

Physikalisch- Technische Bundesanstalt




**Vergleichsbericht
DKD-V 5.1**

**Kalibrierung von Temperatur-
Blockkalibratoren bei
Temperaturen oberhalb von
600 °C /
Pilotstudie zur Ermittlung der
Messunsicherheit**

Ausgabe 12/2017

<http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A>



	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	2 / 35

Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Im DKD sind Kalibrierlaboratorien von Industrieunternehmen, Forschungsinstituten, technischen Behörden, Überwachungs- und Prüfinstitutionen seit der Gründung 1977 zusammengeschlossen. Am 03. Mai 2011 erfolgte die Neugründung des DKD als *technisches Gremium* der PTB und der akkreditierten Laboratorien.

Dieses Gremium trägt die Bezeichnung Deutscher Kalibrierdienst (DKD) und steht unter der Leitung der PTB. Die vom DKD erarbeiteten Richtlinien und Leitfäden stellen den Stand der Technik auf dem jeweiligen technischen Fachgebiet dar und stehen der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) für die Akkreditierung von Kalibrierlaboratorien zur Verfügung.

Die akkreditierten Kalibrierlaboratorien werden von der DAkkS als Rechtsnachfolgerin des DKD akkreditiert und überwacht. Sie führen Kalibrierungen von Messgeräten und Maßverkörperungen für die bei der Akkreditierung festgelegten Messgrößen und Messbereiche durch. Die von ihnen ausgestellten Kalibrierscheine sind ein Nachweis für die Rückführung auf nationale Normale, wie sie von der Normenfamilie DIN EN ISO 9000 und der DIN EN ISO/IEC 17025 gefordert wird.

Kontakt:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)


DKD-Geschäftsstelle

Bundesallee 100 38116 Braunschweig

Postfach 33 45 38023 Braunschweig

Telefon Sekretariat: (05 31) 5 92-8021

Internet: www.dkd.eu

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	3 / 35

Zitiervorschlag für die Quellenangabe:

Vergleichsbericht DKD-V 5.1 Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit, Ausgabe 12/2017, Revision 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. DOI: 10.7795/550.20180117A


Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC by-nc-nd 3.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). In diesem Zusammenhang bedeutet „nicht-kommerziell“ (NC), dass das Werk nicht zum Zwecke der Einnahmenerzielung verbreitet oder öffentlich zugänglich gemacht werden darf. Eine Nutzung seiner Inhalte für die gewerbliche Verwendung in Laboratorien ist ausdrücklich erlaubt.



Autoren:

Dr. Barbara Werner, ZMK & ANALYTIK GmbH, Wolfen;
Dr. Olaf Schnelle-Werner, ZMK & ANALYTIK GmbH, Wolfen;
Dr. Diana Jehnert, ZMK & ANALYTIK GmbH, Wolfen;
Dipl.-Math. Nadine Schiering, ZMK & ANALYTIK GmbH, Wolfen;
Dr. Steffen Rudtsch, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Fachbereich 7.4, Berlin

Herausgegeben von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) für den Deutschen Kalibrierdienst (DKD) als Ergebnis der Zusammenarbeit der PTB mit dem Fachausschuss *Temperatur und Feuchte* des DKD.


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	4 / 35

Vorwort

DKD-Vergleichsberichte verfolgen das Ziel, die Ergebnisse von Vergleichsmessungen offenzulegen, die im Rahmen des Deutschen Kalibrierdienstes organisiert, durchgeführt bzw. ausgewertet wurden. Sie enthalten zahlreiche Informationen über die Messfähigkeiten der teilnehmenden Kalibrierlaboratorien und die Vergleichbarkeit von Messungen. In den Vergleichsberichten wird die Sichtweise der Autoren wiedergegeben, die nicht notwendigerweise in allen Details der Sichtweise des Vorstands oder der Fachausschüsse des DKD entsprechen muss.


Die DKD-Vergleichsberichte sollen die im Vergleich untersuchten Aspekte und Ergebnisse der Kalibrierung darstellen und durch die Publikation im Rahmen des DKD der großen Gemeinschaft der Kalibrierlaboratorien national und international zugänglich machen.

Experten- und Vergleichsberichte müssen nicht vom Vorstand genehmigt werden (Beschluss auf der 5. DKD-Vorstandssitzung), sondern nur vom jeweiligen Fachausschuss und der Geschäftsstelle.

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	5 / 35

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung und Zielstellung	6
2	Teilnehmer	7
3	Zeitraum des Ringvergleiches / der Pilotstudie	9
4	Gegenstand des Ringvergleiches / der Pilotstudie.....	11
5	Angewendete Kalibrierverfahren / Normalmesstechnik	13
5.1	Aufgabenstellung	13
5.2	Verwendete Normalmesstechnik.....	15
6	Ergebnisse des Ringvergleiches / der Pilotstudie	17
6.1	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 01	17
6.2	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 02.....	18
6.3	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 03.....	19
6.4	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 04.....	20
6.5	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 05.....	21
6.6	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 06.....	22
6.7	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 07.....	22
6.8	Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 08.....	23
7	Bestimmung der axialen Homogenität als wesentlicher Unsicherheitsbeitrag.....	24
8	Auswertung des Ringvergleiches / der Pilotstudie	28
9	Literaturverzeichnis	34

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	6 / 35

1 Einführung und Zielstellung

Im Rahmen des Ringvergleiches / der Pilotstudie sollte das Verhalten von Temperatur-Blockkalibratoren im Temperaturbereich oberhalb von 600 °C untersucht werden.

Die Messunsicherheiten für die Kalibrierung von Blockkalibratoren bei hohen Temperaturen wurden bisher nicht basierend auf realen Messungen abgeschätzt.

Untersuchungen der PTB aus dem Jahr 2011 haben gezeigt, dass diese Abschätzung der Messunsicherheiten die realen Einflüsse nur unzureichend widerspiegelt.

Daraus abgeleitet war es erforderlich, durch reale Messungen im Rahmen eines Ringvergleiches / einer Pilotstudie die Einflüsse zu ermitteln und die Verfahrensweise zur Berechnung der Messunsicherheit abzustimmen.

Das Ziel war, aufgrund der ermittelten Ergebnisse, die Einflüsse auf das Kalibrierergebnis zu quantifizieren und kleinste angebbare Messunsicherheiten für die Kalibrierung von Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C abzuleiten.

Der Untersuchung der axialen Homogenität bzw. der Wärmeableitung wurde dabei eine besondere Bedeutung beigemessen, da diese Einflüsse einen sehr großen Beitrag zur Messunsicherheit darstellen. Es wurden verschiedene Arten von Thermometern bzw. Thermoelementen verwendet, um den Einfluss möglichst genau zu ermitteln.

Im Abschnitt 5 wird die verwendete Normalmesstechnik der einzelnen Teilnehmer näher beschrieben.


Die Durchführung des Ringvergleiches / der Pilotstudie erfolgte in Abstimmung mit der Arbeitsgruppe 7.42 der PTB Berlin. Das Kalibrierlaboratorium D-K-15186-01 der ZMK & ANALYTIK GmbH hat die Funktion des Pilotlabors übernommen.

Die Teilnehmer sowie das Pilotlabor übermittelten Ihre Messergebnisse zunächst an das Fachlaboratorium der PTB. Anschließend wurden alle Messergebnisse an das Pilotlabor zur Auswertung übergeben.

Es wurden zwei Temperatur-Blockkalibratoren von zwei Herstellern zur Verfügung gestellt.

Einer der beiden Blockkalibratoren entsprach nicht den Anforderungen an die Stabilität von Vergleichsmessungsgegenständen und wurde daher bei der abschließenden Bewertung nicht berücksichtigt.

Die Teilnehmer des Ringvergleiches arbeiteten nach ihren akkreditierten Kalibrierverfahren, welche auf der Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-4 [1] basieren.

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	7 / 35

2 Teilnehmer

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Arbeitsgruppe 7.42 Temperatursensorik
Abbestraße 2-12
10587 Berlin-Charlottenburg

Ansprechpartner: Herr Dr. Steffen Rudtsch
Tel.: +49 30 3484-7650
E-Mail: Steffen.Rudtsch@ptb.de

Anbieter von Eignungsprüfungen D-EP-15186-01 mit dem Kalibrierlaboratorium D-K-15186-01 (Pilotlabor)

Zentrum für Messen und Kalibrieren & ANALYTIK GmbH
Ortsteil Wolfen
P-D ChemiePark Bitterfeld-Wolfen
Areal A, Filmstraße 7
06766 Bitterfeld-Wolfen

Ansprechpartner: Herr Dr. Olaf Schnelle-Werner
Frau Dr. Barbara Werner
Frau Dr. Diana Jehnert
Tel.: +49 3494 6973-0
Fax: +49 3494 6973-34
E-Mail: vergleichsmessungen-zmk@outlook.de


Kalibrierlaboratorium D-K-15032-01

AMETEK GmbH
Rudolf-Diesel-Straße 16
40670 Meerbusch
Ansprechpartner: Herr Emil Gümüsdagli (2013)

Kalibrierlaboratorium D-K-15219-01

imetrolgie GmbH
Institut für Metrologie und Prozesstechnologie
Luitpoldstraße 3
97264 Helmstadt

Ansprechpartner: Herr Herbert Kirchner
Tel: +49 9369 9845559
Fax: +49 9369 9848687
E-Mail: herbert.kirchner@imetrolgie.com

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	8 / 35

Kalibrierlaboratorium D-K-15070-01

testo industrial services GmbH
Gewerbestraße 3
79199 Kirchzarten

Ansprechpartner: Herr Eugen Sander
Tel: +49 7661 90901-8412
Fax: +49 7661 90903-8412
E-Mail: esander@testo.de

Kalibrierlaboratorium D-K-11055-06

Siemens AG
Günther-Scharowsky-Straße 2
91058 Erlangen

Ansprechpartner: Herr Walter Meier
Tel: +49 9131 7-32158
Fax: +49 9131 7-32189
E-Mail: waltermeier@siemens.com

Kalibrierlaboratorium D-K-15105-01

WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG
Alexander-Wiegand-Straße 30
63911 Klingenberg/Main

Ansprechpartner: Herr Harald Hartl
Tel: +49 9372 132-0
Fax: +49 9372 132-406
E-Mail: Harald.Hartl@wika.com

3 Zeitraum des Ringvergleiches / der Pilotstudie

Der Verlauf der Pilotstudie erfolgte in Form eines Ringvergleichs.

Die PTB und das Pilotlaborium führten zu Beginn und am Ende des Ringvergleiches eine Kalibrierung des Temperatur-Blockkalibrators durch, um das Messergebnis abzusichern und die Stabilität des Kalibriergegenstandes nachzuweisen.

In der Mitte des Ringvergleiches haben die ersten Teilnehmer ihre Messergebnisse an die PTB übermittelt, um diese auf Plausibilität zu prüfen. Nach positiver Prüfung durch die PTB wurde der Ringvergleich fortgesetzt.

Die Aufgabe des Pilotlaboriums war es, den Prozess zu begleiten und die Messergebnisse in Abstimmung mit der PTB auszuwerten. Das methodische Herangehen entsprach der Norm ISO/IEC 17043:2010 [2].

Der Verlauf des Ringvergleiches / der Pilotstudie ist in der Abb. 1 dargestellt.

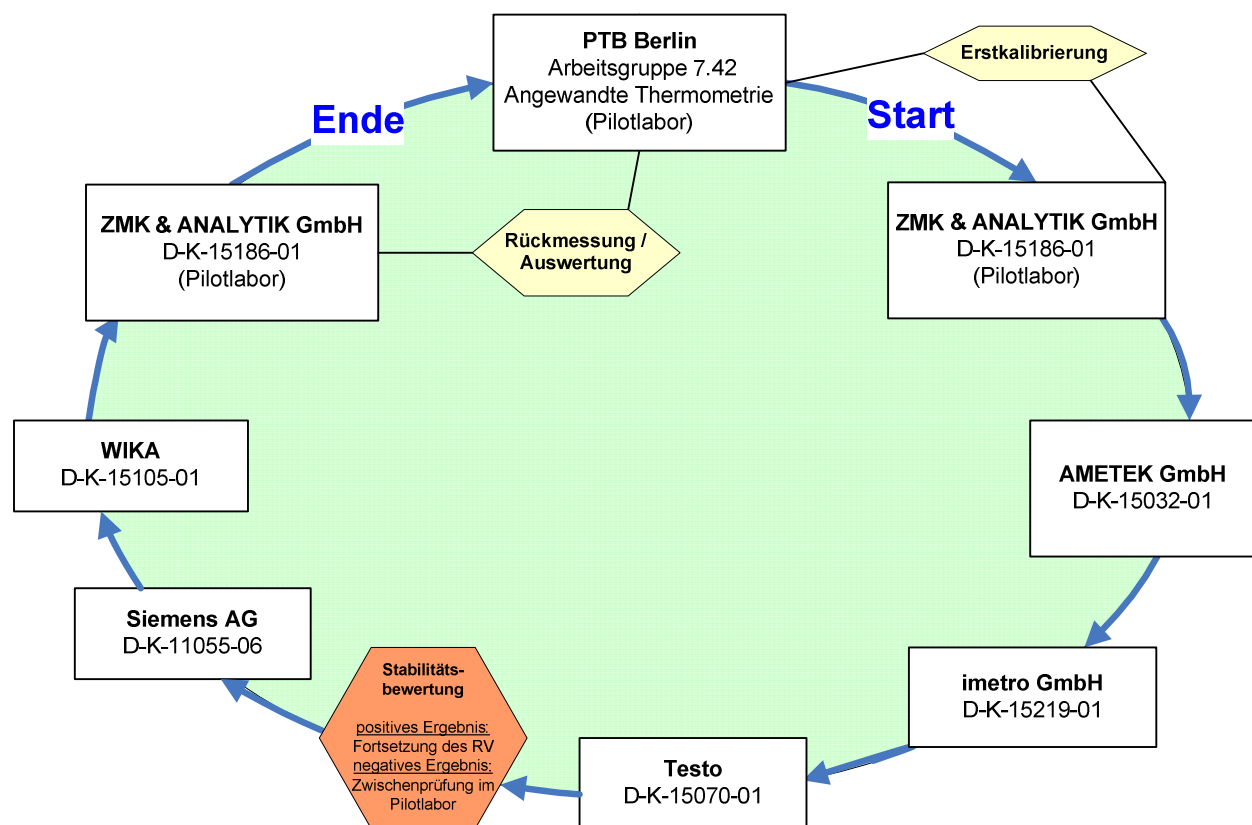



Abb. 1: Verlauf des Ringvergleiches / der Pilotstudie V/0005/13
 „Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit“

Die Kalibriergegenstände wurden den Teilnehmern für eine vereinbarte Zeit zur Verfügung gestellt. Die Abgabe der Kalibrierergebnisse sollte spätestens zwei Wochen nach Abschluss


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	10 / 35

der Messungen erfolgen. Vereinzelt traten Verzögerungen auf. Diese wurden mit dem Pilotlabor und den darauf folgenden Teilnehmern abgestimmt. Ein Teilnehmer hatte eine erhebliche Verzögerung bei der Abgabe seiner Messergebnisse. Diese wurde in Abstimmung mit der PTB toleriert.

In der folgenden Tabelle 1 sind die Zeiträume der Messungen der einzelnen Teilnehmer aufgeführt.

Tabelle 1: Zeiträume der Messungen der einzelnen Teilnehmer

Zeitraum	Aktivität
05/2012 bis 09/2012	Planungsphase
10/2012-02/2013	Erst-Kalibrierung in der PTB
04/2013	Erst-Kalibrierung im Pilotlabor (ZMK)
14.05. bis 26.06.2013	Kalibrierung im D-K-15032-01 (Ametek)
27.06. bis 12.08.2013	Kalibrierung im D-K-15219-01 (imetrologie)
13.08. bis 02.09.2013	Kalibrierung im D-K-15070-01 (testo)
29.08.2013	Zwischenauswertung durch die PTB: Bewertung der Stabilität des Kalibriergegenstandes anhand der bisherigen Messergebnisse der Teilnehmer
03.09. bis 26.09.2013	Kalibrierung im D-K-11055-06 (Siemens)
27.09. bis 21.10.2013	Kalibrierung im D-K-15105-01 (WIKA)
22.10.2013 bis 05.01.2014	Abschließende Kalibrierung im Pilotlabor (ZMK)
07.01. bis 10.04.2014	Abschließende Kalibrierung in der PTB
05/2014 bis 05/2015	Aus- und Bewertungsphase (Pilotlabor und PTB)
03/2015	Abgabe der letzten Ergebnisse eines Teilnehmers
05.06.2015	Vorstellung der Ergebnisse (anonymisiert) auf der DKD-Fachausschuss-Sitzung Temperatur und Feuchte
06/2015 bis 04/2016	Abstimmung mit der PTB / Erstellung des Berichtsentwurfes

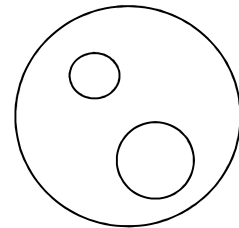
	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	11 / 35

4 Gegenstand des Ringvergleiches / der Pilotstudie

Der im Folgenden aufgeführte Temperatur-Blockkalibrator wurde von der Fa. Ametek GmbH zur Verfügung gestellt.

Temperatur-Blockkalibrator

Typ: CTC-1200A
 Hersteller: Ametek
 Serien-Nr.: 603307-00615
 Messbereich: 300 °C bis 1205 °C
 Display-Auflösung: 0,1 K



Einsatzhülsen: Material: Metall
 Hülse 1: Bohrungen: 5,1 mm // 7,5 mm Bohrung (Pflicht)
 Hülse 2: Bohrungen: 5,1 mm // 6,5 mm Bohrung (optional)
 Eintauchtiefe: 102 mm (136 mm mit Isolierstopfen)

Zubehör: 6 x Keramik-Stopfen
 Netzstecker
 Hülsenzange
 Diverse Anschlussleitungen
 Auflage für Abdeckung
 Diverse Bediendokumentation

Stabilität des Kalibriergegenstandes

Die Stabilität des Kalibriergegenstandes wurde durch die Eingangskalibrierung und die Rückmessung in der PTB und im ZMK überprüft. Zusätzlich erfolgte eine Stabilitätsbewertung in der Mitte des Ringvergleiches. Dazu haben die ersten Teilnehmer vorab ihre Messergebnisse bei 1200 °C an die PTB übergeben.

Die Ergebnisse wurden auf Plausibilität geprüft und bewertet. Auf der Grundlage der Prüfung wurde entschieden, dass keine Zwischenprüfung des Blockkalibrators im Pilotlabor erforderlich ist. Der Ringvergleich wurde beim nächsten Teilnehmer fortgesetzt.

In der Tabelle 2 sind die Ergebnisse der Eingangskalibrierungen und der Kalibrierung am Ende des Ringvergleiches des ZMK dargestellt.

Tabelle 2: Ergebnisse der Stabilitätskontrolle der Kalibriergegenstandes im Pilotlaboratorium D-K-15186-01 der ZMK & ANALYTIK GmbH

Mess- temperatur in °C	Eingangskalibrierung			Kalibrierung am Ende des Ringvergleiches	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) in K
	<i>Festgestellte Abweichung des Kalibriergegenstandes</i>			<i>Festgestellte Abweichung des Kalibriergegenstandes</i>	
	Abweichung Messung 1 in K	Abweichung Messung 2 in K	Abweichung Messung 3 in K	Abweichung in K	
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	2,0	1,9	1,9	2,0	2,4
960	2,8	2,8	2,5	2,6	7,0
1200	2,3	2,1	2,1	2,3	9,2

Die Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchungen zeigen eine gute Übereinstimmung im Rahmen der erweiterten Messunsicherheit. Die erforderliche Stabilität des Kalibriergegenstandes über den Zeitraum des Ringvergleiches wurde damit bestätigt.

Eingangsprüfung der Teilnehmer / Transport der Kalibriergegenstände


Der Kalibriergegenstand und das Zubehör wurden von den Teilnehmern nach Erhalt auf Vollständigkeit und Unversehrtheit geprüft.

Das Pilotlabor wurde über den Erhalt und das Ergebnis der Eingangsprüfung informiert.

Der Kalibriergegenstand ist vom Hersteller in einem Transportkoffer zur Verfügung gestellt worden.

Der Transport zum nächsten Teilnehmer erfolgte durch einen Mitarbeiter der teilnehmenden Laboratorien, auf Kosten des Teilnehmers, der den Transport durchführte. Alle Teilnehmer realisierten einen sicheren Transport.

Die zugeteilten Zeiträume für die Messungen in den einzelnen Kalibrierlaboratorien wurden in der Regel eingehalten. Vereinzelt kam es zu Verzögerungen. Diese wurden mit dem Pilotlabor und den darauf folgenden Teilnehmern abgestimmt.

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	13 / 35

5 Angewendete Kalibrierverfahren / Normalmesstechnik

5.1 Aufgabenstellung

Die Grundlage des Ringvergleiches / der Pilotstudie bildeten die Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-4 „Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren“ [1] und die akkreditierten Verfahren der Teilnehmer. Die folgenden Untersuchungen sollten entsprechend Aufgabenstellung durchgeführt werden.

1. Bestimmung der Anzeigeabweichung des Kalibrators im Vergleich zu einem kalibrierten Thermometer / Thermoelement an den folgenden Messpunkten:

600 °C, 960°C, 1200 °C

- Durchführung bei ansteigender und fallender Temperatur (Hysterese-Bestimmung)


2. Bestimmung der zeitlichen Stabilität an den angegebenen Messpunkten.
3. Bestimmung der axialen Temperaturstabilität entlang der Bohrung der Messzone in mindestens folgenden Abständen zum Boden der Bohrung: 0 mm, 20 mm, 40 mm
Die Länge des verwendeten Messensors (SPRT oder PRT) bzw. der Typ des Thermoelementes sollten angegeben werden. Für das Thermoelement sollten Angaben zur Homogenität gemacht werden.
In der PTB und im Pilotlaboratorium (ZMK) wurde ein speziell gefertigtes Stufen-thermoelement eingesetzt, um genauere Aussagen zur axialen Homogenität treffen zu können. Das Stufenthermoelement wird im Abschnitt 5.2 näher beschrieben.

4. *Optional, falls messtechnisch realisierbar (nicht zwingend erforderlich)*

Bestimmung der Temperaturunterschiede zwischen den Bohrungen, indem zu dem kalibrierten Thermometer / Thermoelement ein zweites Thermometer /

Thermoelement zweimal den Messort tauscht (Bohrung). Wenn möglich, sollten gegenüberliegende Bohrungen genutzt werden.

- wurde von keinem Teilnehmer durchgeführt -

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	14 / 35

5. Bestimmung der Temperatur in der Messzone bei unterschiedlicher Beladung
(optional)
- wurde von keinem Teilnehmer durchgeführt -

Weitere Vorgaben der Aufgabenstellung:

Vorbereitung der Kalibrierung

Die Blockkalibratoren sind so aufzustellen, dass nach allen Seiten ein Mindestabstand von 30 cm gewährleistet ist. Über dem Blockkalibrator sollte mindestens ein Meter frei sein. Die Hülse ist vorsichtig mit dem Spezialwerkzeug einzubringen.

Vorsichtsmaßnahmen

Generell sind die in den Bediendokumenten der Hersteller angegebenen Sicherheitshinweise zu beachten. Der Blockkalibrator muss mit dem vorgegebenen erforderlichen Mindestabstand frei stehen. Die Verwendung von Flüssigkeiten, Wärmeleitpaste, etc. in den Einsatzhülsen ist nicht erlaubt.

Umgebungsbedingungen

Die Kalibrierung sollte bei einer Umgebungstemperatur von 23 °C (± 2 K) durchgeführt werden. Die Umgebungstemperatur während der Messung ist zu dokumentieren.

Darstellung der Messergebnisse

Die Messergebnisse sollten in einem Kalibrierschein entsprechend DAkkS-DKD-5 [3] dargestellt werden.

Zur Vereinfachung der anschließenden Auswertung wurde den Teilnehmern zusätzlich eine Excel-Tabelle zur Verfügung gestellt, in der die Messergebnisse der einzelnen Untersuchungen eingetragen wurden.

Bezüglich der thermoelektrischen Homogenität des verwendeten Thermoelements sollte konkret angegeben werden wie diese ermittelt wurde.

Die Übermittlung der Messergebnisse erfolgte durch die Teilnehmer an die PTB.

*Das Pilotlaboratorium (ZMK) erhielt die Ergebnisse der anderen Teilnehmer zur Auswertung erst, **nachdem** es seine Messergebnisse der Erstmessung und der Rückmessung an die PTB übermittelt hatte.*

5.2 Verwendete Normalmesstechnik

Von den Teilnehmern wurden verschiedene Normal-Platinwiderstandsthermometer (SPRT), Platin-Widerstandsthermometer und Thermoelemente für die einzelnen Untersuchungen verwendet.

Für die Durchführung des Ringvergleiches wurde durch die Electrotherm Gesellschaft für Sensorik und thermische Meßtechnik mbH ein spezielles Stufenthermoelement nach Vorgaben der PTB gefertigt.

Durch den Einsatz des Stufenthermoelementes konnten die Aussagen zur axialen Homogenität / Wärmeableitung qualifiziert werden.

Die Messungen in der PTB und in der ZMK wurden zusätzlich mit einem Stufenthermoelement durchgeführt.

Die Abb. 2 zeigt den Aufbau des Stufenthermoelementes.

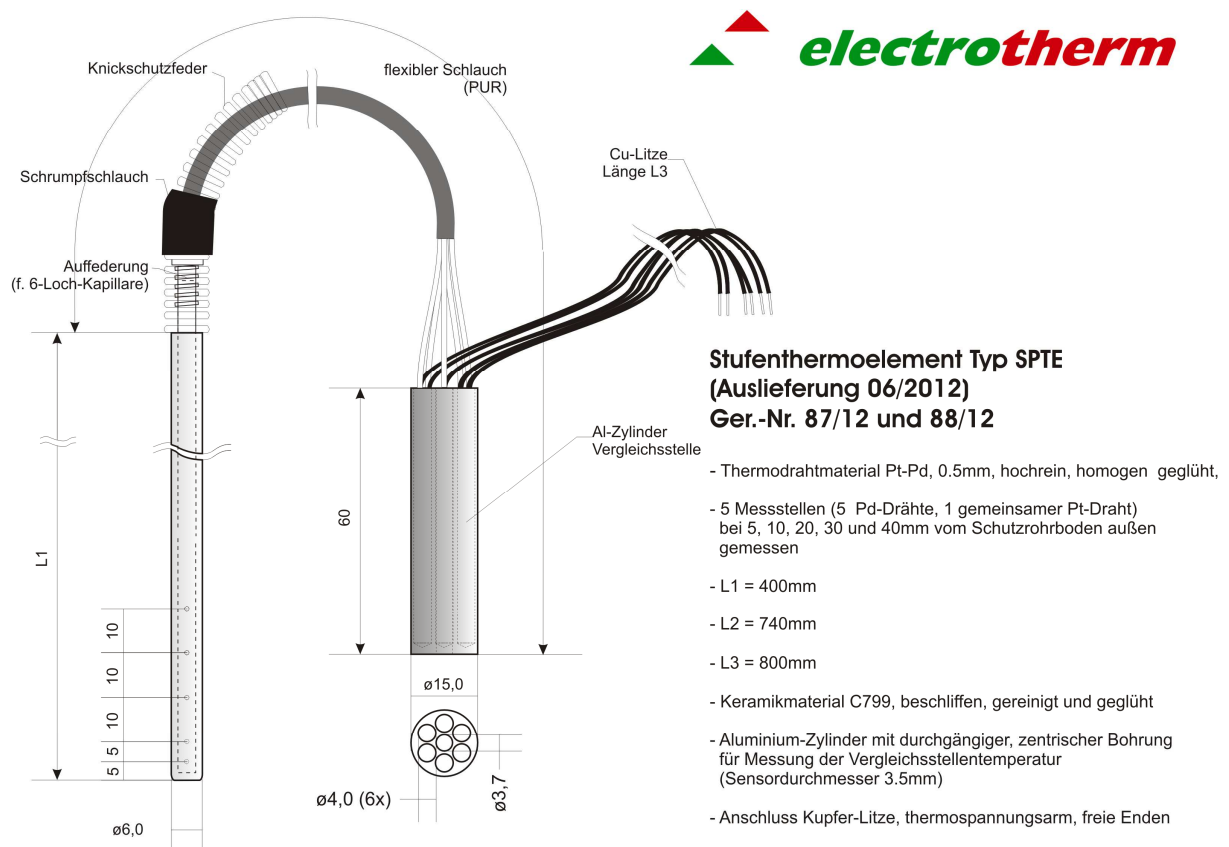



Abb. 2: Speziell gefertigtes Stufenthermoelement

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	16 / 35

Die Verwendung unterschiedlicher Thermometer und Thermoelemente ermöglichte eine komplexe Bewertung der ermittelten Messergebnisse.

Des Weiteren konnte aufgrund der Verwendung unterschiedlicher Normale eine Zuordnung von erreichbaren Messunsicherheiten zu den Messergebnissen erzielt werden.

In der Tabelle 3 ist eine Übersicht der verwendeten Normale dargestellt.

Tabelle 3: Übersicht der von den Teilnehmern verwendeten Normale

Art des Normals	Typ / Hersteller	Einsatzbereich / Messbereich	Durchmesser / Sensorlänge
Normal-Platinwiderstands- thermometer (SPRT)	Pt 25 / Rosemount	-200 °C bis 661 °C	5,8 mm / 38 mm
	Pt 25 / Rosemount	-200 °C bis 661 °C	5,8 mm / 38 mm
	Pt 25 / Rosemount	-200 °C bis 661 °C	5,5 mm / 40 mm
	Pt 25 / 5698-25 / Fluke	-200 °C bis 670 °C	7 mm / 40 mm
	Pt 25 / 5681 / Fluke	-200 °C bis 670 °C	7 mm / 38 mm
Hochtemperatur-Normal- Platinwiderstands- thermometer (SPRT)	5624 / Fluke	0 °C bis 1000 °C	6,4 mm / 45 mm
Platin-Widerstands- thermometer (PRT)	Pt 100 / 5609 / Fluke	-200 °C bis 670 °C	3 mm / 30 mm
Edelmetall-Thermoelement (TE)	Typ Pt/Pd / electrotherm	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -
	Typ Pt/Pd / electrotherm	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -
	Typ Pt/Pd / electrotherm	0 °C bis 1500 °C	6 mm / -
	Typ S / electrotherm	0 °C bis 1450 °C	6,1 mm / -
	Typ S / Heraeus	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -
	Typ S / Heraeus	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -
	Typ S / CTP9000	0 °C bis 1300 °C	7,1 mm / -
	Typ S / 5650 / Fluke	0 °C bis 1450 °C	6,4 mm / -
Stufen-Thermoelement (STE)	Pt/Pd / electrotherm	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -
	Pt/Pd / electrotherm	0 °C bis 1500 °C	7 mm / -

6 Ergebnisse des Ringvergleiches / der Pilotstudie

Die Ergebnisse wurden von den Teilnehmern in Kalibrierscheinen dokumentiert. Aufgrund der vereinbarten Geheimhaltung werden die Kalibrierscheinnummern im Bericht nicht aufgeführt. In den nachfolgenden Tabellen sind die Messergebnisse der Vergleichsmessung zusammenfassend dargestellt. Die angegebenen Messergebnisse sind Mittelwerte aus Mehrfachmessungen. Die Teilnehmer wurden durch Laborcodes verschlüsselt.

Angegeben ist die erweiterte Messunsicherheit, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ ergibt. Sie wurde gemäß DAkkS-DKD-3 [4] ermittelt. Der Wert der Messgröße liegt mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.

6.1 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 01

Tabelle 4: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 01

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	598,73	600,0	1,3	<i>Zusatzuntersuchung</i>
600	TE	598,62	600,0	1,4	2,5
960	TE	557,62	960,0	2,4	4,0
1200	TE	1199,07	1200,0	0,9	5,0

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	18 / 35

Tabelle 5: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 01

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	SPRT	0,02	0,46	6,9
600	TE	0,06	0,36	-
600	STE	-	-	14,6
960	TE	0,03	1,6	-
960	STE	-	-	17,2
1200	TE	0,05	0,03	7,4
1200	STE	-	-	17,5

6.2 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 02

Tabelle 6: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 02

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	599,55	600,0	0,5	<i>Zusatzuntersuchung / nicht für Kalibrierschein verwendet</i>
600	TE	598,01	600,0	2,0	
960	TE	957,4	960,0	2,6	7,0
1200	TE	1197,71	1200,0	2,3	9,2

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	19 / 35

Tabelle 7: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 02

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	SPRT	0,01	0,02	2,8
600	TE	0,02	0,05	4,1
600	STE	-	-	1,5
960	TE	0,01	0,04	6,7
960	STE	-	-	5,8
1200	TE	0,05	0,08	8,0
1200	STE	-	-	7,6

6.3 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 03

Tabelle 8: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 03

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	598,72	600,0	1,3	4,6
600	TE	598,39	600,0	1,6	3,8
960	TE	957,79	960,0	2,2	8,3
1200	TE	1198,69	1200,0	1,3	10,2
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm					
600	SPRT	598,50	600,0	1,5	4,5
600	TE	598,87	600,0	1,1	2,6
960	TE	958,08	960,0	1,9	6,4
1200	TE	1198,86	1200,0	1,1	8,3

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	20 / 35

Tabelle 9: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 03

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	SPRT	0,02	0,18	6,3
600	TE	0,19	0,12	9,5
960	TE	0,11	0,26	12,7
1200	TE	0,07	0,07	15,9
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm				
600	SPRT	0,13	0,12	6,4
600	TE	0,04	0,05	6,3
960	TE	0,06	0,24	12,2
1200	TE	0,04	0,00	15,1

6.4 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 04

Tabelle 10: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 04

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit (k = 2) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	599,02	600,0	1,0	<i>Zusatzuntersuchung / nicht für Kalibrierschein verwendet</i>
600	SPRT	598,65	600,0	1,4	<i>Zusatzuntersuchung / nicht für Kalibrierschein verwendet</i>
600	TE	599,64	600,0	0,4	3,6
960	SPRT	958,64	960,0	1,4	<i>Zusatzuntersuchung / nicht für Kalibrierschein verwendet</i>
960	TE	959,47	960,0	0,6	6,4
1200	TE	1200,11	1200,0	-0,1	7,9

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	21 / 35

Tabelle 11: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 04

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	SPRT	0,10	0,00	1,2
600	SPRT	0,05	0,05	0,9
600	TE	0,25	0,15	6,0
960	SPRT	0,26	0,00	2,5
960	TE	0,02	0,19	11,1
1200	TE	0,09	0,00	13,5

6.5 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 05


Tabelle 12: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 05

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit (k = 2) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	599,58	600,0	0,4	5,6
600	TE	598,03	600,0	2,0	<i>Zusatzuntersuchung / nicht für Kalibrierschein verwendet</i>
960	TE	957,41	960,0	2,6	17,9
1200	TE	1198,13	1200,0	1,9	14,4

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung

Tabelle 13: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 05

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	SPRT	0,03	0,39	4,7
600	TE	0,09	0,15	4,7
960	TE	0,04	0,01	15,3
1200	TE	0,05	0,01	12,2

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	22 / 35

6.6 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 06

Tabelle 14: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 06

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit (k = 2) in K
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm					
600	TE	598,57	600,0	1,4	3,9
960	TE	957,37	960,0	2,6	7,6
1200	TE	1199,26	1200,0	0,7	9,1

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung

Tabelle 15: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 06

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm				
600	TE	0,04	0,17	6,2
960	TE	0,04	0,33	12,9
1200	TE	0,06	0,17	15,1

6.7 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 07

Tabelle 16: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 07

Mess- temperatur in °C	Art des Normals	Anzeige / Messwert Normal * in °C	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand * in °C	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit (k = 2) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	TE	597,64	600,0	2,4	4,9
960	TE	957,10	960,0	2,9	8,0
1200	TE	1197,65	1200,0	2,3	9,8

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	23 / 35

Tabelle 17: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkkS-DKD-R 5-4 – Labor 07

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	TE	0,06	0,08	4,1
960	TE	0,07	0,18	6,8
1200	TE	0,12	0,15	8,4

6.8 Messergebnisse des Teilnehmers mit dem Laborcode 08

Tabelle 18: Bestimmung der Anzeigeabweichung – Labor 08

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Anzeige / Messwert Normal *	Anzeige / Messwert Kalibrier- gegenstand *	Abweichung in K	Erweiterte Messunsicherheit (k = 2) in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm					
600	SPRT	598,50	600,0	1,5	<i>Zusatzuntersuchung</i>
600	TE	597,83	600,0	2,2	2,5
960	TE	956,51	960,0	3,5	4,0
1200	TE	1196,82	1200,0	3,2	5,0
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm					
600	PRT	598,02	600,0	2,0	<i>Zusatzuntersuchung</i>
600	SPRT	598,35	600,0	1,7	<i>Zusatzuntersuchung</i>
600	TE	597,83	600,0	2,2	2,5
960	TE	956,90	960,0	3,1	4,0
1200	TE	1197,5	1200,0	2,5	5,0

* Mittelwert aus Auf- und Abwärtsmessung


Tabelle 19: Weitere Untersuchungsergebnisse nach DAkKS-DKD-R 5-4 – Labor 08

Mess- temperatur in °C	Art des Normal	Stabilität in K	Hysterese in K	Axiale Homogenität in K
Hülse 1 // Bohrungsdurchmesser 7,5 mm				
600	PRT	-	-	4,3
600	SPRT	0,02	0,00	6,1
600	TE	0,03	0,05	-
600	STE	-	-	2,3
960	TE	-	0,09	15,8
960	STE	-	-	6,7
1200	TE	0,02	0,01	13,4
1200	STE	-	-	10,0
Hülse 2 // Bohrungsdurchmesser 6,5 mm				
600	PRT	0,01	0,01	2,8
600	SPRT	0,06	0,02	5,9
600	TE	0,04	0,08	7,2
600	STE	-	-	1,9
960	TE	0,08	0,04	13,6
960	STE	-	-	5,4
1200	TE	0,02	0,01	18,0
1200	STE	-	-	8,3

7 Bestimmung der axialen Homogenität als wesentlicher Unsicherheitsbeitrag

Zusätzlich zur Anzeigeabweichung werden bei der Kalibrierung von Blockkalibratoren weitere Parameter bestimmt, die der Charakterisierung des Kalibriergegenstandes dienen und in die Messunsicherheitsbetrachtung integriert werden.

Einen wesentlichen Beitrag stellen die axiale Homogenität des Kalibriergegenstandes und die Wärmeableitung über das verwendete Normal dar. Beide Beiträge lassen sich schwer voneinander trennen und werden im Folgenden vereinfacht unter dem Begriff axiale Homogenität zusammengefasst. Die axiale Homogenität wird entsprechend der Richtlinie DAkKS-DKD-R 5-4 [1] entlang der Bohrung der Einsatzhülse des Blockkalibrators bestimmt. Im Rahmen der Pilotstudie wurde festgelegt, dass die axiale Homogenität in einer Messzone von 40 mm Länge am unteren Ende der Bohrungen zu bestimmen ist.

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	25 / 35

Die Teilnehmer verwendeten unterschiedliche Arten von Normalen, sodass ein möglichst breites Abbild der täglichen Praxis in Kalibrierlaboratorien widergespiegelt werden konnte. Die Tabelle 20 zeigt die Ergebnisse der Teilnehmer bei der Bestimmung der axialen Homogenität des Kalibriergegenstandes unter Verwendung verschiedener Normale.

Tabelle 20: Ergebnisse der Teilnehmer für die Bestimmung der axialen Homogenität des Kalibriergegenstandes

Teilnehmer / Laborcode	Art des Normals / verwendete Einsatzhülse	Ermittelte axiale Homogenität bei 600 °C	Ermittelte axiale Homogenität bei 960 °C	Ermittelte axiale Homogenität bei 1200 °C
		in K	in K	in K
01	SPRT / Hülse 1	6,9	-	-
01	TE / Hülse 1	-	-	-
01	Stufen-TE / Hülse 1	-	-	-
02	SPRT / Hülse 1	2,8	-	-
02	TE / Hülse 1	4,1	6,7	8,0
02	Stufen-TE / Hülse 1	1,5	5,8	7,6
03	SPRT / Hülse 1	3,9	-	-
03	TE / Hülse 1	6,6	14,4	17,7
03	SPRT / Hülse 2	3,9	-	-
03	TE / Hülse 2	4,3	11,0	14,2
04	SPRT / Hülse 1	1,2	-	-
04	SPRT / Hülse 1	0,9	2,6	-
04	TE / Hülse 1	6,0	11,1	13,5
05	SPRT / Hülse 1	4,7	-	-
05	TE / Hülse 1	4,7	15,3	12,2
06	TE / Hülse 2	6,2	12,9	15,1
07	TE / Hülse 1	4,1	6,8	8,4
08	SPRT / Hülse 1	6,2	-	-
08	TE / Hülse 1	-	15,8	13,4
08	Stufen-TE / Hülse 1	2,3	6,7	10,0
08	PRT / Hülse 2	2,8	-	-
08	SPRT / Hülse 2	5,9	-	-
08	TE / Hülse 2	7,2	13,6	18,0
08	Stufen-TE / Hülse 2	1,9	5,4	8,3

Die folgenden Abbildungen zeigen die grafische Darstellung der Untersuchungsergebnisse bzgl. der axialen Homogenität des Kalibriergegenstandes unter Verwendung der beiden Einsatzhülsen 1 und 2 mit unterschiedlichen Bohrungsdurchmessern.

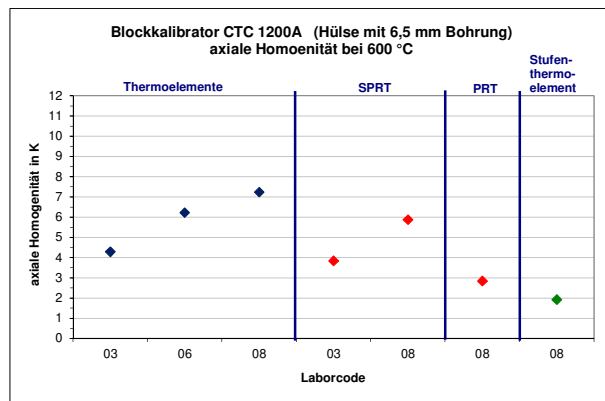
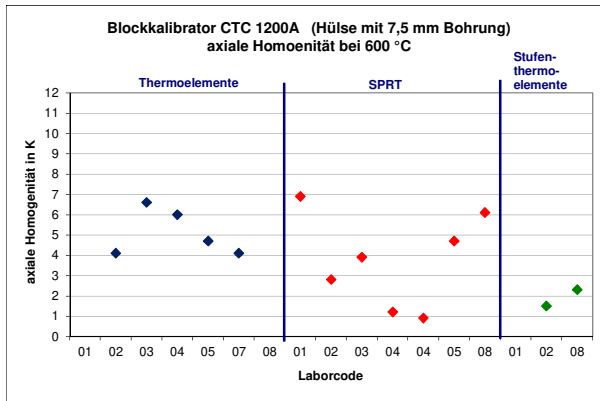


Abb. 3a / 3b: Grafische Darstellung der von den Teilnehmern ermittelten axialen Homogenität bei 600 °C in Hülse 1 und Hülse 2

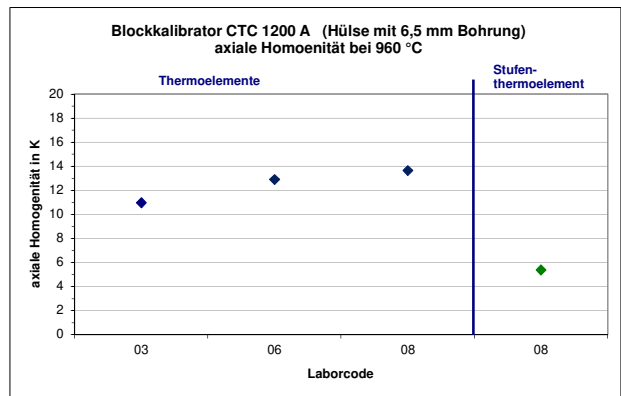
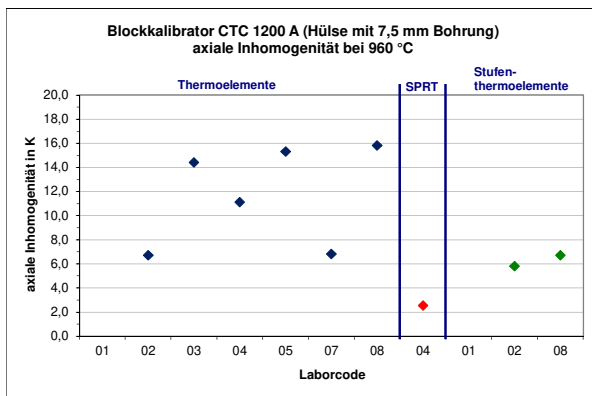


Abb. 4a / 4b: Grafische Darstellung der von den Teilnehmern ermittelten axialen Homogenität bei 960 °C in Hülse 1 und Hülse 2

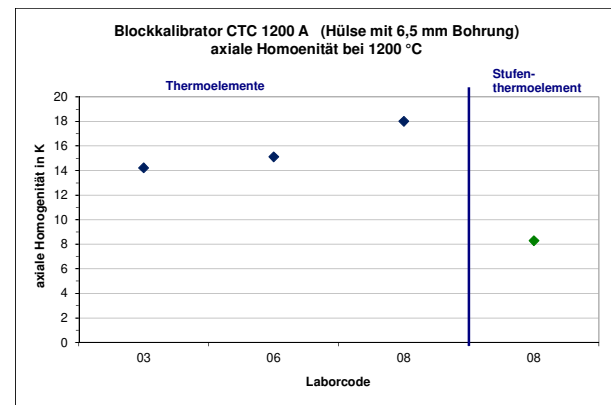
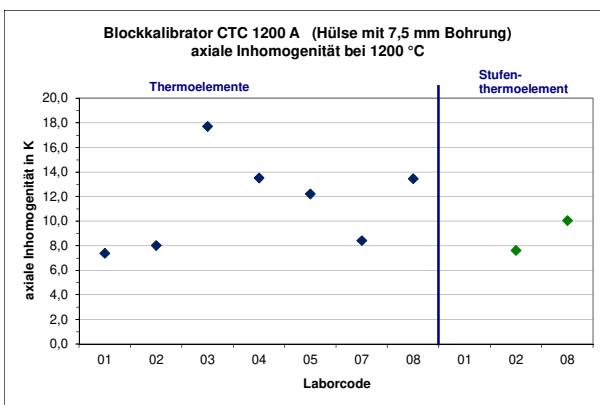


Abb. 5a / 5b: Grafische Darstellung der von den Teilnehmern ermittelten axialen Homogenität bei 1200 °C in Hülse 1 und Hülse 2

Resultierend aus den Untersuchungen der axialen Homogenität mit unterschiedlichen Normalen wurde deutlich, dass die bisherigen akkreditierten Messunsicherheiten der Kalibrierlaboratorien sehr optimistisch abgeschätzt wurden.

Basierend auf den Ergebnissen des Ringvergleiches / der Pilotstudie wurden die folgenden Untergrenzen für den in der Messunsicherheitsbilanz zu berücksichtigenden Beitrag für die axiale Homogenität von Hochtemperatur-Blockkalibratoren für Temperaturen oberhalb von 600 °C ermittelt (Tabelle 21).


Tabelle 21: Mindestwerte für den in der Messunsicherheitsbilanz zu berücksichtigenden Beitrag der axialen Homogenität
(für Hochtemperatur-Blockkalibratoren für Temperaturen oberhalb von 600 °C)

Messtemperatur in °C	Mindestwert für die axiale Homogenität von Blockkalibratoren $t_{max} - t_{min}$ in K
600	2,0
960	6,0
1200	8,0

Entsprechend der Richtlinie DAkKS-DKD-R 5-4 [1] ist der Beitrag der axialen Homogenität wie folgt in der Messunsicherheitsbilanz zu berücksichtigen:

$$u_i(t) = \frac{t_{max} - t_{min}}{2 \cdot \sqrt{3}} \quad (1)$$

Die Voraussetzung für diese Vorgehensweise ist, dass mindestens drei Einzelmessungen durchgeführt wurden, d.h. Messungen bei mindestens drei Eintauchtiefen über eine Länge von mindestens 4 cm.

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	28 / 35

8 Auswertung des Ringvergleiches / der Pilotstudie

Für die Auswertung des Ringvergleiches / der Pilotstudie wurden die von den Teilnehmern ermittelten Anzeigeabweichungen und die zugehörigen Messunsicherheiten im Vergleich zum Referenzwert und seiner Messunsicherheit betrachtet.

Der Referenzwert (bester Schätzwert) X_{Ref} wurde aus dem gewichteten Mittelwert der Ergebnisse aller Teilnehmer $x_{i,\text{Lab}}$ gebildet.

$$X_{\text{Ref}} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{x_{i,\text{Lab}}}{u_i^2}}{\sum_{i=1}^n \frac{1}{u_i^2}} \quad (2)$$

Der Ringvergleich wurde mit zwei Einsatzhülsen (Hülse 1 und 2) mit unterschiedlichen Bohrungsdurchmessern (7,5 mm und 6,5 mm) durchgeführt.

Die Mittelwerte der Teilnehmer-Ergebnisse mit der Hülse 1 und der Hülse 2 zeigten eine maximale Differenz von 0,2 K. Daher wurde der gewichtete Mittelwert aus allen Ergebnissen, unabhängig von der verwendeten Hülse, als Referenzwert gebildet.


Die Standardmessunsicherheit des Referenzwertes $u_{X_{\text{Ref}}}$ wurde nach Gleichung (3) aus den Standardmessunsicherheiten der Teilnehmer u_i berechnet [5].

$$\frac{1}{u_{X_{\text{Ref}}}^2} = \frac{1}{u_1^2} + \dots + \frac{1}{u_n^2} \quad (3)$$

In der Tabelle 22 sind die Messergebnisse der Teilnehmer, die daraus ermittelten Referenzwerte bei den einzelnen Messtemperaturen und die zugeordneten erweiterten Messunsicherheiten aufgeführt.

Tabelle 22: Messergebnisse der Teilnehmer und daraus berechnete Referenzwerte mit zugeordneten Messunsicherheiten

Teilnehmer / Laborcode	Messtemperatur: 600 °C		Messtemperatur: 960 °C		Messtemperatur: 1200 °C	
	Ermittelte Abweichung bei 600 °C	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k = 2$)	Abweichung bei 960 °C	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k = 2$)	Abweichung bei 1200 °C	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k = 2$)
	in K	in K	in K	in K	in K	in K
01	1,4	2,5	2,4	4,0	0,9	5,0
02	2,0	2,4	2,6	7,0	2,3	9,2
03	1,1	2,6	1,9	6,4	1,1	8,3
03	1,6	3,8	2,2	8,3	1,3	10,2
04	0,4	3,6	0,6	6,4	-0,1	7,9
05	0,4	5,6	2,6	17,9	1,9	14,4
06	1,4	3,9	2,6	7,6	0,7	9,1
07	2,4	4,9	2,9	8,0	2,3	9,8
08	2,2	2,5	3,5	4,0	3,2	5,0
08	2,2	2,5	3,1	4,0	2,6	5,0
Referenzwerte mit erweiterten Messunsicherheiten						
	600 °C		960 °C		1200 °C	
	Mittelwert der Abweichung	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k=2$)	Mittelwert der Abweichung	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k=2$)	Mittelwert der Abweichung	Erweiterte Mess- unsicherheit ($k=2$)
	in K	in K	in K	in K	in K	in K
	1,6	1,0	2,6	1,9	1,8	2,3

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	30 / 35

Zur Auswertung des Ringvergleiches / der Pilotstudie wurde der E_n -Wert berechnet, der das maßgebliche Qualitätskriterium darstellt.

Der E_n -Wert ist die auf die erweiterte Messunsicherheit normierte Differenz zwischen einem Messwert und seinem Referenzwert und wird nach der folgenden Formel (4) berechnet:

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{(U_{lab}^2 + U_{ref}^2)}} \quad (4)$$

x_{lab} Messwert des teilnehmenden Kalibrierlaboratoriums

x_{ref} Referenzwert

U_{lab} Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) des teilnehmenden Kalibrierlaboratoriums

U_{ref} Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) des Referenzwertes

In den Tabellen 23 bis 25 sind die Ergebnisse der Teilnehmer im Vergleich zu den Referenzwerten, einschließlich E_n -Wert zusammenfassend dargestellt.

Die Abbildungen 6 bis 8 zeigen die grafische Darstellung der Ergebnisse. Die rote durchgezogene Linie stellt den Referenzwert dar. Die unterbrochenen Linien stellen die erweiterte Messunsicherheit des Referenzwertes dar.

Tabelle 23: Zusammenfassende Ergebnisdarstellung für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 600 °C

Teilnehmer / Laborcode	Art des Normals / verwendete Einsatzhülse	Ergebnis des Teilnehmers		Referenzwert		E_n
		Ermittelte Abweichung bei 600 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	Abweichung bei 600 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	
		in K	in K	in K	in K	
01	TE / Hülse 1	1,4	2,5	1,6	1,0	0,07
02	TE / Hülse 1	2,0	2,4	1,6	1,0	0,15
03	TE / Hülse 1	1,6	3,8	1,6	1,0	0,18
03	TE / Hülse 2	1,1	2,6	1,6	1,0	0,00
04	TE / Hülse 1	0,4	3,6	1,6	1,0	0,32
05	SPRT / Hülse 1	0,4	5,6	1,6	1,0	0,21
06	TE / Hülse 2	1,4	3,9	1,6	1,0	0,05
07	TE / Hülse 1	2,4	4,9	1,6	1,0	0,16
08	TE / Hülse 1	2,2	2,5	1,6	1,0	0,22
08	TE / Hülse 2	2,2	2,5	1,6	1,0	0,22

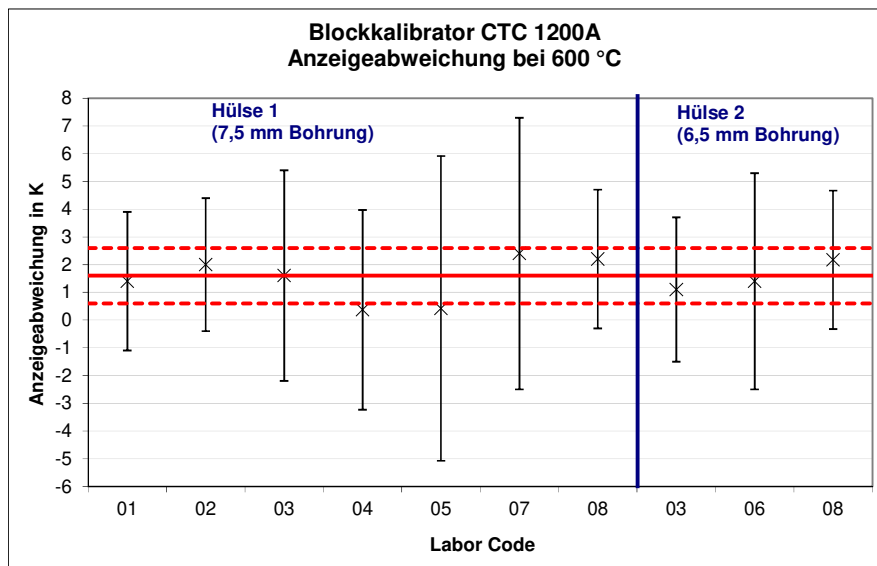


Abb. 6: Grafische Darstellung der Ergebnisse für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 600 °C

Tabelle 24: Zusammenfassende Ergebnisdarstellung für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 960 °C

Teilnehmer / Laborcode	Art des Normals / verwendete Einsatzhülse	Ergebnis des Teilnehmers		Referenzwert		E_n
		Ermittelte Abweichung bei 960 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	Abweichung bei 960 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	
		in K	in K	in K	in K	
01	TE / Hülse 1	2,4	4,0	2,6	1,9	0,05
02	TE / Hülse 1	2,6	7,0	2,6	1,9	0,00
03	TE / Hülse 1	2,2	8,3	2,6	1,9	0,10
03	TE / Hülse 2	1,9	6,4	2,6	1,9	0,05
04	TE / Hülse 1	0,6	6,4	2,6	1,9	0,30
05	TE / Hülse 1	2,6	17,9	2,6	1,9	0,00
06	TE / Hülse 2	2,6	7,6	2,6	1,9	0,00
07	TE / Hülse 1	2,9	8,0	2,6	1,9	0,04
08	TE / Hülse 1	3,5	4,0	2,6	1,9	0,20
08	TE / Hülse 2	3,1	4,0	2,6	1,9	0,11

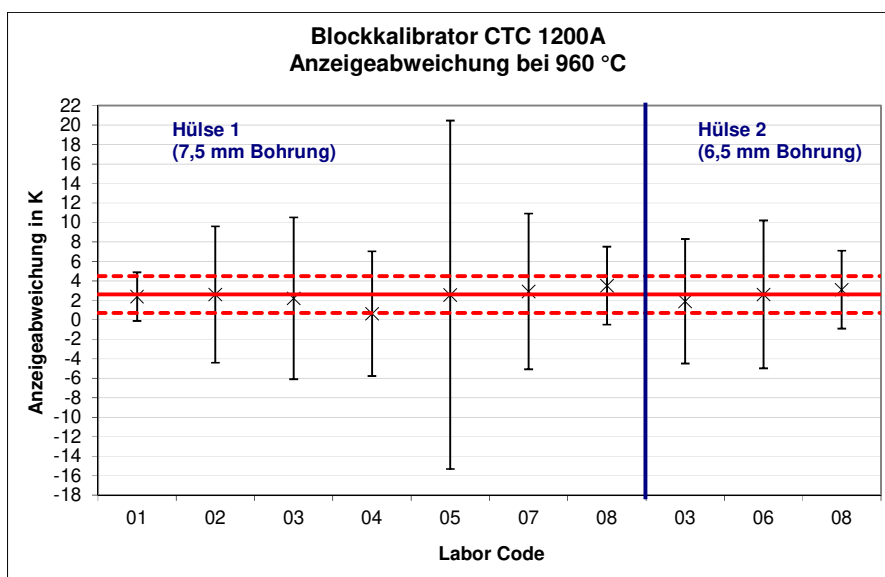


Abb. 7: Grafische Darstellung der Ergebnisse für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 960 °C

Tabelle 25: Zusammenfassende Ergebnisdarstellung für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 1200 °C

Teilnehmer / Laborcode	Art des Normals / verwendete Einsatzhülse	Ergebnis des Teilnehmers		Referenzwert		E_n
		Ermittelte Abweichung bei 1200 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	Abweichung bei 1200 °C	Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$)	
		in K	in K	in K	in K	
01	TE / Hülse 1	0,9	5,0	1,8	2,3	0,16
02	TE / Hülse 1	2,3	9,2	1,8	2,3	0,05
03	TE / Hülse 1	1,3	10,2	1,8	2,3	0,08
03	TE / Hülse 2	1,1	8,3	1,8	2,3	0,05
04	TE / Hülse 1	-0,1	7,9	1,8	2,3	0,23
05	TE / Hülse 1	1,9	14,4	1,8	2,3	0,00
06	TE / Hülse 2	0,7	9,1	1,8	2,3	0,12
07	TE / Hülse 1	2,3	9,8	1,8	2,3	0,05
08	TE / Hülse 1	3,2	5,0	1,8	2,3	0,25
08	TE / Hülse 2	2,6	5,0	1,8	2,3	0,14

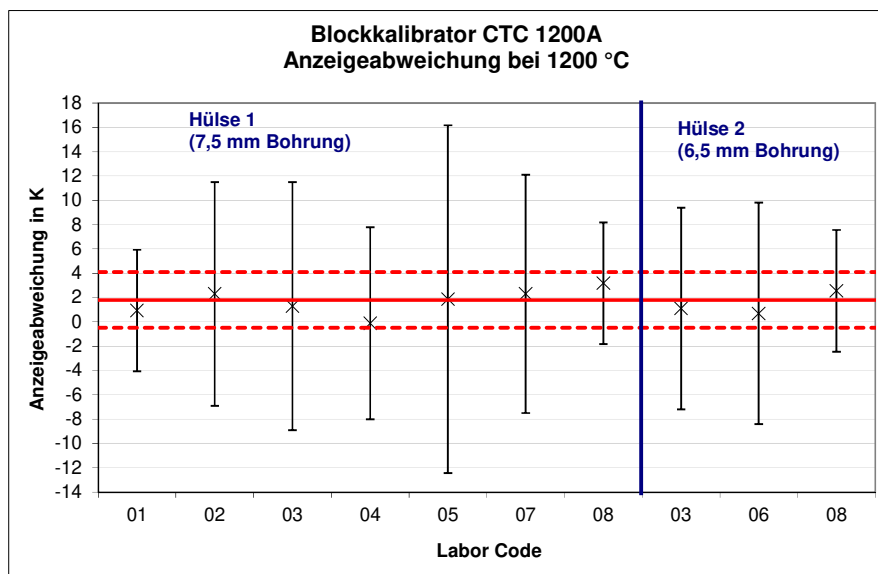



Abb. 8: Grafische Darstellung der Ergebnisse für die Bestimmung der Abweichung des Kalibriergegenstandes bei der Messtemperatur 1200 °C

	Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit http://dx.doi.org/10.7795/550.20180117A	DKD-V 5.1	
		Ausgabe:	12/2017
		Revision:	0
		Seite:	34 / 35

Die ermittelten Absolutbeträge der E_n -Werte der Vergleichsmessung sind kleiner als 1, d.h. die Messergebnisse der Teilnehmer stimmen im Rahmen der angegebenen erweiterten Messunsicherheiten überein.

Die Basis dafür bilden die von den Teilnehmern berechneten Messunsicherheiten, die unter anderem die experimentell ermittelte axiale Homogenität als wesentlichen Unsicherheitsbeitrag enthalten.

Die Ergebnisse sind **vertraulich** zu behandeln und ausschließlich im Kontext des Ringvergleiches / der Pilotstudie zu verwenden.

Das Pilotlaboratorium dankt allen Teilnehmern für die Teilnahme und Zusammenarbeit.

9 Literaturverzeichnis

- [1] DAkKS-DKD-R 5-4, Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren, 1. Neuauflage 2010, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH
- [2] DIN EN ISO/IEC 17043:2010, Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen
- [3] DAkKS-DKD-5, Anleitung zum Erstellen eines Kalibrierscheines, 1. Neuauflage 2010, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH
- [4] DAkKS-DKD-3, Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, 1. Neuauflage 2010, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH
- [5] Cox, M.G., Metrologia 39 (2002), 589-595



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Deutscher Kalibrierdienst

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

www.dkd.eu

www.ptb.de