



Česká metrologická společnost, z.s.

Novotného lávka 5, 116 68 Praha 1

tel/fax: 221 082 254

e-mail: cms-zk@csvts.cz

www.csvts.cz/cms

Kalibrační postup

KP 3.1.3/06/18

**ŘETĚZEC PRO MĚŘENÍ TEPLOT TERMOELEKTRICKÝMI
ČLÁNKY**

Praha

Říjen 2018

Vzorový kalibrační postup byl zpracován a financován ÚNMZ v rámci Plánu standardizace – Program rozvoje metrologie 2018

Číslo úkolu: VII/2/18

Zadavatel: Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, organizační složka státu

Řešitel: Česká metrologická společnost, z. s.

Zpracoval: Ing. Josef Vojtíšek

© ÚNMZ, ČMS

Neprodejné: Metodika je volně k dispozici na stránkách ÚNMZ a ČMS. Nesmí však být dále komerčně šířena.

1 Předmět kalibrace

Kalibrační postup se vztahuje na měřicí řetězce teploty, jejichž základ (snímací element) tvoří termoelektrický článek, který je součástí snímače teploty různého provedení. Běžný rozsah těchto měřicích řetězců se pohybuje v rozmezí (-100 až 1600) °C, nejčastěji měřené teploty bývají (0 až 1200) °C. Měřicí řetězce s termoelektrickými snímači teploty se používají v žihacích a kalicích pecích, v muflových pecích, ve formách pro vstřikové lisování plastických hmot a kovů, v průběžných plynových i elektrických pecích apod. Snímače, které jsou součástí měřicích řetězců, obvykle odpovídají tolerančním třídám 1 (výjimečně) nebo 2 (standardně) podle [L5].

2 Související normy a metrologické předpisy

Vyhláška MPO č. 264/2000 Sb. ve smyslu novely č. 424/2009 Sb.	Vyhláška o základních měřicích jednotkách, ostatních jednotkách a o jejich označování	[L1]
ČSN EN ISO/IEC 17025	Všeobecné požadavky na kompetenci zkušebních a kalibračních laboratoří	[L2]
ČSN EN 60770-1 ed.2	Měřicí převodníky pro řídicí systémy průmyslových procesů – Část 1: Metody hodnocení vlastností	[L3]
ČSN EN 61298-2 ed.2	Zařízení pro měření a řízení průmyslových procesů. Obecné metody a postupy pro hodnocení vlastností – Část 2: Zkoušky při referenčních podmínkách	[L4]
ČSN EN 60584 -1 ed. 2	Termoelektrické články. Část 1: Údaje napětí a tolerance	[L5]
ČSN EN 60584-3	Termoelektrické články - Část 3: Prodlužovací a kompenzační vedení - System tolerancí a značení	[L6]
TNI 01 0115	Mezinárodní metrologický slovník - Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)	[L7]
ČSN ISO 31-0	Veličiny a jednotky. Část 0: Všeobecné zásady (zrušená)	[L8]
ČSN ISO 80000-5	Veličiny a jednotky - Část 5: Termodynamika	[L9]
ČSN ISO 80000-1	Veličiny a jednotky - Část 1: Obecně	[L10]
ITS 1990	Mezinárodní teplotní stupnice In: METROLOGIE, Tematická příloha č. 4/2008	[L11]
ČSN 25 8005	Názvosloví z oboru měření teploty	[L12]
ČSN 25 8010	Směrnice pro měření teplot v průmyslu	[L13]
EA 4/02: M 2013	Vyjádření nejistoty měření při kalibraci	[L14]
ILAC-G8	Pokyny pro uvádění shody se specifikací; překlad ČIA 9/2009	[L15]
EURAMET cg-13 v 3.0	Calibration of Temperature Block Calibrators	[L16]
EURAMET cg-8	Calibration of Thermocouples (10/2011; ver. 2.1)	[L17]
VII/5/17	ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA úkolu: „Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru teplota“, dostupné na http://www.unmz.cz/files/metrologie/vystupy%20z%20PRM/cmc-teplota.pdf	[L18]

3 Kvalifikace pracovníků provádějících kalibraci

Kvalifikace pracovníků, kteří kalibrují měřidla je stanovena předpisem organizace, který se týká metrologie. Příslušní pracovníci musí být seznámeni s tímto kalibračním postupem. Doporučuje se certifikace odborné způsobilosti těchto pracovníků nebo obdobné zajištění způsobilosti.

4 Názvosloví, definice

Názvosloví a definice jsou obsaženy v normách, zejména v [L7] a v [12].

Další pojmy, které nejsou v uvedených normách:

- *měřicí řetězec*: účelové uspořádání měření zpravidla fyzikální veličiny (teplota, tlak, průtok atd.) realizované měřidly, která jsou prostorově rozdělena a vhodným způsobem propojená. Měřicí řetězec obsahuje zpravidla tyto části: čidlo, převodník, linealizační obvody, vyhodnocovací zařízení (ukazovací nebo zapisovací přístroj, číslicový voltmetr, mikroprocesor apod.), pomocná zařízení, propojení (proudová smyčka, napěťová sběrnice, signálová sběrnice),
- *chyba měřicího řetězce*: je definována jako rozdíl mezi výstupním údajem indikačního zařízení a teplotou, která působí na snímač,
- *dovolená chyba měřicího řetězce*: maximální přípustná chyba řetězce spočítaná (případně odhadnutá) pro konkrétní měřicí řetězec pracující v konkrétních podmínkách,
- *kalibrace řetězce vcelku*: řetězec se nerozpojuje, snímač se přesune do přenosného termostatu, jehož nastavenou teplotu známe s požadovanou nejistotou,
- *kalibrace řetězce při odpojení snímače*: snímač se kalibruje samostatně (např. v kalibrační laboratoři) a zbytek řetězce se kalibruje s použitím vhodného zdroje referenčního signálu (procesního kalibrátoru).

5 Měřidla a pomocná zařízení pro kalibraci

Prostředky, použité při kalibraci se řídí metodou kalibrace a rozsahem teplot, ve kterém se mají řetězce kalibrovat. U měřicích řetězců teplot je nutná speciální výbava, hlavně:

- blokové pícky realizující potřebné teploty (nejčastěji dvě provedení – s rozsahem do 650 °C a s rozsahem do 1200 °C),
- vhodný externí referenční snímač teploty (digitální teploměr se snímačem); rozlišení měřidla by mělo být o řád vyšší než rozlišení kalibrovaného řetězce, provedení snímačů odpovídají použití (nejčastěji plášťové resp. stonkové pro použití v kalibračních píčkách nebo jímkách kalibrovaných snímačů apod.), plášťové provedení předpokládá možnost tvarování snímače; pro teploty nad 1200 °C jde obvykle snímače z drahých kovů v keramických jímkách,
- přístroj na měření izolačního odporu stejnosměrným napětím 10 V max. 100 V s minimálním rozsahem 100 MΩ pro případnou kontrolu izolačního stavu termoelektrického snímače teploty,
- vhodný procesní kalibrátor (kontrola měřicí trasy bez snímače při hledání zdroje chyby),
- teploměr/vlhkoměr pro měření teploty/vlhkosti vzduchu okolí (může být součástí referenčního měřidla),
- vhodná souprava pracovních pomůcek (ruční nářadí, osvětlovací zdroj, lupa, posuvné měřítko, metr, stojánky, držáky, čisticí prostředky atd.),

- zařízení pro komunikaci, k dorozumění všech osob, které se účastní kalibrace řetězce od snímače po výstupní zařízení (odečty mohou být prováděny na vzdálené ploše – velín, pracoviště údržby atd.).

6 Obecné podmínky kalibrace – referenční podmínky

Měřicí řetězec se může kalibrovat při odstaveném zařízení nebo za provozu. Kalibrace během provozu zařízení je možná pouze tehdy, pokud měřicí řetězec neslouží k regulaci technologických parametrů. Kalibrační laboratoř není oprávněna zasahovat do zařízení zákazníka, proto je vždy nutná součinnost s obsluhou nebo údržbou zákazníka (odstavení technologie, demontáž snímačů, zajištění bezpečnosti pracoviště, vypnutí zdrojů elektrické energie, hrozí-li nebezpečí úrazu, zajištění provozu odečítacího zařízení (často monitorovací PC atd.)). Rozsah měření si určuje uživatel měřidla a měl by odpovídat používanému rozpětí měřených teplot příp. s malým oboustranným přesahem.

Pro kalibraci měřicích řetězců se dají běžné referenční podmínky měření dodržet jen v některých provozech (klimatizovaná pracoviště). Pracovní podmínky musí odpovídat specifikacím všech použitých zařízení a musí být zohledněna teplotní závislost referenčních měřidel při nedodržení referenčních podmínek. Záznam o měření musí být doplněn popisem všech vnějších podmínek, které mohou ovlivnit měření, aby bylo možné zopakovat kalibraci za stejných podmínek. Nejistota měření na výstupu etalonového měřicího systému musí být stanovena kalibrací a její hodnota by měla být nejvýše 1/3 max. dovolené chyby kalibrovaného řetězce. Zmíněné dvě varianty kalibrace mají tyto odlišnosti:

- měřicí řetězec se kalibruje na odstaveném zařízení – ovlivňující podmínky a jejich meze se dají popsat, ale při provozu jsou podmínky jiné, než byly při kalibraci, kdy nepůsobí vliv provozní teploty, vibrací, prašnosti apod.,
- měřicí řetězec se kalibruje za provozu zařízení – převážná část členů měřicího řetězce má podmínky kalibrace shodné s provozními, meze ovlivňujících veličin jsou obvykle širší, než bývají při odstaveném zařízení a jsou jimi zatížena i referenční měřidla.

Ve všech uvedených variantách musí být kalibrační zařízení včetně etalonů umístěno před kalibrací v daném prostředí po dobu, která zaručuje správnou teplotu měřidel. Termoelektrické snímače teploty jsou používány u zařízení, která pracují s vysokými teplotami. Vliv teploty pecí na okolí může být významný, není vyloučeno ani překročení pracovních mezí použitých referenčních měřidel. Často se také jedná o těžké strojírenské provozy, kde je více zdrojů ovlivňujících veličin (prašnost, hluk, vibrace, vnější elektrická silová pole atd.). Kalibrace bývají proto realizovány během servisních odstávek zařízení.

Tento postup se zabývá především kalibrací, která je prováděna pomocí přenosných kalibračních termostatů (blokových pecí), případně kalibrací muflových pecí nebo pecí obdobné konstrukce. Kalibrací měřicích tras simulací výstupních signálů snímačů se zabývají jiné vzorové postupy ČMS.

Ačkoliv neprovádíme kalibraci termoelektrických snímačů samostatně, je nutné znát jejich typ (důležité pro kontrolu vhodnosti kompenzačního nebo prodlužovacího vedení, kontrolu nastavení indikační jednotky, posouzení vhodnosti měřených teplot apod.). Připojovací svorky v hlavici snímače musí být dostatečně utaženy (dostatečný kontakt pro měření nízkourovňového napětí). V případě pochybností o správnosti řetězce kontrolujeme izolační odpor snímače stejným způsobem, jako při kalibraci termoelektrických snímačů teploty

v laboratoři. Pokud se při demontáži musí snímač odpojit, je nutné při opakovaném zapojení dbát na čistotu svorek a jejich dostatečné utažení, abychom vyloučili přechodové odpory na svorkách. Jestliže použijeme jako referenčního snímače odporový snímač teploty, musíme respektovat jeho konečnou délku čidla (rezistoru) ve srovnání s termoelektrickým článkem, který měří bodově v místě spojení obou větví. I když zasuneme oba snímače na dno homogenizačního bloku pícky, projeví se vliv axiální homogenity prostředí, který může být dominantní spolu s rozlišením kalibrovaného řetězce.

Jestliže použijeme jako etalonu referenčního termoelektrického snímače, musíme se při kalibraci také zabývat otázkou referenčního (studeného) konce kalibrovaného snímače a snímače referenčního. V ideálním případě by měly být teploty studeného konce obou snímačů vyrovnány. Realizaci studeného konce měřicího řetězce nelze často zjistit (převodník na unifikovaný signál nebo přímo indikační přístroj). Vliv realizace musíme odhadnout do nejistoty měření.

7 Rozsah kalibrace

Rozsah zkoušek měřicích řetězců závisí výhradně na dohodě s uživatelem a musí zahrnovat používaný teplotní rozsah. Nejběžnější kalibrace bývá provedena ve třech bodech (dolní mez měření, horní mez měření a střední hodnota), ale uživatel si může definovat jakékoliv jiné rozmezí teplot. Musí ale ležet v mezích deklarovaného rozsahu měření snímače (uvedený na výrobním štítku) příp. odpovídat nastavení převodníku, který je součástí měřicího řetězce. Celkový postup kalibrace obvykle zahrnuje:

- zajištění podmínek prostředí,
- vnější prohlídku všech dostupných členů řetězce,
- funkční kontrolu, kontrolu způsobu zobrazení (rozlišení, stav displeje)
- příp. zkoušku izolačního odporu (v případě kovového pláště),
- zkoušku závislosti indikace řetězce na referenční teplotě,
- vyhodnocení kalibrace a vystavení kalibračního listu.

Snímač se zkouší bez ochranných armatur nebo jímek, pokud je to možné. Měřicí vložky tyčového provedení tvoří nerozebíratelný celek, měřicí trasa se připojuje na svorkovnici vložky.

8 Kontrola dodávky a příprava ke kalibraci

8.1 Kontrola dodávky – přejímka měřidla

Při přebírání měřicího řetězce ke kalibraci odpovědný pracovník metrologického pracoviště zkontroluje všechny základní identifikační údaje a posoudí, zda typ termoelektrického snímače a výrobní číslo nebo označení řetězce odpovídá údajům uvedeným na objednávce. Prověří se pracovní podmínky v místě kalibrace (dostupnost měřicího snímače řetězce, dostatečné délky kabelů, zapojení snímače, možnosti umístění kalibrační pícky a referenčních měřidel, bezpečnost pracoviště) a dohodnou se podmínky a způsob demontáže snímače, příp. dalších prvků řetězce. Jestliže na objednávce nejsou uvedeny kalibrační teploty nebo nejsou dohodnuty jiným způsobem, vyžádáme si od zákazníka rozsah kalibrace s měřenými body a provedeme přezkoumání dodávky v souladu s možnostmi laboratoře. Měřicí rozsah musí být ale dohodnutý před příjezdem na místo kalibrace, protože na něm závisí použité vybavení. Současně se provede vnější prohlídka.

Při vizuální kontrole všech zařízení řetězce se sleduje neporušenost obvodů, snímače a jímky. Kontroluje se označení vodičů a svorek kabelů, zapojení kompenzačního vedení, příp. stínění, a neporušenost dalších členů řetězce (převodníků, vazebních členů, korekčních členů apod.). U výstupního zařízení se kontroluje, zda jsou v pořádku nápisy, stav ukazatele, stupnice atd.

8.2 Vnější prohlídka, příprava měřidla

Při vnější prohlídce se kontrolují zejména vady zjistitelné zrakem. Zjišťuje se zejména:

- zda není snímač řetězce poškozen mechanicky nebo tepelným namáháním (stonková trubice, jímka) a zda není poškozena hlavice nebo připojení termoelektrického článku na svorky, kontroluje se také stav kompenzačního vedení,
- zda je k dispozici příslušná dokumentace (návod k použití, schéma zapojení, nastavení převodníků, manuál indikačního přístroje, popis ovládacího SW apod.),
- kontroluje se označení vodičů a svorek kabelů, stav propojovacích kabelů, zapojení stínění a neporušenost dalších členů řetězce (převodníků, vazebních členů, korekčních členů apod.),
- u výstupního zařízení se kontroluje, zda odpovídá popis řetězce, stav displeje, SW verze a označení měřené pozice,
- při opakované kalibraci kontrolujeme shodu aktuálních parametrů s původním stavem při minulé kalibraci (změny uvedeme v záznamu).

Měřicí řetězec, u kterého se zjistí chyba znemožňující správné měření nebo který nespĺňuje požadavky určené předpisy (požadavky zákazníka), se kalibrace neprovede a s uživatelem se dohodne způsob nastavení nebo opravy.

9 Postup kalibrace

9.1 Funkční zkouška měřicího řetězce

Po demontáži snímače prověříme, zda je opatřen ochrannou jímkou, ze které lze vyjmout tak, aby zůstal obnažený stonek snímače. Vyjmutý snímač přemístíme do homogenizačního bloku kalibrační pícky tak, aby mezi otvorem bloku a průměrem stonku snímače byla minimální vůle (do 600 °C je ideální vůle 0,5 mm, nad 600 °C vůle 1 mm). Nastavíme minimální kalibrovanou teplotu a počkáme na její stabilizaci. Jestliže nedochází po dobu min. 15 minut ke změně teploty, provedeme kontrolní odečet. Pokud je odchylka řetězce od referenčního měření v souladu s požadavkem zákazníka, zkontrolujeme stabilizaci a následně můžeme pokračovat v měření. Pokud odchylka přesahuje očekávané meze, je vhodné odpojit snímač a nahradit jej procesním kalibrátorem, kterým se nastaví požadované teploty (hodnoty termoelektrického napětí) a provede kontrola měřicí trasy. Podle zjištěných odchylek se dohodne další postup s uživatelem (nastavení měřicí trasy, pokud je možné; výměna některých částí řetězce, výměna snímače).

9.2 Měření metrologických parametrů

Při použití přenosných pícek bychom si měli uvědomit pravidla, uvedená v [L16]:

- zóna s dobrou axiální homogenitou by měla být alespoň 40 mm dlouhá,
- vůle mezi otvorem a snímačem dle předchozího odstavce,
- ponor teploměru 15x větší než vnější průměr stonku,
- max. doporučený průměr snímače pro garanci parametrů pícky je 6 mm (6,35 mm u palcových rozměrů stonků),
- stonek teploměru by měl být zasunutý až na dno otvoru homogenizačního bloku.

Nedodržení těchto podmínek musí být zohledněno v nejistotě měření. Obdobně musíme zohlednit i počet současně kalibrovaných snímačů teploty, protože zvětšením počtu snímačů v bloku se mění tepelné poměry z hlediska odvodu tepla.

Jestliže bylo provedeno seřízení řetězce, musíme uvést hodnoty před seřízením na kalibrační list. Měření před seřízením se provádí zkráceně (jeden nebo dva měřené body). Při vlastní kalibraci na kalibračním zařízení se postupně nastaví hodnoty teploty dohodnuté se zákazníkem. Nejčastěji se měření provádí ve třech bodech, které rovnoměrně pokrývají měřený rozsah, obvykle 5 % až 25 % měřicího rozpětí, 40 % až 60 % měřicího rozpětí a 80 % až 95 % měřicího rozpětí. Odečet se provádí po dostatečné stabilizaci teploty, minimální doba stabilizace bývá (10 až 20) minut od dosažení kalibrované teploty. Kalibrace je běžně prováděna vzestupně, tj. od nejnižší teploty k nejvyšší. V ustáleném stavu provádíme 4 až 10 odečtů v závislosti na stabilitě údajů. Pokud nelze dodržet podmínku vůle mezi otvorem bloku a průměrem snímače, je vhodné utěsnit vstupní otvor bloku tepelně odolnou látkou (např. sibalovou vatou), která současně odstíní axiální tepelnou zátěž od horní stěny kalibrační pece (tzv. komínový efekt). Jestliže mají kalibrované snímače připojovací hlavice blízko horní stěny pícky, musí se kontrolovat teplotní vliv na hlavici (svorkovnici nebo převodník v hlavici). Odstínění je možné plechovým krytem, který je u některých typů pícek standardní součástí. Po měření je nutné vychladit pec na teplotu cca 150 °C a teprve následně vyjmout kalibrovaný (etalonový) snímač teploty. Po vychladnutí vyjmeme homogenizační blok, protože pícky by měly být přepravovány bez něj.

Pro kalibraci řetězců s termoelektrickými snímači teploty je teplotní rozsah přenosných kalibračních pícek dostatečný v rozsahu do 1200 °C. Aby nedocházelo k velkému teplotnímu pnutí, je náběh pícek na vysokou teplotu i jejich chlazení časově regulováno. Přesto může časté používání těchto pícek na mezních hodnotách významně zatěžovat jejich topné elementy a tím docházet např. k postupnému snižování max. dosažitelné teploty, erozi ochranných vrstev bloků a k jejich korozi. Proto bývá někdy vhodné provést kalibraci přímo na zařízení, kdy využijeme konkrétní technologický proces nebo je zařízení spuštěno pouze pro účely kalibrace. Provádí se vždy se souhlasem uživatele, protože jde o energeticky náročný proces. Podmínkou pro realizaci takové kalibrace je možnost použití referenčního etalonu tak, že je umístěn v bezprostřední blízkosti kalibrovaného snímače v technologickém zařízení. Průmyslové pece mívají stonek snímače umístěn v jímce, která zachycuje tepelnou zátěž. Povoláním převlečného šroubu pod hlavici snímače uvolníme jímku a využíváme vůle mezi stonekem snímače a vnitřní stěnou jímky, která bývá i několik mm. Do jímky vsuneme referenční snímač (nejčastěji v plášťovém provedení) a spustíme zařízení. Některé typy pecí mívají v bezprostřední blízkosti snímače kontrolní jímku nebo zaslepený otvor, které lze použít pro vložení referenčního snímače bez demontáže snímače kalibrovaného. U vysokoteplotních pecí je častější ventilační otvor, který zabraňuje přetlaku vzduchu při náběhu pece. Umisťuje se do středu dveří pícky nebo do vhodného místa v zadní stěně pece. Tímto otvorem lze vsunout referenční termoelektrický snímač. Jmenovitá teplota muflových pecí bývá vztažena k prostorovému středu pece, proto by měl být do stejného místa umístěn i snímač referenční. Vhodné je měření teploty nejen ve středu komory, ale také u dveří a u zadní stěny (cca 5 cm až 10 cm od stěn). Získáme tak představu u rozložení teploty, protože homogenita muflové pece je založena pouze na přirozeném proudění vzduchu.

Způsob odečtu při ustálené hodnotě závisí na chování pece. Některá zařízení se základním typem regulace (starší typy sušáren) udržují teplotu v tzv. regulačním rozpětí (dvoustavová regulace ZAP – VYP v rámci hystereze regulačního termostatu). Po ustálení regulace je

vhodnější odečítat několikrát dolní a horní mez regulačního rozpětí a stanovit střední hodnotu regulované teploty. Zařízení s PID regulátory dokáží při správném nastavení konstant udržet stabilní hodnotu s minimálními změnami. Princip odečtu hodnot odpovídá zásadám kalibrace teplotních měřidel, kdy opakovaně kombinujeme pořadí etalon x měřidlo (-a) / měřidlo (-a) x etalon.

10 Vyhodnocení kalibrace

Vyhodnocení kalibrace spočívá v porovnání zjištěných a dovolených chyb. Pro vyhodnocení výsledků měření je nejprve třeba:

- vypočítat průměrné hodnoty teploty t_M z jednotlivých měření kalibrovaného měřicího řetězce (odečet je nejčastěji prováděn na panelovém měřidle nebo na PC; v obou případech je do indikace implementován přepočet měřeného napětí kalibrovaného snímače na teplotu ve °C podle [L5]),
- vypočítat průměrné hodnoty teploty etalonu t_{ETP} , při kterých se kalibrovalo; jako etalonu se běžně užívá digitálních teploměrů s odporovým nebo termoelektrickým snímačem teploty, etalonový odporový i termoelektrický snímač může být připojen k referenčnímu vstupu kalibrační pícky. Referenční etalony, které používáme k externím výkonům, nemají obvykle tak velkou přesnost jako etalony laboratorní. Odchylky referenčního etalonu Δ_{KOR} lze korigovat v každém bodě na základě údajů z kalibračního listu; pro teplotu etalonu pak platí:
 - $t_{ET} = t_{ETP} + \Delta_{KOR} \quad (^\circ\text{C}) \quad (1)$
- získané hodnoty rozdílů ($t_M - t_{ET}$) se porovnají s dovolenými odchylkami, pokud je to zákazníkem požadováno,
- nejistoty měření se určí podle postupu, uvedeného v kapitole 14.

Na základě vyhodnocení zkoušených bodů může laboratoř rozhodnout, zda kalibrovaný řetězec vyhovuje požadavkům zákazníka. Vyjádření o shodě s metrologickou specifikací může být uvedeno na kalibračním listě, ale musí být respektovány zásady dokumentu [L15]. Vyjádření k metrologické specifikaci se uvádí pouze na přání zákazníka.

11 Kalibrační list

Výsledky měření by měly být uváděny v souladu s normou ČSN EN ISO 17025/2017 a jejího článku 7.8 – Uvádění výsledků. Jednou z forem je kalibrační list.

11.1 Náležitosti kalibračního listu

Kalibrační list by měl obsahovat tyto údaje:

- a) titul (např. „Kalibrační list“)
- b) název a adresu kalibrační laboratoře,
- c) jednoznačnou identifikaci, že všechny části kalibračního listu jsou součástí celkové zprávy a jasnou identifikaci konce kalibračního listu (pořadové číslo kalibračního listu, očíslování jednotlivých stran, celkový počet stran),
- d) místo provádění laboratorních činností včetně těch, které jsou prováděny v zařízeních zákazníka nebo v místech mimo trvalá zařízení laboratoře nebo v přičleněných dočasných nebo mobilních zařízeních,
- e) jméno a kontaktní údaje zákazníka,
- f) popis, jednoznačnou identifikaci a je-li to nezbytné, stav měřené položky (např. název, typ, výrobce a identifikační číslo termoelektrického článku

- g) datum přijetí termoelektrického článku ke kalibraci (nepovinné), datum provedení kalibrace a datum vystavení kalibračního listu,
- h) identifikaci použité metody (označení kalibračního postupu – v tomto případě KP 3.1.3/06/18 – příp. určení specifikace uplatněné při kalibraci),
- i) výsledky a jednotky měření,
- j) výsledky před a po každé úpravě nebo opravě, pokud jsou k dispozici,
- k) doplnění, odchylky nebo vyloučení z metody,
- l) podmínky (např. podmínky prostředí), při nichž byla provedena kalibrace a které mají vliv na výsledky měření,
- m) měřidla použitá při kalibraci,
- n) prohlášení o tom, jak jsou měření metrologicky návazná (etalony použité při kalibraci),
- o) nejistotu měření výsledku měření uvedenou ve stejné jednotce jako měřená veličina nebo ve vyjádření relativním k měřené veličině (např. v procentech),
- p) kde je to relevantní, prohlášení o shodě s požadavky nebo specifikacemi,
- q) jednoznačné označení výsledků od externích dodavatelů,
- r) případně názory a interpretace,
- s) identifikaci osoby (osob) schvalující zprávu.

Akreditovaná kalibrační laboratoř navíc uvede přidělenou kalibrační značku, číslo laboratoře a odkaz na osvědčení o akreditaci. Součástí kalibračního listu je též prohlášení, že uvedené výsledky se týkají pouze kalibrovaného předmětu a kalibrační list nesmí být bez předběžného písemného souhlasu kalibrační laboratoře publikován a rozmnožován jinak než celý.

Pokud provádí kalibrační, resp. metrologická laboratoř, kalibraci pro vlastní organizaci, může být kalibrační list zjednodušen, případně vůbec nevystavován (výsledky kalibrace mohou být uvedeny např. v evidenční kartě měřidla nebo na vhodném nosiči, popř. v elektronické paměti). V tomto případě je vhodné, aby kalibrační laboratoř zpracovala záznam o měření (s uvedenými měřenými hodnotami) a archivovala jej. Po dohodě se zákazníkem, se smí i jeho výsledky uvádět zjednodušeným způsobem. Záznam o měření musí obsahovat všechny údaje a měřené hodnoty tak, aby bylo možné měření kdykoliv opakovat za stejných podmínek.

11.2 Protokolování

Originál kalibračního listu se předá zadavateli kalibrace. Kopii kalibračního listu si ponechá kalibrační laboratoř a archivuje ji po dobu nejméně pěti let nebo po dobu stanovenou zadavatelem zároveň se záznamem o kalibraci. Doporučuje se archiovat záznamy a kalibrační listy chronologicky. Výsledky kalibrace se mohou v souladu s případnými podnikovými metrologickými dokumenty zanášet do kalibrační karty měřidla nebo ukládat do vhodné elektronické paměti.

11.3 Umístění kalibrační značky

Po provedení kalibrace může kalibrační laboratoř označit kalibrované měřidlo kalibrační značkou, popř. kalibračním štítkem nejčastěji s uvedením čísla kalibračního listu, datem provedení kalibrace, případně s logem laboratoře. Pokud to není výslovně uvedeno v některém interním podnikovém metrologickém předpisu nebo kupní smlouvě se zákazníkem, nesmí kalibrační laboratoř uvádět na svém kalibračním štítku datum příští kalibrace, protože stanovení kalibrační lhůty měřidla je právem a povinností uživatele.

12 Péče o kalibrační postup

Originál kalibračního postupu je uložen u jeho zpracovatele, další vyhotovení jsou předána příslušným pracovníkům podle rozdělovníku (viz čl. 13.1 tohoto postupu).

Změny, popř. revize kalibračního postupu provádí jeho zpracovatel. Změny schvaluje vedoucí zpracovatele (vedoucí kalibrační laboratoře nebo metrolog organizace).

13 Rozdělovník, úprava a schválení, revize

Uvedený příklad je pouze orientační a subjekt si může tuto dokumentaci upravit podle interních předpisů o řízení dokumentů.

13.1 Rozdělovník

Kalibrační postup		Převzal		
Výtisk číslo	Obdržel útvar	Jméno	Podpis	Datum

13.2 Úprava a schválení

Kalibrační postup	Jméno	Podpis	Datum
Upravil			
Úpravu schválil			

13.3 Revize

Strana	Popis změny	Zpracoval	Schválil	Datum

14 Stanovení nejistoty měření (příklad výpočtu)

Stanovení nejistoty si popíšeme na příkladu kalibrace plynové pece ke spalování těkavých látek a regeneraci odpadního vzduchu z lakovny, které probíhá při teplotě $(800 \pm 20) ^\circ\text{C}$. Do jímký kalibrovaného snímače pece (termoelektrický snímač typu K) je vsunut plášťový referenční termoelektrický snímač teploty typu N o průměru 3 mm, který je kalibrován spolu s měřicí ústřednou Almemo 2890 jako digitální teploměr. Současně je do kontrolního otvoru ve vzdálenosti 100 mm od jímký kalibrovaného snímače vložen ve stejné hloubce druhý referenční snímač obdobného typu. Měření probíhá během ustáleného spalovacího procesu (kolísání teploty v intervalu cca 2 minut mezi zapnutím a vypnutím hořáku). Odečet kalibrovaného řetězce je prováděn na ovládacím panelu SIEMENS SIMATIC TOUCH PANEL, rozlišení $0,1 ^\circ\text{C}$. Pro snímání termoelektrického snímače je použit signální modul SIMATIC S7-1200 SM 1231 4AI TC, rozsah měření termonapětí $\pm 80 \text{ mV}$. Přesnost modulu včetně CJC (studeného konce termočlánku) je definována jako $\pm 0,2 \%$ z nastaveného teplotního rozsahu. Odchylku měřené teploty T_M od hodnoty referenčního etalonu T_E můžeme definovat jako:

$$E_X = T_M - T_E - \delta_E - \delta_{CJC} - \delta_{SE} + \delta_{RM} + \delta_{OM} + \delta_{HM} + \delta_{SM} + \delta_{HT} + \delta_{PM} \quad (2)$$

$T_M \dots$ teplota indikovaná měřidlem,

$T_E \dots$	teplota indikovaná referenčním etalonem,
$\delta_E \dots$	korekce na nejistotu kalibrace referenčního etalonu,
$\delta_{CJC} \dots$	korekce na nejistotu kalibrace referenčního etalonu,
$\delta_{SE} \dots$	korekce na nejistotu dlouhodobé stability etalonu (driftu),
$\delta_{RM} \dots\dots$	korekce na rozlišení měřidla,
$\delta_{OM} \dots$	korekce na odvod tepla,
$\delta_{HM} \dots$	korekce na homogenitu teplotního pole,
$\delta_{SM} \dots$	korekce na stabilitu teplotního pole,
$\delta_{HT} \dots$	korekce na homogenitu kalibrovaného termoelektrického snímače,
$\delta_{PM} \dots$	korekce na přesnost indikace měřidla včetně CJC.

Hodnoty obou měřidel byly odečteny desetkrát (na dolní a horní mezi regulačního cyklu). Odečet teploty etalonu T_{EI} umístěného v jímce:

799,5 / 805,4 / **801,7** / 806,5 / 795,4 / **806,8** / **795,2** / **805,1** / 800,2 / 806,4

Odečet kalibrovaného T_{MI} měřidla:

796,2 / 803,1 / **796,7** / **805,3** / 795,4 / 802,2 / 794,7 / **801,9** / **794,4** / 802,3

Druhý referenční snímač, umístěný v kontrolním otvoru, byl přímo zatížen kolísáním teploty vzduchu v blízkosti hořáku a jeho údaj se pohyboval mezi (775,2 až 832,6) °C s průměrnou hodnotou $T_R = 804,6$ °C.

Průměrná teplota etalonu $T_E = 802,2$ °C, **opakovatelnost** u_{AE} údaje etalonu činí $u_{AE} = 1,4$ °C.

Průměrná teplota měřidla $T_M = 799,2$ °C, **opakovatelnost** u_{AM} údaje měřidla $u_{AM} = 1,3$ °C.

Nejistota kalibrace externího etalonu u_E – určena z kalibračního listu pro $k = 2$ (normální rozdělení pravděpodobnosti) a teplotu 800 °C je $U_E = 1,4$ °C, tedy $u_E = U_E / 2 = 0,7$ °C.

CJC etalonu u_{CJC} – měřidlo Almemo 2890 má výrobcem deklarovanou přesnost studeného konce $\delta_{CJC} = \pm 0,2$ °C; rovnoměrné rozdělení
 $u_{SE} = 0,2 / \sqrt{3} = 0,12$ °C.

Stabilita externího etalonu u_{SE} – uvažována dvouletá hodnota s rovnoměrným rozdělením (hodnota získána sledováním trendu etalonu podle proběhlých kalibrací)

$\delta_{SE} = 0,9$ °C ... $u_{SE} = 0,9 / \sqrt{3} = 0,52$ °C.

Rozlišení měřicího řetězce u_{RM} uvedené výše – rovnoměrné rozdělení:

$\delta_{RM} = 0,1$ °C ... $u_{RM} = 0,1 / (2 \cdot \sqrt{3}) = 0,03$ °C ... zanedbatelné vzhledem k ostatním složkám.

Vliv odvodu tepla u_{OM} – jímka snímače byla poměrně hluboká (500 mm), posunutím snímače o 100 mm došlo ke změně průměrné hodnoty o max. o 0,5 °C. Rozdíl teplot vlivem odvodu tepla tedy uvažujeme maximálně

$\delta_{OM} = 0,5$ °C ... $u_{OM} = 0,5 / \sqrt{3} = 0,29$ °C (rovnoměrné rozdělení).

Vliv homogenity pole u_{HM} – mezi referenčními snímači byl naměřen rozdíl teplot $T_R - T_E = 2,4$ °C. Protože jeden ze snímačů je v jímce společně s kalibrovaným snímačem a druhý je

přímo v prostoru pece, uvažujeme homogenitu ve výši max. 25 % rozdílu tj. 0,6 °C. Dodatečný rozdíl teplot díky nehomogenitě teplotního pole tedy uvažujeme ve výši $\delta_{HM} = 0,6 \text{ °C}$... $u_{HM} = 0,6 / \sqrt{3} = 0,35 \text{ °C}$ (rovnoměrné rozdělení).

Vliv stability pole u_{SM} – stabilita pole je obvykle uvažována jako max. odchylka mezi jednotlivými odečty a střední hodnotou veličiny. U tohoto typu pecí, kdy regulace osciluje mezi hodnotami ZAP – VYP (dvoustavová regulace), ovlivňuje stabilita procesu významně hodnotu u_A , ve které je také zahrnuta. Nejvíce rozdílné teploty po zapnutí nebo po vypnutí hořáku jsou zvýrazněny mezi naměřenými hodnotami. Jejich rozdíly u etalonu jsou 6,5 °C a 1,7 °C, u měřidla 2,3 °C a 3,4 °C, průměrná hodnota rozdílů je 3,4 °C. Průměry referenčního snímače (3 mm) a měřicí vložky snímače kalibrovaného (4 mm) se příliš neliší, což bylo patrné i na synchronní reakci obou měřidel na změnu teploty. Ze všech těchto důvodů uvažujeme jako průměrnou stabilitu hodnotu $\pm 1,7 \text{ °C}$. Vliv nestability teplotního pole tedy uvažujeme

$\delta_{SM} = 1,7 \text{ °C}$... $u_{SM} = 1,7 / \sqrt{3} = 0,98 \text{ °C}$ (rovnoměrné rozdělení).

Vliv homogenity kalibrovaného snímače u_{HT} – protože měření homogenity termoelektrických snímačů se u měřicích řetězců neprovádí, použije se podle [L17] odhad homogenity ve výši 20 % z maximální dovolené chyby pro toleranční třídu 2 dle [L5]. Dovolená chyba pro toleranční třídu 2 při $t = 800 \text{ °C}$ je 0,0075. $t = 6 \text{ °C}$; z toho 20 % činí 1,2 °C. Vliv homogenity kalibrovaného snímače tedy uvažujeme ve výši

$\delta_{HT} = 1,2 \text{ °C}$... $u_{HT} = 1,2 / \sqrt{3} = 0,69 \text{ °C}$ (rovnoměrné rozdělení).

Vliv přesnosti a CJC termoelektrického modulu u_{PM} – nastavený rozsah měření modulu je (0 až 1000) °C, z toho 0,2 % ... 2 °C. Vliv modulu termoelektrického napětí tedy uvažujeme ve výši

$\delta_{PM} = 2,0 \text{ °C}$... $u_{PM} = 2,0 / \sqrt{3} = 1,15 \text{ °C}$ (rovnoměrné rozdělení).

Výsledné rozdělení pravděpodobnosti můžeme považovat za normální s koeficientem rozšíření $k = 2$. Kombinovaná standardní nejistota je

$$u = \sqrt{(u_{AE}^2 + u_{AM}^2 + u_E^2 + u_{CJC}^2 + u_{SE}^2 + u_{OM}^2 + u_{HM}^2 + u_{SM}^2 + u_{HT}^2 + u_{PM}^2)} = 2,72 \text{ °C} \quad (3)$$

Rozšířená nejistota kalibrace v bodě 800 °C je tedy $U = k \cdot u \sim 5,4 \text{ °C}$.

Na jmenovité hodnotě 800 °C byla při kalibraci změřena odchylka E_X ... $(- 3,0 \pm 5,4) \text{ °C}$.

PŘEHLED NEJISTOT:

Veličina	Odhad	Standardní nejistota	Pravděpodobnostní rozdělení	Citlivostní koeficient c_i	Příspěvek k nejistotě
X_i	x_i	$u(x_i)$			$u_i(y)$
T_M	799,2 °C	1,30 °C	Normální	1	1,30 °C
T_E	802,2 °C	1,40 °C	Normální	-1	-1,40 °C
δ_E	0,0 °C	0,70 °C	Normální	-1	-0,70 °C
δ_{CJC}	0,0 °C	0,12 °C	Rovnoměrné	-1	-0,12 °C
δ_{SE}	0,0 °C	0,52 °C	Rovnoměrné	-1	-0,52 °C
δ_{OM}	0,0 °C	0,29 °C	Rovnoměrné	1	0,29 °C
δ_{HM}	0,0 °C	0,35 °C	Rovnoměrné	1	0,35 °C
δ_{SM}	0,0 °C	0,98 °C	Rovnoměrné	1	0,98 °C
δ_{HT}	0,0 °C	0,69 °C	Rovnoměrné	1	0,69 °C
δ_{PM}	0,0 °C	1,15 °C	Rovnoměrné	1	1,15 °C
E_X	0,9 °C				2,72 °C

Při kalibraci měřicích řetězců a stanovení nejistoty této kalibrace je třeba si uvědomit, že při měření máme většinou k dispozici pouze koncové prvky měřicího řetězce – snímač teploty, který je podroben teplotní zátěži, a hodnotu teploty odečtenou na indikačním zařízení (panelové měřidlo, ovládací programovatelný panel, přehledový SW na PC apod.). Jestliže je kalibrace prováděna za standardních pracovních podmínek měřicího řetězce, je výsledná hodnota teploty ovlivněna všemi zdroji nejistot. U kalibrovaného termoelektrického snímače neznáme reálné vlastnosti (vliv materiálu pláště, odvod tepla, krátkodobý drift snímače, realizaci a vliv studeného konce apod.). Jestliže je součástí řetězce převodník na unifikovaný výstupní signál (např. 4 mA až 20 mA), opět neznáme jeho základní parametry (přesnost, drift, teplotní závislost, kvalitu linearizace atd.). Tytéž údaje nám chybí u indikačních jednotek (navíc např. vliv napájení), u SW pro zpracování signálu atd. Uživatel by si měl být této skutečnosti vědom, na kalibrační list lze uvést, které zdroje nejistoty nebyly při výpočtu uvažovány. Při určování např. způsobilosti měřidel by měl uživatel zohlednit jejich velikost (pokud jsou mu známy) a přidat je vhodným způsobem k nejistotě kalibrace z kalibračního listu.

15 Validace

Kalibrační metody podléhají validaci v souladu s normou ČSN EN ISO/IEC 17025/2017 čl. 7.2. Validační zpráva je uložena v archivu sekretariátu ČMS.

Upozornění

Kalibrační postup je třeba považovat za vzorový. Doporučuje se, aby jej organizace přizpůsobila svým požadavkům s ohledem na své metrologické vybavení a konkrétní podmínky. V případě, že střediskem provádějícím kalibraci je akreditovaná kalibrační laboratoř, měl by být kalibrační postup navíc upraven podle příslušných předpisů (zejména MPA a EA).