

БЮЛЕТИН

В ПОМОЩ НА СПЕЦИАЛИСТА

**Ръководство за калибриране
EURAMET/cg-08/v.01**

Уважаеми специалисти в областта на измерванията,

Настоящото ръководство е едно от 20-те ръководства за калибриране, публикувани от EURAMET, Европейската организация на метрологичните институти в Европа. То е предназначено за хармонизиране на изискванията и за подпомагане прилагането на единен подход при акредитация на лаборатории и при изпълнение на процедурите за калибриране.

Ръководствата за калибриране на EURAMET представят добрата метрологична практика, но нямат задължителен характер.

Авторските права на ръководствата за калибриране са собственост на © EURAMET e.V. 2007.

Оригиналните документи на английски език са публикувани на Интернет страницата на EURAMET - www.euramet.org.

Преводите на български език са извършени от експерти на Българския институт по метрология в съответствие с *Общите условия за превод* на публикациите на EURAMET от 2 юни 2008 г.

Преведените публикации не са предназначени за търговски цели. Те могат да се разпространяват *само от БИМ и Съюза на метролозите в България* *безплатно* в печатна или електронна форма.

Преводът и издаването на ръководствата е осъществено със съдействието на Съюза на метролозите в България в помощ на специалистите от лаборатории, фирми и други организации, извършващи калибрирания и измервания.

май 2011 г.

**Ръководство на БИМ
Ръководство на СМБ**

РЪКОВОДСТВО за
калибриране
EURAMET/cg-08/v.01

Калибриране на термоелектрични преобразуватели (термодвойки)

Юли 2007

Цел

Този документ е създаден за подобряване на хармонизацията при калибриране на термоелектрични преобразуватели (термодвойки). Той дава съвети на лабораториите за калибриране за създаване на практически методики и изчисляване на неопределеностите.

Авторство

Този документ е публикуван от EAL Committee 2 (дейности за калибриране и изпитване), въз основа на проект, разработен от EAL експертна група "Температура и влажност". Той е преработен и публикуван отново от Технически комитет по Термометрия към ЕВРАМЕТ.

Официален език

Версията на английски език на тази публикация е окончателната версия. Секретариатът на ЕВРАМЕТ може да даде разрешение за превод на този текст на други езици, при спазване на определени условия. В случай на несъответствие между смисловото значение на превода и това на оригиналната версията на английски език, оригиналната публикация е с предимство.

Авторски права

Авторските права на тази публикация (EURAMET/cg-08/v.01 - версия на английски език) са собственост на © EURAMET e.V. 2007. Тя е публикувана от EA, както Guide EA-10/08. Текстът не може да не бъдат копирани за препродажба и не може да бъде възпроизвеждан по друг начин, освен изцяло. Извлечения могат да се вземат само с разрешение на секретариата на ЕВРАМЕТ.

Публикации на ръководството

Този документ представя предпочитаната практика за това как съответните клаузи на стандартите за акредитацията могат да бъдат приложени в рамките на предмета на този документ. Използваните подходи не са задължителни и са предназначени като ръководство за лабораториите за калибриране. Документът е изготвен като обобщен съгласуван подход при акредитация на лабораторни.

Не е посочено, нито се дава гаранция, че този документ или информацията, съдържаща се в него, ще бъде подходяща за всяка конкретна цел. В никакъв случай ЕВРАМЕТ, авторите или друго лице, участващи в създаването на документа, не носят отговорност за щети, възникнали в резултат на използването на информацията, съдържаща се тук.

Допълнителна информация

За повече информация относно тази публикация се обърнете към вашия национален представител, член на Техническият комитет по Термометрия (вж. www.euramet.org).

Съдържание

0. Обхват	7
1. Увод.....	7
2. Влияния, които трябва да се вземат под внимание	7
3. Удължителни и компенсационни проводници.....	8
4. Студени краища	9
5. Първоначален оглед	10
6. Топлинна обработка	10
7. Топлинни източници	10
8. Дълбочина на потапяне	11
9. Нехомогенност на термопроводниците.....	11
10. Измервателна процедура.....	12
11. Електрични измервания	12
12. Характеристики.....	13
13. Рекалибриране.....	14
14. Представяне на резултатите	14
15. Неопределеност на калибриране.....	15
16. Библиография.....	16
Приложение А. Пример за оценка на резултатите от калибриране и бюджет на неопределеност	17

0. Обхват

0.1. Това ръководство е написано за да се отговори на необходимостта от основен консултативен документ за лаборатории, извършващи калибриране на термодвойки. То е валидно преди всичко за типове термодвойки, стандартизирани в референтните таблици за съответствието температура – едн, разработени от NIST [5] и одобрени от IEC и по-късно от CEN като EN 60584-1: 1996 [6]. Те обхващат температурния обхват от -200°C до 1600°C , калибрирането се извършва в съответствие с изискванията на Международната температурна скала от 1990 г. (ITS-90). [2,4]. Въпреки, че повечето от разгледаните въпроси могат да се прилагат съответно и при "нестандартни" термодвойки, в тези случаи може да има и други важни съображения извън обхвата на това ръководство, които трябва да бъдат взети пред вид. [1,3,4]

1. Увод

1.1. Термодвойката се състои от два различни проводника, свързани един към друг в единия им край в измервателна точка, а свободните им краища са свързани или директно или посредством подходящи проводници към устройство за измерване на електродвижещото напрежение (едн), генерирано във ел. верига.

1.2. Електродвижещото напрежение (едн), генерирано от термодвойката, е функция на температурите на измервателния (топлия) и свободните (студените) краища, но по специално то се генерира като резултат от температурния градиент, който съществува по дължината на проводниците. Сполучливо измерване и калибриране е възможно само ако краищата са поставени в изотермични области и дълбочината на потапяне е достатъчна, за да преодолее топлинните загуби и по този начин да осигури и едните и другите краища действително да достигнат температурата на тяхната среда.

1.3. Големината на едн зависи от материалите на проводниците, използвани за термодвойката и тяхното металургично състояние. Последващи промени на състава и състоянието на материалите, причинени от замърсяване, механични напрежения или термичен шок също влияят и променят едн и свързаното с него калибриране. Обаче всяка промяна от този род влияе само ако е приложена в областта на температурния градиент и при рекалибриране не винаги е забележима, както например ако въздействието е приложено върху част от проводника, намираща се при изотермични условия във вана за калибриране.

1.4. С течение на времето и използването промяната на термодвойката и нейната калибровка е неизбежно и затова при по-продължителен период е необходимо да се установи и поддържа програма за редовни проверки и евентуална замяна. За термодвойките от неблагородни метали се препоръчва по-скоро замяна, отколкото рекалибриране.

2. Влияния, които трябва да се вземат под внимание

2.1. При калибриране трябва да бъдат осигурени условия, при които влиянието на изброените по-долу ефекти да бъде минимизирано. Влияещите фактори трябва да бъдат отчетени при изчисляване на неопределеността, посочена в свидетелството за калибриране.

2.2. Потенциални влияещи фактори са:

- лош топлинен контакт или топлинна проводимост към термодвойката (недостатъчно потапяне);
- промяна на температурата във времето и пространствено разпределение в термичния източник;
- промяна на температурата на студените краища;
- паразитни термо едн, като например получените в съединителите или от използването на скенер или превключвател;
- ефекти, дължащи се на удължителни или компенсационни проводници;
- електромагнитни смущения;
- механичен стрес или деформации;
- нехомогенност;
- окисление или химическо замърсяване;
- промени в състава на сплавите, физичното състояние или кристалната структура;
- влошаване на изолационното съпротивление

Тези влияния се разглеждат в следващите раздели.

3. Удължителни и компенсационни проводници

3.1. Ако, поради практически причини, дължината на термодвойката трябва да се увеличи, това трябва да се направи чрез използване на подходящи удължителни или компенсационни проводници. Удължителните проводници се състоят от същите материали като тези на термодвойката, а компенсационните проводници се правят от различна двойка сплави. Проводниците се произвеждат така, че да имат същата характеристика едн / температура като термодвойката, но в по-ограничен температурен обхват, не по-широк от $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $+200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Производствените толеранси са специфицирани в EN IEC 60584-3. [8].

3.2. Препоръчително е тези проводници да бъдат постоянно свързани с термодвойката. Като алтернатива се използват специални съединители (направени също от компенсационни сплави). Важно е да се осигури тези вторични връзки да не се намират в зони с температурен градиент и те трябва да бъдат екранирани или изолирани от течения, излъчване и бързи промени на околната температура.

3.3. Неопределеността при измерване, свързана с използването на удължителни или компенсационни проводници, обикновено не е толкова малка, колкото при използване на термодвойки с непрекъснати проводници. Това се дължи на малки различия в материалите и на практика на трудностите при измерването на температурата на връзките между проводниците. Неопределеността на измерване може да е подобна на тази на термодвойки с непрекъснати проводници, ако удължителните или компенсационните проводници са включени при калибрирането. В този случай удължителните или компенсационните проводници са част от термодвойката и не трябва никога да се заменят с други дори и от

същия тип или партида. За да се оценят приносите на неопределеност е необходимо да се провери ефекта при промени на температурата на връзките.

4. Студени краища

4.1. Таблиците за характеристиките температура - едн на термодвойките използват като реперна температура точката на замръзване на водата – 0 °С и тази традиционна реперна точка се предпочита за точни и надеждни измервания. Тя се приготвя лесно като се използва натрошен лед, смесен с вода. Най-добра е дейонизираната вода, но в много страни чешмяната вода е достатъчно добра (с точка на замръзване между -0,01 °С и 0 °С).

4.2. В студения край всеки проводник на термодвойката обикновено се запоява към меден проводник. Временно или постоянно прекъсване на електрическата връзка може да бъде причинено от окисен филм, образуван се върху проводниците на термодвойката (от неблагородни метали) или медните проводници. При подготвяне на връзките проводниците трябва да се почистят леко с шкурка. Всяка връзка трябва да бъде изолирана преди да бъде потопена в ледено - водната баня. Медните проводници трябва да бъдат от една и съща партида на производство.

4.3. При голям брой и / или много продължителни измервания се използват автоматични устройства за студените краища. Тяхното използване трябва да бъде съпроводено с внимателна проверка дали дълбочината на потапяне е достатъчна и дали общото термично натоварване не надвишава капацитета на устройството. Това може да бъде постигнато посредством наблюдение на поведението на една или две термодвойки, използвани с устройството без други термодвойки и с пълен товар от термодвойки, а сравнение също може да се направи и с тяхното поведение при използване на баня от топящ се лед. Температурата на студените краища също трябва периодично да се проверява.

4.4. Същите забележки се прилагат и по отношение на кутии (термостати) за студените краища, които са изолирани и температурата в тях се следи от термометър, независимо дали това е околната температура или температура, установена от термостатично контролиран нагревател. Ефективността на термометъра и контролера на термостатите също трябва да се проверява периодично.

4.5. Компенсацията на студените краища се прилага широко при електронни температурни контролери и индикатори. Налични са модули за електронна компенсация, захранвани както от електрическата мрежа, така също и от батерии. Важно е уредите да се калибрират и използват в среда, където температурата не се променя рязко и ефектът от различни околни температури трябва да бъде проверен.

4.6. Ако температурата на студените краища е различна от 0 °С , а термодвойката е калибрирана при температура на студените краища 0 °С, едн, съответстващо на новата температура на студените краища, трябва да бъде добавено към измереното едн на изхода на термодвойката. Не е възможно за корекцията да се използва директно новата температура на студените краища.

5. Първоначален оглед

Термодвойките се срещат в различни по форма изолационни и защитни корпуси, а така също и като неизолирани проводници. По тази причина първоначалният оглед зависи от тяхната конструкция и употреба. Очевидни признаци за механични дефекти, замърсяване и т.н. трябва да се описват и клиентът да бъде информиран, ако лабораторията смята, че валидността или неопределеността на измерването при калибриране могат да бъдат засегнати. Всяко присъствие на влага, особено около компенсационните / удължителните проводници, трябва да се изследва, тъй като то може да причини намаляване на изолационното съпротивление и / или да доведе до генериране на едн чрез процес на електролиза. Измерването на изолационното съпротивление е подходящ метод за установяване наличието на влага в термодвойката.

6. Топлинна обработка

6.1. Всяка термодвойка, подлежаща на калибриране, трябва да бъде хомогенна. Нехомогенните термодвойки, използвани при условия, различни от тези, при които са калибрирани, по-специално при различен температурен градиент, ще дадат грешен резултат, който може да достигне до систематично отклонение от няколко °С.

6.2. Топлинната обработка или отвръщане на термодвойките се прави с цел да създаде еднородни физични условия по протежение на загрятата дължина на термодвойката. Това може да се разглежда като вид настройка и при рекалибриране такава топлинната обработка трябва да се прави само с официалното съгласие на клиента.

6.3. За най-добри резултати термодвойката, която ще бъде калибрирана, първо трябва да се отвърне за няколко часа при максимално потапяне и при най-високата температура, за която е предназначена. Термодвойки тип К, които са обект на калибриране при промяна на температурата до 500 °С или повече, трябва да се калибрират при нарастващи температури и първата точка на калибриране да се повтори накрая за проверка. Същите съображения се прилагат в по-малка степен за другите термодвойки от неблагородни метали.

7. Топлинни източници

7.1. Термодвойките се калибрират или чрез пряко измерване в поредица от реперни температурни точки, например точки на топене / втвърдяване, или по сравнителен метод с еталонни термометри в температурно стабилизирани вани или пещи, подходящи за калибриране, или посредством комбинация от техники, като например сравняване и измерване в реперни точки. Реперните точки и еталонните термометри трябва да имат проследимост към националните еталони. Общо взето калибриране в реперни точки се изисква само за термодвойки платина - родий при най-висока точност.

7.2. Подходяща за калибриране е тази температурно стабилизирана вана или пещ, за която е доказано чрез използване на два или повече еталонни термометри в средата и двата края на температурния обхват в работния обем, че обемният температурен профил е в необходимите граници.

Включването на този профил в свидетелството за калибриране може да помогне за решаването на проблемите с потапянето, въпреки, че профила в пещта може да зависи до голяма степен от размерите на термодвойката.

7.3. Температурните градиенти в температурно стабилизирани вани или пещи могат да бъдат намалени или сведени до минимум посредством използване на изравняващ метален блок с направени отвори за поставяне на еталонните и калибрираните средства. Такъв блок не винаги е необходим, като например в многозоновите пещи и при високи температури, където лъчистият обмен на топлина в затворено пространство е много ефективен. Без блок стабилизирането на температурата би могло да се постигне по-бързо.

7.4. Във ваните, напълнени с течност, термодвойките трябва да се поставят разделени от около 1 cm и не трябва да се допират до дъното и стените, които могат да бъдат с малко различна температура от тази на течността.

7.5. Еталонните и калибрираните термодвойки трябва да бъдат защитени от замърсяване в пещите като се поставят в тънкостенни тръби от рекристализиран алуминиев оксид (Al_2O_3) с близък диаметър и затворен край. При това обаче може да е необходимо по-дълбоко потапяне за компенсиране на по-лошата температурна връзка.

8. Дълбочина на потапяне

8.1. Когато е възможно, термодвойката се калибрира при същата дълбочина на потапяне, която се изисква при нормалната ѝ употреба. Обаче термодвойката трябва да се потапя до необходимата дълбочина за преодоляване на топлинните загуби или увеличения, съответно при високи или ниски температури. Тези ефекти са по-големи при проводници с по-голям диаметър и изолатори и корпуси с плътни стени. Където е възможно, термодвойката трябва да се потапя в контролираната калибрационната среда постепенно, докато измереното едн престане да се променя, което е показател, че подходящата дълбочина на потапяне е достигната. При определени обстоятелства може да се наложи корпусът да се премахне и да се замени с по-подходящ изолатор.

8.2. Тези съображения са приложими както при калибрирането по сравнителен метод, така също и при калибриране в реперни точки. Постигането на стабилно едн не означава задължително, че правилната температура е достигната. Подходящата дълбочина на потапяне се доказва само, ако при изваждане на термодвойката с един или два сантиметра, промяната на генерираното едн е малка в сравнение с необходимата неопределеност на измерване при калибрирането.

9. Нехомогенност на термопроводниците.

9.1. В много случаи нехомогенността на термопроводниците ограничава неопределеността от измерване. По тази причина за прецизно калибриране е необходимо да се направи изследване на нехомогенността, като се използва метод, който внася локална промяна на температурния профил по дължината на термодвойката чрез загряване и охлаждане, докато измервателните и студените краища са при постоянна температура, като например 0 °C.

Зоната на загряване или охлаждане се мести бавно по дължината на термодвойката, при което локална нехомогенност може да бъде открита от промени на изхода.

9.2. Друга възможност е да се мести измервателната връзка (топлия край) в среда с хомогенно температурно разпространение, (например течностна вана с разбъркване или ампула на реперна точка). При този метод зоната с най-голям температурен градиент (повърхността на ваната или пещта) ще бъде на различни местоположения по дължината на термопроводника, причинявайки промени на едн, ако термодвойката е нехомогенна на мястото на термичния градиент.

9.3. Препоръчително е приносът към неопределеността от нехомогенност да се оценява като такъв с правоъгълно разпределение с пълна широчина, еквивалентна на най-голямата разлика от всяка двойка измервания по време на изследването. Ако изследването е направено само за малка дължина на термодвойката, най-голямата разлика на едн, установена при измерването, трябва да се вземе като половин широчина на правоъгълното разпределение. В случаи, когато е невъзможно индивидуално измерване на нехомогенността, се препоръчва да се вземе поне 20% от толеранса за клас 2 за съответната термодвойка съгласно EN IEC 60584-2 [7] като принос ($k=1$) към неопределеността.

9.4. За оценка на нехомогенността при различни температури от изследваните, може да се приеме, че нехомогенността може да се изрази като процент от общото едн. [9]

10. Измервателна процедура

10.1. При измерване в реперни точки е разумно точката на топене или втвърдяване да се измери с еталонна термодвойка, предназначена за тази цел. Грешно или неправилно плато може да възникне при използването на температурни контролери, които могат да задържат прецизно температурата много близо, но не в температурата на реперната точка. Затова е важно да се следи кривата на топене / втвърдяване и преохлаждането, което предшества установяването на точката на втвърдяване.

10.2. При калибриране по сравнителен метод е препоръчително да се използват два еталона, които осигуряват проверка помежду си, а така също и на калибрационната система. За да се намалят ефектите от дрейфа на термичния източник, трябва да се спазва следният ред на измерванията:

$$S1, X1, X2 \dots Xn, S2, S2, Xn \dots X2, X1, S1$$

където $S1$ и $S2$ са двата еталона, а $X1, X2 \dots Xn$ са термодвойките, които се калибрират.

Тази последователност може да се повтори при четири или повече измервания за всяка термодвойка. Изчислява се средната стойност се правят някои корекции (например от калибрирането на волтметъра). Взема се средната температура, изчислена от резултатите на $S1$ и $S2$.

11. Електрични измервания.

11.1. Електричните измервания обикновено се правят с цифрови волтметри или индикатори, отчитащи температура.

Ръчни потенциометри понастоящем се използват рядко, но поради тяхната дълговременна стабилност те могат да бъдат полезни с цел проверка. Всички електрични измервателни системи трябва да бъдат проследимо калибрирани за целия необходим обхват на едн / температура.

11.2. Ръчните превключвателни механизми и ръкохватки на превключвателите, ключовете за смяна на полярността и ръчните потенциометри, се раздвижват двадесетина пъти дневно преди измерванията с цел да се почистят от окисидация и възможни контактни съпротивления.

11.3. Когато се изисква висока точност измерванията трябва да се правят при права и обратна полярност посредством реверсивен ключ. Средната стойност от измерванията (при игнориране на знака) изключва или намалява ефекта от случайни едн в измервателната система. Случайни едн могат да възникнат във всяка точка от измервателната схема, където има температурна промяна и при връзките на различни метали, като например медни проводници и месингови букси. Трябва да се направи подходящо екраниране и / или изолиране и контрол на околната температура. Цифровите волтметри могат да се държат различно при измерване на положителни и отрицателни напрежения, така, че ако се използва смяна на полярността, те трябва да бъдат калибрирани и за двете полярности. Друга възможност е измервателната схема да се проверява (и коригира) при всяка стойност на едн, като се прави измерване на нулата при замяна на термодвойката с устройство за свързване на късо на входните букси.

12. Характеристики

12.1. Термодвойките се използват за измерване на температурата в определен обхват, не само при една температура. Затова в много случаи калибрационните лаборатории дават на клиента характеристика на термодвойката, т.е. интерполационна формула за връзката

$$V = f(t).$$

12.2. Термодвойките са стандартизирани и стандартната функция за най-често използваните типове е определена в EN IEC 60584-1 [5,6]. Характеристиките на индивидуалните термодвойки обикновено са близки до стандартната функция. Затова се препоръчва да се определи функция на отклонението от стандартната функция $g(t)$ за калибрираните термодвойки, изразена като:

$$g(t) = (V - V_{ref}).$$

12.3. Функцията на отклонението $g(t)$ обикновено се описва като полином от нисък ред. В много случаи полином от втори ред (квадратичен) е добър избор, но в зависимост от температурния обхват, типа на термодвойката и неопределеността на измерване може да бъде подходяща линейна функция на отклонението или пък да бъде предпочетена функция от трети ред (кубична).

12.4. Коефициентите на функцията на отклонението трябва да се определят като се използва поне квадратична процедура. Броят на измерените точки трябва да бъде по-голям поне с 2 от броя на коефициентите, които ще се определят.

12.5. Характеристиките на калибрираните термодвойки могат да се дадат с добавяне на функцията на отклонението към стандартната функция. В този случай първият коефициент на стандартната функция се променя, а останалите коефициенти от по висок ред се запазват.

12.6. Ако е в обхвата на калибриране, измерването в 0 °С трябва да се направи и включи като точка на калибриране по същия начин като всички останалите температури.

13. Рекалибриране

13.1. Няма официално определени честоти на рекалибриране на термодвойки, защото техните типове, температурни обхвати, конструкции, приложения, интензивност на използване, са многобройни и разнообразни. Очаква се, че системата за управление на качеството създава програма за проверка и рекалибриране, които да отговарят на нейните изисквания и опит.

13.2. Където има постоянно монтирани термодвойки, калибрирането се прави най-добре чрез поставяне на еталонни термодвойки покрай работните, както и когато това се изисква. Друга възможност е термодвойката да бъде временно заместена с еталонна и техните едни да се сравнят. На практика може да бъде за предпочитане програма за периодична замяна.

13.3. Промяна на едни и калибровката на термодвойка като резултат от употреба, дори като непосредствен резултат от калибриране, може да бъде определена чрез потапяне на термодвойката в температурно стабилизирана вана или пещ при подходяща температура и извършване на поредица измервания с различни дълбочини на потапяне, обхващащи работната дълбочина. Ако накрая термодвойката е трайно потопена повече, т.е. отвъд всяка предишна работна дълбочина, измереното едни трябва да бъде много близко до стойността, дадена в свидетелството за калибриране (първото) за съответната температура и да потвърди валидността на двете (възможно различни) системи за калибриране. Независимо от всичко този ефект от нехомогенност на термопроводниците трябва да бъде взет под внимание при оценяване на неопределеността.

13.4. За термодвойките от неблагородни метали замяната с калибрирани термодвойки, вместо рекалибриране, често е най-доброто решение. В други случаи е разумно калибриране или проверки на място. Внимателната топлинна обработка понякога може да подобри нехомогенността.

14. Представяне на резултатите

14.1. Свидетелството за калибриране, в което са представени резултатите от измерванията, трябва да се изготвя, като се отчете необходимостта от лесно усвояване от потребителя, за да се избегне възможността за неправилна употреба или недоразумение.

14.2. Свидетелството за калибриране трябва да отговаря на изискванията на ЕА публикация ЕА-4/01 [10].

Техническото съдържание трябва да съдържа следното:

- (a) ясна идентификация на устройствата, обект на измерването, включително термодвойките, всякакви удължителни или компенсационни проводници, особено когато те са отделни устройства, и всички други уреди (например цифрови индикатори), които са част от цялата измервателна система;
- (b) температурният обхват, покрит от калибрирането;
- (c) изложение за всяка обработка, направена преди калибрирането;
- (d) дълбочината на потапяне на преобразувателя, заедно с изложение за нехомогенността на термодвойката;
- (e) използваният метод на измерване (например “реперни точки”, сравнителен метод с еталонни преобразуватели, повишаващи се или понижаващи се температури на калибриране);
- (f) съответните условия на околната среда;
- (g) всеки стандарт или друга спецификация, свързана с използвания метод (например IEC стандартни таблици) [6];
- (h) оценка на неопределеността на измерване, свързана с резултатите.

15. Неопределеност на калибриране

15.1. Неопределеността на измерване трябва да бъде изчислена в съответствие с ЕА публикация ЕА-4/02 ‘Изразяване на неопределеността на измерване при калибриране’ [11].

Пример за калибриране, показващ вероятните източници на неопределеност, е даден в приложение.

16. Библиография

1. American Society For Testing And Materials : *Manual on the use of thermocouples in temperature measurement*. ASTM Special Technical Publication 470A.
2. Quinn, T. J. : *Temperature*. Academic Press : London, 1990
3. Nicholas, J. V. and White, D. R. : *Traceable Temperatures*. John Wiley & Sons Ltd : Chichester, England, 2001.
4. BIPM : *Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990*. 1990.
5. Burns, G. W., Scroger M.G., Strouse G. F., Croarkin M. C. and Guthrie W. F.: *Temperature-Electromotive Force Reference Functions and Tables for the Letterdesignated Thermocouple Types Based on the ITS-90*, NIST Monograph 175, US Dept of Commerce, 1993
6. EN IEC 60584-1 : 1995. *Thermocouples, Part 1, Reference tables*
7. EN IEC 60584-2 : 1995. *Thermocouples, Part 2, Tolerances*
8. EN IEC 60584-3 : 1989. *Thermocouples, Part 3, Extension and Compensating Cables — Tolerances and Identification System*.
9. Jahan, F. and Ballico, M.: *A Study of the Temperature Dependence of Inhomogeneity in Platinum-Based Thermocouples*, in: *Temperature: Ist Measurement and Control in Science and Industry*, Vol. 7 (2003) p. 469 – 473
10. EA-4/01 : 1995. *Requirements Concerning Certificates Issued by Accredited Laboratories*.
11. EA-4/02 : 1999. *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration*.

Приложение А

Пример за оценка на резултатите от калибрирането и на бюджета на неопределеностите

A1. Калибриране на термодвойки тип N при 1000 °C

A1.1 В този пример термодвойка от тип N е калибрирана по сравнителен метод с две еталонни термодвойки тип R в хоризонтална пещ при температура от 1000 °C.

Генерираните от термодвойките едн са измерени с цифров микроволтметър посредством превключватели за измервателните канали и за смяна на полярността.

Студените краища на всички термодвойки са при 0 °C.

Калибрираната термодвойката е свързана към температура на студените краища от 0 °C посредством компенсационни проводници.

A1.2 Температурата на измервателния край (топлия край) на калибрираната термодвойка е:

$$\begin{aligned} t_x &= t_s(V) + \delta t_D + \delta t_F \\ &= t_s \left(V_{iS} + \delta V_{iS1} + \delta V_{iS2} + \delta V_R - \frac{\delta t_{0S}}{C_{S0}} \right) + \delta t_D + \delta t_F \\ &= t_s(V_{iS}) + C_S \cdot \delta V_{iS1} + C_S \cdot \delta V_{iS2} + C_S \cdot \delta V_R - \frac{C_S}{C_{S0}} \delta t_{0S} + \delta t_D + \delta t_F \end{aligned} \quad (A1.1)$$

Генерираното от калибрираната термодвойка едн, със студени краища при 0 °C е :

$$V_X(t) = V_X(t_x) + \frac{\delta t}{C_X} - \frac{\delta t_{0X}}{C_{X0}} = V_{iX} + \delta V_{iX1} + \delta V_{iX2} + \delta V_{HX} + \delta V_R + V_{LX} + \frac{\delta t}{C_X} - \frac{\delta t_{0X}}{C_{X0}} \quad (A1.2)$$

където:

$t_s(V)$ температура на еталонната термодвойка като функция от едн със студени краища при 0 °C. Функцията е дадена в свидетелството за калибриране;

V_{iS}, V_{iX} показания на волтметъра (средна стойност от измерванията с права и обратна полярност);

$\delta V_{iS1}, \delta V_{iX1}$ поправки от свидетелството за калибриране на волтметъра (средна стойност от измерванията с права и обратна полярност);

$\delta V_{iS2}, \delta V_{iX2}$ поправки, дължащи се на разделителната способност на волтметъра (средна стойност от измерванията с права и обратна полярност);

δV_R поправка, дължаща се на паразитни едн в превключвателя на каналите и други части от измервателната верига, които не са компенсирани чрез смяната на полярността;

$\delta t_{0S}, \delta t_{0X}$ температурни поправки за действителната стойност на температурата;

C_s, C_x	коэффициенти на чувствителност на термодвойките в $^{\circ}\text{C} / \mu\text{V}$ при измервана температура 1000°C ;
C_{s0}, C_{x0}	коэффициенти на чувствителност на термодвойките в $^{\circ}\text{C} / \mu\text{V}$ при опорна температура 0°C ;
δt_D	дрейф на еталонните термодвойки след последното им калибриране;
δt_F	температурна поправка за нееднаквост (градиент) на пещта;
t	температура, при която термодвойката се калибрира (точка на калибриране);
$\Delta t = t - t_x$	отклонение на температурата на точката на калибриране от температурата на пещта;
V_{LX}	поправка, дължаща се на компенсаторните проводници;
δV_{HX}	поправка, дължаща се на нехомогенност на термопроводниците;

A1.3. Отчетения резултат е изходното едн на калибрираната термодвойка при желаната температура t . Понеже анализът се състои от две стъпки – определяне на температурата на пещта и определяне на едн на калибрираната термодвойка – оценката на неопределеността на измерване е разделена на две части. Стандартната неопределеност (коэффициент на покритие $k=1$) на всеки компонент е дадена в A1.14 и A1.15, оценена както е показано по-долу. Вероятностните разпределения за компоненти тип В са приети като правоъгълни и затова оценените горни и долни граници на неопределеностите са разделени на $\sqrt{3}$.

A1.4. **Еталони.** Еталонните термодвойки тип R имат свидетелства за калибриране, в които е дадена връзката между температурата и едн при студени краища в 0°C . Разширената неопределеност при измерване на 1000°C е $U=0,6^{\circ}\text{C}$ (коэффициент на покритие $k=2$). Дрейфът на стойностите на еталоните след предишното калибриране е оценен на нула в границите от $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$.

A1.5. **Коефициенти на чувствителност.** Коэффициентите на чувствителност на еталонните и калибрираната термодвойка са взети от стандартните таблици.

	1000°C	0°C
еталонна термодвойка	$C_S = 0,077^{\circ}\text{C}/\mu\text{V}$	$C_{S0} = 0,189^{\circ}\text{C}/\mu\text{V}$
калибрирана термодвойка	$C_X = 0,026^{\circ}\text{C}/\mu\text{V}$	$C_{S0} = 0,039^{\circ}\text{C}/\mu\text{V}$

В A1.14 коэффициентът на чувствителност за неопределеността при температурата на студените краища на еталонните термодвойки е

$$\frac{C_s}{C_{s0}} = 0,077 / 0,189 = 0,407, \text{ виж формула A1.1}$$

A1.6. Разделителна способност и калибриране на волтметъра: Използван е $4\frac{1}{2}$ разряден микроволтметър на неговия обхват 10 mV, което дава граници на разделителната способност $0,5 \mu\text{V}$ за всяко показание. Волтметърът е калибриран и за всички резултати за измерените едн са направени съответните поправки.

Свидетелството за калибриране дава постоянна разширена неопределеност на измерване $U=2,0 \mu\text{V}$ за напрежения под 50 mV (коэффициент на покритие $k=2$).

A1.7. **Паразитни напрежения.** Остатъчните паразитни едн, дължащи се на контактите на превключвателя, са оценени на нула $\pm 2 \mu\text{V}$.

A1.8. **Температури на студените краища:** Температурата на студените краища на всяка термодвойка е $0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

A1.9. **Нехомогенност на пещта:** Температурните градиенти вътре в пещта са измерени с преместване на термодвойка в различни места. При $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ отклоненията на температурата в областта на измерване са оценени на нула $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

A1.10. **Компенсационни проводници:** Компенсационните проводници са изследвани в обхвата от $0 \text{ }^\circ\text{C}$ до $40 \text{ }^\circ\text{C}$. Разликите на едн между компенсационните проводници и изводите на термодвойката са оценени на по-малко от $5 \mu\text{V}$.

A1.11. **Нехомогенност:** Термодвойките са тествани с използването на подвижен източник на топлина. Разликите на едн, дължащи се на нехомогенност на термопроводниците, са оценени на $\pm 15 \mu\text{V}$.

A1.12. **Наблюдения:** Показанията на волтметъра са отчетени при следната процедура, която дава 10 отчитания за всяка термодвойка и намалява ефектите от температурен дрейф в топлинния източник и от паразитни едн в измервателната верига:

Първи цикъл:

Първи еталон, калибрирана термодвойка, втори еталон, втори еталон, калибрирана термодвойка, първи еталон и т.н.

Смяна на полярността

Втори цикъл:

Първи еталон, калибрирана термодвойка, втори еталон, втори еталон, калибрирана термодвойка, първи еталон и т.н.

Методиката изисква разликата между двата еталона да не надвишава $0,3 \text{ }^\circ\text{C}$. Ако разликата не е в тези граници, наблюденията трябва да се повторят и/или причините за тази голяма разлика трябва да бъдат изследвани.

Термодвойка	първи еталон	калибрирана термодвойка	втори еталон
Отчетено напрежение, след корекция, виж формула A1.1	+10500 μV	+36245 μV	+10503 μV
	+10503 μV	+36248 μV	+10503 μV
	+10505 μV	+36244 μV	+10506 μV
	+10505 μV	+36249 μV	+10507 μV
	+10502 μV	+36253 μV	+10502 μV
	-10503 μV	-36248 μV	-10505 μV
	-10504 μV	-36251 μV	-10505 μV
	-10501 μV	-36254 μV	-10504 μV
	-10503 μV	-36244 μV	-10503 μV
	-10499 μV	-36244 μV	-10502 μV
Средно напрежение	10502,5 μV	36248 μV	10504 μV
Стандартно отклонение от средната стойност $s(V)$	0,67 μV	1,26 μV	0,57 μV
Температура на горещия край	1000,473 $^{\circ}\text{C} \pm 0,052$ $^{\circ}\text{C}$		1000,529 $^{\circ}\text{C} \pm 0,044$ $^{\circ}\text{C}$
Температура на пещта	(1000,505 \pm 0,034) $^{\circ}\text{C}$		

A1.13 Десетте отчитания за всяка термодвойка са коригирани и средната стойност на едн е дадена заедно с нейното стандартно отклонение. Средните стойности на едн на еталонните термодвойки са преобразувани в температурни показания, като е използвана връзката температура - едн, дадена в техните свидетелства за калибриране. Чрез вземане на тегловно усредняване те са комбинирани в едно показание за температурата на пещта в мястото на калибрираната термодвойка, като е прието, че $\delta t_F = 0$. Тегловните коефициенти за изчисляване на тегловната средна стойност са пропорционални на $1/[s(V)]^2$, където $s(V)$ е стандартното отклонение на едн на термодвойките. Стандартната неопределеност на температурата на пещта е изчислена като стандартната неопределеност на тегловната средна стойност на температурите, измерени с двете термодвойки.

Забележете, че това е само един (малък) принос към неопределеността на температурата на пещта.

По подобен начин е получен резултат за едн на калибрираната термодвойка.

A1.14. Бюджет на неопределеност (температурата в пещта):

Величина	означение X_i	оценка	Стандартна неопред. $u(x_i)$	Разпределение	Коеф. на чувствит. c_i	принос $u_i(y)$
Температура на пещта	t_s	1000,5 °C	0,01 °C	нормално	1,0	0,034 °C
Калибриране на волтметъра	δV_{iS1}	0 μV	1,00 μV	нормално	0,077 °C/ μV	0,077 °C
Разделителна способност на волтметъра	δV_{iS2}	0 μV	0,29 μV	право- ъгълно	0,077 °C/ μV	0,022 °C
Паразитни едн	δV_R	0 μV	1,15 μV	право- ъгълно	0,077 °C/ μV	0,089 °C
Темп. на студ. краища на етал. термодвойка	δt_{0S}	0 °C	0,058 °C	право- ъгълно	-0,407	-0,024 °C
Калибриране на етал. термодвойка	δt_s	0 °C	0,3 °C	нормално	1,0	0,3 °C
Дрейф на етал. термодвойка	δt_D	0 °C	0,173 °C	право- ъгълно	1,0	0,173 °C
Нехомогенност на пещта	δt_F	0 °C	0,577 °C	право- ъгълно	1,0	0,577 °C
	t_x	1000,5 °C				0,685 °C

A1.15. Бюджет на неопределеност (едн на калибрираната термодвойка)

Величина	означение X_i	оценка	Стандартна неопред. $u(x_i)$	Разпределение	Коеф. на чувствит. c_i	принос $u_i(y)$
Едн на калибрираната термодвойка	V_{iX}	36 248 μV	1,26 μV	нормално	1,0	1,26 μV
Калибриране на волтметъра	δV_{iX1}	0 μV	1,00 μV	нормално	1,0	1,00 μV
Разделителна способност на волтметъра	δV_{iX2}	0 μV	0,29 μV	право- ъгълно	1,0	0,29 μV
Паразитни едн	δV_R	0 μV	1,15 μV	право- ъгълно	1,0	1,15 μV
Компенсационни проводници	V_{LX}	0 μV	2,9 μV	право- ъгълно	1,0	2,9 μV
Температурно отклонение в точката на калибриране (виж т.А1.14)	δt_x	0,5 $^{\circ}C$	0,685 $^{\circ}C$	нормално	38,5 $\mu V/^{\circ}C$	26,37 μV
Темп. на студ. краища на кал. термодвойка	δt_{0x}	0 $^{\circ}C$	0,058 $^{\circ}C$	право- ъгълно	-25,6 $\mu V/^{\circ}C$	-1,48 μV
Нехомогенност на калибрираната термодвойка	δV_{HX}	0 μV	8,67 μV	право- ъгълно	1,0	8,67 μV
Едн при 1000 $^{\circ}C$	V_x	36 229 μV				28,02 μV

A1.16. Разширени неопределености.

Разширената неопределеност, свързана с измерването на температурата на пещта, е :

$$U = k \times u(t_x) = 2 \times 0,685 \text{ } ^{\circ}C = 1,4 \text{ } ^{\circ}C$$

Разширената неопределеност, свързана със стойността на едн на калибрираната термодвойка при 1000 $^{\circ}C$ е:

$$U = k \times u(V_x) = 2 \times 28,02 \text{ } \mu V = 56 \text{ } \mu V$$

A1.17. Представени резултати:

Термодвойката тип N показва при температура 1000,0 °С, със студени краища при температура 0 °С, едн 36230 $\mu\text{V} \pm 56 \mu\text{V}$.

Представената разширена неопределеност на измерване е декларирана като стандартна неопределеност на измерване, умножена по коефициент на покритие $k=2$, който при нормално разпределение съответства на вероятност на доверителен интервал 95%.

Превод: инж. Сашо Недялков, БИМ – ГД „НЦМ“

