



Anforderungen der ITS-90 erfüllt, ist daher als Vergleichskalibrierung mit Strahlungsthermometern auszuführen. Das ist für grundlegende Untersuchungen, etwa zum Verlauf von Norm-Kennlinien von Standard-Thermoelementen, notwendig.

Bei der routinemäßigen Kalibrierung stößt ein solches Vergleichsverfahren jedoch auf erhebliche Schwierigkeiten, da das Messvolumen, in das die Thermoelemente eingebracht werden, einer direkten Messung mit Strahlungsthermometern in der Regel nicht zugänglich ist. Es ist daher ein übliches Verfahren, die Kalibrierung von Thermoelementen mit kleinen Messunsicherheiten auch bei hohen Temperaturen in Fixpunktzellen auszuführen (siehe Abschnitt 7.3.7.5 und Abschnitt 7.3.7.6).

### 7.3.7.2 Eispunkt

Obwohl die Temperatur  $T_0 = 0^\circ\text{C} = 273,15\text{K}$  des Phasengleichgewichtes zwischen Eis und flüssigem Wasser seit 1960 kein definierender Fixpunkt der Internationalen Temperaturskala mehr ist (siehe Abschnitt 2.4.6), bleibt der Eispunkt einer der für die praktische Temperaturmessung wichtigsten Fixpunkte, insbesondere

- als Nullpunkt der Celsius-Skala zur direkten Überprüfung der Skalen von Flüssigkeits-Glasthermometern und des  $R_0$ -Wertes von Widerstandsthermometern und
- als übliche Vergleichsstellentemperatur bei Thermoelementen (siehe Abschnitt 10.1.5).

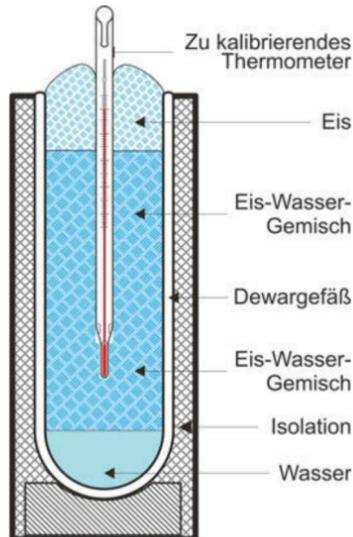
Der Eispunkt besitzt eine Reihe von Vorzügen [7-104]:

- Er ist praktisch jederzeit leicht realisierbar.
- Die Unsicherheit der Eispunkttemperatur ist bei geeignetem Wasser  $|\Delta T_0| \leq 5\text{mK}$ .
- Durch direkten Kontakt mit dem Eiswasser entsteht eine sehr gute Wärmekopplung der zu kalibrierenden Thermometer.

Eine wesentliche Voraussetzung zur fehlerarmen Darstellung des Eispunktes ist die Verwendung von Reinstwasser. Die Verwendung von normalem Leitungswasser kann zu Fehlern von 20mK und mehr führen. Das Reinstwasser wird üblicherweise durch Destillation oder Umkehrosmose bzw. mit Ionenaustauschern gewonnen. Auch eine nachträgliche Verunreinigung des Eis-Wasser-Gemisches während der Benutzung durch Verschleppung von Thermostatflüssigkeit ist zu vermeiden [7-124]. Zur Verwendung als Vergleichsstelle bei Thermoelementen ist in der Regel die Verwendung von Eis aus handelsüblichem destillierten Wasser (Batteriewasser) ausreichend.

Für die Darstellung des Eispunktes wird fein gemahlene oder geschabte 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 1cm ··· 2cm unterhalb der Eisoberfläche befindet [7-130]. Eine den Reinheitsforderungen entsprechende Reinigung der Gefäße und Handhabung der Materialien ist ebenfalls eine notwendige Voraussetzung für eine Darstellungsunsicherheit im mK-Bereich.

Der Eispunkt ist zweckmäßigerweise mit einem Normalthermometer z.B. einem Flüssigkeits-Glasthermometer mit einem Messbereich  $-1^\circ\text{C} \cdots +1^\circ\text{C}$  und einem Skalenteilungswert  $0,01^\circ\text{C}$  zu überwachen, um eine Unterkühlung durch Eis mit Temperaturen  $< 0^\circ\text{C}$  sowie einen Temperaturanstieg  $> 0^\circ\text{C}$  wegen der Anomalie des Wassers durch einen zu hohen Stand von Wasser ohne Eis im unteren Teil des Dewargefäßes (siehe Bild 7.22) auszuschließen.



**Bild 7.22:** Typische Realisierung des Eispunktes als Mischung von Eis und destilliertem Wasser in einem Dewar-Gefäß

Wird eine Temperatur von  $0^{\circ}\text{C}$  z.B. für die Vergleichsstelle bei Thermoelementen mit anderen Methoden dargestellt, etwa durch einen Flüssigkeitsthermostaten oder ein elektronisch geregeltes Peltierelement, ist die Überwachung mit einem Normalthermometer unverzichtbar [7-146].

### 7.3.7.3 Wasser-Siedepunkt

Neben dem Eispunkt war der Wassersiedepunkt einer der definierenden Fixpunkte der klassischen und internationalen Temperaturskalen bis zur IPTS-68 (siehe Abschnitt 2.4.3 bis Abschnitt 2.4.7). Seit Einführung der ITS-90 ist seine Temperatur nicht mehr definiert, sondern muss durch Messungen bestimmt werden.

Zur Zeit wird als bester Wert  $T_{\text{SP,Wasser}} = 99,974^{\circ}\text{C}$  bei Normalluftdruck ( $p_0 = 1013,25\text{hPa}$ ) empfohlen.

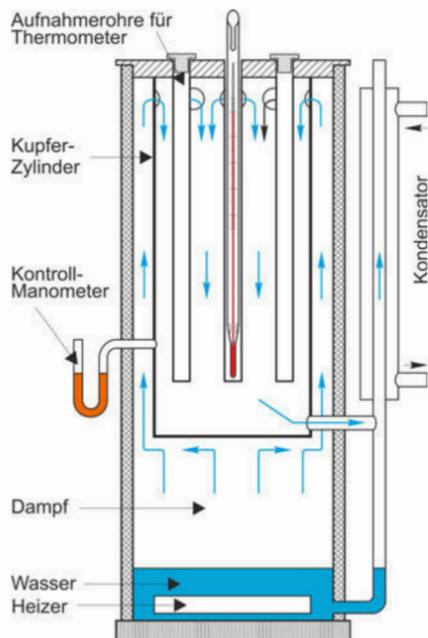
Der Wassersiedepunkt hat wie der Eispunkt den Vorzug, dass er überall mit relativ einfachen Mitteln realisiert werden kann. Ein Nachteil ist seine starke Abhängigkeit vom Druck entsprechend der Dampfdruckkurve von Wasser (siehe Tabelle 7.5). Kalibrierungen am Wassersiedepunkt erfordern daher stets eine genaue Messung des Luftdruckes und sind deswegen in ihrer Genauigkeit deutlich eingeschränkt.

Bild 7.23 zeigt den typischen Aufbau einer Wasser-Siedepunkt-Apparatur. Einrichtungen nach diesem Prinzip wurden wegen ihrer einfachen Verfügbarkeit früher häufig zur Kalibrierung von Flüssigkeits-Glasthermometern und von industriellen Widerstandsthermometern eingesetzt [7-137] [7-113]. Für bestimmte Anwendungen werden sie auch heute noch genutzt [7-107], z.B. für die Bestimmung des Temperaturkoeffizienten von industriellen Platin-Widerstandsthermometern.

Im Wasserbehälter des Wassersiedeapparates wird reines Wasser durch eine elektrische Heizung zum Sieden gebracht. Der Dampf steigt in dem äußeren, nur relativ wenig wärmeisolierten Zylinder hoch und tritt in den inneren Zylinder ein, der den eigentlichen

**Tabelle 7.5:** Druckabhängigkeit der Siedetemperatur  $T_{SP}$  von Wasser

Druck $p$ hPa	$T_{SP}$ °C	$dp/dT_{SP}$ hPa/K	Druck $p$ hPa	$T_{SP}$ °C	$dp/dT_{SP}$ hPa/K
800	93,485	29,7	930	97,589	33,7
810	93,820	30,0	940	97,885	34,0
820	94,151	30,3	950	98,178	34,3
830	94,479	30,6	960	98,468	34,6
840	94,804	31,0	970	98,756	34,8
850	95,125	31,3	980	99,042	35,1
860	95,443	31,6	990	99,325	35,4
870	95,758	31,8	1000	99,606	35,8
880	96,071	32,2	1010	99,884	36,1
890	96,380	32,5	1020	100,160	36,4
900	96,687	32,8	1030	100,434	36,6
910	96,990	33,1	1040	100,706	37,0
920	97,291	33,4	1050	100,975	37,3

**Bild 7.23:** Wassersiedepunktapparat

Messraum bildet. Durch die Dampfkondensation an Außen- und Innenwand des inneren Zylinders weicht dessen Temperatur nur vernachlässigbar von der Wasser-Siedetemperatur ab und im Messraum wird eine sehr homogene Temperaturverteilung erreicht. In diesen ragen dünnwandige, unten geschlossene Schutzrohre zur Aufnahme der zu prüfenden Thermometer hinein.