

Für den Einsatz bei DKD-Kalibrierstellen und Prüflaboratorien werden an Kalibrierthermostate höchste Anforderungen hinsichtlich der Temperaturkonstanz sowie der räumlichen Temperaturverteilung im Temperierbad gestellt. Dieser Beitrag erläutert die Vorgehensweise bei der Ermittlung der Messunsicherheit eines Kalibrierthermostaten und liefert Ergebnisse im Rahmen einer Langzeituntersuchung.

KARL-HEINZ KLINDER*



1 Lauda Kalibrierthermostate im Einsatz beim DKD-Prüflabor bei Eon Egeering in Gelsenkirchen

Messunsicherheit von Kalibrierthermostaten

Bei der Akkreditierung und Zertifizierung von DKD-Prüfstellen muss der Nachweis der Messunsicherheit des gesamten Kalibrierverfahrens geführt und dokumentiert werden. Das Kalibrieren und Eichen von Thermometern durch Vergleich mit geeichten Normalthermometern lässt sich bei jeglicher Temperatur vornehmen, wenn für hinreichende Temperaturkonstanz des Prüfmediums gesorgt ist. Die genauesten Prüfbäder mit verstellbaren Betriebstemperaturen sind zweifellos Flüssigkeitsthermostate. Sie ermöglichen besonders gute zeitliche und räumliche Temperaturkonstanzen, weil Flüssigkeiten Temperaturen 40 bis 60 mal besser übertragen als Luft, und weil alle Metallblockthermostate einen Luftspalt haben. Der Einsatzbereich kommerziell vertriebener Flüssigkeitsthermostate ist auf Temperaturen von -90 °C bis $+300\text{ °C}$ begrenzt. Die untere Temperaturgrenze ist durch die Viskosität festgelegt, denn zu hoher Viskosität lässt sich die Flüssigkeit im Thermostaten nicht mehr richtig umwälzen. Die obere Temperaturgrenze ist meist deutlich vor dem Siedepunkt begrenzt. Denn nach der Sicherheitsnorm DIN EN 61010-1, Ausg. 2002-08, Sicherheitsbestimmungen für

*K.-H. Klinder, LAUDA Dr. R. Wobser GmbH & CO. KG, 97912 Lauda-Königshofen

Tabelle 1: Ergebnisse der Temperaturverteilungsmessung bei 160 °C im Bad

Ergebnisse der Gleichungen δ_{21}'' ; δ_{21}' ; δ_{31}' ; δ_{31}'' sowie vertikal zylindrisch, alle Ang. in mK

Eintauchtiefe	Vertikal zylindrisch	West-Ost-Richtung, Messung horizontal				Nord-Süd-Richtung, Messung, horizontal			
		δ_{21}''	δ_{21}'	δ_{31}'	δ_{31}''	δ_{21}''	δ_{21}'	δ_{31}'	δ_{31}''
H1	1	8	3	4	6	8	3	4	6
H2	0	3	1	1	4	3	1	1	4
H3	-2	-5	1	1	4	-5	-2	-2	-6

elektrische Mess-, Steuer-, Regel und Laborgeräte, Teil 1: Allg. Anforderungen (IEC 61010-1: 2001), Deutsche Fassung EN 61010-1:2001 darf in Thermostaten max. bis zu einer Temperatur von 25 °C unterhalb des Brennpunktes gearbeitet werden. Dies grenzt den Einsatzbereich nach oben ein, denn es gibt keine Flüssigkeiten mit Brennpunkten deutlich über 300 °C .

Ein besonderes Merkmal dieser LAUDA Kalibrierthermostate ist die grundsätzliche Trennung des Thermostaten teils mit Arbeitsraum

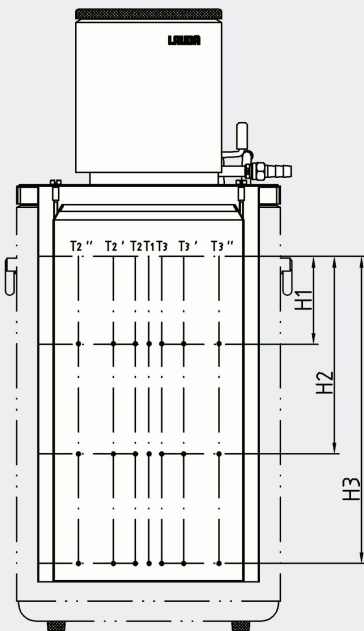
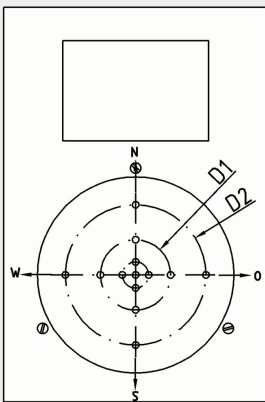
(Bad), Pumpe und allen mit dem Badmedium in Berührung kommenden Funktionselementen vom Regel- und Bedienteil R 400 P, welches die gesamte Elektronik enthält. Der zylindrische Arbeitsraum ist um 20 mm höhenverstellbar. So ist die Flüssigkeitsbadoberfläche im Arbeitsraum bis zur Deckplattenhöhe zu verstellen. Ganz eintauchende Thermometer sind somit unmittelbar an der Eintauchstelle ablesbar. Der Arbeitsraum bietet eine konstante Eintauchtiefe, unabhängig von der Volumenausdehnung des Badmediums.

Vorbereitende Messungen

Beim Einmessen werden die zeitlichen Schwankungen und die räumlichen Unterschiede der Temperatur im Messraum bzw. im Kalibrierbereich innerhalb eines Bades bestimmt. Gemessen werden keine absoluten Temperaturen, sondern Temperaturdifferenzen. Zunächst wird der Kalibrier-



2 Der Kalibrierthermostat Lauda UB 30 J

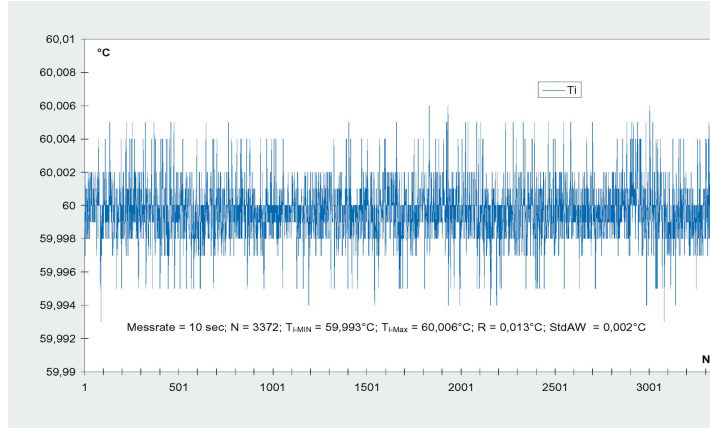


3 Positionierung der Thermometer

bereich innerhalb des Bades festgelegt. Dort lassen sich die Widerstandsthermometer mit einer Vorrichtung in geringem Abstand voneinander positionieren. Während der Kalibrierung sind die Prüflinge und das Normalthermometer radial positioniert. Der Kalibrierbereich stellt sich in Form eines Zylinders mit einem Durchmesser von D2 dar. Er beginnt in der Mitte der Badöffnung und endet kurz über dem Boden. In drei Ebenen wird die räumliche Temperaturverteilung bestimmt. Um den baufurabhängigen Wärmeableitfehlers der Widerstandsthermometer zu vermeiden, ist die Mindesteintauchtiefe H1. Das Bad muss dabei abgedeckt sein.

Räumliche Temperaturunterschiede

Die räumlichen Temperaturunterschiede werden im Kalibrierbereich in radialer und axialer Richtung ermittelt. Die Widerstandsmessung der drei Thermometer er-



4 Zeitliche Temperaturstabilität
Verlauf des Temperatur-Istwertes T_1 [°C] bei $T_{soll} = 60$ °C

Tabelle 2: Übersicht über die Unsicherheiten bei der Kalibrierung eines Pt 100 Widerstandsthermometers im Vergleich mit einem Normalthermometer (Pt 25) bei 100 °C im Silikonbad (Gesamtunsicherheit 13 mK)

Unsicherheit	Wert
U1 Räumliche Temperaturverteilung	6 mK
U2 Temperaturkonstanz, zeitliche Schwankungen	2 mK
U3 Kalibrierunsicherheit des verwendeten Kalibrierthermometers mit Referenzthermometer Pt 25	2 mK
U4 Alterung des Normalthermometers über das Kalibrierintervall ($2 \times U_3$)	4 mK
U5 Kalibrierunsicherheit des Normalwiderstandes	1 mK
U6 Alterung des verwendeten Normalthermometers	3 mK
U7 Unsicherheit der Messbrücke bei der Messung des Prüflings	1 mK
U8 Instabilität des Prüflings	10 mK

folgt mit einem hochpräzisen Digitalmultimeter. Die in Tabelle 1 angegebenen Temperaturdifferenzen sind Mittelwerte aus 20 Einzelmessungen, aufgenommen über einen Zeitraum von 10 Minuten. Das Thermometer T_1 befindet sich immer im Zentrum der Messebene. Die Thermometer T_2 und T_3 sind links und rechts neben T_1 angeordnet und berühren sich an der Spitze. Bei der Bestimmung der radialen Temperaturverteilung wird zunächst die Abweichung δ der Thermometer untereinander bestimmt und auf Null abgeglichen (Offset) $\delta_{21} = (T_2 - T_1)$ und $\delta_{31} = (T_3 - T_1)$. Danach werden die Thermometer T_2 und T_3 in die Positionen T_2' und T_3' gebracht. Die Temperaturdifferenzen zu T_1 berechnen sich dann zu:

$$\delta_{21'} = (T_2' - T_1) \text{ und } \delta_{21''} = (T_2'' - T_1)$$

$$\delta_{31'} = (T_3' - T_1) \text{ und } \delta_{31''} = (T_3'' - T_1)$$

Die Messungen in West-Ost- und in Nord-Süd-Richtung sind für alle Prüftem-

peraturen in den drei festgelegten Messebenen durchzuführen. Zum Ausmessen der axialen Temperaturverteilung tauchen die drei Thermometer zunächst im Zentrum des Kalibrierbereiches (H2) tief ein. Nachdem die Abweichung untereinander gemessen ist, wird Thermometer T_3 (H3) und Thermometer T_2 (H1) eingetaucht, während Thermometer T_1 in seiner Position bleibt. Die Differenzen zur ersten Messung geben Aufschluss über den axialen Temperaturgradienten. LP

Literatur

- [1] DKD 2: Accreditation of Calibration Laboratories - Criteria and Procedures, DKD, PTB, 1983
- [2] DKD 3: Ermittlung von Messunsicherheiten, DKD, PTB, 1991
- [3] DKD 4: Rückführung von Prüfmitteln auf nationale Normale, DKD, PTB, 1991
- [4] DKD 5: Anleitung zum Erstellen eines DKD-Kalibrierscheines, DKD, PTB, 1997
- [5] DKD 6: Guidance for the Preparation of a Quality Manual for Calibration Laboratories of the DKD, 1993
- [6] Betriebsanleitung: Lauda Ultra-Thermostat, 02/96
- [7] DIN 1319-3: Grundlagen der Messtechnik, Messunsicherheit, 1985
- [8] DIN 1319-4: Grundlagen der Messtechnik, Behandlung von Messunsicherheiten, 1985
- [9] N.N.: GUM Guide to the expressions of Uncertainty in Measurement
- [10] Braun, M.: Behandlung der Messunsicherheiten der Fertigungsmesstechnik, IFF Uni Stuttgart, 1997
- [11] Wobser, G.: Zur Geschichte der Thermostatisierung, GIT Fachzeitschrift für das Laboratorium 25 (1981) 493-497, 574-579

Weitere Informationen über:

www.laborpraxis.de

- Download der Betriebsanleitungen und technischen Daten von Lauda Thermostaten
- Download von Publikationen des Deutschen Kalibrierdienstes der PTB in Braunschweig

Kennziffer:

308