

## **Verificarea și Etalonarea termometrelor cu termostate tip ISOCALT® 2/70/21**

5 Ianuarie 2004

Verificarea și etalonarea termometrelor se realizează prin compararea indicațiilor termometrului etalon și a termometrelor de verificat/etalonat acestea fiind imersate simultan în aceeași baie cu mediu lichid sau uscat. Principalele caracteristici care definesc performanțele acestor băi sunt stabilitatea temperaturii la echilibru și mărimea gradientilor de temperatură în mediul de imersie. De fapt, în acest mediu sunt imersate doar elementele sensibile ale termometrelor care de obicei sunt protejate de teci ale căror dimensiuni, coeficient de termoconductivitate și adâncime de imersie influențează aceste caracteristici care sunt definite în general în condiții standard prin imersia unui sau mai multe termometre etalon. Deoarece tijele termometrelor au caracteristicile menționate mai sus foarte diferite, stabilitatea și gradientii de temperatură vor diferi față de condițiile standard, dar și funcție de diferența dintre temperatura băii și cea ambientă.

Băile cu mediu uscat sunt din ce în ce mai utilizate în ultima vreme deoarece au următoarele avantaje importante față de cele cu lichid: (i) dimensiuni mult mai mici; (ii) nu au piese în mișcare; (iii) intervalul de temperatură de operare este mult extins; (iv) economisesc energie și materiale. Totuși trebuie semnalate inconvenientele principale ale majorității modelelor comerciale: (1) încălzirea mediului se efectuează neuniform datorită termoregulateorilor controlate PID care creează „valuri termice” și gradienti mari de temperatură; (2) fixează elementul sensibil al termometrului etalon chiar în mantaua de încălzire ceea ce duce la diferențe mari între termometre; (3) nu sunt mășurați gradientii de temperatură din mediul de imersie în momentul comparării.

ISOCALT® este marca înregistrată sub care sunt comercializate sistemele de termostatare cu mediu lichid sau uscat ale căror gradienti de temperatură sunt permanent mășurați. Modul și scopul mășurării acestor gradienti de temperatură sunt acoperite de o serie de brevete de invenție. În plus, sistemul de termoreglare bazat pe comanda digitală a încălzirii prin pulsuri termice de durată variabilă cât și pe principii constructive originale ale termostatului propriu-zis și a celui pentru sudura rece a termocuplului din bucla de reglare, elimină practic formarea acestor „valuri termice” asigurând o stabilitate înaltă și de lungă durată.

Firma GDF-DATA BANKS srl a lansat ca model standard ISOCALT® 2/70/21 cu 2 orificii de imersie în mediu uscat destinat etalonării și/sau verificării termometrelor. Inițial acest model a fost denumit ISOCALT® 21/70/3 deoarece conținea 3 perechi de cilindri de adaptare pentru tecile de imersie (foto anexat). Într-o notă anterioară au fost prezentate rezultatele privind stabilitatea temperaturii în aceleași modele standard folosind termometre etalon certificate.

Sunt prezentate în detaliu rezultatele obținute prin verificarea la două temperaturi (60 și 90 °C) a două termometre (T1, T2) folosind în paralel două modele standard ISOCALT® 2/70/21 care diferă numai prin metalul din care este confecționat blocul de imersie (BI). Separat sunt prezentate grafic și rezultatele prelucrărilor statistice ale datelor comparate folosind aceleași termometre în cele două termostate pe același interval de temperatură în 7 puncte distanțate echidistant. Experimentele au fost repetate în condiții identice de mai multe ori pe o perioadă de aproape 1 an obținându-se rezultate identice în limitele intervalelor de încredere prezentate.

## SCOP

Principalele obiective ale acestei note de aplicație sunt:

- (i) analiza comparativă a performanțelor celor două termostate evaluate prin stabilitatea la echilibru a temperaturilor indicate de către cele două termometre și a gradientilor de temperatură funcție de natura metalului din care sunt confecționate BI și de natura tijelor celor două termometre;
- (ii) corelarea acestor valori cu diferențele (T2-T1)d citite direct pe termometre;
- (iii) estimarea incertitudinii standard funcție de gradientii de temperatură;

Pe baza acestor rezultate se trag concluzii privind proiectarea și realizarea unor băi uscate cu performanțe îmbunătățite având posibilitatea de verificare/etalonare simultană a mai multor termometre folosind un singur termometru etalon.

## MATERIALE FOLOSITE

Pentru realizarea în condiții optime a scopurilor menționate, s-au folosit 2 termometre (aceleași în toate experimentele) cu (i) caracteristici liniare ale elementor sensibile pe intervalul de temperatură considerat și (ii) repetabilitate verificată a indicațiilor de ordinul 0,01 °C cu care sunt măsurate și diferențele de temperatură în BI.

**Termometrul T1** : termometru digital cu element sensibil diodă din monocristal de siliciu în teacă metalică cu L = 280 mm, 6 mm diametru exterior, lungime sensor de 5 mm, indicație 0,01 °C, interval de măsură -50 : + 100 °C. Termometrul a trecut o serie de probe de casă, de exemplu a fost verificat la punctul triplu al apei pentru care a prezentat fluctuații sub 0,01 °C o perioadă de 3-5 ore și repetabilitatea indicației acestui punct cu abatere de maximum ± 0,01 °C folosind aceeași celulă pe o perioadă de peste 2 ani. Acest termometru va fi prezentat detaliat ca nou produs într-o notă viitoare.

**Termometrul T2** : termometru cu mercur din sticlă cu tija de imersie cu L= 120 mm, diametrul de 8 mm, rezervorul de mercur cu lungimea de 15 mm, interval de măsură + 55 : + 100 °C, gradații minime la 0,2 °C. S-a folosit un catetometru simplificat pentru estimarea 0,01 °C.

Pentru adaptarea grosieră a tijelor termometrelor la diametrul orificiilor de imersie s-au folosit cilindri din alamă sau cupru, iar pentru asigurarea

contactului termic între tijele celor două termometre și pereții orificiilor de imersie sau ai cilindrilor de adaptare s-au folosit folii de aluminiu de grosime 0,14 mm.

### **DESCRIERE ISOCALT® 2/70/21**

ISOCALT® 2/70/21 este un ansamblu compus din 2 subansamble importante: blocul electronic și termostatul propriu-zis.

Blocul electronic este compus la rândul său din 4 module :

- FPS-3 modulul de alimentare;
- PTC-J termoregulatorul propriu-zis;
- RT-70 termoregulatorul la punct fix pentru sudura rece a termocuplului din bucla de reglare;
- MV-3 microvoltmetrul digital pentru măsurat diferențele de temperatură din BI. Acesta are 7 trepte de sensibilitate: 0.2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 100  $\mu\text{V}/\text{LED}$  și un indicator cu 2x10 LED-uri ceea ce corespunde pentru termocuple de tip Fe-Constantan cu t.e.m. de  $(52,1 \pm 0,25) \mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$  (22 puncte echidistante pe intervalul +22: +584  $^{\circ}\text{C}$ ), respectiv la 0,0038; 0,01; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 1  $^{\circ}\text{C}/\text{LED}$ .

Termostatul propriu-zis este identic în cele două măsurări, exceptând metalul din care este confecționat BI, și anume :

ISOCALT® 2/70/21 serie 5 – 2002 are BI din oțel inoxidabil;

ISOCALT® 2/70/21 serie 7 – 2003 are BI din bronz.

Fiecare model standard ISOCALT® 2/70/21 este complet echipat și a fost folosit independent unul de celălalt.

În desenele alăturate sunt redată dispunerea orificiilor și a sensorilor pentru măsurat gradientii de temperatură în BI cât și a dimensiunilor acestora (scara 1:1). Cercurile înegrite reprezintă în mod exagerat ca dimensiuni vârful termocuplelor pentru acești gradienti de temperatură care înconjoară cele două orificii de imersie. Acestea sunt dispuse cât mai simetric folosind orificii cu diametre mult mai mici (raport 1:10) față de cele ale orificiilor de imersie pentru a perturba cât mai puțin uniformitatea temperaturii în BI.

Pentru identificarea optimă a gradientilor de temperatură cele 7 termocuple au fost notate cu 2 cifre: prima indicând orificiul de imersie și a doua poziția acestuia. A mai fost plasat un termocuplu și în centrul BI (C).

În total se disting 21 gradienti de temperatură dintre care s-au dovedit semnificativi doar 9.

### **REZULTATE**

În cele două tabele sunt prezentate rezultatele detaliate obținute în zile diferite pentru cele două modele standard ISOCALT® 2/70/21. Fiecare tabel conține datele pentru două temperaturi de verificare situate la extremele intervalului. În subtabelul stânga sus sunt date: ora de start la care este aplicată treapta de

încălzire și valorile T1, T2, (T2-T1)d citite direct de la cele două termometre după 1 oră de la start.

În tabelul principal sunt redate valorile diferențelor de temperatură ( $^{\circ}\text{C}$ ) citite la MV-3 pentru fiecare din cele 9 perechi de termocuple la sensibilitățile optime și valorile gradientilor de temperatură ( $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ ). Semnificația sensului acestor gradienti rezultă din culoarea LED-urilor din bar-graful indicator, și anume:

V (verde) :  $T(\text{sudură HI}) > T(\text{sudură LO})$ ;

R (roșu) :  $T(\text{sudură LO}) > T(\text{sudură HI})$ .

În subtabelul din dreapta sus sunt centralizate valorile medii ale diferențelor de temperatură (T2-T1)or între cele două orificii și pe lungimile celor doi sensori rezultate din valorile gradientilor de temperatură dintre și pe lungimile celor două orificii de imersie (15 mm). Dat fiind simetria cilindrică a BI, au fost separate 2 categorii de gradienti de temperatură: (i) gradienti în secțiunea transversală a BI la cele 3 înălțimi (notați cu XY); (ii) gradienti pe lungimea fiecărui orificiu de imersie separat (Z1 și Z2). Vectorul rezultat al acestor componente (în simetrie cilindrică):

$$dT = (2*(T2-T1)or^2+(MAX(dT1,dT2))^2)^{0.5}$$

este o estimare a incertitudinii standard de comparare a celor două indicații T1 și T2 citite la echilibrul termic odată cu diferențele de temperatură.

În tabelul următor sunt reunite rezultatele obținute pentru cele două termometre în cele două termostate pentru 7 puncte de temperatură distanțate echidistant (primele 5 puncte sunt obținute separat în altă zi de lucru de ultimele 2 prezentate în detaliu mai sus). Aceste valori au fost alese ca cele mai disperse din seriile repetate pe o perioadă de aproape 1 an; valorile sunt exprimate în  $^{\circ}\text{C}$ .

Graficul prezintă corelarea valorilor T2 funcție de T1 obținute la echilibru în cele două termostate ISOCALT® 2/70/21 pentru cele două termometre. Sunt redate valorile parametrilor (a,b) obținute prin regresie liniară. În tabel  $T2o = a*T1 + b$ , iar pentru BI:Inox valorile (T2-T2o) sunt înlocuite prin diferența  $(T21- T22) = Tet*(a1-a2) + (b1-b2)$  precise pentru aceleași valori T1 de cele două etalonări cu parametrii BI:Bronz: (a1,b1) și BI:Inox: (a2,b2). Rezultă o foarte bună corelare între (T2-T1)d, aceste valori diferențiale și dT.

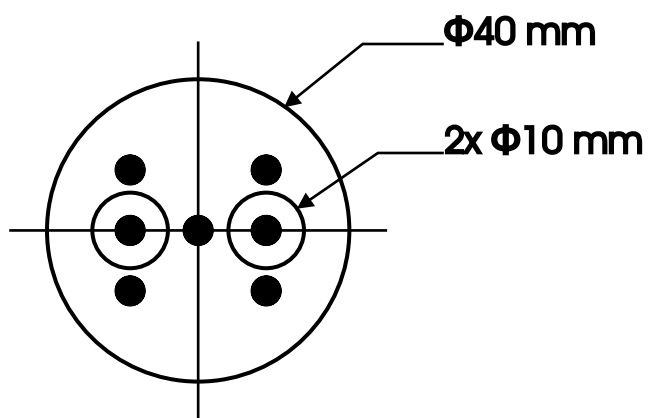
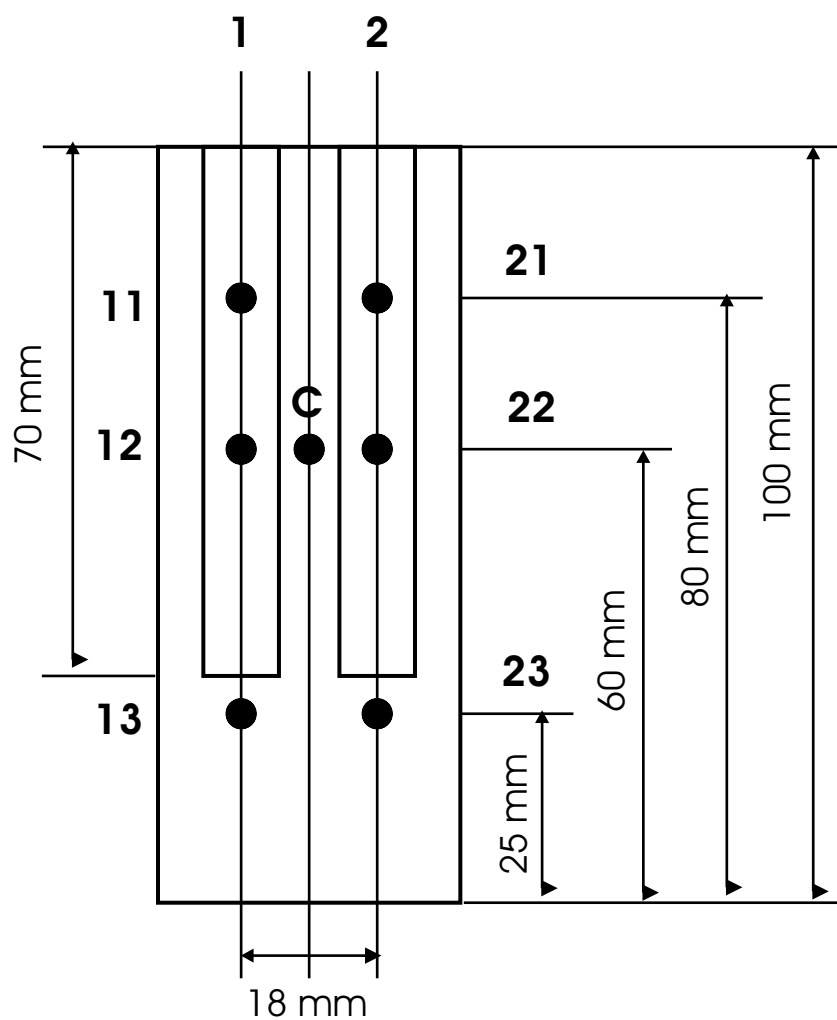
Datorită termoconductivității mai mici a tijeii de sticlă a T2 și a BI: Inox față de tija metalică a T1 și respectiv BI: Bronz, indicațiile T2 vor crește progresiv cu temperatura față de T1 mult mai pronunțat în BI:Inox față de BI:Bronz. Aceasta se vede din dependența grafică a (T22 – T1) (BI:Inox) funcție de (T2 – T1)d (BI:Bronz) (ambele mărimi raportate la valorile T1 din măsurările cu BI:Bronz) unde SLOPE > 1 și INTERCEPT > 0. Deplasarea celor două indicații se corelează cu gradientii în lungul tijelor și în final cu incertitudinea de comparare a acestora (dT). Corelările tip (A, T1) dau următoarele rezultate care permit concluzii imediate privind performanțele celor două termostate. Se observă că parametrii rezultați (inclusiv punctul  $T_o=T2=T1$ ) rezultă cu abateri standard net diferite pentru cele două termostate. Mărima  $FOM \equiv |(T2-T1)d/dT|$  este o măsură a raportului semnal/zgomot care evidențiază net cele două termostate.

BI	A	SLOPE	INTERCEPT	CORREL	To ,oC
INOX	(T2-T1)d	0.0261 ± 0.0011	-(1.071 ± 0.085)	0.995	41 ± 5
	dT	0.00572 ± 0.00055	-(0.1119 ± 0.042)	0.978	-
BRONZ	(T2-T1)d	0.0206 ± 0.0021	-(1.225 ± 0.16)	0.975	60 ± 14
	dT	0.000737 ± 0.00021	-(0.0099 ± 0.016)	0.844	-
	(T2-T1)d/dT	0.3874 ± 0.035	-(23.44 ± 2.7)	0.981	60 ± 12

## CONCLUZII

Din analiza rezultatelor prezentate se pot formula următoarele concluzii:

1. Pentru trepte de încălzire de aproximativ 40 °C, echilibrul termic în BI se atinge după aproximativ 1 oră și se menține cu variații de ±0.02 °C în primele 2 ore și de ±0.01 °C peste 2 ore. La trepte de temperatură sub 10 °C aceste variații sunt chiar sub ±0.01 °C după prima oră.
2. Valorile gradientilor de temperatură devin stabile după prima oră.
3. Gradientii de temperatură pe lungimea orificiilor de imersie sunt puternic dependenți de: (i) natura materialului BI (valorile pentru bronz sunt cu peste un ordin de mărime mai mici față de cele pentru inox); (ii) natura tijelor imersate; (iii) de diferența T(BI) și T(ambiant) .
4. S-a dovedit foarte important ca tija sau elementul sensibil al termometrelor să facă un contact termic cât mai bun cu pereții BI. Acesta este asigurat prin realizarea unor cămăși de etanșeitate din folie de aluminiu cu suprafață cât mai netedă în care va aluneca forțat teaca sau elementul sensibil.
5. Valorile gradientilor de temperatură definesc incertitudinea de comparare a indicațiilor termometrelor imersate simultan. Se recomandă imersarea în BI numai a elementului sensibil cu legături cât mai reduse cu mediul ambiant și eliminarea tijelor masive în cursul procedurilor de etalonare/verificare.
6. Liniaritatea înaltă rezultată între cele două citiri la echilibrul termic pentru cele două termometre considerate în lucrarea de față se datorează: (i) liniarității cu temperatura a elementelor sensibile; (ii) stabilității acestor indicații pe perioada efectuării măsurărilor; (iii) stabilității temperaturii și a gradientilor de temperatură a termostatelor folosite. Diferențele evidențiate în (T2-T1)d și FOM vs T1 se datorează: (1) diferențelor de etalonare ale celor două termometre; (2) gradientilor de temperatură din BI; (3) funcțiilor de transfer termic între BI –tije termometre și dintre acestea și mediul exterior.
7. Este important a se compara în condiții similare indicațiile unor termometre etalon certificate pe întreg intervalul de operare a termostatelor ISOCALT® 21/70/2 pentru a se evidenția pe un interval de temperatură mai mare: (i) neliniaritatea elementelor sensibile; (ii) corelarea incertitudinii de comparare cu indicațiile acestor termometre; (iii) diferențele în comparare obținute cu diferite modele comerciale de băi.



Dispunerea orificiilor de imersie si a  
 sensorilor pentru diferentele de temperatura  
 in BI al termostatului ISOCALT® 21/70/2

# ISOCALT ® 5 - 2002

Bloc de imersie : Inox

data: 09.12.03

start: 9:20

ora	T1, oC	T2, oC	(T2-T1)d
10:30	59.98	60.50	0.52
11:30	60.02	60.50	0.48
12:30	60.00	60.50	0.50

**grad T**

	(T2-T1)or	dT1	dT2	<b>dT</b>
oC	0.02	0.21	0.23	<b>0.23</b>
mm	Lsensor	15	15	

	HI	LO	L, mm	sens uV/LED	nr.LED V,R	dT oC	dTo, oC/mm normalizat	dTo, oC/mm mediu
<b>X,Y</b>	12	22	18	0.5	0	0	0.00E+00	9.26E-04
	11	21	18	0.5	3V	0.03	1.67E-03	
	13	23	18	0.5	2R	0.02	1.11E-03	
<b>Z1</b>	11	13	55	5	9R	0.9	1.64E-02	1.38E-02
	11	12	20	1	5R	0.1	5.00E-03	
	12	13	35	5	7R	0.7	2.00E-02	
<b>Z2</b>	21	23	55	5	9R	0.9	1.64E-02	1.51E-02
	21	22	20	1	6R	0.12	6.00E-03	
	22	23	35	5	8R	0.8	2.29E-02	

start: 12:30

**grad T**

BI Inox	T1, oC	T2, oC	(T2-T1)d
13:30	88.94	90.20	1.26
14:30	88.96	90.20	1.24
15:30	88.94	90.20	1.26

	(T2-T1)or	dT1	dT2	<b>dT</b>
oC	0.06	0.36	0.37	<b>0.38</b>
mm	Lsensor	15	15	

	HI	LO	L, mm	sens uV/LED	nr.LED V,R	dT oC	dTo, oC/mm normalizat	dTo, oC/mm mediu
<b>X,Y</b>	12	22	18	0.5	1V	0.01	5.56E-04	3.15E-03
	11	21	18	1	3V	0.06	3.33E-03	
	13	23	18	1	5R	0.1	5.56E-03	
<b>Z1</b>	11	13	55	10	7R	1.4	2.55E-02	2.39E-02
	11	12	20	2	6R	0.24	1.20E-02	
	12	13	35	10	6R	1.2	3.43E-02	
<b>Z2</b>	21	23	55	10	7R	1.4	2.55E-02	2.46E-02
	21	22	20	2	7R	0.28	1.40E-02	
	22	23	35	10	6R	1.2	3.43E-02	

# ISOCALT® 7 - 2003

Bloc de imersie : Bronz

data: 11.12.03

start: 11:00

ora	T1, oC	T2, oC	(T2-T1)d
12:00	60.59	60.58	-0.01
13:00	60.61	60.58	-0.03
14:00	60.60	60.58	-0.02

## grad T

	(T2-T1)or	dT1	dT2	dT
oC	0.03	0.03	0.02	<b>0.03</b>
mm	Lsensor	15	15	

	HI	LO	L, mm	sens	nr.LED	dT	dTo, oC/mm	dTo, oC/mm
				uV/LED	V,R	oC	normalizat	mediu
<b>X,Y</b>	12	22	18	0.5	3V	0.03	1.67E-03	1.48E-03
	11	21	18	0.5	2R	0.02	1.11E-03	
	13	23	18	0.5	3R	0.03	1.67E-03	
<b>Z1</b>	11	13	55	1	5R	0.1	1.82E-03	2.06E-03
	11	12	20	0.5	7R	0.07	3.50E-03	
	12	13	35	0.5	3R	0.03	8.57E-04	
<b>Z2</b>	21	23	55	1	5R	0.1	1.82E-03	1.27E-03
	21	22	20	0.5	0	0	0.00E+00	
	22	23	35	0.5	7R	0.07	2.00E-03	

start: 14:00

ora	T1, oC	T2, oC	(T2-T1)d
15:00	90.62	91.40	0.78
16:00	90.65	91.40	0.75
17:00	90.63	91.40	0.77

## grad T

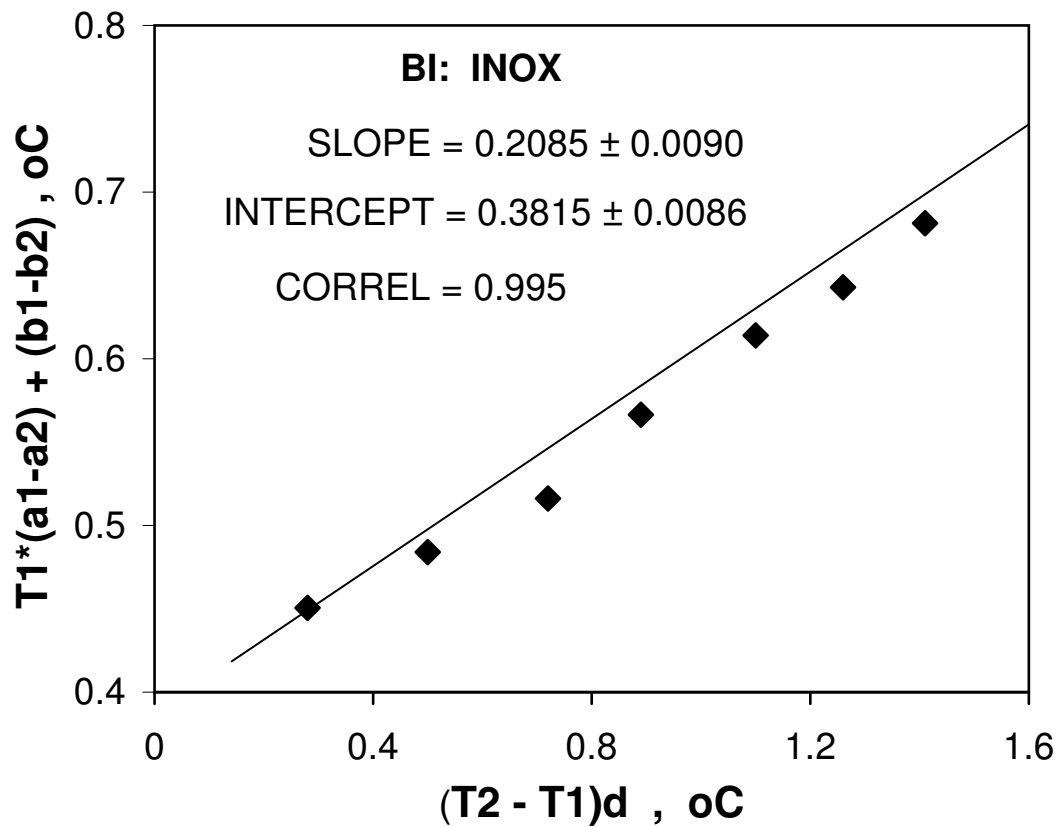
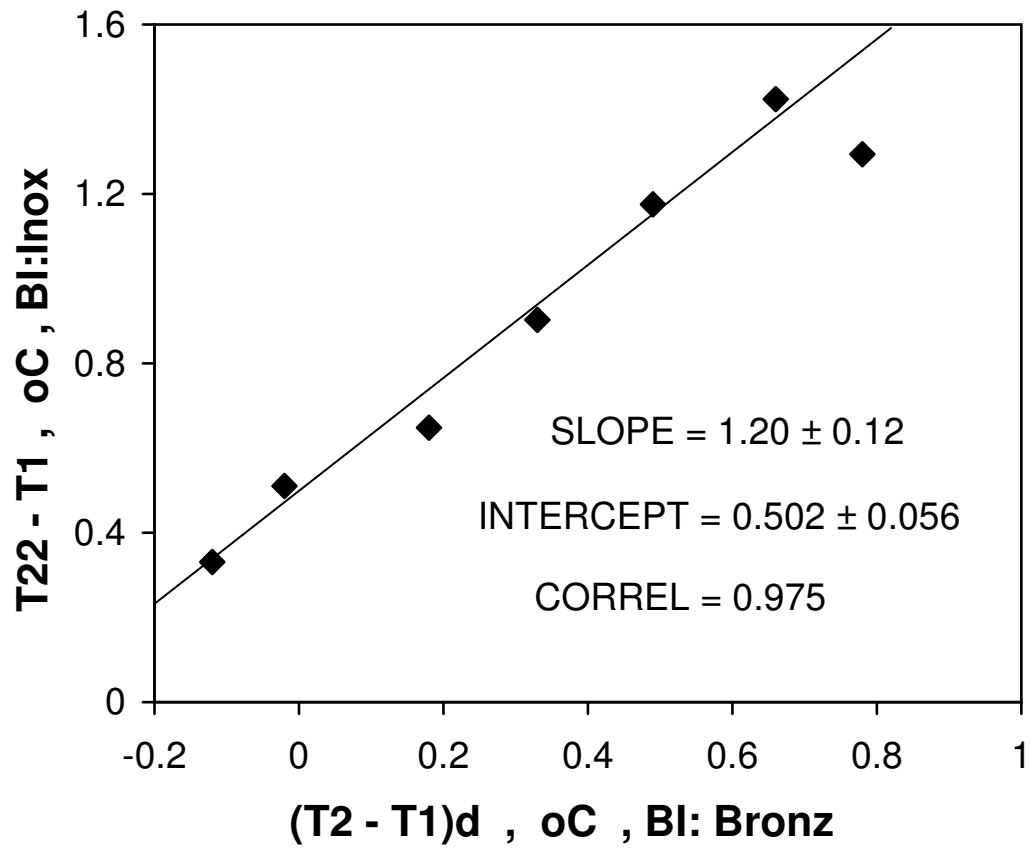
	(T2-T1)or	dT1	dT2	dT
oC	0.04	0.05	0.07	<b>0.07</b>
mm	Lsensor	15	15	

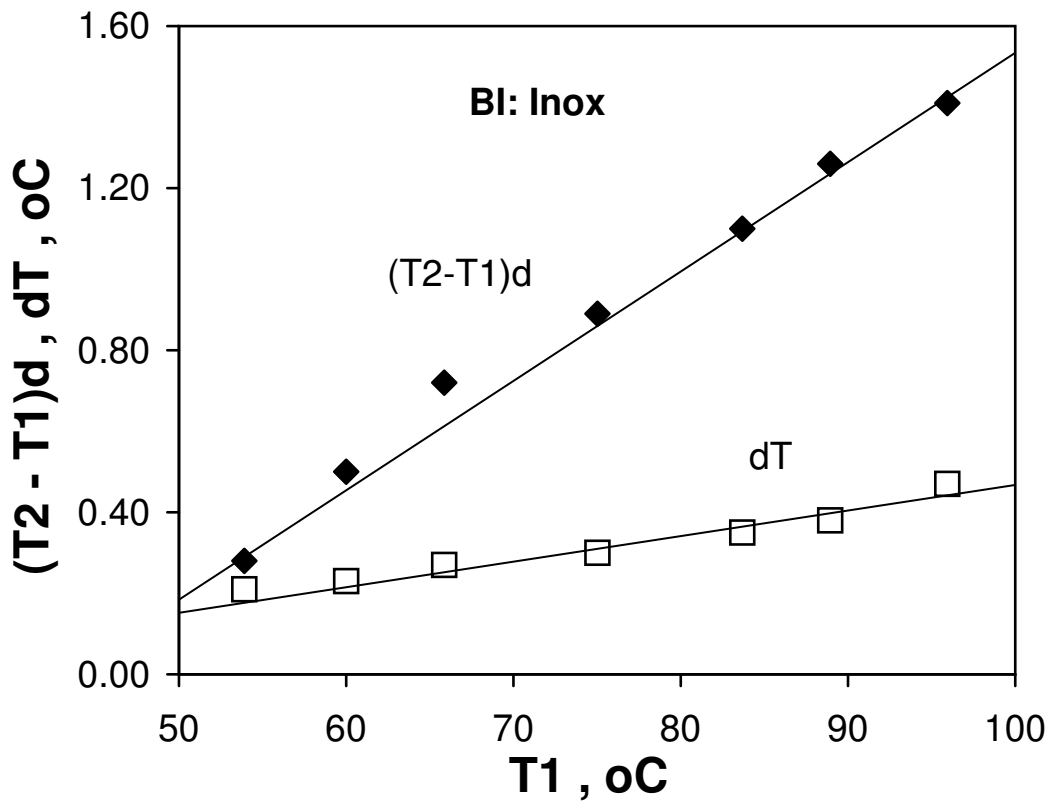
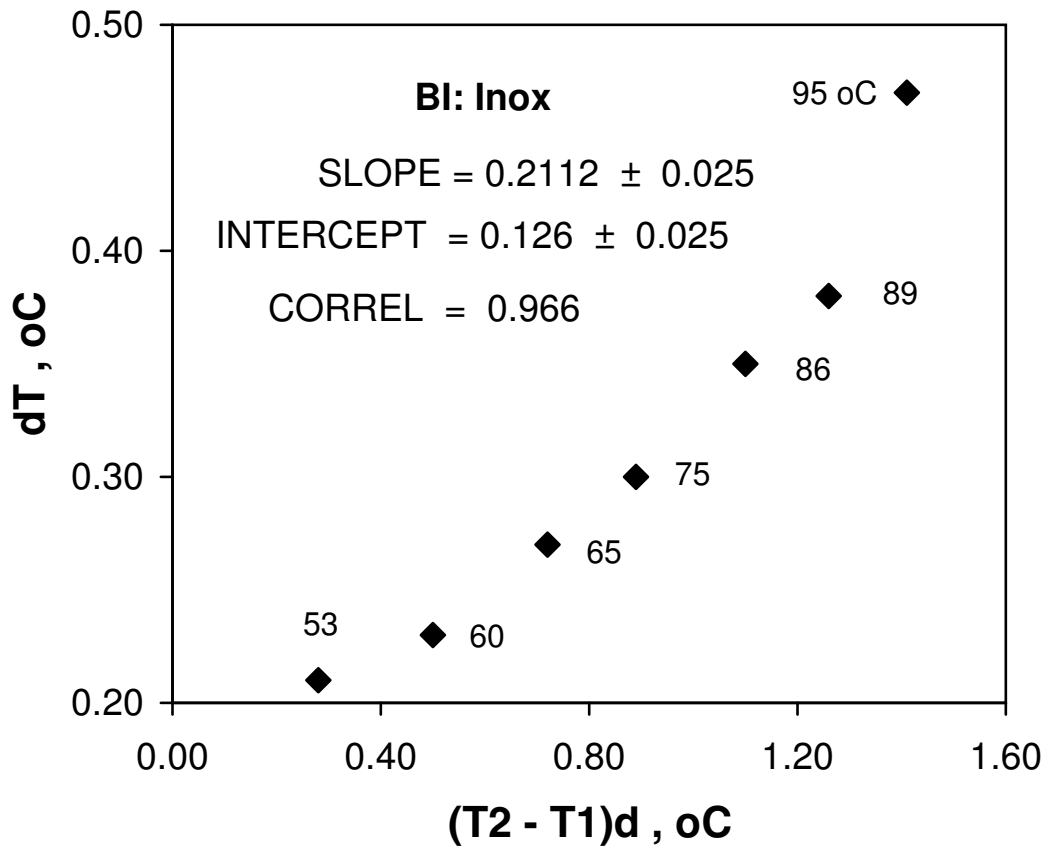
	HI	LO	L, mm	sens	nr.LED	dT	dTo, oC/mm	dTo, oC/mm
				uV/LED	V,R	oC	normalizat	mediu
<b>X,Y</b>	12	22	18	0.5	3V	0.03	1.67E-03	2.04E-03
	11	21	18	0.5	5R	0.05	2.78E-03	
	13	23	18	0.5	3R	0.03	1.67E-03	
<b>Z1</b>	11	13	55	1	9R	0.18	3.27E-03	3.52E-03
	12	13	35	0.5	8R	0.08	2.29E-03	
	11	12	20	1	5V	0.1	5.00E-03	
<b>Z2</b>	21	23	55	1	7R	0.14	2.55E-03	4.52E-03
	21	22	20	1	7V	0.14	7.00E-03	
	22	23	35	1	7R	0.14	4.00E-03	

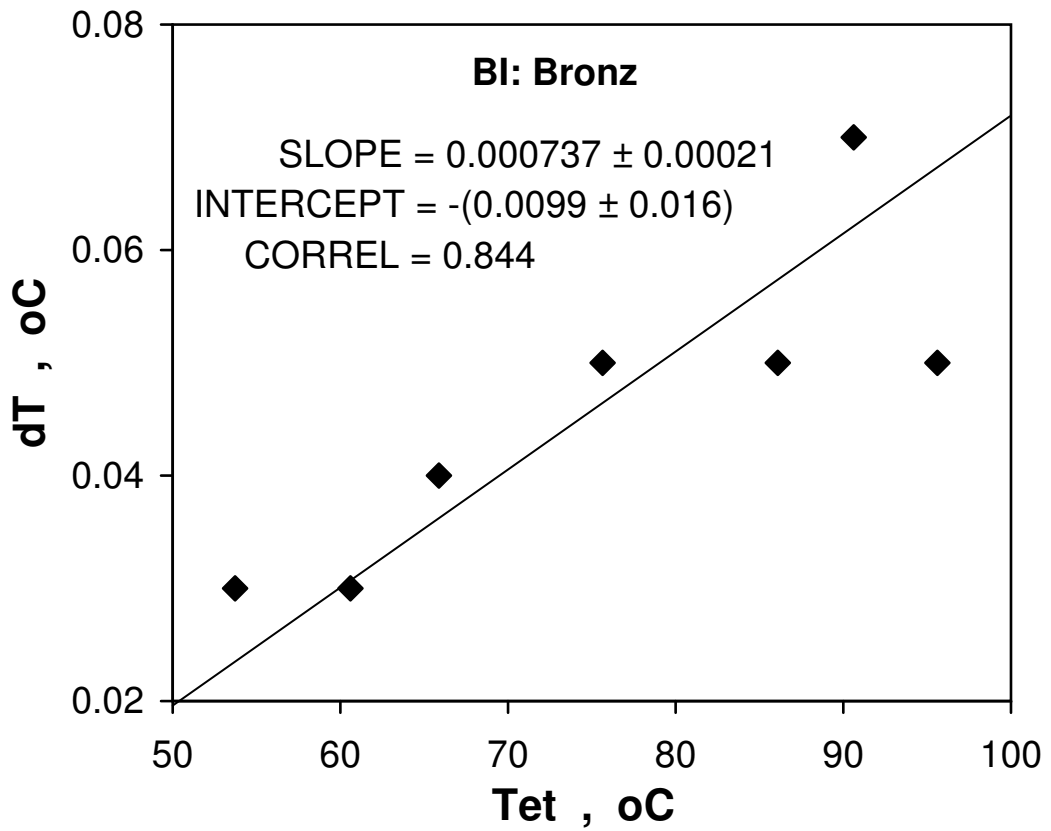
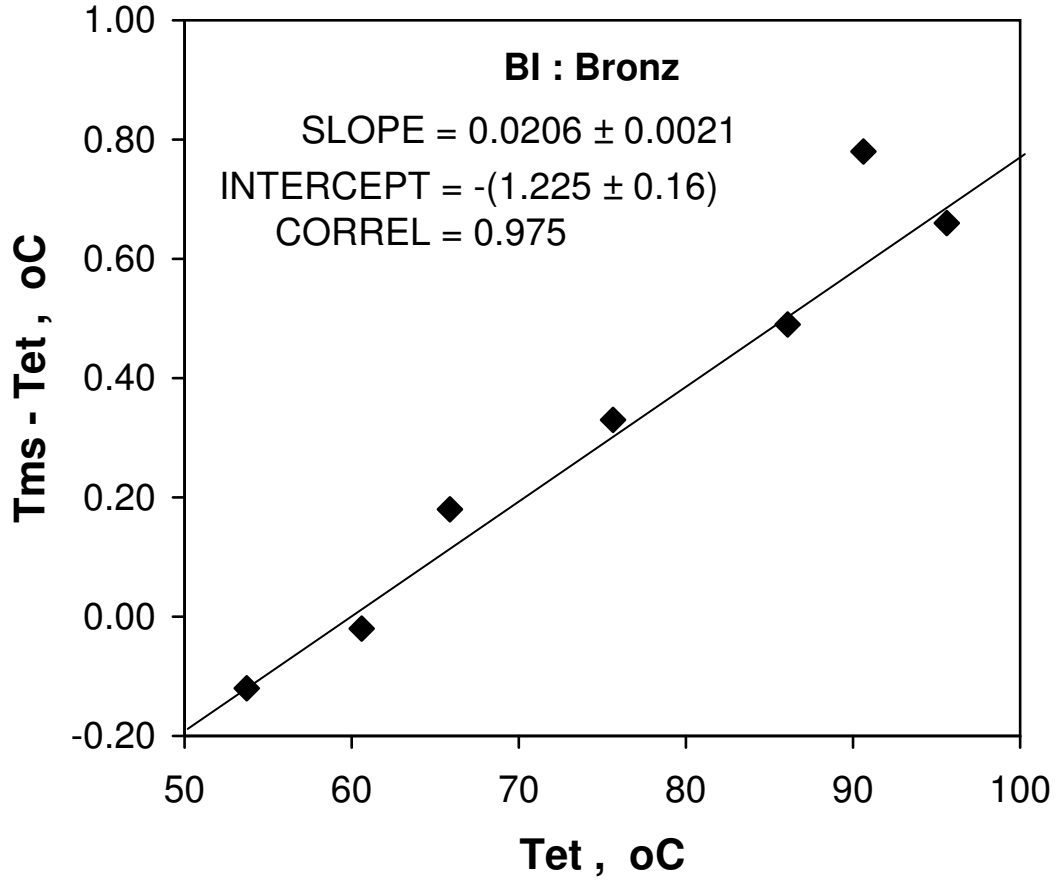


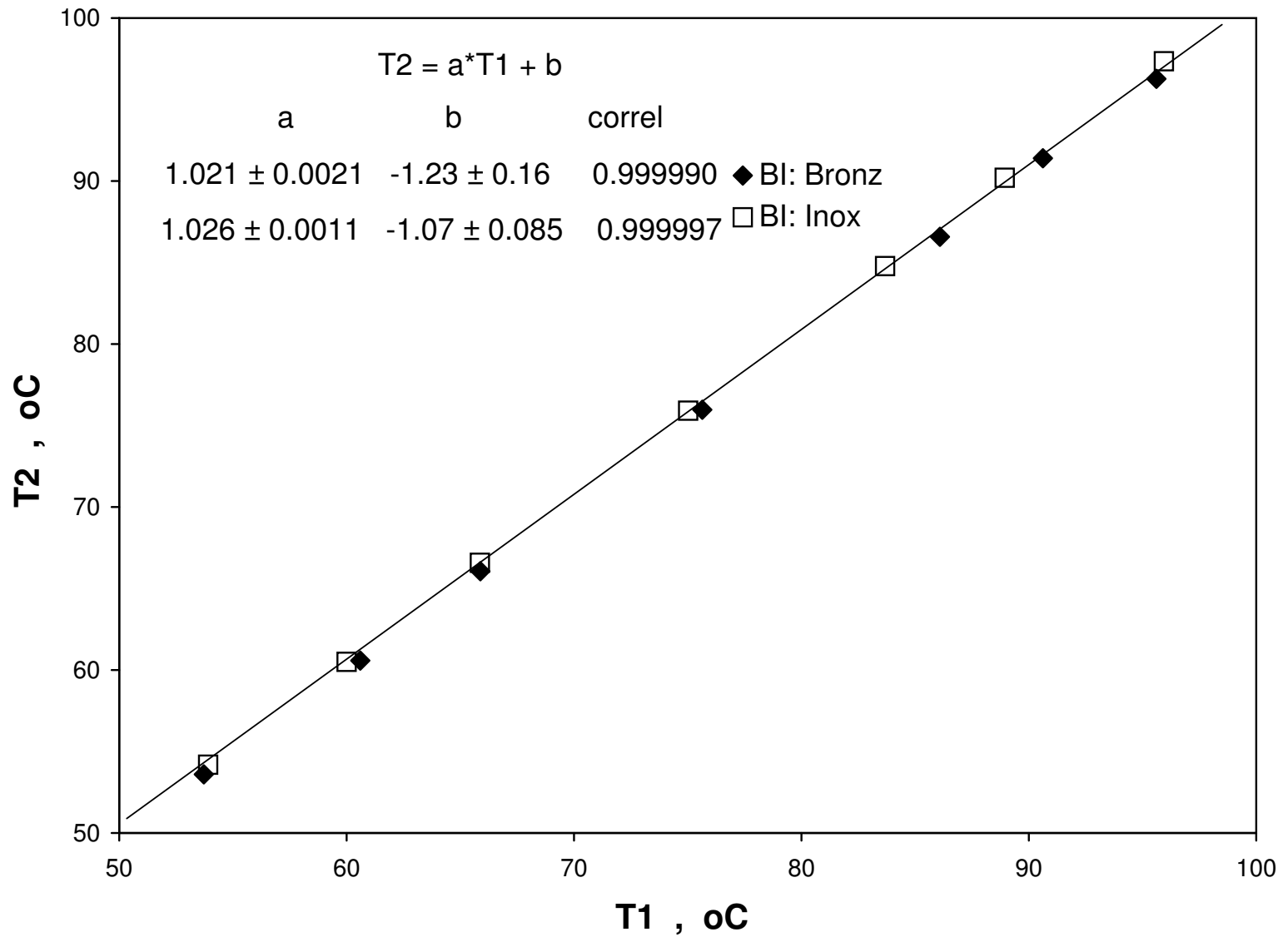
Principalele valori măsurate și calculate obținute la echilibrul termic în cele două termostate ISO-CALT® 2/70/21 pentru aceleași termometre (T1, T2).

BI	T1	T2	(T2-T1) <sub>d</sub>	(T2-T1) <sub>or</sub>	dT1	dT2	dT	T2 <sub>o</sub>	T2-T2 <sub>o</sub>
<b>BRONZ</b>	53.72	53.60	-0.12	0.04	0.03	0.02	0.03	53.60	0.00
	65.88	66.06	0.18	0.05	0.04	0.03	0.04	66.01	0.05
	75.64	75.97	0.33	0.05	0.04	0.04	0.05	75.97	0.00
	86.09	86.58	0.49	0.05	0.05	0.04	0.05	86.64	-0.06
	95.61	96.27	0.66	0.05	0.05	0.04	0.05	96.35	-0.08
	60.60	60.58	-0.02	0.03	0.03	0.02	0.03	60.62	-0.04
	90.62	91.40	0.78	0.04	0.05	0.07	0.07	91.26	0.14
<b>INOX</b>	53.91	54.19	0.28	0.03	0.20	0.21	0.21	54.25	0.45
	65.86	66.58	0.72	0.03	0.25	0.26	0.27	66.51	0.52
	75.02	75.91	0.89	0.00	0.29	0.30	0.30	75.91	0.57
	83.68	84.78	1.10	0.03	0.31	0.35	0.35	84.79	0.61
	95.94	97.35	1.41	0.04	0.40	0.47	0.47	97.37	0.68
	60.00	60.50	0.50	0.02	0.21	0.23	0.23	60.49	0.48
	88.94	90.20	1.26	0.06	0.36	0.37	0.38	90.19	0.64









Reprezentarea grafica si prelucrarea statistica a valorilor T1, T2 masurate in cele doua termostate.