

STANDART PLATİN DİRENÇ TERMOMETRELERİNDE SÜN ÖLÇÜMLERİ VE KALİBRASYONUN GEÇERLİLİĞİ

Aynur DAVUT

TSE Kalite Kampüsü Metroloji ve Kalibrasyon Laboratuvarı Müdürlüğü Sıcaklık Kalibrasyon Laboratuvarı
Çayırova Tren İstasyonu yanı Çayırova/GEBZE
Tel: 262 653 07 E-Mail: adavut@kampus.tse.org.tr

ÖZET

Ölçüm ve test cihazlarında güvenilirlik kalibrasyonla sağlanmaktadır.Yapılan her ölçümde kalibre ettirdiğimiz referans cihazların kalibrasyonlarının geçerli olduğundan emin olmalıyız. Kalibrasyon yapıldığı an için geçerlidir. Ölçüm büyüklüğüne ve cihazın özelliğine göre tanımlanmış kontrol noktalarında belirli aralıklarla yapılan ölçümler kalibrasyonun geçerli olduğunu gösterir. Bu amaçla TSE Kalite Kampüsü Sıcaklık Kalibrasyon Laboratuvarında kullanılan transfer standartlarından bir SPRT ile Çalışma standardı olarak kullanılan Platin direnç Termometresinin kalibrasyon sertifikaları esas alınarak kontrol ölçümlerinin değerlendirilmesi yapılmıştır.

Anahtar Sözcükler: Kalibrasyon geçerliliği, Suyun üçlü noktası, ITS-90 Sıcaklık ölçeği,SI birim sistemi

1.GİRİŞ

Sıcaklık kalibrasyon laboratuvarlarında yapılan ölçümlerin ITS-90 sıcaklık ölçeğine izlenebilir olması için yüksek doğruluklu referans direnç termometrelerine ihtiyaç vardır. Bu termometreler kalibre edilerek SI birim sistemine bağlanır. İzlenebilirlik zinciri içinde oluşacak herhangi bir kopukluk, yapılan kalibrasyon işleminin geçersizliği demektir.Laboratuvar referans termometrelerin zaman içerisinde oluşacak kaymalarını kontrol altında tutmak ve kalibrasyon periyotlarını belirlemek için metot oluşturmaktır. Laboratuvar; referans cihazlarını daha sık aralıklarla kalibre ettirebilir, maliyeti yüksek bir yöntemdir. Cihazın kalibrasyondan geldikten sonra değerinin değişmeyeceğini garanti etmez. Laboratuvar içerisinde referansların kalibrasyon yöntemine göre kontrol ölçümlerinin yapılması daha sağlıklı bir işlemdir.

2.ITS-90 SICAKLIK ÖLÇEĞİ

Sıcaklık termodinamik bir kavramdır ve tanımı buna göre yapılır. Sıcaklık ölçümünde kullanılan termometrelerde termodinamik yasalara göre işler. Uluslararası Ölçme Birliği tarafından bilimin ve ticaretin ihtiyaçlarını karşılayan yeterince doğru ve tekrar üretilebilir ampirik sıcaklık ölçeği oluşturulmuştur. Bu ölçeğin belirli periyotlarla gözden geçirilmesiyle uygulama kapsamı genişletilmiştir [1]. En son gözden geçirme 1990 yılında yapılmış ,bu nedenle ITS-90 olarak adlandırılmıştır. Muhtelif sabit noktalardan (Tablo-1) ve belirli sıcaklık aralıklarının biraraya gelmesiyle oluşmuştur [2]. Bir önceki sıcaklık ölçeği IPTS-68'de buz noktası (273,15 K) referans olarak tanımlanmıştır. Bu iki ölçek arasındaki ilişki aşağıdaki eşitlik ile gerçekleşir.

$$t/^{\circ}\text{C} = T/\text{K} - 273,15 \quad (1)$$

t: Birimi °C olup,IPTS-68 sıcaklık ölçeğinde sıcaklığı ifade eder ; T: termodinamik sıcaklığı sembolize eder ve birimi Kelvin'dir, K ile gösterilir. Büyüklüğü suyun üçlü nokta sıcaklığının 1/273,16 sı olarak tarif edilir.

Sıcaklık farkı Kelvin veya santigrad derece olarak ifade edilir. Suyun üçlü noktası 273,16 K veya

0,01 °C' dir. ITS-90 sıcaklıkları , uluslararası Kelvin sıcaklıkları T_{90} sembolü , uluslararası santigrad dereceler ise t_{90} ile gösterilir. T_{90} sıcaklık birimi K sembolü ile Kelvin'dir. t_{90} sıcaklığının birimi santigrad derece olup °C ile gösterilir. Aralarındaki ilişki eşitlik (1) şeklindedir.

$$t_{90}/^{\circ}\text{C} = T_{90}/\text{K} - 273,15 \quad (2)$$

TABLO 1. ITS-90 da tanımlı Sabit Noktalar

Madde T ₉₀ (K)	Denge Durumu t ₉₀ (°C)	Sıcaklık	W _r (T ₉₀) ^c
He	VP	3 to 5	270.15 to 268.15
e-H ₂	TP	13.8033	259.3467
e-H ₂ (or He)	VP	17	256.15
e-H ₂ (or He)	VP	20.3	252.85
Ne ^c	TP	24.5561	248.5939
O ₂	TP	54.3584	218.7916
Ar ^d	TP	83.8058	189.3442
Hg ^c	TP	234.3156	38.8344
H ₂ O	TP	273.16	0.01
Ga ^c	MP	302.9146	29.7646
In ^c	FP	429.7485	156.5985
Sn ^d	FP	505.078	231.928
Zn	FP	692.677	419.527
Al ^c	FP	933.473	660.323
Ag	FP	1234.93	961.78
Au	FP	1337.33	1064.18
Cu ^c	FP	1357.77	1084.62

VP: Buhar basıncı, TP: Üçlü Nokta, MP : Erime noktası, FP : Donma Noktasını göstermektedir.

3.SUYUN ÜÇLÜ NOKTA HÜCRESİ

Termodinamik Sıcaklık birimini tanımlamada kullanılan Suyun Üçlü Noktası (Kısaca SÜN) kapalı bir cam hücrede tek bir sıcaklık ve basınç değerinde suyun katı sıvı ve gaz halinin termodinamik olarak denge halinde bulunduğu durumdur. Standart platin direnç termometrelerinde (kısaca SPRT) kalibrasyonların geçerliliğini tespit etmede kullanılan referans kontrol noktasıdır.

4.SPRT ÖZELLİKLERİ

SPRT' lerin sıcaklığa karşı direnç oluşturan elemanları saf platinden yapılmalı ve civa sabit noktası ile galyum sabit noktasında aşağıda belirtilen şartları sağlamalıdır [2]:

$$W(302,9146 \text{ K}) \geq 1,188 \text{ 07} \quad (3)$$

$$W(234,3156 \text{ K}) \leq 0,844 \text{ 235} \quad (4)$$

Gümüş donma noktasında kullanılacak bir SPRT ise, ek olarak aşağıdaki şartı sağlamalıdır.

$$W(1234,93 \text{ K}) \geq 4,2844 \quad (5)$$

Bu şartları sağlayan direnç termometreleri SPRT' dir ve ITS-90 termometreleri olarak adlandırılır. Bu tür termometrelerin sabit noktalarda kalibrasyonu önerilir. Civa sabit noktası ile alüminyum donma noktası arasında kalibre edilecek termometreler için kullanılacak sapma fonksiyonu iki aralıkta verilir.

Sıcaklık aralığı -38,8344 °C' den 29,7646 °C'ye aşağıdaki gibidir [2]:

$$\Delta W(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1]^2.$$

Sıcaklık aralığı 0,01 °C'den 660,323 °C'ye ise [2] s.18

$$\Delta W(T_{90}) = a[W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1]^2 + c [W(T_{90}) - 1]^3. \quad (7)$$

W(T₉₀): sabit noktalarda ölçülen oran değeri; a,b ve c sapma fonksiyonu kullanılarak bulunacak katsayılarıdır.

5.ÇALIŞMA TERMOMETRELERİ

Yukarıda belirtilen şartları sağlamayan ancak doğruluğu yüksek olan termometreler çalışma termometreleri olarak kullanılır. Bu tür termometrelere, müşteri isteğine bağlı olarak sabit noktalarda veya endüstriyel (2. düzey) kalibrasyon yapılır. Kalibrasyonu yapılacak sıcaklık aralığına göre kalibrasyon banyoları ve fırınlar kullanılır. Termometrenin direnç değerinin değişimi uygulanan sıcaklığın polinomudur.

0°C nin üstündeki ölçümler için ;

$$W(t) = R(t)/R(0^{\circ}\text{C}) = 1 + At + Bt^2 \quad (8)$$

0°C nin altındaki ölçümler için;

$$W(t) = R(t)/R(0^{\circ}\text{C}) = 1 + At + Bt^2 + Ct^3(t-100) \quad (9)$$

$R(0^{\circ}\text{C})$: 0 °C de ölçülen direnç değeri; $R(t)$: t sıcaklığında ölçülen direnç değeridir.

6.DİRENÇ ORANI VE T_{90} ARASINDAKİ İLİŞKİ

ITS-90 da tanımlı sıcaklıklar T_{90} sıcaklığında ölçülen direnç $R(T_{90})$ değerinin SÜN $R(273,16 \text{ K})$ 'daki direnç değerine oranı ile ifade edilir [2].

$$W(T_{90}) = R(T_{90})/R(273,16 \text{ K}) \quad (10)$$

T_{90} sıcaklığı aşağıdaki bağıntıdan hesaplanır:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = \Delta W(T_{90}) \quad (11)$$

Burada; $W(T_{90})$ ölçülen değer, $W_r(T_{90})$ referans fonksiyonlardan hesaplanan değer ve $\Delta W(T_{90})$ ise SPRT nin referans fonksiyondan sapmasıdır.

7.KALİBRASYON GEÇERLİLİĞİNİN KONTROLÜ

SPRT' ler genellikle laboratuvarın transfer standardı olarak kullanılır. Ulusal Metroloji Enstitülerinde veya akredite olmuş kalibrasyon laboratuvarlarında, müşterinin isteği doğrultusunda belirlenen sıcaklık aralığında sabit noktalarda kalibre edilir. Laboratuvarın olanaklarına göre primer standardıdır. İkinci düzey referans termometrelerin kalibrasyonunda veya çalışma termometrelerinin kalibrasyonunda referans olarak kullanılır. Kullanılan termometrelerin kaymalarını kontrol altında tutmak amacıyla ara kontroller yapılır.Eğer laboratuvar suyun üçlü noktası hücrelerine sahipse ve termometre sabit noktalarda kalibre edilmişse; termometrenin SÜN değeri kontrol edilir. Çalışma termometreleri genelde ITS-90 olmayan termometreler olduğu için, karşılaştırma metoduna göre 2. düzey referans kalibrasyon noktasında yani buz noktasında kontrol edilir.

7.1.TSE KALİTE KAMPUSU SICAKLIK KALİBRASYON LABORATUVARI İMKANLARI

TSE Kalite Kampüsü Sıcaklık Kalibrasyon Laboratuvarı -40 °C'den +660 °C'ye kadar olan aralıkta ITS-90 sıcaklık ölçeğini oluşturan civa (Hg),SÜN (H_2O),galyum (Ga), kalay (Sn), çinko(Zn) ve Alüminyum (Al)sabit noktalarına , SPRT' lere ve platin direnç çalışma referanslarına sahiptir. Çalışma termometrelerimizin W değerleri ITS-90 termometrelere yakındır. TSE Kalite Kampüsü Sıcaklık Kalibrasyon Laboratuvarı TÜRKAK' tan karşılaştırma metoduna göre ısı ölçer, sıvılı cam termometre, platin direnç termometre ve radyasyon termometreleri konusunda akreditedir. Sabit noktalarda direnç termometrelerinin kalibrasyonu konusunda kapsam genişletmeyi hedeflemektedir. SPRT' lerin ve platin direnç çalışma termometrelerinin kalibrasyonlarının geçerliği için yapılan kontrol ölçümlerinde suyun üçlü noktası hücresi kullanılmaktadır.

7.2. KARAR KRİTERLERİ

Bilindiği üzere; termometrenin SÜN' daki kontrol ölçümlerinde ölçülen direnç değeri ile kalibrasyon sertifikasında verilen direnç değeri ve ölçüm belirsizliği dikkate alınarak karşılaştırılır. Yani,

$$\text{Ölçülen değer} \leq \text{Sertifika değeri} + \text{ölçüm belirsizliği} \quad (12)$$

ise, termometrenin kalibrasyonunun geçerliliğine karar verilir. Aksi halde termometre ile yapılan çalışma durdurulur ve termometrenin kalibrasyonu yenilenir.

Bu çalışmada, örnek olarak bir SPRT' nin ve bir çalışma termometresinin son iki kalibrasyon sertifikası dikkate alındı ve sapmaları karşılaştırıldı. Yapılmak istenen; sadece SÜN ölçümlerine bakarak diğer sabit noktalarda da kalibrasyonun geçerliliğine karar verebilir miyiz bunu irdelemektir. SPRT Ulusal Metroloji Enstitüsü'nde sabit noktalarda kalibre edilmiştir. Çalışma termometresi ise laboratuvarın kendi sabit noktaları kullanılarak kalibre edilmiştir. Karşılaştırmada düzenlenen kalibrasyon sertifikalarındaki değerler dikkate alınmıştır. Her iki termometrenin kalibrasyon geçerliliği için kontrol ölçümleri SÜN' de yapılmaktadır. SPRT' nin son iki kalibrasyon sertifikasında sabit noktalarda yapılan ölçüm değerleri (Tablo-2)' de ; çalışma termometresinin ölçüm değerleri (Tablo-3)' te ve (Tablo-4)' te ise her iki termometrenin fark W değerleri verilmiştir.

(Tablo-2) ve (Tablo-4) incelediğinde SPRT 048 seri numaralı termometrenin SÜN noktasında ölçülen dirençlerindeki sapma iki kalibrasyon periyodu arasında 1 mK den azdır. Kısa dönem kararlılığa bakınca her iki kalibrasyon sertifikasındaki değişim 0,9 mK ve 0,8 mK' dir ve verilen belirsizlik sınırları içerisinde yer almaktadır. Termometrenin SÜN'da yapılan ölçümlerdeki direnç değerini dikkate alarak, Al sabit noktasındaki değişime bakarsak 0,2 mK' lik fark görürüz ancak burada verilen belirsizlik 8 mK dir ve bu değerde belirsizlik sınırları içinde kalmaktadır.

Aynı şekilde çalışma termometresi için (Tablo-4) ve (Tablo-3)' e bakınca SÜN' deki 1,5 mK' lik değişimin Zn sabit noktasındaki değişimle karşılaştırması yapılırsa 1,1 mK lik bir değişim görülür. Bu değer de verilen belirsizlik sınırları içerisinde dir. Ayrıca Ölçümün yapıldığı SÜN hücresinin belirsizliği 0,3 mK' dir. Direnç ölçümleri için kullanılan direnç köprüsünün belirsizliği ise 1 mK' dir.

8.SONUÇ

SÜN' daki değişimin diğer sabit noktalara olan etkisi belirsizlik sınırları içinde kalmaktadır.Buna göre SÜN' da yapılan ölçümleri dikkate alarak kalibrasyonun geçerliliği hakkında karar vermek ve kalibrasyon periyotlarını tayin etmek doğru bir işlemdir.

TABLO 2. SPRT -048 Seri numaralı kalibrasyon sertifikası W değerleri,SÜN direnç değerleri ve belirsizlik.

ITS-90/t°C	2002.FSI.175/ W ₁ (t ₉₀)	Belirsizlik / °C	2005.FSI.006/ W ₂ (t ₉₀)	Belirsizlik / °C
-38,8344	0,8441744	0,001	0,8441774	0,001
29,7646	1,1181125	0,001	1,1181127	0,001
231,928	1,8925963	0,002	1,8925923	0,003
419,527	2,5685491	0,004	2,5685494	0,004
660,323	3,3754229	0,008	3,375421	0,008
1.SÜN(0,01°C)	25,23308 Ω	0,001 °C	25,23303 Ω	0,001 °C
2.SÜN(0,01°C)	25,23317 Ω	0,001 °C	25,23311 Ω	0,001 °C

TABLO 3. A1 Seri numaralı kalibrasyon Sertifikası W değerleri,SÜN direnç değerleri ve belirsizlik.

ITS-90/t°C	S04 0963/ $W_1(t_{90})$	Belirsizlik / °C	06 04 2005/ $W_2(t_{90})$	Belirsizlik / °C
-38,8344	0,844277309	0,005	0,844280742	0,005
29,7646	1,118025783	0,005	1,118027221	0,005
231,928	1,891952381	0,005	1,891955528	0,005
419,527	2,567394632	0,005	2,567399627	0,005
1.SÜN(0,01°C)	100,0187 Ω	0,005 °C	100,0190 Ω	0,005 °C
2.SÜN(0,01°C)	100,0185 Ω	0,005 °C	100,0192 Ω	0,005 °C

TABLO 4. SPRT 048 ve A1 seri numaralı termometrelerin fark W , SÜN fark direnç değerleri ve belirsizlik.

ITS-90/t°C	SPRT 048 (W_2-W_1)	Belirsizlik / °C	A1 (W_2-W_1)	Belirsizlik / °C
-38,8344	3,000000E-06	0,001	3,43368E-06	0,005
29,7646	2,000000E-07	0,001	1,43749E-06	0,005
231,928	-4,000000E-06	0,002	3,14769E-06	0,005
419,527	3,000000E-07	0,004	4,99468E-06	0,005
660,323	-1,900000E-06	0,008		
FARK1.SÜN(0,01°C)	-5E-05 Ω	0,001 °C	0,0003 Ω	0,005 °C
FARK 2.SÜN(0,01°C)	-6E-05 Ω	0,001 °C	0,0007 Ω	0,005 °C

7.REFERANSLAR

- [1] J.V.Nicholas,D.R.White "Traceable Temperatures" Wiley ,England,1998,s.81
 [2] B.W.Mangum,G.T.Furukawa "NIST Technical Note 1265" Gaithersburg, August,1990,s.3 -19