

Ispitivanje termometrijske peći

Biloš, Josip

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:235:697807>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-12-02**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Josip Biloš

Zagreb, 2019.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Davor Zvizdić, dipl. ing.

Dr. sc. Danijel Šestan, dipl. ing.

Student:

Josip Biloš

Zagreb, 2019.

Izjava

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno služeći se znanjem i iskustvima stečenim tijekom studija te navedenom literaturom.

Zahvala

Zahvaljujem se svom mentoru, prof. dr. sc. Davoru Zvizdiću na nesebičnoj pomoći i korisnim stručnim savjetima.

Posebno se zahvaljujem mentoru dr. sc. Danijelu Šestanu na svojoj pomoći vezanoj za praktični dio završnog rada, savjetima, strpljenju te materijalima koje mi je ustupio, bez kojih realizacija ovog rada ne bi bila moguća.

Josip Biloš



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
 Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
 procesno-energetski, konstrukcijski, brodostrojarski i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

| | |
|-------------------------------------|--------|
| Sveučilište u Zagrebu | |
| Fakultet strojarstva i brodogradnje | |
| Datum | Prilog |
| Klasa: | |
| Ur.broj: | |

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Josip Biloš** Mat. br.: **0035201226**

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje termometrijske peći**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing of thermometric furnaces**

Opis zadatka:

Za potrebe umjeravanja termometara potrebno je ispitati radni volumen vertikalne peći s izotermalnim blokom proizvođača Leeds & Northrup, u temperaturnom području od 200 °C do 600 °C. Ispitivanjem je potrebno odrediti horizontalne i vertikalne gradijente te vremensku stabilnost temperature unutar radnog volumena peći. Vremensku stabilnost potrebno je odrediti u periodu od 30 minuta u svim ispitnim točkama.

U radu je potrebno:

- Dati kratak opis peći sa skicama radnog prostora i shemama dijelova i elemenata regulacije.
- Opisati postupke za karakterizaciju zona kontrolirane temperature, što uključuje utvrđivanje horizontalnih i vertikalnih gradijenata, stalnosti i dinamike zagrijavanja.
- Definirati i opisati ispitni postupak sa skicama mjerne linije.
- Sastaviti mjernu liniju za ispitivanje koristeći postojeće uređaje i pomoćnu opremu koja je na raspolaganju u FSB-LPM.
- Priložiti rezultate ispitivanja s procijenjenim pripadnim doprinosima ukupnoj mjernoj nesigurnosti ispitivanja.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

29. studenog 2015.

Rok predaje rada:


1. rok: 22. veljače 2019.
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2019.
3. rok: 20. rujna 2019.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 25.2. - 1.3. 2019.
2. rok (izvanredni): 2.7. 2019.
3. rok: 23.9. - 27.9. 2019.

Zadatak zadao:


 Prof. dr. sc. Davor Zvizdić


 Dr. sc. Danijel Šestan

Predsjednik Povjerenstva:


 Prof. dr. sc. Igor Bačen

SAŽETAK

Osnovni zadatak ovoga završnog rada bio je opisivanje načina rada te definiranje i karakterizacija zona kontrolirane temperature unutar vertikalne peći Leeds&Northrup koja se koristi u Laboratoriju za procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Konkretno, ispitivanjem je obuhvaćeno određivanje radijalnih i aksijalnih temperaturnih gradijenata te temperaturne stabilnosti u radnom prostoru peći unutar zadanog temperaturnog intervala od 200 °C do 600 °C. Navedene gradijente i temperaturnu stabilnost bilo je potrebno odrediti kako bi se predmetna peć mogla koristiti za umjeravanje termometara. Homogenost temperature unutar peći i vremenska stabilnost temperature parametri su koji određuju kvalitetu neke peći. Kada se spomenuto uzme u obzir, gradijenti moraju biti što manji, a vremenska stabilnost temperature mora pokazivati, što je moguće manje, oscilacije temperature između maksimalne i minimalne temperature u vremenu. U peći se, dakle, mora osigurati uniformna raspodjela temperature po prostoru kako bi oscilacije temperature bile što manje te kako bi se s tim u vezi, umjeravanje termometara moglo obaviti što kvalitetnije, uz minimalni utrošak vremena i uz minimalne korekcije.

U nastavku, detaljno su opisane metode kojima je moguće vršiti ispitivanje peći od kojih je u praktičnom dijelu ovog rada korištena jedna od metoda. Također, opisan je i postupak mjerenja, a dani su i opisi korištene opreme, uvjeta mjerenja, pripreme mjerenja te podaci o dijelovima i elementima regulacije.

Nadalje, objašnjena je i mjerna nesigurnost, uzroci nastanka iste te su spomenuti i pojašnjeni tipovi procjene mjerene nesigurnosti. Uz to, opisani su i načini izračunavanja standardne i proširene mjerne nesigurnosti te je na temelju rezultata izražen doprinos peći ukupnoj mjernoj nesigurnosti kod umjeravanja termometara.

Na kraju, rezultati ispitivanja termometrijske peći u određenim ispitnim točkama dani su tabličnom obliku, a popraćeni su i dijagramskim oblikom prikaza dobivenih podataka. Provedbom analize rezultata ustanovljeno je da se platinski otpornički termometri ne mogu umjeravati u peći zbog velikog doprinosa peći ukupnoj mjernoj nesigurnosti umjeravanja. Iz tog razloga ona služi za umjeravanje industrijskih termometara kod kojih zahtjevi na nesigurnost nisu tako strogi kao kod platinskih otporničkih termometara.

Ključne riječi: ispitivanje zona kontrolirane temperature, termometrijska peć, temperaturni gradijent, umjeravanje termometra, mjerna nesigurnost

SUMMARY

The aim of this work is to perform characterization of the isothermal zone inside the vertical furnace which is used in the Laboratory for Process Measurement (LPM). LPM is situated at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in Zagreb, and it is responsible for Croatian national standards for temperature, pressure, and humidity. The furnace is characterized in the temperature range between 200 °C and 600 °C, as it is normally used for calibration of industrial thermometers in the mentioned range. Besides the detailed description of the method used for furnace testing, other methods appropriate for the task are also described in this work.

The characterization covered the separate determinations of axial and radial temperature gradients together with the determination of temperature stability during a period of 30 minutes. Since those parameters are the main contributors to calibration uncertainty, when the furnace is used for thermometer calibration, they must be quantified precisely. In order to achieve required precision, the characterization was performed using five calibrated standard platinum resistance thermometers connected to the thermometry resistance bridge in a four-wire configuration. The detailed description of the equipment used, together with measurement conditions and preparation process are given in this paper. The characterization results, together with derived measurement uncertainties are given in tabular and graphical forms.

Based on the given characterization results, the furnace users can decide on its appropriateness for calibration of the particular thermometer.

Key words: testing of isothermal zone, calibration furnace, calibration of thermometers, temperature gradients, calibration uncertainty

SADRŽAJ

| | | |
|-------|------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1. | UVOD..... | 6 |
| 2. | UMJERAVANJE TERMOMETARA | 7 |
| 2.1 | Zona umjeravanja..... | 7 |
| 2.2 | Međunarodna temperaturna ljestvica ITS-90 | 10 |
| 2.3 | Ćelije za postizanje fiksnih točaka..... | 12 |
| 3. | ISPITIVANJE TERMOMETRIJSKIH PEĆI | 13 |
| 4. | POSTUPCI ZA KARAKTERIZACIJU IZOTERMALNE ZONE | 15 |
| 4.1 | Metoda DZ: Ispitivanje parom neumjerenih termometara..... | 15 |
| 4.1.1 | Ispitne temperature..... | 15 |
| 4.1.2 | Homogenost temperature u radijalnom smjeru..... | 16 |
| 4.1.3 | Homogenost temperature u aksijalnom smjeru | 18 |
| 4.1.4 | Vremenska stabilnost temperature | 19 |
| 4.1.5 | Dinamika zagrijanja/hlađenja..... | 20 |
| 4.1.6 | Doprinosi mjernoj nesigurnosti umjeravanja | 20 |
| 4.1.7 | Ukupna standardna i proširena mjerna nesigurnost | 21 |
| 4.2 | Metoda DBP: Ispitivanje parom umjerenih termometara | 23 |
| 4.2.1 | Temperature ispitivanja..... | 23 |
| 4.2.2 | Homogenost temperature u radijalnom smjeru | 23 |
| 4.2.3 | Homogenost temperature u aksijalnom smjeru | 24 |
| 4.2.4 | Vremenska stabilnost temperature | 24 |
| 4.2.5 | Dinamika zagrijanja/hlađenja | 25 |
| 4.2.6 | Doprinosi mjernoj nesigurnosti umjeravanja | 25 |
| 4.2.7 | Ukupna standardna mjerna nesigurnost | 26 |
| 4.3 | Umjeravanje izotermalne zone | 26 |
| 5. | OPIS ISPITNOG POSTUPKA | 27 |
| 5.1 | Okolišni uvjeti..... | 27 |
| 5.2 | Priprema mjerenja..... | 27 |
| 6. | ISPITIVANA I KORIŠTENA OPREMA..... | 28 |
| 6.1 | Vertikalna peć Leeds&Northrup Italia T30H (TEPEC01)..... | 28 |
| 6.2 | Oprema za mjerenje otpora termometara | 30 |
| 6.2.1 | Termometrijski otpornički most (EOMOS02)..... | 30 |
| 6.2.2 | Multipleksor..... | 32 |

| | | |
|-----|------------------------------------------------------------|----|
| 6.3 | Otpornički termometri | 32 |
| 6.4 | Računalo | 33 |
| 7. | REZULTATI ISPITIVANJA I PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI | 34 |
| 8. | ZAKLJUČAK..... | 44 |

POPIS SLIKA

| | |
|--------------------------------------------------------|----|
| Slika 1: Izotermalni blok | 7 |
| Slika 2: Mjerna mjesta u zoni umjeravanja | 7 |
| Slika 3: Tlocrt izotermalnog bloka | 8 |
| Slika 4: Primjer specifikacije mjernih pozicija | 9 |
| Slika 5: Shema platinskog otporničkog termometra | 10 |
| Slika 6: Fiksne točke ITS-90 | 11 |
| Slika 7: Čelija za postizanje fiksne točke aluminija | 12 |
| Slika 8: Vrste temperaturnih gradijenata | 14 |
| Slika 9: Grafički prikaz radialne mjerne nesigurnosti | 17 |
| Slika 10: Primjer podataka za aksijalne gradijente | 18 |
| Slika 11: Grafički prikaz vremenske stabilnosti | 19 |
| Slika 12: Primjer dijagrama ukupne mjerne nesigurnosti | 22 |
| Slika 13: Peć s umetnutim termometrima | 28 |
| Slika 14: Presjek peći | 29 |
| Slika 15: Tvornički ugrađen regulator | 30 |
| Slika 16: Pogled na izotermalni blok | 30 |
| Slika 17: Most - pogled sprijeda | 31 |
| Slika 18: Most - pogled straga | 31 |
| Slika 19: Multipleksor sa spojenim termometrima | 32 |
| Slika 20: Korišteni software | 33 |
| Slika 21: Tlocrt izotermalnog bloka | 36 |
| Slika 22: Stabilnost na 200 °C | 38 |
| Slika 23: Stabilnost na 400 °C | 39 |
| Slika 24: Stabilnost na 600 °C | 40 |
| Slika 25: Doprinos prostornih gradijenata za h=40 mm | 42 |
| Slika 26: Doprinos stabilnosti za h=40 mm | 42 |
| Slika 27: Ukupna mjerna nesigurnost za h=40 mm | 42 |
| Slika 28: Doprinos prostornih gradijenata za h=80 mm | 43 |
| Slika 29: Ukupna mjerna nesigurnost za h=80 mm | 43 |

POPIS TABLICA

| | |
|----------------------------------------------------------------|----|
| <i>Tablica 1: Primjer podataka o rupama</i> | 8 |
| <i>Tablica 2: Primjer podataka o bloku</i> | 8 |
| <i>Tablica 3: Primjer podataka o zoni umjeravanja</i> | 9 |
| <i>Tablica 4: Primjer podataka za radijalne gradijente</i> | 17 |
| <i>Tablica 5: Primjer podataka o mjernoj nesigurnosti</i> | 17 |
| <i>Tablica 6: Primjer podataka vremenske stabilnosti</i> | 19 |
| <i>Tablica 7: Primjer tablice za ukupnu mjernu nesigurnost</i> | 22 |
| <i>Tablica 8: Specifikacije termometara</i> | 33 |
| <i>Tablica 9: Podaci o izotermalnom bloku</i> | 36 |
| <i>Tablica 10: Podaci o rupama</i> | 36 |
| <i>Tablica 11: Očitavanja za 200 °C</i> | 38 |
| <i>Tablica 12: Očitavanja za 400 °C</i> | 39 |
| <i>Tablica 13: Očitavanja za 600 °C</i> | 40 |
| <i>Tablica 14: Ukupna mjerna nesigurnost (h=40 mm)</i> | 41 |
| <i>Tablica 15: Ukupna mjerna nesigurnost (h=80 mm)</i> | 41 |

POPIS OZNAKA

| Oznaka | Jedinica | Opis |
|------------------|----------|--------------------------------------------------|
| ϑ | K | temperatura |
| grad ϑ | K/m | temperaturni gradijent |
| t | °C | temperatura |
| R _n | - | oznaka rupe u izotermalnom bloku gdje je n=1,2.. |
| RX | - | rupa s referentnim termometrom |
| H | - | oznaka rupe za tvornički ugrađen termometar |
| dt | °C | razlika očitavanja termometara |
| R _i | - | prosječna stopa porasta temperature |
| a | °C | interval pravokutne razdiobe |
| u | °C | standardna mjerna nesigurnost za k=1 |
| U | °C | proširena mjerna nesigurnost za k=2 |
| T _n | - | oznaka termometra, n=1,2.. |
| h | mm | visina podizaja termometra |
| RH | - | relativna vlažnost |
| φ | mm | promjer |
| T _n | °C | nominalna temperatura |
| TEPOT | - | interna oznaka platinskog otporničkog termometra |

1. UVOD

Termometrijske peći su peći koje služe za održavanje nekog stupnja uniformnosti temperature u određenom vremenskom intervalu. Zadatkom je izrečena potreba za ispitivanjem radijalnih i aksijalnih gradijenata, vremenske stabilnosti temperature u pećima Leeds&Northrup u području od 200 °C do 600 °C te dinamike grijanja. Odnosno, potrebno je bilo definirati karakteristike zona kontrolirane temperature, sa svrhom da bi se kasnije u tim istim pećima mogli umjeravati termometri. Upravo te karakteristike, koje definiraju uniformnost temperature unutar peći, odražavaju i kvalitetu peći u kvantificiranom obliku tj. izmjereni podaci opisuju npr. koliko je dobro izvedena izolacija, jesu li dobro pozicionirani grijači i cirkulira li medij dobro kroz prostor peći. Sama potreba za ispitivanjem karakteristika koje proizvođač već deklarira prilikom isporuke peći proizlazi iz toga da su, često, ti podaci precijenjeni, pogrešni za iznos veći od navedenoga ili potpuno netočni. Laboratorij se zbog toga ne može pouzdati u njih, odnosno, ne može garantirati da su rezultati umjeravanja provedenih u peći i pripadne mjerne nesigurnosti, određene na temelju ovih podataka, korektni. Upravo zbog te važnosti da rezultati dobiveni mjerenjem budu reprezentativni, laboratorij vrši svoja mjerenja i korekcije dobivenih podataka kako bi sva mjerenja koja proizlaze iz laboratorija korespondirala sa stvarnim stanjem.

Potrebno je naglasiti kako ni danas ne postoji međunarodno priznata i standardizirana procedura ispitivanja, koja bi obuhvatila sve peći bez obzira na njihove radne karakteristike, i kojom bi se osigurala ponovljivost mjerenja te sigurnost u točnost dobivenih rezultata. *Ipsa facto*, ovim se tekstom ukazuje na želju i potrebu za stvaranjem takve procedure kako bi se taj sijaset podataka mogao komparirati širom svijeta te na kraju zapisati u tablice i kataloge radi lakšeg snalaženja.

U sklopu riječi o metodologiji mjerenja, javlja se i potreba za isticanjem iskustva laboranta koji provodi mjerenje te je ono nezamjenjivo bez obzira na to koja se metoda koristi. Iskustvo kao takvo, signifikantno pridonosi brzini umjeravanja i kvaliteti dobivenih rezultata. Također, ovdje se potrebnim čini i napomenuti da ne postoji idealan model ispitivanja koji bi davao konstantne uvjete u vremenu i u kojem se ne bi pojavile oscilacije tj. u ovom slučaju, temperaturni gradijenti unutar peći.

2. UMJERAVANJE TERMOMETARA

Ovdje se neće dati cjelokupni opis postupka umjeravanja zbog svoje opširnosti, ali da bi postupak ispitivanja peći bio jasniji, od velikog bi značaja bilo objasniti neke pojmove, *exempli gratia*, zonu umjeravanja koja će se spominjati i u kasnijim poglavljima. Također, kako bi se razumjelo zašto se peć ispituje baš na određenim temperaturama potrebno je spomenuti te objasniti i međunarodnu temperaturnu ljestvicu prema kojoj je obvezno vršiti umjeravanja svih termometara. Na spomenute pojmove, referirati će se opisima značajki i zahtjeva na zonu umjeravanja dok će se temperaturna ljestvica, zbog opsežnosti tematike, obuhvatiti opisom dovoljnim za dočaravanje najbitnijih zanimljivosti tek u kratkim crtama.

2.1 Zona umjeravanja

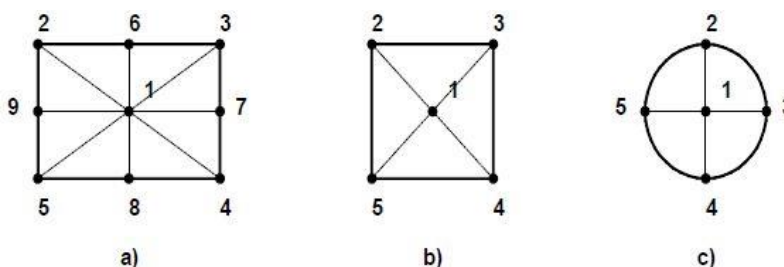
Za zonu umjeravanja može se reći da je imaginarno područje unutar radnog prostora peći u koje su smješteni standardni termometri i oni koje je potrebno umjeriti. Ukoliko se radi o izotermalnom bloku koji je smješten u peć, onda zona umjeravanja obuhvaća i blok i sve rupe u njemu. Kada je u peć postavljen neki drugi, bilo koji, element, zona umjeravanja tada postaje sav prostor koji taj element obuhvaća.

Najčešće peći za umjeravanje sadrže izotermalni blok pa zona umjeravanja obuhvaća, kako je već navedeno, i rupe koje se nalaze u tom bloku. Jedan takav blok može se vidjeti na *Slika 1*.



Slika 1: Izotermalni blok

Za potrebe testiranja, pozicije za postavljanje termometara unutar zone odabiru se prema obliku same zone te na temelju iskustva jer ta ista mjesta nisu unaprijed određena. Primjer razmještaja mjernih mjesta u izotermalnoj zoni zorno predočava *Slika 2*.



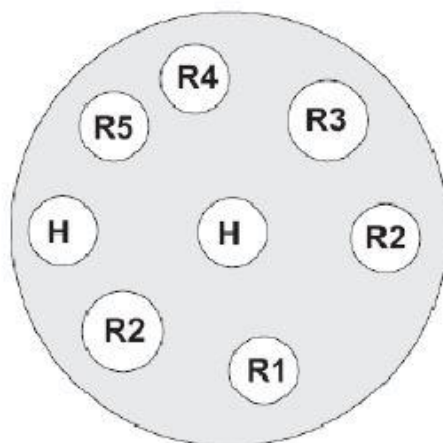
Slika 2: Mjerna mjesta u zoni umjeravanja

Iz slike je vidljivo da zone mogu biti raznih oblika, te da razmještaj mjernih pozicija može proizvoljno varirati, međutim, kod korištenja izotermalnog bloka u pećima, lokacija mjernih mjesta podudarati će se s rupama u samom bloku.

Osnovni i dodatni podaci koji moraju biti poznati za izotermalni blok su:

- Geometrija bloka
- Smještaj bloka unutar peći (mora biti naveden točan položaj, npr. u sredini, 20 mm od dna, itd.)
- Dimenzije kupke ili kotla (mjesto otvaranja, dubina, itd.)
- Rupe koje su izostavljene iz procesa ispitivanja
- Rupe koje se ne koriste za potrebe ispitivanja već samo za pozicioniranje i rukovanje blokom
- Materijal pokrova gornje strane bloka (npr. od keramičke vune, polistirena ili drugih izolacijskih materijala)
- Itd.

Primjer geometrije bloka, tj. njegov tlocrt, može se vidjeti na *Slika 3*.



Slika 3: Tlocrt izotermalnog bloka

Tablica 1 i *Tablica 2* prikazuju kako bi u stvarnosti trebao izgledati opis podataka o izotermalnom bloku.

| Rupe | |
|------|-------------|
| Rupa | Promjer, mm |
| R1 | 10,5 |
| R2 | 10,5 |
| R3 | 15 |
| R4 | 10 |
| R5 | 10 |
| R6 | 15 |

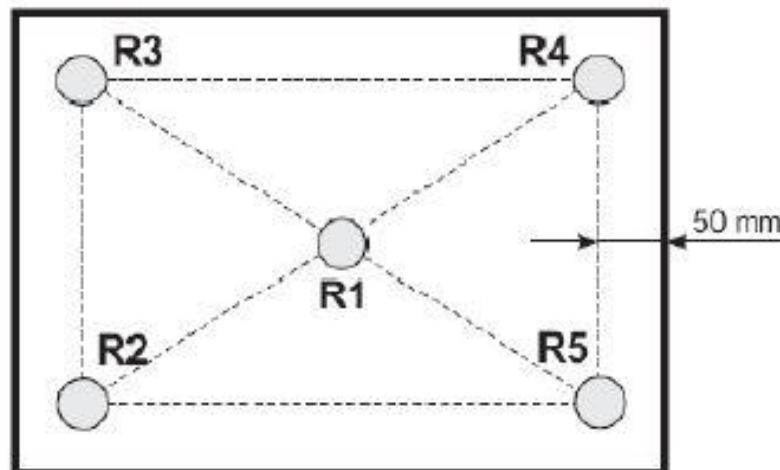
Tablica 1: Primjer podataka o rupama

| Izotermalni blok | |
|----------------------|-------|
| Materijal | Bakar |
| Promjer [mm] | 100 |
| Visina [mm] | 240 |
| Dubina rupa [mm] | 225 |
| Referentna rupa (RR) | R1 |

Tablica 2: Primjer podataka o bloku

Ako se izotermalni blok ne koristi, geometrija zone umjeravanja mora uključivati podatke o zoni i pozicijama za ispitivanje.

Jedan takav primjer zone umjeravanja koja nije izotermalni blok prikazuje *Slika 4*, dok podatke o njoj pruža *Tablica 3*.



Slika 4: Primjer specifikacije mjernih pozicija

| Dimenzije | Zona umjeravanja, mm | Radni volumen kupke, mm |
|--------------------------|----------------------|-------------------------|
| Dužina [mm] | 150 | 225 |
| Širina [mm] | 150 | 225 |
| Dubina [mm] | 240 | 400 |
| Referentna pozicija (RR) | R1 | |

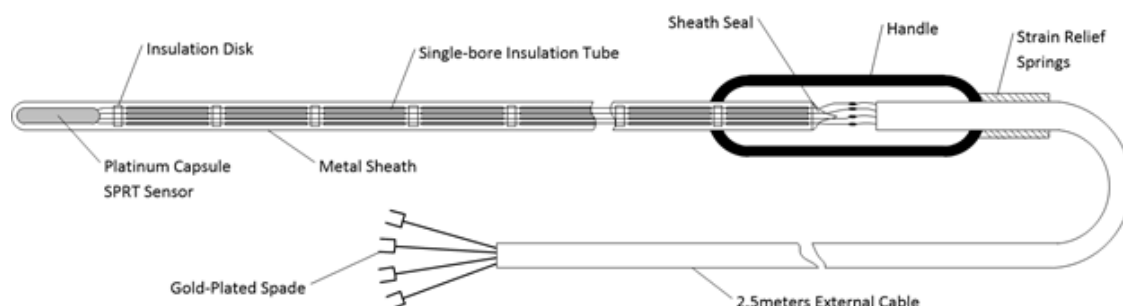
Tablica 3: Primjer podataka o zoni umjeravanja

Razlog koji se krije iza činjenice da zone umjeravanja mogu biti svakojakih oblika i da mjerne pozicije za umetanje termometara nisu unaprijed definirane nekim standardom te mogu biti tako proizvoljno odnosno iskustveno određene jer taj da su same pozicije za smještaj termometra u zonu umjeravanja i dalje predmet znanstvenih istraživanja.

Potrebno je još i naglasiti da je obligatorno uz svaki izvještaj s rezultatima priložiti i opis geometrije zone umjeravanja kao dodatak, a u slučaju izotermalnog bloka to mora uključivati grafički prikaz rupa i pripadajuće podatke.

2.2 Međunarodna temperaturna ljestvica ITS-90

Međunarodna temperaturna ljestvica zapravo je popis fiksnih temperaturnih točaka i normi prema kojima se vrše umjeravanja termometara i ostalih uređaja koji služe za mjerenje temperature. Ljestvica je naziv koji navodi na krivi zaključak jer je, zapravo, riječ o standardu za umjeravanje opreme prema Kelvinovoj i Celzijevoj temperaturnoj ljestvici iz 1990. godine odakle je i dobila naziv ITS-90. Ona je zapravo aproksimacija termodinamičke (apsolutne) temperaturne skale u odnosu na apsolutnu nulu i vrlo je točna kroz njen raspon te olakšava usporedivost i podudarnost temperaturnih mjerenja na globalnoj razini. ITS-90 obuhvaća točno definirane točke za umjeravanje koje se nalaze u intervalu od 0,65K do 1357,77K odnosno od -272,5 °C do 1084,62°C te je podijeljena na niz temperaturnih raspona koji se ponekad mogu i preklapati. Unutar tih raspona temperatura, potrebno je koristiti različite vrste opreme za mjerenje temperature ovisno o iznosu temperature koju se mjeri. Tako se za niže temperature koriste termometri tlaka para helija (eng. helium gas thermometers), u srednjim rasponima temperatura platinski otpornički termometri (skraćeno iz eng. SPRT, PRT ili RTD), a na najvišim temperaturama optički pirometri gdje se čak vrši i ekstrapolacija temperature pomoću *Planckovog* zakona.



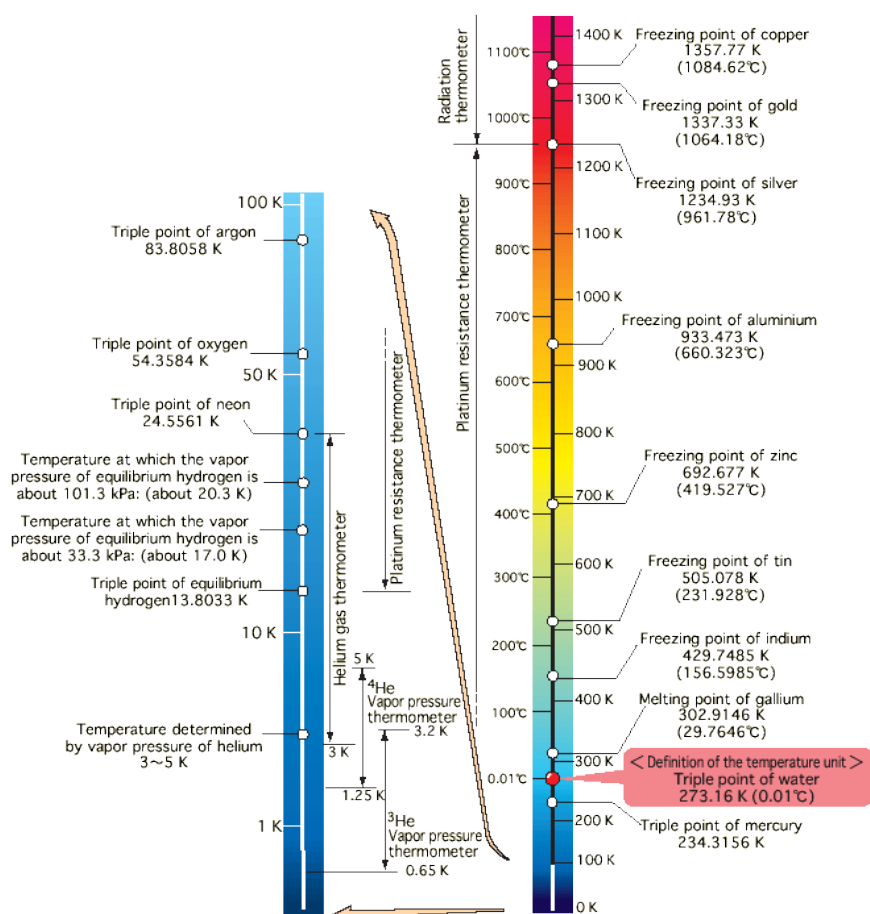
Slika 5: Shema platinskog otporničkog termometra
(Preuzeto s www.teltherm.co.nz/Support/Articles/SPRT.html)

Kelvinova ljestvica definirana je pomoću trojne točke vode (273,16 K tj. 0,01 °C) i apsolutne nule (0 K), međutim, nepraktična je njena primjena prilikom mjerenja temperatura koje se znatno razlikuju od temperature trojne točke vode. Na drugu stranu, Celzijeva ljestvica definirana je preko ledišta i vrelišta vode, a njena nepraktičnost i nepouzdanost leži u činjenici da je teže odrediti te dvije temperature nego trojnu točku vode. Također, njen raspon je vrlo mali i za sve temperature koje se, također, znatno razlikuju od ledišta i vrelišta, primjena je vrlo teška. Iz tog razloga ITS-90 koristi brojne točke koje su bazirane na termodinamički ravnotežnim stanjima čistih kemijskih elemenata i jednog spoja koji je, zapravo, voda. Velika većina tih točaka definirana je temperaturom kod promjene agregatnog stanja. Najviše njih zapravo predstavlja temperature taljenja/skrucivanja čistog kemijskog elementa (većinom metala). U području najnižih temperatura točke se temelje na međusobnoj ovisnosti tlaka i temperature helija i vodika te na trojnim točkama argona, kisika, neona i vodika. Eklatantan primjer fiksnih točaka bile bi trojna točka vodika (-259,3467 °C) i točka skrucivanja aluminijska (660,323 °C).

ITS-90 propisuje rigoroznu kontrolu svih parametara kako bi se osigurala ponovljivost u laboratorijima širom svijeta. Želi se reći da, ako se mjerenje izvrši u jednom laboratoriju, mora ga se moći identično ponoviti u drugom laboratoriju bilo gdje na svijetu. Kao primjer rigoroznosti može se uzeti da standard čak obuhvaća i utjecaj tlaka u ovisnosti o dubini uranjanja osjetnika temperature u uzorak. Ljestvica također razlikuje točku skrućivanja od točke taljenja, a razlikuju se ovisno o tome dovodi li se toplina uzorku (taljenje) ili odvodi (skrućivanje) za vrijeme mjerenja. Svim metalima temperatura se mjeri prilikom skrućivanja, iznimka je jedino galij kod kojeg se mjeri za vrijeme taljenja.

Na kraju, valja spomenuti i jednu zanimljivost, a to je da je suvremenim razvojem pružena mogućnost točnijeg mjerenja te je kao posljedica toga utvrđeno da vrelište vode više nije na 100 °C, kako je to na početku postavio švedski astronom Anders Celsius, već se ono nalazi na 99,9839 °C. Upravo se tu pokazuje da između opreme kalibrirane pomoću ITS-90 i pomoću termodinamičke temperature postoje male razlike. Naime, prema ITS-90 temperatura vrelišta vode je oko 10 mK manja, tj. ona iznosi 99,974 °C.

Na *Slika 6* mogu se vidjeti sve fiksne točke ITS-90 temperaturne ljestvice u kelvinima/Celzijevim stupnjevima te područja primjene pojedinih mjernih uređaja.



Slika 6: Fiksne točke ITS-90

(Preuzeto s www.nmij.jp – National Metrology Institute of Japan)

2.3 Čelije za realizaciju fiksnih točaka

Prije nego li se objasni izgled i funkcija same ćelije treba pojasniti što je zapravo fiksna točka. Fiksna točka predstavlja dvofazno ili trofazno ravnotežno stanje čistih tvari ili spoja (vode) kojima su dodijeljene točno određene, konstantne vrijednosti temperature. Broj fiksnih točaka sveden je na minimum koji je potreban da bi se sa dovoljnom točnošću mogla interpolirati temperatura unutar intervala između fiksnih točaka temperaturne ljestvice. Dvofazna ravnoteža ostvaruje se između krutine i kapljevine, kapljevine i pare ili krutine i pare. Temperatura dvofazne ravnoteže ovisi o tlaku, dok trofazna ravnoteža, tzv. trojna točka, ovisi i o tlaku i temperaturi.

Uvjet potreban za ostvarivanje trojne točke je zadržavanje određene tvari u izoliranom sustavu iz kojeg je prethodno potrebno eliminirati sve ostale tvari, uključujući i zrak. Međutim, potrebno je ostaviti slobodan prostor kojeg će popuniti parna faza dotičnog elementa pri nekom tlaku i temperaturi. Nakon što se uspostavi stanje gdje su prisutne sve tri faze elementa, tlak i temperatura će se stabilizirati na vrijednostima karakterističnima za tu trojnu točku.

Fiksne točke iznad 0 °C određene su ravnotežnim stanjem krutina-kapljevina, a kao elementi čija se ravnotežna stanja promatra odabrani su metali ekstremno visoke čistoće koje u većini slučajeva iznose 99,999 %, a dosežu i 99,9999 %.

I napokon, zatvorene ćelije za postizanje fiksnih točaka koriste se, najčešće, u termometrijskim pećima. Te peći pružaju dobru kontrolu temperature, međutim, potrebno je odrediti temperaturne gradijente koji, iako mogu biti zanemarivi, zbog svog doprinosa mjernoj nesigurnosti, moraju biti uzeti u obzir zbog pravila ITS-90 standarda. Iz prethodnih odlomaka konačno je osvanuo i razlog izrade ovog rada, a to je, upravo, potreba da se odrede temperaturni gradijenti stvarne peći u laboratoriju kako bi se termometri mogli umjeriti prema navedenom standardu.

Na *Slika 7* prikazana je ćelija za postizanje ravnoteže krutina-kapljevina čistog metala. Metal se nalazi u kokili napravljenoj od čistog grafita, čiji su pokrov i vodilica (uložak) za termometre također napravljeni od grafita. Kokila je zavarena u kvarcnoj ovojnici koja se nastavlja i s unutrašnje strane vodilice i na taj način formira prostor u koji se umeće termometar. Ćelija je napunjena čistim metalom i inertnim plinom kako bi se na temperaturi skrućivanja u njoj postigao tlak od 101 kPa (1 atm) nakon čega se hermetički zatvara. Tako je spriječena kontaminacija i gubitak inertne

atmosfera. Ovakve ćelije odlikuju se izuzetnom trajnošću te ne pokazuju nikakve mjerljive promjene čak ni nakon 15 godina primjene.



Slika 7: Ćelija za postizanje fiksne točke aluminija

3. ISPITIVANJE TERMOMETRIJSKIH PEĆI

Kako se već i iz uvoda može razaznati, umjeravanje termometara nije jednostavan proces već zahtjeva mnogo pripreme te je njime potrebno obuhvatiti i brojčano odrediti sve parametre koji doprinose šarolikosti mjerne nesigurnosti. Stoga, da bi se ti isti doprinosi mjernoj nesigurnosti mogli uopće odrediti, a tako i pokušali što više umanjiti, potrebno je dobro poznavati svojstva peći u kojoj će se obavljati umjeravanje termometara pri nekakvim zadanim uvjetima. Apropos toga, potrebno je ponovo naglasiti da laborant mora imati potrebno iskustvo kako sam ne bi kompromitirao rezultate umjeravanja.

Već spomenuta, homogenost temperature u zoni kontrolirane temperature i vremenska stabilnost temperature, iskristalizirale su se kao najbitnije mjeriteljske značajke u ispitivanju peći. Tome je tako jer homogenost temperature upućuje na razinu kvalitete peći dok stalnost temperature omogućava, zapravo, da se termometri pravilno umjere.

Naglašeno je već, da ne postoji standardna metoda ispitivanja, odnosno postupak za karakterizaciju zona kontrolirane temperature, koji bi, dakako, koristio i laboratorijima i proizvođačima. Iz tog razloga postoji veliki dijapazon načina ispitivanja, odnosno, svaki laboratorij ima svoju dokumentiranu metodu, ili više njih, pomoću kojih se određuju karakteristike peći. Tako i Laboratorij za procesna mjerenja (LPM) na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu (FSB) ima dva vlastita načina karakterizacije zone kontrolirane temperature po kojima provodi postupke ispitivanja peći. Prva metoda, razvijena je u LPM na FSB-u, a produkt je rada i napora profesora Davora Zvizdića i njegovih suradnika. Metodu će se u daljnjem tekstu apostrofirati pod nazivom „Metoda DZ“. Druga metoda, prema kojoj je i praktični dio ovog završnog rada izvršen, svoje temelje polaže na članku „*Drnovšek J, Bojkovski J., Pušnik I.: A general procedure for evaluation of calibration baths in precision temperature measurements*“. U daljnjem tekstu spominjati će se pod nazivom „Metoda DBP“.

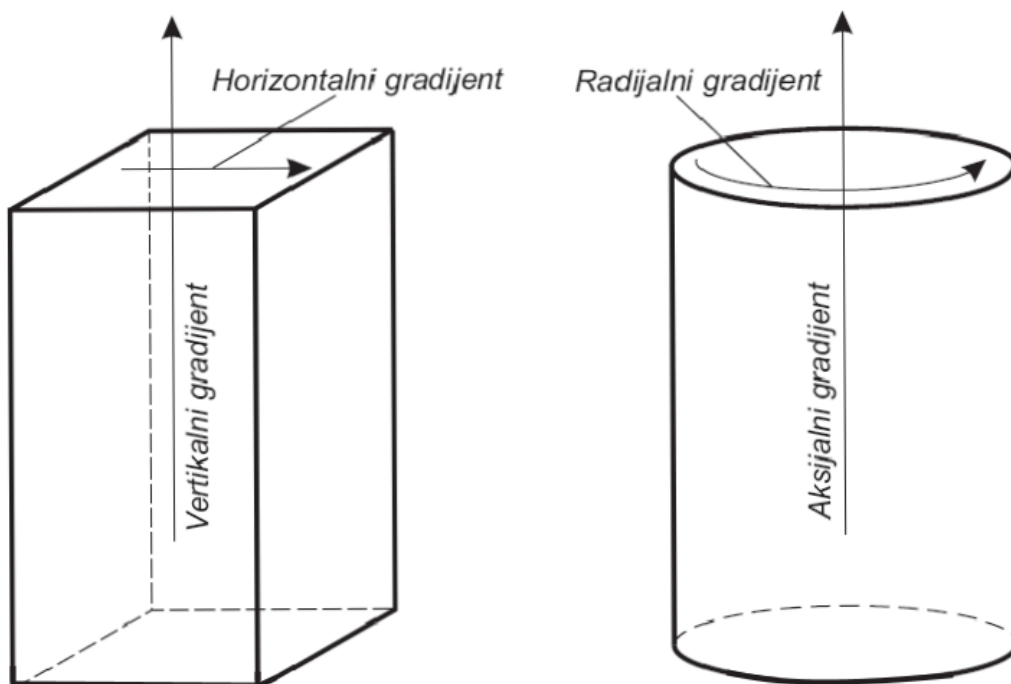
Ono što je predmet ispitivanja obje metode su temperaturni gradijenti, konkretno, horizontalni i vertikalni. Naravno, kada je riječ o pećima cilindričnog oblika ili ispitivanju pomoću tzv. cilindričnog izotermalnog bloka, bolji termin bio bi proučavanje aksijalnih i radijalnih temperaturnih gradijenata. Gradijent temperature predstavlja povećanje temperature po jedinici duljine u smjeru okomitom na plohu stalne temperature. Drugim riječima, predstavlja promjenu temperature u smjeru normale na izotermnu plohu. Pozitivnog predznaka je onda kada je orijentiran u smjeru porasta temperature. Matematička formulacija temperaturnog gradijenta glasila bi:

$$\text{grad}\vartheta = \vec{n}_0 \cdot \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta\vartheta}{\Delta n} = \vec{n}_0 \cdot \frac{\partial\vartheta}{\partial n}$$

Pri tome je:

- \vec{n}_0 – jedinični (ort) vektor okomit na izotermnu plohu i pozitivno definiran u smjeru porasta temperature
- $\frac{\partial \vartheta}{\partial n}$ - skalarna veličina temperaturnog gradijenta izražena u $\frac{K}{m}$.

Temperaturni gradijent registrira se kao promjena očitavanja temperature termometra nakon što promijenimo njegov položaj unutar zone umjeravanja. Ponovo ovdje treba naglasiti, da pozicije za smještaj termometra u zonu umjeravanja nisu unaprijed definirane te ne postoji neki poseban razmještaj koji bi se morao poštivati već su te pozicije i dalje predmet znanstvenih istraživanja.



Slika 8: Vrste temperaturnih gradijenata

4. POSTUPCI ZA KARAKTERIZACIJU IZOTERMALNE ZONE

4.1 Metoda DZ: Ispitivanje parom neumjerenih termometara

Postupak je razvijen na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu u Laboratoriju za procesna mjerenja zajedničkim snagama prof. dr. sc. Davora Zvizdića i njegovih suradnika. Svrha ove metode mjerenja jest, za peći ili kupke u Laboratoriju za procesna mjerenja, procijeniti:

- Radijalne temperaturne gradijente
- Aksijalne temperaturne gradijente
- Vremenski ovisne temperaturne oscilacije (nestabilnost temperature)

Gdje se smatra potrebnim, međutim nije nužno, može se i dinamika zagrijavanja/hlađenja (stopa porasta temperature) odrediti kao orijentacijski parametar.

Apsolutno odstupanje stvarne radne temperature od zadane, također, može biti određeno kao još jedan orijentacijski parametar.

Navedene informacije koriste se u daljnjem određivanju mjerne nesigurnosti te kao dodatne informacije za proces umjeravanja.

4.1.1 Ispitne temperature

Ukoliko postoji određeni raspon temperatura umjeravanja, ispitivanje peći mora biti provedeno minimalno na tri sljedeće temperature:

- Najnižoj temperaturi u rasponu
- Najvišoj temperaturi u rasponu
- Na srednjoj temperaturi raspona

Uputno je odabrati i dodatne temperature unutar intervala kako bi se dobio bolji uvid u ponašanje zone te kako bi to na kraju rezultiralo većom točnošću postupka ispitivanja. Ukoliko je temperaturni raspon umjeravanja malen ili ako se zona koristi za samo jednu, određenu temperaturu, dovoljne su dvije ili samo jedna temperatura ispitivanja.

Temperaturni interval odnosi se na dio zone koji se koristi za umjeravanje termometara.

4.1.2 Homogenost temperature u radijalnom smjeru

Ovaj parametra upravo reflektira kvalitetu konstrukcije izotermalne zone u pogledu izolacije, lokacije grijača te cirkulacije medija.

Da bi se radijalni gradijenti temperature mogli odrediti, potrebno je imati dva slična termometra koji ne moraju nužno biti umjereni.

Postupak za određivanje radijalnih gradijenata:

Kroz postupak se koriste dva slična termometra koji će se za potrebe razlikovanja označiti s T1 i T2. Jedan od ta dva se postavi na referentnu poziciju (u ovom primjeru R1), odnosno, u slučaju korištenja izotermalnog bloka (u ovom radu koristi se izotermalni blok pa će rupe biti ekvivalent mjernim pozicijama), u referentnu rupu koja se obično nalazi u centru ispitivane zone/bloka). Drugi termometar postavlja se na neku drugu poziciju tj. rupu RX (x=1,2,3...). Rezultat mjerenja se zabilježi te se nakon toga vrši zamjena mjesta termometara i ponavljanje mjerenja. Na ovaj način razlike između termometara T1 i T2 se ponište.

Temperaturni gradijent između rupa R1 i R2 računa se prema jednadžbi:

$$dt = t(R2) - t(R1) = \frac{[t(R2, T1) - t(R1, T2)] + [t(R2, T2) - t(R1, T1)]}{2}$$

Procedura se ponavlja i za sve preostale rupe prilikom čega se cijelo vrijeme jedan termometar (T1 ili T2) drži u referentnoj rupi (opća oznaka RR). Referentnom rupom RR može biti proglašena bilo koja od rupa dostupnih u izotermalnom bloku, a opći oblik formule tada glasi:

$$dt_x = t(RX) - t(RR) = \frac{[t(RX, T1) - t(RR, T2)] + [t(RX, T2) - t(RR, T1)]}{2}$$

Pozitivni gradijent dt označava slučaj kada je rupa RX na većoj temperaturi nego rupa RR.

Maksimalni radijalni gradijent je, jednostavno, onaj najveći dobiveni:

$$dt_R = |\max dt_x|, x = 1, 2, \dots, n$$

Za svaku ispitanu temperaturu mjerni podaci o radijalnoj homogenosti temperature, jednako kao i izračunati gradijenti, trebali bi se dati u tabličnom obliku, kao što je pokazano na primjeru *Tablica 4*.

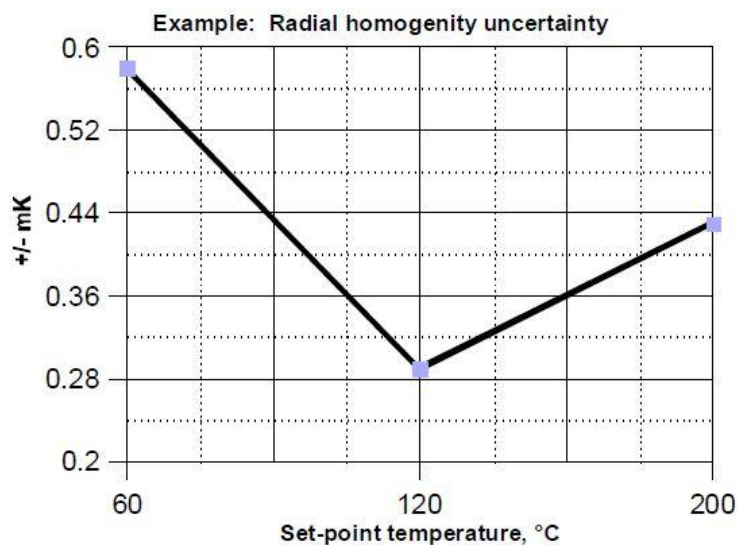
| Example of radial temperature homogeneity calculations at a set point | | | | | | | |
|-----------------------------------------------------------------------|----------|----------|------------|----------|----------|-----------|--------|
| Set point temperature: | 60°C | | Sensor S1: | TEPOT04 | | | |
| Reference hole (RR) : | R1 | | Sensor S2: | TEPOT05 | | | |
| Environment temperature, °C | 22.5 | | | | | | |
| Results | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| RX | t(RX,S1) | t(RR,S2) | (2-3)*1E3 | t(RX,S2) | t(RR,S1) | (5-6)*1E3 | dt, mK |
| R2 | 59.931 | 59.925 | 6 | 59.937 | 59.943 | -6 | 0.00 |
| R3 | 59.964 | 59.96 | 4 | 59.964 | 59.972 | -8 | -2.00 |
| R4 | 59.976 | 59.97 | 6 | 59.973 | 59.979 | -6 | 0.00 |
| R5 | 59.986 | 59.981 | 5 | 59.993 | 59.999 | -6 | -0.50 |
| R6 | 60.007 | 60.001 | 6 | 59.997 | 60.003 | -6 | 0.00 |
| | | | 0 | | | 0 | 0.00 |
| | | | 0 | | | 0 | 0.00 |
| Range of rectangular distribution, $a_+ - a_-$, mK | | | | | | | 2.00 |
| Half width of rectangular distribution, $a = (a_+ - a_-)/2$, ± mK | | | | | | | 1.00 |

Tablica 4: Primjer podataka za radijalne gradijente

Također, za sve testne temperature, izračunate mjerne nesigurnosti, koje proizlaze iz radijalnih temperaturnih gradijenata, mogu biti sumarno prezentirane u tabličnoj i u grafičkoj formi kao što prikazuju *Tablica 5* i *Slika 9*.

| Example: Radial homogeneity | | |
|-----------------------------|---------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Temperature setpoint °C | Half width of radial homogeneity range a , ± mK | Standard uncertainty $u(t)=a / \sqrt{3}$, ± mK |
| 60 | 1.00 | 0.58 |
| 120 | 0.50 | 0.29 |
| 200 | 0.75 | 0.43 |
| 0 | 0.00 | 0.00 |
| Max. value: | 1.00 | 0.58 |

Tablica 5: Primjer podataka o mjernoj nesigurnosti



Slika 9: Grafički prikaz radijalne mjerne nesigurnosti

4.1.3 Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

Postupak za određivanje aksijalnih gradijenata:

Također se, i ovdje, koriste dva slična termometra koji će se ponovo, za potrebe razlikovanja, označiti kao T1 i T2. Termometar T1 postavlja u referentnu rupu RR, a termometar T2 u neku drugu rupu RX koja bi, po mogućnosti, trebala biti što bliža referentnoj. Prvobitno oba termometra moraju biti uronjena do najniže točke mjerenja, odnosno, do dna rupe u izotermalnom bloku. Toj početnoj točki dodjeljuje se visina $h=0$. Nakon što se temperatura očita termometar T2 podiže se u koracima od 10 mm sve do visine $h=50$ mm i na kraju se, ponovo istim koracima, vraća u najnižu točku $h=0$. Na svakom koraku bilježi se očitavanje oba termometra te se utvrđuje razlika:

$$dt_{H=i} = t(RX, T2)_{H=i} - t(RR, T1)_{H=0}$$

Razlike se moraju svesti na normalizirani oblik tako što će se od njih oduzeti početni radijalni gradijent (RX-RR) na visini $h=0$.

$$dt_{C,H=i} = dt_{H=i} - dt_{H=0}$$

Maksimalni gradijent određen je kao najveći rezultat među normaliziranim razlikama, a u obzir se uzimaju svi položaji na kojima je mjereno:

$$dt_A = |max dt_{C,H=i}|$$

Poželjno je, ukoliko je to moguće, koristiti platinske otporničke termometre sa što kraćim sensorom ili termoparovima.

I ovdje se izračunati gradijenti i mjerna nesigurnost mogu prikazati tablično i grafički. Tablica za mjernu nesigurnost identična je prethodno prikazanoj, a primjer podataka o homogenosti i izračunatim gradijentima za aksijalni smjer prikazuje *Slika 10*.

| Example of axial temperature homogeneity calculations at a set point | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----------|------------|-----------|----------|----------|
| Set point, °C: | 120 | Sensor S1: | TEPOT04 | | |
| Holes (RR, RX): | R1, R6 | Sensor S2: | TEPOT05 | | |
| Environment, °C | 21.5 | | | | |
| Results | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
| h, height from bottom, mm | t(RR,S1) | t(RX,S2) | (3-2)*1E3 | 4-4(h=0) | 3-3(h=0) |
| 0 | 120.031 | 120.035 | 4 | 0 | 0 |
| 10 | 120.032 | 120.034 | 2 | -2 | -1 |
| 20 | 120.032 | 120.033 | 1 | -3 | -2 |
| 30 | 120.033 | 120.033 | 0 | -4 | -2 |
| 40 | 120.031 | 120.029 | -2 | -6 | -6 |
| 50 | 120.031 | 120.027 | -4 | -8 | -8 |
| 0 | 120.031 | 120.034 | 3 | -1 | -1 |
| Range of rectangular distribution, a ₊ - a ₋ , mK | | | | 7 | 7 |
| Half width of rectangular distribution, a = (a ₊ - a ₋)/2, ± mK | | | | 3.5 | 3.5 |

Slika 10: Primjer podataka za aksijalne gradijente

4.1.4 Vremenska stabilnost temperature

Postupak određivanja vremenske stabilnosti:

Ispitni termometar postavlja se u jednu od rupa RX, a može se odabrati i referenta rupa RR. Nakon što se zona umjeravanja, odnosno izotermalni blok, dovede u stacionarno stanje, promatraju se i zapisuju oscilacije temperature u vremenskim intervalima od 10 i 30 minuta. Ovakvim postupkom dobiva se 10-minutna i 30-minutna stabilnost temperature.

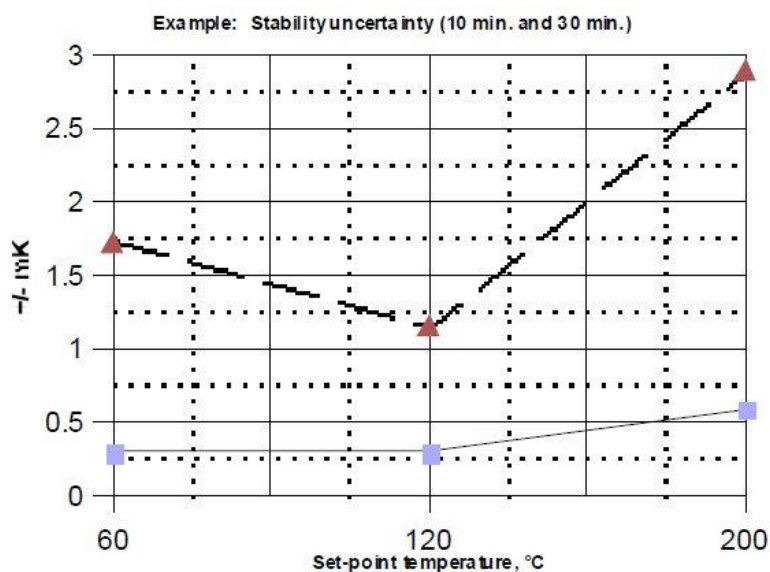
Stabilnost se izražava kao razlika najveće i najmanje zabilježene temperature u odabranom vremenskom periodu što bi, na primjer, za stabilnost tijekom 30 minuta glasilo:

$$dt_s = |t_{max} - t_{min}|$$

Za sve testne temperature rezultati se prezentiraju u tabličnoj i grafičkoj formi prema primjerima ispod.

| Example: Stability of temperature | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------|------------------|------|--------------|------------------|------|--------------|
| Hole: RR = R1 | | Sensor: | | TEPOT04 | | | |
| Results | | | | | | | |
| Setpoint | Env., | Stability 10 min | | | Stability 30 min | | |
| t, °C | t°C | Range mK | a mK | u= a/√3 ± mK | Range mK | a mK | u= a/√3 ± mK |
| 60 | 22.5 | 1 | 0.5 | 0.29 | 6 | 3 | 1.73 |
| 120 | 21.5 | 1 | 0.5 | 0.29 | 4 | 2 | 1.15 |
| 200 | 21.5 | 2 | 1 | 0.58 | 10 | 5 | 2.89 |
| | | | 0 | 0.00 | | 0 | 0.00 |
| Maximal values, °C: | | 2 | 1 | 0.58 | 10 | 5 | 2.89 |

Tablica 6: Primjer podataka vremenske stabilnosti



Slika 11: Grafički prikaz vremenske stabilnosti

4.1.5 Dinamika grijanja/hlađenja

Tijekom mjerenja dinamike grijanja/hlađenja peći, zona umjeravanja trebala bi biti prazna. Ukoliko peć posjeduje opciju prisilne cirkulacije medija, ona treba biti uključena, a ukoliko se intenzitet prisilne cirkulacije može podešavati, on mora biti postavljen na jačinu koja se koristi tijekom umjeravanja. Svaka eksterna linija hlađenja, također, mora biti postavljena u *modus operandi* kao kod umjeravanja. Sve ove postavke (ako postoje) trebale bi biti evidentirane u ispitnom izvještaju:

- Za snimanje dinamike grijanja/hlađenja odabire se referentna rupa
- Ispitni termometar pozicionira se u referentnu rupu. Mora biti potpuno uronjen.
- Prva testna temperatura postavlja se na regulatoru temperature izotermalne zone. Tada se uključuju grijači/hladnjaci, a temperatura se bilježi u jednakim vremenskim intervalima sve dok ne dođe od sobne do temperature postavljene na regulatoru

Postupkom se dobiva skup od i temperatura mjerenih u k trenutaka. Prosječna stopa porasta temperature R definirana je kao:

$$R_i = \frac{\Delta T_i}{\Delta T_k} = \frac{T_i - T_1}{T_k - T_1}$$

Dinamika temperaturene promjene može se prikazati i grafički, dijagramom temperatura-vrijeme. Iz jednog takvog dijagrama mogu se kasnije iščitati i detaljniji podaci ako bi bili potrebni prilikom umjeravanja.

Dinamika grijanja je pomoćna vrijednost te se može mjeriti istom opremom kao i dosadašnji parametri, naravno, ukoliko ta oprema ima mogućnost praćenja i bilježenja izmjerenih vrijednosti.

4.1.6 Doprinosi mjernoj nesigurnosti umjeravanja

Prije nego li se izrazi ukupan doprinos zone mjernoj nesigurnosti kod umjeravanja, potrebno je, prvo, izraziti od čega se ona sastoji. Mjernoj nesigurnosti doprinose svi prethodno navedeni gradijenti i vremenska stabilnost odnosno nestabilnost temperature pa će se u daljnjem tekstu definirati spomenuti članovi.

Doprinosi radijalnog temperaturnog gradijenta:

- Cjelokupna širina raspona radijalne homogenosti:

$$a_{RG} = dt_R$$

- Standardna nesigurnost:

$$u_{RG} = \frac{1}{\sqrt{3}} a_{RG}$$

Doprinos aksijalnog temperaturnog gradijenta:

- Polovica širine raspona aksijalne homogenosti:

$$a_{AG} = dt_A$$

- Standardna nesigurnost:

$$u_{AG} = \frac{1}{\sqrt{3}} a_{AG}$$

Doprinos vremenske (ne)stabilnosti temperature:

- Cjelokupna širina raspona vremenske stabilnosti:

$$a_{ST} = \frac{1}{2} dt_S$$

- Standardna nesigurnost:

$$u_{ST} = \frac{1}{\sqrt{3}} a_{ST}$$

4.1.7 Ukupna standardna i proširena mjerna nesigurnost

Ukupna doprinos zone mjernoj nesigurnosti računa se za svaku testnu temperaturu prema jednadžbi:

$$u(T)_{k=1} = \sqrt{u_{RG}^2 + u_{AG}^2 + u_{ST}^2}$$

Proširena mjerna nesigurnost, za svaku ispitnu temperaturu, računa se pomoću jednadžbe:

$$U(T)_{k=2} = \sqrt{u_{RT}^2 + u_{RD}^2 + u_{CT}^2 + u_{CP}^2 + u_{RG}^2 + u_{AG}^2 + u_{ST}^2}$$

Nepoznate komponente prethodne jednadžbe su:

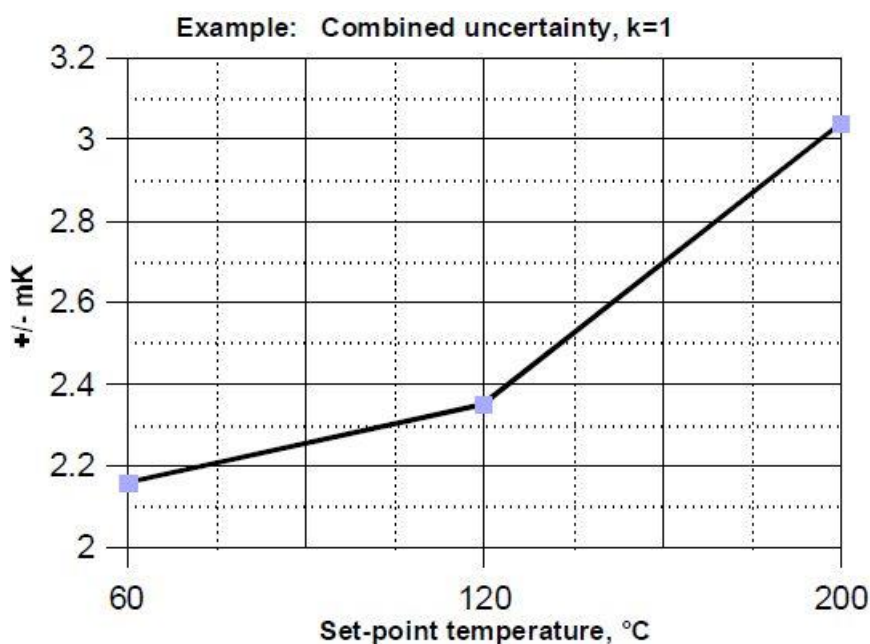
- u_{RT} – rezolucija umjerenog termometra
- u_{RD} – rezolucija izotermalnog uređaja
- u_{CT} – mjerna nesigurnost umjerenog termometra
- u_{CP} – mjerna nesigurnost umjerene sonde

Za svaku ispitanu temperaturu, ukupan doprinos zone izračunu mjerne nesigurnosti potrebno je prikazati u tabličnom obliku. Tablica mora uključivati sve prethodno izvedene doprinose mjernoj nesigurnosti, odnosno, doprinose prostornih gradijenata i 30 minutne temperaturne stabilnosti. Primjer takve tablice može se vidjeti u nastavku pod nazivom *Tablica 7*.

| Setpoint | 60 | TE-KUP-08 | | | |
|--------------------|---------------|--------------|-------------|------------|---------------------|
| Source of UCT | Determination | Distribution | a, \pm mK | Divisor | $u_i(t)$, \pm mK |
| Radial | This report | Rectangular | 1.00 | $\sqrt{3}$ | 0.58 |
| Axial - 50 mm | This report | Rectangular | 2.00 | $\sqrt{3}$ | 1.15 |
| Stability - 30 min | This report | Rectangular | 3.00 | $\sqrt{3}$ | 1.73 |
| | | | | | |
| Combined UCT | | k=1 | | | 2.16 |
| Expanded UCT | | k=2 | | | 4.32 |

Tablica 7: Primjer tablice za ukupnu mjernu nesigurnost

Jednako tako, za sve ispitane temperature, pojedinačno, rezultatna ukupna mjerna nesigurnost trebala bi se dati i u obliku dijagrama kako je to pokazano na primjeru *Slika 12*.



Slika 12: Primjer dijagrama ukupne mjerne nesigurnosti

4.2 Metoda DBP: Ispitivanje parom umjerenih termometara

Metoda je zasnovana, kako je već navedeno, na slovenskom članku kojeg su napisali spomenuti autori.

Svrha i ovog postupka je jednaka svrsi prethodne metode, a to je procjena radijalnih i aksijalnih gradijenata te vremenske stabilnosti temperature. Također, tamo gdje se smatra potrebnim, može se odrediti i dinamika grijanja/hlađenja kao orijentacijski parametar.

Apsolutno odstupanje stvarne radne temperature od one zadane regulatorom, također, može biti određeno kao dodatni orijentacijski parametar.

Za postupak ispitivanja potrebna su minimalno dva termometra koji nužno moraju biti i umjereni.

4.2.1 Temperature ispitivanja

Preporuka je, kod postojanja određenog raspona temperature umjeravanja, provesti ispitivanje na minimalno tri temperature koje su:

- Najniža temperatura u rasponu
- Najviša temperatura u rasponu
- Na dvije temperature unutar raspona

Ukoliko je temperaturni raspon veći od 300 °C, tada bi ispitivanje trebalo biti provedeno svakih 100 °C.

Također, i u ovoj metodi, može biti odabrano i više temperatura unutar raspona na kojima će se vršiti ispitivanje kako se dobila veća točnost postupka i bolji uvid u ponašanje zone.

Ako je temperaturni raspon malen ili se zona koristi za samo jednu temperaturu, dovoljne su dvije ili samo jedna temperatura ispitivanja.

4.2.2 Homogenost temperature u radijalnom smjeru

Postupak određivanja radijalnih gradijenata:

- Odabire se jedan termometar T1 kao referentni te se postavlja u referentnu rupu RR na najnižu točku mjerenja gdje početna visina iznosi $h=0$. Ondje ostaje tijekom čitavog postupka ispitivanja. Referentna pozicija obično se nalazi u sredini ispitivanog bloka.
- Drugi termometar T2 postavlja se u jednu od rupa RX ($x=1,2,3,\dots$) na istoj visini h na kojoj se nalazi referentni termometar T1.
- Slijedi bilježenje temperatura oba termometra u određenom trajanju (npr. 10 min) s kratkim vremenskim koracima (npr. 5 sekundi)
- Termometar T2 se, nakon prethodno zabilježene temperature, premješta u sljedeću rupu te se ponavlja prethodni korak

Dostupnost više umjerenih termometara znatno ubrzava postupak ispitivanja jer se u više rupa mogu postaviti termometri te izmjeriti temperatura. Tada nema premještanja termometara i ponovnog čekanja da se oni progriju na ispitivanu temperaturu.

Kao i u prethodnoj metodi, poželjno je sve izmjerene temperature prikazati tablično i grafički kako bi se lakše iščitala homogenost temperature i izračunati temperaturni gradijenti.

4.2.3 Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

Postupak određivanja aksijalnih gradijenata:

- Odabire se jedan termometar T1 kao referentni i postavlja u referentnu rupu RR na najnižu točku mjerenja, odnosno, na početnu visinu $h=0$ gdje ostaje tijekom cjelokupnog trajanja postupka ispitivanja
- Drugi se termometar T2 postavlja u jednu od rupa RX ($x=1,2,3,\dots$). Na početku i termometar T2 se postavlja na visinu $h=0$.
- Slijedi bilježenje temperatura oba termometra u određenom trajanju (npr. 10 min) u kratkim vremenskim koracima (npr. 5 sekundi)
- Termometar T2 se, nakon prethodno zabilježene temperature, vertikalno pomiče za odabranu visinu (npr. 5cm) iznad razine $h=0$ te se ponavlja prethodni korak

Također je, i ovdje, moguće korištenje više umjerenih termometara kako bi se ubrzao proces ispitivanja.

Dobivene rezultate poželjno je prikazati u tabličnom i dijagramskom obliku.

4.2.4 Vremenska stabilnost temperature

Vremenska stabilnost temperature kod ovog je postupka vrlo izražajna i bitna karakteristika jer se dopušta mjerenje temperature u veoma kratkom vremenu upotrebom većeg broja termometara. Jako ovisi o tipu regulacije i toku medija unutar peći.

Evaluacijsko ispitivanje izvodi se u trajanju od 20 minuta, a promatraju se oscilacije temperature referentnog termometra u vremenu.

Postupak ispitivanja identičan je postupku opisanom u „Metoda DZ“ (poglavlje 4.1.4) pa se ovdje neće opisivati ponovo.

Još jednom, rezultate je potrebno prikazati tablično i dijagramski radi lakšeg snalaženja, i to, za svaku ispitnu temperaturu.

4.2.5 Dinamika grijanja/hlađenja

Postupak određivanja dinamike grijanja/hlađenja jednak je postupku koji je ranije opisan u „Metoda DZ“ (poglavlje 4.1.5) te se ovdje neće opisivati ponovo.

4.2.6 Doprinosi mjernoj nesigurnosti umjeravanja

Rezultati dobiveni očitavanjem temperatura na mobilnom termometru uspoređuju se s rezultatima referentnog koji je fiksiran u jednoj točki. Zbog nemogućnosti provođenja mjerenja istovremeno, a poznato je da se uvjeti unutar peći konstantno mijenjaju, potrebno je napraviti korekciju rezultata. Korekcija se vrši za svaki skup mjerenja pomičnog termometra u odnosu na referentni termometar. Želi se reći da se, rezultati pomičnog termometra korigiraju za iznos odstupanja očitavanja referentnog termometra od prosječne vrijednosti njegovih očitavanja. Korekcija izmjerene temperature, dakako, može se prikazati i tablično i grafički.

Nakon korekcije, korigirani rezultati svih mobilnih termometara unose se u tablicu. Tablica sadrži korigirane prosječne vrijednosti očitavanja temperatura za sva mjerenja. Prema tablici se dalje određuje mjerna nesigurnost.

Doprinos radijalnog temperaturnog gradijenta:

$$u_{HOR} = \frac{\max|\vartheta_{RR} - \vartheta_{RX}|}{\sqrt{3}}$$

U gornjoj jednadžbi RR predstavlja referentni termometar, a RX ostale termometre.

Doprinos aksijalnog temperaturnog gradijenta:

$$u_{VERT} = \frac{\max|\vartheta_{RR,h} - \vartheta_{RX,h}|}{\sqrt{3}}, h = 0, \dots, n$$

U gornjoj jednadžbi n predstavlja poziciju termometra kojem se položaj mijenja.

Doprinos vremenske (ne)stabilnosti temperature:

$$u_{STAB} = \frac{|T_{ref,max} - T_{ref,min}|}{\sqrt{3}}$$

Član $T_{ref,max}$ predstavlja najveće odstupanje izmjerene temperature, a $T_{ref,min}$ minimalno.

4.2.7 Ukupna standardna mjerna nesigurnost

Ukupan doprinos zone kontrolirane temperature mjernoj nesigurnosti umjeravanja računa se prema formuli:

$$u_{ZONE} = \sqrt{u_{HOM}^2 + u_{STAB}^2}$$

Član gornje jednadžbe u_{HOM} predstavlja doprinos prostornih gradijenata temperature, horizontalnih (radijalnih) i vertikalnih (aksijalnih), mjernoj nesigurnosti umjeravanja, a računa se prema jednadžbi:

$$u_{HOM} = \sqrt{u_{HOR}^2 + u_{VERT}^2}$$

4.3 Umjeravanje izotermalne zone

Izotermalna zona umjerava se da bi se dobio uvid u temperaturne oscilacije koje peć projicira u odnosu na zadanu temperaturu postavljenu na regulatoru temperature.

Umjeravanje se provodi za sve rupe u kojima se vrše mjerenja temperature. Za svaku rupu potrebno je očitati, barem, tri temperature unutar ispitnog temperaturnog intervala. Za postupak umjeravanja zone potreban je jedan termometar koji prethodno mora biti umjeren.

Postupak:

- Postavljanje odabrane temperature na regulatoru ispitivane peći
- Umetanje ispitnog termometra u rupu koja se ispituje. Nakon stacioniranja uvjeta izvršava se očitavanje temperature
- Temperatura se mjeri određeno vrijeme (npr. 10 min) u kratkim vremenskim intervalima (npr. 5 sekundi) te se nakon završetka mjerenja računa njena prosječna vrijednost
- Premještanje termometra u sljedeću rupu i ponavljanje prethodne dvije točke

Postupak umjeravanja izotermalne zone koristi vlasnicima, odnosno osobama koje se koriste pećima, jer daje dobar uvid u točnost koju peć može ostvariti.

Na kraju, da bi se izračunala ukupna mjerna nesigurnost ispitivanja, potrebno je utvrditi i ukupne doprinose sve mjerne opreme te njih uzeti u obzir uz prethodno izračunatu ukupnu mjernu nesigurnost izotermalne zone.

5. OPIS ISPITNOG POSTUPKA

Općenito se iz prethodno, opširno, opisanih metoda nazire se nekakav općenit postupak koji teče redosljedom:

- Od sobne temperature do prve točke testiranja promatra se rast (ili pad) temperature (uz mogućnost bilježenja promjena) sve do stacioniranja temperature
- U ispitnoj točki (pri željenoj temperaturi) određuju se prostorni gradijenti i vremenska stabilnost temperature
- Prijelaz na sljedeću temperaturu ispitivanja uz daljnje bilježenje promjena temperature sve dok se ne ponovo ne postigne stacionarno stanje na temperaturi koja je odabrana

U ovom radu, postupak prema kojem je, osim općenitom, ispitivanje peći provedeno, uzet je iz „Metode DBP“ te je i izveden onako kako je detaljno opisano u dosadašnjim poglavljima.

Prije nego se mjerenja započnu, potrebno je zadovoljiti krucijalne uvijete te provesti pripremu mjerenja. Uvjeti propisuju stanje okoliša i okolne atmosfere u laboratoriju.

5.1 Okolišni uvjeti

Ispravnost postupka uvjetovana je time da u laboratoriju tijekom cjelokupnog trajanja mjerenja moraju biti zadovoljeni propisani predstojeći uvjeti u ambijentu:

- Temperatura zraka između +15 °C i +35 °C. Maksimalne dozvoljene varijacije temperature su ± 3 °C tijekom čitavog mjerenja
- Relativna vlažnost u granicama od 25%RH do 75%RH

5.2 Priprema mjerenja

Kako bi se pripremio za mjerenje, radnik u laboratoriju mora:

- Instalirati uređaje za mjerenje okolišnog stanja u okruženje peći za koju je predviđeno ispitivanje te čekati da se očitavanja stabiliziraju
- Ispuniti prvi dio ispitnog izvještaja koji se tiče specifikacija korištene mjerne opreme koja utječe na mjernu nesigurnost
- Pregledati peć koju će se ispitivati te ustanoviti je li moguće provesti ispitivanje. Ukoliko to nije moguće proces se zaustavlja, a jednako se postupa i u slučaju kada tijekom mjerenja ispitivanje iz nekog razloga postane nemoguće ili opasno
- Odrediti ispitne temperature u dogovoru s naručiteljem
- Skicirati prostorni raspored točaka unutar peći u kojima će se provoditi mjerenja
- Pripremiti termometre i svu ostalu opremu potrebnu za rad

6. ISPITIVANA I KORIŠTENA OPREMA

Peći za umjeravanje mogu se razlikovati po svojoj konstrukciji, dakle, oblikom i veličinom te prema temperaturnom intervalu u kojem rade. Osim toga, razlike se mogu uočiti i kod izolacije te načinu regulacije temperature i slično. Također, različite peći mogu koristiti i različite vrste medija koji mogu biti voda, alkohol, silikonsko ulje, itd.

Ovim poglavljem opisana je, osim peći na kojoj se ispitivanje izvršilo, i ostala oprema koja je korištena prilikom postupka ispitivanja. Spomenuta oprema, sistematizirana je po internim oznakama LPM-a te su iste oznake naznačene uz naziv dijela opreme u naslovu.

6.1 Vertikalna peć Leeds&Northrup Italia T30H (TEPEC01)

Peć oznake proizvođača T30H visokotemperaturna je peć, dizajnirana za umjeravanje osjetnika i regulatora temperature. Peć je napravljena kao vertikalni bunar u koju je umetnut cilindrični bakreni blok prevučen tankim slojem nikla. Blok je, zapravo, element koji, zbog svog toplinskog kapaciteta, služi za ublažavanje temperaturnih oscilacija koje bi se znatno više manifestirale kada on ne bi bio ugrađen.

Prijenos topline odvija se zračenjem ili radijacijom, te konvekcijom koja je osigurana prisilnim protustrujnim zračnim sustavom.

Opći podaci:

Proizvođač:

Leeds&Northrup Italia S.p.A

Model: T 30 H

Temp. područje primjene:
200/700 °C

Dimenzije bakrenog bloka:
φ80 mm, h=200 mm

Regulator temperature:
min. Korak: 1 °C

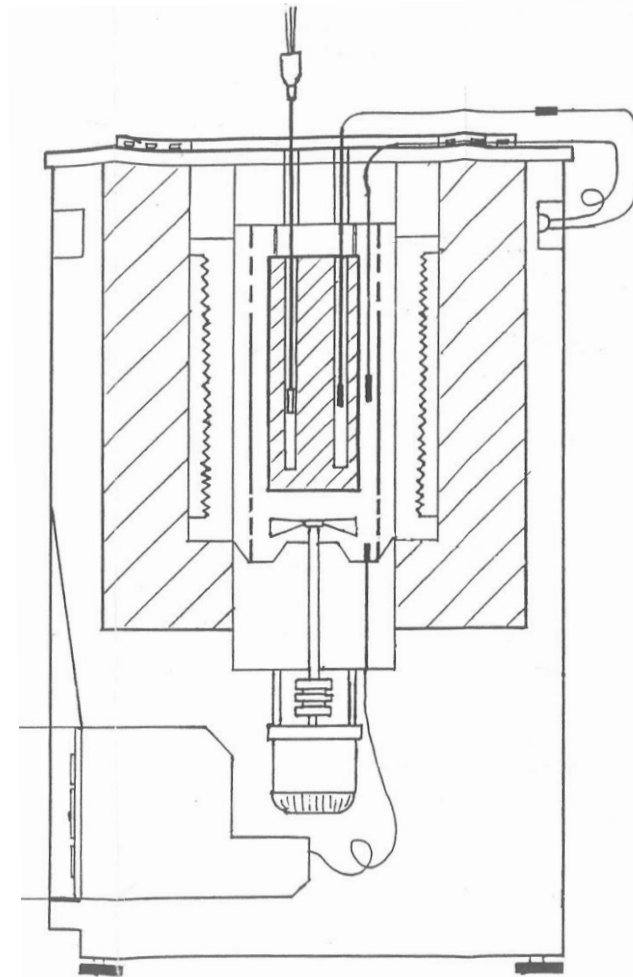
Dimenzije: *Visina*- 640 mm
Širina- 450 mm
Dužina- 720 mm

Max snaga grijanja: 2500 W

Napajanje: 220V, 50Hz



Slika 13: Peć s umetnutim termometrima



Slika 14: Presjek peći

Regulator koji se koristi za regulaciju temperature unutar peći, a dolazi tvornički ugrađen uz peć, je PID regulator. Takav regulator morao je biti izveden s malim pojačanjem P iz razloga da ne dođe do relativno velikih oscilacija temperatura i s tim u vezi nestabilnosti sustava. Razlog koji se krije iza činjenice da se ne smiju dopustiti velike oscilacije temperatura je taj da, ako se opremu umjerava, npr. pri maksimalnoj temperaturi koju ona može podnijeti, ne smije se dogoditi tzv. „overshot“, odnosno prekoračenje te maksimalne temperature jer bi to rezultiralo uništenjem uređaja koji se umjerava. Zato se nakon podešenja željene temperature na regulatoru, temperatura u peći vrlo sporo približava zadanoj vrijednosti što je i uzrok velike tromosti prilikom ispitivanja. Osim temperature, u sklopu regulatora može se podesiti i željeni način grijanja, a to je bez ili s radom ventilatora. Slika 15 pokazuje kako izgleda spomenuti regulator dok se na Slika 13 može vidjeti gdje je on, točno, pozicioniran na peći.



Slika 15: Tvornički ugrađen regulator

Na Slika 16 može se vidjeti kako izgledaju termometri umetnuti u izotermalni blok tijekom mjerenja.



Slika 16: Pogled na izotermalni blok

6.2 Oprema za mjerenje otpora termometara

Komponente sustava za mjerenje otpora, korištene u ovom ispitivanju, su *termometrijski otpornički most* te uređaj koji se naziva *multikompleksor*. Dva navedena uređaja u nastavku će biti pobliže opisana.

6.2.1 Termometrijski otpornički most (EOMOS02)

Termometrijski otpornički most, proizvođača PAAR (tvornička oznaka MKT 100), uređaj je koji služi za provođenje najpreciznijih ispitivanja temperature, kako u industriji tako i u laboratorijskim primjenama. Uređaj pokazuje temperaturu u °C ili u K, a računa je pomoću IEC 751 standarda, međutim, dostupan je i ITS-90 standard

koji je spomenut u prethodnim poglavljima. Mjerna nesigurnost koju ovaj instrument može postići iznosi čak 1 mK, odnosno, 0,001 °C. Tipična područja primjene ovog uređaja su kalorimetrija, procesno inženjerstvo, istraživanja vezana uz kemijske reakcije, optika, itd..

Optimalno je područje rada ovog uređaja, za koje proizvođač garantira njegovu mjernu nesigurnost, između -260 i +960 °C.

Uređaj koji laboratorij koristi ima dva moguća ulaza za spajanje etalonskih otporničkih termometara, što može zadati probleme ukoliko se želi koristiti više termometara prilikom ispitivanja. Međutim, spomenuti će se u nastavku i uređaj koji taj problem bezbolno rješava.

Na sljedećim slikama iz laboratorija može se vidjeti kako most izgleda. Dan je prikaz i sa stražnje strane da bi se vidjelo kako se termometri spajaju na most.



Slika 17: Most - pogled sprijeda



Slika 18: Most - pogled straga

6.2.2 Multipleksor

Multipleksor je uređaj koji omogućava proširenje mjernih mjesta na najviše 10 kanala, a na svaki kanal moguće je spojiti po jedan otpornički termometar. Upravo ovim uređajem se doskače prethodno spomenutom problemu nemogućnosti rada s više od dva termometra. Multipleksor unutar svoje konstrukcije sadrži releje koji omogućavaju gašenje ili paljenje signala s određenog termometra u određenom trenutku. Na taj način se može snimiti karakteristika jednog od mogućih 10 termometara u nekom trenutku. On preko svog izlaza koji je spojen na most propušta signal, s termometra kojeg se umjerava, prema mostu gdje signal prolazi kroz referentni otpornik unutar mosta. Očitani otpor na referentnom otporniku se uspoređuje s otporom kojeg daju etalonski termometri i na taj način se određuju koeficijenti za platinski otpornički termometar, odnosno, moguće je uz već poznate koeficijente odrediti temperaturu koju termometri pokazuju jednostavnom konverzijom iz mjenenog otpora u temperaturu. Releji mogu raditi jako brzo pa se, zapravo, vrlo efikasno određuju karakteristike svih 10 termometara u kratkom vremenskom roku.



Slika 19: Multipleksor sa spojenim termometrima

6.3 Otpornički termometri

U radu su korišteni, kako je već i rečeno, otpornički termometri koji su svojim oblikom prilagođeni za lagano umetanje u uvrte u krutom tijelu. Termometri se s multipleksorom povezuje pomoću četiri žice.

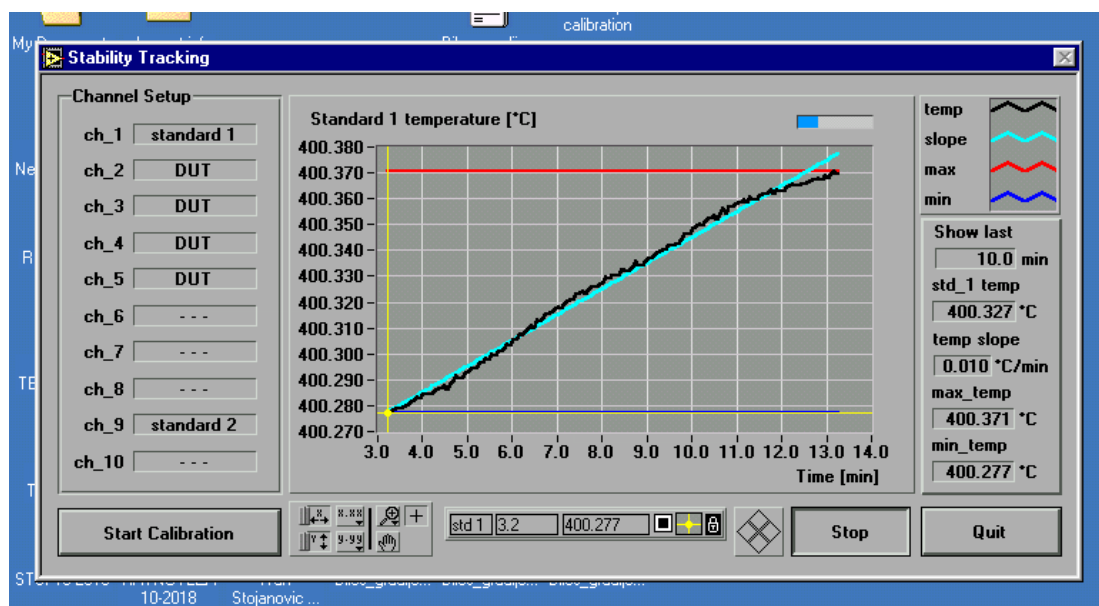
Za mjerenje temperature u peći upotrijebljeni su termometri s internim laboratorijskim oznakama TEPOT16, TEPOT19, TEPOT20, TEPOT21, TEPOT22. Oni su jednakog oblika i duljine, proizvođač je *Hart Scientific*, a tvornički naziv termometara jest *Fluke*. U sljedećoj tablici prikazan je opširniji opis specifikacija termometara.

| | |
|-----------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| Proizvođač | Hart Scientific |
| Model | 5628 |
| Otpor u trojnoj točki vode (R_{tp}) | 25,5 Ω ±0,5 Ω na 0,01 °C |
| Temperaturni raspon | -200 °C do 661 °C |
| Mjerna nesigurnost (k=2) | ±0,006 °C na -200 °C |
| | ±0,004 °C na 0 °C |
| | ±0,009 °C na 420 °C |
| | ±0,014 °C na 661 °C |
| Kratkoročna stabilnost | ±0,002 °C |
| Odstupanje kod dugotrajnog izlaganja visokoj temp. | ≤0,02 °C kod 500 sati na 661°C |
| Obloga | Inconel 600 |
| Preporučena temperatura za rukovanje | 0 °C do 80 °C |
| Vodiči | 4-žični Super-Flex PVC, 22AWG |
| Završetak vodiča | Zlatom obložene spojnice |
| Dimenzije | 508 mm x 6,35 mm (promjer) |
| Broj komada | 5 |

Tablica 8: Specifikacije termometara

6.4 Računalo

Računalo se koristilo za kontrolu rada mosta i multipleksora. Na računalo se nalazi softver pomoću kojeg se očitavaju i spremaju podaci o otporima termometara kojima se mjeri temperatura unutar peći. Također pomoću softvera se prati promjena temperature u peći koju mjere etalonski termometri te on služi da bi se utvrdio trenutak povoljan za očitavanje. Tim trenutkom se naziva onaj trenutak u kojem se temperatura može smatrati stabilnom unutar peći.



Slika 20: Korišteni software

7. REZULTATI ISPITIVANJA I PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI

Ispitni izvještaj mora sadržavati sve podatke propisane normom HRN ISO/IEC 17025, a za svaku temperaturu ispitivanja iskazuju se:

- Temperatura na zaslonu termostatiranog uređaja
- Srednja temperatura u termostatiranom uređaju
- Odstupanje temperature u termostatiranom uređaju od temperature na zaslonu uređaja
- Proširena ($k=2$) mjerna nesigurnost
- Horizontalni gradijenti
- Aksijalni gradijenti
- Opis prostornih točaka prema kojima su određeni aksijalni gradijenti
- Vremensku stabilnost
- Vrijeme koje je uzeto za određivanje gradijenata

Mjeritelj se po završetku izrade ispitnog izvještaja na njega potpisuje te ga zajedno s radnim listom daje na pregled voditelju laboratorija. Ako voditelj utvrdi nepravilnost ili posumnja u točnost nekih od podataka navedenih u radnom listu, on precrtava i parafira radni list te se mjerenja moraju ponoviti. Nakon toga voditelj pregledava i ispitni list, a ako se uoče nepravilnosti, on se uništava te ga mjeritelj mora izraditi ponovo. U suprotnom, ako su svi podaci valjani, voditelj laboratorija potpisuje ispitni izvještaj.

Kopija ispitnog izvještaja se arhivira dok se original, na kojem se nalazi umjerna naljepnica, šalje naručitelju umjeravanja.

Ispitivanje karakteristika zona kontrolirane temperature

Interna oznaka:

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| T | E | P | E | C | 0 | 1 |
|---|---|---|---|---|---|---|

| | | | |
|-------------------------------|--------------------------|------|-----------------|
| TEPEC01 Termometrijska peć | Leeds&Northrup Italia | T30H | 200 °C ÷ 600 °C |
|-------------------------------|--------------------------|------|-----------------|

- Ispitivani objekt: Termometrijska peć
- Proizvođač: Leeds&Northrup Italia
- Model: T30H
- Datumi ispitivanja: 14-18. veljače 2019.

Osnovni podaci o izotermalnoj zoni:

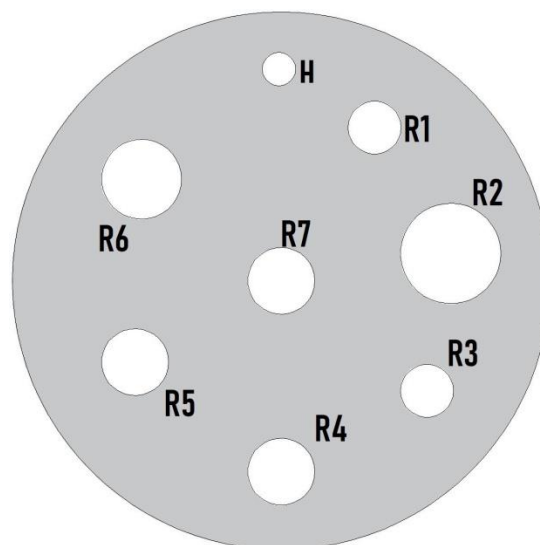
Radni medij: zrak

| Izotermalni blok | |
|----------------------|--------|
| Materijal | Bakar |
| Promjer [mm] | 80 |
| Visina [mm] | 200+80 |
| Dubina rupa [mm] | 270 |
| Referentna rupa (RR) | R1 |

Tablica 9: Podaci o izotermalnom bloku

| Rupe | |
|------|--------------|
| Rupa | Promjer [mm] |
| R1 | 8 |
| R2 | 15 |
| R3 | 8 |
| R4 | 12 |
| R5 | 10 |
| R6 | 12 |
| R7 | 10 |

Tablica 10: Podaci o rupama



Slika 21: Tlocrt izotermalnog bloka

Blok je pozicioniran u središte radnog volumena peći. U rupu s oznakom H smješten je tvornički ugrađen termometar. S vanjske strane bloka nalazi se još jedan tvornički ugrađen termometar, a oba termometra vrlo su osjetljivi na promjenu temperature te, na temelju međusobne razlike njihovih očitavanja, regulator koji je ugrađen u samu peć, regulira temperaturu unutar peći.

Metode ispitivanja:

Metoda prema kojoj je provedeno ispitivanje bila je u suštini *Metoda DBP*, međutim, potrebno je ovdje naglasiti da se radilo s 5 termometara te da se nije vršilo premještanje termometara u različite rupe. Tako je termometar koji je na početku stavljen u neku rupu tamo ostao do kraja postupka ispitivanja peći. Takav način ispitivanja odabran je zbog uštede na vremenu kojeg, zbog opsega posla LPM-a, nije bilo napretek.

Uvjeti okoliša:

Temperatura: 26 ± 2 °C

Relativna vlažnost: 50 ± 5 %

Rezultati:

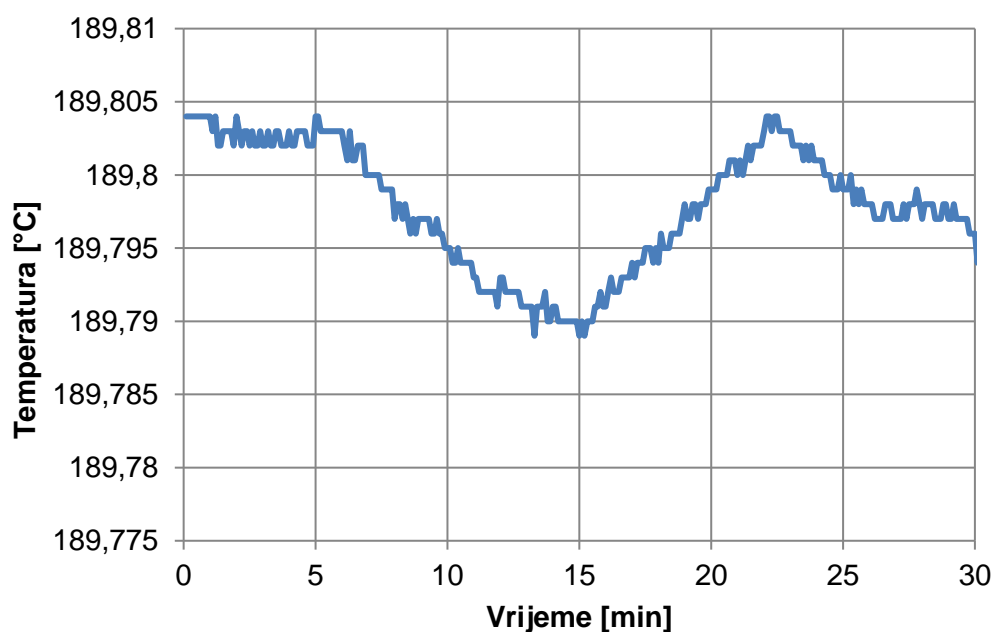
Na sljedećim stranicama, u tablicama 11, 12 i 13, prikazani su rezultati koji su dobiveni ispitivanjem pri temperaturama od 200 °C, 400 °C te 600 °C. One prikazuju srednju vrijednost dvadeset očitavanja temperature za svaki od termometara na određenoj visini. Tako osrednjena očitavanja temperatura korištena su za izračun homogenosti u radijalnom i aksijalnom smjeru pomoću kojih je kasnije izračunat i doprinos zone mjernoj nesigurnosti zbog prostornih gradijenata. Potrebno je napomenuti da očitavanja koja pokazuju stabilnost temperature unutar peći nisu tablično prikazana zbog svoje opsežnosti, ali su, također, uzeta u obzir prilikom kalkulacije ukupnog doprinosa zone mjernoj nesigurnosti te su u nastavku dani dijagramski prikazi tih stabilnosti pri određenoj temperaturi.

Za određivanje prostornih gradijenata, prema opisanom postupku koji vrijedi za *Metodu DBP*, potrebno je jedan od termometara proglasiti referentnim te u odnosu na njega određivati temperaturne gradijente. U ovom slučaju, tri termometra (TEPOT16, TEPOT20, TEPOT21), kojima se visina tijekom ispitivanja nije mijenjala, proglašena su referentnima, a referentnom temperaturom smatra se srednja vrijednost njihovih očitavanja, za određenu visinu, uzetih iz tablica u nastavku. Termometri koji su se podizali na odabrane visine bili su TEPOT19 i TEPOT21 te je srednja vrijednost očitavanja temperature tih dvaju termometara, danih u tablicama koje slijede, pri određenoj visini, uzeta kao temperatura koja se uspoređuje s referentnom.

Na ovaj način prividno su se dobila dva termometra, referentni i pokretni, pomoću čijih se, ovako određenih srednjih vrijednosti temperatura, gradijenti i nesigurnost računaju prema postupku opisanom u *Metodi DBP*. Jednakim pristupom, postupak je proveden i pri temperaturama od 400 °C te 600 °C.

| Nominalna temp. | Datum | Opis | INTERNA OZNAKA TERMOMETRA U LPM-u | | | | | |
|-----------------|-----------------------------|----------------|-----------------------------------|----------|----------|----------|----------|---------|
| | | | TEPOT 16 | TEPOT 19 | TEPOT 20 | TEPOT 21 | TEPOT 22 | |
| 200 °C | Četvrtak, 14. veljače 2019. | Visina h=0 mm | T, °C | 189,059 | 189,097 | 189,096 | 189,075 | 189,165 |
| | | | stdev, °C | 0,037 | 0,046 | 0,055 | 0,039 | 0,060 |
| | | | max-min, °C | 0,112 | 0,133 | 0,154 | 0,113 | 0,166 |
| | | Visina h=20 mm | T, °C | 189,324 | 189,331 | 189,350 | 189,339 | 189,391 |
| | | | stdev, °C | 0,003 | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,003 |
| | | | max-min, °C | 0,012 | 0,011 | 0,011 | 0,012 | 0,011 |
| | | Visina h=40 mm | T, °C | 188,849 | 188,810 | 188,871 | 188,865 | 188,871 |
| | | | stdev, °C | 0,011 | 0,011 | 0,011 | 0,011 | 0,011 |
| | | | max-min, °C | 0,035 | 0,034 | 0,033 | 0,035 | 0,035 |
| | | Visina h=60 mm | T, °C | 188,355 | 188,277 | 188,376 | 188,370 | 188,339 |
| | | | stdev, °C | 0,009 | 0,008 | 0,008 | 0,009 | 0,008 |
| | | | max-min, °C | 0,029 | 0,025 | 0,025 | 0,027 | 0,026 |
| | | Visina h=80 mm | T, °C | 188,054 | 187,902 | 188,076 | 188,069 | 187,970 |
| | | | stdev, °C | 0,009 | 0,008 | 0,008 | 0,009 | 0,008 |
| | | | max-min, °C | 0,026 | 0,022 | 0,021 | 0,025 | 0,022 |

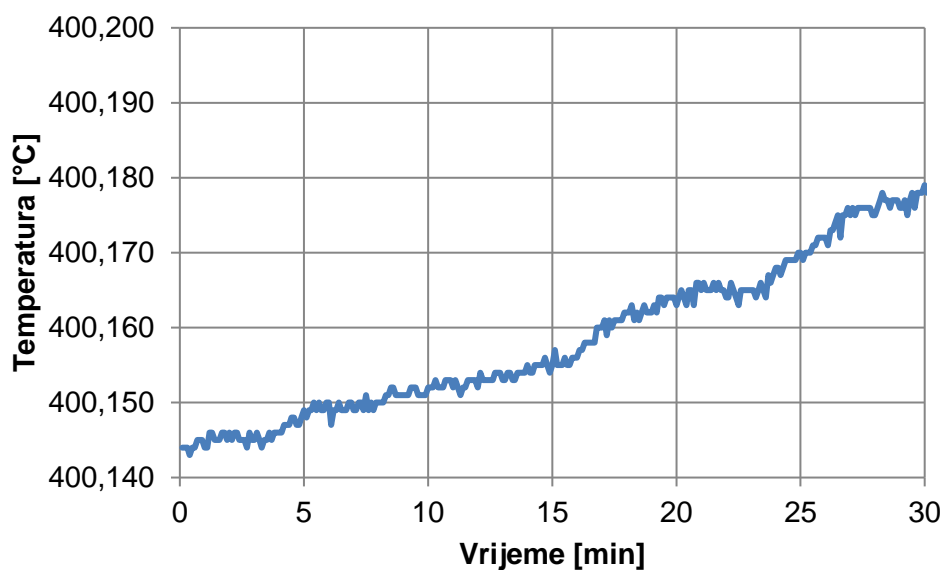
Tablica 11: Očitavanja za 200 °C



Slika 22: Stabilnost na 200 °C

| Nominalna temp. | Datum | Opis | INTERNA OZNAKA TERMOMETRA U LPM-u | | | | | |
|-----------------|--------------------------|----------------|-----------------------------------|----------|----------|----------|----------|---------|
| | | | TEPOT 16 | TEPOT 19 | TEPOT 20 | TEPOT 21 | TEPOT 22 | |
| 400 °C | Petak, 15. veljače 2019. | Visina h=0 mm | T, °C | 400,554 | 400,509 | 400,488 | 400,515 | 400,509 |
| | | | stdev, °C | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 |
| | | | max-min, °C | 0,003 | 0,002 | 0,003 | 0,002 | 0,004 |
| | | Visina h=20 mm | T, °C | 400,427 | 400,499 | 400,362 | 400,389 | 400,503 |
| | | | stdev, °C | 0,007 | 0,007 | 0,007 | 0,007 | 0,007 |
| | | | max-min, °C | 0,021 | 0,021 | 0,020 | 0,021 | 0,022 |
| | | Visina h=40 mm | T, °C | 400,439 | 400,639 | 400,373 | 400,400 | 400,649 |
| | | | stdev, °C | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 |
| | | | max-min, °C | 0,005 | 0,006 | 0,006 | 0,005 | 0,006 |
| | | Visina h=60 mm | T, °C | 400,452 | 400,725 | 400,387 | 400,413 | 400,764 |
| | | | stdev, °C | 0,007 | 0,007 | 0,007 | 0,007 | 0,007 |
| | | | max-min, °C | 0,019 | 0,018 | 0,019 | 0,019 | 0,018 |
| | | Visina h=80 mm | T, °C | 400,239 | 400,578 | 400,173 | 400,199 | 400,641 |
| | | | stdev, °C | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,006 |
| | | | max-min, °C | 0,014 | 0,015 | 0,016 | 0,015 | 0,017 |

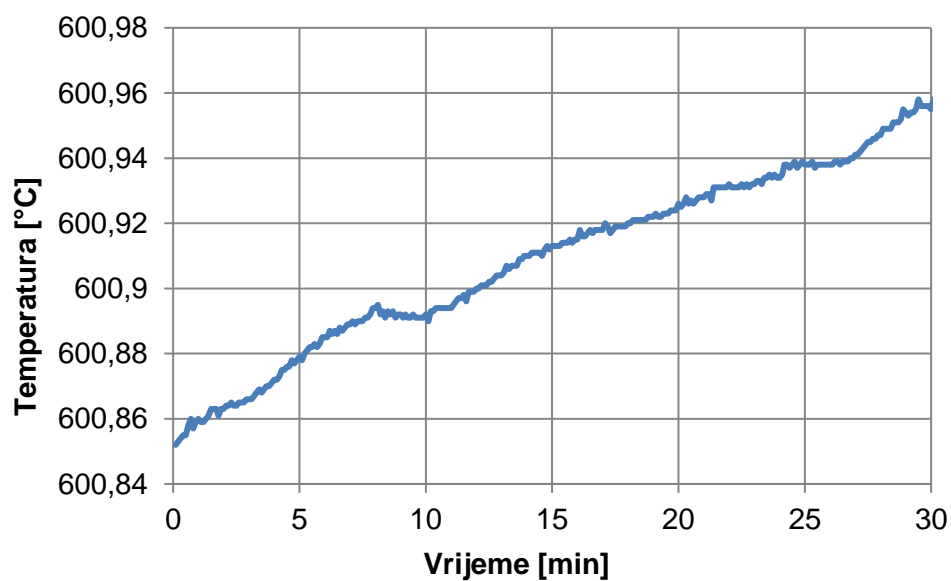
Tablica 12: Očitavanja za 400 °C



Slika 23: Stabilnost na 400 °C

| Nominalna temp. | Datum | Opis | INTERNA OZNAKA TERMOMETRA U LPM-u | | | | | |
|-----------------|--------------------------------|-------------------|-----------------------------------|----------|----------|----------|----------|---------|
| | | | TEPOT 16 | TEPOT 19 | TEPOT 20 | TEPOT 21 | TEPOT 22 | |
| 600 °C | Ponedjeljak, 18. veljače 2019. | Visina h=0 mm | T, °C | 601,011 | 600,809 | 600,752 | 600,799 | 600,442 |
| | | | stdev, °C | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,006 |
| | | | max-min, °C | 0,021 | 0,021 | 0,021 | 0,020 | 0,021 |
| | | Visina h=20 mm | T, °C | 601,852 | 602,099 | 601,588 | 601,635 | 601,747 |
| | | | stdev, °C | 0,034 | 0,036 | 0,036 | 0,035 | 0,037 |
| | | | max-min, °C | 0,100 | 0,101 | 0,099 | 0,098 | 0,101 |
| | | Visina h=40 mm | T, °C | 602,328 | 603,038 | 602,064 | 602,111 | 602,690 |
| | | | stdev, °C | 0,024 | 0,025 | 0,024 | 0,025 | 0,025 |
| | | | max-min, °C | 0,071 | 0,070 | 0,069 | 0,069 | 0,071 |
| | | Visina h=60 mm | T, °C | 602,454 | 603,544 | 602,190 | 602,236 | 603,242 |
| | | | stdev, °C | 0,018 | 0,018 | 0,019 | 0,018 | 0,019 |
| | | | max-min, °C | 0,055 | 0,055 | 0,056 | 0,054 | 0,056 |
| | | Visina h=80 mm | T, °C | 602,671 | 604,019 | 602,407 | 602,453 | 603,821 |
| | | | stdev, °C | 0,004 | 0,005 | 0,004 | 0,004 | 0,005 |
| | | | max-min, °C | 0,014 | 0,016 | 0,014 | 0,014 | 0,017 |

Tablica 13: Očitavanja za 600 °C



Slika 24: Stabilnost na 600 °C

Pogodno je, zbog duljine senzora termometra, izraziti doprinos aksijalnih gradijenata mjernoj nesigurnosti, u dva dijela, gdje je prvi dio do visine od 40 mm, a drugi do visine 80 mm. Tako će se u tablicama 14 i 15, koje slijede, nalaziti podaci prikazani na takav način, tj. na kraju će ukupan doprinos zone umjeravanja mjernoj nesigurnosti, što je bio i krajnji cilj ispitivanja, biti iskazan za visinu do 40 mm te za visinu do 80 mm.

| Izračun ukupne mjerne nesigurnosti za $h=0 \dots 40$ mm | | | | | | | | |
|---------------------------------------------------------|--------------------------------|--------------|-----------------------------------------|--------------|--------------------|--------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------|
| T_n | Radijalni gradijenti, $h=0$ mm | | Aksijalni gradijenti, $h=0 \dots 40$ mm | | Stabilnost | | Ukupan doprinos zone, $u(k=1)$ $h=0 \dots 40$ mm | Ukupan doprinos zone, $U(k=2)$ |
| $^{\circ}\text{C}$ | $\pm a$ | $u(k=1)$ | $\pm a$ | $u(k=1)$ | $\pm a$ | $u(k=1)$ | | |
| | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | $^{\circ}\text{C}$ |
| 200 | 0,053 | 0,031 | 0,038 | 0,022 | 0,012 | 0,007 | 0,038 | 0,077 |
| 400 | 0,033 | 0,019 | 0,125 | 0,072 | 0,025 | 0,014 | 0,076 | 0,152 |
| 600 | 0,285 | 0,164 | 0,462 | 0,267 | 0,060 | 0,035 | 0,315 | 0,631 |

Tablica 14: Ukupna mjerna nesigurnost ($h=40$ mm)

| Izračun ukupne mjerne nesigurnosti za $h=0 \dots 80$ mm | | | | | | | | |
|---------------------------------------------------------|--------------------------------|-----------------------|-----------------------------------------|-----------------------|--------------------|----------------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------|
| T_n | Radijalni gradijenti, $h=0$ mm | | Aksijalni gradijenti, $h=0 \dots 80$ mm | | Stabilnost | | Ukupan doprinos zone, $u(k=1)$ $h=0 \dots 80$ mm | Ukupan doprinos zone, $U(k=2)$ |
| $^{\circ}\text{C}$ | $\pm a$ | $u_{\text{rad}}(k=1)$ | $\pm a$ | $u_{\text{aks}}(k=1)$ | $\pm a$ | $u_{\text{st}}(k=1)$ | | |
| | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | | $^{\circ}\text{C}$ | $^{\circ}\text{C}$ |
| 200 | 0,053 | 0,031 | 0,092 | 0,053 | 0,012 | 0,007 | 0,062 | 0,124 |
| 400 | 0,033 | 0,019 | 0,208 | 0,120 | 0,025 | 0,014 | 0,122 | 0,245 |
| 600 | 0,285 | 0,164 | 0,819 | 0,473 | 0,060 | 0,035 | 0,502 | 1,004 |

Tablica 15: Ukupna mjerna nesigurnost ($h=80$ mm)

Pojašnjenje simbola u tablicama:

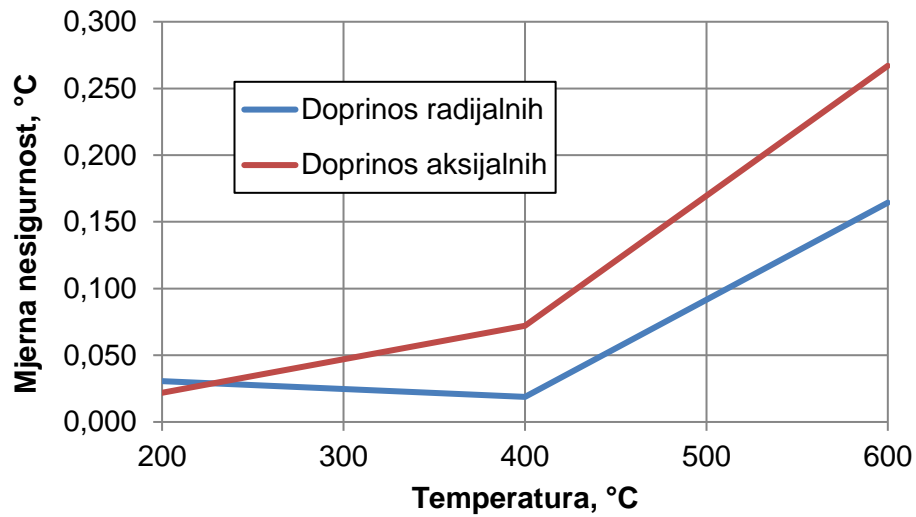
T_n – nominalna temperatura

a – interval pravokutne razdiobe

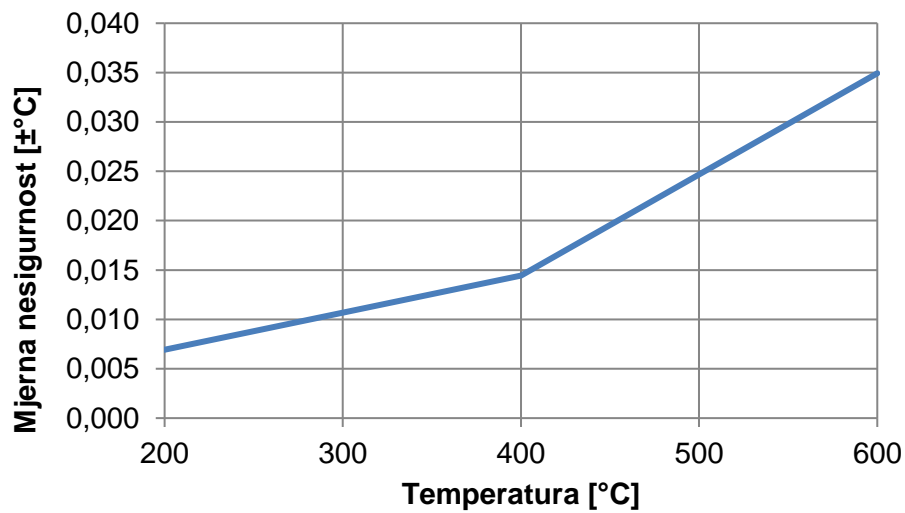
u – standardna mjerna nesigurnost

U – proširena mjerna nesigurnost

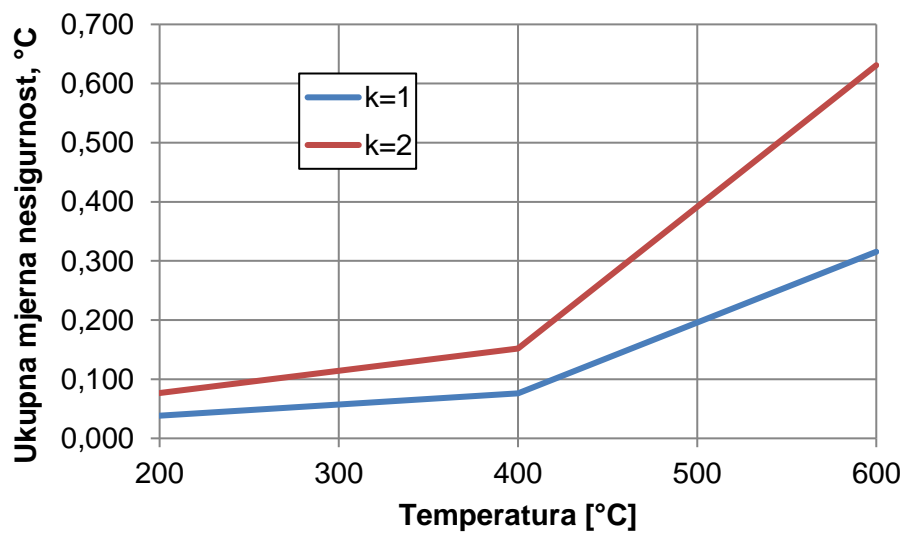
U nastavku su dani i dijagramski prikazi doprinosa radijalnih i aksijalnih gradijenata, također i temperature stabilnosti, mjernoj nesigurnosti kao i ukupne mjerne nesigurnosti kod visina 40 i 80 mm. Doprinos stabilnosti jednak je u oba slučaja pa će biti prikazan samo za slučaj $h=40$ mm.



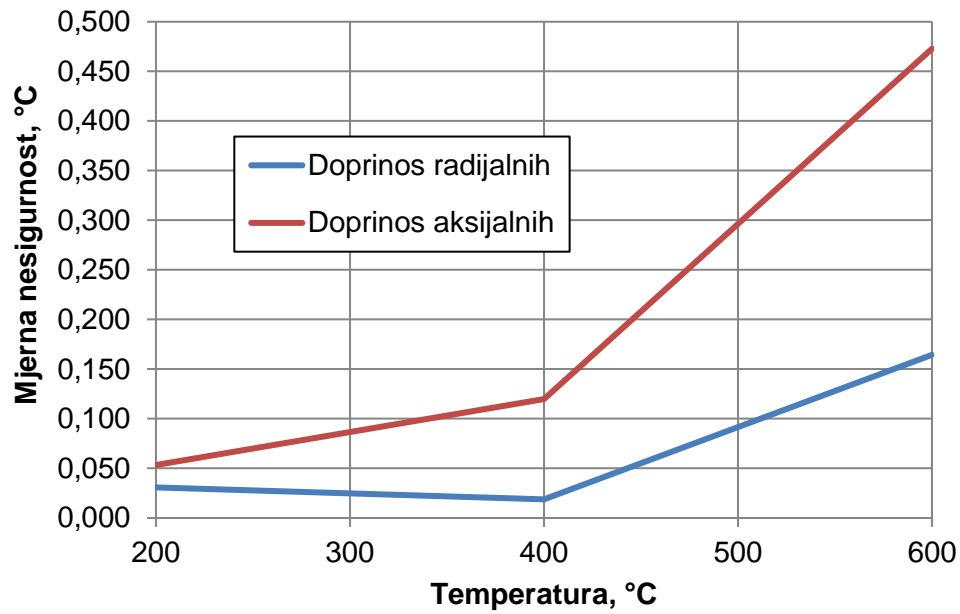
Slika 25: Doprinos prostornih gradijenata za $h=40$ mm



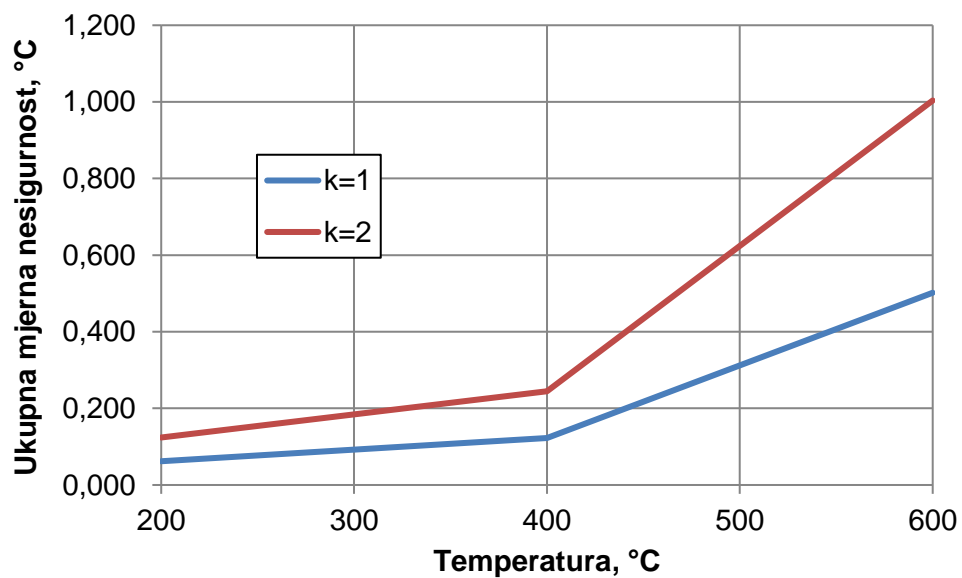
Slika 26: Doprinos stabilnosti za $h=40$ mm



Slika 27: Ukupna mjerna nesigurnost za $h=40$ mm



Slika 28: Doprinos prostornih gradijenata za $h=80$ mm



Slika 29: Ukupna mjerna nesigurnost za $h=80$ mm

8. ZAKLJUČAK

Provedeno ispitivanje termometrijske peći imalo je za cilj dati uvid u njena svojstva i ponašanje u zadanim uvjetima kako bi se u njoj moglo što pouzdanije umjeravati termometre u skoroj budućnosti. U ovom radu opisana su dva postupka kojima se određuju svojstva peći, odnosno, karakteristike zone kontrolirane temperature, od kojih je jedan odabran za izvođenje praktičnog dijela rada u Laboratoriju za procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu.

Analiza dobivenih rezultata ispitivanja iznjedrila je zanimljive tablične i dijagramske prikaze iz kojih se može razaznati činjenica da je teže održavati stabilne uvjete u peći ukoliko ona radi u blizini gornje (600 °C) i donje granične ispitne temperature (200°C). Kao posljedica toga, javlja se i porast ukupne mjerne nesigurnosti kada se željena temperatura u peći približava rubovima intervala radne temperature peći. Na vrijednost ukupne mjerne nesigurnosti najznačajniji utjecaj imaju radijalni i aksijalni gradijenti, pa tek onda stabilnost. Pogledom na rezultate može se uočiti da pri temperaturama, čak i malo nižim od donje granice, unutar peći još uvijek vladaju relativno stabilni uvjeti što daje zadovoljavajuću mjernu nesigurnost, međutim, vrlo je teško dobiti stabilno stanje te je proces dugotrajan. Nasuprot tome, već i kod šturog pregleda rezultata mjerenja pri višim temperaturama, uočljivo je da s porastom temperature rastu i prostorni gradijenti, što, naravno, uzrokuje rast doprinosa peći ukupnoj mjernoj nesigurnosti umjeravanja. Peć, dakle, pri gornjoj temperaturnoj granici postaje dominantna komponenta u ukupnoj mjernoj nesigurnosti kada se peć koristi za umjeravanje termometara. To znači da se ni uz najpreciznije etalonske termometre i ostalu opremu, ispitivani termometri, jednostavno, ne mogu umjeriti s nesigurnostima koje bi bile usporedive s najboljim mogućim performansama umjeravanih platinskih otporničkih termometara. Ispitivana peć se iz navedenih razloga koristi, isključivo, za umjeravanja industrijskih termometara, kod kojih zahtjevi na nesigurnost nisu rigorozni.

Na kraju, ponovo se nazire potreba za naglašavanjem iskustva laboranta, odnosno, mjeritelja jer se cijeli postupak ispitivanja može znatno ubrzati ukoliko mjeritelj unaprijed zna kako će se peć ponašati u zadanim uvjetima. Također, tijekom ispitivanja postoji mnogo stvari na koje se mora obratiti pažnju, a posebno na rukovanje vrlo osjetljivim platinskim otporničkim termometrima i ostalom opremom koja se može oštetiti i najmanjim udarcem zbog čega se, zapravo, traži iskustvo i strpljenje tijekom provođenja ovakvog ispitivanja.

LITERATURA

- I. *Drnovšek J, Bojkovski J., Pušnik I.: A general procedure for evaluation of calibration baths in precision temperature measurements*
- II. *Testing of isothermal zones, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2002.*
- III. *Nikola Radman, Diplomski rad, Ispitivanje termostatiranih kupki i peći, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2010.*
- IV. *Evaluation of baths and furnaces, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2008.*
- V. www.nmij.jp - National metrology institute of Japan, 2019.
- VI. *Giussani: Forno termostatico T30H, Leeds&Northrup Italia, 1988.*
- VII. *Hart Scientific: 5626/5628 Platinum Resistance Thermometer Users Guide*
- VIII. www.teltherm.co.nz/Support/Articles/SPRT.html -Standard platinum resistance thermometer