

# ULUSLARARASI SICAKLIK ÖLÇEĞİ 1990 (ITS-90)'NIN ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜNDE (UME) GERÇEKLEŞTİRİLMESİ VE MUHAFAZASI

Ahmet T İNCE ve Aliye KARTAL  
TÜBİTAK, Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)

## ÖZET

Helyumun buhar basınç sıcaklığı 3 Kelvin'den başlayarak bakırın donma noktası sıcaklığı olan 1357.77 Kelvin'e kadar olan sıcaklık ölçümlerinin tüm Dünyada izlenebilir olabilmesi için 1990'da yayınlanan [1] Uluslararası Sıcaklık Ölçeğinin (ITS-90) belirlediği koşullarda, sıcaklık ölçümlerinin gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Her ülke mevcut ITS-90 sıcaklık ölçüğünü ilk önce uluslararası alanda sonra ulusal alanda izlenebilirliğinin oluşturulması gerekmektedir.

UME sıcaklık laboratuvarı, ITS-90 sıcaklık ölçüğünü Civadan (-38.8344 °C) başlayarak Gümüşün donma noktası sıcaklığına (961.78 °C) kadar olan sıcaklık aralığında kurmayı başarmıştır. ITS-90 sıcaklık ölçüğünün UME'de tanınması ve muhafazası gerçekleştirilmiştir. ITS-90 sıcaklık ölçüğünün kabul ettiği referans termometrelerin (SPRT'ler) kalibrasyonlarını ait metodlar geliştirilerek referans termometrelerin UME'de kalibrasyonları birincil düzeyde istenilen belirsizlikle yapılmaktadır.

## 1.0 GİRİŞ

Metroloji bir ülkedeki ölçme, standartlaşma, kontrol ve kalite sisteminin altyapısının oluşturmak kalite güvenliği için ürün özelliklerinin belirlenmesine ve kalite kontrolüne ilişkin kapsamlı bir sistem olmasını sağlar. Ayrıca bir ülkenin hayat standardının yükseltilmesinde, çevrenin ve tüketicinin korunmasında, bilimsel ve teknik araştırmalarda ve daha birçok konuda önemli bir yer tutmaktadır. Oldukça geniş kapsamlı bilimsel çalışmalarla, elde edilen ve zamanla değişimi yılda milyonda bir derecesinde olan standartların doğrulukları, kalibrasyon aracılığıyla tüm ölçme ve test cihazlarına aktarılır. Bu şekilde oluşturulan her ölçüm, BIPM (uluslararası Ölçü ve Ağırlıklar Bürosu) tarafından bilimsel tanımları yapılmış yedi temel ölçüm birimine bağlanır. Metre, Kilogram, Saniye, Amper, Kelvin, Kandela, ve Mol olarak anılan bu birimler, yapılan tüm ölçümelerin SI Uluslararası birimler sistem'indeki temellerini oluştururlar.

Sıcaklık birimi Kelvin (K) evrensel olarak maddenin en iyi tanımlanmış ve tekrarlanabilir hali olan suyun üçlü noktasının termodinamik (mutlak) sıcaklığının 1/273.16'sı olarak tanımlanmıştır. Sıcaklığın günlük hayatı kullanılan santigrad dereceye çevrilmesi aşağıdaki eşitlik ile gerçekleştirilir.

$$t/ ^\circ\text{C} = T/\text{K} - 273.15$$

$t/^\circ\text{C}$  sıcaklığı derece santograd,  $T/\text{K}$  ise Kelvin sıcaklığıdır. Buna göre suyun üçlü noktası sıcaklığı  $0.01\text{ }^\circ\text{C}$  dir.

### **1.1. Daha Onceki Sıcaklık Ölçekleri Ve ITS-90 Sıcaklık Ölçeği [1-2]**

#### **(i) ITS-27**

ITS-27 pek çok tekrarlanabilir sıcaklıklardan veya belli sıcaklıklarını veren sabit noktalardan ve bütün ölçek boyunca farklı bölgelerde kullanılan üç farklı cihazdan oluşur. Platin termometre düşük sıcaklıklarda, %10 rodyum-platin ısilçift orta bölgede ve optik pyrometre de yüksek sıcaklıklarda kullanılır.

Platin termometre için sabit noktalar, buz noktası ( $0.000\text{ }^\circ\text{C}$ ), oksijen, su ve sülfürün kaynama noktaları (sırası ile  $-182.97\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $100.000\text{ }^\circ\text{C}$  ve  $444.60\text{ }^\circ\text{C}$ ) olarak tanımlanır. Optik pyrometre için ise sabit nokta altının donma noktası ve kullanılan formül de Wien kanunudur.

#### **(ii) ITS-48**

Platin direnç termometresinin alt sınır aralığı  $-190\text{ }^\circ\text{C}$ 'den oksijenin kaynama noktası  $-182.97\text{ }^\circ\text{C}$  olarak değiştirildi ve Platin termometreleri ile ısilçiftin birleşme noktası antimonun donma noktası olarak belirlendi. Gümüşün donma noktası  $960.5\text{ }^\circ\text{C}$  yerine  $960.8\text{ }^\circ\text{C}$  olarak tanımlandı. Altının donma noktası altının ergime noktası ( $1063\text{ }^\circ\text{C}$ ) olarak değiştirildi. Planck radyasyon kanunu kullanılmaya başlandı. İkinci radyasyon katsayısı,  $c_2$ 'nin, değeri  $1.432 \times 10^{-2}$  metre kelvin yerine  $1.438 \times 10^{-2}$  metre kelvin oldu. Standart direnç termometre ve ısilçiftin interpolasyon formülündeki sabitler izinli aralıkta yeniden değiştirildi.

#### **(iii) IPTS-48**

1960 yılında ITS-48 üzerinde yapılan bir değişiklikle 1954 yılında termodinamik sıcaklık birimi Kelvin'in tek tanımı olarak kabul edilen suyun üçlü noktası, bu bölgede, kalibrasyon noktası olarak buz noktasının yerine kabul edildi. Çinkonun donma noktasında sülfürün kaynama noktası yerine tercih edildi. Standart direnç termometre ve ısilçiftin interpolasyon formülündeki sabitler izinli aralıkta yeniden değiştirildi.

#### **(iv) IPTS-68**

1968 yılında, Uluslararası Pratik Sıcaklık Ölçeği, kabul edildi. Burada ölçülen değerlerin termodinamik değerlerine yaklaşırnan pek çok rakamsal değişiklikler yapıldı. Ölçeğin alt limiti  $13.81\text{ K}$ 'e uzatıldı ve altı tane sabit nokta ölçeye katıldı. Hesaplamalarda kullanılan sabitlerde de değişiklikler yapıldı. Sülfürün kaynama noktası yok edildi. Direnç termometre aralığı için interpolasyon formülü daha karışık oldu. İkinci radyasyon katsayısı,  $c_2$ 'nin, değeri  $1.4388 \times 10^{-2}$  metre kelvin oldu. Standart direnç termometre ve ısilçiftin interpolasyon formülündeki sabitler izinli aralıkta değiştirildi.

#### **(v) Uluslararası Sıcaklık Ölçeği (ITS-90)'nın Tanımı**

ITS-90 sıcaklık ölçü, daha önce kullanılan çok uluslararası sıcaklık ölçüğünün bugüne dek gelişmesiyle ortaya çıkmıştır. Bu ölçekler, sıcaklık ölçümünün doğru ve

tekrarlanabilir bir şekilde yapılmasına ve ölçülen sıcaklığa karşılık gelen termodinamik sıcaklığa en yakın şekilde hesaplanabilmesine olanak verecek şekilde formüle edilmiştir.

Uluslararası Ölçü ve Ağırlıklar Komitesi tarafından 1989 yılında, 1968 Uluslararası Sıcaklık Ölçeğinin yerine kabul edilen 1990 Uluslararası Sıcaklık Ölçeğidir [1].

ITS-90 0.65K 'den Planck radyasyon (monokromatik radyasyonu kullanarak) kanununa göre pratik olarak ölçülebilen en yüksek sıcaklığa (1357.77K) kadar uzanır. ITS-90 herbirinde  $T_{90}$  sıcaklıklarının tanımlandığı aralıkları ve alt-aralıkları kapsar. Bu aralık ve alt-aralıkların bir kısmı üst üste gelmektedir ve bu durumun olduğu yerlerde  $T_{90}$ 'ın farklı tanımlamaları mevcuttur. Bu farklı tanımlamalar eşit statüye sahiptir. Aynı sıcaklıkta, farklı tanımlamalara göre yapılan yüksek doğruluklu ölçümler arasında sayısal farklılıklar meydana gelebilir. Tanımlanmış iki sabit noktası arasında bulunan bir sıcaklık için kabul edilen iki interpolasyon aleti sayısal farklılıkta  $T_{90}$  değeri verebilir. Gerçekte bütün bu durumlarda ortaya çıkan farklılıklar ihmali edilir düzeydedir.

ITS-90 öyle bir şekilde düzenlenmiştir ki; aralıklar boyunca verilen herhangi bir sıcaklık için  $T_{90}$ 'ın sayısal değeri, ölçegin kabul edildiği zamanda en iyi şekilde hesaplanan sayısal değerine bir yaklaşımdır. Termodinamik sıcaklıkların direkt ölçümleriyle karşılaştırılarak suretiyle,  $T_{90}$  ölçümleri daha kolay yapılır; daha doğru ve tekrarlanabilir özelliğe sahiptir.

ITS-90, alt bölgelerinde tanımlı sabit noktalar (tablo 1 de verilmiştir) ve bu bölgelere ait interpolasyon cihaz ve denklemlerinin kullanıldığı sıcaklık Ölçeğidir.

**Tablo 1. ITS-90 ölçüğünü oluşturan sabit noktalar**

Numara	Sıcaklık $T_{90}$ / K	Madde	Durum	$W_r(T_{90})$
1	3 - 5	He	vp	
2	13.8033	e-H <sub>2</sub>	tp	0.001 19007
3	≈17	e-H <sub>2</sub>	vp	(0.002 296 46)
4	≈20.3	(veya He)	(veya gp)	(0.004 235 36)
		e-H <sub>2</sub>	vp	
		(veya He)	(veya gp)	
5	24.5561	Ne	tp	0.008 449 74
6	54.3584	O <sub>2</sub>	tp	0.091 718 04
7	83.8058	Ar	tp	0.215 859 75
8	234.3156	Hg	tp	0.844 142 11
9	273.16	H <sub>2</sub> O	tp	1.000 000 00
10	302.9146	Ga	mp	1.118 138 89
11	429.7485	In	fp	1.609 801 85
12	505.078	Sn	fp	1.892 797 68
13	692.677	Zn	fp	2.568 917 30
14	933.473	Al	fp	3.376 008 60
15	1234.93	Ag	fp	4.286 420 53
16	1337.33	Au	fp	
17	1357.77	Cu	fp	

ITS-90'da, 0.65K-5 K arasında  $^3\text{He}$  ve  $^4\text{He}$  gaz-basınç ilişkileri, 3K-24.5561K arasında gaz termometresi, 13.8033K-1234.93K arasında Platin direnç termometresi ve 1234.93K'in üzerinde Planck radyasyon kanunu interpolasyon cihaz ve eşitlikleri olarak kullanılır.

## 2.0. ITS-90 SABİT NOKTALARININ GERÇEKLEŞTİRİLMESİ VE STANDART PLATİN DİRENÇ TERMOMETRELERİNİN (SPRT'S) ITS-90'A GÖRE KALİBRASYONLARI [3]

Standart platin direnç termometreleri, sıcaklık ölçümlerinde interpolasyon aleti olarak kullanılmak üzere Uluslararası Sıcaklık Ölçeği 1990 (ITS-90) tarafından [1] tanımlanmıştır. Standart platin termometreleri 13.8K ile 961.78 °C sıcaklık aralığını kapsar. 13.80 K ile 273.16 K (0.01 °C) arasında genellikle  $25\Omega$  (273.16 K deki değeri) kapsül tipi termometreler kullanılır. Long stemmed (uzun gövdeli) tipi termometreler (bunlarda  $25\Omega$ ) ise -189 °C ile 660 °C arasında kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık termometreleri, genellikle  $0.2\Omega$  ve  $2.5\Omega$  (273.16 K deki değerleri), 0 °C ile 961.78 °C aralığında kullanılırlar.

Uluslararası Sıcaklık Ölçeği 1990'a göre standart termometrelerin kalibrasyonlarının yapılabilmesi için standart termometreler aşağıdaki şartları sağlamalıdır;

$$W(t_{90}) = R(t_{90}) / R(0.01^\circ\text{C}),$$

bu eşitlige göre,  $R(t_{90})$ ; standart termometrelerinin belli bir sıcaklıktaki direnç değeri,  $R(0.01^\circ\text{C})$ ; standart direnç termometrenin suyun üçlü noktasındaki direnç değeridir.

Galyumun erime noktasında,

$$W(t_{90}) \geq 1.11807,$$

Civanın üçlü noktasında,

$$W(t_{90}) \leq 0.844235 \text{ olmalıdır.}$$

Bu değerlerden birini sağlayan standart platin direnç termometreleri istenilen kalibrasyon aralığında gerekli sabit noktalarda kalibrasyona tabi tutulur.

Kalibrasyon sonucunda alınan ölçümlerin ITS-90'nın ön gördüğü denklemlerde yerine koyarak termometrelerin ITS-90'a göre sapma katsayıları hesaplanır, ve termometreye ait sertifika düzenlenir.

Kalibrasyon sertifikası, standart platin termometrenin değişik sabit noktalardaki direnç değerlerini, ITS-90'a göre sapma katsayılarını, termometrenin suyun üçlü noktasındaki (SÜN) kararlığını ve kalibrasyon belirsizliğini içermektedir.

## **2.1. Suyun Üçlü Noktasında Ölçümler**

Standart platin direnç termometrelerin suyun üçlü noktasındaki ölçümlerinin gerekliliği;

- ⇒ termometreler için gerekli direnç oranlarının hesaplanması,
- ⇒ termometrelerin her bir sabit noktadan sonra suyun üçlü noktasında ölçülmesi ile termometrelerin kalibrasyonlarından sonuna kadar kararlılıklarının kontrol edilmesi.
- ⇒ kalibrasyonu yapılmış termometrelerin direnç değerlerinin zamanla değişip değişmediğinin kontrolünde kullanılır.

## **2.2. Suyun Üçlü Noktasının Ölçümü Ve Hazırlanış Yöntemleri**

Suyun üçlü noktası hücreleri ilk önce 2 saat yaklaşık 0°C de olan suyun üçlü noktası muhafaza banyosunda soğumaya bırakılır. Suyun üçlü noktası hücresi içindeki, termometrenin girdiği tüpün etrafında homojen bir buz tabakası oluşması için, UME kullanılan yöntemlerden iki tanesi aşağıda açıklanmıştır [3].

### **i) Kuru karbon dioksit yöntemi (kuru buz)**

Hücrenin içindeki termometrenin daldırıldığı tüp, kuru pamuk ile iyice temizlenir. Çok iyi bir şekilde ufalanmış katı CO<sub>2</sub>, suyun üçlü nokta hücresi içine boşaltılır ve katı CO<sub>2</sub> hücrenin içinde homojen olarak dağılmasına dikkat edilir. Hücre el ile yavaşça vurularak katı CO<sub>2</sub>'in homojen olarak yukarıdan aşağıya doğru dağılması sağlanır.

SÜN hücresi içindeki katı CO<sub>2</sub> seviyesi ile hücrenin içindeki su seviyesinin aynı olması gereklidir. Eğer katı CO<sub>2</sub> seviyesi su seviyesinden fazla ise, hücrenin içindeki su seviyesinin üst tarafında buz köprüsü oluşabilir ve bu suyun üçlü noktası hücresinin kırılmasına sebep olabilir. Eğer buz köprüsü oluşursa, hücrenin üst tarafı başparmak ve orta parmak arasında hareket ettirilerek oluşan buz köprüsü eritilir ve hücrenin kırılması önlenir.

Buz tabakasının kalınlığı 4mm-8mm arasında olduğunda katı CO<sub>2</sub> eklenmesi durdurulur. Bunun kontrolü, hücrenin alt tarafını içinde 0 °C de buz su karışımı içeren beher içine daldırılıp, beherin yan cephesinden bakılınca oluşan buzun kalınlığının ne kadar olduğu rahatlıkla gözlenir. Oluşan buz tabakası ile hücrenin dış duvarı arasındaki mesafe 2mm den az olmamalıdır, aksi takdirde SÜN hücresi buz tabakasının genişlemesinden dolayı kırılabilir. Geriye kalan CO<sub>2</sub> hücreyi çok yavaş eğilerek dışarı dökülür veya hücrenin içinde kendi kendine buharlaşması için bırakılır. Hücrenin içi en az iki kez saf su ile yıkanır ve tekrar yerine buzda soğutulmuş su konur. Bu işlem buz tabakası hücre içinde döndürülmeden önce yapılmalıdır. SÜN hücresi muhafaza banyosuna konulur ve kararlı hale gelmesi için en az 24 saat beklenir (veya tercihen iki gün).

Ölçüme başlamadan önce oda sıcaklığında olan metal (veya cam) çubuk (7 mm çapında) SÜN hücresinde yaklaşık bir dakika daldırılır ve bir miktar buzun erimesi sağlanır. Hücre çok yavaşça ve nazikçe döndürülür ve buz tabakasının termometrenin daldırıldığı tüpün etrafında serbestce döndüğü gözlenir. Eğer buz tabakası dönmüyor ise metal çubuk tekrar daha az bir süre ile hücreye daldırılarak işlem tekrarlanır.

### **ii) Soğuk daldırıcı çubuk yöntemi**

SÜN hücresinin içindeki termometrenin daldırıldığı tüp kuru pamuk ile iyice temizlenir. Tüpün içine 2-5 mm olacak şekilde saf alkol konulur ve 10-15 dakika boyunca ufalanmış katı CO<sub>2</sub> atılarak alt kısımda bir miktar buz tabakası oluşturulur.

SÜN hücresi, içinde buzlu su bulunan cam bir kaba konur; böylece hem ortam ile ısı transferi önlenir, hemde hücre içinde oluşan buz tabakasının kalınlığı daha iyi gözlenir.

Hücre içindeki termometrenin daldırıldığı tüp içine soğutulmuş saf alkol konur. Eklenen alkol seviyesi, kullanılan soğutma çubuğuun (başlangıç kısmı, içerisine alkol ve kuru buz konulan silindirik metal bir beher, çubuk kısmı beher içinden uzayan 40cm uzunluğunda ve 8mm çapında metal borudan oluşur) çapına ve uzunluğuna bağlıdır. Çubuk termometrenin daldırıldığı yere konduğunda, alkol seviyesi hücrenin içindeki su seviyesinden fazla olmamalıdır. 50-60 dakika içinde buz tabakası istenen kalınlığa (4mm-8mm) gelir. Oluşan buz tabakası ile hücrenin dış duvar arasındaki mesafe 2mm den az olmamalıdır aksi takdirde SÜN hücresi buz tabakasının genişlemesinden dolayı kırılabilir.

Düzgün bir buz tabakası elde ettikten sonra hücrenin içindeki alkol, hücreyi yavaşça yatırlarak boşaltılır ve hücrenin içi en az iki kez saf su ile ykanır ve tekrar hücrenin içine buzda soğultulmuş su konur. Bu işlem buz tabakası hücre içinde döndürülmeden önce yapılmalıdır.

SÜN hücresi muhafaza banyosuna konulur ve kararlı hale gelmesi için en az 24 saat beklenir (veya tercihan iki gün). Ölçümne başlamadan önce oda sıcaklığında olan metal (veya cam) çubuk (7 mm çapında) SÜN hücresine yaklaşık bir dakika daldırılır ve bir miktar buzun erimesi sağlanır. Hücre çok yavaşça ve nazikçe döndürülür ve buz tabakasının termometrenin daldırıldığı tüpün etrafında serbestce dönüp dönmediği kontrol edilir. Eğer buz tabakası dönmemyor ise metal çubuk tekrar daha az bir süre ile hücreye daldırılarak işlem tekrar edilir.

### 2.3. Ölçüm Yöntemleri

Standart platin direnç termometrelerinin (SPRT'ler) kalibrasyon düzeneği Şekil 1'de verilmektedir. Standart platin direnç termometreleri (SPRT) ilk önce 15 dakika suyun üçlü noktası muhafaza banyosuna (sıcaklık 0.008 °C) daldırılarak ön soğutma işleminden geçirilir. Yukarıdaki yöntemlerden biri kullanılarak hazırlanan suyun üçlü noktası hücreni içindeki buz tabakasının homojen ve çatlak olup olmadığı kontrol edilir. Ayrıca buz tabakasının termometre tüpü etrafında serbestce dönüp dönmediği kontrol edilir. Eğer dönmemyor ise hücrenin içine oda sıcaklığında metal veya cam çubuk 30 saniyelikine daldırılır. Ön soğutması yapılan SPRT suyun üçlü noktası hücreni içine daldırılır ve etrafi laboratuvar ışık radyosyonundan korunması için siyah bir bezle örtülür. SPRT ölçüm için F18 köprüsü ile bağlanır ve ölçümden önce yaklaşık 10 dakika beklenir.

Ölçümler 1mA akım ile gerçekleştiriliir (25 ohmluk SPRT için). Termometreye uygulanan akım  $\sqrt{2}$ mA'e çıkartılarak, termometreye uygulanan güç dağılımı iki katına çıkarılır ve termometrenin kendinden ısınma etkisi tespit edilir.

Pt-100 termometre için 0.5mA, 25Ω termometre için 1mA, 2.5Ω termometreler için 2mA ve 0.25Ω termometreler için 10mA akım kullanılır.

### 2.4. Tavlama İşlemi Ve Kararlılık Testi

UME'de kalibrasyona gelen termometrelerde uygulanan tavlama sıcaklıklarını aşağıda verilmektedir.  
420°C'e kadar kalibre edilecek termometreler 4 saat 450°C'de,  
500°C'e kadar kalibre edilecek termometreler 3 saat 560°C'de,  
660 °C'e kadar kalibre edilecek termometreler 4 saat 670°C'de,  
962 °C'e kadar kalibre edilecek termometreler 4 saat 970°C'de,  
tavlama işlemleri yapılır.

Tavlama işlemleri için tek bölgeli fırın kullanılmaktadır. Daldırma derinliği yaklaşık 40cm olup termometreler 50cm uzunluğunda kuartz cam tüpler içine konarak fırın içine daldırılmaktadırlar.

Tavlama işlemi termometrelerin kendinden gerilme ve çok kulanılmalarından gelen ekstra direnç değer artış veya azalmalarının geri kazanılmasını sağlamaktadır. Tavlama sıcaklığı

450 °C'e kadar olan sıcaklıklarda termometreler direk tavlama fırınına konur ve tavlama bitiminde direk dışarı çıkartılarak oda sıcaklığına gelmesi için bekletilirler. 560 °C'de gerçekleştirilen tavlamadan sonra termometre 450 °C gelmesi için tavlama fırını 2°C/dakika düşüş oranı ile yaklaşık 1 saat içinde 450 °C gelmesi sağlanır ve bu sıcaklıkta termometre 30 dakika bekletip dışarı çıkartılarak oda sıcaklığına gelmesi için bekletilirler.

670 °C de gerçekleştirilen tavlama sonunda fırının sıcaklığı kontrollü olarak (2°C/dakika) 2 saat içinde 450 °C e gelmesi sağlanır ve bu sıcaklıkta termometre 30 dakika bekletilip fırından dışarı çıkarılıp oda sıcaklığına gelmesi beklenir.

Tavlama işlemi sonunda ölçülen suyun üçlü noktası değerlerindeki artış, termometrenin hala gergin ve kirlenmeye maruz kaldığına işaretettir. Suyun üçlü noktası değerindeki düşüş genellikle termometredeki gerilme etkisinin azaldığını ve bununda termometre için iyi olduğuna işaretettir.

Tavlama işlemi termometrelerin suyun üçlü noktasındaki değerlerinin istenilen tekrarlanabilir değerlere ulaşılmasına kadar devam edilir. Eğer termometre 12 saatlik tavlamadan sonra hala kararsız ise termometre kararsız olduğundan kalibrasyonu yapılmaz ve iade edilir.

## 2.5. Sabit Noktalar Hakkında Genel Açıklamalar

UME'de kullanılan metal sabit noktalar %99.9999 saflikta metallerden yapılmışlardır. Bir adet Kalay hücresi dışında bütün sabit nokta hücreleri 1 atm basınçda kapatılmış hücrelerdir. Metallerin konduğu pota ultra safsızlıkta grafitten yapılmış ve bu grafit pota özel koşullarda sabit noktası metali ile doldurulmadan önce yüksek sıcaklıkta tavlanmıştır (grafit içindeki safsızlıkların giderilmesi için). Grafit pota uzun kuartz tüpün içine yerleştirildikten sonra kuartz cam tüp 1 atm basınçda kapatılır. Oluşturulan donma noktası eğrisi yaklaşık 4 ile 6 saat arasında kullanılabilmektedir. Buna karşılık 3 veya 4 termometrenin kalibrasyonu mümkündür. Oluşturulan donma noktası platosu uzun süre devam etmesi için, kalibre edilecek SPRT'ler kalibrasyona başlamadan önce ön ısıtma işlemine tabi tutulmaları gereklidir.

## 2.6. Ölçüm basamakları

Kalibrasyonu yapılacak SPRT'ler, kalibrasyon sıcaklığının üstünde (10-30 °C) bir sıcaklıkta tavlama ve kararlılık testlerinden geçirilirler. Kalibrasyon basamağı, yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa doğrudur

## 2.7. Sabit Noktaların Ölçüm Teknikleri

### Aliminyum Donma Noktasının Gerçekleştirilmesi Ve Ölçümü

Aliminyum donma noktası alkol ile temizlenir ve sabit noktası fırınına (Carbolite 1-zone sodium heat pipe system furnace) dikkatlice yerleştirilir. Hücrenin toprak bağlantısı fırının şasesine yapılır. Fırın sıcaklığı 670 °C ye 2 °C / dakika artacak şekilde ayarlanır. Potansiyometre (transformer) %50 olmalıdır. Hücre kontrol termometresi ile birlikte bütün gece fırının içinde bırakılarak hücre içindeki Aliminyumun tamamen ergimesi sağlanır.

Ertesi gün kontrol termometresi ile hücrenin sıcaklığı ölçülür ve metalin tamamen eriyip erimediği belirlenir. Erime tamamıyla gerçekleşene kadar beklemek gerekir. Gerekirse fırın sıcaklığı 2-3 °C artırılarak erime gerçekleştirilebilir.

Fırının sıcaklığı 667 °C ye düşürülür. Yaklaşık 30-60 dakika sonra kontrol termometreden denge durumu görülür. Termometre hücreden çıkarılır. Hücreye içinde metal çubuk bulunan ve oda sıcaklığındaki kuvartz tüp yavaşça daldırılır ve 60 sn. bekletildikten sonra çıkarılarak kontrol termometresi tekrar hücreye konur.

Yaklaşık 30-40 dakika sonra kontrol termometresinden platoya gelindiği gözlenir. Bundan sonra test termometrelerin ölçüme başlanır. Sabit nokta hücresine konulacak test termometresi 660 °C'de ön ısıtma işleminden geçirilir. Aksi taktirde oluşturulan donma noktası platosu kısa sürecektir. Sabit nokta hücresinden çıkarılan termometreler tekrar 660 °C sıcaklığındaki ön ısıtma fırınına konur.

Sabit noktada ölçüm alındıktan sonra, test termometrelerine daldırma derinliği testi yapılır. Test termometresi ilk önce 0 cm (tamamen daldırılmış hali) ve daha sonra 2 ve 4 cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra ve başka bir test termometresi yok ve fırın sıcaklığı kontrollü bir şekilde (2 °C / dakika) 450 °C'ye indirilir. Termometreler bu sıcaklıkta 30 dakika bekletilip dışarı çıkarılır ve soğutulduğundan sonra suyun üçlü noktası direnci ölçülür. Eğer diğer test termometreleri de kalibre edilmek isteniyorsa, sabit nokta içindeki termometre çıkarılıp ön ısıtma fırınına konur.

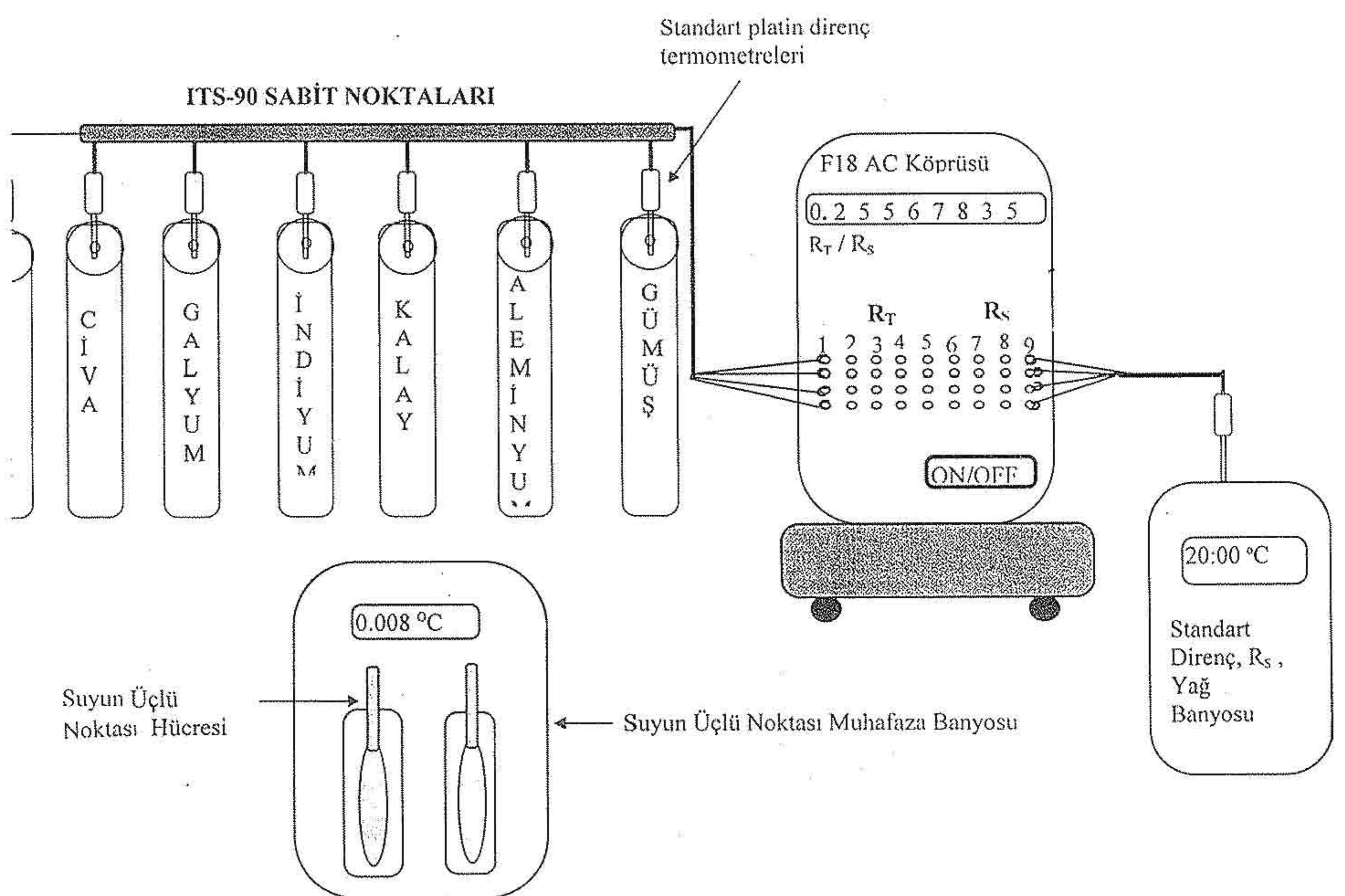
Test termometresinin ölçülen sabit noktadaki değerinin suyun üçlü noktasındaki değerine bölünmesiyle  $W_t$  değeri hesaplanır. Ayrıca sabit nokta için hidrostatik derinlik etkisi düzeltmesi yapılır.

### Cinko Donma Noktasının Gerçekleştirilmesi ve Ölçümü

Çinko donma nokta hücresi alkol ile temizlenir ve sabit nokta fırınına (Carbolite, 3-bölgeden ısıtmalı fırın) dikkatlice yerleştirilir. Fırın sıcaklığı 418°C'ye 2°C/dakika artacak şekilde ayarlanır. Hücre kontrol termometresi ile birlikte bütün gece fırının içinde bırakılarak hücre içindeki Çinko'nun tamamen ergimesi sağlanır. Ertesi gün kontrol termometresi ile hücrenin sıcaklığı ölçülür ve metalin tamamen eriyip erimediği belirlenir. Erime tamamıyla gerçekleşene kadar beklemek gerekir.

Fırının sıcaklığı 413°C ye düşürülür ve dengeye gelene kadar beklenir. Kontrol termometresi dengeye geldiğinde (Fırın 413 °C'ye ayarlandıktan 30-60 dakika içerisinde) hücreden çıkarılarak oda sıcaklığında bir dakika bekletilir ve tekrar hücreye konur. Yaklaşık 10-15 dakika sonra kontrol termometresinden, ölçümlerin donma noktası platosunda dengede olduğu gözlenir. Bundan sonra test termometrelerinin ölçüme başlanır. Sabit nokta hücresine konulacak test termometreler 430 °C'de ön ısıtma işleminden geçirilir.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra, test termometresi hücreden çıkartılmadan önce, daldırma derinliği testi yapılır. Test termometresi ilk önce 0 cm (tamamen daldırılmış hali) ve daha sonra 2 ve 4 cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır.



Şekil 1. Birinci derece sıcaklık standartlarının kalibrasyon düzeneği

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra test termometresi hücreden dışarı çıkarılarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. Oda sıcaklığında olan, test termometreleri suyun üçlü noktası değeri ölçülür.

Test termometresinin ölçülen sabit noktadaki değerinin suyun üçlü noktasındaki değerine bölünmesiyle,  $W_t$  değeri hesaplanır. Ayrıca sabit nokta için hidrostatik basınç etkisi düzeltmesi yapılır. Test PRT'leri ertesi gün yukarıdaki aynı işlem basamakları tekrarlanarak Çinko'nun donma noktası ölçümü tekrarlanır.

### Kalay Donma Noktası Gerçekleştirilmesi ve Ölçümü

Kalay donma nokta hücresi alkol ile temizlenir ve sabit nokta fırınına (Carbolite, 3-bölgeden ısıtmalı fırın) dikkatlice yerleştirilir. Fırın sıcaklığı  $232\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$  artacak şekilde ayarlanır. Hücre kontrol termometresi ile birlikte bütün gece fırının içinde bırakılarak hücre içindeki kalayın tamamen ergimesi sağlanır. ertesi gün kontrol termometresi ile hücrenin sıcaklığı ölçülür ve metalin tamamen eriyip erimedigi belirlenir. Erime tamamıyla gerçekleşene kadar beklemek gerekir.

Fırının sıcaklığı  $228.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye düşürülür ve dengeye gelene kadar beklenir. Kontrol termometresi dengeye geldiğinde fırın  $228.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlandıktan 30-60 dakika içerisinde hücreden çıkarılarak, oda sıcaklığında bulunan ve içerisinde metal çubuk olan bir cam tüp hücreye daldırılır ve 2 dakika bekletilir. Cam tüp dışarı alınır ve kontrol termometresi tekrar hücreye konur (Cam tüp hücreye konmadan önce alkol ile iyice temizlenmelidir). Yaklaşık 10-15 dakika sonra kontrol termometresinden, ölçümlerin donma noktası platosunda dengede olduğu gözlenir. Bundan sonra test termometrelerin ölçümüne başlanır. Sabit nokta hücresine konulacak test termometreleri  $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de ön ısıtma işleminden geçirilir.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra, test termometresi hücreden çıkartılmadan önce, daldırma derinliği testi yapılır. Test termometresi ilk önce 0 cm (termometrenin tamamen daldırılmış hali) ve daha sonra 2 ve 4 cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır. Bu işlem sonucunda, test termometresi hücreden dışarı çıkarılarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılır.

Oda sıcaklığında olan test termometreleri suyun üçlü noktasında ölçülür. Termometrenin kalay sabit noktasındaki direnç değeri suyun üçlü noktasındaki direnç değerine bölünmesiyle,  $W_t$  değeri elde edilir. Ayrıca sabit nokta için hidrostatik basınç etkisi düzeltmesi yapılır. Test SPRT'leri ertesi gün yukarıdaki aynı işlem basamakları tekrarlanarak Kalayın donma noktası ölçümü tekrarlanır

### İndiyum Donma Noktası Gerçekleştirilmesi ve Ölçümü

İndiyum donma nokta hücresi alkol ile temizlenir ve sabit nokta fırınına (Carbolite, 3-bölgeden ısıtmalı fırın) dikkatlice yerleştirilir. Fırın sıcaklığı  $156\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$  artacak şekilde ayarlanır. Hücre kontrol termometresi ile birlikte bütün gece fırının içinde bırakılarak hücre içindeki İndiyum'un tamamen ergimesi sağlanır.

ertesi sabah kontrol termometresi ile hücrenin sıcaklığı ölçülür ve metalin tamamen eriyip erimedigi belirlenir. Erime tamamıyla gerçekleşene kadar beklemek gerekir. Fırının sıcaklığı  $153\text{ }^{\circ}\text{C}$  ye düşürülür ve dengeye gelene kadar beklenir. Kontrol termometresi dengeye geldiğinde (Fırın  $153\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlandıktan 50-60 dakika içerisinde) hücreden çıkarılarak, oda sıcaklığında bulunan ve içerisinde metal çubuk olan bir cam tüp hücreye daldırılır ve 2 dakika bekletilir. Cam tüp dışarı alınır ve kontrol termometresi tekrar hücreye konur (Cam tüp hücreye konmadan önce alkol ile iyice temizlenmelidir).

Yaklaşık 10-15 dakika sonra kontrol termometresinden, ölçümlerin platoda dengede olduğu gözlenir. Bundan sonra test termometrelerin ölçümüne başlanır. Sabit nokta hücresinde konulacak test termometreler 160 °C'de ön ısıtma işleminden geçirilir.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra, test termometresi hücreden çıkartılmadan önce, daldırma derinliği testi yapılır. Test termometresi ilk önce 0 cm (termometrenin tamamen daldırılmış hali) ve daha sonra 2 ve 4 cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır. Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra test termometresi hücreden dışarı çıkarılarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. Oda sıcaklığındaki test termometresinin suyun üçlü noktasındaki değeri ölçülür.

Termometrenin İndiyum sabit noktasındaki direnç değeri suyun üçlü noktasındaki direnç direnç bölünmesiyle,  $W_1$  değeri elde edilir. Ayrıca sabit nokta için hidrostik derinlik etkisi düzeltmesi yapılır. Test SPRT'leri ertesi gün yukarıdaki aynı işlem basamakları tekrarlanarak İndiyum'un donma noktası ölçümü tekrarlanır

### Galyum Ergime Noktası Gerçekleştirilmesi ve Ölçümü

Termometre hücre içine yerleştirilir. Hücre içinde iletkenliği artıracak sıvının bulunması gereklidir (saf su). Düğme "MELT" moduna getirilir. "MELT" ve "WARM UP" göstergelerinin ışıkları yanar. "WARM UP" göstergesinin ışığı hücrenin iç sıcaklığına bağlı olarak 25-60 dk. yanar. Düğme "MELT" moduna gelip "WARM UP" ışığı söndükten sonra galyum erime platosadır ve hücre içindeki termometre kalibre edilebilir. "WARM UP" ışığı söndükten 2 saat sonra ölçüm yapılması gereklidir.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra, termometreye daldırma derinliği testi yapılır. Termometre ilk önce 0 cm ve daha sonra 2 ve 4cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır. Buradan termometre daldırma derinliği bulunarak daha sonraki hesaplamalarda hidrostatik basınç etkisi düzeltmesi yapılır. Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra termometre hücreden dışarı çıkarılır. Termometre ön soğutmadan sonra suyun üçlü noktası değeri ölçülür.

Termometrelerin kalibrasyonu bittikten sonra düğme "FREEZE" moduna getirilir. "FREEZE" ve "FREEZING" göstergelerinin ışıkları yanacaktır. "FREEZING" göstergesinin ışığı çevre sıcaklığına bağlı olarak yaklaşık 3 saat boyunca hücre içindeki tüm galyum katı olana kadar yanar. Test SPRT'leri ertesi gün yukarıdaki aynı işlem basamakları tekrarlanarak Galyum'un erime noktasında bir kez daha tekrarlanır.

### Civa Üçlü Noktası Gerçekleştirilmesi ve Ölçümü

Civa üçlü nokta hücresi içine kontak sıvısı olarak saf alkol konulur ve hücre alkol banyosuna yerleştirilir. Civa muhafaza banyo sıcaklığı -42 °C'ye ayarlanır. Hücre kontrol termometresi ile birlikte bütün gece fırının içinde bırakılarak hücre içindeki civanın tamamen donması sağlanır. ertesi gün banyonun kontrol paneli -42 °C değerini gösterecektir. Kontrol termometresi ile hücrenin sıcaklığı ölçülür ve metalin tamamen donup donmadığı belirlenir. Donma tamamiyla gerçekleşene kadar beklemek gereklidir. Banyonun sıcaklığı -38.3 °C ye yükseltilir ve yaklaşık 45 dakikada dengeye gelir.

Kontrol termometresi dengeye geldiğinde (Banyo -38.3 °C'ye ayarlandıktan 30-60 dakika içerisinde) hücreden çıkarılarak, oda sıcaklığında bulunan metal çubuk hücreye daldırılır ve 1.5 dakika bekletilir. Metal çubuk dışarı alınır ve kontrol termometresi tekrar hücreye konur (Metal çubuk hücreye daldırılmadan önce alkol ile iyice temizlenmelidir).

Yaklaşık 10-15 dakika sonra kontrol termometresinden platoya gelindiği gözlenir. Bundan sonra test termometrelerin ölçümüne başlanır. Sabit nokta hücresına konulacak test termometreler ön soğutma işleminden geçirilir.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra, test termometresi hücreden çıkartılmadan önce, daldırma derinliği testi yapılır. Test termometresi ilk önce 0 cm (termometrenin tamamen daldırılmış hali) ve daha sonra 2 ve 4cm hücreden yukarı yükseltilir ve sonunda yine ilk pozisyonuna (0 cm) getirilip ölçüm alınır.

Sabit noktada ölçüm tamamlandıktan sonra test termometresi hücreden dışarı çıkarılarak sıcaklığının  $0^{\circ}\text{C}$  civarına gelmesi için kısa bir süre beklenir. Test termometresinin suyun üçlü noktası değeri ölçülür.

Termometrenin civa sabit noktasındaki direnç değerinin suyun üçlü noktasındaki direnç değerine bölünmesiyle,  $W_t$ , değeri elde edilir. Ayrıca sabit nokta için hidrostatik derinlik etkisi düzeltmesi yapılır. Test SPRT'leri ertesi gün yukarıdaki aynı işlem basamakları tekrarlanarak Civanın üçlü noktasında ölçümleri bir kez daha tekrarlanır.

**Not:** Sabit noktaların hazırlanışında verilen değerler sadece UME'deki sistem için geçerlidir.

## 2.8. ITS-90 Sabit Noktaları İçin Tahmini Belirsizliğin Hesaplanması

Bu bölümde, birincil seviyede sabit noktaların tanımlanması ve ölçümündeki tahmini belirsizliklerin hesaplanması 1993 yılında yayınlanan ISO 'Guide to the Expression of uncertainty in Measurement' dan yararlanılmıştır [4].

Ayrıca, Tahmini belirsizliğin hesaplanması bu bölümde okuyucuya bir yol göstermek için örnekler ile verilmektedir. Hiç bir zaman tam olarak belirsizliğin belli bir kalibrasyon için hesaplanması hedeflenmemiştir.

### Belirsizlik ve Belirsizliğin Tahmini

Bütün ölçümler belli bir belirsizligie mutlaka bağlıdır. Bu belirsizliklerin kaynaklarını aşağıda özetleyebiliriz.

- tam olarak bir ölçümüm tanımlanamaması veya ölçülenin ne olduğunun bilinmemesi,
- çok iyi ölçüm yönteminin olmaması veya çok iyi ölçülememesi,
- aletlerin ölçüm limiti,
- aletlerin kendiliğinden oluşturduğu zemin gürültüsünün olması,
- standartların kendi belirsizlikleri,
- örnekleme belirsizliği,
- ölçüm alanının veya çevre koşullarının nasıl olduğuna dair eksik bilgilerin varlığı,
- aynı şartlardaki ölçümlerin değişken olması.

Ölçüm sonuçları muhakkak bir tahmini belirsizlik içermesi gerekmektedir, aksi takdirde kantitatif olarak sonuçların bir manası yoktur. Mevcut sonuçlar ile karşılaştırılması imkansızdır. Bu nedenle tahmini belirsizliği oluşturan her bir faktörün belirlenmesi ve bu belirlenen faktörlerin birleştirilerek tek bir tahmini belirsizliğin hesaplanması gereklidir. Bunun için son yıllarda tahmini belirsizliğin hesaplanabilmesi için bir kaç rehber yayınlar yayınlanmıştır. Bunlardan Western European Calibration Cooperation WECC Document 19 'Guidelines for the Expression of the Uncertainty of Measurement

in Calibration'. Son yayınlananlar ise ISO/IEC/OIML/BIPM 'Guidelines to the Expression of Uncertainty in Measurement' [4].

Herhangi bir ölçümde tahmini belirsizliğin hesaplanması, aşağıdaki iki ana grupta sınıflayabiliriz.

**A tipi belirsizlik,**

**B tipi belirsizlik,**

A tipi; istatistiksel standart sapmayı bulmaya yarayan bir dizi tekrar eden gözlemden hesaplanır.

Sonuç olarak ortalama değerden sapma  $\pm s$  olarak verilir. Ve bu değer A tipi tahmini belirsizliği temsil eder.

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{m=1}^n X_m$$

$\bar{X}$  alınan ölçümlerin ortalaması, n ise ölçüm sayısıdır,

Ölçümlerin standart sapması ise;

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{m=1}^n (X_m - \bar{X})^2 \text{ olarak verilir.}$$

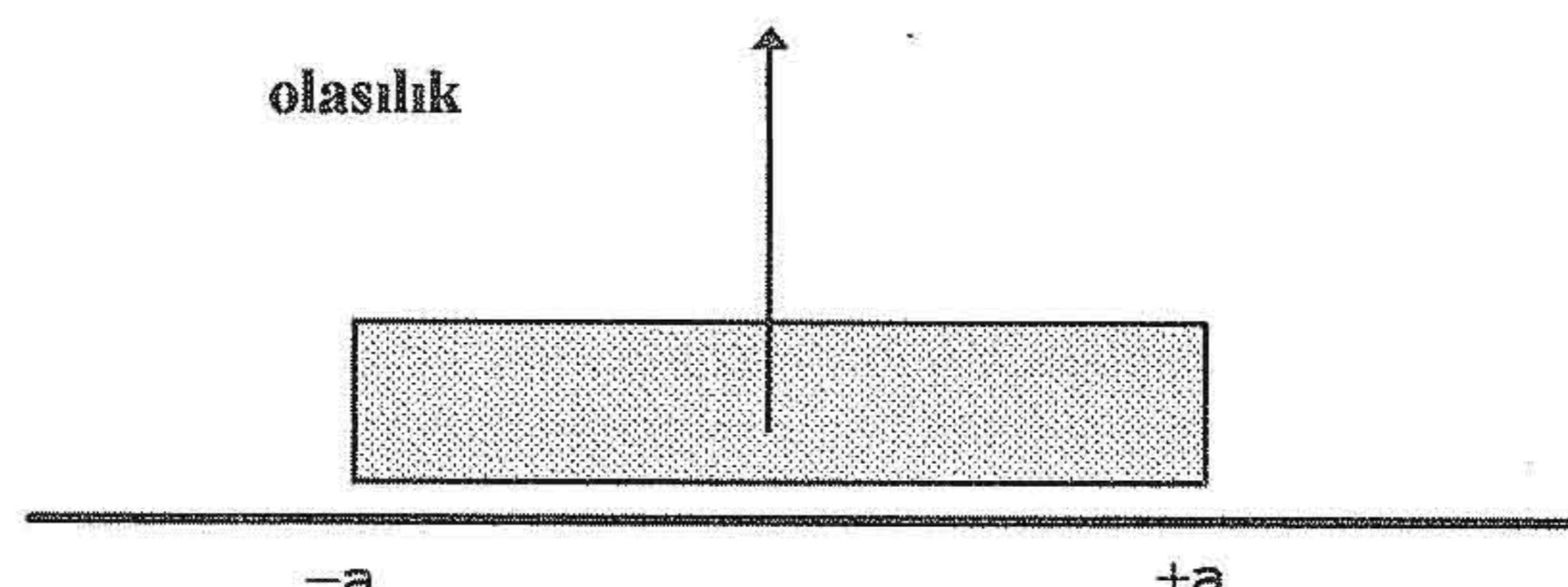
Buna göre en iyi tahmini belirsizlik ise;

$=s/\sqrt{n}$  dir.

Bu metod genellikle statistiksel ve tekrarlanabilirlik analizi için kullanılır. Genellikle iyi bir analiz için on ölçüm alınması gereklidir.

B tipi; mevcut bilgilerin kullanılmasıyla elde edilir, örneğin; kullanılan cihazların, standartları belirsizlikleri, sıcaklık ve basınç değişimleri vb.

B tipi olarak üretici firma tarafından verilen belirsizlikler genellikle aşağıdaki Şekil 2'de gösterildiği gibi dikdörtgen dağılımı sonucunda çıkan belirsizliklerdir. Bunun Gaussian dağılımına çevrilmesi için  $\pm a/\sqrt{3}$  işlemi yapılması gereklidir.



Şekil 2 Genellikle üretici firma tarafından verilen dikdörtgen dağılımı

B tipi sınıfına giren belirsizlikler biliniyor olsabile (üretici firmalar tarafından verilen değerler), laboratuvar koşullarında tekrar kontrol edilmesi gereklidir. Örneğin; Direnç oranları okuyan köprüün üretici firma tarafından verilen duyarlık değerleri, gerçek direnç değeri bilinen dirençler ile kontrol edilebilir. Gerekirse gerekli düzeltme faktörleri uygulanabilir.

Kontak termometre kalibrasyonlarındaki sık rastlanan hatalardan biri de termometrenin daldırma derinliğinin tam olarak bilinmemesidir. Bunun için kalibrasyonu yapılan termometre 1cm veya 2cm hücreden dışarı çıkartılarak bu etkinin büyülüğu tespit edilir.

Diğer bir hata kaynağı termometreye uygulanan akımın yarattığı kendinden ısınma etkisidir. Bu etkinin kalibrasyon boyunca değişimi kontrol edilir. Eğer kendinden ısınma etkisinde bir değişim var ise bunun büyülüğu belirsizlik veya düzeltme faktörü olarak göz önüne alınmalıdır.

Kullanılan metallerin safsızlıkları 1ppm (milyonda bir)'den daha az seviyededir ve belirsizliğe  $\pm a/\sqrt{3}$  oranında etkilidir.

Toplam belirsizlik A ve B tipi belirsizliklerin karelerinin toplamının kareköküdür.

$$\text{Toplam belirsizlik } s^2 = k \left[ \sum_{m=1}^n A_m^2 + \sum_{m=1}^n B_m^2 \right]$$

k=1 (%66 güvenilirlik seviyesi)

k=2 (%95 güvenilirlik seviyesi)

k=3 (%99.7 güvenilirlik seviyesi)

### 2.8.1 Belirsizlik Bütçesinin Belirlenmesi [3]

Belirsizliğe etki eden faktörler aşağıda özetlenmiştir;

#### (i) Kendinden ısınma etkisi

Kullanılan standart platin termometreler her ne kadar kullanıldıkları alanla ısisal kontakta olmalarına rağmen kendinden ısınma etkisine maruz kalmaktadırlar. Ve bu etki kimi zaman bir kaç mili derecedir. Bu etkinin ölçüm anında bütün sistem kararlı halde iken kontrol edilerek tespit edilir. Genellikle bu etkinin büyülüğını tam olarak olmasa büyük bir miktarının ortadan kaldırılmak için iki farklı akımda ölçüm alınarak ölçümler 0 mA ekstrapole edilir.

#### (ii) Sabit noktaların safsızlıklarını

Sabit noktalar için kullanılan metallerin safsızlığı %99.9999 dan daha düşüktür. Bu safsızlığa göre sabit noktaların örneğin Kalay veya Çinkonun sıcaklık değişimi  $\pm 0.1\text{-}0.5\text{m}^\circ\text{C}$  dir. Bu değişim aynı zamanda sabit noktaların erime platosunun nasıl oluşturulduğunda bağlıdır. Bu belirsizliklerin deneysel olarak tespitinin yanısıra yapılcak sabit nokta karşılaştırmaları belirsizlik büyülüklüklerinde güvenilirliği ortaya çıkarır.

#### (iii) Direnç ölçümü

Gerçek direnç değeri ölçümünde kullanılan standart dirençlerin sıcaklık değişiminden gelen değişimleride göz önüne alınmalıdır.

#### (iv) Hidrostatik basınc etkisi

Daldırma derinliği, termometrenin sensörünün (sensörün orta noktasından)sabit noktanın sıvı yüksekliği boyuncaki mesafedir. Bu mesafenin tam olarak ölçülemesindeki belirsizlik göz önüne alınması gereklidir. Bu etkinin büyüklüğü ITS-90 yayınında [1] bütün sabit noktalar için verilmektedir.

#### (v) Elektriksel etki

Elektriksel gürültüler, köprüde ölçüm için kullanılan değişik frekansların ölçüm sonuçlarına olan etkileri göz önüne alınmalıdır. Ayrıca termometreler yüksek sıcaklıkda kullanıldığın ( $>500^{\circ}\text{C}$  üstünde), akım kaçaklarının oluşturacağı etkileride ekleyebiliriz.

#### (vi) Suyun üçlü noktasındaki direnç değerinin ölçümü

ITS-90'e göre yapılan kalibrasyonlarda her bir sabit noktası ölçümünden sonra suyun üçlü noktası ölçümü gerçekleştirilmektedir,

$$W(t_{90}) = R(t_{90}) / R(0.01^{\circ}\text{C}),$$

suyun üçlü noktasında yapılacak hata bütün kalibrasyon sıcaklık aralığını etkileyecektir.

Yukarıdaki tanımlanan standart termometrelerin kalibrasyonlarında dikkat edilmesi gereklili belirsizlik alanları ışığında, Tablo 2'de Çinko ve Kalay sabit noktaları ile yapılan kalibrasyonlar için belirsizlik hesaplamaları verilmektedir.

**Tablo 2 Çinko ve Kalay noktalarında gerçekleştirilen kalibrasyonlar için tahmini belirsizlik**

Belirsizlik Tipi	SÜN mK	Sn Noktası mK	Zn Noktası mK
A tipi (1 standart sapma)	0.03	0.2	0.3
B Tipi			
-Kendinden ısınma	0.03	0.04	0.04
-Safsızlık	0.02	0.3	0.4
-Fırın sıcaklığı	0.03	0.08	0.1
-Direnç, $R_s$	0.02	0.02	0.02
-Elektriksel	0.03	0.03	0.03
- $R (0.01^{\circ}\text{C})$	-	0.2	0.3
-Hidrostatik	0.003	0.01	0.01
<b>Toplam B Tipi</b> (toplamlarının karekökü)	0.060	0.373	0.51
<b>A ve B tipi beraber</b>			
1s, %65	0.066	0.42	0.59
2s, %95	0.132	0.84	1.18

### **3.0. SONUÇ**

ITS-90 sıcaklık ölçüği UME'de Civa'nın üçlü noktası sıcaklığı (302,9146 K) ile Gümüş'ün donma noktası sıcaklığı (1357,77 K) arasında gerçekleştirilmektedir. Bu sıcaklık aralığında bulunan ITS-90 sabit noktaların sıcaklık ölçümelerinin gerçekleştirilmesi için gerekli metotları geliştirilerek SPRT kalibrasyonlarının UME'de birincil seviyede yapılması sağlanmıştır. Kalibrasyonların yanısıra ITS-90 sıcaklık ölçüğünün UME'de muhafazasının sürekli sağlanması için kullanılan sabit noktaların sürekli karekterize edilmeleri ve bu sabit noktalara ait metotların sürekli güncelleştirilmeside devam etmektedir.

### **KAYNAKLAR**

- [1] Preston-Thomas, H., "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, pp 3-10, 1990.
- [2] Quinn, T. J. and Preston-Thomas, H., "Supplementary Information For The International
- [3] İnce A. T., Kuyrukluyludz A.C. ve Kartal A. " Standart Platin Direnç Termometrelerin ITS-90 sıcaklık Ölçeğine Göre Kalibrasyonları", 18-22 Kasım 1996.
- [4] "Guidelines to the Expression of Uncertainty in Measurements", first edition 1993 ISO, Swisszerland.