



**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 3.1.3/07/18**

**ŘETĚZEC PRO MĚŘENÍ TEPLOT S PLATINOVÝMI  
SNÍMAČI**

**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 řetězec teploty, jehož základ (snímací element) tvoří platinový odporový snímač. Běžný rozsah těchto měřicích řetězců se pohybuje v rozmezí (-200 až 700) °C, nejčastěji měřené teploty bývají (-40 až 500) °C. Měřicí řetězce s odporovými snímači teploty se používají v pecích pro tepelné zpracování kovů, ve všech typech teplotních komor (především sušárny a temperační pece), v pájecích linkách, chladicí technice, měření prostorových teplot okolí apod. Kalibrace měřicích řetězců bývá obvykle prováděna mimo stálé prostory laboratoře. Snímače, které jsou součástí měřicích řetězců, obvykle odpovídají tolerančním třídám A nebo B podle [L14].

## 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]
TNI 01 0115	Mezinárodní metrologický slovník - Základní a vše- obecné pojmy a přidružené termíny (VIM)	[L5]
ČSN ISO 31-0	Veličiny a jednotky. Část 0: Všeobecné zásady (zru- šená)	[L6]
ČSN ISO 80000-5	Veličiny a jednotky - Část 5: Termodynamika	[L7]
ČSN ISO 80000-1	Veličiny a jednotky - Část 1: Obecně	[L8]
ITS 1990	Mezinárodní teplotní stupnice In: METROLOGIE, Te- matická příloha č. 4/2008	[L9]
ČSN 25 8005	Názvosloví z oboru měření teploty	[L10]
ČSN 25 8010	Směrnice pro měření teplot v průmyslu	[L11]
ČSN IEC 751	Průmyslové platinové odporové snímače teploty (zrušena)	[L12]
ČSN EN 60751	Průmyslové platinové odporové teploměry a platino- vé teplotní senzory	[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]

## 3 Kvalifikace pracovníků provádějících kalibraci

Kvalifikace pracovníků, kteří kalibrují měřidla je stanovena předpisem organizace, který se týká metrologie. Příslušní pracovníci musejí 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 [L5] a [L10].

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, linearizační 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:

- přenosná lázeň nebo bloková pícka realizující potřebné teploty,
- vhodný externí pracovní etalonový snímač teploty (digitální teploměr se snímačem); rozlišení měřidla by mělo být o řád vyšší než rozlišení kalibrovaného řetězce, provedení snímačů odpovídají použití (kabelové pro měření prostorových teplot a komor, plášťové resp. stonkové pro použití v kalibračních píčkách apod.),
- přístroj na měření izolačního odporu stejnosměrným napětím 10 V max. 100 V s minimálním rozsahem 100 M $\Omega$  (pro zkoušky při teplotách nad 200 °C s minimálním rozsahem 20 M $\Omega$ ) pro případnou kontrolu odporového 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 při 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 měřících 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 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.

***Tento postup se zabývá především kalibrací, která je prováděna pomocí přenosných kalibračních termostatů (blokových pícek nebo mikrolázní). Kalibrací teplotních komor příp. kalibrací měřících tras simulací výstupních signálů snímačů se zabývají jiné vzorové postupy ČMS.***

Ačkoliv neprovádíme kalibraci odporových snímačů samostatně, je nutné znát jejich zapojení. Přídavná chyba u dvou vodičového zapojení může vyplývat z nedostatečně kompenzovaného odporu spojovacího vedení. Obdobně je tomu u zapojení tří vodičového, jestliže není dodržena stejná velikost elektrického odporu jednotlivých větví. V případě pochybností o správnosti řetězce kontrolujeme izolační odpor snímače stejným způsobem, jako při kalibraci odporových 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. Délka čidla (rezistoru) snímače kalibrovaného řetězce je obvykle odlišná od délky čidla použitého referenčního snímače. I když zasuneme oba snímače na dno homogenizačního bloku (do stejné hloubky v lázni), projeví se vliv axiální homogenity prostředí, který může být dominantní spolu s rozlišením kalibrovaného řetězce.

## 7 Rozsah kalibrace

Rozsah zkoušek měřících řetězců závisí výhradně na dohodě s uživatelem a musí zahrnovat používaný teplotní rozsah. Nejběžnější kalibrace bývá provedena ve třech bo-

dech (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. Celý 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 a je-li to konstrukčně možné),
- 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 odporového 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 provede 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.

### 8.2 Vnější prohlídka, příprava měřidla

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

- zda není snímač řetězce poškozen mechanicky nebo tepelným namáháním (stonková trubice, jímka) a zda není poškozena hlavice nebo připojení odporového čidla na svorky,
- 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 připojovacích 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, se kalibrace neprovede a s uživatelem se dohodne způsob 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). 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 odporů) 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 [L17]:

- zóna s dobrou axiální homogenitou by měla být alespoň 40 mm dlouhá,
- vůle mezi otvorem a snímačem max. 0,5 mm (do 660 °C),
- ponor teploměru 15x větší než vnější průměr stonku,
- max. doporučený průměr 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 vyjmemu homogenizační blok, protože pícky by měly být přepravovány bez něj.

Pro kalibraci řetězců s odporovými snímači teploty je běžný teplotní rozsah přenosných kalibračních pícek dostatečný. Pícky mají poměrně malé rozměry a nastavení vysokých teplot probíhá poměrně rychle. Tím vznikají tepelná pnutí ve všech částech bloku. Časté používání těchto pícek na mezních hodnotách významně zatěžuje jejich topné elementy a dochází 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 stoněk snímače umístěn v jímce, která zachycuje tepelnou zátěž. Povolením převlečného šroubu pod hlavici snímače uvolníme jímku a využíváme vůle mezi stonkem 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.

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 přepočtený odpor kalibrovaného snímače na teplotu ve °C nejčastěji podle [L13]),
- vypočítat průměrné hodnoty teploty etalonu  $t_{ETP}$ , při kterých se kalibrovalo; jako etalonu se běžně užívá digitálních teploměrů s odporovým snímačem teploty, etalonový odporový snímač může být připojen k referenčnímu vstupu kalibrační pícky. Referenční etalony, které používáme k externím výkonům, nemají obvykle tak velkou přesnost jako etalony laboratorní. Odchytky referenčního etalonu  $\Delta_{KOR}$  lze korigovat v každém bodě na základě údajů z kalibračního listu; pro teplotu etalonu pak platí:  
$$t_{ET} = t_{ETP} + \Delta_{KOR} \quad (^\circ\text{C})$$
  
(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 [L16]. 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 měřicího řetězce ke kalibraci (nepovinné), datum provedení kalibrace a datum vystavení kalibračního listu,
- h) identifikaci použité metody (označení kalibračního postupu – v tomto případě KP 3.1.3/07/18 – 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 archivovat 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. U měřicích řetězců je vhodné označit indikační jednotku i snímač teploty. Při opakované kalibraci je pak kontrolována případná výměna snímače. 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 kap. 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	Obdrží 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)

Stanovíme odhad nejistoty měření při kalibraci měřicího řetězce teploty, který je sestaven z odporového snímače teploty průměru 7 mm s převodníkem na unifikovaný signál (4 až 20) mA a zobrazení ve °C je realizováno na panelovém měřidle APOSYS 02 s rozlišením 0,1 °C. Stanovení nejistoty je provedeno při měřené teplotě 500 °C.

Při použití blokových kalibračních pícek je vhodné pracovat s nejistotou pícky, jejíž základní hodnota je spočtena např. pro pět teplot pokrývajících rozsah měření (jakési „CMC kalibrační pícky“). Při vlastním měření zahrneme do výpočtu nejistoty pouze ty vlivy, které vyplynou z podmínek měření nebo nejsou zahrnuty v hodnotě nejistoty pícky. Komplexní určení vlastností blokových kalibrátorů popisuje [L17]. Při určování nejistoty Na příkladu typické blokové pícky si ukážeme, jaké složky nejistoty musíme vždy zahrnout při jejím použití v terénu. Některé složky nejistoty udává specifikace výrobce, ale protože vlastnosti pícek se používáním mohou měnit, měla by laboratoř např. homogenitu a stabilitu bloku kontrolně opakovaně měřit ve vhodných intervalech. Základní složky nejistoty generované kalibrátorem jsou:

- **axiální homogenita** otvorů bloku pro definovaný rozdíl výšek čidel měřidel – různé typy odporových snímačů teploty mají různá provedení rezistorů, která se liší svými rozměry (průměr a délka). Protože jsou umístěny ve stonkové trubici, rozměry obvykle neznáme. I když dodržíme stejnou hloubku ponoru, uplatní se vliv rozdílné délky čidel ve formě rozdílu teplot závislém na axiální homogenitě bloku pícky. Výrobci uvádějí axiální homogenitu až do poloviny výšky bloku, nejdůležitější je obvykle pro rozdíl výšek (20 až 40) mm. V našem případě byla pro tento rozdíl zjištěna při teplotě 500 °C maximální hodnota  $\delta_{AX} = 0,5$  °C; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{AX} = \delta_{AX} / \sqrt{3} = 0,289 \text{ °C} \quad (2)$$

- **radiální homogenita** mezi otvory bloku – měřením byla pro měřenou teplotu zjištěna maximální hodnota  $\delta_{RAD} = 0,07$  °C; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{RAD} = \delta_{RAD} / \sqrt{3} = 0,040 \text{ °C} \quad (3)$$

- **vliv zátěže bloku od kalibrovaného měřidla** – výrobcem je uváděna maximální zátěž pro kalibrovaný snímač průměru 6 mm jako  $\delta_{ZK} = 0,15$  °C; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{ZK} = \delta_{ZK} / \sqrt{3} = 0,087 \text{ °C} \quad (4)$$

- **vliv zátěže bloku od referenčního etalonu** – výrobcem je uváděna maximální zátěž pro doporučený referenční snímač průměru 4 mm jako  $\delta_{ZE} = 0,10$  °C; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{ZE} = \delta_{ZE} / \sqrt{3} = 0,058 \text{ °C} \quad (5)$$

- **roční drift indikace teploty pícky** – při použití externího etalonu bychom mohli tento vliv zanedbat a zahrnout drift etalonu. Vlastnosti bloku se ale používáním také mění (tvorba okují, znečištění bloku, zhoršení homogenity a přestupu tepla), proto použijeme údaj výrobce jako vliv stárnutí bloku pícky. Maximální hodnota je uváděna ve výši  $\delta_{PD} = 0,15$  °C; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{PD} = \delta_{PD} / \sqrt{3} = 0,087 \text{ °C} \quad (6)$$

- **stabilita nastavené teploty** – stabilita píčky byla změřena, maximální hodnota  $\delta_{PS} = 0,05 \text{ } ^\circ\text{C}$ ; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{PS} = \delta_{PS} / \sqrt{3} = \mathbf{0,029 \text{ } } ^\circ\text{C} \quad (7)$$

- **rozdílení displeje píčky** – uvažujeme ho v případě, že externí etalon odečítáme na displeji píčky. Při použití externího referenčního měřidla pracujeme s jeho vlastnostmi. Rozdílení displeje píčky je  $0,01 \text{ } ^\circ\text{C}$ , referenční etalon odečítáme na displeji píčky, ale vzhledem k malé hodnotě tento vliv zanedbáváme.

- **přesnost vstupu pro referenční etalon** – kalibrací je potvrzen údaj výrobce  $\pm 0,03 \text{ } ^\circ\text{C}$  pro teplotu  $0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ;  $\pm 0,06 \text{ } ^\circ\text{C}$  pro teplotu  $700 \text{ } ^\circ\text{C}$ ; uvažujeme hodnotu  $\delta_{PP} = 0,05 \text{ } ^\circ\text{C}$ ; normální rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{PP} = \delta_{PP} / 2 = \mathbf{0,025 \text{ } } ^\circ\text{C} \quad (8)$$

- **teplotní koeficient referenčního vstupu etalonu** – výrobcem je deklarována hodnota  $5 \text{ ppm}$  z rozsahu  $/ ^\circ\text{C}$  pro pracovní rozsah teplot ( $0$  až  $40$ )  $^\circ\text{C}$ . Pro celý pracovní rozsah tj.  $(20 \pm 20) \text{ } ^\circ\text{C}$  se jedná o hodnotu  $\delta_{PT} = 0,065 \text{ } ^\circ\text{C}$ ; rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti. Složka nejistoty je tedy:

$$u_{PT} = \delta_{PT} / \sqrt{3} = \mathbf{0,037 \text{ } } ^\circ\text{C} \quad (9)$$

Výsledná nejistota kalibrační píčky je tedy:

$$u_P = \sqrt{(u_{AX}^2 + u_{RAD}^2 + u_{ZK}^2 + u_{ZE}^2 + u_{PD}^2 + u_{PS}^2 + u_{PP}^2 + u_{PT}^2)} = \mathbf{0,33 \text{ } } ^\circ\text{C} \quad (10)$$

Určenou nejistotu kalibrační píčky použijeme při výpočtu nejistoty měření úvodního příkladu. Při kalibraci pomocí kalibrační píčky pro odchylku měřené teploty  $T_M$  od hodnoty referenčního etalonu  $T_E$  platí:

$$E_X = T_M - T_E - \delta_P - \delta_E - \delta_{SE} + \delta_{RM} + \delta_{OM} + \delta_{HM} \quad (11)$$

$T_M$  ... teplota indikovaná měřidlem

$T_E$  ... teplota indikovaná referenčním etalonem

$\delta_P$  ... korekce na nejistotu přenosné kalibrační píčky (viz předchozí stanovení)

$\delta_E$  ... korekce na nejistotu kalibrace referenčního etalonu

$\delta_{SE}$  ... korekce na nejistotu dlouhodobé stability etalonu (driftu)

$\delta_{RM}$  ... korekce na rozlišení měřidla

$\delta_{OM}$  ... korekce na odvod tepla

$\delta_{HM}$  ... korekce na homogenitu teplotního pole

Teplotní závislost kalibrátoru máme zahrnutou v hodnotě  $\delta_P$ , teplotní závislost převodníku a indikačního měřidla můžeme najít ve specifikaci, ale při kalibraci je běžně nedostupná. Do nejistoty měření by ji měl zahrnout uživatel měřidla při stanovení nejistoty svého měření. Údaj teploty etalonu  $T_E = 500,3 \text{ } ^\circ\text{C}$  byl po celou dobu odečtu stabilní (jako externí etalon je použit odporový snímač teploty připojený do referenčního vstupu kalibrační píčky). Údaj měřidla  $T_M = 501,2 \text{ } ^\circ\text{C}$  byl stanoven jako průměr z deseti odečtů. Mezi jednotlivé složky nejistoty tedy zahrneme:

**Opakovatelnost  $u_A$**  (s vědomím toho, že opakovatelnost je v teplotě prakticky neměřitelná, ale jde o směrodatnou odchylku zahrnující stabilitu odečtu měřidla) – na kalibrovaném měřidle byly odečteny v ustáleném stavu následující měřené hodnoty:

501,2 / 501,3 / 501,1 / 501,1 / 501,3 / 501,1 / 501,2 / 501,2 / 501,0 / 501,2 ... ( $^\circ\text{C}$ )

Průměrná hodnota odečtu je  $501,17 \text{ } ^\circ\text{C}$ , opakovatelnost stanovená dle [L15] činí:

$$u_A = \mathbf{0,030 \text{ } } ^\circ\text{C}$$

**Vliv kalibrační píčky  $u_P$**  – standardní kombinovanou nejistotu jsme určili jako hodnotu:

$$u_P = \mathbf{0,330 \text{ } } ^\circ\text{C}.$$

**Nejistota kalibrace externího etalonu  $u_E$**  – je uvedena na kalibračním listu pro  $k = 2$   
 $U_E = 0,12 \text{ °C}$ , tedy  $u_E = U_E / 2 = \mathbf{0,060 \text{ °C}}$ . (12)

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

$$\delta_{SE} = \mathbf{0,15 \text{ °C}} \dots u_{SE} = 0,15 / \sqrt{6} = \mathbf{0,061 \text{ °C}}. \quad (13)$$

**Rozlišení měřicího řetězce  $u_{RM}$**  - uvedeno výše, rovnoměrné rozdělení pravděpodobnosti:

$$\delta_{RM} = \mathbf{0,1 \text{ °C}} \dots u_{RM} = 0,1 / (2 \cdot \sqrt{3}) = \mathbf{0,029 \text{ °C}}. \quad (14)$$

**Vliv odvodu tepla  $u_{OM}$**  – snímači o průměru 7 mm odpovídá v bloku nejbližší vyšší průměr otvoru 8 mm, rozdíl průměrů je větší než 0,5 mm. Do stanovení nejistoty kalibrační píčky byly zahrnuty jmenovité hodnoty vlivů zátěží etalonu i měřidla. Jestliže jsme posunuli snímač kalibrovaného řetězce o 40 mm, došlo ke změně průměrné hodnoty o 0,8 °C (vliv axiální homogenity a odvodu tepla). Axiální homogenitu máme zjištěnou (0,5 °C), vliv zátěže kalibrovaným snímačem byl uvažován 0,15 °C. Dodatečný rozdíl teplot vlivem odvodu tedy uvažujeme nejméně (rovnoměrné rozdělení):

$$\delta_{OM} = \mathbf{0,2 \text{ °C}} \dots u_{OM} = 0,2 / \sqrt{3} = \mathbf{0,115 \text{ °C}} \quad (15)$$

**Vliv homogenity pole  $u_{HM}$**  – větší vůle mezi otvorem a snímače má vliv i na radiální homogenitu pole. Rozdíl mezi měřeními se zakrytým blokem (izolační vatou SIBRAL) a volným blokem byl naměřen 0,3 °C. Do nejistoty píčky jsme uvažovali radiální homogenitu 0,05 °C. Dodatečný rozdíl teplot díky nehomogenitě teplotního pole tedy uvažujeme nejméně (rovnoměrné rozdělení):

$$\delta_{HM} = \mathbf{0,25 \text{ °C}} \dots u_{HM} = 0,25 / \sqrt{3} = \mathbf{0,144 \text{ °C}}. \quad (16)$$

Výsledné rozdělení pravděpodobnosti můžeme považovat za normální (žádná výrazná dominance složek není zřejmá) s koeficientem rozšíření  $k = 2$ . Kombinovaná standardní nejistota je

$$u = \sqrt{(u_A^2 + u_P^2 + u_E^2 + u_{SE}^2 + u_{RM}^2 + u_{OM}^2 + u_{HM}^2)} = \mathbf{0,39 \text{ °C}} \quad (17)$$

Rozšířená nejistota kalibrace v bodě 500 °C je tedy

$$U = k \cdot u \sim \mathbf{0,8 \text{ °C}}. \quad (18)$$

Na jmenovité hodnotě 500 °C byla při kalibraci změřena odchylka  $E_X \dots (\mathbf{0,9 \pm 0,8}) \text{ °C}$ .

Přehled nejistot je uveden v následující tabulce.

### PŘEHLED NEJISTOT:

Veličina	Odhad	Standardní nejistota	Pravděpodobnostní rozdělení	Citlivostní koeficient $c_i$	Příspěvek k nejistotě
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$			$u_i(y)$
$T_M$	501,2 °C	0,030 °C	Normální	1	0,030 °C
$T_E$	500,3 °C	0,000 °C	Normální	-1	0,000 °C
$\delta_P$	0,0 °C	0,330 °C	Normální	-1	-0,330 °C
$\delta_E$	0,0 °C	0,060 °C	Normální	-1	-0,060 °C
$\delta_{SE}$	0,0 °C	0,061 °C	Trojúhelníkové	-1	-0,061 °C
$\delta_{RM}$	0,0 °C	0,029 °C	Rovnoměrné	1	0,029 °C
$\delta_{OM}$	0,0 °C	0,115 °C	Rovnoměrné	1	0,115 °C
$\delta_{HM}$	0,0 °C	0,144 °C	Rovnoměrné	1	0,144 °C
$E_X$	0,9 °C				0,390 °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 odporového snímače neznáme některé jeho vlastnosti (samoohřev procházejícím proudem, hysterezi rezistoru, vliv materiálu stonkové trubice resp. celé konstrukce na přestup tepla do snímačícího elementu, krátkodobý drift základního odporu apod.). Vzhledem k tomu, že u měřicích řetězců se nepředpokládají stejné úrovně nejistot měření jako při kalibraci samotných odporových snímačů, uvedené zdroje většinou zásadně neovlivní výslednou hodnotu nejistoty. Zabývat se ale musíme zapojením snímače. Jestliže by šlo o dvou vodičové zapojení odporového snímače a nebyl by kompenzován vliv odporu přívodního vedení, musíme mezi složky nejistoty zařadit také tento vliv ve výši (0,1 až 0,6) °C v závislosti na měřené teplotě a průřezu spojovacího vedení.

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. Validace 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).