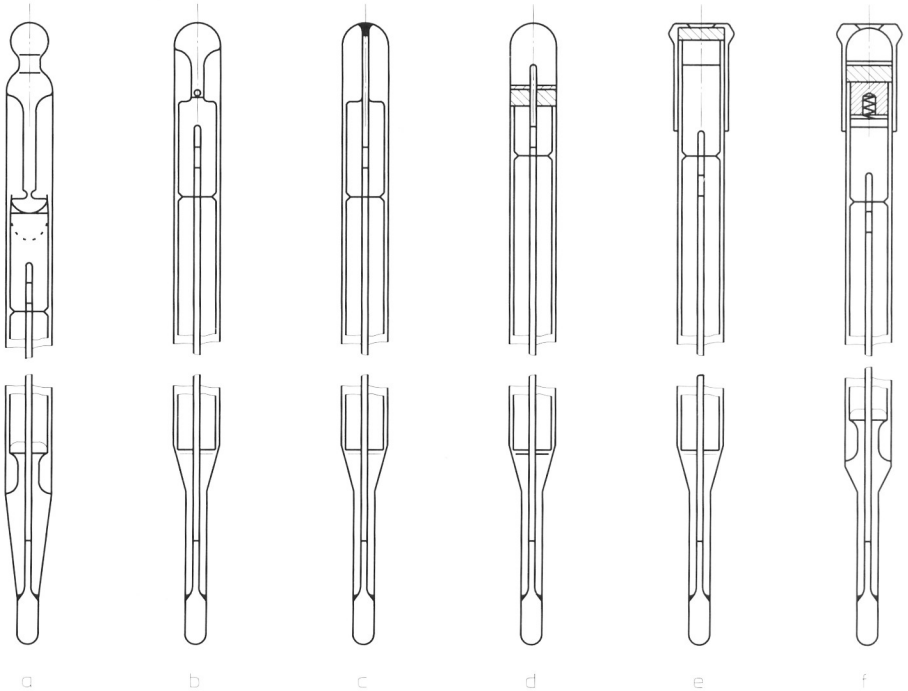


Bild 2.4: Verschlussarten bei Einschlußthermometern

- a) mit Glassattel unten und Feder oben (nach Fueß)
- b) Befestigung des Skalenträgers oben mit eingeschmolzenem Glasrohr (nach Richter)
- c) Befestigung des Skalenträgers oben mit angeschmolzenem Glasstift
- d) Befestigung des Skalenträgers oben in eingeklebtem, mit Isolierscheibe abgedecktem Kork
- e) Befestigung des Skalenträgers oben in eingekittetem Kork, Umhüllungsrohr mit aufge kitteter Kappe verschlossen
- f) mit Glassattel unten und Feder oben, eingekittetes Formteil zur Führung des Skalenträgers und der Feder, mit aufge kitteter Kappe



### 2.1.3 Plattenthermometer

Ein Plattenthermometer ist ein Flüssigkeits-Glasthermometer, dessen Kapillare ohne weitere Umhüllung auf einem plattenförmigen Skalenträger befestigt ist (DIN 12 770). Die Fixierung der Kapillare erfolgt im allgemeinen durch das nach hinten abgebo- gene und spitz abgezogene obere Kapillarende in einer Bohrung des Skalenträgers (Bild 2.5).

### 2.1.4 Maschinen-Glasthermometer

Ein Maschinen-Glasthermometer ist ein für die Verwendung in technischen Anlagen bestimmtes Flüssigkeits-Glasthermometer, das in einem Gehäuse eingebaut ist und mit dieser eine konstruktive Einheit bildet (Bild 2.6).

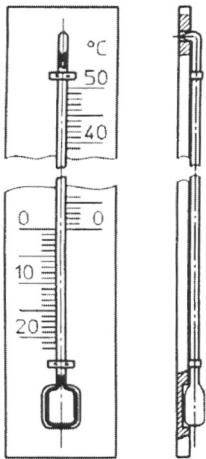


Bild 2.5: Plattenthermometer

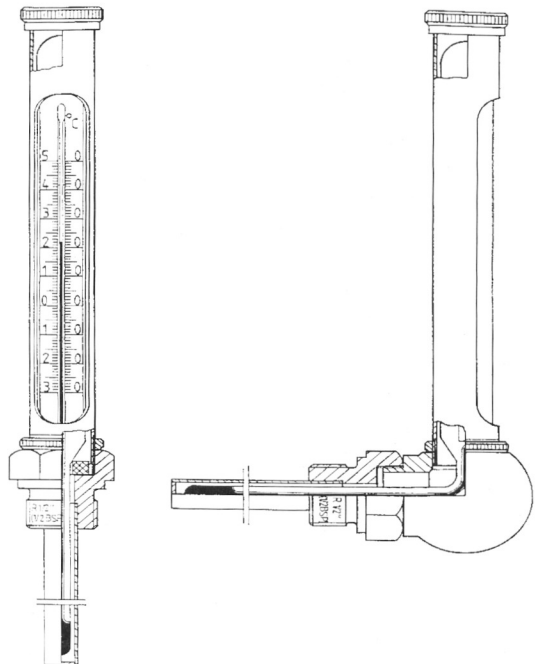


Bild 2.6: Maschinen-Glasthermometer

## 2.2 Spezielle Bauarten

### 2.2.1 Kalorimeterthermometer

Kalorimeterthermometer nach DIN 12 771 sind Thermometer mit einem Skalenteilungswert von  $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ , die in der Regel bei kalorimetrischen Messungen für die genaue Bestimmung kleiner Temperaturdifferenzen bzw. Temperaturänderungen verwendet werden (Bild 2.7). Kalorimeterthermometer werden auch in  $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ -Teilung gefertigt.

### 2.2.2 Fadenthermometer

Fadenthermometer (Bild 2.8) sind Spezialthermometer zur Messung der mittleren Temperatur eines herausragenden Fadenabschnittes, die bei der Berechnung von Fadenkorrekturen benötigt wird. Sie besitzen ein längliches Gefäß von etwa 50 mm bis 200 mm Länge und können sowohl als Stabthermometer als auch als Einschlußthermometer ausgeführt sein.



Bild 2.7: Kalorimeterthermometer

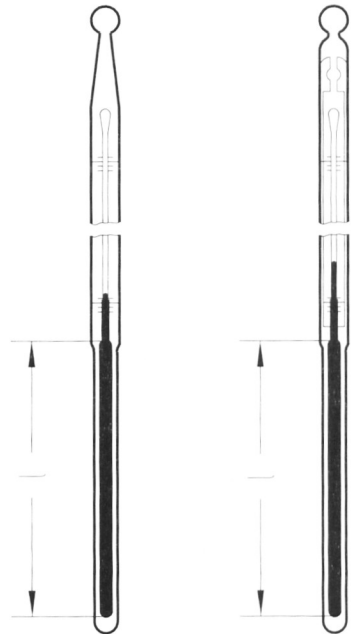


Bild 2.8: Fadenthermometer

### 2.2.3 Stock- und Winkelthermometer

Stockthermometer nach DIN 12 781 (Bild 2.9) und Winkelthermometer (Bild 2.10) sind für die Temperaturmessung an schwer zugänglichen Stellen bestimmt. Das Unterteil dieser Thermometer ist deutlich gegen das die Skale tragende Oberteil abgesetzt und kann bis zu etwa 5 m lang sein. Bei Winkelthermometern steht das Unterteil in einem Winkel zum Oberteil. Beide Thermometerarten werden üblicherweise teilweise eintauchend justiert.

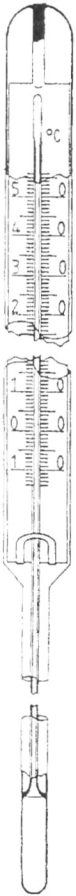


Bild 2.9: Stockthermometer

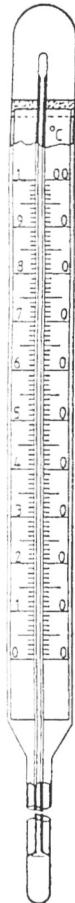
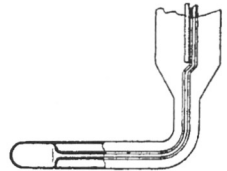


Bild 2.10: Winkelthermometer



### 2.2.4 Siedethermometer

Siedethermometer sind für die Ermittlung des Luftdrucks aus der Siedetemperatur des Wassers bestimmt und haben meist eine Teilung in hPa, oft auch noch in Torr oder mbar. Wenn sie in Wassersiedeapparaten (Hypsometern) für Höhenmessungen verwendet werden, heißen sie auch Hypsometerthermometer.

### 2.2.5 Kontaktthermometer

Kontaktthermometer (Bild 2.11) sind mit festen oder einstellbaren Kontakten versehene Thermometer, die bei der Regelung oder Signalisierung von Temperaturen zum Schließen oder Öffnen von Stromkreisen dienen.

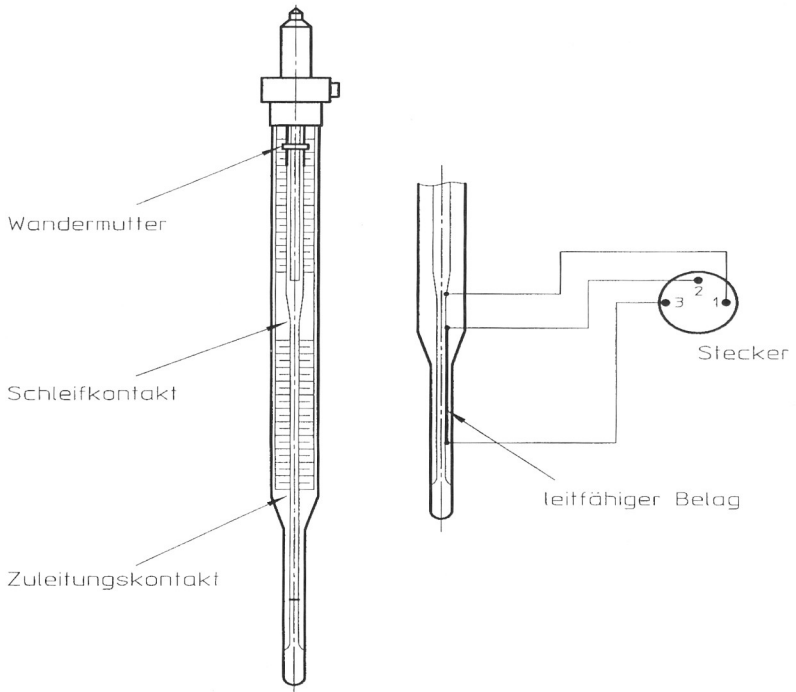


Bild 2.11: Kontaktthermometer

### 2.2.6 Extremthermometer

Als Extremthermometer werden Maximum-Thermometer z. B. nach DIN 58 654 (Bild 2.12), Minimum-Thermometer z. B. nach DIN 58 653 (Bild 2.13) und Maximum-Minimum-Thermometer bezeichnet. Diese Thermometer sind mit einer Schleppmarke oder einer Abreißeinrichtung (z. B. durch Querschnittsverengung der Kapillare) versehen und ermöglichen die Ermittlung des in einem bestimmten Zeitraum aufgetretenen Größtwertes oder/und Kleinstwertes der Thermometeranzeige.

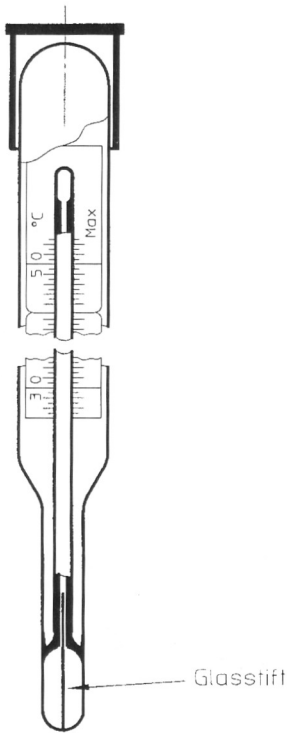


Bild 2.12: Maximum-Thermometer

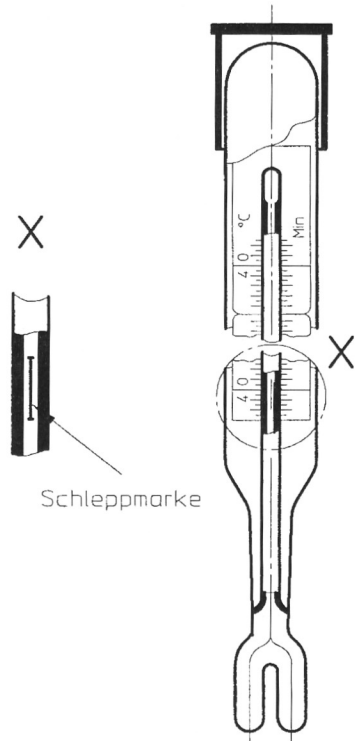


Bild 2.13: Minimum-Thermometer

## 2.2.7 Einstellthermometer

Einstellthermometer (z. B. Beckmannthermometer nach DIN 12 789) sind vorzugsweise für die Messung kleiner Temperaturänderungen oder -differenzen bestimmte Thermometer (Bild 2.14), die innerhalb eines größeren Temperaturbereiches (z. B. von  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis  $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) auf eine beliebige Anfangstemperatur (Einstelltemperatur) eingestellt werden können. Bei Beckmannthermometern ist zu diesem Zweck an das obere Ende der Meßkapillare eine Einstellvorrichtung angeschmolzen, die eine Trennstelle (Abtropf- oder Abfließvorrichtung), ein Hilfsgefäß für die Aufnahme des abgetrennten Quecksilbers und eine Einstellskala beinhaltet.

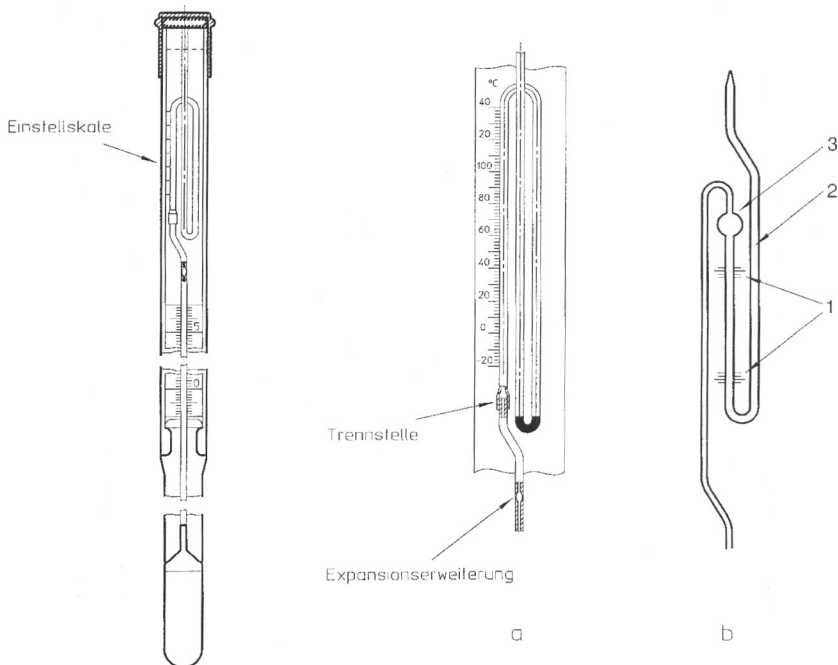


Bild 2.14: Einstellthermometer (Beckmannthermometer)

Die Details rechts zeigen die Tropfeinrichtung und Einstellskala  
 1: Einstellskala, 2: Hilfsgefäß, 3: Trennstelle

### 2.2.8 Umkippthermometer

Umkippthermometer (Bild 2.15) sind Thermometer, bei deren Umkippen der Faden an einer bestimmten Stelle abreißt. Das abgerissene Quecksilber fließt in die am anderen Kapillarende befindliche Erweiterung, ragt aber noch in die mit einer Skale verbundene Kapillare hinein. Aus dem Stand der vom abgetrennten Faden neu gebildeten Kuppe wird die z. Z. des Umkippens herrschende Temperatur ermittelt.

Tiefsee-Umkippthermometer sind druckgeschützte oder auch nicht gegen Druck geschützte Umkippthermometer für die Tiefseeforschung, die mit Hilfsthermometern für die Ermittlung von Fadenkorrekturen versehen sind [Scheibe].

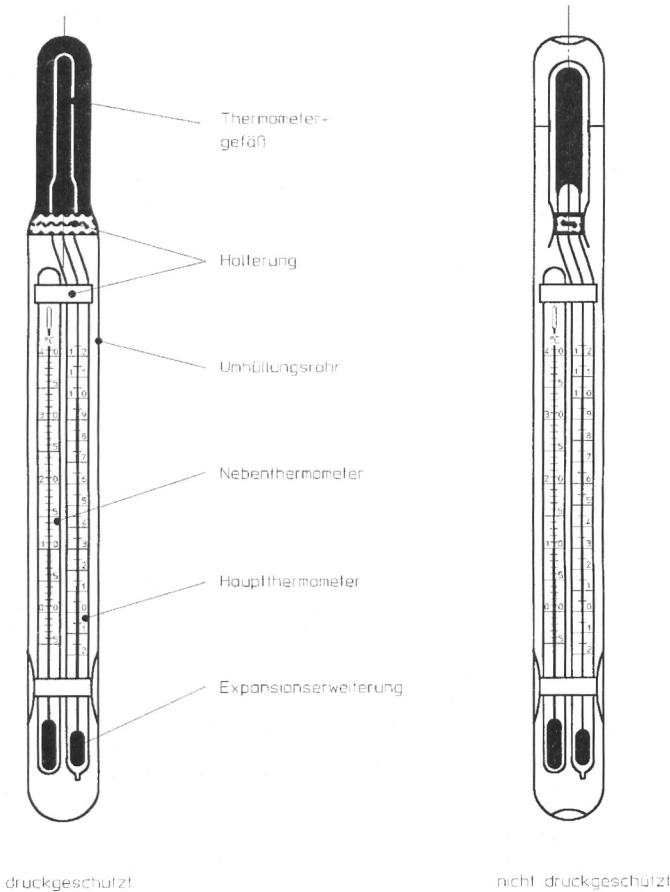


Bild 2.15: Tiefsee-Umkippthermometer (in gekipptem Zustand)

### **2.2.9 Sonstige Hinweise zu Spezialthermometern**

Bei Beckmann-, Umkip- und Maximum-Thermometern mit Abreißeinrichtung ist die Kapillare über dem Quecksilber evakuiert.

Bei Kalorimeterthermometern, Siedethermometern und sonstigen Quecksilberthermometern, deren Meßbereich 100 °C nicht wesentlich überschreitet, wird die Kapillare über dem Quecksilber evakuiert oder mit einer Schutzgasfüllung versehen. Evakuierte Thermometer haben den Vorteil, daß sich bei ihnen Fadentrennungen wesentlich leichter als bei Thermometern mit Schutzgasfüllung beseitigen lassen, haben aber den Nachteil, daß diese Fadentrennungen viel leichter auftreten (z. B. durch Transport).



## **3 Prüfeinrichtungen und Prüfmittel**

### **3.1 Normalthermometer**

Normalthermometer sind Thermometer, die rückführbar auf die nationalen Normale kalibriert sind und für die Prüfung, Eichung oder Kalibrierung von anderen Thermometern benutzt werden. Bezugsnormale sind die an dem jeweiligen Ort vorhandenen höchstwertigen Normale. Von ihnen werden i. allg. Kontrollnormale sowie Gebrauchsnormale abgeleitet, die routinemäßig für Kalibrierungen verwendet werden. Für die Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern kommen als Normalthermometer fast ausschließlich Platin-Widerstandsthermometer und Flüssigkeits-Glasthermometer in Frage. Es empfiehlt sich, Normale zu verwenden, deren Meßunsicherheit um etwa einen Faktor 3 kleiner ist als die angestrebte Meßunsicherheit der Prüflinge. Die beim Einsatz von Widerstandsthermometern benutzten Widerstandsmeßgeräte (Meßbrücken, Normalwiderstände usw.) müssen ebenfalls rückführbar kalibriert sein.

Werden Flüssigkeits-Glasthermometer als Normal verwendet, so empfiehlt es sich, solche zu verwenden, die einen kleineren Skalenteilungswert als die Prüflinge aufweisen. Der Anzeigebereich muß den Eispunkt enthalten und die reduzierte Korrektur muß für eine ausreichende Anzahl von Prüfpunkten bekannt sein. Sie sollen bis auf Ausnahmefälle ganz eintauchend justiert sein. Prismatische Meßkapillaren sind weniger geeignet, da die optische Verbreiterung des Fadens die Schätzung von Bruchteilen des Teilstrichabstandes erschwert.

Bei der Kalibrierung von teilweise eintauchend justierten Flüssigkeits-Glasthermometern kann die Verwendung von teilweise eintauchend justierten Flüssigkeits-Glasthermometern möglichst ähnlicher Bauart als Normalthermometer zweckmäßig sein, da in diesem Falle die Fadenkorrektur bei Normalthermometern und Prüflingen etwa gleich groß wird und daher vernachlässigt werden kann. Dieser Sonderfall führt allerdings zu erheblich vergrößerten Meßunsicherheiten.

#### **3.1.1 Rekalibrierfristen**

Bei akkreditierten Kalibrierlaboratorien wird die Rekalibrierfrist für die verwendeten Normalthermometer von der Akkreditierungsstelle festgelegt. Die Rekalibrierfrist ist abhängig von der akkreditierten kleinstmöglichen Meßunsicherheit und der Art der verwendeten Normalthermometer, wobei unter Umständen auch Nebenbedingungen, wie der Nachweis hinreichender Stabilität der Thermometer, nachgewiesen z. B. durch

Messungen am Eispunkt, gestellt werden können. Als Richtwerte, die auch für die Eichämter als gültig anzusehen sind, sind folgende Rekalibrierfristen zu betrachten:

1. **Platin-Widerstandsthermometer:** Die Rekalibrierfrist für extern zu kalibrierende Bezugsnormale beträgt zwei Jahre. Die Rekalibrierfrist für interne Kalibrierungen von Gebrauchsnormalen oder Kontrollnormalen beträgt ein Jahr.
2. **Flüssigkeits-Glasthermometer:** Als Normale kommen hier nur ganz eintauchend justierte Thermometer mit nicht benetzender Flüssigkeit (Ausnahme: Thermometer für  $t < -58\text{ °C}$ ) und einer (Hilfs-)Skale am Eispunkt in Betracht. Die reduzierten Korrekturen zeigen für hinreichend gealterte Thermometer kaum noch Veränderungen.

Falls die Flüssigkeits-Glasthermometer regelmäßig am Eispunkt kontrolliert und diese Kontrollen dokumentiert werden und keine Besonderheiten auftreten, soll für alle Arten von Normalen von folgenden Kalibrierintervallen ausgegangen werden:

- 1. Rekalibrierung nach zwei Jahren
- 2. Rekalinrierung nach weiteren fünf Jahren
- 3. Rekalibrierung nach weiteren zehn Jahren
- weitere Rekalibrierungen nach jeweils 15 Jahren.

### 3.2 Fadenthermometer

Für die Messung der mittleren Temperatur des herausragenden Fadens sind nach Möglichkeit Fadenthermometer mit angepaßten Gefäßlängen zu verwenden. Der Skalenteilungswert beträgt i. allg.  $1\text{ °C}$ ; bei Fadenthermometern mit einem oberen Ende des Meßbereichs von mehr als  $300\text{ °C}$  ist auch ein Skalenteilungswert von  $2\text{ °C}$  üblich.

Fadenthermometer sind vorzugsweise bis zum oberen Gefäßende eintauchend zu justieren. Die konstruktive Ausführung der Fadenthermometergefäße soll weitgehend der des Oberteiles des Thermometers entsprechen, für das die mittlere Temperatur des herausragenden Fadens gemessen werden soll. Bei der Kalibrierung von Einschlußthermometern sind Einschluß-Fadenthermometer, bei der Kalibrierung von Stabthermometern sind Stab-Fadenthermometer einzusetzen. Sind keine hohen Anforderungen an die Meßgenauigkeit gestellt, so kann hiervon abgewichen werden oder es können als Ersatz für Fadenthermometer auch Hilfsthermometer (z. B. Satz Anschützthermometer) eingesetzt werden.

Für Fadenthermometer werden die in Abschnitt 3.1.1 angegebenen Rekalibrierfristen empfohlen.

### 3.3 Darstellung des Eispunktes

Für die Darstellung des Eispunktes wird fein gemahlenes oder geschabtes Eis, das aus Rein- oder Reinstwasser hergestellt worden ist, in einen gut isolierten Behälter (Dewargefäß) eingefüllt. Das Eis wird mit reinem Wasser versetzt, bis sich die Wasseroberfläche etwa 1 cm bis 2 cm unterhalb der Eisoberfläche befindet. Für die Herstellung reinen Wassers eignen sich z. B. Ionenaustauscher (Entsalzer) und Destillationsanlagen. Der Eispunkt ist zweckmäßigerweise mit einem Normalthermometer (z. B. Flüssigkeits-Glasthermometer, Meßbereich  $-1\text{ °C}$  bis  $+1\text{ °C}$ , Skalenteilungswert  $0,01\text{ °C}$ ) zu überwachen. Wird eine Temperatur bei  $0\text{ °C}$  mit anderen Methoden dargestellt (z. B. Flüssigkeitsthermostat), ist die Überwachung mit einem Normalthermometer unverzichtbar. Es wird in der Regel als ausreichend für die Präparation des Eispunktes angesehen, wenn die Unsicherheit der Temperaturdarstellung bei  $0\text{ °C}$  kleiner als 20 % der im Kalibrierschein des Prüfling angegebenen Meßunsicherheit ist.

Wassertripelpunktzellen als Alternative zum Eispunkt werden im Anhang behandelt.

### 3.4 Thermostate

Die Kalibrierung, Prüfung und Eichung von Flüssigkeits-Glasthermometern erfolgt nahezu ausschließlich in gerührten Flüssigkeits-Thermostaten (i. allg. Flüssigkeitsbäder genannt), bei Temperaturen oberhalb  $600\text{ °C}$  in Fluidbädern. Temperatur-Blockkalibratoren und Rohröfen sollten nur für besondere Anwendungen (z. B. Stabilitätsprüfung) eingesetzt werden.

Ein Flüssigkeits-Thermostat besteht im wesentlichen aus einem wärmeisolierten Badbehälter, einer Heizung und/oder einer Kühlung und einem Rührwerk einschließlich geeigneter Strömungsführung. Die Temperierung geschieht i. allg. nicht direkt, sondern über einen zweiten Behälter (Zweikammersystem). Die Temperatureinstellung erfolgt z. B. über einen Regler mit PID-Prinzip. Die (räumliche) Temperaturhomogenität und die (zeitliche) Temperaturstabilität im Thermostaten sind zu optimieren und auszumessen. Die Ergebnisse müssen dokumentiert und in regelmäßigen Zeitabständen überprüft werden. In Bädern, die dem derzeitigen Stand der Technik entsprechen, wird eine räumliche Temperaturkonstanz im Einbaubereich der verschiedenen Thermometer und eine zeitliche Temperaturkonstanz über einen Meß- und

Ablesezyklus von jeweils wenigen Millikelvin erreicht. Die Eigenschaften des Thermostaten sind mit einzubeziehen bei der Bestimmung der Meßunsicherheit.

Für verschiedene Temperaturbereiche müssen verschiedene Flüssigkeiten eingesetzt werden. Die folgenden Flüssigkeiten haben sich bewährt:

Tabelle 3.1: Empfohlene Flüssigkeiten für Flüssigkeits-Thermostate

Temperaturbereich	Flüssigkeit	Hinweise
- 200 °C bis 5 °C	Pentan, Alkohol	Flammpunkt beachten
5 °C bis 95 °C	Wasser	
- 30 °C bis 300 °C	Silikonöl, Mineralöl	Flammpunkt beachten Betrieb unter Abzug
200 °C bis 600 °C	Salz, z. B. Mischung aus 55,2 % $\text{KNO}_3$ und 44,8 % $\text{NaNO}_2$ (Gewichtsanteil)	besondere Vorsicht (z. B. Schutzrohr) oberhalb des Siedepunktes von Hg (357 °C)

Besondere Hinweise:

Tiefe Temperaturen: Handelsübliche Kältemaschinen mit umweltfreundlichen Kältemitteln erlauben nur selten die Realisierung von Temperaturen unter - 100 °C. Tiefere Temperaturen werden daher häufig durch Kühlung mit flüssigem Stickstoff realisiert.

Hohe Temperaturen: Die Ausdehnung der Badflüssigkeit zwischen Raumtemperatur und Betriebstemperatur ist erheblich. Es sind daher praktikable Möglichkeiten zum Einfüllen und Entnehmen von Flüssigkeit vorzusehen (wichtig insbesondere für Salz-bäder).

Ablesung: Um ganz eintauchend justierte Thermometer möglichst gut ablesen zu können, sollten mit Alkohol oder Wasser betriebene Bäder mit einem Sichtfenster zur Ablesung ausgestattet sein. Eine geeignete Beleuchtung mit einer Kaltlichtquelle ist vorzusehen. Bei Öl- und Salzbadern ist darauf zu achten, daß die Ablesung möglichst dicht über der Flüssigkeitsoberfläche stattfinden kann, damit die Fadenkorrektion, die wesentlich zur Meßunsicherheit beiträgt, klein bleibt.

## 4 Korrekturen

Nach DIN 1319 (Grundlagen der Meßtechnik) Teil 1 (Grundbegriffe) gelten bei anzeigenden Meßgeräten, wie z. B. Flüssigkeits-Glastermometern, für die Ausdrücke Meßabweichung und Korrektur folgende Begriffsbestimmungen:

- **Meßabweichung:** Abweichung eines aus Messungen gewonnenen und der Meßgröße zugeordneten Wertes vom wahren Wert

Anmerkung: die Meßabweichung wurde früher auch „Fehler“ genannt.

Im Eichwesen werden die Beträge der zulässigen Grenzwerte für Meßabweichungen Fehlergrenzen genannt.

- **Systematische Meßabweichung:** Abweichung des Erwartungswertes vom wahren Wert
  - **Korrektur:** Wert, der nach algebraischer Addition zum unberichtigten Meßergebnis oder zum Meßwert die bekannte systematische Meßabweichung ausgleicht
- Anmerkung: Die Korrektur hat den gleichen Betrag wie die systematische Meßabweichung, jedoch das entgegengesetzte Vorzeichen.

Aus den obigen Ausführungen ergibt sich folgende Definitionsgleichung:

- **Thermometeranzeige + Korrektur = „richtige Temperatur“.**

Beispiel: Thermometeranzeige:  $-20,15\text{ °C}$ , Korrektur:  $-0,07\text{ °C}$ ,  
„richtige Temperatur“:  $-20,22\text{ °C}$ .

Da verschiedene Fehlerquellen die Thermometeranzeige beeinflussen können, ist zwischen mehreren Arten von Korrekturen zu unterscheiden, die im folgenden besondere Bezeichnungen erhalten. Die Korrekturen sind teils einsatzbedingt (Faden-, Druckkorrektur), teils Thermometereigenschaften (reduzierte Korrektur).

### 4.1 Korrektur, Eispunktkorrektur und reduzierte Korrektur

Durch die Korrektur (Anzeige-korrektur) wird der Tatsache Rechnung getragen, daß Meßgeräte nicht fehlerfrei hergestellt werden können. Im folgenden wird davon ausgegangen, daß die Korrektur für den Fall bestimmt wird, daß das Thermometer in senkrechter Stellung bei einem Außendruck von 1013,25 hPa mit der Eintauchtiefe und Fadentemperatur verwendet wird, für die es justiert worden ist (Abschnitt 1.2.2).

Die Korrektur hat im allgemeinen an den verschiedenen Prüfpunkten der Skale unterschiedliche Zahlenwerte. Wenn sie für eine ausreichende Anzahl von Prüfpunkten (Abschnitt 5.6.3) bestimmt worden ist, kann sie für dazwischenliegende Prüfpunkte einigermaßen sicher durch Interpolation ermittelt werden. Die Korrektur für den Prüfpunkt 0 °C (Eispunkt) wird mit  $K_0$  bezeichnet und Eispunktkorrektur genannt.

Die Korrektur kann durch Depression und Anstieg (s. Abschnitt 7.1) vorübergehende oder bleibende Änderungen erfahren. Diese sind i. allg. für alle Skalenstellen gleich groß und können daher durch die Kontrolle der Thermometeranzeige bei einer Vergleichstemperatur erfaßt werden. Bei Thermometern, deren Anzeigebereich den Eispunkt enthält, ist dies besonders einfach, da der Eispunkt sich ohne großen Aufwand sicher genug darstellen läßt (Abschnitt 3.3). Bei Präzisionsmessungen empfiehlt es sich daher, die Korrektur  $K$  nach der Beziehung

$$K = K_r + K_0 \quad (4.1)$$

in zwei Teile aufzuspalten, von denen der mit  $K_r$  bezeichnete und reduzierte Korrektur genannte Teil durch Depression und Anstieg praktisch nicht beeinflußt wird. Der zweite Teil, die Eispunktkorrektur  $K_0$ , erfaßt die thermische Vorgeschichte des Thermometers und ist bei wichtigeren Messungen unmittelbar nach deren Beendigung neu zu bestimmen. Die reduzierte Korrektur ist mit der Korrektur identisch, die man erhalten würde, wenn die Eispunktkorrektur gleich Null wäre.

Auf Kalibrierscheinen für Normalthermometer werden i. allg. die reduzierte Korrektur  $K_r$  und die Eispunktkorrektur  $K_0$  angegeben. Die reduzierte Korrektur kann als Thermometereigenschaft angesehen werden und ist normalerweise über lange Zeiten (> 10 Jahre) unverändert. Die Eispunktkorrektur ist je nach Bedarf neu zu bestimmen; die Angabe im Kalibrierschein dient vorwiegend der Dokumentation des Augenblickszustandes und zur Verfolgung von Thermometerveränderungen.

Zur Bestimmung der Eispunktkorrektur ist der Eispunkt darzustellen und zu messen. Die Eispunktkorrektur eines Flüssigkeits-Glasthermometers hängt von den vorangegangenen Erwärmungen und Abkühlungen des Thermometers ab. Es ist daher nicht gleichgültig, zu welchem Zeitpunkt die Eispunktkorrektur bestimmt wird. In einigen Ländern ist es gebräuchlich, die Eispunktkorrektur zu bestimmen, nachdem das Thermometer für mindestens drei Tage bei Raumtemperatur gelagert wurde, in Deutschland hingegen unmittelbar im Anschluß an eine Messung. Bei Kalibrierungen wird aus Kostengründen i. allg. darauf verzichtet, nach jedem Kalibrierpunkt die Eispunktkorrektur zu bestimmen, sondern man begnügt sich mit ihrer Bestimmung nach der tiefsten und der höchsten Einsatztemperatur. Bei der Kalibrierung von Normalthermometern sind ggf. zusätzliche Eispunktkorrekturen zu bestimmen, um durch

Interpolation die den jeweiligen Prüfpunkten zugehörigen Eispunktkorrekturen zu bestimmen.

Es ist auf jeden Fall anzugeben, zu welchem Zeitpunkt die im Kalibrierschein angegebene Eispunktkorrektur bestimmt wurde.

## 4.2 Fadenkorrektion

Die Wirkungsweise von Flüssigkeits-Glasthermometern beruht auf der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Glas und thermometrischer Flüssigkeit. Bei ordnungsgemäßer Anwendung des Thermometers kann man davon ausgehen, daß sich der Hauptanteil der Flüssigkeit im Gefäß bei der Meßtemperatur befindet. Ein geringer Anteil der Flüssigkeit befindet sich jedoch in der Meßkapillare als herausragenden Faden, und dieser Teil der Flüssigkeit befindet sich unter Umständen nicht auf der Temperatur der Flüssigkeit im Gefäß oder einer anderweitig festgelegten Temperatur. Für genaue Messungen ist in diesem Fall eine Korrektur, die sog. Fadenkorrektur anzubringen.

Die Fadenkorrektur kann mit Hilfe des relativen Volumenausdehnungskoeffizienten  $\gamma$  berechnet werden. Für Hg in Normalglas N16B hat z. B.  $\gamma$  bei 50 °C den Wert  $\gamma = 0,000158 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Dies bedeutet, daß sich die Länge eines Hg-Fadens in einer Kapillare bei einer Temperaturänderung  $\Delta t$  um den Faktor  $(1 + \gamma \Delta t)$  verändert. Ein Faden der Länge  $\Delta l$  verändert seine Länge bei einer Temperaturänderung von  $\Delta t$  um den Betrag

$$\delta l = \Delta l \gamma \Delta t. \quad (4.2)$$

Beispiel: Ein Hg-Faden der Länge  $\Delta l = 100 \text{ mm}$  verändert seine Länge bei einer Temperaturänderung von 50 °C auf 40 °C ( $\Delta t = -10 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) um den Betrag

$$\delta l = 100 \text{ mm} * 0,000158 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} * (-10 \text{ } ^\circ\text{C}) = -0,158 \text{ mm},$$

d. h. von 100 mm auf 99,842 mm Länge.

Bei Thermometern ist es häufig sinnvoll, die Länge des Fadens nicht in mm, sondern Skalenteilen anzugeben. Der Vorteil ist dabei, daß man die Änderung der Länge des Fadens gleich in der Einheit °C bekommt. Die Länge des Fadens zwischen den Ablesestellen  $M_1$  und  $M_2$  beträgt  $n = M_1 - M_2$ . Gleichung (4.2) gilt unverändert und lautet jetzt:

$$\delta n = \delta t = (M_1 - M_2) \gamma \Delta t. \quad (4.3)$$

Die Änderung  $\delta n$  kann auch als Änderung der Temperaturanzeige  $\delta t$  ausgedrückt werden.

Mit Worten ausgedrückt: Verändert sich die Temperatur des Fadens zwischen der Skalenanzeige  $M_1$  und  $M_2$  um die Temperatur  $\Delta t$ , so führt dies zu einer Änderung der Temperaturanzeige des Thermometers um  $\delta t$ . Man beachte, daß dieses Ergebnis unabhängig von der Teilung des Thermometers ist.

Die für die Berechnung der richtigen Temperatur anzubringende Fadenkorrektion  $K_F$  beträgt dann

$$K_F = -\delta t. \quad (4.4)$$

Zu der Thermometeranzeige ist in folgenden Fällen eine Fadenkorrektion zu addieren:

- a) Bei einem ganz eintauchend justierten Thermometer ragt ein Teil des Fadens heraus.
- b) Ein teilweise eintauchend justiertes Thermometer wird nicht mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe benutzt oder die Temperatur des Fadens weicht von der Fadenbezugstemperatur ab.

Bei ganz eintauchend justierten Thermometern wird in einigen Ländern auf die Fadenkorrektion verzichtet, wenn der Faden nur ein kurzes Stück (maximal 10 mm) herausragt. Im Kalibrierschein ist dann die Länge des herausragenden Fadens anzugeben. In Deutschland wird in solchen Fällen eine Fadenkorrektion durchgeführt.

Für die Ermittlung der Fadenkorrektion  $K_F$  muß die Temperaturverteilung längs des Fadens, insbesondere die mittlere Temperatur des herausragenden Fadenabschnittes bekannt sein. Diese ist einer direkten Messung nicht zugänglich und kann nur näherungsweise mit relativ großen Meßunsicherheiten bestimmt werden. Die Fadenkorrektion ist daher prinzipiell mit einer großen Unsicherheit behaftet. Es bereitet große Schwierigkeiten,  $K_F$  mit einer relativen Unsicherheit von weniger als 20 % ( $k = 2$ ) zu bestimmen.

Am sichersten läßt sich die mittlere Temperatur des herausragenden Fadenabschnittes mit Fadenthermometern bestimmen, die direkt neben dem herausragenden Faden angebracht werden (Bild 4.1). Die Messung wird um so genauer, je besser das Fadenthermometergefäß dem Oberteil des im folgenden als Hauptthermometer bezeichneten Thermometers entspricht, für das die Fadenkorrektion bestimmt werden soll. Queck-



silber-Fadenthermometer sind für die Prüfung von Thermometern mit benetzender thermometrischer Flüssigkeit ungeeignet.

Wenn keine Fadenthermometer zur Verfügung stehen, kann die mittlere Temperatur des herausragenden Fadens mit Hilfsthermometern abgeschätzt werden.

#### 4.2.1 Fadenkorrektion für ganz eintauchend justierte Thermometer

Wenn bei einem ganz eintauchend justierten Thermometer ein Teil des Fadens herausragt, ist bei Benutzung von Fadenthermometern die Fadenkorrektion  $K_F$  nach der Formel

$$K_F = (M_1 - M_2) \gamma (t - t_F) \quad (4.5)$$

zu berechnen. Es bedeuten:

$M_1$  Anzeige des Hauptthermometers

$M_2$  Anzeige des Hauptthermometers, wenn seine Fadenkuppe in der Höhe des unteren Endes des Fadenthermometergefäßes stehen würde

$\gamma$  relativer Ausdehnungskoeffizient der thermometrischen Flüssigkeit gegenüber der Glassorte, aus der das Gefäß des Hauptthermometers besteht

$t$  Badtemperatur

$t_F$  mit dem Fadenthermometer gemessene Temperatur.

Die Differenz ( $M_1 - M_2$ ) wird häufig mit „ $n$ “ (Anzahl von Gradabschnitten oder Gradäquivalenten) bezeichnet.

Das Fadenthermometer ist möglichst dicht neben dem Thermometer, dessen Fadentemperatur bestimmt werden soll, so anzubringen, daß sich das obere Ende des Fadenthermometergefäßes in der Höhe der Fadenkuppe des Hauptthermometers befindet. Damit die Übergangszone von der Bad- zur Umgebungstemperatur vollständig erfaßt wird, muß das untere Ende des Fadenthermometergefäßes sich auf der Badtemperatur befinden und bei Flüssigkeitsbädern mindestens 3 cm in die Badflüssigkeit eintauchen, s. Bild 4.1. Auf die genaue Länge des Fadenthermometergefäßes kommt es nicht an.

Hinweis: Bei Metallblocköfen ist die Übergangszone zur Umgebungstemperatur wesentlich ausgedehnter als bei Flüssigkeitsbädern. Es sollten daher Fadenthermometer mit längeren Gefäßen verwendet werden.

Der Wert des relativen Ausdehnungskoeffizienten  $\gamma$  hängt vor allem von der thermometrischen Flüssigkeit, in geringerem Maße von der Temperatur und der Glassorte ab. Für die wichtigsten Flüssigkeiten kann man mit den in Tab. 4.1 angegebenen Durchschnittswerten rechnen:

Tabelle 4.1: Durchschnittswerte für den relativen Ausdehnungskoeffizienten  $\gamma$

Thermometrische Flüssigkeit	$\gamma$
Quecksilber, Quecksilber-Thallium	0,000 16 °C <sup>-1</sup>
Galliumlegierung	0,000 10 °C <sup>-1</sup>
Pentan	0,001 55 °C <sup>-1</sup>
Toluol	0,000 96 °C <sup>-1</sup>
Äthylalkohol	0,001 07 °C <sup>-1</sup>
Methylalkohol	0,001 19 °C <sup>-1</sup>

Tabelle 4.2: Wichtige Thermometergläser

Glassorte	Temperaturbereich	Kennzeichnung
N16B	bis 430 °C	einzelner roter Streifen
2954	bis 480 °C	einzelner schwarzer Streifen
Supremax	bis 630 °C	SPX8409, ohne
Quarzglas	bis 1000 °C	ohne, „Quarzglas“

Bei Präzisionsmessungen ist von den in Tabelle 4.3 zusammengestellten  $\gamma$ -Werten Gebrauch zu machen. Es ist jeweils der Wert zu verwenden, der für die Temperatur  $(t + t_p)/2$  gilt.

Wenn die Teilung des Hauptthermometers, wie z. B. bei Pentanthermometern, nicht linear ist oder wenn, was durchaus zulässig ist, das untere Ende des Fadenthermometers über die Skale des Hauptthermometers hinausragt, ist der in Formel (4.5) für  $(M_1 - M_2)$  einzusetzende Wert aus der Empfindlichkeit  $E$  des Hauptthermometers und der Länge  $l$  des Fadenthermometer-Gefäßes nach der Beziehung

$$M_1 - M_2 = lE \quad (4.6)$$

zu ermitteln. Dabei versteht man bei Meßgeräten mit Strichskale unter der Empfindlichkeit  $E$  das Verhältnis der Änderung  $\Delta L$  der Anzeige in Längeneinheiten zu der sie verursachenden Änderung  $\Delta M$  der Meßgröße, also  $E = \Delta L/\Delta M$  (DIN 1319). Die Empfindlichkeit kann bei Thermometern mit Hilfe einer einfachen Längenmessung bestimmt werden.

Tabelle 4.3: Relativer Ausdehnungskoeffizient  $\gamma$  verschiedener thermometrischer Flüssigkeiten

I. Nicht benetzende Flüssigkeiten

Temperatur °C	Relativer Ausdehnungskoeffizient $\gamma$				Gallium in Quarzglas °C <sup>-1</sup>
	Normalglas N16B °C <sup>-1</sup>	Thermometer- glas 2954 °C <sup>-1</sup>	Supremax 8409 °C <sup>-1</sup>	Quarzglas °C <sup>-1</sup>	
- 50	0,000 157	0,000 163	0,000 171		
0	0,000 158	0,000 164	0,000 172	0,000 181	
50	0,000 158	0,000 164	0,000 172	0,000 181	0,000 118
100	0,000 159	0,000 165	0,000 173	0,000 182	0,000 116
150	0,000 160	0,000 166	0,000 174	0,000 184	
200	0,000 161	0,000 168	0,000 176	0,000 186	0,000 113
250	0,000 163	0,000 170	0,000 179	0,000 189	
300	0,000 166	0,000 173	0,000 182	0,000 193	
350	0,000 170	0,000 177	0,000 186	0,000 197	
400	0,000 175	0,000 182	0,000 191	0,000 203	0,000 110
450		0,000 189	0,000 197	0,000 209	
500			0,000 204	0,000 216	
600			0,000 222	0,000 234	0,000 107
700				0,000 254	
800					0,000 105
1000					0,000 103

## II. Benetzende Flüssigkeiten

Relativer Ausdehnungskoeffizient $\gamma$		
Temperatur °C	Pentan °C <sup>-1</sup>	Alkohol Toluol Xylol °C <sup>-1</sup>
- 200	0,000 9	
- 150	0,000 9	
- 100	0,001 0	0,000 9
- 50	0,001 2	0,001 0
0	0,001 4	0,001 0
50		0,001 1
100		0,001 2

Beispiel für die Bestimmung der Empfindlichkeit  $E$ :

Bei einem Thermometer mit dem Meßbereich 20 °C bis 40 °C (Skalenteilungswert 0,02 °C) haben die Prüfpunkte 30 °C und 35 °C einen Abstand von 101 mm. Dann ist für diesen Skalenabschnitt

$$E = \Delta L / \Delta M = 101 \text{ mm} / 5 \text{ °C} = 20,2 \text{ mm/°C}.$$

Beispiel für die Bestimmung der Fadenkorrektion nach Formel (4.5) bei einem ganz eintauchend justierten Thermometer aus Supremax

$$M_1 = 276 \text{ °C}; M_2 = 202 \text{ °C}; \gamma = 0,000 179 \text{ °C}^{-1}; t_F = 180 \text{ °C},$$

$$K_F = (M_1 - M_2) \gamma (t - t_F)$$

1. Näherung: Da  $t$  nicht bekannt ist, wird  $t = M_1$  angenommen. Nach (4.5) ist dann

$$K'_F = 74 \text{ °C} \cdot 0,000 179 \text{ °C}^{-1} \cdot 96 \text{ °C} = 1,27 \text{ °C}.$$

2. Näherung: Mit den Ergebnissen der 1. Näherung wird die Rechnung nach (4.5) wiederholt.

$$K''_F = (M_1 + K'_F - M_2) \gamma (M_1 + K'_F - t_F)$$

$$= 75,27 \text{ °C} \cdot 0,000 179 \text{ °C}^{-1} \cdot 97,27 \text{ °C} = 1,31 \text{ °C}.$$

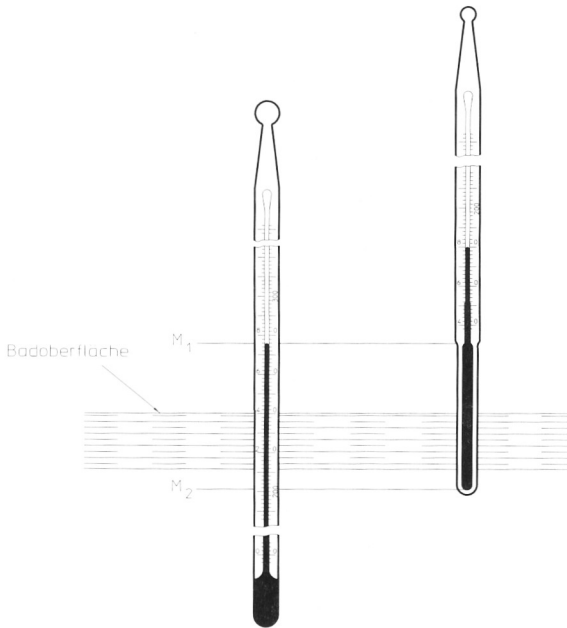


Bild 4.1: Fadenkorrektur ganz eintauchend

#### 4.2.2 Fadenkorrektur für teilweise eintauchend justierte Thermometer

Fadentemperaturen sind insbesondere bei langem herausragendem Faden nur mit großer Meßunsicherheit zu bestimmen. In vielen Fällen kann es daher sinnvoll sein, ein teilweise eintauchend justiertes Thermometer ganz eintauchend zu kalibrieren und dann die auf die vorgeschriebene Eintauchtiefe und Fadenbezugstemperatur  $t_B$  bezogene Fadenkorrektur rechnerisch zu bestimmen. Die Fadenkorrektur berechnet sich hier zu

$$K_F = (l/E) \gamma (t_B - t) = (M_1 - M_2) \gamma (t_B - t). \quad (4.7)$$

Beispiel: Ein teilweise eintauchend justiertes Thermometer (Quecksilber in Normalglas N16B) mit einer Eintauchmarke bei  $M_2 = 30\text{ °C}$  und einer Fadenbezugstemperatur von  $t_B = 50\text{ °C}$  wird in einem Wasserbad bei  $t = 90\text{ °C}$  ganz eintauchend kalibriert. Die Ablesung ergibt  $M_1 = 90,45\text{ °C}$ .

In diesem Fall ergibt sich:

$$K_F = (M_1 - M_2) \gamma (t_B - t)$$

$$K_F = (90,45 \text{ }^\circ\text{C} - 30 \text{ }^\circ\text{C}) \cdot 0,000158 \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \cdot (50 \text{ }^\circ\text{C} - 90 \text{ }^\circ\text{C}) = -0,382 \text{ }^\circ\text{C}.$$

Die Durchführung der Kalibrierung unter ganz eintauchenden Meßbedingungen ist jedoch nicht immer möglich. Ein Kompromiß kann dann sein, bei der Kalibrierung tiefer einzutauchen als bei der Justierung vorgesehen.

Weicht bei einem teilweise eintauchend justierten Thermometer, das mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe verwendet wird, die mittlere Temperatur  $t_F$  des herausragenden Fadens von der Fadenbezugstemperatur  $t_B$ , ab, so ist je nachdem, ob die Eintauchlinie auf der Meßkapillare oder auf der Verbindungskapillare liegt, die Fadenkorrektur nach Formel (4.5) oder (4.7) zu berechnen.

Liegt bei einem teilweise eintauchend justierten Thermometer, das mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe verwendet wird, die Eintauchlinie auf der Meßkapillare, so gilt für die Fadenkorrektur die Formel

$$K_F = (l/E) \gamma (t_B - t_F). \quad (4.8)$$

Dabei ist  $l$  die Länge des Fadenabschnittes, der entsprechend der Justierung des Thermometers herausragen soll.  $E$  und  $\gamma$  haben dieselbe Bedeutung wie in Abschnitt 4.3.1 und sind nach den dort gemachten Ausführungen zu bestimmen. Für  $\gamma$  ist der Wert von Tabelle 4.3 einzusetzen, der für die Temperatur  $(t_B + t_F)/2$  gilt.

Liegt bei einem teilweise eintauchend justierten Thermometer, das mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe verwendet wird, die Eintauchlinie auf der Verbindungskapillare und hat diese einen anderen inneren Querschnitt als die Meßkapillare, so gilt für die Fadenkorrektur die Formel

$$K_F = (l_1/E_1) \gamma_1 (t_B - t_{F1}) + (l_2/E_2) \gamma_2 (t_B - t_{F2}). \quad (4.9)$$

Dabei bedeuten:

$l_1$  Länge des herausragenden Fadens zwischen der Fadenkuppe  $s_0$  und der Stelle  $s_v$ , an der die Meßkapillare in die Verbindungskapillare übergeht

$l_2$  Länge des herausragenden Fadens zwischen der Stelle  $s_v$  und der Eintauchlinie  $s_e$

$E_1$  Empfindlichkeit des Thermometers längs des Fadenabschnittes  $l_1$

$E_2$  Empfindlichkeit des Thermometers längs des Fadenabschnittes  $l_2$

$t_{F1}$  mittlere Temperatur des Fadenabschnittes  $l_1$

- $t_{F2}$  mittlere Temperatur des Fadenabschnittes  $l_2$
- $t_B$  Fadenbezugstemperatur
- $\gamma_1$  relativer Ausdehnungskoeffizient nach Tabelle 4.3 für die Temperatur  $(t_B + t_{F1})/2$
- $\gamma_2$  relativer Ausdehnungskoeffizient nach Tabelle 4.3 für die Temperatur  $(t_B + t_{F2})/2$

Beispiel für die Bestimmung der Fadenkorrektion nach Formel (4.6) bei einem teilweise eintauchenden Thermometer aus Normalglas N16B, Fadenbezugstemperatur  $t_B = 30\text{ }^\circ\text{C}$ .

$$l_1 = 120\text{ mm}; E_1 = 0,57\text{ mm }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$\gamma_1 = 0,000\ 158\text{ }^\circ\text{C}^{-1}; t_{F1} = 38\text{ }^\circ\text{C}$$

$$l_2 = 175\text{ mm}; E_2 = 3,5\text{ mm }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$\gamma_2 = 0,000\ 158\text{ }^\circ\text{C}^{-1}; t_{F2} = 55\text{ }^\circ\text{C}$$

$$K_F = (l_1/E_1) \gamma_1 (t_B - t_{F1}) + (l_2/E_2) \gamma_2 (t_B - t_{F2})$$

$$K_F = -(120 / 0,57) \cdot 0,000158 \cdot 8\text{ }^\circ\text{C} \\ - (175 / 3,5) \cdot 0,000158 \cdot 25\text{ }^\circ\text{C}$$

$$K_F = -0,27\text{ }^\circ\text{C} - 0,20\text{ }^\circ\text{C} = -0,47\text{ }^\circ\text{C}$$

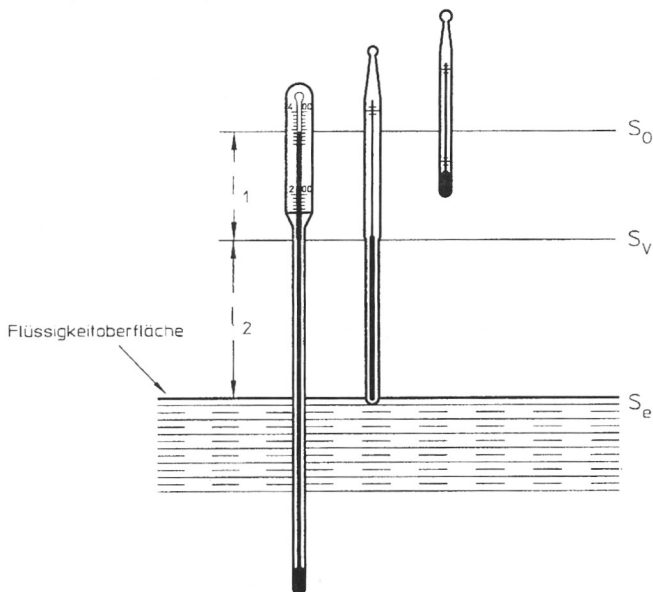


Bild 4.2: Fadenkorrektion teilweise eintauchend.  
Die Erklärung der Bezeichnungen findet sich im Text unter der Formel (4.9).

Die mittleren Temperaturen können je nach Länge des herausragenden Fadens mit einem oder mehreren Fadenthermometern oder auch mit Hilfsthermometern gemessen werden. Das untere Gefäßende des untersten Fadenthermometers soll dabei in der Höhe der Eintauchlinie des Hauptthermometers liegen. Bei Verwendung mehrerer Fadenthermometer ist die mittlere Fadentemperatur  $t_F$  gemäß

$$t_F = \frac{\sum l_i t_{Fi}}{\sum l_i} \quad (4.10)$$

zu berechnen. Die verschiedenen Fadenabschnitte können auch getrennt berechnet und dann addiert werden.

Der in Formel (4.9) für  $E_1$  einzusetzende Wert ist nach den Ausführungen von Abschnitt 4.2.1 zu bestimmen.  $E_2$  kann dagegen, wenn Meßkapillare und Verbindungskapillare verschiedene innere Querschnitte haben, nicht durch eine reine Längenmessung ermittelt werden. Da die Verbindungskapillare keine Teilung trägt, kann  $E_2$  nur im übertragenen Sinne als „Empfindlichkeit“ bezeichnet werden. Wenn die Fadenkuppe sich durch Abkühlen des Thermometers bis unter die Stelle  $s_v$  bringen läßt, an der die Meßkapillare in die Verbindungskapillare übergeht, läßt sich die „Empfindlichkeit“  $E_2$  auf folgende Weise bestimmen:

Für zwei möglichst unterschiedliche Stände  $s_1$  und  $s_2$  der Fadenkuppe, die beide unterhalb von  $s_v$  liegen müssen (s. Bild 4.2), werden die ihnen entsprechenden Temperaturen  $t_1$  und  $t_2$  ermittelt, z. B. durch Abkühlen des Thermometers in einem Thermostaten. Damit das Thermometer nicht beschädigt wird, ist darauf zu achten, daß dabei die Erstarrungstemperatur der thermometrischen Flüssigkeit nicht erreicht wird.  $E_2$  ergibt sich dann zu

$$E_2 = (s_1 - s_2)/(t_1 - t_2).$$

Die Differenz  $(t_1 - t_2)$  soll so groß wie möglich sein. Wenn sich die Fadenkuppe nicht unter  $s_v$  bringen läßt, ist  $E_2$  nach dem im Abschnitt 5.7.1 angegebenen Verfahren abzuschätzen.

Bei einem teilweise eintauchend justierten Thermometer, das ganz eintauchend benutzt wird, beträgt die Fadenkorrektion

$$K_F = (l/E) \gamma (t_B - t). \quad (4.11)$$

$l$  ist die Länge des Fadens von der Eintauchlinie bis zu der Skalenstelle, die der Temperatur  $t$  des Thermometergefäßes entspricht. Wenn die Eintauchlinie auf der Verbindungskapillare liegt, ist über die Bereiche zu mitteln gemäß  $l/E = \sum (l_i/E_i)$ .



Wenn ein teilweise eintauchend justiertes Thermometer über die Eintauchlinie hinaus, aber nicht bis zur Fadenkuppe eingetaucht wird, beträgt die Fadenkorrektion

$$K_F = (l_a/E_a) \gamma_a (t_B - t_F) + (l_b/E_b) \gamma_b (t_F - t). \quad (4.12)$$

Der Index a bezieht sich dabei auf den Fadenabschnitt, der bei der Messung herausragt, der Index b auf den Fadenabschnitt, der herausragen müßte, aber eintaucht.

### 4.3 Druckkorrektion

Da das Gefäß des Flüssigkeits-Glastermometers nicht absolut starr ist, beeinflußt der in der Umgebung des Gefäßes herrschende Außendruck und der auf die Innenwandung des Gefäßes wirkende Innendruck die Thermometeranzeige. Eine Vergrößerung des Außendruckes führt zu einer höheren Thermometeranzeige, eine Vergrößerung des Innendruckes dagegen zu einer niedrigeren Anzeige. Aus diesem Grund ist erforderlichenfalls eine Druckkorrektion an der Thermometeranzeige anzubringen.

Der Außendruck ist vor allem dann zu berücksichtigen, wenn ein Thermometer ohne druckdichtes Schutzrohr direkt in eine unter Überdruck stehende Apparatur oder Rohrleitung eingebaut wird. In diesen Fällen ist zu der Thermometeranzeige folgende Druckkorrektion  $K_p$  zu addieren:

$$K_p = -(p - p_0) (\Delta t / \Delta p). \quad (4.13)$$

Dabei ist  $p$  der auf das Thermometergefäß wirkende Außendruck,  $p_0$  der Normalluftdruck mit  $p_0 = 1013,25$  hPa und  $(\Delta t / \Delta p)$  der Druckkoeffizient der Thermometeranzeige, der z. B. bei Quecksilberthermometern mit einem Gefäßdurchmesser von 5 mm bis 7 mm den Wert von etwa 0,1 mK/hPa hat. Dieser Wert kann bei allen Quecksilberthermometern zum Abschätzen des zu erwartenden Druckeinflusses und gegebenenfalls auch zur Berichtigung der Thermometeranzeige verwendet werden. Eine experimentelle Bestimmung des Druckkoeffizienten dürfte nur in Ausnahmefällen erforderlich sein.

Insbesondere bei Präzisionsthermometern mit feiner Teilung können Einflüsse des äußeren Druckes zu Änderungen der Thermometeranzeige führen, die in die Größenordnung der Meßunsicherheit bei der Kalibrierung kommen. Aufgrund von Wetteränderungen sind Luftdruckschwankungen um  $\pm 30$  hPa nicht ungewöhnlich. Orte in einer Höhe von 2000 m über Meereshöhe haben einen Normalluftdruck, der um etwa

224 hPa gegenüber dem Luftdruck auf Meereshöhe erniedrigt ist. Wenn das Gefäß eines Thermometers 40 cm tief in ein Wasserbad eintaucht, so ist der Druck auf das Gefäß um 40 hPa gegenüber dem äußeren Luftdruck erhöht. Vorsicht ist auch geboten bei der Messung der Temperatur des Eispunktes: hängt das Thermometer nicht frei im Eisbad, sondern steht das Gefäß auf den Eisstücken, so kann hierdurch ein Druck auf das Gefäß ausgeübt werden, der zu einer meßbaren Änderung der Thermometeranzeige führt.

Die Schutzgasfüllung kann vor allem dann zu Anzeigefehlern führen, wenn das Thermometer beim Gebrauch wesentlich tiefer als entsprechend seiner Justierung eintaucht und wenn der Druck des Schutzgases dabei erheblich zunimmt (Vorsicht: Zerstörungsgefahr!). Die dadurch entstehenden Anzeigefehler können durch Vergleichsmessungen bei vorgeschriebener Eintauchtiefe abgeschätzt werden.

## **5 Prüfung und Prüfverfahren**

### **5.1 Prüfung, Bauartzulassung, Eichung, Kalibrierung**

Für bestimmte Zwecke müssen Flüssigkeits-Glaskthermometer vor ihrer Anwendung geprüft, geeicht oder kalibriert sein. Die verwendeten Begriffe sollen nachfolgend definiert und erläutert werden. Hierbei wird DIN 1319 bzw. das Internationale Wörterbuch der Metrologie zugrundegelegt.

#### **Prüfung**

Eine Prüfung bedeutet: „Feststellen, inwieweit ein Prüfobjekt eine Forderung erfüllt“.

In diesem Sinn sind Bauartzulassung, Eichung und Kalibrierung spezielle Prüfungen, bei denen unterschiedliche Forderungen gestellt werden.

#### **Bauartzulassung von Meßgeräten**

Feststellen, ob Muster einer Bauart von Meßgeräten die Anforderungen der Eichordnung (EO) und die PTB-Anforderungen bezüglich Meßrichtigkeit, Meßbeständigkeit und Manipuliersicherheit erfüllen. Die Bauartzulassung ist die Voraussetzung für die Eichung eines Meßgerätes.

Die Bauartzulassung wird in Deutschland von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) nach positiv verlaufener Zulassungsprüfung erteilt. Die Zulassung ist durch Aufbringen des Zulassungszeichens auf den Meßgeräten der zugelassenen Bauart dokumentiert.

#### **Allgemeine Bauartzulassung für Flüssigkeits-Glaskthermometer**

Bestimmte, in der Eichordnung festgelegte Bauarten von Meßgeräten sind ohne Zulassungsprüfung durch die PTB allgemein zur Eichung zugelassen, wenn sie die Anforderungen der Eichordnung und die PTB-Anforderungen erfüllen. Eine Kennzeichnung mit einem Zulassungszeichen erfolgt nicht.

Die Bauart der Flüssigkeits-Glaskthermometer gehört zu den allgemein zur Eichung zugelassenen Meßgeräten und trägt kein Zulassungszeichen.

#### **Eichung von Meßgeräten**

Feststellen durch ein Eichamt, ob ein Meßgerät zulassungsgerecht ausgeführt ist und die Fehlergrenzen der Eichordnung einhält. Die Eichung von Meßgeräten wird von

den Eichämtern der Bundesländer durchgeführt und durch Aufbringen des Stempelzeichens auf dem geprüften Meßgerät dokumentiert.

Für bestimmte, meist gesetzlich geregelte Anwendungen ist die Verwendung geeichter Meßgeräte zwingend vorgeschrieben.

### **Eichung von Flüssigkeits-Glasthermometern**

Feststellen, ob das Flüssigkeits-Glasthermometer der Eichordnung Anlage 14.1 (EO 14-1) und den PTB-Anforderungen (PTB-A 14.1) entsprechend ausgeführt ist und die Fehlergrenzen einhält. Im allgemeinen wird ein Eichschein ausgestellt.

### **Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern**

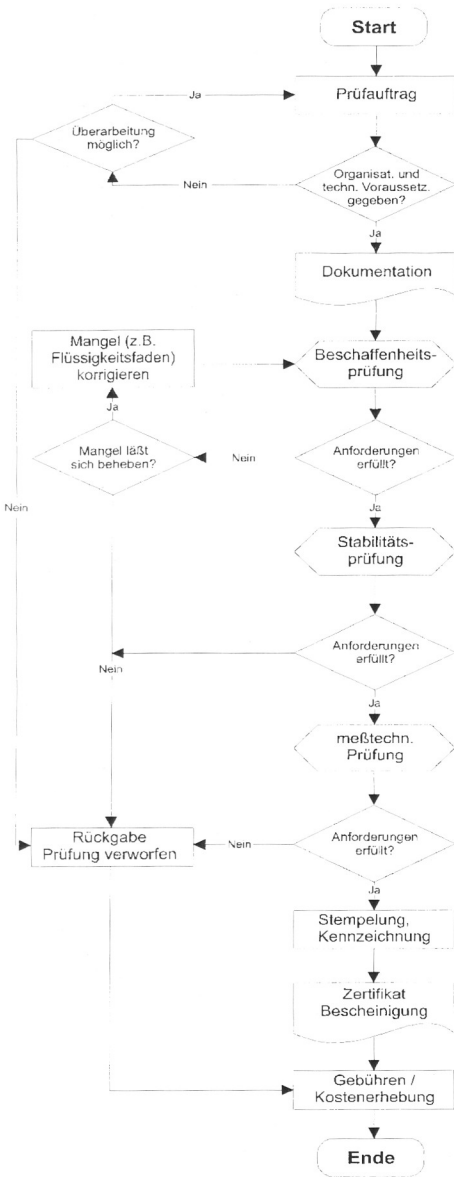
Feststellen, inwieweit ein Flüssigkeits-Glasthermometer den wahren (richtigen) Wert der Meßgröße Temperatur anzeigt. Der Umfang der Kalibrierung, z. B. im Hinblick auf die Anzahl der Prüfpunkte, erfolgt gemäß den Forderungen des Auftraggebers. Unabhängig davon sollen allerdings die Anforderungen von DIN 12 770 bezüglich der Fehlergrenzen eingehalten werden. Nach erfolgter Kalibrierung ist das Thermometer mit einem Kalibrierzeichen zu versehen; es ist ein Kalibrierschein auszustellen, der eine Angabe der Meßunsicherheit enthalten muß. Eine Rekalibrierfrist wird nicht angegeben.

Anmerkung: Um Verschiebungen des Skalenträgers erkennen zu können (und um Manipulationen auszuschließen), ist sowohl bei Eichungen als auch bei Kalibrierungen seitlich auf dem Umhüllungsrohr in Höhe eines der unteren bezifferten Teilstriche eine die Ablesung nicht behindernde Strichmarke anzubringen, falls diese nicht bereits vom Hersteller aufgebracht worden ist.

## **5.2 Ablaufplanung**

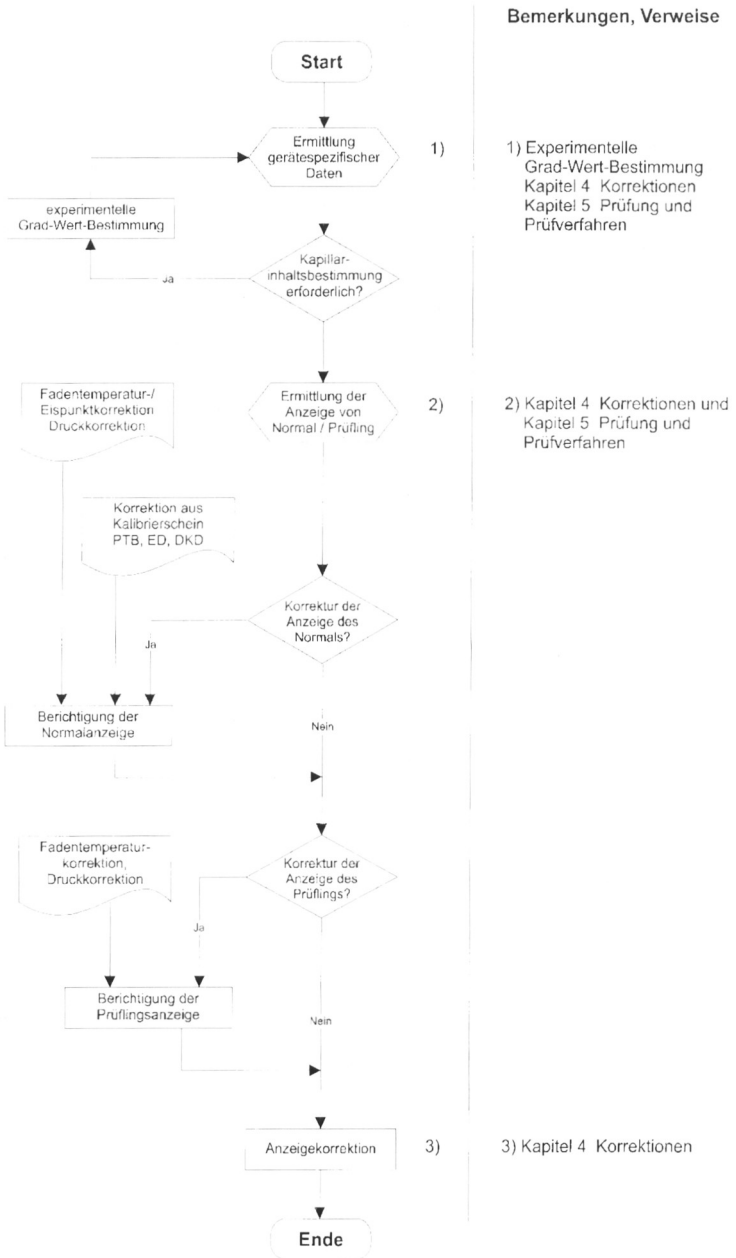
Das Vorgehen bei der Prüfung, Eichung oder Kalibrierung eines Flüssigkeits-Glasthermometers wird nachfolgend schematisch dargestellt.

### 5.1 Ablaufplan für den Gesamtauftrag



- Bemerkungen, Verweise**
- 1) 1) Kapitel 3: Prüfeinrichtungen und Prüfmittel
  - 2) 2) Erfassung der Meßgerätedaten, Protokolle
  - 3) 3) Kapitel 1.2.3 und 7.1: Anforderungen an Flüssigkeits-Glasthermometer
  - 4) 4) Kapitel 5.6.1: meßtechn. Stabilität von Thermometern
  - 5) 5) Kapitel 5: Prüfung und Prüfverfahren
  - 6) 6) Eichanweisung - Allgemeine Vorschriften - Nr. 15
  - 7) 7) Kapitel 9.1: Muster für Kalibrier-(Anhang) und Eichscheine
  - 8) 8) Eich- und Beglaubigungs-Kostenverordnung, sonst. Kostenregelungen

## 5.2 Ablaufplan für die meßtechnische Prüfung



## 5.3 Vorbereitung der Thermometer

### 5.3.1 Transport und Lagerung von Thermometern

Für den Versand von Flüssigkeits-Glastermometer ist ein mit Schaumstoff gepolsterter Behälter zu verwenden, der ein rutschsicheres Einlegen des Thermometers ermöglicht. Beim Transport in Flugzeugen ist dieser Behälter in Kunststoffolie einzuschweißen, um ein Auslaufen von Quecksilber zu verhindern. Der Behälter ist dann in eine stabile Kiste zu verpacken, wobei er allseits von mindestens 10 cm Schaumstoff o. ä. umgeben sein soll. Die Kiste ist mit Aufklebern zu versehen, mit denen auf den Inhalt hingewiesen wird. Das Anbringen von Schock-Indikatoren zur Feststellung von Schlag- oder Stoßbelastungen (z. B. ausgelegt für 25 g oder 50 g, mit  $g = \text{Erdbeschleunigung} = 9,81 \text{ m s}^{-2}$ ) fördert den sorgfältigen Umgang des Transporteurs mit der Kiste und dokumentiert den sachgemäßen Umgang.

Die Thermometer sind zur Verhütung von Fadentrennungen möglichst in senkrechter Lage aufzubewahren. Für diesen Zweck haben sich (Holz)-Gestelle bewährt, in denen die Thermometer in einer Höhe von etwa 2/3 ihrer Länge abgestützt werden. Die Thermometer stehen dabei auf der Grundplatte des Gestells in Bohrungen, die mit Weichgummi oder ähnlichem ausgekleidet sind. Thermometer mit benetzender thermometrischer Flüssigkeit oder mit einem Skalenendwert unterhalb von etwa 50 °C sind vor direkter Sonnenstrahlung zu schützen.

### 5.3.2 Eingangskontrolle und Beschaffenheitsprüfung

Flüssigkeits-Glastermometer sind sofort nach Empfang auf mechanische Beschädigungen zu überprüfen. Durch Sichtprüfung ist festzustellen, ob die in Abschnitt 1.2.3 aufgeführten Anforderungen eingehalten werden. Bei dieser allgemeinen Beschaffenheitsprüfung sind folgende Punkte zu prüfen:

#### Äußere Beschaffenheit, Umhüllungsrohr

- Feststellen der Glasart
- keine Transportschäden, Schränkrisse
- Umhüllungsrohr enthält weder Hg noch andere Fremdkörper

#### Skalierung, Skalenträger

- Breite des Teilstriches  $\leq 1/5$  des Teilstrichabstandes
- Teilstrichabstand  $\geq 0,4 \text{ mm}$

- Teilung nicht an Biegungen oder Querschnittsverengungen
- Teilung nicht bis zur Erstarrungstemperatur der thermometrischen Flüssigkeit
- Teilung nicht über die Verwendungstemperatur des Glases
- bei nicht ganz eintauchend zu kalibrierenden Thermometern muß die Fadenbezugstemperatur und die Eintauchtiefe angegeben sein
- Temperatureinheit (°C, K) aufgebracht
- Teilstriche senkrecht zur Achse
- Teilstrichbreite soll gleichmäßig sein
- keine Teilungsfehler

### **Kapillare, Erweiterungen**

- Meßkapillare glatt und ohne Einschlüsse
- Erweiterungen und Anschlußstellen gehen ohne Verengung in die Kapillare über
- Skalenträger liegt fest an der Kapillare an und kann sich trotzdem frei ausdehnen
- Skale leicht und zuverlässig ablesbar
- Kapillare nicht verdreht oder ungleichmäßig im Innendurchmesser
- keine Hg-Tröpfchen in der Expansionserweiterung/Kapillare

### **Thermometrische Flüssigkeit**

- bei benetzender Flüssigkeit: keine Entfärbung
- Quecksilber rein und trocken
- Flüssigkeits-Faden nicht unterbrochen
- keine Gasblasen (Gefäß, Kapillare) oder Fadentrennungen (ggf. beseitigen).

Besondere Aufmerksamkeit erfordert der Zustand der thermometrischen Flüssigkeit, die mit einer Lupe zu kontrollieren ist. Die Methoden, bei Fadentrennung die thermometrische Flüssigkeit zu vereinen und Gaseinschlüsse zu entfernen, sind in Tabelle 5.1 aufgeführt und in Abschnitt 7.2 ausführlich dargestellt. Sie sollten nur von erfahrenem Personal durchgeführt werden, wobei im Falle von Normalthermometern eine Absprache mit dem Auftraggeber empfohlen wird.



Tabelle 5.1: Maßnahmen bei Mängeln an der thermometrischen Flüssigkeit. Eine ausführlichere Beschreibung der Verfahren findet sich in Abschnitt 7.2

Mängel der thermometrischen Flüssigkeit	korrigierende Maßnahme
abgetrenntes Fadenstück, Flüssigkeit am oberen Ende der Expansionserweiterung	durch Abkühlen Flüssigkeit im Gefäß oder Erwärmen in der Expansionserweiterung vereinen
Gaseinschluß in Nähe der Fadenkuppe	durch Erwärmen Flüssigkeit in der Expansionserweiterung vereinen
Flüssigkeit in Expansionserweiterung	durch Erwärmen hineindestillieren in die Kapillare (nur bei Thermometern mit Schutzgasfüllung!)
Quecksilbertröpfchen an Kapillarwandung oder Expansionserweiterung	durch „auf den Kopf stellen“ und Schütteln Quecksilber in die Expansionserweiterung fließen lassen (nur bei Thermometern mit Vakuum in der Kapillare!)

Nach Anwendung dieser Verfahren sollten die Thermometer mindestens 2 Tage ruhen und dann die Thermometeranzeige kontrolliert werden, z. B. am Eispunkt. Vor der eigentlichen Prüfung werden die Prüflinge auf Langzeit-Stabilität geprüft (s. Abschnitt 5.6.1).

## 5.4 Einbau der Thermometer für die Prüfung

Beim Einbau von Flüssigkeits-Glasthermometern sind folgende grundsätzlichen Gesichtspunkte zu beachten:

- a) Der Wärmeaustausch zwischen dem Stoff (z. B. der Badflüssigkeit), dessen Temperatur gemessen werden soll, und dem Normal bzw. Prüfling muß so gut wie möglich sein.
- b) Der Wärmeübergang von Normal bzw. Prüfling nach außen bzw. von außen muß so klein wie möglich sein.
- c) Es ist darauf zu achten, daß das Thermometer keinen mechanischen Belastungen – insbesondere Stößen – ausgesetzt wird.
- d) Die Thermometer sind vor dem Einbau gründlich zu reinigen und mit demineralisiertem Wasser zu spülen.

### 5.4.1 Einbau bei unterschiedlichen Eintauchtiefen

Flüssigkeits-Glasthermometer sind vorzugsweise mit der Eintauchtiefe einzubauen, für die sie justiert worden sind (vgl. Abschnitt 1.2.2). Davon kann oder muß u. a. in folgenden Fällen abgewichen werden:

- a) Teilweise eintauchend justierte Thermometer mit einer vorgeschriebenen Eintauchtiefe von wenigen Zentimetern sind etwas tiefer einzutauchen, wenn bei der vorgeschriebenen Eintauchtiefe nicht sichergestellt ist, daß das Gefäß und ggf. eine unter der Eintauchlinie liegende Kontraktionserweiterung sich vollständig auf der zu messenden Temperatur befindet. Es ist darauf zu achten, daß sie sich auch innerhalb des Bades in der Zone mit definierter Temperatur befinden und nicht etwa in der Übergangszone mit zu großem Temperaturgradienten in der Nähe des Flüssigkeitsspiegels des Bades. Diese Überlegungen gelten auch für ganz eintauchend justierte Thermometer.

Bei direktem Einbau in einen Flüssigkeitsthermostaten wird empfohlen, das Thermometer bis mindestens 40 mm, beim Einbau in ein Schutzrohr bis mindestens 60 mm über das obere Gefäßende einzutauchen. Bei einem Thermometer mit einer Kontraktionserweiterung beginnt dieser Abstand an deren oberem Ende.

Teilweise eintauchend justierte Einschlußthermometer dürfen jedoch nur dann über die Eintauchmarke hinaus eingetaucht werden, wenn der Skalenträger sich bei der Erwärmung auf die zu messende Temperatur nicht verformt und Skalenteilung und Bezifferung nicht verblässen. Bei Thermometern mit einem Skalenträger aus Milchglas ist daher oberhalb von etwa 500 °C Vorsicht geboten (Expansions-erweiterung nicht erhitzen!).

- b) Teilweise eintauchend justierte Kalorimeterthermometer und Beckmanthermometer sollten ganz eintauchend geprüft werden, um den Einfluß der Umgebungstemperatur auszuschalten. In Zweifelsfällen ist eine Vergleichsmessung mit der vorgeschriebenen Eintauchtiefe vorzunehmen. Achtung: Wenn die Thermometerskala auf dem Sattel steht, muß die Längenausdehnung der Skale berücksichtigt werden! Deshalb darf bei relativ großen Abweichungen zwischen Bad- und Fadenbezugstemperatur das Thermometer nicht zu tief eingetaucht werden. Auch eine zu starke Erwärmung muß vermieden werden.
- c) Bei ganz eintauchend justierten Thermometern kann der Faden je nach der Höhe der Temperatur aus dem Thermostaten herausragen, wenn beim Eintauchen bis zur Fadenskuppe thermometrische Flüssigkeit abdestillieren würde. Dies gilt insbesondere für Quecksilberthermometer, deren Kapillaren oberhalb des Fadens evakuiert sind. Dieser Fadenteil ist zu korrigieren (s. Abschnitt 4.3).

## 5.4.2 Halterung

Für die Halterung der Thermometer im Thermostaten kommen vor allem folgende Verfahren in Frage:

- a) Die Thermometer werden zwischen Blattfedern oder in anderen geeigneten Halteinrichtungen befestigt.
- b) Die Thermometer werden je nach der Höhe der Temperatur z. B. mit Kork- oder Gummistopfen oder mit Metallbuchsen in die dafür vorgesehenen Öffnungen des Thermostaten eingesetzt. Bei Verwendung von Metallbuchsen wird das Thermometer in Höhe der Buchse mit einem längeren Mineralfaserstreifen von etwa 1 cm Breite umwickelt und mit diesem in die Metallbuchse hineingesteckt. Die Mineralfaserumwicklung ist so zu bemessen, daß das Thermometer sicher gehalten wird, sich aber mit geringem Kraftaufwand verschieben läßt. Achtung: Sicherheitsdatenblatt des Herstellers der Mineralfaser beachten!

## 5.4.3 Einbau für den Bereich niedriger Temperaturen

Thermometer mit benetzender thermometrischer Flüssigkeit sind so langsam abzukühlen, daß beim Zurückziehen des Fadens an der Kapillarwandung keine Flüssigkeit hängenbleibt. Die Thermometer sind daher möglichst schon vor der Abkühlung in den Thermostaten einzubauen. Muß ein Thermometer von Raumtemperatur aus direkt in ein Kältebad eingebaut werden, so ist zuerst das Thermometergefäß teilweise in die Flüssigkeit einzutauchen, damit die Kapillare möglichst lange warm bleibt und die thermometrische Flüssigkeit gut abläuft. Erst wenn das Gefäß die zu messende Temperatur annähernd angenommen hat, darf das Thermometer langsam und in kleineren Schritten weiter eingetaucht werden.

### **Einbau in flüssigem Stickstoff bzw. flüssige Luft (Sicherheitsdatenblatt beachten!):**

Die Flüssigkeits-Glasthermometer sind zuerst nur soweit durch den Kryostatendeckel zu stecken, daß sich ihre Gefäße noch etwa 7 cm über der Flüssigkeitsoberfläche befinden. Ändert sich die Thermometeranzeige nicht mehr wesentlich, so sind sie 1 cm tiefer hineinzuschieben, bis die Anzeige wieder annähernd konstant ist. Diese Schritte sind solange zu wiederholen, bis der Flüssigkeitsspiegel erreicht ist. Es sind dann nur die Thermometergefäße teilweise einzutauchen. Nach näherungsweise Anzeige der Badtemperatur sind die Thermometer langsam bis zur vorgeschriebenen Tiefe einzutauchen. Für den sachgemäßen Einbau ist ein Zeitaufwand von etwa einer Stunde

erforderlich. Beim Ausbau ist in umgekehrter Reihenfolge vorzugehen. Achtung: Im kalten Zustand ist die Gefahr von Glasbruch deutlich erhöht (Ausgasen der thermometrischen Flüssigkeit).

### **Einbau am Eispunkt:**

Vor dem Einsetzen des Thermometers ist mit einem geeigneten Glas- oder Kunststoffstab ein Freiraum für das Thermometer zu bohren. Auch teilweise eintauchende Thermometer sollten ganz eintauchend geprüft werden, damit die Reproduzierbarkeit am Eispunkt optimal genutzt werden kann.

### **5.4.4 Einbau für den Bereich hoher Temperaturen**

Bei Salzbädern sind die Thermometer insbesondere bei Temperaturen oberhalb von 300 °C nach Möglichkeit in Metallschutzrohre einzubauen, da sie bei direktem Eintauchen in die Salzschnmelze verhältnismäßig rasch matt würden. Die Schutzrohre verhüten außerdem, daß beim eventuellen Zerspringen des Thermometergefäßes ein Teil der heißen Salzschnmelze aus dem Badbehälter herausgeschleudert wird. Dies ist besonders wichtig bei Temperaturen oberhalb des Siedepunktes der thermometrischen Flüssigkeit (Siedepunkt von Hg: 357 °C). Der Einbau in Schutzrohre empfiehlt sich immer, wenn die thermometrische Flüssigkeit unter einem erhöhten Druck steht.

Bei Thermometern, die in Thermostaten mit einer Temperatur oberhalb von etwa 150 °C eingebaut werden müssen, ist der einzutauchende Thermometerteil vorsichtig auf nahezu die zu messende Temperatur vorzuwärmen. Falls die Erwärmung über einer Flamme erfolgt, sind die Thermometer zur Vermeidung von örtlichen Überhitzungen hin und her zu bewegen und um ihre Achse zu drehen. Danach sind sie langsam in den Thermostaten einzutauchen.

Thermometer, die bei höherer Temperatur aus dem Thermostaten genommen werden, sind so lange an zugfreier Luft zu halten, bis ihre Temperatur unter etwa 50 °C abgesunken ist. Dann können sie auf genügend temperaturfestem Dämmmaterial abgelegt werden, wobei das Gefäß frei über die Unterlage hinausragen sollte.

Flüssigkeits-Glasthermometer mit Schutzgasfüllung dürfen bei hohen Temperaturen i. allg. nur bis zur Fadenkuppe eingetaucht werden. Vor allem ist ein starkes Erwärmen der Expansionserweiterung zu vermeiden, da sonst der Druck der Schutzgasfüllung zu stark ansteigen und zu fehlerhafter Anzeige oder sogar Beschädigung des Gefäßes führen kann. Auch im heißen Zustand sind Stöße auf das Gefäß unbedingt zu vermeiden.

### **5.4.5 Einbau von Normalen und Prüflingen**

Die Prüflinge (außer Maximumthermometer) sind senkrecht in der Prüfapparatur zwischen den beiden Normalen anzuordnen. Die Gefäße aller Thermometer müssen sich auf derselben Temperatur befinden.

In Metallblocköfen, deren Temperatur stark von der Eintauchtiefe abhängt, sind Prüflinge und Normale daher möglichst mit derselben, nicht zu kleinen Eintauchtiefe einzubauen. Ragen die Thermometer infolgedessen mit verschieden langem Faden aus dem Thermostaten heraus, so sind mehrere Fadenthermometer zu verwenden.

### **5.4.6 Einbau von Faden- bzw. Hilfsthernometern zur Bestimmung der Fadentemperatur**

Allgemein sollen zur Messung der Fadentemperatur Fadenthermometer verwendet werden. Das untere Ende des Gefäßes des Fadenthermometers muß sich in der Badflüssigkeit im definierten Temperaturbereich genügend weit unterhalb des Flüssigkeitsspiegels befinden (d. h. mindestens 30 mm eintauchen), das obere Ende des Gefäßes des Fadenthermometers muß sich in der Höhe der Fadenkuppe des Prüflings befinden. Zur Messung der Fadentemperatur bei teilweise eintauchend justierten Thermometern kann unter Umständen eine andere Einbauweise vorteilhaft sein (s. Abschnitt 4.3.2).

Falls kein geeignetes Fadenthermometer vorhanden ist (z. B. beim Anwender), kann die Fadentemperatur mit Hilfsthernometern abgeschätzt werden. Bei der Verwendung von zwei Hilfsthernometern sind diese so zu plazieren, daß sich ihre Gefäße auf ein Drittel bzw. zwei Drittel der Höhe des herausragenden Fadens des Prüflings befinden. Die mittlere Temperatur des herausragenden Fadens des Prüflings ergibt sich als Mittelwert aus den beiden an den Hilfsthernometern abgelesenen Temperaturen und der Temperatur in der Meßzone des Thermostaten.

## **5.5 Ablesung der Thermometer**

Da der Wärmeaustausch zwischen Thermometer und Umgebung Zeit erfordert, tritt bei Flüssigkeits-Glasthermometern eine Verzögerung der Anzeige auf, die vor allem von der Konstruktion und dem Einbau des Thermometers sowie von der Art und ggf. der Strömungsgeschwindigkeit des zu messenden Stoffes abhängt. In einem gut gerührten Wasserbad beträgt die Einstelldauer von Quecksilberthermometern einige

(5 bis 20) Sekunden. Die Ablesung der Thermometer sollte frühestens erfolgen, nachdem das Thermometer das Zehnfache der Einstelldauer der Prüftemperatur ausgesetzt war. In der Praxis werden die Thermometer nach einigen Minuten erstmalig abgelesen und mit den Werten verglichen, die wenige Minuten später abgelesen werden. Sind diese Werte unter Berücksichtigung von Korrekturen gleich, befinden sich die Thermometer in einem temperaturstabilen Zustand. Gegebenenfalls wird diese Prozedur mehrfach wiederholt.

In ruhender Luft, also auch bei dem Einbau der Thermometer in Schutzrohre, muß man allerdings mit einer Einstelldauer von Minuten rechnen. Dabei ist zu beachten, daß der Faden eines Einschlußthermometers einen schlechteren Wärmekontakt zum Thermostaten besitzt als der eines Stabthermometers. Einzelheiten werden im Abschnitt 7.3 behandelt.

Flüssigkeits-Glasthermometer sind grundsätzlich bei konstanter oder leicht ansteigender Temperatur abzulesen. Als Ablesemarke dient die obere Begrenzung der thermometrischen Flüssigkeit, und zwar bei nicht benetzenden Flüssigkeiten die Oberkante, bei benetzenden Flüssigkeiten die Unterkante des Meniskus. Die Bezugslinie auf der Thermometerskala ist die Mitte der Teilstrichdicke. Dabei ist zu beachten, daß der Faden und die Thermometerskala räumlich nicht zusammenfallen, sondern hintereinander liegen. Das Auge des Beobachters muß daher die Fadenkuppe auf die Skale oder die Skale auf den Faden projizieren. Auge und Fadenkuppe sind in eine zur Achse der Meßkapillare senkrechte Ebene zu bringen.

Bei Einschlußthermometern sind die Ablesungen frei von Parallaxenfehlern, wenn bei dem ersten Teilstrich oberhalb der Fadenkuppe der durch die Kapillare hindurchgesehene Teilstrichabschnitt und die seitlich der Kapillare sichtbaren Enden des Teilstriches als gerade Linie erscheinen.

Bei Quecksilber-Stabthermometern werden Parallaxenfehler vermieden, wenn bei der Ablesung der oberste Teilstrich unterhalb der Fadenkuppe sich mit seinem vom Quecksilber reflektierten Bild deckt. Bei Stabthermometern, deren Rückseite weder mattiert noch emailliert ist, kann man auch, wenn man dabei die Blickrichtung nicht ändert, von vorn und von der Rückseite her durch die durchsichtige Kapillare ablesen und das Mittel der beiden Ablesungen verwenden.

Eine gute Beleuchtung (mit Kaltlichtquellen!) ist für einwandfreie Ablesungen unerläßlich. Zur Erleichterung des Ablesens ist möglichst eine aplanatische Lupe mit etwa vier- bis fünffacher Vergrößerung oder ein Ablesefernrohr mit etwa zehnfacher Vergrößerung zu verwenden. Der Einsatz einer Videokamera mit Monitor ist insbesondere bei Salzbadern hilfreich, erfordert aber eine stabile und leicht justierbare Halterung

der Kamera. Ein geübter Beobachter kann die Lage der Fadenkuppe auf etwa ein Zehntel der Skalenteilung schätzen. Unter Berücksichtigung von systematischen Ablesefehlern kann bei Mittelung über eine große Zahl von Ablesungen die Unsicherheit der Ablesung unter optimalen Bedingungen (z. B. Eispunkt) etwa ein Sechzehntel der Skalenteilung erreichen. Bei Präzisionsmessungen sollte das Thermometer in der Regel von zwei Personen abgelesen werden. Steht nur eine Person zur Verfügung, wird empfohlen, die Ablesungen zunächst auf ein Aufnahmegerät zu diktieren und erst später zu protokollieren. Mangels Erfahrung kann z. Z. noch nicht abgeschätzt werden, welche Unsicherheiten sich bei der Thermometerablesung mittels Videokamera und Bildauswertung erzielen lassen.

Beckmannthermometer, Kalorimeterthermometer und andere Thermometer mit sehr feiner Kapillare zeigen bei Temperaturänderungen einen „toten Gang“, der auf Kapillarkräfte zurückzuführen ist. Auch bei gleichmäßigen Temperaturänderungen steigt bzw. fällt der Quecksilberfaden verzögert und sprungweise. Zur möglichst weitgehenden Ausschaltung dieser Fehlerquelle ist bei allen Thermometern vor jeder Ablesung leicht gegen das Thermometer zu klopfen, wozu z. B. ein Stück Schlauch, besser jedoch ein speziell konstruiertes Schlagwerkzeug verwendet werden kann.

## **5.6 Meßtechnische Prüfung von Flüssigkeits-Glasthermometern**

### **5.6.1 Meßtechnische Stabilität von Thermometern**

Die Prüfung auf ausreichende Stabilität (Stabilitätsprüfung) ist im Hinblick auf die erforderliche Langzeit-Konstanz der Anzeige korrekturen sehr wichtig und bei allen Thermometern durchzuführen.

Die Thermometer, die bei hohen Temperaturen ( $> 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) eingesetzt werden, sind so in den Thermostaten einzubauen, daß auf jeden Fall das Gefäß und vorhandene Kontraktionserweiterungen auf den Skalenendwert erwärmt und mindestens 5 min auf dieser Temperatur gehalten werden. Dann werden sie in zugfreier Luft auf Zimmertemperatur abgekühlt, anschließend in ein Gefäß mit Eis eingesetzt und nach Temperaturangleichung abgelesen. Danach werden sie 24 Stunden lang auf die dem Skalenendwert entsprechende Temperatur erwärmt, nach dem oben beschriebenen Verfahren erneut abgekühlt und nochmals beim Eispunkt abgelesen.

Alternativ kann man die Thermometer auch beide Male in den abgeschalteten Thermostaten bis auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Wichtig ist aber, daß die Thermometer vor beiden Ablesungen auf dieselbe Weise abgekühlt werden.

Bei Thermometern ohne Skale am Eispunkt wird nach beiden Erwärmungen die Anzeigekorrektionen für den untersten Prüfpunkt ermittelt.

Thermometer, bei denen beide Ablesungen am Eispunkt (bzw. am untersten Prüfpunkt) um mehr als das 0,3fache des Skalenteilungswertes differieren, werden als nicht ausreichend stabil betrachtet und sind für eine Eichung oder Kalibrierung nicht geeignet.

### **5.6.2 Darstellung der Prüftemperaturen**

Für die meßtechnische Prüfung werden die Temperaturen i. allg. mit Thermostaten (Flüssigkeitsbädern oder Metallblocköfen), deren Temperatur mit Normalthermometern ermittelt wird, dargestellt. Fixpunktzellen werden für Messungen an Flüssigkeits-Glasthermometern nur selten verwendet (Ausnahme: Eispunkt). Die Prüfung in Thermostaten durch Vergleich mit Normalthermometern bietet den Vorteil, daß die Prüfung in dem betreffenden Temperaturbereich bei jeder beliebigen Temperatur vorgenommen werden kann.

Bei der Darstellung der Prüftemperaturen in Thermostaten soll die Temperatur ganz langsam mit konstantem Gang steigen. Der Temperaturanstieg sollte während des vollständigen Kalibriervorganges an einem Prüfpunkt nicht größer als 2 Skalenteile des Prüflings sein. Dies kann i. allg. erreicht werden, wenn ein Temperaturgang von  $0,01 \text{ } ^\circ\text{C min}^{-1}$  bis  $0,1 \text{ } ^\circ\text{C min}^{-1}$  (je nach Skalenteilungswert) nicht überschritten wird.

Erfahrungsgemäß können Thermometer nicht genau bei der vorgesehenen Temperatur geprüft werden. Um dennoch mit ausreichender Sicherheit auf den Sollwert umrechnen zu können, darf die Badtemperatur während des Vergleichs der Prüflinge mit den Normalthermometern höchstens um 3 Skalenteile von der Prüftemperatur abweichen. Eine Ausnahme bilden hier die teilweise eintauchend justierten Thermometer, die ganz eintauchend geprüft werden; deren Anzeige sollte jedoch um nicht mehr als 8 Skalenteile von dem vorgesehenen Prüfpunkt abweichen.

### **5.6.3 Anzahl, Auswahl und Reihenfolge der Prüfpunkte**

Die Thermometer sind über den Skalenbereich so zu prüfen, daß die Anzeigekorrektionen mit der gewünschten Sicherheit interpoliert werden können. Die Prüfpunkte sind möglichst gleichmäßig über die Skale zu verteilen, ihre Spanne soll mindestens 90 % der bezifferten Skale erreichen. In den meisten Fällen reicht es aus, wenn der Abstand benachbarter Prüfpunkte 100 Skalenteile beträgt.



Die Bestimmung der Anzeige­korrek­tionen beginnt bei Thermometern, deren Anzeige­bereich den Eis­punkt enthält, mit der Prüfung am Eis­punkt. Bei Thermometern, deren Anzeige­bereich den Eis­punkt nicht enthält, ist an dem zum Eis­punkt nächst­liegenden Prüf­punkt zu beginnen. Es wird empfohlen, die Reihen­folge der Prüf­punkte in Rich­tung steigernder Temperatur fest­zulegen.

Nach der Prüfung bei der höchsten Temperatur ist die Prüfung beim ersten Punkt zu wiederholen. Thermometer, deren Skalen­endwert nicht oberhalb 110 °C ist, sind vor der Wieder­holungs­prüfung mindestens einen Tag bei Raumtemperatur zu lagern.

#### **5.6.4 Bestimmung der Anzeige­korrek­tionen**

Bei hohen Anforderungen an die Meß­genauigkeit ist folgendes zu beachten:

- a) Thermometer sollen vor der meß­technischen Prüfung mindestens drei Tage bei Raumtemperatur lagern.
- b) Thermometer sind kurz vor der meß­technischen Prüfung mindestens 5 min auf den Skalen­endwert zu erwärmen und dann an zug­freier Luft ab­zukühlen.
- c) Thermometer, deren Skalen­endwert oberhalb von 110 °C liegt, sind vor der Bestimmung der Anzeige­korrek­tionen auf ausreichende Stabilisierung zu prüfen.

Um eine ausreichend kleine Meß­unsicherheit zu gewährleisten, müssen bei der Prüfung jeweils zwei Pt-Wider­standsthermometer als Normalthermometer verwendet werden. Ersatzweise können auch Flüssig­keits-Glasthermometer als Normalthermometer eingesetzt werden, wenn deren Skalen­teilungs­wert kleiner ist als der Skalen­teilungs­wert der Prüflinge.

Die Prüflinge (in der Regel nicht mehr als fünf) werden in den Thermostaten zwischen den beiden Normalthermometern angeordnet. Sie sind möglichst mit dem temperaturempfindlichen Teil (mittlere Gefäß­höhe) in die gleiche Höhe zu bringen. Bei der Prüfung von Thermometern mit weit herausragendem Faden sind entsprechend viele Fadenthermometer zu verwenden.

Wenn ein in Bezug auf die angestrebte Meß­unsicherheit hinreichend gleichmäßiger Temperaturgang mindestens 5 min bestanden hat, werden die Messungen nach folgendem Schema vorgenommen, wobei der Einsatz von zwei Personen empfohlen wird. Die Meß­wert­aufnahme sollte gemäß dem in Tabelle 5.2 vorgegebenen Schema erfolgen.

Tab. 5.2: Reihenfolge der Meßwertaufnahme bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern

Meßreihe	Ableser	Normal	Prüflinge	Normal	Ableser
1	A	$N_1$	$P_1 P_2 \text{ bis } P_n$	$N_2$	A
2	A	$N_2$	$P_n \text{ bis } P_2 P_1$	$N_1$	A
3	B	$N_2$	$P_n \text{ bis } P_2 P_1$	$N_1$	B
4	B	$N_1$	$P_1 P_2 \text{ bis } P_n$	$N_2$	B

Die Ablesungen sind auf ein Zehntel des Skalenteilungswertes zu schätzen und zu protokollieren. Durch die angegebene Anordnung der Ablesungen erhält man jeweils vier Ablesungen und der Einfluß des Temperaturganges der Prüfapparatur wird minimiert, wenn die Ablesungen in gleichen Abständen zügig aufeinander folgen.

Unmittelbar nach den Ablesungen ist zu kontrollieren, ob die Differenzen zwischen der ersten und der vierten Ablesung bei den jeweiligen Thermometern annähernd denselben Wert haben. Unterscheiden sich die Differenzen um mehr als 0,25 Skalenteile des Prüflings, so ist der Vergleich zu wiederholen. Ergibt die Wiederholung eine befriedigende Übereinstimmung der Differenzen, so ist nur diese letzte Messung für die Prüfung auszuwerten. Andernfalls sind die Ursachen, z. B. der Temperaturgang des Thermostaten oder die Beschaffenheit, der Thermometer festzustellen.

Ist der Prüfling Ursache für zu große Differenzen, bewirkt das eine Vergrößerung der Meßunsicherheit. Ist der Thermostat Ursache für die großen Differenzen, sollte er vor einer weiteren Verwendung überprüft und ggf. repariert werden.

Falls Flüssigkeits-Glasthermometer als Normalthermometer eingesetzt werden, so sind deren Eispunktkorrekturen  $K_0$  mindestens nach dem ersten Prüfpunkt und dem letzten Prüfpunkt zu bestimmen. Die Eispunktkorrekturen der Normalthermometer für die übrigen Prüfpunkte können i. allg. durch lineare Interpolation ermittelt werden, bei hohen Anforderungen an die Meßgenauigkeit sind sie jedoch an weiteren Prüfpunkten neu zu bestimmen. Werden Normalthermometer an einem Tag nacheinander für mehrere Vergleiche bei derselben Temperatur benutzt, ohne daß sie zwischendurch einer anderen Temperatur ausgesetzt werden, so können die unmittelbar nach dem ersten Vergleich bestimmten Eispunktkorrekturen auch für die weiteren Vergleiche bei derselben Temperatur verwendet werden.

Nachdem die meßtechnischen Prüfungen an allen Prüfpunkten bis zur höchsten Prüftemperatur durchgeführt worden sind, ist die Eispunktkorrektur oder die Korrektur des dem Eispunkt nächstgelegenen Prüfpunktes erneut zu bestimmen.

### 5.6.5 Wiederholungsmessungen

Unterscheiden sich bei einer Messung die mit den Normalthermometern erhaltenen Temperaturwerte  $t_{N1}$  und  $t_{N2}$  um mehr als 50 % der angestrebten Meßunsicherheit für die Prüflinge oder bestehen sonst irgendwelche Zweifel an der Zuverlässigkeit einer Messung, so ist diese zweimal zu wiederholen. Unter angestrebter Meßunsicherheit wird hier und im folgenden die später im Kalibrierschein anzugebende erweiterte Meßunsicherheit ( $k = 2$ ) verstanden. Wenn bei beiden Wiederholungsmessungen die Differenzen zwischen  $t_{N1}$  und  $t_{N2}$  50 % der angestrebten Meßunsicherheit nicht überschreiten, werden die beiden Wiederholungsmessungen unter Verwerfen der ersten Messung der weiteren Auswertung zugrunde gelegt und für die Prüflinge die Anzeigekorrekturen ausgerechnet.

Wenn die bei der ersten bzw. zweiten Wiederholungsmessung erhaltenen Anzeigekorrekturen  $K'$  bzw.  $K''$  der Prüflinge um nicht mehr als 50 % der angestrebten Meßunsicherheit für die Prüflinge angegebene Meßunsicherheit voneinander abweichen, gilt der Mittelwert  $(K' + K'')/2$  als Meßergebnis.

Ist die Differenz  $t_{N2} - t_{N1}$  mindestens bei einer Wiederholungsmessung größer als 50 % der angestrebten Meßunsicherheit, so sind die Normalthermometer nachzuprüfen und festgestellte Mängel nach Möglichkeit zu beseitigen. Handelt es sich bei den Normalthermometern um Flüssigkeits-Glasthermometer, so sind bei ihnen Kapillare und thermometrische Flüssigkeit insbesondere auf Gasblasen, Feuchtigkeitsspuren, Faden-trennungen und Destillate von Flüssigkeit zu kontrollieren. Bei Thermometern mit benetzender thermometrischer Flüssigkeit ist ferner nachzuprüfen, ob Flüssigkeits-spuren an der Kapillarwandung hängengeblieben sind und dadurch die Thermometer-anzeige verfälschen. Außerdem sind die Eispunktkorrekturen der Normalthermometer neu zu bestimmen. Wird auch dann keine bessere Übereinstimmung gefunden, sind die Normalthermometer mit Kontroll-Normalthermometern zu vergleichen und ggf. andere Normalthermometer zu verwenden. Bei Widerstandsthermometern als Normalthermometer ist die Stabilität am Wassertripelpunkt oder Eispunkt zu überprüfen.

Ist bei den Wiederholungsmessungen die Differenz  $(K'' - K')$  der Anzeigekorrekturen eines Prüflings größer als 50 % der angestrebten Meßunsicherheit, so ist je nach den

besonderen Umständen der Prüfling zurückzuweisen oder die Prüfung, soweit erforderlich, zu wiederholen. Die Bestimmung der Meßunsicherheit bedarf in diesem Fall besonderer Sorgfalt.

## 5.7 Meßtechnische Prüfung von Spezialthermometern

Für die Prüfung der in diesem Abschnitt behandelten Spezialthermometer gelten grundsätzlich die Richtlinien von Abschnitt 3.1 bis 5.6. Aus der Bauart der Thermometer ergeben sich u. U. zusätzliche Anforderungen an das Prüfverfahren, die nachstehend beschrieben sind.

### 5.7.1 Stock- und Winkelthermometer

Bei der Prüfung von teilweise eintauchend justierten Stock- und Winkelthermometern ist die Fadenkorrektion nach den Formeln von Abschnitt 4.2.2 zu bestimmen, wobei die Fadenkorrekturen von Abschnitten unterschiedlicher Kapillardurchmesser und unterschiedlicher Fadenbezugstemperaturen getrennt berechnet und summiert werden müssen.

Wenn sich die Fadenskuppe durch Abkühlen des Thermometers nicht unter die Stelle  $s_v$  bringen läßt, an der die Meßkapillare in die Verbindungskapillare übergeht, kann die Empfindlichkeit  $E_2$  nach folgender indirekten Methode, die jedoch mit einer größeren Meßunsicherheit verbunden ist, bestimmt werden:

Das Thermometer wird in einem Flüssigkeitsbad bei einer möglichst hohen Temperatur  $t$  mit zwei möglichst weit auseinander liegenden Eintauchtiefen geprüft (Bild 5.3). Bei der ersten Messung (kleinere Eintauchtiefe) taucht das Thermometer bis zur Stelle  $s_A$ , bei der zweiten Messung (größere Eintauchtiefe) bis zur Stelle  $s_B$  ein.  $s_A$  und  $s_B$  müssen unterhalb  $s_v$  liegen und die Verbindungskapillare muß zwischen  $s_v$  und  $s_A$  überall denselben inneren Querschnitt besitzen.

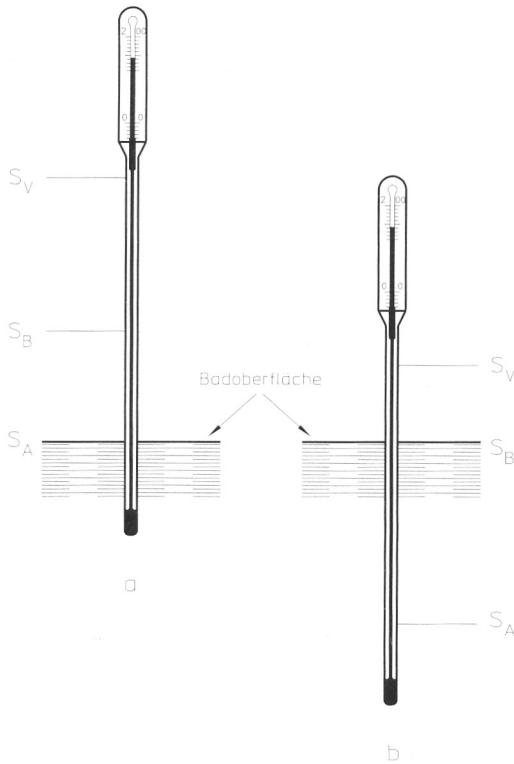


Bild 5.3: Einbau des Thermometers bei der Bestimmung der Empfindlichkeit  $E_2$  nach Formel 5.1

a) erste Messung

b) zweite Messung

Wenn das Thermometer bis  $s_B$  eintaucht, befindet sich der Fadenabschnitt  $s_A s_B$  auf der Badtemperatur  $t$ . Wenn das Thermometer nur bis  $s_A$  eintaucht, ragt der Fadenabschnitt  $s_A s_B$  aus dem Bad heraus und hat eine der Temperatur  $t$  abweichende mittlere Faden-temperatur  $t_F$ , die gemessen werden muß.

Bei beiden Eintauchtiefen werden nach der Beziehung

**Meßabweichung  $e = \text{Thermometeranzeige } a - \text{Temperatur } t \text{ des Flüssigkeitsbades}$**

die Meßabweichungen  $e_A$  bzw.  $e_B$  bestimmt, die sich infolge der verschiedenen Längen des herausragenden Fadens unterscheiden. Vorausgesetzt, daß sich während der

Messungen die Temperaturverteilung über dem Thermostaten nicht wesentlich ändert, kann man für die Differenz der Meßabweichungen näherungsweise die Beziehung

$$e_B - e_A = (|s_B - s_A|/E_2) \gamma (t - t_F) \quad (5.1)$$

aufstellen, woraus sich  $E_2$  ergibt.

$\gamma$  ist der relative Ausdehnungskoeffizient (Thermometerglas, thermische Flüssigkeit) für die Temperatur  $(t + t_F)/2$ .

### 5.7.2 Siedethermometer

Bei Siedethermometern, deren Kapillare oberhalb des Fadens evakuiert ist, destilliert leicht etwas Quecksilber ab. Während der meßtechnischen Prüfung von Siedethermometern ist daher deren Kapillare oberhalb der Fadenkuppe besonders sorgfältig mit einer Lupe auf Quecksilberniederschläge zu untersuchen. Diese sind wieder mit dem Faden zu vereinigen.

Tabelle 5.3: Druckabhängigkeit der Siedetemperatur von Wasser

Druck $p$ hPa	Siedetemperatur $t$ °C	$\Delta p/\Delta t$ hPa/°C
800	93,485	29,7
810	93,820	30,0
820	94,151	30,3
830	94,479	30,6
840	94,804	31,0
850	95,125	31,3
860	95,443	31,6
870	95,758	31,8
880	96,071	32,2
890	96,380	32,5

Druck $p$ hPa	Siedetemperatur $t$ ° C	$\Delta p/\Delta t$ hPa/°C
900	96,687	32,8
910	96,990	33,1
920	97,291	33,4
930	97,589	33,7
940	97,885	34,0
950	98,178	34,3
960	98,468	34,6
970	98,756	34,8
980	99,042	35,1
990	99,325	35,4
1000	99,606	35,8
1010	99,884	36,1
1020	100,160	36,4
1030	100,434	36,6
1040	100,706	37,0
1050	100,975	37,3

Die Siedetemperatur ist als Funktion des Luftdruckes in Tabelle 5.3 angegeben. Wenn die gemessene Temperatur  $t$  nicht genau mit einem der Tabellenwerte zusammenfällt, kann der der Temperatur  $t$  entsprechende Druck  $p$  nach der Formel

$$p = p_0 + \frac{\Delta p}{\Delta t} (t - t_0) \quad (5.2)$$

interpoliert werden.

Für  $t_0$  ist der Tabellenwert der Siedetemperatur einzusetzen, der am nächsten bei der mit den Normalthermometern gemessenen Temperatur liegt.  $p_0$  ist der Druck, dem die Siedetemperatur des Wassers  $t_0$  in der Tabelle entspricht.

### 5.7.3 Extremthermometer

#### 5.7.3.1 Maximum-Thermometer mit Abreißeinrichtung

Bei der Prüfung von Maximum-Thermometern mit Abreißvorrichtung ist sehr sorgfältig darauf zu achten, daß die Temperatur, bei der die Prüflinge mit den Normalthermometern verglichen werden sollen, während des Einstellens nicht überschritten wird.

Das einwandfreie Arbeiten der Abreißeinrichtung ist in einem Prüfbad bei der höchsten Prüftemperatur wie folgt zu untersuchen: Unter Benutzung eines Normalthermometers wird das Prüfbad so eingestellt, daß seine Temperatur zuerst ganz langsam ansteigt und dann wieder um etwa den doppelten Skalenteilungswert abfällt. Durch abwechselndes Ablesen des Normalthermometers und des Maximum-Thermometers werden das Maximum der Temperatur am Normalthermometer und die diesem entsprechende Anzeige ( $A_1$ ) des Maximum-Thermometers (vor dem Abreißen des Fadens!) ermittelt. Nach einem Abfall der Badtemperatur um etwa den doppelten Skalenteilungswert wird das Maximum-Thermometer nochmals im Bad abgelesen (Anzeige  $A_2$ ). Anschließend wird die Differenz ( $A_1$  bis  $A_2$ ) mit dem Betrag der Fehlergrenze verglichen.

Der abgetrennte Faden muß sich, erforderlichenfalls nach entsprechender Abkühlung des Thermometers, aus jedem Stand innerhalb des Anzeigebereiches durch leichtes Schleudern aus dem Handgelenk unter den untersten Teilstrich bringen lassen.

#### 5.7.3.2 Minimum-Thermometer mit Schleppmarke

Die Minimumeinrichtung wird in einem geeigneten Bad auf folgende Weise geprüft: Nachdem die Schleppmarke durch Neigen des Thermometers bis zur Fadenkuppe gebracht worden ist, wird das Thermometer waagrecht in dem Thermostaten befestigt, wobei Erschütterungen zu vermeiden sind. Anschließend wird die Badtemperatur um einige Grad erniedrigt, mehrere Minuten konstant gehalten und dann wieder um einige Grad erhöht. Während des Minimums der Badtemperatur und nach der Wiedererwärmung wird der Stand der Schleppmarke abgelesen. Außerdem wird kontrolliert, ob die Schleppmarke so ausgeführt ist, daß sie sich zuverlässig ablesen läßt.

Die Minimumeinrichtung arbeitet dann einwandfrei, wenn sich der Stand der Schleppmarke beim Erwärmen des Thermometers um weniger als den Betrag der Fehlergrenze für die Thermometeranzeige ändert.



### 5.7.3.3 Maximum-Minimum-Thermometer mit metallischer Schlepplmarke

Diese Thermometerart gehört zu den vollständig eintauchend justierten Thermometern. Nachdem die Schlepplmarken mittels Magnet zur Fadenkuppe gebracht worden sind, wird das Thermometer in dem Prüfbad befestigt. Anschließend werden die Anzeigen von Normal und Prüfing, wie in Abschnitt 5.6.4 beschrieben, protokolliert. Nach der Prüfung am höchsten bzw. tiefsten Prüfpunkt wird die Badtemperatur um einige Grad erniedrigt bzw. erhöht (abhängig ob Maximum- oder Minimumseite) und dann wieder die Anzeigen der Schlepplmarken protokolliert, wobei Erschütterungen zu vermeiden sind. Die Maximum- bzw. Minimeinrichtung arbeitet dann einwandfrei, wenn sich der Stand der Schlepplmarken beim Abkühlen bzw. Erwärmen des Thermometers um weniger als den Betrag der Fehlergrenze für die Thermometeranzeige ändert.

Außerdem wird kontrolliert, ob die Schlepplmarke so ausgeführt ist, daß sie sich zuverlässig ablesen läßt.

### 5.7.4 Beckmannthermometer

Beim Einstellen eines Beckmannthermometers wird die Menge des für die Temperaturmessung wirksamen Quecksilbers nach dem im Abschnitt 5.7.4.1 angegebenen Verfahren so lange geändert, bis die Fadenkuppe am Nullstrich der Hauptskala oder in dessen Nähe steht, wenn sich das Thermometergefäß auf der Einstelltemperatur befindet. Als Faden des Beckmannthermometers gilt nur das in der Kapillare befindliche nicht abgetrennte Quecksilber.

Die in Abschnitt 4.1 gegebene Definition der Anzeigekorrektur ist für Beckmannthermometer ungeeignet, da diese Thermometer innerhalb ihres Verwendungsbereiches beliebig eingestellt werden können und die Anzeigekorrekturen daher beliebige Werte annehmen würden. Der Begriff Anzeigekorrektur ist für Beckmannthermometer auf folgende Weise definiert.

- a) Die Anzeigekorrektur für die Skalenstelle 0 Grad ist gleich Null.
- b) Für die Anzeigekorrektur  $K$  der übrigen Skalenstellen gilt

$$K = (t - t_c) - A. \tag{5.3}$$

Dabei ist  $t$  die der Anzeige  $A$  entsprechende Temperatur und  $t_c$  die Einstelltemperatur. Ebenso wie bei Thermometern mit festem Meßbereich gilt die Anzeigekorrektur für die Benutzung der Thermometer in senkrechter Stellung bei dem Außendruck 1013,25 hPa.

Da beim Einstellen des Beckmannthermometers die Menge des für die Temperaturmessung wirksamen Quecksilbers verändert wird, hängen die Zahlenwerte der Anzeige­korrektur von der Einstelltemperatur ab. Bei sehr genauen Messungen ist es zweckmäßig, die Anzeige­korrektur für die in Frage kommenden Einstelltemperaturen zu bestimmen. Im allgemeinen reicht es aber aus, die Anzeige­korrekturen bei der Einstelltemperatur 20 °C zu messen und aus ihnen die Anzeige­korrekturen für die benötigten Einstelltemperaturen zu berechnen.

Mit steigender Einstelltemperatur nimmt die im Beckmannthermometer für die Messung zur Verfügung stehende Quecksilbermenge und damit auch die Empfindlichkeit des Thermometers ab. Die einem Grad der Thermometerskala entsprechende Temperaturdifferenz nimmt daher bei Erhöhung der Einstelltemperatur zu. Diesem Verhalten wird durch Einführung eines von der Einstelltemperatur abhängigen Einstellfaktors Rechnung getragen, dem man für die Einstelltemperatur 20 °C den Wert 1 gibt.

#### **5.7.4.1 Einstellen von Beckmannthermometern**

Vor dem Einstellen ist zu prüfen, ob sich noch Gasreste in dem nicht abgetrennten Quecksilber befinden. Hierzu wird von diesem so viel abgetrennt, daß die Einstelltemperatur etwa gleich der Raumtemperatur ist. Dann wird das Gefäß mit der Hand so weit angewärmt, daß der Faden etwa das unterste Drittel der Meßkapillare ausfüllt. In diesem Zustand wird das Thermometer erschütterungsfrei auf den Kopf gestellt. Bleibt in dieser Lage das nicht abgetrennte Quecksilber vereinigt, befinden sich in ihm keine Gasreste. Läuft jedoch ein Teil des Quecksilbers in das Hilfsgefäß, sind die Gasreste über den Faden zu bringen.

Wenn die Quecksilberfüllung gasfrei ist, wird das abgetrennte Quecksilber mit dem übrigen Quecksilber vereinigt. Zu diesem Zweck wird durch Drehen oder Schleudern des Thermometers das abgetrennte Quecksilber im Hilfsgefäß vor die Trennstelle gebracht. Wenn bei Thermometern mit der einfachen Einstelleinrichtung dabei der Faden nicht bis zur Trennstelle reicht, wird das auf den Kopf gestellte Thermometer so stark erschüttert, daß Quecksilber aus dem Gefäß in das Hilfsgefäß fließt und sich mit dem dort befindlichen Quecksilber vereinigt. Das Thermometer wird dann so vorsichtig aufgerichtet, daß das Quecksilber beim Zurückfließen aus dem Hilfsgefäß nicht abreißt und seine gesamte Menge schließlich zusammenhängt. Erforderlichenfalls ist dieses Verfahren zu wiederholen. Das Gefäß wird dann so lange erwärmt oder abgekühlt, bis die Quecksilberkuppe an der Stelle der Einstellskala steht, die der gewählten Einstelltemperatur entspricht.

Anschließend wird das überschüssige Quecksilber abgetrennt. Thermometer mit der einfachen Einstellrichtung nach Bild 2.14 (b) hält man zu diesem Zweck aufrecht in einer Hand und klopft mit dem Thermometerkopf je nach Bedarf einmal oder mehrere Male gegen die andere Hand, bis das gesamte überschüssige Quecksilber abgefallen ist. Dabei soll zur Vermeidung von Beschädigungen die Kapillare, in Klopfrichtung gesehen, auf dem Skalenträger aufliegen. Bei Thermometern mit Tropfeinrichtung nach Bild 2.14 (a) trennt man das überschüssige Quecksilber durch eine nach unten gerichtete Schleuderbewegung ab und bringt es beim Aufrichten des Thermometers durch eine Drehbewegung in das Hilfsgefäß.

Die Thermometereinstellung wird in einem auf die Einstelltemperatur eingestellten Flüssigkeitsbad kontrolliert. Steht dabei der Faden zu hoch, so ist durch Erwärmen des Thermometergefäßes das überschüssige Quecksilber aus der Kapillare in das Hilfsgefäß zu treiben und, wie oben beschrieben, abzutrennen. Dies ist bei Thermometern mit Tropfeinrichtung einfach, da man die der abzutrennenden Quecksilbermenge entsprechende Tropfenzahl mit Hilfe der im allgemeinen auf dem Thermometer angegebenen Tropfengröße leicht ermitteln kann. Deshalb sollte vor dem Abtrennen die Quecksilberkuppe an der Einstellskala auf eine Temperatur eingestellt werden, die genügend weit unter der Einstelltemperatur liegt. Steht dagegen der Faden zu tief, so wird das Einstellen wiederholt.

Das Einstellen eines Beckmannthermometers ist verhältnismäßig einfach, wenn man weiß, um wieviel Grad man das Thermometergefäß erwärmen muß, um die Fadenskuppe von dem Nullstrich der Hauptskala bis zur Trennstelle ansteigen zu lassen. Diese Temperaturdifferenz  $\Delta t$  erhält man hinreichend genau z. B. dadurch, daß man bei einer beliebigen bekannten Temperatur  $t$  des Thermometergefäßes das überschüssige Quecksilber abtrennt und anschließend die Einstelltemperatur  $t_c$  durch eine Messung ermittelt. Es ist dann  $\Delta t = (t - t_c)$ . Wenn das Thermometer auf die Einstelltemperatur  $t_c$  eingestellt werden soll, hat man das Thermometergefäß auf die Temperatur  $t_c + \Delta t$  zu bringen und dann das überschüssige Quecksilber abzutrennen.

#### 5.7.4.2 Bestimmung der Anzeigekorrekturen

Die Prüflinge werden in der Regel bei den Skalenstellen  $0, 1, 2$  bis  $n$  Grad geprüft, wobei die Skalenstelle  $n$  Grad der Teilstrich für den obersten ganzen Grad der Hauptskala ist. Die Ablesungen sollen jeweils höchstens  $\pm 0,05$  °C von den angegebenen Prüfpunkten abweichen. Die Einstelltemperatur ist ebenfalls auf  $\pm 0,05$  °C einzuhalten.

Für die folgenden Ausführungen wird die Anzeige der Prüflinge bei den angegebenen Prüfpunkten mit  $a_0, a_1, a_2, \dots, a_n$  und die mit den Normalthermometern bei diesen Prüfpunkten gemessene Temperatur mit  $t_0, t_1, t_2, \dots, t_n$  bezeichnet. Aus diesen Werten ergibt sich die Anzeigekorrektur für die verschiedenen Prüfpunkte zu

$$K_v = (t_v - t_0) - (a_v - a_0) \quad (5.4)$$

mit  $v = 1, 2 \text{ bis } n$ .

Die Anzeigekorrektur für Einstelltemperaturen, die von  $20^\circ\text{C}$  abweichen, kann näherungsweise nach der Formel

$$K_v(t) = K_v(20) + v(C - 1) \quad (5.5)$$

mit  $v = 1, 2 \text{ bis } n$  berechnet werden. Dabei ist

- $K_v(t)$  Anzeigekorrektur für die Skalenstelle  $v$  Grad bei der Einstelltemperatur  $t$
- $K_v(20)$  Anzeigekorrektur für die Skalenstelle  $v$  Grad bei der Einstelltemperatur  $20^\circ\text{C}$
- $C$  Einstellfaktor, der von der Einstell- und Fadentemperatur abhängt und für die Einstelltemperatur  $20^\circ\text{C}$  den Wert 1 hat.

### 5.7.5 Umkippthermometer

Die Thermometer müssen sowohl auf Richtigkeit der Thermometeranzeige als auch auf Druckbeständigkeit bzw. Druckeinfluß geprüft werden.

#### 5.7.5.1 Thermometrische Korrekturen und Überprüfung der Abreißeinrichtung

In Abhängigkeit vom Skalenteilungswert werden die Messungen an den in Tabelle 5.4 aufgeführten Prüfpunkten vorgenommen. Ergibt sich nach dieser Tabelle ein Abstand des obersten Prüfpunktes vom Skalende, der größer ist als das 0,5fache des vorgeschriebenen Prüfpunktabstandes, so ist der letzte Vollgradstrich zusätzlicher Prüfpunkt.

Tabelle 5.4: Prüfpunkte in Abhängigkeit vom Skalenteilungswert bei Umkippthermometern

Skalenteilungswert °C	Prüfpunkte °C
0,2	0 und die ganzzahligen Vielfachen von + 10
0,1	0 und die ganzzahligen Vielfachen von + 5
0,05	0 und die ganzzahligen Vielfachen von + 2
0,02	0 und die ganzzahligen Vielfachen von + 1

Für die Messung am Eispunkt werden die Umkippthermometer in einem drehbaren Isoliergefäß vollkommen in ein Eis-Wassergemisch eingebettet. Hierbei muß das Quecksilber aus der Erweiterung herausgelaufen sein und sich ein zusammenhängender Faden vom Gefäß bis zum Meniskus ausgebildet haben. Nach Ablauf von mindestens 0,5 h für nicht druckgeschützte, bzw. 1 h für druckgeschützte Tiefsee-Umkippthermometer, wird das Isoliergefäß um 180° gekippt, so daß sich das Thermometer jetzt in seiner Ablesestellung befindet. Für die Ablesung muß das Thermometer aus dem Isoliergefäß entnommen und wieder auf den Eispunkt abgekühlt werden.

Im gleichen Arbeitsgang erfolgen die Eispunktablesungen an den Hilfsthermometern.

An den übrigen Prüfpunkten werden die Messungen in einem Wasserbad vorgenommen, in dessen Mitte sich eine um 180° drehbare Einspannvorrichtung für die Umkippthermometer befindet. Die Prüflinge werden je viermal in die Meß- und Ablesestellung gebracht, wobei von zwei Beobachtern jeweils zwei Messungen vorgenommen werden. (Meßstellung: Das Thermometer steht aufrecht mit dem Gefäß nach unten/Ablesestellung: Das Thermometer steht aufrecht mit dem Gefäß nach oben). Beim Umkippen des Thermometers in die Meß- bzw. Ablesestellung wird die Funktionssicherheit des Thermometers, insbesondere die der Abreißvorrichtung, kontrolliert. Beim Kippen in die Meßstellung muß sämtliches Quecksilber aus der Erweiterung laufen und einen zusammenhängenden Faden vom Gefäß bis zum Meniskus bilden. Beim Umkippen in die Ablesestellung muß sich das Quecksilber an der Abreißvorrichtung trennen.

### 5.7.5.2 Kontrolle des Volumens der Erweiterung

Für die Prüfung des vom Hersteller aufgebrauchten Wertes der Volumenkonstante  $Vol$  werden die Thermometer auf den Eispunkt abgekühlt und umgekippt, anschließend vorsichtig aus dem Eis gezogen und so in ein Wasserbad von ca. 40 °C eingebaut, daß sie bei der nachfolgenden Messung ganz eintauchend abgelesen werden können. Ist die Skalenendtemperatur kleiner als 40 °C, ist bei der Skalenendtemperatur zu prüfen. Nachdem die Tiefsee-Umkippthermometer diese Temperatur angenommen haben (bei den druckgeschützten Thermometern sind dazu mindestens 20 min erforderlich) wird die Anzeige der Prüflinge und der Normalthermometer abgelesen.

Die Formel für die Errechnung der Volumenkonstante  $Vol$  aus den gemessenen Werten leitet sich aus der allgemeinen Beziehung für die Volumenausdehnung von Flüssigkeiten her. Bei dieser Ableitung soll berücksichtigt werden, daß der Meniskus des am Eispunkt abgerissenen Quecksilbers nicht genau am 0 °C-Strich steht, sondern die Anzeige  $A_0$ , vorhanden ist.

Somit gilt

$$Vol + A = (Vol + A_0) (1 + \gamma t) \quad (5.10)$$

$A_0$  Anzeige am Eispunkt

$A$  Anzeige im Wasserbad

$t$  Badtemperatur

Daraus ergibt sich  $Vol$  zu

$$Vol = [(A - A_0)/(\gamma t)] - A_0. \quad (5.11)$$

Für  $\gamma$  sind die Werte aus Tabelle 4.3 zu verwenden.

In der Praxis wird der Term  $A_0$  vernachlässigt, da auch bei dem größten nach der Eichordnung noch zulässigen Eispunktfehler der dadurch bedingte Fehler von  $Vol$  in der Größenordnung von  $1 \cdot 10^{-3}$  liegt.

### 5.7.5.3 Thermometrische Prüfung der Hilfsthermometer

Die Prüfung der Hilfsthermometer (Stabthermometer mit einem Skalenteilungswert von 0,5 °C oder 1,0 °C) erfolgt nach den Vorschriften für ganz eintauchend justierte Thermometer gemäß Abschnitt 5.6. Es ist an folgenden Prüfpunkten zu prüfen:

0 °C, 10 °C, 20 °C, 30 °C und ggf. 40 °C.

### 5.7.5.4 Manometrische Prüfung

#### Nicht druckgeschützte Umkipphermometer: Ermittlung der Anzeigerhöhung unter Druckeinwirkung

Der Druckkoeffizient  $k_D$  wird aus der druckbedingten Anzeigerhöhung  $t_D$  des Thermometers und dem herrschenden Umgebungsdruck  $p$  bei bekannter Umgebungstemperatur bestimmt. Wegen der einfachen meßtechnischen Durchführung wird die Messung des Druckkoeffizienten am Eispunkt vorgenommen, da sich dieser bei guter Reproduzierbarkeit einfach darstellen läßt. Der Druckkoeffizient ergibt sich aus folgender Gleichung:

$$k_D = t_D/p \tag{5.12}$$

$t_D$  thermometrisch korrigierte Anzeigerhöhung des Umkipphermometers unter Druckeinwirkung bei 0 °C

$p$  Überdruck

$k_D$  Druckkoeffizient.

Zur Bestimmung von  $k_D$ , wird das Thermometer in Abhängigkeit vom Skalenendwert zwei verschiedenen Prüfdrücken  $p_1, p_2$  ausgesetzt:

Tabelle 5.5: Skalenendwert und Prüfdruck bei Umkipphermometern

Skalenendwert in °C	Prüfdruck in MPa	
	$p_1$	$p_2$
30	60	20
40	10	20

Bei anderen Skalenendwerten werden die Prüfdrücke im entsprechenden Verhältnis gewählt. Das Thermometer wird dem Prüfdruck in einem mit Öl gefüllten Stahlgefäß ausgesetzt, das über eine Druckleitung an ein Kolbenmanometer mit Spindelpresse

angeschlossen ist. Eine Drehvorrichtung dient zum definierten Kippen der Stahlgefäße. Das Thermometer wird dazu in seine Meßstellung gedreht und nach Vorkühlung in das mit Öl gefüllte Stahlgefäß eingesetzt. Hierbei muß das Quecksilber aus der Erweiterung heraus gelaufen sein und sich ein zusammenhängender Faden vom Gefäß bis zum Meniskus ausgebildet haben. Das an das Drucksystem angeschlossene Stahlgefäß wird in einen mit Eis gefüllten drehbaren Isolierbehälter eingebaut. Der Prüfdruck wird etwa eine Stunde aufrechterhalten. Danach wird das Stahlgefäß um 180° gekippt, so daß sich das Thermometer jetzt in seiner Ablesestellung befindet. Für die Ablesung muß das Thermometer aus dem Stahlgefäß entnommen und wieder auf den Eispunkt abgekühlt werden. Die Thermometer werden jedem Prüfdruck zweimal ausgesetzt und jeweils von zwei Beobachtern abgelesen.

#### Druckgeschützte Umkippthermometer: Prüfung auf Beständigkeit des Schutzrohres unter Druck

Zur Prüfung der Druckfestigkeit eines druckgeschützten Umkippthermometers wird das Thermometer in ein mit Öl gefülltes Stahlgefäß eingesetzt und 20 Minuten lang bei Raumtemperatur dem vom Hersteller angegebenen Prüfdruck ausgesetzt; der Druck beträgt im allgemeinen 40 MPa bis 60 MPa.



## 6 Meßunsicherheiten

### 6.1 Grundlagen

Ziel jeder Messung ist es, der Größe, die gemessen wird, durch Vergleich mit einer Einheit einen Wert zuzuweisen. Dabei wird die Größe, der die Messung gilt, die Meßgröße und der zugeordnete bzw. zuzuordnende Wert das Meßergebnis genannt [DIN 1319 T1]. Das Meßergebnis ergibt sich i. allg. durch eine geeignete Kombination der Meßwerte anderer Größen, die während der Messung direkt oder indirekt ermittelt werden. Auf Grund der bei allen Messungen unvollkommenen Kenntnis kann der Wert der benötigten Größen nicht eindeutig festgelegt werden. Vielmehr ist für alle relevanten Größen mit den Bedingungen der Messungen i. allg. ein mehr oder weniger weiter Bereich von Werten verträglich. Die Meßunsicherheit ist der Kennwert, der dem Meßergebnis auf Grund der Messung beigeordnet wird und den Bereich der Werte charakterisiert, die der Meßgröße durch die Messung vernünftigerweise zugeschrieben werden können [DKD-3, 1998].

Zur Meßunsicherheit tragen alle für die Messung relevanten Größen durch die unvollkommene Kenntnis, die man über sie hat, bei. Die Art und Weise, wie das geschieht, wird durch das Modell der Auswertung festgelegt. Es beschreibt, wie sich die Werte  $y$  der Meßgröße aus den Werten  $x_1, x_2, \dots, x_N$  der für die Messung relevanten oder die Messung beeinflussenden Größen ergeben

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N). \tag{6.1}$$

Die Werte  $x_i$  nennt man die Eingangswerte der Auswertung, die zugehörigen Größen die Eingangsgrößen. Auf Grund der Beziehung (6.1) pflanzt sich die unvollständige Kenntnis über die Eingangsgrößen auf die Meßgröße fort. Als allgemeiner Kennwert für die unvollständige Kenntnis einer Größe wird die ihrem Wert beigeordnete Standardmeßunsicherheit benutzt. Können die Eingangsgrößen als voneinander unabhängig vorausgesetzt werden – was bei der überwiegenden Zahl der Messungen der Fall ist oder durch geschickte Wahl der Eingangsgrößen erreicht werden kann –, so ergibt sich das Quadrat der Standardmeßunsicherheit, die dem Meßergebnis beizuzurechnen ist, als Summe der Quadrate der Unsicherheitsbeiträge, die von den einzelnen Eingangsgrößen herrühren:

$$u^2(y) = u_1^2(y) + u_2^2(y) + \dots + u_N^2(y). \tag{6.2}$$

Der Unsicherheitsbeitrag einer einzelnen Eingangsgröße ist das Produkt aus der Standardmeßunsicherheit, die dem betreffenden Eingangswert zugeordnet ist, und dem der Größe in der Auswertung zukommenden Sensitivitätskoeffizienten  $c_i$

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) . \quad (6.3)$$

Die verschiedenen Sensitivitätskoeffizienten geben, an wie stark Änderungen in den verschiedenen Eingangswerten auf den Ergebniswert durchgreifen. Sie ergeben sich allgemein aus dem Modell der Auswertung durch partielle Differentiation

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} , \quad (6.4)$$

sie können aber auch experimentell bestimmt werden (siehe hierzu [DKD-3]).

Für die Festlegung der den Eingangswerten beizuordnenden Standardmeßunsicherheiten werden je nach der Art der vorliegenden Kenntnis zwei unterschiedliche Methoden angewandt.

Ermittlungsmethode A: Wird unter offensichtlich gleichen Bedingungen in einem Meßverfahren der Wert einer Eingangsgröße mehrmals ermittelt und dabei die unterschiedlichen Werte festgestellt, so ist der Wert, der der betreffenden Größe in der Messung zugeordnet wird, der arithmetische Mittelwert aus den festgestellten Werten

$$\bar{q} = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_n}{n} . \quad (6.5)$$

Die diesem Wert beizuordnende Standardmeßunsicherheit ist die empirische (aus den beobachteten Werten geschätzte) Standardabweichung des arithmetischen Mittelwertes

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) = \sqrt{\frac{(q_1 - \bar{q})^2 + (q_2 - \bar{q})^2 + \dots + (q_n - \bar{q})^2}{n(n-1)}} . \quad (6.6)$$

Ein Beispiel für die Ermittlungsmethode A ist die Bestimmung der mittleren Ableseung eines Flüssigkeits-Glasthermometers als Mittelwert mehrerer Einzelablesungen.

Ermittlungsmethode B: Wird nur ein Einzelwert einer Eingangsgröße beobachtet oder ist nur ein Einzelwert bekannt – was häufig der Fall ist, – kann die Standardmeßunsicherheit nicht mit statistischen Methoden ermittelt werden. Es werden dann Methoden, die sich nicht auf statistische Verfahren abstützen, benutzt, um die Standardunsicherheit aus der jeweils vorliegenden, unvollständigen Kenntnis über die betreffende Größe zu ermitteln. Wird ein Wert aus einer früheren Messung oder aus Herstellerangaben, ein Referenzwert oder ein Wert aus einem Kalibrierschein verwendet, so wird die beigeordnete Standardmeßunsicherheit aus der dort mitgeteilten Unsicherheitsangabe bestimmt. In vielen Fällen kann die benötigte Information auch aus allgemeinen Kenntnissen über das Meßverfahren oder seiner Teile gewonnen werden, so z. B. bei der digitalen Auflösung einer Anzeige aus dem Ziffernschritt der letzten signifikanten Stelle. Hier sind, wie in vielen anderen Fällen, nur Grenzen  $\alpha_-$  und  $\alpha_+$  bekannt, innerhalb derer der Wert der Eingangsgröße mit Sicherheit liegen muß, ohne daß einem der Werte des Bereiches eine besondere Präferenz gegeben werden kann. Dieser geringen Kenntnis entspricht eine gleichförmige und damit rechteckförmige Verteilung der möglichen Werte über den Bereich von  $\alpha_-$  bis  $\alpha_+$  mit der Halbweite

$$\Delta a = \frac{a_+ - a_-}{2}. \tag{6.7}$$

Der betreffenden Eingangsgröße ist dann der Wert

$$x_i = \frac{a_+ + a_-}{2}. \tag{6.8}$$

mit der beigeordneten Standardmeßunsicherheit

$$u(x_i) = \frac{\Delta a}{\sqrt{3}}. \tag{6.9}$$

zuzuordnen.

Ein Beispiel für die Ermittlungsmethode B ist die Unsicherheit über eine zeitliche Variation der Temperatur eines Flüssigkeitsbades. Die vorhandene Information ist in der Regel durch unabhängige Untersuchungen gewonnen und erlaubt i. allg. keine Aussage über eine wahrscheinlichste Temperatur, die bei der Kalibrierung eines Thermometers vorgelegen hat.

In Kalibrierscheinen oder bei Prüfergebnissen wird i. allg. die erweiterte Meßunsicherheit  $U$  angegeben [DKD-3, 1998]. Sie zielt darauf ab, ein Intervall anzugeben, indem ein hoher Prozentsatz (Überdeckungsgrad) der Werte liegt, die der Meßgröße durch die Messung vernünftigerweise zugeschrieben werden können. Sie ergibt sich aus der Standardmeßunsicherheit  $u(y)$  durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor

$$U = k \cdot u(y). \quad (6.10)$$

Der Erweiterungsfaktor hängt sowohl von dem gewählten Überdeckungsgrad (im Deutschen Kalibrierdienst verbindlich auf 95 % festgesetzt) und der Verteilung ab, die aufgrund der Unsicherheitsanalyse für die möglichen Werte der Meßgröße angenommen wird. Kann eine Normalverteilung angenommen werden, so hat der Erweiterungsfaktor den Wert

$$k = 2. \quad (6.11)$$

Bei Einzelwerten wird das vollständige Meßergebnis (Meßergebnis und beigeordnete erweiterte Meßunsicherheit) in der Form  $y \pm U$  angegeben; in Tabelle sind auch andere Angaben möglich. In jedem Fall ist zusammen mit der erweiterten Meßunsicherheit auch der gewählte Erweiterungsfaktor zu nennen. Für DKD-Kalibrierscheine ist dazu die Formulierung verbindlich:

- Angegeben ist die erweiterte Meßunsicherheit, die sich aus der Standardmeßunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor  $k = 2$  ergibt. Sie wurde gemäß DKD-3 ermittelt. Der Wert der Meßgröße liegt mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % im zugeordneten Werteintervall.

Eine Normalverteilung kann i. allg. vorausgesetzt werden, wenn in der Summe (6.2) der Quadrate der Unsicherheitsbeiträge nicht ein oder zwei Summanden dominieren und/oder die aus wiederholten Beobachtungen gewonnenen Unsicherheitsbeiträge keinen wesentlichen Einfluß auf die dem Meßergebnis beizuordnende Standardmeßunsicherheit haben. Zur Prüfung, in wieweit die nach der Ermittlungsmethode A gewonnenen statistischen Schätzwerte der Standardmeßunsicherheiten die dem Meßergebnis beizuordnete Standardmeßunsicherheit in der durch geführten Meßunsicherheitsanalyse beeinflussen, können die effektiven Freiheitsgrade  $\nu_{\text{eff}i}$  der den Eingangswerten  $x_i$  beigeordneten Standardmeßunsicherheiten  $u(x_i)$  herangezogen werden. Sie sind ein Maß für die Zuverlässigkeit der Standardmeßunsicherheiten, die in der Meßunsicherheitsanalyse benutzt werden, wobei effektive Freiheitsgrade größer als 50 hohe Zuverlässigkeit andeuten. Für die Standardmeßunsicherheiten, die nach der Ermittlungsmethode A gewonnen wurden, ist der effektive Freiheitsgrad mit der um eins verringerten Anzahl der Beobachtungen identisch:

$$v_{\text{eff}} = n - 1. \tag{6.12}$$

Bei den Standardmeßunsicherheiten, die nach der Ermittlungsmethode B gewonnen wurden, wird man unterschiedlich vorgehen, je nachdem wie die Werte aus allgemeinen Kenntnissen über das Meßverfahren oder seiner Teile gewonnen wurden oder aus früheren Messungen, Herstellerangaben, Referenzwertangaben oder Kalibrierscheinen stammen. Im ersten Fall wird man sehr große effektive Freiheitsgrade ansetzen, da die allgemeinen Kenntnisse einen hohen Zuverlässigkeitsgrad haben werden. Im zweiten Fall müssen die effektiven Freiheitsgrade aus den mitgeteilten Meßergebnissen entnommen oder erschlossen werden.

Der effektive Freiheitsgrad der Standardmeßunsicherheit  $u(y)$ , die dem Meßergebnis beizuordnen ist, bestimmt sich aus  $u(y)$ , den verschiedenen Unsicherheitsbeiträgen  $u_i(y)$  und den einzelnen effektiven Freiheitsgraden  $v_{\text{eff } i}$  nach der Welch-Satterthwaite-Formel

$$v_{\text{eff}} = \frac{u^4(y)}{\frac{u_1^4(y)}{v_{\text{eff } 1}} + \frac{u_2^4(y)}{v_{\text{eff } 2}} + \dots + \frac{u_N^4(y)}{v_{\text{eff } N}}}. \tag{6.13}$$

Resultierende effektive Freiheitsgrade größer als 50 zeigen an, daß die aus wiederholten Beobachtungen gewonnenen Standardmeßunsicherheiten keinen wesentlichen Einfluß besitzen und der Standarderweiterungsfaktor (6.11) voll gerechtfertigt ist. Effektive Freiheitsgrade zwischen 6 und 50 signalisieren eine verringerte Zuverlässigkeit; sie kann durch Wahl eines modifizierten Erweiterungsfaktor weitgehend ausgeglichen werden (s. DKD-3, Anhang E). Effektive Freiheitsgrade kleiner als 6 zeigen schließlich, daß in der Meßunsicherheitsanalyse der Einfluß der zufälligen Effekte der Messung dominierten und das verwendete Meßverfahren kritisch überdacht werden muß.

Die Verfahren der Meßunsicherheitsbestimmung wird unterstützt durch eine transparente Gliederung der Meßunsicherheitsanalyse in mindestens vier Teilen [DIN 1319-T3]:

- Aufstellung eines Modells der Auswertung, das die Beziehung zwischen der Meßgröße (Ergebnisgröße) und den übrigen an der Messung beteiligten Größen (Eingangsgößen) mathematisch beschreibt
- Vorbereitung der gegebenen Meßwerte und anderer in der Auswertung benötigter Daten. Hierfür bietet sich die Form einer Textliste an.

- Berechnung des Meßergebnisses und der ihm beizuordnenden Meßunsicherheit aus den vorbereiteten Daten mittels des Modells. Hierfür ist die Tabellenform besonders geeignet.
- Angabe des vollständigen Meßergebnisses.

## 6.2 Meßunsicherheitsanalyse bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern

Als Beispiel wird die Bestimmung der Meßunsicherheit behandelt, die der reduzierten Korrektur eines Quecksilber-Glasthermometers beizuordnen ist, das in der PTB bei der Temperatur von 280 °C in einem Salzbad kalibriert wurde. Das Thermometer ist ein ganz eintauchend justiertes Einschlußthermometer mit runder Kapillare und einer Teilung von 0,2 °C für den Temperaturbereich 190 °C bis 305 °C. Als Normale dienen zwei Standard-Platinwiderstandsthermometer (SPRT), zwischen denen der Prüfling in Flüssigkeitsbad angeordnet war.

Die reduzierte Korrektur  $K_r$  ergibt sich entsprechend der Gleichung

$$K_R = t - t_{\text{Anz}} - K_0 - K_F \quad (6.14)$$

mit

- $t$  – Temperatur der Thermostatflüssigkeit am Ort des Prüflings
- $t_{\text{Anz}}$  – vom Prüfling angezeigte Temperatur am Kalibrierpunkt
- $K_0$  – Eispunktkorrektur
- $K_F$  – evtl. vorzunehmender Fadenkorrektur.

Die Temperatur  $t$  der Thermostatflüssigkeit am Ort des Prüflings ist wiederum gegeben durch

$$t = t_N + \delta t_N + \delta t_{\text{Hom}} + \delta t_{\text{Stab}} \quad (6.15)$$

mit

- $t_N$  – Mittelwert der Temperaturen der beiden Normalthermometer
- $\delta t_N$  – Korrektur aufgrund der Unsicherheit der elektrischen Meßmittel und einer möglichen Drift der Normalthermometer seit der letzten Kalibrierung

$\delta t_{\text{Hom}}$  – Korrektur aufgrund eines Unterschiedes der Temperatur im Flüssigkeitsbad am Ort des Prüfling und der Normalthermometer resultierend aus möglichen Inhomogenitäten in der Temperaturverteilung des Bades

$\delta t_{\text{Stab}}$  – Korrektur der Temperatur am Ort des Prüflings aufgrund möglicher zeitlicher Temperaturschwankungen (Instabilität).

Die Eispunktkorrektur  $K_0$  bestimmt sich schließlich gemäß

$$K_0 = t_{\text{Eis}} - t_{\text{Anz Eis}} + \delta t_{\text{Th}} \tag{6.16}$$

mit

$t_{\text{Eis}}$  – Temperatur des Eispunktes

$t_{\text{Anz Eis}}$  – vom Prüfling angezeigte Temperatur des Eispunktes

$\delta t_{\text{Th}}$  – Korrektur der Anzeige aufgrund möglicher zeitlicher Veränderungen des Prüflings zwischen der Bestimmung der Temperatur des Kalibrierpunktes und des Eispunkt (Kurzzeitstabilität).

Die Gleichungen (6.9), (6.10) und (6.11) ergeben zusammen das Modell der Auswertung

$$K_R = (t_N - t_{\text{Anz}}) - (t_{\text{Eis}} - t_{\text{Anz Eis}}) + \delta t_N + \delta t_{\text{Hom}} + \delta t_{\text{Stab}} - \delta t_{\text{Th}} - K_F \tag{6.17}$$

Die Mittelwert der **Temperatur der beiden Normalthermometer** ( $t_N$ ) wurde aus den mit den beiden Widerstandsthermometern gemessenen Einzeltemperaturen zu 279,930 °C ermittelt. Die Einzeltemperaturen wiederum wurden aufgrund von Widerstandsmessungen mit den in den Kalibrierscheinen angegebenen Zusammenhängen zwischen Temperatur und Widerstand bestimmt. Die dem Temperaturwert beizuordnende Standardmeßunsicherheit ergibt sich aus der in den Kalibrierscheinen angegebenen erweiterten Meßunsicherheit  $U = 3,0$  mK ( $k = 2$ ) durch Division durch den Erweiterungsfaktor zu  $u(t_N) = 1,5$  mK. Die Temperaturen der beiden Normalthermometer unterschieden sich um weniger als 0,3 mK. Dieser Unterschied beträgt damit höchstens 10 % der erweiterten Meßunsicherheit und kann somit unbeachtet bleiben.

Die Korrektur ( $\delta t_N$ ) aufgrund der Unsicherheit der **elektrischen Meßmittel** und einer möglichen **Drift** der Normalthermometer seit ihrer letzten Kalibrierung wurde entsprechend des Kalibrierscheines für die elektrischen Meßmittel und der nachgewiesenen Historie der Normalthermometer und dem Vergleich mit bekannten Thermometern ähnlicher Bauart zu  $\pm 5,0$  mK abgeschätzt. Hieraus ergibt sich der Wert

einer anzubringenden Korrektur zu  $\delta t_N = 0 \text{ }^\circ\text{C}$  mit der beigeordneten Standardmeßunsicherheit

$$\delta t_N = 5,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 2,9 \text{ mK}.$$

Ein mögliche Korrektur ( $\delta t_{\text{Hom}}$ ) aufgrund der **Temperaturinhomogenität** des Flüssigkeitsthermostaten wurden nach den Erfahrungen aus früheren Untersuchungen zu  $\pm 10,0 \text{ mK}$  abgeschätzt. Hieraus ergibt sich der Wert einer anzubringenden Korrektur zu  $\delta t_{\text{Hom}} = 0 \text{ }^\circ\text{C}$  mit der beigeordneten Standardmeßunsicherheit

$$u(\delta t_{\text{Hom}}) = 10,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 5,9 \text{ mK}.$$

Entsprechende Untersuchungen über die **zeitlichen Stabilität** ( $\delta t_{\text{Stab}}$ ) des Bades führen zu einer Abschätzung einer möglichen Abweichung von  $\pm 15,0 \text{ mK}$ . Hieraus ergibt sich der Wert einer anzubringenden Korrektur zu  $\delta t_{\text{Stab}} = 0 \text{ }^\circ\text{C}$  mit der beigeordneten Standardmeßunsicherheit

$$u(\delta t_{\text{Stab}}) = 15,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 8,7 \text{ mK}.$$

Die am Kalibrierpunkt vom **Prüfling angezeigte Temperatur** ( $t_{\text{Anz}}$ ) wurde aus vier Einzelablesungen bestimmt:

lfd. Nr.	abgelesene Temperatur
1	279,50
2	279,46
3	279,54
4	279,46

arithmetischer Mittelwert:  $\bar{t}_{\text{Anz}} = 279,49 \text{ }^\circ\text{C}$

beigeordnete Standardmeßunsicherheit:  $u(t_{\text{Anz}}) = s(\bar{t}_{\text{Anz}}) = 19 \text{ mK}$

Der **Eispunkt** ( $t_{\text{Eis}}$ ) wurde mit Eis aus Reinstwasser realisiert. Aus früheren Untersuchungen ist bekannt, daß mögliche Abweichungen vom Wert  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  bei diesem Verfahren innerhalb des Bereiches von  $\pm 3,0 \text{ mK}$  liegen. Hieraus ergibt sich die beigeordnete Standardmeßunsicherheit

$$u(t_{\text{Eis}}) = 3,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 1,7 \text{ mK}.$$



Die am Eispunkt vom **Prüfling angezeigte Temperatur** ( $t_{\text{Anz Eis}}$ ) wurde aus vier Einzelablesungen bestimmt:

lfd. Nr.	abgelesene Temperatur
1	0,06
2	0,03
3	0,05
4	0,02

arithmetischer Mittelwert:  $\bar{t}_{\text{Anz Eis}} = 0,04 \text{ }^\circ\text{C}$

beigeordnete Standardmeßunsicherheit:  $u(t_{\text{Anz Eis}}) = s(\bar{t}_{\text{Anz Eis}}) = 9 \text{ mK}$

Eine Korrektur (**Kurzzeitstabilität**,  $\delta t_{\text{th}}$ ) der Anzeige aufgrund möglicher, zeitlicher Veränderungen des Prüflings zwischen der Bestimmung der Temperatur des Kalibrierpunktes und der des Eispunktes wurde an Hand früherer Untersuchungen auf  $\pm 0,05$  Skt, d. h.  $\pm 10 \text{ mK}$  abgeschätzt. Hieraus ergibt sich die beigeordnete Standardmeßunsicherheit

$$u(t_{\text{Eis}}) = 10,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 5,8 \text{ mK}.$$

Da in dem zur Verfügung stehenden Salzbad keine vollständig eintauchende Messung möglich war, mußte eine Fadenkorrektur berücksichtigt werden. Die Fadenkuppe des Prüflings befand sich während der Kalibrierung etwa 30 mm über der Oberfläche des Salzes. Die Fadentemperatur wurde mit einem Fadenthermometer ermittelt. Aus den Messungen ergab sich die notwendige Fadenkorrektur ( $K_f$ ) zu 260 mK. Aus den Ergebnissen früherer, umfangreicher Untersuchungen ist bekannt, daß das benutzte Verfahren Werte der Fadenkorrektur mit maximalen relativen Abweichungen im Bereich  $\pm 20 \%$  liefert. Hieraus ergibt sich die beigeordnete Standardmeßunsicherheit

$$u(K_f) = (260,0 \text{ mK} \cdot 0,2) / \sqrt{3} = 52,0 \text{ mK} / \sqrt{3} = 30 \text{ mK}.$$

Das aus den Angaben resultierende Meßunsicherheitsbudget ist in Tab. 6.1 dargestellt.

Im Kalibrierschein wird das vollständige Meßergebnis angegeben:

Bei der Prüftemperatur von  $280 \text{ }^\circ\text{C}$  beträgt die reduzierte Korrektur  $K_R$  des Thermometers  $K_R = (0,22 \pm 0,08) \text{ }^\circ\text{C}$ .

Angegeben ist die erweiterte Meßunsicherheit, die sich aus der Standardmeßunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor  $k = 2,0$  ergibt. Sie entspricht bei einer t-Verteilung mit  $\nu_{\text{eff}} = 51$  Freiheitsgraden einer Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95 %.

Tabelle 6.1: Beispiel eines Meßunsicherheitsbudgets für die Kalibrierung eines Quecksilber-Glaskühnennometers mit einer Teilung von 0,2 °C bei der Prüftemperatur von 280 °C in einem Salzbad.

Die umrahmten Teile fassen die Eingangsgrößen zu Blöcken zusammen, die die Bestimmung der Temperatur des Flüssigkeitsbades, die Temperaturanzeige des Prüflings am Kalibrierpunkt, die Bestimmung der Einspunktkorrektur und die Ermittlung der Fadenkorrektur betreffen. Der unterste Block zeigt die Meßgröße, das Meßergebnis und die beigeordnete Meßunsicherheit.

Größe	Quelle der Unsicherheit	Schätzwert	Standard-meßunsicherheit	Verteilung	effektive Freiheitsgrade	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
$t_N$	Temperatur SPRT	279,930 °C	1,5 mK	Normal	$\infty$	1	1,5 mK
$\delta t_N$	elektr. Meßmittel	0 K	2,9 mK	Rechteck	$\infty$	1	2,9 mK
$\delta t_{\text{hom}}$	Inhomogenität	0 K	5,8 mK	Rechteck	$\infty$	1	5,8 mK
$\delta t_{\text{stab}}$	Temperaturinstabilität	0 K	8,7 mK	Rechteck	$\infty$	1	8,7 mK
$t_{\text{anz}}$	Temperaturanzeige am Kalibrierpunkt	279,49 °C	19 mK	Normal	3	-1	-19 mK
$t_{\text{eis}}$	Eispunkt-Realisierung	0 K	1,7 mK	Rechteck	$\infty$	-1	-1,7 mK
$t_{\text{anzEis}}$	Temperaturanzeige am Eispunkt	0,04 K	9 mK	Normal	3	1	9 mK
$\delta t_{\text{Th}}$	Kurzzeitstabilität	0 K	5,2 mK	Rechteck	$\infty$	-1	-5,2 mK
$K_f$	Fadenkorrektur	0,26 K	30 mK	Rechteck	$\infty$	-1	-30 mK
$K_r$	Reduzierte Korrektur	0,22 °C	39 mK		51		

### 6.3 Beispiele für die Bestimmung der kleinsten angebbaren Meßunsicherheit für ein Muster-Kalibrierlaboratorium

Die Meßunsicherheitsanalyse im vorigen Abschnitt zeigt, daß die Unsicherheitsbeiträge bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern nicht nur von den Eigenschaften des Prüflings, sondern auch von der meßtechnischen Einrichtung der Kalibrierlaborien und der Qualifikation des Personals abhängen. Es können deshalb i. allg. auch nur typische, aber keine verbindlichen Werte für Meßunsicherheiten angegeben werden, die bei der Kalibrierung von Thermometern erreicht werden. Aus dem gleichen Grunde kann die kleinste angebbare Meßunsicherheit, die den Kalibrierlaborien des DKD bei ihrer Akkreditierung bestätigt wird, erst nach der kritischer Analyse des im Kalibrierlaboratorium eingesetzten Meßverfahrens und seiner Auswertung festgelegt werden. Allerdings zeigt eine Betrachtung der Einzelbeiträge in Tabelle 6.1, daß die wesentlichen Beiträge zur Standardmeßunsicherheit die Fadenkorrektion und die Ablesung des Thermometers am Kalibrierpunkt und am Eispunkt sind. Zumindest bei Thermometern mit einem Skalenteilungswert von  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  und größer wird so die kleinste angebbare Meßunsicherheit im wesentlichen durch die Eigenschaften des Flüssigkeits-Glasthermometers bestimmt. Die von den einzelnen Kalibrierlaboratorien erreichbaren Meßunsicherheiten unterscheiden sich daher in diesem Fall nicht so stark wie dies z. B. bei Präzisions-Platinwiderstandsthermometern der Fall ist.

Anhaltspunkte, welche typischen Meßunsicherheiten bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern erreicht werden können, geben die folgenden Tabellen. Hier sind beispielhaft die kleinsten angebbaren Meßunsicherheiten dargestellt, die in einem gut ausgestatteten Kalibrierlaboratorium erzielt werden können, wie es in dieser Form auch als Modell für Eichämter dienen könnte. Die Meßmittel und die von ihnen herrührenden Unsicherheitsbeiträge sind in Tabelle 6.2 zusammengestellt. Ihr liegt als Meßverfahren der fast durchweg eingesetzte gerührte Flüssigkeitsthermostat nach dem Zweikammerprinzip zu Grunde. Die Werte für die räumliche Temperaturverteilung und die zeitliche Temperaturstabilität sind aus typischen Kalibrierungen abgeleitet. Als Normal dient ein bei der PTB kalibriertes Standard-Platinwiderstandsthermometer (Pt-25) in Verbindung mit einer Gleichstrom-Widerstandmeßbrücke. Bei Kalibrierungen in Öl- oder Salzbadthermostaten wird die Temperatur des herausragenden Fadens mit Fadenthermometern gemessen.

Tabelle 6.2: Beispiele für Meßmittel und deren typische Unsicherheitsbeiträge bei der Kalibrierung von Thermometern. Der Beitrag „Messung mit Normal Pt-25“ umfaßt die Beiträge aus der Kalibrierung des Normalthermometers und der elektrischen Messung mit dem Normalthermometer. Die aufgeführten Unsicherheitsbeiträge sind modellhafte Werte, die nur die Größenordnung realistisch wiedergeben, deren Wert im Einzelfall für jedes Kalibrier-/Prüflabor durch Untersuchungen bestimmt werden müssen.

Meßbedingungen	Standard-Meßunsicherheitsbeiträge der Meßmittel ( $k = 1$ )				erweiterte Meßunsicherheit $U$ in mK ( $k = 2$ )	
Temperaturbereich	Thermostat	Eintauchbedingung	Temperaturhomogenität des Bades	Temperaturstabilität des Bades	Messung mit Normal Pt-25	
-90 °C bis -58 °C	Alkohol mit Ablesfenster	Ganz eintauchend	6 mK	12 mK	4 mK	28
-58 °C bis +5 °C	Glykol mit Ablesfenster	Ganz eintauchend	1,8 mK	4 mK	2,5 mK	10
5 °C bis 60 °C	Wasser mit Ablesfenster	Ganz eintauchend	1,2 mK	3 mK	2 mK	7,6
60 °C bis 90 °C	Wasser mit Ablesfenster	Ganz eintauchend	2,3 mK	3 mK	2 mK	8,6
90 °C bis 210 °C	Öl	Teilweise eintauchend, Fadenkorrektur	3 mK	6 mK	2,5 mK	14,4
210 °C bis 360 °C	Salz	Teilweise eintauchend, Fadenkorrektur	6 mK	9 mK	4 mK	23
360 °C bis 500 °C	Salz	Teilweise eintauchend, Schutzrohr	9 mK	12 mK	6 mK	32,4
500 °C bis 600 °C	Salz	Teilweise eintauchend, Schutzrohr Fadenkorrektur	12 mK	18 mK	6 mK	45



Zur der Meßunsicherheit, die der reduzierten Korrektion bei der Kalibrierung beizuordnen ist, müssen neben den von den Meßmittel herrührenden Unsicherheitsbeiträgen auch noch die Beiträge aus der Ablesung der Thermometer am Kalibrierpunkt und am Eispunkt, sowie bei höheren Temperaturen der durch die Fadenkorrektion hervorgerufene Unsicherheitsbeitrag berücksichtigt werden. Für das Musterkalibrierlaboratorium ergeben sich so die kleinsten angebbaren Meßunsicherheiten, die in den Tabellen 6.3 und 6.4 für Thermometer in nicht benetzender und benetzender Flüssigkeit zusammengestellt sind. Für einzelne Thermometer kann die Meßunsicherheit erheblich größer sein.

Tabelle 6.4: Beispiele der kleinsten angebbaren Meßunsicherheit in K für ein Muster-Kalibrierlaboratorium bei der Kalibrierung von ganz eintauchend justierten Flüssigkeits-Glasthermometern mit runder Kapillare in nicht benetzender Flüssigkeit. Angegeben ist die der reduzierten Korrektion beizuordnende erweiterte Meßunsicherheit ( $k = 2$ ).

	erweiterte Meßunsicherheit in K ( $k = 2$ )									
	Skalenteilungswert in °C									
Temperaturbereich	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	5	10
– 58 °C bis + 5 °C	0,012	0,012	0,02	0,04	0,05	0,15	0,3	0,5	1,5	2,5
+ 5 °C bis 90 °C	0,010	0,012	0,015	0,025	0,04	0,1	0,2	0,4	1	2
90 °C bis 210 °C	0,015	0,018	0,020	0,035	0,05	0,15	0,2	0,5	1,5	2,5
210 °C bis 360 °C				0,05	0,08	0,20	0,4	0,8	2,0	4,0
360 °C bis 500 °C				0,06	0,1	0,25	0,5	1,0	2,5	5
510 °C bis 600 °C						0,35	0,7	1,5	3,5	6,5

Tabelle 6.5: Beispiele der kleinsten angebbaren Meßunsicherheit in K für ein Muster-Kalibrierlaboratorium bei der Kalibrierung von ganz eintauchend justierten Flüssigkeits-Glasthermometern mit runder Kapillare in nicht benetzender Flüssigkeit. Angegeben ist die der reduzierten Korrektur beizuordnende erweiterte Meßunsicherheit ( $k = 2$ ).

Temperaturbereich	erweiterte Meßunsicherheit in K ( $k = 2$ )					
	Skalenteilungswert in °C					
	0,2	0,5	1	2	5	10
– 200 °C bis – 100 °C		0,4	0,8	1	2	4
– 100 °C bis – 5 °C	0,15	0,2	0,4	0,8	1,5	3
– 5 °C bis 95 °C	0,15	0,2	0,4	0,8	1,5	3
95 °C bis 210 °C		0,4	0,5	1,0	2	4

## 7 Anhang

### 7.1 Depression und Anstieg

Bei genauen Messungen mit Flüssigkeits-Glasthermometern ist die Depression und der Anstieg zu berücksichtigen. Diese beiden Eigenschaften sind auf thermische Nachwirkungerscheinungen zurückzuführen. Das Volumen des Thermometergefäßes und damit die Anzeige ist abhängig von der thermischen Vorgeschichte des Thermometers. Die durch Depression und Anstieg verursachten Anzeigeänderungen sind i. allg. für alle Skalenstellen gleich groß.

#### 7.1.1 Depression

Die Depression ist eine meist vorübergehende Änderung der Anzeige in Richtung niedrigerer Temperaturen und tritt dann auf, wenn das Thermometer nach einer Erwärmung rasch abgekühlt wird (s. auch Abschnitt 5.6.1). Für die Depression gilt folgende Beziehung:

Depression = Anzeige bei der Temperatur  $t_0$  vor der Erwärmung  
minus Anzeige bei der Temperatur  $t_0$  unmittelbar nach der Abkühlung.

Für die Bestimmung der Depression wird als Temperatur  $t_0$  zweckmäßigerweise der Eispunkt verwendet. Die bei dieser Vergleichstemperatur gemessene Depression wird als Eispunktdepression bezeichnet. Bei Thermometern, deren Anzeigebereich den Eispunkt nicht enthält, ist erforderlichenfalls die Depression bei einer anderen sicher darstellbaren Vergleichstemperatur zu bestimmen.

Die Eispunktdepression nach Erwärmung auf 100 °C beträgt bei Thermometern aus dem Glas N16B oder ähnlichen Gläsern bis zu etwa 0,05 °C, bei Thermometern aus dem Glas 2954 oder aus Supremax 0,01 °C bis 0,03 °C. Nach rascher Abkühlung von höheren Temperaturen können je nach der Glassorte und Temperatur Depressionen von einem oder mehreren Zehntel °C auftreten. Thermometer aus Quarzglas zeigen bis zu einer Temperatur von etwa 600 °C keine merkliche Depression.

Wenn die Thermometer vor der Abkühlung nicht wesentlich über 100 °C erwärmt worden sind, geht bei Raumtemperatur die Depression in einer halben bis ganzen Woche praktisch vollständig zurück. Wenn dagegen die Thermometer über etwa 200 °C erwärmt wurden, verschwindet die Depression bei Raumtemperatur auch nach längerer Zeit nicht wesentlich.



Die Eispunktdepression nimmt ihren größten Wert dann an, wenn die Thermometer vor der Bestimmung der Depression auf den Skalenendwert erwärmt und anschließend langsam auf Raumtemperatur abgekühlt worden sind.

Die Thermometeranzeige hängt nach den obigen Ausführungen von den vorangegangenen Erwärmungen und Abkühlungen des Thermometers ab, deren Einfluß man nur dadurch sicher ausschließen kann, daß man unmittelbar nach jeder wichtigen Messung die Eispunktkorrektur neu bestimmt und mit den reduzierten Korrekturen (Abschnitt 4.1) arbeitet. Es ist unbedingt darauf zu achten, daß die Abkühlung immer gleich durchgeführt wird.

### **7.1.2 Anstieg**

Der Anstieg ist eine bleibende Änderung der Anzeige in Richtung höherer Temperaturen, die vor allem bei schlecht stabilisierten Thermometern auftritt. Je nach Benutzungsdauer und Höhe der Temperatur ist ein Anstieg von 0,1 °C und mehr zu beobachten. Der Anstieg überschreitet bei gut stabilisierten Thermometern, die nicht wesentlich über 100 °C erwärmt werden, im ersten Jahr nach der Herstellung kaum 0,01 °C bis 0,02 °C und kann nach vielen Jahren insgesamt den Wert von etwa 0,1 °C erreichen. Bei höheren Temperaturen ist mit einem größeren Anstieg zu rechnen.

Den durch Anstieg verursachten bleibenden Meßabweichungen trägt man am sichersten dadurch Rechnung, daß man die Eispunktkorrektur regelmäßig kontrolliert und mit den reduzierten Korrekturen rechnet. Bei Thermometern, deren Anzeigebereich den Eispunkt nicht umfaßt, ist die für die Bestimmung des Anstiegs erforderliche Vergleichstemperatur z. B. in einem Flüssigkeitsbad mit Hilfe von Normalthermometern darzustellen.

## **7.2 Behandlung der thermometrischen Flüssigkeit bei Gasblasen oder Fadentrennung**

Für einwandfreie Messungen mit Flüssigkeits-Glasthermometern ist es unbedingt erforderlich, daß die thermometrische Flüssigkeit vollständig zusammenhängt. Sie darf keine Gasblasen oder Fadentrennungen aufweisen. Oberhalb der Fadenskuppe dürfen sich keine Flüssigkeitsreste oder Verunreinigungen befinden.

Die thermometrische Flüssigkeit ist daher regelmäßig auf Gaseinschlüsse und Faden-trennungen zu kontrollieren. Bei ganz eintauchend verwendeten Thermometern ist außerdem sorgfältig zu prüfen, ob thermometrische Flüssigkeit abdestilliert ist und sich über der Fadenkuppe an der Kapillarwandung und u. U. auch noch in der Expansionserweiterung niedergeschlagen hat. Dies gilt besonders bei höheren Tem-peraturen und bei Quecksilberthermometern, deren Kapillare oberhalb des Fadens evakuiert ist. Abdestillierte thermometrische Flüssigkeit ist in der Regel nur mit einer Lupe zu erkennen.

Thermometer, bei denen die thermometrische Flüssigkeit nicht vollständig zusam-menhängt, können oft nach den nachstehend beschriebenen Methoden wieder ver-wendungsfähig gemacht werden, die vor allem bei Quecksilberthermometern zum Ziel führen, deren Kapillare oberhalb des Fadens evakuiert ist.

Abgetrennte Fadenstücke lassen sich mit der übrigen thermometrischen Flüssigkeit vereinigen, wenn es durch Abkühlen des Thermometergefäßes gelingt, die gesamte Flüssigkeit in das Gefäß zu bringen. Vorsichtiges Klopfen an das Thermometer läßt die trennende Gasmenge an die Flüssigkeitsoberfläche steigen, die bei langsamer Er-wärmung des Thermometers das Gas vor sich her in die Kapillare treibt.

Bei diesem Verfahren muß vermieden werden, daß das Thermometer bis zum Er-starrungspunkt der thermometrischen Flüssigkeit abgekühlt wird. Sollte dies verse-hentlich der Fall gewesen sein, so muß wegen der Gefahr, daß das Gefäß beim Wieder-erwärmen beschädigt wird, zuerst die Kapillare und das obere Gefäßende erwärmt werden, damit die thermometrische Flüssigkeit aus dem Gefäß abfließen kann.

Für das Abkühlen eignen sich z. B. Eis-Kochsalz-Mischungen (bis etwa  $-21^{\circ}\text{C}$ ), Mischungen aus wasserhaltigem Calciumchlorid ( $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) und Eis (bis etwa  $-50^{\circ}\text{C}$ ) oder mit Trockeneis (festes Kohlendioxyd) abgekühltes Ethanol (bis etwa  $-78^{\circ}\text{C}$ ).

Trennende Gaseinschlüsse können, wenn sie in der Nähe der Fadenkuppe auftreten, auch dadurch beseitigt werden, daß man sie durch vorsichtiges Erwärmen des Ther-mometers in die Expansionserweiterung treibt. Dort kann man durch leichtes Klopfen die getrennten Flüssigkeitsmengen vereinigen. Wegen der Gefahr, daß das Thermometergefäß infolge Überhitzung oder zu starker Zunahme des Schutzgasdruckes beschädigt wird, darf diese Methode jedoch oberhalb von etwa  $400^{\circ}\text{C}$  nicht verwen-det werden.

Durch kurzes Erwärmen des Thermometers können im allgemeinen auch Reste der thermometrischen Flüssigkeit, die sich in der Kapillare oberhalb des Fadens oder im

unteren Teil der Expansionserweiterung befinden, mit dem Faden vereinigt werden. Trennen sich bei Quecksilberthermometern beim Wiederabkühlen Quecksilbertröpfchen vom Faden, so ist das Quecksilber verunreinigt und das Thermometer unbrauchbar.

Bei Thermometern mit Schutzgasfüllung, deren Meßbereich 250 °C nicht wesentlich überschreitet, können im oberen Teil der Expansionserweiterung befindliche Reste der thermometrischen Flüssigkeit durch vorsichtiges Erwärmen mit einer schwachen Flamme in die Kapillare hineindestilliert und dort mit dem Faden vereinigt werden.

Nach Anwendung der in diesem Abschnitt besprochenen Verfahren, die mit einer Erwärmung des Thermometers verbunden sind, sollte die Thermometeranzeige auf jeden Fall kontrolliert werden, z. B. beim Eispunkt.

Bei Quecksilberthermometern, deren Kapillare oberhalb des Fadens evakuiert ist, kommen noch folgende Verfahren in Frage:

Quecksilbertröpfchen, die sich an der Kapillarwandung und u. U. in der Expansionserweiterung angesammelt haben, können dadurch beseitigt werden, daß man das auf den Kopf gestellte Thermometer vorsichtig so stark erschüttert, daß sich vom Faden ein Stück abtrennt. Es empfiehlt sich, zu diesem Zweck den Thermometerkopf mit einer Hand zu umschließen und dann mit der Hand z. B. auf einen Tisch kräftig aufzuschlagen. Dabei darf das Thermometer auf keinen Fall mit dem Tisch in Berührung kommen. Das abgetrennte Quecksilber fließt dann in die Expansionserweiterung und nimmt dabei die Tröpfchen in sich auf. Beim Aufrichten des Thermometers in die normale Lage fließt das abgetrennte Fadenstück dann wieder zurück und vereinigt sich mit dem übrigen Quecksilber.

Fließt bei einem Thermometer, das auf den Kopf gestellt wird, ein Teil des Quecksilbers aus dem Gefäß in die Kapillare und Expansionserweiterung, so befinden sich noch Gasreste im Gefäß. Diese Gasreste können auf folgende Weise über das Quecksilber gebracht werden:

- a) Man stellt das Thermometer auf den Kopf und läßt Quecksilber in die Expansionserweiterung fließen. Dadurch wird das Quecksilber in zwei Teile getrennt und es entsteht im Gefäß eine große Blase. Diese muß durch Aufrichten des Thermometers unmittelbar vor den Kapillaransatz gebracht werden. Dabei fließt das abgetrennte Quecksilber zurück und drückt den Gasrest zu einer kleinen Gasblase zusammen. Man läßt dann durch Kippen des Thermometers das Quecksilber an der Gasblase abreißen und bringt diese durch vorsichtiges Erwärmen des Gefäßes in die Kapillare.

- b) Anschließend läßt man durch Aufrichten des Thermometers das abgerissene Quecksilber mit dem übrigen Quecksilber wieder zusammenfließen, wobei der Gasrest sich an der Kapillarwandung zu einer kleinen Blase verdichtet. Das Thermometer wird dann so vorsichtig abgekühlt, daß Quecksilber an der Gasblase vorbei, ohne sie mitzunehmen, in das Gefäß fließt. Den auf diese Weise kürzer gewordenen Faden läßt man durch Kippen des Thermometers an der Gasblase abreißen und schiebt durch Erwärmen des Gefäßes den Gasrest mit dem nicht abgerissenen Quecksilber weiter in die Kapillare hinein.
- c) Durch Wiederholen des unter b) angegebenen Verfahrens gelingt es, die über der Gasblase befindliche Quecksilbermenge immer mehr zu verringern und schließlich alles Quecksilber zu vereinigen.

### 7.3 Anzeigeverzögerung und Einstelldauer

Da der Wärmeaustausch zwischen Thermometer und Umgebung (Abschnitte 5.4 bis 5.6) Zeit erfordert, tritt bei Flüssigkeits-Glasthermometern eine Verzögerung der Anzeige auf, die vor allem von der Konstruktion und dem Einbau des Thermometers sowie von der Art und ggf. Strömungsgeschwindigkeit des zu messenden Stoffes abhängt. Diese Anzeigeverzögerung ist entsprechend den folgenden Ausführungen zu berücksichtigen.

Wenn ein auf der Temperatur  $t_1$  befindliches Thermometer zur Zeit  $\tau = 0$  der konstanten Temperatur  $t_2$  (z. B. Badtemperatur eines Thermostaten) ausgesetzt wird, verläuft der Temperatúrausgleich im einfachsten Fall, den man für Überlegungen qualitativer Art zugrunde legen kann, nach der Beziehung

$$t = t_2 - (t_2 - t_1) \exp(-\tau/\tau_{0,63}), \quad (7.1)$$

wobei  $t$  die Temperatur des Thermometers zur Zeit  $\tau$  ist. Die auf den Temperaturursprung  $(t_2 - t_1)$  bezogene Abweichung der Temperatur von der Temperatur  $t_2$ , die auch als „Übergangsfehler“  $f$  bezeichnet wird, beträgt zur Zeit  $\tau$

$$f = (t_2 - t)/(t_2 - t_1) = \exp(-\tau/\tau_{0,63}). \quad (7.2)$$

Die Einstelldauer  $\tau_{0,63}$  (auch als Zeitkonstante bezeichnet) ist die Zeit, nach der das Thermometer die Temperatur  $t_2$  bis auf den e-ten Teil (das 0,368fache) der Differenz  $(t_2 - t_1)$  angenommen hat.

In einem gut gerührten Flüssigkeitsthermostaten ist die Einstelldauer von Quecksilberthermometern von der Größenordnung einiger Sekunden. In ruhender Luft, also auch beim Einbau der Thermometer in Schutzrohre, muß man mit Zeitkonstanten von Minuten rechnen.

Bei Einschlußthermometern muß man grundsätzlich etwas länger mit den Ablesungen warten als bei Stabthermometern, da der Wärmeübergang von der Umgebung (Badflüssigkeit, Luft usw.) zu der in der Kapillare befindlichen thermometrischen Flüssigkeit bei ersteren wesentlich schlechter als bei letzteren ist. In der Regel sollte erst etwa 10 bis 15 Minuten nach dem Einbau der Thermometer mit den Messungen begonnen werden.

Wenn sich die Badtemperatur, wie z. B. bei der Prüfung in Flüssigkeitsthermostaten (Abschnitt 5.6) ändert, macht sich die Anzeigeverzögerung dadurch bemerkbar, daß die Temperatur des Thermometers von der Badtemperatur abweicht.

Ändert sich die Temperatur eines Thermostaten linear mit der Zeit

$$\Delta t / \Delta T = \lambda = \text{const}, \quad (7.3)$$

bleibt die Temperatur des Thermometers im stationären Zustand um den Betrag

$$\Delta t = \tau_0 \lambda$$

hinter der Temperatur zurück, wobei  $\tau_0$  die Zeitkonstante des Thermometers und  $\lambda$  die Änderungsgeschwindigkeit der Temperatur ist. Die Temperatur eines Thermometers mit der Zeitkonstanten  $\tau = 5$  s würde bei einer mit  $\lambda = 0,01$  °C/s ansteigenden Badtemperatur dauernd um

$$\Delta t = \tau \cdot \lambda = 5 \text{ s} \cdot 0,01 \text{ °C / s} = 0,05 \text{ °C}$$

zu niedrig sein.

Bei der Prüfung von Thermometern durch Vergleich mit Normalthermometern spielt in gut gerührten Bädern nur die Differenz der Zeitkonstanten von Normalthermometern und Prüfling eine Rolle. Da die Einstellauern sowohl von Widerstandsthermometern als auch von Quecksilber-Glasthermometern verhältnismäßig klein sind und bei der Thermometerprüfung mit einem kleinen Temperaturgang gearbeitet werden soll, kann i. allg. von einer Berichtigung der durch die Anzeigeverzögerung entstehenden Fehler abgesehen werden.

Eine bessere Wiedergabe des Zeitverhaltens (Anzeigeverzögerung) eines Thermometers wird durch die Angabe der Halbwertzeit  $\tau_{0,5}$  und der 9/10-Wert-Zeit  $\tau_{0,9}$  erreicht. Das sind die Zeiten, in denen sich die Anzeige des Thermometers um die Hälfte bzw. 9/10 des Temperatursprunges ( $t_2 - t_1$ ) geändert hat. Im einfachsten Fall nach Gl. [7.1] bestehen zwischen  $t_{0,5}$ ,  $t_{0,9}$  und der Zeitkonstanten  $\tau_0$  die Beziehungen

$$\tau_{0,5} = 0,693 \tau_0 \text{ und } t_{0,9} = 2,303 \tau_0. \quad (7.4)$$

## 7.4 Die Wassertripelpunktzelle

Der Tripelpunkt des Wasser (TPW) hat eine zentrale Bedeutung in der Temperaturmeßtechnik. Seit dem Jahr 1960 ersetzt er den Eispunkt bei der Definition der Einheit der Temperatur: die Temperatur des TPW beträgt per Definition 273,16 K. Darüber hinaus verlangt die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-90) bei der Bestimmung von Temperaturen zwischen den Fixpunkten die Interpolation mit Pt-Widerstandsthermometern, deren Widerstände auf den Widerstandswert am Wassertripelpunkt normiert sind

$$W(t) = R(t)/R(273,16 \text{ K}). \quad (7.5)$$

Bei der Kalibrierung oder Prüfung von Flüssigkeits-Glasthermometern wird man aus praktischen Gründen i. allg. auch zukünftig die Verwendung des Eispunktes vorziehen. Bei Kalibrierungen mit kleiner Meßunsicherheit kann jedoch für den Einsatz von Widerstandsthermometern als Normalthermometer eine Wassertripelpunktzelle als Kontrollinstrument sehr nützlich sein.

### 7.4.1 Aufbau und Wirkungsweise

Der Tripelpunkt ist definiert als die Temperatur, bei der sich die drei Phasen „fest“, „flüssig“ und „gasförmig“ im Gleichgewicht befinden. Durch Definition liegt die Temperatur des Wassertripelpunktes bei 273,16 K oder 0,01 °C. Bei guten Zellen läßt sich diese Temperatur mit einer Meßunsicherheit von < 0,1 mK realisieren.

Eine Wassertripelpunktzelle besteht i. allg. aus einem Glasgefäß geeigneter Form (s. Bild 7.1), das zu etwa zwei Drittel mit Reinstwasser gefüllt ist. Der Raum oberhalb der Flüssigkeit darf nur Wasserdampf, aber keine sonstigen Gase enthalten. Zur Messung von Flüssigkeits-Glasthermometern sind die üblichen Bauformen nur bedingt

geeignet, da ein direktes Ablesen der Skale des Thermometers durch das innere Tauchrohr hindurch kaum möglich ist.

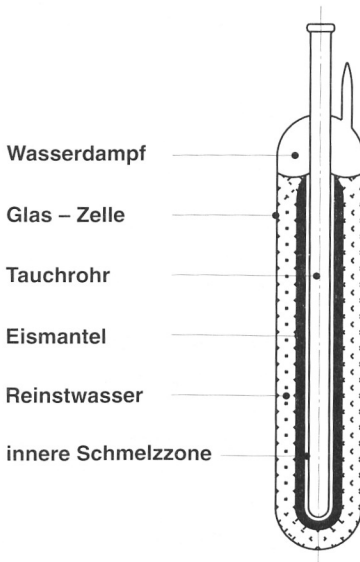


Bild 7.1: Aufbau einer Wasser-Tripelpunktzelle

Bei der korrekten Präparation der Zellen werden durch die Eisbildung von innen her etwaige Verunreinigungen des Wassers „ausgefroren“, d. h. nach außen verdrängt. Nach dem „Antauen“ des Eismantels befindet sich deshalb unmittelbar am Einsatzrohr das reinste Wasser.

Das ebenfalls praktizierte spontane „Durchfrieren“ der Zellen, begleitet von unregelmäßiger Eisnadelbildung, bewirkt diesen gewünschten Effekt nicht. Das Hauptproblem bei der Präparation der Zellen, die verzögerte Eisbildung durch starke Unterkühlung, ist bedingt durch die hohe Reinheit des Wassers und die Regelmäßigkeit der Gefäßoberfläche. Die Erzeugung von „Eiskeimen“ in der Vorphase löst dieses Problem auf verhältnismäßig einfache Weise.

### 7.4.2 Vorbereitung

Zur Darstellung des Wassertripelpunktes ist durch Kühlung des Thermometereinsatzrohres der Zelle ein 5 mm bis 7 mm dicker homogener Eismantel um das Rohr zu erzeugen.

Verfahren zur Kühlung des Einsatzrohres sind:

- das Einsatzrohr mit etwas reinem Alkohol füllen und kleine Portionen festes Kohlendioxid (Trockeneis) hinzugeben
- Mittels eines von thermostatisierter Flüssigkeit (ca.  $-12\text{ °C}$  bis  $-20\text{ °C}$ ) durchströmten Kühlstabes, der in das mit einer Kontaktflüssigkeit gefüllte Einsatzrohr ganz eintaucht, wird die Zelle von innen abgekühlt.

**Handhabungsbeispiel:** Kontaktflüssigkeit: ca. 12 ml eingefärbten Ethylalkohol 94 %. Mit eingeführtem Kühlstab sollte die Kontaktflüssigkeit mindestens bis Zellenbehälteroberkante reichen. Die im Dewar-Gefäß 24 h vorgekühlte Zelle ca. 20 min mit Kühlstab ( $-20\text{ °C}$ ) drehen lassen. Kühlstab herausziehen und die Zelle erschüttern, damit sich Eiskristalle bilden können. Zelle bei Raumtemperatur auftauen, bis nur noch Reste von Kristallen vorhanden sind. Jetzt die Zelle langsam drehen lassen und Kühlstab einführen, damit sich ein glatter gleichmäßig dicker Eismantel (keine Risse) bilden kann.

Achtung: Es dürfen sich keine Eisbrücken zwischen Einsatzrohr und Behälter bilden. Die Folge könnte ein Zerplatzen des Zellenbehälters sein

Zu vermeiden ist zu rasches und zu starkes örtliches Kühlen. Dadurch entstehen Risse im Eismantel.

Nachdem sich ein Eismantel von 5 mm bis 7 mm gebildet hat, muß das Einsatzrohr mit eiskaltem entmineralisiertem Wasser gründlich gereinigt und gespült werden. Mit dem Einfüllen von  $20\text{ °C}$  warmen entmineralisierten Wasser wird der Eismantel angeschmolzen und vom Einsatzrohr getrennt. Wenn der Eismantel um das Einsatzrohr frei rotieren kann (schwimmt), ist die Zelle einsatzbereit. Die so präparierte Zelle ist in einem wärmeisolierenden Gefäß (Dewar-Gefäß) aufzubewahren.

### 7.4.3 Handhabung

Vor jeder Messung muß die Beweglichkeit des Eismantels zum Einsatzrohr geprüft werden. Eisbrücken führen zu fehlerhaften Tripelpunktmessungen:



- Eisbrücken zum Einsatzrohr können durch leichte Erwärmung des Kontaktwassers (Einführen eines auf Raumtemperatur befindlichen Stabes) geschmolzen werden.
- Eisbrücken zum Zellenbehälter mittels Handwärme einschmelzen.

Die Kontaktwassermenge ist soweit zu reduzieren, daß bei eingetauchtem Thermometer die Oberfläche in Höhe der Eismantelkante steht. Die Temperatenausgleichszeit beim Einsetzen eines Thermometers beträgt etwa eine Stunde, wenn das Thermometer vorher bei Raumtemperatur aufbewahrt wurde, und 15 Minuten, wenn das Thermometer auf etwa 0 °C vorgekühlt worden ist.

Um Fehlmessungen zu erkennen, sollten mehrere Messungen vorgenommen und ggf. die Tripelpunktzellen getauscht werden.

Verunreinigungen des Wassers, die langfristig durch Lösen von Bestandteilen der Gefäßwänden entstehen können, begrenzen die praktische Gebrauchsdauer der Zellen. Für die Aufbewahrung bei Raumtemperatur gelten etwa zehn Jahre als Richtwert für die Lebensdauer; Zellen, die bei Temperaturen knapp über dem Gefrierpunkt gelagert werden, verändern sich erfahrungsgemäß erst nach ca. zwanzig Jahren merklich. Kleine Leckagen können zu einem unbemerkten Druckanstieg in der Zelle führen, der auch dann schon zu Temperaturänderungen von einigen mK führen kann, wenn der „Wasserhammer-effekt“ noch deutlich praktiziert werden kann. Deshalb sollte aus den genannten Gründen jede Wassertripelpunktzelle in Zeitabständen von etwa fünf Jahren recalibriert werden.

## 7.5 Sicherheitshinweise

Quecksilber ist ein Umweltgift. Eine Verschleppung von Quecksilber aus zerstörten Thermometern ist unbedingt zu vermeiden.

In einigen Ländern ist der Gebrauch von Quecksilber-Glasthermometern eingeschränkt. Auch der Transport dieser Thermometer in Flugzeugen unterliegt Einschränkungen. Die jeweils geltenden Bestimmungen sind rechtzeitig in Erfahrung zu bringen.

Laboratoriumsräume, in denen Quecksilber-Glasthermometer geprüft werden, müssen mit einem quecksilberdichten Fußbodenbelag ausgestattet sein. Es ist ein Ventilationssystem in Fußbodenhöhe vorzusehen, mit dem Quecksilberdämpfe abgesaugt werden können. Freigewordenes Quecksilber ist unverzüglich z. B. mit einem Bindemittel zu beseitigen und als Sondermüll zu entsorgen. Geeignete Hilfsmittel sind stets bereitzuhalten.

Beim Gebrauch der Prüfmittel (insbesondere der Bäder) treten hohe und tiefe Temperaturen auf. Hier sind daher Vorsichtsmaßnahmen gegen unbeabsichtigtes Berühren zu treffen. Thermometer sind niemals Temperaturen auszusetzen, die außerhalb des zugelassenen Betriebs- oder Lagerbereichs liegen. Der Flammpunkt der Badflüssigkeit soll mindestens 50 °C über der höchsten Verwendungstemperatur liegen. Beim Einsatz von Quecksilber-Glasthermometern in Flüssigkeitsthermostaten bei Temperaturen oberhalb des Siedepunktes von Hg (357 °C) ist besondere Vorsicht geboten (z. B. Schutzrohre verwenden). Die in den Bädern benutzten Alkohole, Öle und Salze müssen entsprechend den jeweils geltenden Vorschriften gelagert werden.

Von allen benutzten Substanzen (Hg, Alkohole, Öle, Salze) sind die Sicherheitsdatenblätter bereitzuhalten und zu beachten.

## 7.6 Muster für Angaben in Kalibrier- und Eichscheinen

In der Publikation EAL-R1 in der Fassung vom November 1995 (deutsche Übersetzung: DKD-5, Ausgabe 1998) erfolgt die Festlegung von besonderen Anforderungen an Kalibrierscheine in Übereinstimmung mit den allgemeinen Anforderungen der EN 45 001, die dazu dienen, den Kunden umfassend zu informieren und die Vergleichbarkeit und gegenseitige Anerkennung von Kalibrierscheinen insbesondere zwischen den Unterzeichnern des multilateralen Übereinkommen der EA (European co-operation for Accreditation) zu erreichen. Alle von einem akkreditierten Kalibrierlaboratorium ausgestellten Kalibrierscheine müssen die folgenden Angaben enthalten:

- a) das Wort „Kalibrierschein“ und den Namen der Akkreditierungsstelle
- b) den Namen und die Anschrift des ausstellenden Laboratoriums, wie sie in den Akkreditierungsdokumenten angegeben sind
- c) die Akkreditierungsnummer des Laboratoriums
- d) die eindeutige laufende Nummer des Kalibrierscheines
- e) das Datum, an dem die Kalibrierung oder Messung durchgeführt worden ist und das Datum der Ausstellung des Kalibrierscheines
- f) die Anzahl der Seiten, die der Kalibrierschein umfaßt
- g) die Angabe der Befugnis, gemäß der der Kalibrierschein ausgestellt wird
- h) Name(n) und Unterschrift(en) der bevollmächtigten Person(en)
- i) einen Hinweis, daß der Kalibrierschein ohne schriftliche Genehmigung des Kalibrierlaboratoriums nur vollständig abgedruckt werden darf
- j) eine geeignete Kennzeichnung (Identifikation) des Kunden

- k) die Bezeichnung des Kalibrier- oder Meßgegenstandes
- l) die Bedingungen (z. B. Umgebungsbedingungen), unter denen die Kalibrierungen oder Messungen durchgeführt worden sind
- m) die Nennung von angewendeten Festlegungen oder Verfahren
- n) eine generelle Aussage über die Rückführung der Meßergebnisse
- o) die Meßergebnisse und damit verbundenen Meßunsicherheiten und/oder eine Aussage zur Konformität mit einer festgelegten meßtechnischen Spezifikation.

Die angegebene Meßunsicherheit darf niemals kleiner als die dem Kalibrierlaboratorium von der Akkreditierungsstelle zugestandene kleinstmögliche Meßunsicherheit sein. Die pauschale Verwendung der kleinstmöglichen Meßunsicherheit als Unsicherheit einer tatsächlichen Messung ist nicht gerechtfertigt.

Ein Kalibrierschein darf keine Empfehlung zum Rekalibrierungszeitraum enthalten.

Vom Deutschen Kalibrierdienst (DKD) werden den akkreditierten Kalibrierlaboratorien Vorlagen für die erste Seite des Kalibrierscheines zur Verfügung gestellt, mit denen ein Teil der o. g. Anforderungen erfüllt wird.

Die Anforderungen an Eichscheine ergeben sich aus der Eichordnung. Im Gegensatz zum Kalibrierschein ist hier jedoch die Eichgültigkeitsdauer anzugeben.

Im folgenden wird das Muster eines DKD-Kalibrierscheines und eines Eichscheines abgedruckt.

**DEUTSCHER KALIBRIERDIENST DKD**Kalibrierlaboratorium für Temperatur  
*Calibration laboratory for temperature*

AKKREDITIERT DURCH DIE

PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT (PTB)

***Hermann Mayer Messtechnik GmbH***Kalibrierschein  
*Calibration Certificate*Kalibrierzeichen  
*Calibration mark*

47 110
DKD-K- 68002
98-06

Gegenstand  
*Object***Flüssigkeits-Glasthermometer**

Dieser Kalibrierschein dokumentiert die Rückführung auf nationale Normale zur Darstellung der Einheiten in Übereinstimmung mit dem internationalen Einheitensystem (SI).

Hersteller  
*Manufacturer***Thermo-Meßgeräte GmbH**

Der Deutsche Kalibrierdienst ist Unterzeichner des multilateralen Übereinkommens der European co-operation for Accreditation (EA) zur gegenseitigen Anerkennung der Kalibrierscheine.

Typ  
*Type***Normal-Einschlußthermometer**

Für die Einhaltung einer angemessenen Frist zur Wiederholung der Kalibrierung ist der Benutzer verantwortlich.

Fabrikat/Serien-Nr.  
*Serial number***FG 123 456***This calibration certificate documents the traceability to national standards, which realize the units of measurement according to the International System of Units (SI).*Auftraggeber  
*Customer***Musterbau Müller GmbH  
D-90123 Mülheim***The Deutscher Kalibrierdienst is signatory to the multilateral agreement of the European co-operation for Accreditation (EA) for the mutual recognition of calibration certificates.*Auftragsnummer  
*Order No.***1998/48-1234***The user is obliged to have the object recalibrated at appropriate intervals.*Anzahl der Seiten des Kalibrierscheines  
*Number of pages of the certificate***2**Datum der Kalibrierung  
*Date of calibration***10. Juni 1998**

Dieser Kalibrierschein darf nur vollständig und unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge oder Änderungen bedürfen der Genehmigung sowohl der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt als auch des ausstellenden Kalibrierlaboratoriums. Kalibrierscheine ohne Unterschrift und Stempel haben keine Gültigkeit.

*This calibration certificate may not be reproduced other than in full except with the permission of both the Physikalisch-Technische Bundesanstalt and the issuing laboratory. Calibration certificates without signature and seal are not valid.*Stempel  
*Seal*Datum  
*Date*Leiter des Kalibrierlaboratoriums  
*Head of the calibration laboratory*Bearbeiter  
*Person in charge*

47 110

DKD-K-

68002

98-06

Seite  
Page 2

## 1. Gegenstand der Kalibrierung

Meßgeräteart:	Einschlußthermometer
Meßbereich:	18,90 °C bis 21,10 °C
Hilfsskale am Eispunkt:	-0,16 °C bis 0,05 °C
Skalenwert:	0,01 °C
Thermometrische Flüssigkeit:	Quecksilber
Justierung:	ganz eintauchend
Strichmarke:	0 °C

## 2. Kalibrierverfahren

entsprechend den PTB-Prüfregeln Flüssigkeitsglasthermometer 14.01-67. Als Gebrauchsnormale wurden zwei Standard-Platin-Widerstandsthermometer verwendet, die rückführbar auf nationale Normale kalibriert waren.

## 3. Meßergebnisse

In Tabelle 1 sind die aus den Kalibrierwerten ermittelten reduzierten Korrekturen für die angegebenen Temperaturen wiedergegeben.

Tabelle 1

Temperatur $t_{90}$ in °C	Reduzierte Korrektur in °C	Meßunsicherheit in °C
19,00	+0,01	0,02
19,50	+0,01	0,02
20,00	+0,02	0,02
20,50	+0,02	0,02
21,00	+0,01	0,02

Für die Eispunktkorrektur wurde unmittelbar nach dem letzten Prüfpunkt der Wert -0,02 °C gemessen.

Für die angegebenen Prüfergebnisse gilt die Beziehung:

Temperatur gleich Thermometeranzeige plus reduzierte Korrektur plus Eispunktkorrektur.

Dabei ist die Eispunktkorrektur die Anzeigekorrektur für die Skalenstelle 0 °C des Thermometers.

Die angegebenen reduzierten Korrekturen gelten:

- für senkrechte Stellung des Thermometers
- für den Außendruck  $1 \cdot 10^5$  Pa
- unter der Voraussetzung, daß das Thermometer einschließlich der Fadenskuppe, aber ausschließlich der Expansionserweiterung eintaucht.

## 4. Meßunsicherheit

Reduzierte Korrekturen werden durch thermische Nachwirkungen (Depression, Anstieg) praktisch nicht beeinflusst. Die thermische Vorgeschichte des Thermometers wirkt sich dagegen auf die Eispunktkorrektur aus, die bei Präzisionsmessungen unmittelbar nach der Messung neu bestimmt werden muß.

Angegeben ist die erweiterte Meßunsicherheit, die sich aus der Standardmeßunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor  $k = 2$  ergibt. Sie wurde gemäß dem "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" (ISO, 1995) ermittelt. Der Wert der Meßgröße liegt im Regelfall mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.

## LANDESAMT FÜR MESS- UND EICHWESEN MUSTERLAND

MUSTERLANDS STATE OFFICE OF METROLOGY AND VERIFICATION

## EICHAMT FÜR MESSGERÄTE AUS GLAS

VERIFICATION OFFICE FOR MEASURING INSTRUMENTS MADE OF GLASS

DIE BEI DEN MESSUNGEN VERWENDETEN NORMALE SIND AN DIE NATIONALEN NORMALE DER BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND BEI DER PHYSIKALISCH-TECHNISCHEN BUNDESANSTALT (PTB) ANGESCHLOSSEN.

THE STANDARDS USED FOR THE MEASUREMENTS ARE TRACEABLE TO THE NATIONAL STANDARDS OF THE FEDERAL REPUBLIC OF GERMANY AT THE PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT (PTB).

## Eichschein

Verification certificate



Nummer des Eichscheines

1245

Number of verification certificate

Gegenstand der Eichung

Flüssigkeits-Glasthermometer

Object of verification

Hersteller

Thermometer-Schulze

Manufacturer

10111 Neuenaltstadt

Identifikation

Laborthermometer

Identification

Antragsteller

Musterbau GmbH,

Applicant

12345 Musterdorf

Anzahl der Seiten des Eichscheines

2

Number of pages of the verification certificate

Ort und Datum der Eichung

Musterstadt, den 1.1.99

Place and date of verification

Gültigkeit der Eichung

x Jahre

Validity of verification

Stempelzeichen

Marking

1245



Eichscheine ohne Unterschrift und Dienstsiegel haben keine Gültigkeit. Dieser Eichschein darf nur vollständig und unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge oder Änderungen bedürfen der Genehmigung der Eichbehörde.

Verification certificates without signature and official stamp are not valid. This verification certificate may only be reproduced in complete and unchanged form. Extracts or amendments require the approval of the verification office.

Ort und Datum

Dienstsiegel

Unterschrift

Place and date

Official stamp

Signature

Musterstadt, 1999-01-13

Mustermann



**Zusätzliche Angaben zum Gegenstand der Eichung**

*Additional comments concerning object of verification*

Meßbereich 0 °C bis 120 °C  
*Range*

Skalenteilungswert 2 °C  
*Graduation*

Strichmarke bei 0 °C  
*Datum mark at*

**Eichverfahren**

*Procedure of verification*

Die Eichung erfolgte im gerührten Flüssigkeitsbad durch Vergleich mit den Flüssigkeits-Glasthermometer-Normalen 15/D15/97, 25/D15/97  
*The verification was carried out in stirred liquid bath by comparison with the liquid-in-glass-standard-thermometers 15/D15/97, 25/D15/97*

**Meßbedingungen**

*Measurement conditions*

Wie in PTB-Prüfregel 14.01-99 „Flüssigkeits-Glasthermometer“ beschrieben.

*As described in PTB Testing instructions 14.01-99 "Liquid-in-Glass-Thermometers".*

**Ergebnis der Eichung**

*Result of verification*

Thermometeranzeige <i>Thermometer reading</i> °C	Anzeigekorrektur <i>Correction for thermometer reading</i> °C	Meßunsicherheit <i>Uncertainty of measurement</i> °C
0,0	0,0	0,5
10,0	0,2	0,5
20,0	0,2	0,5
30,0	0,4	0,5
40,0	0,2	0,5
50,0	0,0	0,5
60,0	-0,2	0,5
70,0	-0,2	0,5
80,0	-0,4	0,5
90,0	-0,4	0,5
100,0	-0,2	0,5
110,0	0,0	0,8
120,0	0,05	0,8

**Meßunsicherheit**

*Uncertainty of measurement*

Die Meßunsicherheit setzt sich aus den Unsicherheiten des Eichverfahrens und denen des Gegenstandes der Eichung während der Eichung zusammen. Ein Anteil für die Langzeitstabilität des Gegenstandes der Eichung ist nicht enthalten. Angegeben ist die erweiterte Meßunsicherheit, die sich aus der Standardmeßunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor  $k=2$  ergibt. Sie wurde gemäß DIN „Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen“ ermittelt. Der Wert der Meßgröße liegt im Regelfall mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.

*The uncertainty of measurement is composed of the uncertainty of the verification method and the uncertainties of the object to be verified. The uncertainty of measurement stated is the expanded uncertainty which is obtained from the standard uncertainty of measurement by multiplication by the expansion factor  $k=2$ . It was determined in accordance with „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“. Normally, with a probability of approx. 95 %, the value of the measure lies within the interval assigned.*

**Hinweise**

*Notes*

- Die der Thermometeranzeige entsprechende Temperatur ergibt sich nach der Beziehung  
*The temperature corresponding to the thermometer reading is obtained in accordance to the relation*  
Temperatur = Thermometeranzeige + Anzeigekorrektur  
*temperature = thermometer reading + correction.*
  - Die angegebenen Anzeigekorrekturen gelten für  
*The corrections determined are valid for*
    - a) senkrechte Stellung des Thermometers, *the thermometer has the vertical position,*
    - b) den Außendruck 1013,25 hPa, *ambient pressure 1013,25 hPa,*
    - c) unter der Voraussetzung, daß das Thermometer einschließlich der Fadenkuppe, aber ausschließlich der Expansionserweiterung eintaucht.  
*on condition that the thermometer is total immersed.*
  - Wenn das Thermometer nicht ganztauchend benutzt wird, ist die Thermometeranzeige durch Anbringen einer Fadenkorrektur zu berichtigen.  
*If the thermometer is not used total immersed, an emergence column correction is necessary.*
  - Die Werte sind auf die ITS-90 bezogen.  
*The results are in accordance with the ITS-90.*
- Die Gültigkeit der Eichung erlischt vorzeitig, wenn eine der in §13 Absatz 1 der Eichordnung beschriebenen Veränderungen eingetreten ist.  
*The validity of verification premature expires, if one of the changes listed in § 13 section 1 of the Eichordnung are occurred.*
  - Im Zweifelsfälle gilt der deutsche Text des Eichscheines.  
*In case of doubt, the German text shall prevail.*

## 7.7 Englische Begriffe

liquid-in-glass thermometer	Flüssigkeits-Glasthermometer
auxillary scale	Hilfsskale
contraction chamber	Kontraktionserweiterung
bulb	Gefäß
capillary	Kapillare
column	Faden
elc (emergent liquid column)	herausragender Faden
enclosed-scale thermometer	Einschlußthermometer
expansion chamber	Expansionserweiterung
graduation	Skalenteilungswert
immersion line	Eintauchlinie
main scale	Hauptskale
solid-stem thermometer	Stabthermometer
specified average elc temperature	Fadenbezugstemperatur
immersion	Eintauchen
complete immersion	vollständiges Eintauchen
partial immersion	teilweises Eintauchen
total immersion	ganzes Eintauchen



## **7.8 Verzeichnis der Normen und Vorschriften zu Flüssigkeits-Glasmotermometern (ohne medizinische Thermometer)**

DIN 1319	Grundlagen der Meßtechnik
DIN 12 769	Flüssigkeits-Glasmotermometer; Übersicht
DIN 12 770	Flüssigkeits-Glasmotermometer – Allgemeine Bestimmungen (entspricht weitgehend ISO 386)
DIN 12 771	Kalorimeter-Einschlußthermometer – Meßbereichsspanne 6 °C
DIN 12 775	Laborthermometer – Skalenwerte 0,1 °C, 0,2 °C und 0,5 °C
DIN 12 776	Allihn-Thermometersatz
DIN 12 777	Anschütz-Thermometersatz
DIN 12 778	Laborthermometer, Skalenwerte 1 °C und 2 °C
DIN 12 779	Laborthermometer, schnellanzeigend (Destillationsthermometer)
DIN 12 781	Labor-Stockthermometer
DIN 12 784	Thermometer mit Kernschliff
DIN 12 785	Laborthermometer für besondere Zwecke
DIN 12 786	Einschlußthermometer für wärmewirtschaftliche Untersuchungen
DIN 12 789	Beckmannthermometer – Einstell-Einschlußthermometer
DIN 12 799	Allgebrauchs-Stabthermometer
DIN 12 878	Einstellbare Flüssigkeits-Glas-Kontaktthermometer
DIN 16 160	Thermometer; Begriffe
DIN 16 167, 16 168, 16 174, 16 175, 16 176, 16 179, 16 181, 16 182, 16 185, 16 186, 16 189, 16 190, 16 191, 16 195:	Maschinen-Glasmotermometer, verschiedene Ausführungen
DIN 58 653	Minimum-Thermometer
DIN 58 654	Maximum-Thermometer
DIN 58 655	Erdboden-Thermometer 20 mm bis 310 mm
DIN 58 660	Thermometer 370 für Psychrometer
DIN 58 664	Erdboden-Tiefenthermometer

- VDI/VDE 3511 Blatt 1 (Technische Regel): Technische Temperaturmessungen  
Blatt 1: Grundlagen und Übersicht über besondere Temperaturmeßverfahren
- VDI/VDE 3511 Blatt 2 (Technische Regel): Technische Temperaturmessungen  
Blatt 2: Berührungsthermometer
- ISO 386 Liquid-in-glass laboratory thermometers
- ISO 651 Solid-stem calorimeter thermometers
- ISO 652 Enclosed-scale calorimeter thermometers
- ISO 653 Long solid-stem thermometers for precision use
- ISO 654 Short solid-stem thermometers for precision use
- ISO 655 Long enclosed-scale thermometers for precision use
- ISO 656 Short enclosed-scale thermometers for precision use
- ISO 1770 Solid-stem general purpose thermometers
- ISO 1770 Enclosed-scale general purpose thermometers
- ISO 4786 Enclosed-scale adjustable-range thermometers
- ISO 4795 Glass for thermometer bulbs
- ASTM E1 ASTM Thermometers (liquid-in-glass thermometers)
- ASTM E77 Inspection and verification of liquid-in-glass thermometers
- BS 593 Laboratory Thermometers
- BS 791 Calorimeter Thermometers
- BS 1365 Short range, short stem thermometers
- BS 1704 General Purpose Thermometers
- BS 1900 Secondary Reference Thermometers

## 7.9 Literatur

- [Bedford] R. E. Bedford et al.: Recommended values of temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a selected set of secondary reference points, *Metrologia* 33 (1996), S. 133-154
- [DKD-3] Angabe der Meßunsicherheit bei Kalibrierungen. Braunschweig 1998
- [ITS-90] Preston-Thomas: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia* 27 (1990), S. 3-10
- [MEU] Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen. Beuth-Verlag 1996. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement  
siehe hierzu auch: W. Blanke: Eine neue Temperaturskala. Die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-90). PTB-Mitteilungen 99 (1989), S. 411-418
- [Nicholas] J. V. Nicholas, D. R. White: Traceable Temperatures, John Wiley & Sons 1994, ISBN 0 471 93803 3
- [Quinn] T. J. Quinn: Temperature, Academic Press 1990, ISBN 0 12 569681
- [Rusby] R. L. Rusby, R. P. Hudson, M. Durieux: Revised Values for  $(t_{90} - t_{68})$  from 630 °C to 1064 °C. *Metrologia* 31 (1994), S. 149-153
- [Scheibe] W. Scheibe und H. Marquart: „Tiefsee-Umkippthermometer, ihre Arbeitsweise und Prüfung“. PTB-Mitteilungen 4/68, S. 275 ff.
- [VIM] International Vocabulary of Basic and General terms in Metrology. Deutsch: Internationales Wörterbuch der Metrologie, Beuth-Verlag 1994
- [Wilhelm] H. Wilhelm: Glaskthermometer – Ihre Herstellung und Verwendung, Weinheim 1959
- [Wise] Jacqueline Wise: Liquid-In-Glass Thermometer Calibration Service, NIST Special Publication 250-23, Gaithersburg 1988

## Bildverzeichnis

Nr.	Bezeichnung	Seite
1.1	Flüssigkeits-Glasthermometer	6
1.2	Eintauchbedingungen	7
2.1	Kapillarformen bei Stabthermometern	10
2.2	Verschlußarten bei Stabthermometern	11
2.3	Kapillarformen bei Einschlußthermometern	11
2.4	Verschlußarten bei Einschlußthermometern	12
2.5	Plattenthermometer	13
2.6	Maschinen-Glasthermometer	13
2.7	Kalorimeterthermometer	14
2.8	Fadenthermometer	14
2.9	Stockthermometer	15
2.10	Winkelthermometer	15
2.11	Kontaktthermometer	16
2.12	Maximum-Thermometer	17
2.13	Minimum-Thermometer	17
2.14	Einstellthermometer (Beckmannthermometer)	18
2.15	Tiefsee-Umkippthermometer	19
4.1	Fadenkorrektur ganz eintauchend	33
4.2	Fadenkorrektur teilweise eintauchend	35
5.1	Ablaufplan für den Gesamtauftrag	41
5.2	Ablaufplan für die meßtechnische Prüfung	42
5.3	Einbau des Thermometers bei der Bestimmung $\gamma$ der Empfindlichkeit	57
7.1	Aufbau einer Wasser-Triplepunktzelle	91
	Muster-Kalibrierschein	96
	Muster-Eichschein	98

## Tabellenverzeichnis

Nr.	Bezeichnung	Seite
1.1	Definierende Fixpunkte der ITS-90	4
1.2	Sekundäre Fixpunkte der ITS-90	4
1.3	Anforderungen an Flüssigkeits-Glasthermometer	9
3.1	Empfohlene Flüssigkeiten für Bad-Thermostate	24
4.1	Durchschnittswerte für den relativen Ausdehnungskoeffizienten $\gamma$	30
4.2	Wichtige Thermometergläser	30
4.3	Relativer Ausdehnungskoeffizient $\gamma$ verschiedener thermometrischer Flüssigkeiten in zugelassenen Thermometergläsern	31
5.1	Maßnahmen bei Mängeln an der thermometrischen Flüssigkeit	45
5.2	Reihenfolge der Meßwertaufnahme bei der Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern	54
5.3	Druckabhängigkeit der Siedetemperatur für Wasser	58
5.4	Prüfpunkte in Abhängigkeit vom Skalenteilungswert	65
5.5	Skalenendwert und Prüfdruck	67
6.1	Beispiel für Meßunsicherheit bei der Kalibrierung eines Quecksilber-Glasthermometers	78
6.2	Beispiel für Meßmittel und deren Beiträge zur Meßunsicherheit der Kalibrierung von Thermometern	80
6.3	Beiträge zu den Meßunsicherheiten für ein Modell-Kalibrierlaboratorium	81
6.4	Beispiel für kleinstmögliche Meßunsicherheiten (nicht benetzende Flüssigkeiten)	82
6.5	Beispiel für kleinstmögliche Meßunsicherheiten (benetzende Flüssigkeiten)	83

