



MITTATEKNIIKAN KESKUS

Julkaisu J7/1999

LÄMPÖTILAN VERTAILUMITTAUS L10

S-tyyppin termoelementin kalibrointi

Thua Weckström

Helsinki 1999

SUMMARY

The interlaboratory comparison of calibrating a thermocouple L10 was arranged in the temperature range between 420 °C and 1080 °C by the Centre for Metrology and Accreditation in the winter of 1999. Three accredited calibration laboratories for thermometry participated in the intercomparison. The transfer standard was an S-type thermocouple, that was calibrated at the fixed points of zinc, aluminium, silver and copper. The national standards laboratory at the Centre for Metrology and Accreditation acted as the reference laboratory.

The E_n -values for results of the three participating laboratories are all smaller than 1. The uncertainties are calculated in slightly different ways. The EA-4/02 uncertainty document is not as yet entirely implemented in the laboratories.

TIIVISTELMÄ

Mittatekniikan keskus järjesti talvella 1999 kansallisen vertailumittauksen L10, jossa tehtävänä oli termoelementin vertailukalibrointi lämpötila-alueella 420 °C .. 1080 °C. Vertailumittaukseen osallistui kolme akkreditoitua kalibrointilaboratoriota, ja kansallinen mittanormaali-laboratorio toimi referenssilaboratoriona. Vertailunormaalina oli S-tyypin termoelementti, jonka referenssilaboratorio kalibroi sinkin, alumiinin, hopean ja kuparin kiintopisteissä.

Kolmen laboratorion mittaustuloksien E_n -arvot ovat kaikki pienempiä kuin yksi. Laboratorioiden epävarmuuslaskentamenetelmät poikkeavat hiukan toisistaan. EA-4/02-dokumentin mukainen laskenta on otettu toistaiseksi vain osittain käyttöön.

SISÄLLYSLUETTELO

SUMMARY
TIIVISTELMÄ

1. Johdanto	1
2. Vertailumittauksen vertailulaite	1
3. Vertailumittauksessa käytetyt mittausmenetelmät	1
4. Vertailumittaustulokset	2
5. Vertailumittauksen esiintuomat yleiset huomiot pätevyydestä	4
6. Erityiskommentit ja toimenpide-ehdotukset	4
6.1 Epävarmuuslaskennat	
6.2 Todistusten sisältö	4
7. Yhteenveto	6
8. Viitteet	6

Liite 1: Lämpötilan vertailumittauksen L10 ohjeet

1. Johdanto

Lämpötilan kansalliseen vertailumittaukseen L10 osallistui kolme akkreditoitua kalibroitilaboratoriota. Tehtävänä oli termoelementin kalibrointi lämpötiloissa 420 °C, 660 °C, 880 °C ja 1080 °C.

Vertailumittaus järjestettiin talvella tammi-helmikuussa 1999. Kalibrointitodistukset ja epävarmuuslaskelmat lähetettiin ohjeiden mukaisesti Mittatekniikan keskukselle neljän viikon kuluessa mittausten suorittamisesta. Kansallinen mittanormaalilaboratorio (KML) määrittä vertailuarvot ennen vertailukierrosta ja myös sen jälkeen.

2. Vertailulaite

Vertailulaitteena käytettiin keraamisessa suojaputkessa oleva Pt/10%Rh-Pt- (S-tyypin) termoelementti. Sitä hehkutettiin ennen käyttöönottoa hehkutettiin sähköisesti 10 A:n vaihtovirralla (~1150 °C) kaksi tuntia ja 6 A:n virralla (~450 °C) viisi tuntia aikana. Sitten termoelementtilangat pujotettiin 2-reikäiseen keraamiseen sauvaan, ja lankoihin kiinnitettiin kupariset kompensointijohdot. Anturi kalibroidiin huhtikuussa 1998 sinkin, alumiinin, hopean ja kuparin kiintopistekennoissa. Joulukuussa 1998 se toimitettiin ensimmäiselle vertailumittaukseen osallistuvalla laboratoriolle. Anturi kalibroidiin uudestaan keväällä 1999 yllä mainituissa kiintopisteissä, jolloin havaittiin, että sen tuottama termojännite oli hiukan pienempi kuin ensimmäisessä kiintopistekalibroinnissa (taulukko 1).

Taulukko 1: Vertailulaitteen kiintopistekalibrointi

Lämpötila (°C)	Termojännite (μ V)*	Termojännite (μ V)**	Muutos (μ V)	Kalibroinnin epävarmuus (°C)	Kokonais- epävarmuus (°C)
419,527	3445,0	3444,2	-0,8	$\pm 0,2$	$\pm 0,3$
660,323	5859,0	5856,9	-2,1	$\pm 0,2$	$\pm 0,5$
961,78	9148,5	9147,9	-0,6	$\pm 0,2$	$\pm 0,3$
1084,62	10572,1	10571,9	-0,2	$\pm 0,4$	$\pm 0,4$

* Vuoden 1998 kalibrointi-arvot

**Vuoden 1999 kalibrointi-arvot

3. Mittausmenetelmät

Laboratorio A käytti vertailunormaalina S-tyypin termoelementtiä, joka oli kalibroitu lämpötila-alueella 232 °C – 1084 °C olevissa kiintopisteissä sekä muutamassa korkeammassa lämpötilapisteessä. Vertailumittaus suoritettiin kahdessa uunissa. Lämpötilassa 420 °C käytettiin kuparista tasoituskappaletta. Upotussyvyys oli 200 mm. Molemmat termoelementit oli liitetty multiplekseriin, joka oli kytketty jännitemittariin. Mittaus suoritettiin tietokoneavusteisesti.

Laboratorio B käytti mittanormaaleina kiintopistekalibroituja lämpömittareita:

standardiplatinavastusanturia, korkean lämpötilan standardiplatinavastusanturia ja S-tyypin termoelementtiä. Termoelementit kytkettiin digitaalivolttimittariin ja vastusanturit mittasiltaan. Kalibrointiin käytettiin kolmea eri uunია. Uputussyvyys oli 300 mm. Laboratorion akkreditoitu lämpötila-alue on $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$... $+1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, joten kalibrointipiste $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$ korvattiin pisteellä $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Laboratorio C käytti mittanormaaleina kahta kiintopistekalibroittua S-tyypin termoelementtiä. Termoelementtien 'kylmääpää' oli jäämurskahauteessa ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$). Kaikki termoelementit liitettiin digitaaliseen yleismittariin. Kalibrointi suoritettiin putkiuunissa. Mittaus suoritettiin tietokoneavusteisesti.

Referenssilaboratorion mittausjärjestelmä:

Kiintopistekennoille on varattu pystyuunit. Kennoissa metallin korkeus kalibroittavan anturin kohdalla on n. 170 mm, mutta kokonaisupotussyvyys on n. 300 mm. Termoelementtijohtojen ja kuparijohtojen liitoskohta oli lumisohjohauteessa ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$). Kuparijohtot liitettiin digitaaliseen yleismittariin. Mittaus suoritettiin tietokoneavusteisesti.

4. Vertailumittauksen tulokset

Vertailumittauksen mittausdatat ja vertailumittauksen tulostenlaskenta ovat alla olevassa taulukossa 2.

Taulukko 2. Mittausdatat ja tulostenlaskenta.

$t_{\text{lab}}\text{ (}^{\circ}\text{C)}$	$E_{\text{lab}}\text{ (}\mu\text{V)}$	Lab	$t_{\text{IEC}}\text{ (}^{\circ}\text{C)}$	$t_{\text{lab}}-t_{\text{IEC}}\text{ (}^{\circ}\text{C)}$	korjaus ($^{\circ}\text{C}$)	delta $t\text{ (}^{\circ}\text{C)}$
418,4	3433,5	B	418,138	0,262		-0,024
419,527	3444,19	Ref ₉₉	419,248	0,279	0,237	
419,527	3445,00	Ref ₉₈	419,332	0,195		
420,0	3447,8	C	419,622	0,379		-0,140
421,3	3452,2	A	420,079	1,221		-0,984
658,7	5841,1	B	658,495	0,205		0,003
660,0	5853,3	C	659,669	0,331		-0,123
660,323	5856,88	Ref ₉₉	660,013	0,310	0,208	
660,323	5859,00	Ref ₉₈	660,217	0,106		
660,8	5856,5	A	659,976	0,823		-0,615
880,0	8224,0	C	879,855	0,145		-0,045
881,2	8232,0	A	880,573	0,627		-0,527
883,5	8262,3	B	883,290	0,210		-0,110
961,78	9147,90	Ref ₉₉	961,741	0,039		
961,78	9148,50	Ref ₉₈	961,794	0,017	0,013	
1049,8	10164,0	B	1049,649	0,151		-0,025
1080,0	10515,0	C	1079,553	0,447		-0,215
1080,2	10506,4	A	1078,823	1,377		-1,145
1084,62	10572,1	Ref ₉₈	1084,397	0,222	0,232	
1084,62	10571,88	Ref ₉₉	1084,378	0,241		

Taulukon 2 ensimmäisessä ja toisessa sarakkeessa ovat laboratoriodien ja

referenssilaboratorion mittaustulokset (lämpötila ja termojännite). Neljännessä sarakkeessa on termojännitteestä laskettu lämpötila IEC-taulukoiden mukaisesti, ja viidennessä sarakkeessa on nämä arvot vähennetty mitatuista lämpötila-arvoista. Kuudennessa sarakkeessa olevat korjaukset on laskettu referenssilaboratorion jokaiselle kiintopistelämpötilalle ($t_{lab} - t_{IEC}$)-arvojen keskiarvoina. Näillä on sitten laskettu

$$\text{delta } t = \text{korjaus} - (t_{lab} - t_{IEC}) = t_{ref} - t_{lab}$$

olettaen, että korjaukset eivät muutu kiintopisteiden lähellä. Lämpötila 880 °C ei ole minkään kiintopisteen lähellä, joten sille on käytetty korjausta 0,1 °C, joka on alumiinipisteen ja hopeapisteen korjausten keskiarvo.

E_n -arvo, joka osittain kuvaa mittauksen onnistumista, osittain laboratorion epävarmuuslaskennan yli-/aliarvioimista, lasketaan kaavasta

$$E_n = \frac{|t_{lab} - t_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_0^2}}$$

missä t_{lab} on laboratorion mittaustulos
 t_{ref} on vertailuarvo
 U_{lab} on laboratorion ilmoittama mittaustuloksen epävarmuus ja
 U_0 on vertailuarvon epävarmuus.

Taulukko 3. Vertailumittauksen tulokset

$t_{lab}(^{\circ}\text{C})$	$E_{lab}(\mu\text{V})$	$U_{lab}(^{\circ}\text{C})$	$t_{ref}(^{\circ}\text{C})$	$t_{ref}-t_{lab}(^{\circ}\text{C})$	$U_0(^{\circ}\text{C})$	E_n
Lab A						
421,3	3452,2	$\pm 1,1$	420,3	-1,0	$\pm 0,3$	0,88
660,8	5856,5	$\pm 1,3$	660,2	-0,6	$\pm 0,5$	0,43
881,2	8232,0	$\pm 1,3$	880,7	-0,5	$\pm 0,5$	0,36
1080,2	10506,4	$\pm 1,4$	1079,1	-1,1	$\pm 0,4$	0,76
Lab B						
418,4	3433,5	$\pm 0,5$	418,4	0,0	$\pm 0,3$	0
658,7	5841,1	$\pm 0,5$	658,7	0,0	$\pm 0,5$	0
883,5	8262,3	$\pm 1,0$	883,4	-0,1	$\pm 0,5$	0,09
1049,8	10164,0	$\pm 1,3$	1049,8	-0,0	$\pm 0,4$	0
Lab C						
420,0	3447,8	$\pm 0,8$	419,9	-0,1	$\pm 0,3$	0,11
660,0	5853,3	$\pm 0,9$	659,9	-0,1	$\pm 0,5$	0,10
880,0	8224,0	$\pm 1,2$	880,0	0,0	$\pm 0,5$	0
1080,0	10515,0	$\pm 1,6$	1079,8	-0,2	$\pm 0,4$	0,12

Siinä t_{lab} , E_{lab} ja U_{lab} ovat vertailumittaukseen osallistuvien laboratorioden ilmoittamat lämpötilat, termojännitteet ja kalibroitipisteiden laajennetut epävarmuudet, ja t_{ref} ja U_0 ovat referenssilaboratorion lämpötilat ja vastaavat laajennetut epävarmuudet.

5. Vertailumittauksen esiintuomat yleiset huomiot pätevydestä

Vertailumittaus L10 osoittaa, että siihen osallistuvat laboratoriot hallitsevat termoelementin kalibrointia hyvin. Laboratorioiden E_n -arvot ovat välillä 0...0,9. Arvo $E_n = 0$ johtuu siitä, että laskennassa on käytetty vain yhtä desimaalia lämpötila-arvoissa. Lämpötila 880 °C, jonka laskemiseen tarvitaan interpolointia, on sekin mennyt hyvin, $E_n < 0,4$.

6. Erityiskommentit ja toimenpide-ehdotukset

6.1 Epävarmuuslaskenta

Taulukosta 4 käy ilmi, että kaikki laboratoriot olivat saaneet tärkeimmät komponentit epävarmuuslaskentaan mukaan. Laboratorioiden B ja C kohdalla puuttuu jääpisteen epävarmuus, joka yleensä on pieni muihin epävarmuuskomponentteihin verrattuna.

Taulukko 4. Laboratorioiden epävarmuuslaskennassa huomioidut tekijät.

Epävarmuustekijät	Lab A	Lab B	Lab C
Tilastollinen hajonta	×	×	×
Normaali(e)n kalibrointiepävarmuus	×	×	×
Normaali(e)n pitkäaikainen stabiilius	×	×	
Normaali(e)n toistuvuus		×	
Polynomisovitus	×		
Upotussyvyys	×		
Uunin stabiilius	×	×	
Uunin gradientit	×		×
Lämpöpurkaukset			×
Kompensointijohdot	×		
Jääpiste	×		
DMM:n kalibrointiepävarmuus	×	×	×
DMM:n stabiilius	×	×	×
DMM:n kanavavalitsin/multiplekseri			×
DMM:n resoluutio	×		
Mittajohdot	×		
EAL-4/02 mainittu			×

Laboratorion A epävarmuuslaskennan komponentit olivat suurin piirtein samat kuin EA-4/02-dokumentin liitteen S1 termoelementtiesimerkissä, mutta komponenttien oletetut jakaumat ja herkkyyskertoimet puuttuivat. Laboratorio B oli tehnyt epävarmuuslaskennan, joka oli rakennettu samalla tavalla kuin em. Termoelementtiesimerkki. Laskennassa oli jakaumat ja herkkyyskertoimet mainittu. Laboratorion C epävarmuuslaskelma oli näistä kolmesta lyhin, eikä siinä ollut jakaumia eikä herkkyyskertoimia. Se oli kuitenkin ainoa jossa oli viittaus EA-4/02-dokumenttiin.

Laboratorioiden epävarmuudet oli annettu niin, että ne olivat suuremmat tai yhtä suuret kuin akkreditointipäätöksessä oleva paras mittaussyky (taulukko 5).

Taulukko 5. Laboratorioiden antamat laajennetut epävarmuudet verrattuna parhaaseen mittaussykyyn (pm).

Lämpötila	Lab A		Lab B		Lab C	
	U_{lab} (°C)	pm (°C)	U_{lab} (°C)	pm (°C)	U_{lab} (°C)	pm (°C)
420 °C	± 1,0	± 0,6	± 0,5	± 0,4	± 0,8	± 0,6
660 °C	± 1,3	± 1,0	± 0,5	± 0,5	± 0,9	± 0,6
880 °C	± 1,3	± 1,0	± 1,0	± 1,0	± 1,2	± 1,2
1050 °C			± 1,3	± 1,3		
1080 °C	± 1,4	± 1,0			± 1,6	± 1,2

EA-4/02-dokumentin mukaan parhaan mittaussykyyn arvioimiseen täytyy liittää todellisen anturin epävarmuudet. Vertailumittauksen tapauksessa kalibroitavana ollut S-tyyppin termoelementti vastaa parasta termoelementtiä, mitä termoelementtinormaalien avulla pystyy kalibroimaan. Jos kalibrointi onnistuu hyvin, pitäisi tämän kaltaisessa vertailussa epävarmuus olla yhtä suuri tai hiukan suurempi kuin paras mittaussyky. Tämä toteutuu tässä vertailumittauksessa, niin kuin taulukosta 5 käy ilmi.

6.2 Todistusten sisältö

Kaikissa kalibrointitodistuksissa oli seuraavat kappaleet:

Kalibrointitulokset:

Laboratorion A tulostaulukossa oli kalibrointilämpötila, termojännite, termojännitteestä laskettu IEC-standardin mukainen lämpötila, virhe ja kalibroinnin epävarmuus. Laboratorion B taulukossa oli samat sarakkeet kuin laboratorion A taulukossa, mutta virheen sijassa oli korjaus, ja taulukossa oli myös upotussyvyydellä oma sarake. Laboratorion C tulostaulukossa oli lämpötila, termojännite ja kalibrointiepävarmuus. Kaikissa todistuksissa oli siis todelliset mittaustulokset ja kalibrointiepävarmuus (laboratorion C tulokset oli tasoitettu, kts taulukko 3).

Kalibrointimenetelmä:

Kalibrointimenetelmän kuvaus oli eri tavalla toteutettu laboratorioissa A, B ja C:

Laboratorio A ei kertonut, missä lämpötilassa termoelementtilankojen ja kompensointilankojen liitoskohta oli. Upotussyvyys oli mainittu, ja tiedonkeruujärjestelmän käytöstä oli myös maininta. Laboratorio A ei kertonut missä lämpötilassa termoelementtilankojen ja kompensointilankojen liitoskohta oli. Upotussyvyys oli mainittu, ja tiedonkeruujärjestelmän käytöstä oli myös maininta.

Laboratorion B todistuksessa mainitaan, että referenssilämpötila oli 0 °C, mutta digitaalivolttimittarin ja vastussillan lukemistavasta ei ole mainintaa.

Laboratorio C kertoi referenssilämpötilan toteuttamisesta jäämurskahauteella.

Todistuksessa kerrottiin myös, että antureiden päät olivat samalla syvyydellä uunin keskikohdalla. Uputussyvyyttä ei kuitenkaan ole ilmoitettu. Tiedonkeruujärjestelmästä on maininta.

EA:n julkaisussa EA-4/01 sanotaan, että todistuksessa on oltava 'kalibroinnissa tai mittauksessa käytetty spesifikaatio tai menettelytapa', joten kalibrointimenetelmän yksityiskohtaista kuvailua ei tarvitse todistukseen kirjoittaa. Asiakkaan kannalta olisi kuitenkin hyvä, jos termoelementin kalibrointitodistuksesta kävisi ilmi, mikä referenssilämpötila ja upotussyvyys oli.

Kalibrointilaitteisto:

Vertailumittaukseen osallistuvat laboratoriot olivat joko lauseen muodossa tai taulukkona kuvanneet mittauslaitteensa. Mittanormaalien kalibrointitodistusten numerot ja päivämäärät oli myös annettu.

Kalibroinnin epävarmuus:

Katso kohta 6.1.

Kalibrointiolosuhteet:

Kaikki kalibrointilaboratoriot ovat tässä kohdassa maininneet kalibrointitilan lämpötilan ja suhteellisen kosteuden.

7. Yhteenveto

Vertailumittaus kohdistui sekä termoelementin kalibrointikykyjen testaukseen että kalibrointitodistusten ja varsinkin epävarmuuslaskennan vertaamiseen, kun epävarmuuden laskenta pitäisi vähitellen suorittaa EA-4/02-dokumentin mukaisesti. Tiedossa oli myös, että pohjoismaisessa vertailussa, mihin vain joku suomalainen laboratorio osallistui, poikkesi referenssilaboratorion tulokset kaikista muista tuloksista (Justervesenetin raportti). Vertailumittauksessa L10 olivat kuitenkin kaikki E_n -arvot <1 . Epävarmuuslaskelmista oli havaittavissa EA-4/02-dokumentin tuloa vanhan laskentaohjeen tilalle, joskin kaikki laboratoriot eivät vielä ehtineet ottaa uutta laskentatapaa täysin käyttöön.

8. Viitteet

FINAS S10/1993: Kalibrointilaboratorioiden väliset vertailumittaukset, Mittatekniikan keskuksen julkaisu

EA-4/01: Requirements Concerning Certificates Issued by Accredited Calibration Laboratories

EA-4/02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration

CEI-IEC 584-1, Second edition 1995-⁷ 09, Thermocouples, Part 1: Reference Tables

Justervesenetin raportti: Sammenlignenede laboratoriemåling i regi av den 17 Nordiske Konferanse for Måleteknikk og Kalibrering, Termoelement Type S (D2).

Liite 1

Lämpötilan vertailumittauksen L10 ohjeet

Tässä vertailumittauksessa on vertailunormaalina S-tyypin termoelementti, joka on kalibroitu sinkki-, alumiini-, hopea- ja kuparipisteessä.

1. Toimenpiteet vertailunormaaleja vastaanotettaessa ja normaalien käsittelyssä

Vertailunormaali toimitetaan vertailumittaukseen osallistujille pahvilaatikkoon pakattuna. Pakkaus avataan varovasti ja tarkastetaan, että mittauslaite ei ole vahingoittuneet kuljetuksen aikana.

Lämpömittaria on käsiteltävä varovasti, jotta se ei rikkoontuisi.

2. Vertailunormaalien kuvaus

Vertailunormaali on S-tyypin termoelementti, jossa on kupariset kompensointijohdot. Termoelementti on omassa keraamisessa suojaputkessa.

3. Mittaukset

Vertailunormaali kalibroidaan lämpötiloissa 420 °C, 660 °C, 880 °C ja 1080 °C.

Huom: termoelementtiä kalibroidaan omassa keraamisessa suojaputkessaan. Sitä ei saa laittaa uuniin ilman tätä ulkoista suojaputkea.

4. Mittaustulosten raportointi

Mittaustulokset pyydetään antamaan virallisena kalibrointitodistuksena. Käytetty mittausten menetelmä on kuvattava mahdollisimman tarkasti. Todistuksessa tai sen liitteessä tulee esittää yksityiskohtaiset kalibroinnin kokonaisuvarmuuden laskelmat, joissa on eritelty kaikki epävarmuustekijät.

5. Mittaustulosten palautus

Kalibrointitodistus tulisi lähettää *kahtena kappaleena* Mittatekniikan keskuksen erik. tutk. Thua Weckströmille viimeistään neljän viikon kuluttua mittauksista osoitteella Mittatekniikan keskus, PL 239, 00181 Helsinki

6. Aikataulu

K023 v. 1999 viikot 1-2

K004 v. 1999 viikot 3-4

K011 v. 1999 viikot 5-6

7. Kuljetus

Vertailunormaali voidaan mittauksen jälkeen tuoda takaisin Mittatekniikan keskukselle, joka lähettää sen eteenpäin, tai se voidaan toimittaa suoraan seuraavalle laboratoriolle. Postin kuljetusta ei suositella.

8. Yhteystiedot vertailumittaukseen liittyvissä kysymyksissä

Kalibrointiin liittyviin kysymyksiin vastaa Thua Weckström, puh (09)6167 464, fax (09)6167 467, sähköposti thua.weckstrom@mikes.fi.

MITTATEKNIIKAN KESKUS
PL 239
00181 HELSINKI
Puh. (09) 616 761 (vaihde)
Telekopio (09) 616 7467

ISBN 952-5209-36-9
ISSN 1235-5704