
Richtlinie Kalibrierung von
DKD-R 5-4 Temperatur-Blockkalibratoren

Herausgegeben von der Akkreditierungsstelle des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Zusammenarbeit mit seinem Fachausschuss „Temperatur und Feuchte“.

Copyright © 2002 by DKD

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung unzulässig und strafbar. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Im DKD sind Kalibrierlaboratorien von Industrieunternehmen, Forschungsinstituten, technischen Behörden, Überwachungs- und Prüfinstitutionen zusammengeschlossen. Sie werden von der Akkreditierungsstelle des DKD bei der PTB akkreditiert und überwacht. Sie führen Kalibrierungen von Messgeräten und Maßverkörperungen für die bei der Akkreditierung festgelegten Messgrößen und Messbereiche durch. Die von ihnen ausgestellten DKD-Kalibrierscheine sind ein Nachweis für die Rückführung auf nationale Normale, wie sie von der Normenfamilie DIN EN ISO 9000 und der DIN EN ISO/IEC 17025 gefordert wird.

Kalibrierungen durch DKD-Laboratorien geben dem Anwender Sicherheit für die Verlässlichkeit von Messergebnissen, erhöhen das Vertrauen der Kunden und die Wettbewerbsfähigkeit auf dem nationalen und internationalen Markt und dienen als messtechnische Grundlage für die Mess- und Prüfmittelüberwachung im Rahmen von Qualitätssicherungsmaßnahmen.

Im DKD werden Kalibriermöglichkeiten für elektrische Messgrößen, für Länge, Winkel und weitere geometrische Größen, für Rauheit, Koordinaten- und Formmesstechnik, für Zeit und Frequenz, für Kraft, Drehmoment, Beschleunigung, Druck, Durchfluss, Temperatur, Feuchte, medizinische Messgrößen, akustische Messgrößen, optische Messgrößen, ionisierende Strahlung und weitere Messgrößen angeboten.

Veröffentlichungen: siehe Internet

Anschrift:

Deutscher Kalibrierdienst bei der
Physikalisch-Technischen Bundesanstalt
Bundesallee 100, D-38116 Braunschweig
Postfach 33 45, D-38023 Braunschweig
Telefon Sekretariat: (05 31) 5 92-19 01
Fax: (05 31) 5 92-19 05
E-Mail: dkd@ptb.de
Internet: www.dkd.info

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Vorwort	4
1. Geltungsbereich	4
2. Kalibrierbarkeit	5
3. Kalibrierung	5
3.1 Axiale Temperaturhomogenität entlang der Bohrung in der Messzone	6
3.2 Temperaturunterschiede zwischen den Bohrungen	6
3.3 Beeinflussung der Temperatur in der Messzone durch unterschiedliche Belastung	6
3.4 Zeitliche Stabilität	7
3.5 Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung	7
3.6 Bestimmung der Abweichung zwischen Anzeige des Kalibratorthermometers und der Temperatur in der Messzone	7
4. Messunsicherheit	8
4.1 Abweichung zwischen der Anzeige des Normalthermometers und der Temperatur in der Messzone	8
4.2 Temperaturverteilung im Block	8
4.3 Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung	9
5. Kalibrierschein	9
6. Beispiel einer Messunsicherheitsanalyse	9
7. Zitierte Normen und weitere Unterlagen	12
Anhang A Verfahren zur Bestimmung des Einflusses der axialen Temperaturverteilung	13
Anhang B Hinweise des DKD-Fachausschusses „Temperatur und Feuchte“ zum Einsatz von Temperatur-Blockkalibratoren	14

Vorwort

DKD-Richtlinien sind Anwendungsdokumente zu den Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025. In DKD-Richtlinien werden technische und organisatorische Abläufe beschrieben, die den Kalibrierlaboratorien als Vorbild zur Festlegung interner Verfahren und Regelungen dienen. DKD-Richtlinien können zu Bestandteilen der Qualitätsmanagementdokumentation der Kalibrierlaboratorien werden. Durch die Umsetzung der Richtlinien wird die Gleichbehandlung der zu kalibrierenden Geräte in den verschiedenen Kalibrierlaboratorien gefördert und die Kontinuität und Überprüfbarkeit der Arbeit der Kalibrierlaboratorien verbessert.

Die DKD-Richtlinien sollen nicht die Weiterentwicklung von Kalibrierverfahren und –abläufen behindern. Abweichungen von Richtlinien und neue Verfahren sind im Einvernehmen mit der Akkreditierungsstelle zulässig, wenn fachliche Gründe dafür sprechen.

Die Richtlinie wurde vom Fachausschuss „Temperatur und Feuchte“ in Zusammenarbeit mit der PTB erstellt und vom Beirat des DKD verabschiedet. Mit der Veröffentlichung wird sie für alle DKD-Kalibrierlaboratorien verbindlich, sofern keine eigene, von der Akkreditierungsstelle genehmigte Verfahrensweisung vorliegt.

1. Geltungsbereich

Diese Richtlinie gilt für Temperatur-Blockkalibratoren, bei denen in einem Festkörperblock eine regelbare Temperatur dargestellt wird mit dem Ziel, in Bohrungen dieses Blocks Thermometer zu kalibrieren. Ein Temperatur-Blockkalibrator besteht mindestens aus dem Festkörperblock, einer Temperiereinrichtung für den Block und einem Kalibratorthermometer mit Anzeige zur Bestimmung der Blocktemperatur. Die genannten Komponenten sind entweder als Kompaktgerät zusammengefasst oder müssen einander eindeutig zuzuordnen sein.

Die Richtlinie gilt im Temperaturbereich von -80 °C bis $+1300\text{ °C}$, wobei die vom Hersteller angegebenen Temperaturbereiche nicht überschritten werden dürfen.

Ergänzende Regeln:

Gesetzliche Temperaturskala in der jeweils gültigen Fassung

Richtlinien DKD-R 5-1, DKD-R 5-2, DKD-R 5-3 und zukünftige DKD-Richtlinien im Bereich Temperatur.

2. Kalibrierbarkeit

Kalibrierbar im Sinne dieser Richtlinie sind nur solche Temperatur-Blockkalibratoren, die die folgenden Bedingungen erfüllen:

- 2.1 Zur Messung der Blocktemperatur muss ein kalibrierfähiges Kalibratorthermometer verwendet werden. Eine gesonderte Kalibrierung dieses Thermometers ist nicht Bestandteil der Kalibrierung des Temperatur-Blockkalibrators.
- 2.2 Die für Kalibrierungen verwendeten Bohrungen müssen eine bezüglich ihrer Lage genau spezifizierte Zone hinreichender Temperaturhomogenität von mindestens 40 mm Länge besitzen (im folgenden als Messzone bezeichnet). In der Regel wird sich die homogene Zone am unteren Ende der Bohrung befinden. Sollte sich die homogene Zone an einer anderen Stelle befinden, so ist eindeutig darauf hinzuweisen.
- 2.3 Es muss gewährleistet sein, dass eine Kalibrierung unter folgenden Bedingungen möglich ist:
 - 2.3.1 Der Innendurchmesser der verwendeten Bohrung oder der verwendeten Hülse darf im Temperaturbereich -80 °C bis 660 °C maximal 0,5 mm und im Temperaturbereich 660 °C bis 1300 °C maximal 1,0 mm größer sein als der Außendurchmesser des eingesetzten Thermometers. Alternativ kann durch geeignete Wärmeträgermittel ein gleich guter oder besserer Wärmekontakt hergestellt werden.
 - 2.3.2 Die Eintauchtiefe des Thermometers muss mindestens das 15-fache des Thermometerdurchmessers betragen.

3. Kalibrierung

Falls eine Justierung des Kalibrators notwendig ist, so ist diese vor Beginn der Kalibrierung durchzuführen.

Bei der Kalibrierung eines Temperatur-Blockkalibrators sind außer der Abweichung zwischen der Temperatur in der homogenen Zone und der Anzeige des Kalibratorthermometers die besonderen Merkmale der Temperaturverteilung im Block des Kalibrators zu untersuchen und zu dokumentieren, die unter Abschnitt 3.1 bis 3.5 aufgeführt sind. Falls frühere Untersuchungen mit Kalibratoren desselben Typs zur Bestimmung der Merkmale oder Messunsicherheiten mit herangezogen werden, so ist im Kalibrierschein auf die vorliegenden Untersuchungsberichte hinzuweisen.

Alle Untersuchungen müssen unter den in Abschnitt 2.3 aufgeführten Messbedingungen erfolgen.

Sind zur Erfüllung der Forderung in Abschnitt 2.3.1 Übergangshülsen erforderlich, so müssen diese aus dem vom Hersteller vorgeschlagenen Material gefertigt sein.

Hat der Temperatur-Blockkalibrator eine oder mehrere Bohrungen, in denen ein Einsatz verwendet wird, so ist mit dem Auftraggeber abzustimmen, welcher Einsatz (bzw. Einsätze) zu verwenden ist. Hat der Einsatz mehrere Bohrungen, so sind die Bohrungen im Einsatz so zu untersuchen wie mehrere Bohrungen im Temperatur-Blockkalibrator. Die Einsätze sind eindeutig zu kennzeichnen.

Das bei den Untersuchungen zu Abschnitt 3.1 bis 3.4 verwendete Thermometer (Prüfthermometer) braucht nicht kalibriert zu sein, da es sich bei diesen Prüfungen um die Messungen von Temperaturdifferenzen handelt (Ausnahme: Messungen unter Punkt 4 im Anhang A). Allerdings muss die Empfindlichkeit bei der Messtemperatur mit hinreichend geringer Messunsicherheit bekannt sein. Im Regelfall kann die Empfindlichkeit der jeweils zutreffenden Norm entnommen werden, was durch eine Kontrollmessung (evtl. bei einer anderen Temperatur) zu überprüfen ist. Die verwendeten Thermometer sind auf ihre Stabilität zu untersuchen.

Falls mit dem Auftraggeber nicht anders vereinbart, sind folgende Messbedingungen einzuhalten:

- Sämtliche Messungen sind mit Thermometern mit Außendurchmesser $d \leq 6$ mm durchzuführen.
- Alle Messungen mit Ausnahme der in Abschnitt 3.1 aufgeführten werden so durchgeführt, dass das Thermometer am unteren Ende der Bohrung aufstößt.

Im Einzelnen sind folgende Untersuchungen durchzuführen:

3.1 Axiale Temperaturhomogenität entlang der Bohrung in der Messzone

Der Einfluss der Temperaturverteilung in der Messzone entlang der Bohrung (axiale Temperaturverteilung) auf die Kalibrierung der Thermometer ist so zu bestimmen, dass er in der Messunsicherheit der Kalibrierung des Temperatur-Blockkalibrators berücksichtigt werden kann. Mögliche Methoden hierfür sind im Anhang A dargestellt. Frühere Untersuchungen mit Kalibratoren desselben Typs können zur Bestimmung des Beitrages zur Messunsicherheit mit herangezogen werden. In Absprache mit dem Auftraggeber ist eine Beschränkung auf die Untersuchung des Einflusses der axialen Temperaturverteilung auf bestimmte Typen von Thermometern möglich.

Die Messung ist in der zentralen oder einer besonders gekennzeichneten Bohrung durchzuführen.

Die notwendigen Untersuchungen sind bei der Betriebstemperatur durchzuführen, die die größte Temperaturdifferenz zur Umgebungstemperatur aufweist. Bei Temperatur-Blockkalibratoren, deren Messzone sowohl geheizt als auch gekühlt werden kann, sind die Untersuchungen bei der höchsten und der tiefsten Betriebstemperatur durchzuführen. Der Einfluss der Temperaturverteilung bei anderen Betriebstemperaturen kann durch lineare Interpolation abgeschätzt werden (siehe hierzu das Beispiel in Abschnitt 4.2).

3.2 Temperaturunterschiede zwischen den Bohrungen

Es ist die größte auftretende Temperaturdifferenz zwischen den Bohrungen zu bestimmen. Zur Ausschaltung des Einflusses von zeitlichen Temperaturschwankungen werden dabei die Temperaturdifferenzen zu einem zusätzlichen Bezugsthermometer im Temperatur-Blockkalibrator bestimmt. Besonders wichtig ist die Messung der Temperaturdifferenz zwischen möglichst weit auseinander liegenden (gegenüberliegenden) Bohrungen.

3.3 Beeinflussung der Temperatur in der Messzone durch unterschiedliche Beladung

Bei besonders kleinen Messunsicherheiten sind weiterführende Untersuchungen zur Beeinflussung der Temperatur in der Messzone durch unterschiedliche Beladung notwendig. Hierzu können Beladungen mit Thermometern durch Beladungen mit Metall- oder Keramikstäben simuliert werden.

3.4 Zeitliche Stabilität

Es ist die größte Temperaturdifferenz zu bestimmen, die sich bei fester Einstellung der Prüftemperatur am Temperatur-Blockkalibrator während einer Betriebsdauer von 30 Minuten in der Messzone ergibt.

Es sind Kalibrierungen bei drei verschiedenen Temperaturen durchzuführen, und zwar bei der höchsten und niedrigsten gewünschten Einsatztemperatur und bei Raumtemperatur. Liegt die höchste oder tiefste Einsatztemperatur bei Raumtemperatur, so ist die dritte Temperatur für die Kalibrierung in der Mitte des Temperatur-Einsatzbereiches zu wählen.

3.5 Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung

In Absprache mit dem Auftraggeber ist die Temperaturabweichung durch Wärmeableitung für solche Thermometer zu bestimmen, die beim Auftraggeber kalibriert werden sollen. Diese Abweichung wird bei der im Kalibrierschein des Temperatur-Blockkalibrators angegebenen Messunsicherheit nicht betrachtet, sondern ist jeweils beim Einsatz des Temperatur-Blockkalibrators gesondert zu berücksichtigen. Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung für Thermometer mit Außendurchmesser $d \leq 6$ mm können vernachlässigt werden.

3.6 Bestimmung der Abweichung zwischen Anzeige des Kalibratorthermometers und der Temperatur in der Messzone

Die Bestimmung der Temperatur in der Messzone des Temperatur-Blockkalibrators erfolgt mit einem Normalthermometer, dessen Anschluss an die nationalen Normale nachzuweisen ist.

3.6.1 Durchzuführende Messungen

Die Bestimmung der Abweichung zwischen der Anzeige des Kalibratorthermometers und der Temperatur in der Messzone erfolgt in der zentralen oder einer besonders gekennzeichneten Bohrung. Dazu sind Messungen bei mindestens drei verschiedenen Temperaturen (Kalibrierpunkten) durchzuführen, die möglichst gleichmäßig über den gewünschten Einsatzbereich verteilt sind. An jedem Kalibrierpunkt werden zwei Messreihen durchgeführt, in denen jeweils über einen Zeitraum von mindestens 10 Minuten der zeitliche Mittelwert der Abweichung zwischen der Anzeige des Kalibratorthermometers und der Temperatur in der Messzone bestimmt wird. Die Einstellung der Temperatur an den Kalibrierpunkten erfolgt für eine Messreihe bei steigender, für die andere bei fallender Temperatur. Ergebnisse, die bei der Messung der zeitlichen Stabilität erzielt wurden, dürfen ohne Wiederholungsmessung verwendet werden, falls ein kalibriertes Thermometer verwendet wurde. Bei Kalibrierungen bei der höchsten bzw. der tiefsten Temperatur entfällt die Forderung nach Einstellung der Temperatur bei steigender und fallender Temperatur, falls die Temperatur mit der vom Hersteller angegebenen höchsten oder tiefsten Betriebstemperatur zusammenfällt. Es sind jedoch mindestens zwei Messreihen aufzunehmen, zwischen denen die Betriebstemperatur des Kalibrators verändert wurde.

3.6.2 Auswertung

Für jeden Kalibrierpunkt werden die Messwerte aus Aufwärts- und Abwärtsmessung gemittelt. Das Kalibrierergebnis (Abweichung zwischen der mit dem Normalthermometer gemessenen Temperatur und der Anzeige des Kalibrators) wird in mathematischer, graphischer oder tabellarischer Form dokumentiert.

4. Messunsicherheit

Als Messunsicherheit der Kalibrierung des Temperatur-Blockkalibrators ist diejenige Messunsicherheit anzugeben, die der Temperatur in einer Bohrung des Kalibrators zuzuordnen ist. Falls die Temperaturabweichung durch Wärmeableitung vernachlässigt werden kann, ist die Messunsicherheit gleich der Messunsicherheit, die ein Anwender bei der Kalibrierung eines Thermometers mit dem Temperatur-Blockkalibrator bei sorgfältiger Einhaltung der Bedienungsanleitung und dieser Kalibrierrichtlinie erwarten kann.

Ein Beispiel für die Berechnung der Messunsicherheit ist in Abschnitt 6 zu finden.

Als Beiträge zur Messunsicherheit sind zu berücksichtigen:

4.1 Abweichung zwischen der Anzeige des Normalthermometers und der Temperatur in der Messzone

Die Beiträge sind im Wesentlichen verursacht durch die Kalibrierung des Normalthermometers, die Messung mit dem Normalthermometer, die Drift des Normalthermometers, die Auflösung der Anzeige und Unterschiede der Messungen bei Aufwärts- und Abwärtsmessung (Hysterese). Die Bestimmung der Messunsicherheiten erfolgt in Analogie zum Verfahren bei der Kalibrierung eines Thermometers.

4.2 Temperaturverteilung im Block

Zusätzliche Abweichungen zwischen der Anzeige des Kalibratorthermometers und der Temperatur der vom Nutzer tatsächlich verwendeten Messzone (die nicht identisch sein muss mit der Zone, die für die in 3.6 beschriebenen Messungen verwendet wurde) treten durch die nicht genau bekannte Temperaturverteilung im Festkörperblock, die Beladung des Blockes sowie die zeitliche Stabilität auf. Diese zusätzlichen Abweichungen können als voneinander unabhängig betrachtet werden. Die hierdurch bedingten Beiträge zur Messunsicherheit können aus den Messungen entsprechend 3.1 bis 3.4 abgeschätzt werden. Der Beitrag u_i zur Messunsicherheit wird aus der größten gemessenen Temperaturdifferenz $(t_{\max} - t_{\min})$ abgeleitet:

$u_i^2(t) = (t_{\max} - t_{\min})^2 / 12$, falls mindestens drei Einzelmessungen durchgeführt wurden. Falls der Beitrag u_i zur Messunsicherheit aus nur zwei Einzelmessungen bestimmt wird, so ist folgender Ansatz zu wählen: $u_i^2(t) = (t_1 - t_2)^2 / 3$.

Die nach den Abschnitten 3.1 bis 3.4 bestimmten Unsicherheitsbeiträge sind zwischen den Kalibrierpunkten linear zu interpolieren. Abweichend hiervon kann nahe der Raumtemperatur in einem Temperaturbereich, der sich symmetrisch um die Umgebungstemperatur erstreckt, der Beitrag zur Messunsicherheit als konstant angesetzt werden.

Beispiel: Bei einer Erstkalibrierung für einen Temperatur-Blockkalibrator im Temperaturbereich von $-30\text{ °C} < t < +200\text{ °C}$, die bei einer Umgebungstemperatur von 20 °C durchgeführt wird, werden als größte Temperaturdifferenzen in der homogenen Zone gefunden: $0,3\text{ K}$ bei $t = -30\text{ °C}$ und $0,6\text{ K}$ bei $t = 200\text{ °C}$. In dem Temperaturbereich $20\text{ °C} \pm 50\text{ K}$, also von -30 °C bis 70 °C , kann die größte auftretende Temperaturdifferenz zu $0,3\text{ K}$ angesetzt werden, im Temperaturbereich 70 °C bis 200 °C ist zwischen $0,3\text{ K}$ und $0,6\text{ K}$ linear zu interpolieren.

4.3 Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung

Unsicherheitsbeiträge auf Grund von Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung der Thermometer mit Außendurchmesser $d \leq 6$ mm können vernachlässigt werden. Für Thermometer mit $d > 6$ mm ist eine gesonderte Betrachtung dieses Beitrages zur Unsicherheit durchzuführen.

5. Kalibrierschein

Der Kalibrierschein ist gemäß DKD-5 „Anleitung zum Erstellen eines DKD-Kalibrierscheines“ zu erstellen. Es wird empfohlen, jedem Kalibrierschein die „Hinweise des DKD-Fachausschusses ‘Temperatur und Feuchte’ zum Einsatz von Temperatur-Blockkalibratoren“ in der jeweils gültigen Fassung beizufügen (s. Anhang B).

Im Kalibrierschein oder als Anlage zum Kalibrierschein sind auch die Ergebnisse der Untersuchungen zu 3.1 bis 3.5 zu dokumentieren.

6. Beispiel einer Messunsicherheitsanalyse

Kalibrierung eines Temperatur-Blockkalibrators bei der Temperatur 180 °C

Es wird die Temperatur, die dem Temperaturfühlbereich eines Thermometers bei seiner Kalibrierung in einer Kalibrierbohrung eines Temperatur-Blockkalibrators mit fest eingebautem Kalibratorthermometer zuzuschreiben ist, durch Vergleich mit einem kalibrierten Widerstandsthermometer (Normalthermometer) am Kalibrierpunkt 180 °C bestimmt. Die Temperatur des Widerstandsthermometers wird durch Messung seines elektrischen Widerstandes mit einem Multimeter ermittelt. Die Temperatur, die dem vom Kalibratorthermometer angezeigten Wert als Temperatur der Bohrung zuzuordnen ist, ergibt sich aus

$$t_X = t_N + \delta t_N + \delta t_D - \delta t_{ix} + \delta t_H + \delta t_B + \delta t_R + \delta t_L + \delta t_V$$

mit

t_N - Temperatur des Widerstandsthermometers

δt_N - Temperaturkorrektur auf Grund der Widerstandsmessung

δt_D - Temperaturkorrektur auf Grund Drift durch Alterung des Widerstandsthermometers seit der letzten Kalibrierung

δt_{ix} - Temperaturkorrektur auf Grund der Auflösung der Anzeige des Kalibratorthermometers

δt_H - Temperaturkorrektur auf Grund der Hysterese

δt_B - Temperaturkorrektur auf Grund unzureichender axialer Homogenität der Temperaturverteilung entlang der Bohrung in der Messzone (DKD-R 5-4: 3.1)

δt_R - Temperaturkorrektur auf Grund der Temperaturunterschiede zwischen den einzelnen Messbohrungen (DKD-R 5-4: 3.2)

δt_L - Temperaturkorrektur auf Grund der Beladung des Kalibrierblockes mit mehreren Thermometern (DKD-R 5-4: 3.3)

δt_V - Temperaturkorrektur auf Grund von Variationen der Temperatur innerhalb der Messzeit (DKD-R 5-4: 3.4).

Eine Temperaturabweichung durch Wärmeleitung wird nicht berücksichtigt, da das Widerstandsthermometer einen Außendurchmesser $d \leq 6$ mm besitzt (DKD-R 5-4: 3.5).

Widerstandsthermometer (Normalthermometer) (t_N): Der Kalibrierschein für das als Normalthermometer verwendete Widerstandsthermometer gibt die Beziehung zwischen Widerstand und Temperatur an. Der gemessene Widerstandswert entspricht einer Temperatur von 180,10 °C mit einer beigeordneten erweiterten Messunsicherheit von 30 mK (Erweiterungsfaktor $k = 2$).

Bestimmung der Temperatur durch Widerstandsmessung (δt_N): Die Temperatur des als Gebrauchsnorm verwendeteten Widerstandsthermometers wird mit 180,10 °C bestimmt. Die auf Temperatur umgerechnete Standardmessunsicherheit der Widerstandsmessung entspricht $u(\delta t_N) = 10$ mK.

Drift des Widerstandswertes des Widerstandsthermometers (δt_D): Aus dem allgemeinen Verhalten von Widerstandsthermometern der verwendeten Art wird die Abweichung des Widerstandswertes des eingesetzten Widerstandsthermometers auf Grund seiner Alterung seit der letzten Kalibrierung abgeschätzt mit den Grenzen ± 40 mK.

Auflösung der Anzeige des Kalibratorthermometers (δt_{ix}): Die Anzeige des Kalibratorthermometers vermag Temperaturwerte in Schritten von 0,1 K anzuzeigen. Die Temperaturabweichung auf Grund der endlichen Auflösung der Anzeige liegt deshalb in den Grenzen ± 50 mK.

Hysterese bei auf- und absteigendem Messzyklus (δt_H): Die gemessenen Werte zeigen, dass die Temperaturabweichung auf Grund der bei auf- und absteigendem Messzyklus auftretenden Hysterese im Bereich ± 50 mK liegt.

Axiale Homogenität (δt_B): Aus den gemessenen maximalen und minimalen Temperaturwerten in der Messzone der Bohrung wird die Temperaturabweichung auf Grund der axialen Inhomogenität durch die Grenzen ± 250 mK abgeschätzt.

Temperaturunterschiede zwischen den Bohrungen (δt_R): Der zu kalibrierende Kalibrator besitzt 6 Bohrungen. Die größte gemessene Temperaturdifferenz betrug 140 mK, woraus für die Temperaturverteilung zwischen den Bohrungen Grenzen von ± 70 mK abgeschätzt werden.

Temperaturabweichung auf Grund der Beladung (δt_L): Aus den gemessenen Temperaturunterschieden wird eine mögliche Abweichung auf Grund der Beladung der einzelnen Bohrungen abgeschätzt zu ± 50 mK.

Zeitliche Stabilität (δt_V): Temperaturabweichungen auf Grund zeitlicher Variationen während der Messzeit von 30 min werden durch die Grenzen ± 30 mK abgeschätzt.

Korrelationen: Korrelationen zwischen den Werten der Eingangsgrößen werden als unwesentlich angesehen.

Messunsicherheitsbudget:

Größe X_i	Schätzwert x_i	Standard- Messunsicherheit $u(x_i)$	Verteilung	Sensitivitäts- koeffizient c_i	Unsicherheits- beitrag $u_i(y)$
t_N	180,10 °C	15 mK	normal	1,0	15 mK
δt_N	0,00 K	10 mK	normal	1,0	10 mK
δt_D	0,00 K	23 mK	Rechteck	1,0	23 mK
δt_{iX}	0,00 K	29 mK	Rechteck	-1,0	-29 mK
δt_H	0,00 K	29 mK	Rechteck	1,0	29 mK
δt_B	0,00 K	144 mK	Rechteck	1,0	144 mK
δt_R	0,00 K	40 mK	Rechteck	1,0	40 mK
δt_L	0,00 K	29 mK	Rechteck	1,0	29 mK
δt_V	0,00 K	17 mK	Rechteck	1,0	17 mK
t_X	180,10 °C				161 mK

Erweiterte Messunsicherheit:

Die dem Ergebnis beigeordnete Standardmessunsicherheit wird durch den Effekt der unbekanntem Temperaturkorrektur in Bezug auf die axiale Temperaturinhomogenität in der Messbohrung und die radiale Temperaturdifferenz zwischen den Messbohrungen dominiert. Die resultierende Verteilung ist keine Normalverteilung, sondern im Wesentlichen trapezförmig. Einzelheiten hierzu sind in DKD-3-E2, Abschnitt S10.13 erläutert. Für das obige Beispiel ergibt sich ein Kantenparameter $\beta = 0,563$, was für eine Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95 % zu einem Erweiterungsfaktor $k = 1,74$ führt.

$$U = ku(t_X) = 1,74 \cdot 0,161 \text{ K} \cong 0,3 \text{ K}$$

Vollständiges Messergebnis:

Die Temperatur, die der Anzeige von 180,0 °C des eingebauten Kalibratorthermometers zugeordnet ist, beträgt

$$180,1 \text{ °C} \pm 0,3 \text{ K}$$

Die angegebene erweiterte Messunsicherheit ist das Produkt aus der Standardmessunsicherheit und dem Erweiterungsfaktor $k = 1,74$. Sie entspricht bei der angenommenen trapezförmigen Wahrscheinlichkeitsverteilung einer Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95 %. Die Standardmessunsicherheit wurde gemäß DKD-3 (autorisierte Übersetzung von EA-4/02) ermittelt.

7. Zitierte Normen und weitere Unterlagen

DIN EN ISO/IEC 17 025	Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien
DIN 43 762	Messen, Steuern, Regeln; Elektrische Temperaturlaufnehmer; Messeinsätze für Widerstandsthermometer
DIN 43 735	Messen, Steuern, Regeln; Elektrische Temperaturlaufnehmer; Messeinsätze für Thermoelemente
DKD-R 5-1	Richtlinie des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) für die Kalibrierung von Präzisions-Widerstandsthermometern nach der Vergleichsmethode
DKD-R 5-2	Richtlinie des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) für die Kalibrierung von technischen Widerstandsthermometern nach der Vergleichsmethode
DKD-R 5-3	Kalibrierung von Thermoelementen
DKD-5	Anleitung zum Erstellen eines DKD-Kalibrierscheines
DKD-3	Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen (Deutsche Übersetzung von EA-4/02 „Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration“)
DKD-3-E2	Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen: Zusätzliche Beispiele (Deutsche Übersetzung von EA-4/02 „Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration“, Supplement 2)

Anhang A

Verfahren zur Bestimmung des Einflusses der axialen Temperaturverteilung

In der Regel werden Temperatur-Blockkalibratoren zur Kalibrierung von Thermometern mit unterschiedlichem Aufbau eingesetzt. Sensoren verschiedener Länge befinden sich dabei in unterschiedlichen Bereichen der Messzone. Deshalb liefert die axiale Temperaturverteilung entlang der Bohrung in der Messzone einen (häufig alle anderen Beiträge dominierenden) Beitrag zur Unsicherheit der Kalibrierung. Die Bestimmung der axialen Temperaturverteilung ist schwierig, da ein Prüfthermometer selber diese Temperaturverteilung beeinflusst. Diese Beeinflussung kann komplex sein, da z. B. ein unterschiedlich tief eingetauchtes Thermometer eine jeweils andere Wärmeableitung bewirkt, was dann jedoch Rückwirkungen auf das Regelverhalten des Blockkalibrators haben kann.

Es ist daher ein Verfahren zur Bestimmung des Einflusses der axialen Temperaturverteilung zu wählen, das den Kundenanforderungen möglichst entspricht. Solche Verfahren können z. B. sein:

1. Bestimmung der Temperatur an 3 Punkten mit einem Sensor kurzer Baulänge

Dazu wird mit einem Thermometer mit einer Sensorlänge von maximal 5 mm die Temperatur am unteren Ende, in der Mitte und am oberen Ende der Messzone bestimmt. Das Thermometer darf mit einem Schutzrohr mit Außendurchmesser $d \leq 6$ mm versehen sein. Im Temperaturbereich -80 °C bis 250 °C sind vorzugsweise Pt-Widerstandsthermometer, im Bereich 250 °C bis 1300 °C Thermoelemente (auch Pt-Pd-Thermoelemente) einzusetzen.

Beispiel: Bei einem Temperatur-Blockkalibrator mit einer Messzone von 40 mm Länge am unteren Ende der Bohrung sind Messungen unter folgenden Bedingungen erforderlich:

- 1) Thermometer auf Boden aufstoßend,
- 2) 20 mm herausgezogen,
- 3) 40 mm herausgezogen,
- 4) Thermometer auf Boden aufstoßend.

2. Direkte Bestimmung von Temperaturdifferenzen mittels Differenzthermoelement

Hier wird die Temperaturdifferenz an einem oder mehreren Punkten in der Bohrung zum tiefsten Punkt der Bohrung (auf Boden aufstoßend) mit einem Differenzthermoelement direkt gemessen.

Hierzu kann z. B. ein fertig konfektioniertes Thermoelement verwendet werden, bei dem die beiden Messstellen einen Abstand von etwa 25 mm besitzen. Es sollte beispielsweise in einem Bad oder einem Wärmerohr regelmäßig überprüft werden, ob die Temperaturdifferenz von 0 K korrekt gemessen wird.

Eine andere Möglichkeit ist es, zwei Mantelthermoelemente mit kleinem Außendurchmesser gemeinsam in die Bohrung einzuführen. Während das erste Thermoelement am Boden verbleibt, werden die Temperaturdifferenzen zu dem zweiten Thermoelement bestimmt, das sich in bekanntem Abstand zum ersten Thermoelement befindet (z. B. 20 mm und 40 mm). Sind beide Thermoelemente gleich tief eingetaucht, ist ein Abgleich für die Temperaturdifferenz 0 K möglich.

3. Bestimmung der Temperatur an zwei Punkten

Wird die Temperaturverteilung mit Hilfe eines Thermometers mit relativ langem Sensor ermittelt, so ist eine Verschiebung des Thermometers um 40 mm (der üblichen Länge der homogenen Zone des Blockkalibrators) nicht sinnvoll. Bei einigen Kalibratoren hat sich herausgestellt, dass eine Messung bei zwei verschiedenen Eintauchtiefen (z. B. auf dem Boden aufstoßend und 20 mm herausgezogen) hinreichende Information zum Einfluss der Temperaturverteilung auf den Beitrag zur Messunsicherheit liefern kann.

Man beachte, dass nach Abschnitt 4.2 in diesem Fall der Beitrag zur Messunsicherheit gemäß $u_i^2(t) = (t_1 - t_2)^2 / 3$ bestimmt wird.

4. Bestimmung der Temperatur mit kalibrierten Thermometern mit unterschiedlicher Sensorlänge

Liegen Informationen darüber vor, welche Thermometer in dem Blockkalibrator kalibriert werden, so können die Einflüsse der axialen Temperaturverteilung auf den Thermometertyp direkt bestimmt werden. Hierzu sind Messungen mit den jeweiligen Thermometertypen notwendig. Wenn keine Informationen über die zu kalibrierenden Thermometer vorliegen, so sollte die Messung mit zwei Thermometern möglichst unterschiedlicher Bauart durchgeführt werden.

Es ist zu beachten, dass für diese unter Punkt 4 aufgeführten Messungen alle verwendeten Thermometer kalibriert sein müssen.

Anhang B

Hinweise des DKD-Fachausschusses „Temperatur und Feuchte“ zum Einsatz von Temperatur-Blockkalibratoren

Durch den Kalibrierschein eines DKD-Kalibrierlaboratoriums wird bestätigt, dass der Temperatur-Blockkalibrator die hohen Anforderungen an die Kalibrierbarkeit eines solchen Gerätes erfüllt, wie sie in der Richtlinie DKD-R 5-4 festgelegt sind. Dennoch sind beim Einsatz des Kalibrators die folgenden Punkte zu beachten:

Die Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bezieht sich vorwiegend auf die Temperatur des Festkörperblocks. Die Temperatur des im Block zu kalibrierenden Thermometers kann von dieser Temperatur abweichen. Wenn ein Thermometer des gleichen Typs unter gleichen Messbedingungen wie bei der Kalibrierung verwendet wird, kann davon ausgegangen werden, dass die Messabweichungen bei der Kalibrierung von idealen Thermometern nicht größer sind als die im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten. Falls im Kalibrierschein nichts anderes angegeben ist, muss sichergestellt sein, dass

- das Messelement sich in der homogenen Temperaturzone befindet.
- der Innendurchmesser der im Kalibrator benutzten Bohrung (evtl. der Hülse) im Temperaturbereich -80 °C bis 660 °C maximal $0,5\text{ mm}$ und im Temperaturbereich 660 °C bis 1300 °C maximal $1,0\text{ mm}$ größer ist als der Außendurchmesser des zu kalibrierenden Thermometers
- die Eintauchtiefe des zu kalibrierenden Thermometers mindestens das 15-fache des Außendurchmessers des zu kalibrierenden Thermometers beträgt
- das zu kalibrierende Thermometer einen Außendurchmesser $d \leq 6\text{ mm}$ hat.

Bitte achten Sie besonders darauf, ob bei der Kalibrierung Ihres Temperatur-Blockkalibrators ein Wärmeträgermittel eingesetzt wurde. Wenn dies der Fall ist, so gilt die Kalibrierung nur bei Einsatz des Kalibrators mit einem entsprechenden Wärmeträgermittel.

Bei der Kalibrierung von Thermometern mit Außendurchmesser $d > 6$ mm ist eine zusätzliche Messabweichung durch Wärmeableitung zu berücksichtigen. Falls solche Messungen durchgeführt werden sollen, so kann die zusätzliche Wärmeableitung für den bei Ihnen untersuchten Thermometertyp von Ihrem DKD-Kalibrierlaboratorium bestimmt werden. Ein guter Test auf mögliche Temperaturabweichungen durch Wärmeableitung besteht darin, zu kontrollieren, ob sich die Anzeige des zu kalibrierenden Thermometers ändert, wenn es um 20 mm angehoben wird. Beiträge zur Messunsicherheit, die durch das von Ihnen zu kalibrierende Thermometer bedingt sind (z. B. Inhomogenitäten von Thermoelementen), sind ebenfalls nicht in der Messunsicherheit des Kalibrators enthalten.

Falls der Kalibrator in Beladungszuständen eingesetzt wird, die nicht dem Beladungszustand bei der Kalibrierung entsprechen, so kann der Einfluss der Beladung durch Herausnahme oder Hinzufügen von Thermometern vor Ort bestimmt werden.

Maßgeblich für die Kalibrierung sind die Angaben im Kalibrierschein, nicht die Herstellerangaben. Sprechen Sie bitte unbedingt vor der Kalibrierung die Einsatz- und Kalibrierbedingungen mit Ihrem DKD-Kalibrierlaboratorium ab.

Wenn im Kalibrierschein nichts anderes angegeben ist, muss (unabhängig von Herstellerangaben) sichergestellt sein, dass

- der Kalibrator in vertikaler Stellung betrieben wird
- keine zusätzlichen thermischen Isolierungen benutzt werden
- die Umgebungstemperatur (23 ± 5) °C beträgt.

Zur Kontrolle der Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren wird empfohlen, regelmäßige Messungen mit einem kalibrierten Thermometer vorzunehmen. Ohne Kontrollmessungen mit einem kalibrierten Thermometer wird eine jährliche Rekalibrierung des Temperatur-Blockkalibrators dringend empfohlen.