

# ITS-90 ULUSLARARASI SICAKLIK ÖLÇEĞİNE UYGUN OLARAK - 40 °C / 420 °C SICAKLIK ARALIĞINDA Pt-100 DİRENÇ TERMOMETRE KALİBRASYONU KARŞILAŞTIRMASI

Alev ÇORMAN TEYMUR

## ÖZET

Ülkemizdeki sıcaklık ölçümlerinde, endüstrimizin yaygın olarak kullandığı ölçüm aralığı -40°C ile 420°C sıcaklık aralığıdır. İkinci seviye akredite laboratuvarlar, bu sıcaklık aralığında referans olarak platin direnç termometreleri olarak adlandırılan Pt-100 termometreleri kullanmaktadır.

Peki, laboratuvarların yaptıkları bu ölçümler ne kadar güvenilir?

Akredite olsun ya da olmasın her laboratuvar ölçümlerinin güvenilirliğini kanıtlamak durumundadır. Bir ölçümün güvenilirliğini sağlamak için yapılması gerek / yeter şart olan tek olgu; Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma (LAK) ya da Yeterlilik Testleri (YT) olarak adlandırılır. LAK / YT ölçümleri, bir laboratuvarın güvenilirliğinin yanında prestijini ortaya koymasına için onlara en iyi imkanı sağlar.

TÜBİTAK UME Sıcaklık Laboratuvarı, 2017 yılında, 17 ulusal akredite laboratuvarın katılımı ile "Uluslararası sıcaklık ölçeğine (ITS-90) uygun olarak, -40 ° C / 420 ° C sıcaklık aralığında Pt-100 Dirençli Termometre Kalibrasyonu" adı altında ulusal bir karşılaştırma düzenledi.

Laboratuvarlar arası karşılaştırmanın organizasyonu ve değerlendirilmesi, EN ISO / IEC 17043: 2010 "Uygunluk değerlendirmesi - Yeterlilik testi için genel şartlar" standardı uyarınca yıldız türü olarak yapılmıştır.

Bu çalışmada, katılımcı laboratuvarların karşılaştırma sonuçlarının değerlendirilmesi, sonuçlarla ilgili belirsizlik ve  $E_n$  değerleri ile birlikte her bir sıcaklık noktası için sonuçlar sunulmuştur. LAK sonucunda, 17 laboratuvarın 13'ünde  $E_n$  değerleri 1'den küçük hesaplanmış ve ilgili rapor her laboratuvara gönderilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Direnç Termometre, Uluslararası Sıcaklık Ölçeği, ITS-90, Kalibrasyon, Ulusal Karşılaştırma, Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma, LAK.

## ABSTRACT

In our country, the measurement range that is widely used by our industry in temperature measurements is ranged from -40 ° C to 420 ° C. Secondary-level accredited laboratories use Pt-100 thermometers, which are referred to as platinum resistance thermometers, as a reference thermometer in this temperature range.

How reliable are these measurements made by the laboratories?

He must prove the reliability of each laboratory measurement, whether accredited or not. The only case that should / should be done to ensure the reliability of a measurement; It is called Interlaboratory Comparison (LAC) or Proficiency Tests (PT).

LAC / PT measurements provide the best opportunity for a laboratory to demonstrate its prestige as well as its reliability.

How reliable are these measurements?

Each laboratory, whether accredited or not, has to prove the reliability of its measurements. In order to ensure the reliability of a measurement, one should be participated an Interlaboratory Comparison (ILC-LAK) or Proficiency Tests (PT-YT). ILC / PT measurements provide the best opportunity for a laboratory to demonstrate its reliability as well as its prestige.

TÜBİTAK UME Temperature Laboratory held a national comparison under the name of "Pt-100 Resistance Thermometer Calibration in the temperature range of -40 ° C / 420 ° C" in accordance with the international temperature scale (ITS-90) with the participation of 17 national accredited laboratories, in 2017.

The organization and evaluation of inter-laboratory comparison was made as a star type in accordance with the standard EN ISO / IEC 17043: 2010 Conformity assessment - General requirements for proficiency testing.

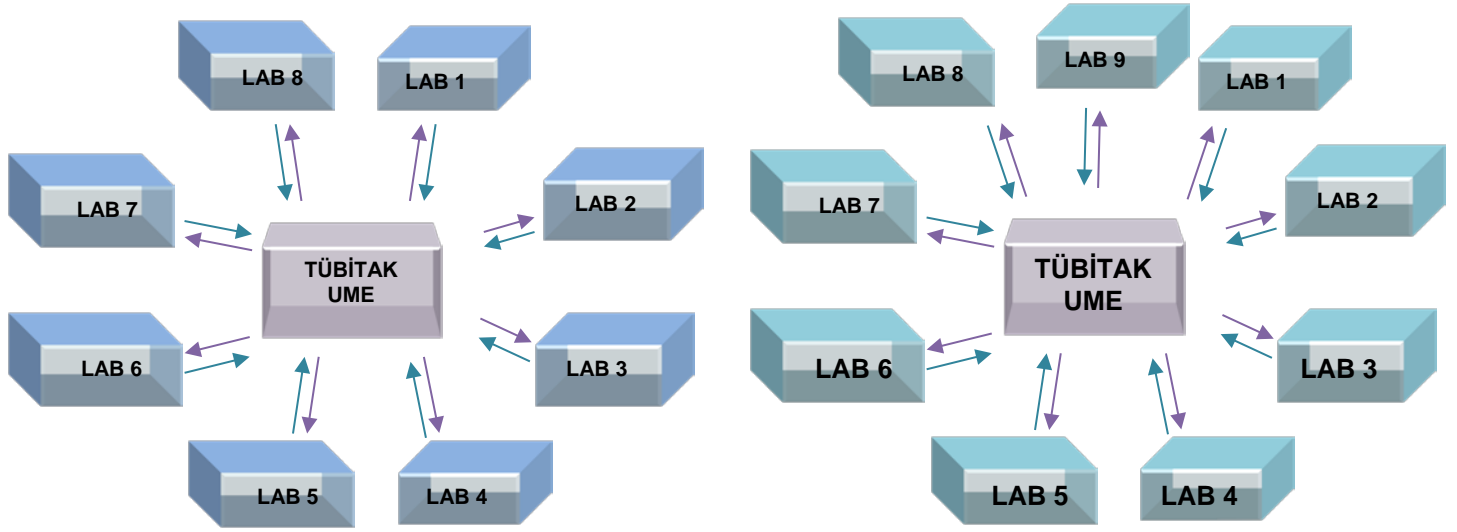
In this study, the evaluation of comparison results of the participating laboratories with related uncertainty values and the  $E_n$  values for each temperature value are presented. As a result of ILC,  $E_n$  values of less than 1 were calculated for 13 laboratories out of 17 laboratories, and a report was sent to each laboratory.

**Key Words:** Resistance Thermometer, International Temperature Scale, ITS-90, Calibration, National Comparison, Inter-Laboratory Comparison, LAK.

## 1. GİRİŞ

TÜBİTAK UME Sıcaklık Laboratuvarı tarafından "-40 °C / 420 °C sıcaklık aralığında Pt-100 direnç termometre kalibrasyonu" adı altında düzenlenen karşılaştırma, yıldız tip karşılaştırma olup karşılaştırmanın işleyiş şeması Şekil 1'de verilmiştir.

Karşılaştırmaya ait protokol, karşılaştırma başlamadan önce taslak olarak tüm katılımcılara gönderilmiş, fikir ve önerileri alınmıştır. Protokolün son hali TÜBİTAK UME ve TÜRKAK web sitesinde yayınlanmıştır.



Şekil 1. Yıldız tip karşılaştırma işleyiş şeması

Karşılaştırmaya katılım, tüm ikinci seviye laboratuvarlara açılmıştır. Karşılaştırmaya başlangıçta on sekiz (18) katılımcı laboratuvar, bir (1) pilot laboratuvar olmak üzere toplam on dokuz (19) laboratuvar katılmıştır. Karşılaştırma sürecinde iki (2) laboratuvar karşılaştırmadan çekilme kararı almıştır. Katılımcı bilgileri Tablo 1'de yer almaktadır.

Tablo 1. Karşılaştırma Katılımcıları

Katılımcılar	
MARKAL, İSTANBUL	ELİMKO, ANKARA
YÜKAL, İSTANBUL	KAL-MER, MERSİN
AS KALİBRASYON, ADANA	DACKA, KOCAELİ
TSE, ANKARA	UNITEST, İSTANBUL
SİMKAL, İSTANBUL	UMS, ANKARA
S&Q MART, İSTANBUL	BATİMET, İZMİR
AS Kalibrasyon İZMİR	EGEMET, İZMİR
OMEGA, İZMİR	ANADOLU KALİBRASYON, ADANA
TÜBİTAK UME	

Karşılaştırmada kullanılan ve laboratuvarlar arası dolaşan cihaza (LADC) ait bilgiler ise Tablo 2' de verilmiştir.

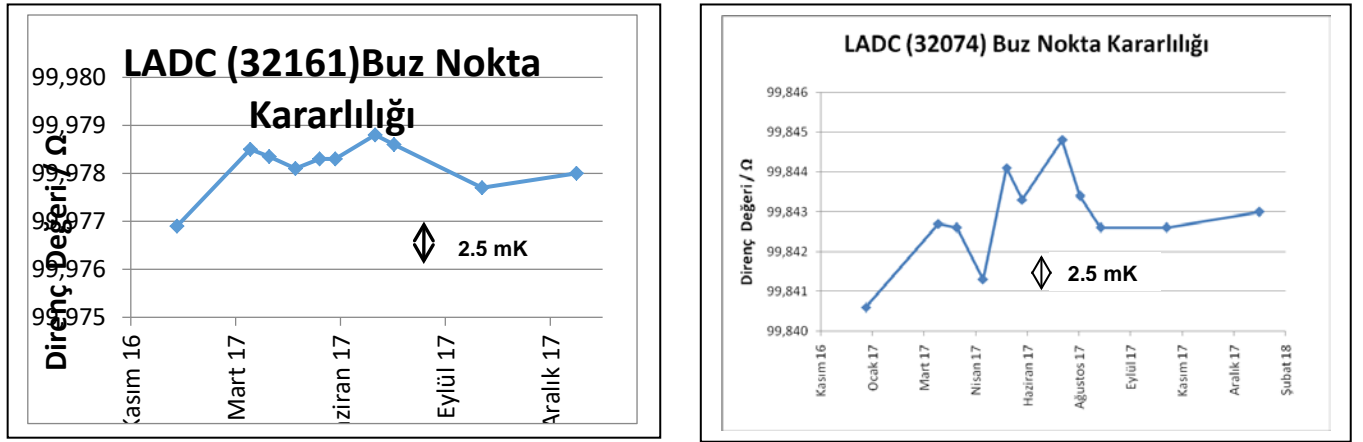
Tablo 2. LADC'ye ait bilgiler

Üretici	Fluke	Fluke
Tip	Pt-100	Pt-100
Model	5616-12	5616-12
Seri No	32160	32074

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMA

Katılımcı laboratuvarlar, karşılaştırma ölçümlerini -40 °C ile 420 °C sıcaklık aralığında - 40 °C, - 20 °C, 0 °C, 50 °C, 100 °C, 200 °C, 300 °C, 420 °C sıcaklıklarında kendi ölçüm prosedürlerine göre yapmıştır. Tüm sıcaklık noktaları için ölçüm sonuçları, yukarıda belirtilmiş olan nominal sıcaklık değerlerinde hesaplanan direnç değerleri, TÜBİTAK UME referans değerlerinden sapmaları ve her sıcaklık noktası için ölçüm belirsizlikleri verilmiştir.

Protokol gereğince TÜBİTAK UME karşılaştırma başlamadan önce ve bitiminde LADC 'lerin ölçümlerini gerçekleştirmiştir. Ayrıca LADC 'lerin kararlılık ölçümleri TÜBİTAK UME tarafından yapılmış olup, ölçüm sonuçları Şekil 2 'de verilmiştir.



Şekil 2. LADC 'lerin (32161 ve 32074 seri no) buz nokta (0 °C) sıcaklığındaki kararlılık grafikleri

## 3. ÖLÇÜMLER

Değerlendirme sırasında, TÜBİTAK UME tarafından ölçülen değerler referans ( $t_{ref}$ ) olarak alınmış ve katılımcı laboratuvarların bu değerlerden sapmaları, belirsizlik verileri dikkate alınarak yapılmıştır. Katılımcı laboratuvarlar tarafından beyan edilen ölçüm sonuçları ve belirsizlik değerleri kullanılarak her laboratuvar için sıcaklık farkı ( $D_i$ ) ve karşılaştırma belirsizliği ( $U_{D_i}$ )

$$D_i = D_{t_{lab_i} - t_{ref}} = t_{Lab_i} - t_{ref} \quad (2)$$

$$U_{D_i} = \sqrt{(U_{Lab_i})^2 + (U_{ref})^2 + (U_{kararlılık})^2} \quad (3)$$

eşitlikleri kullanılarak hesaplanmıştır.

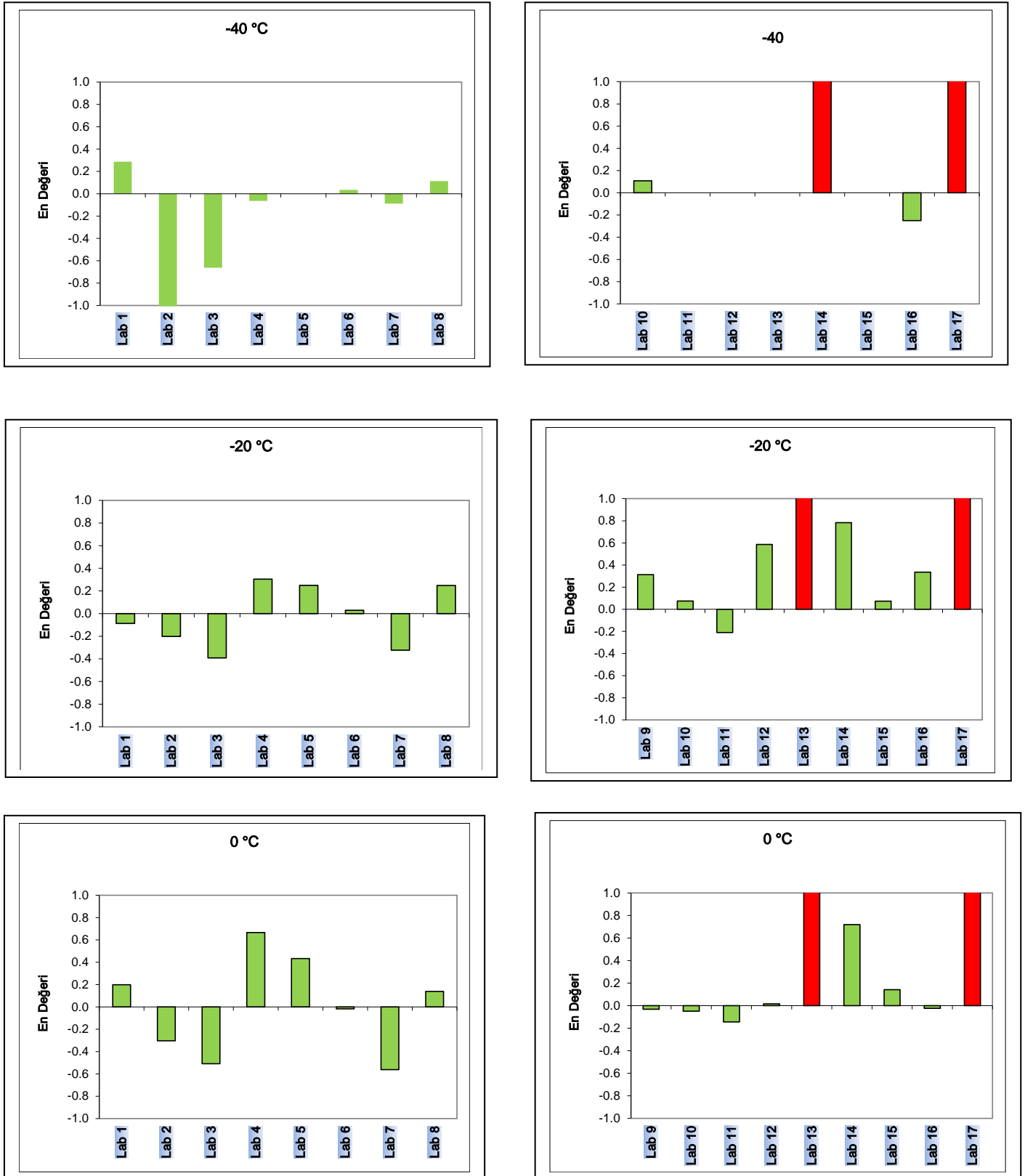
Ayrıca  $E_n$  değeri ise

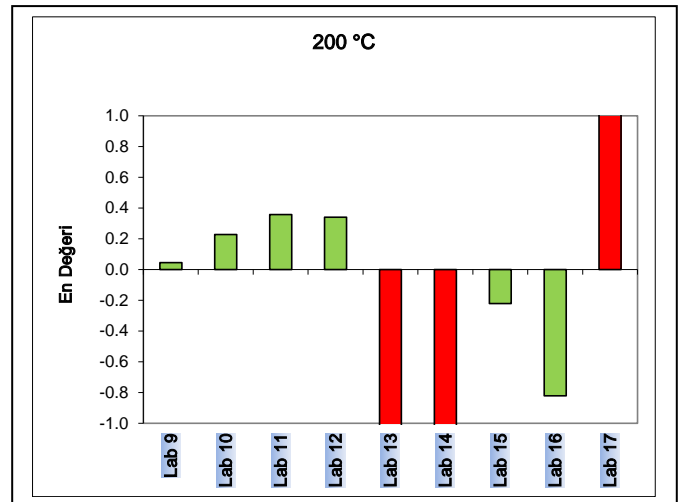
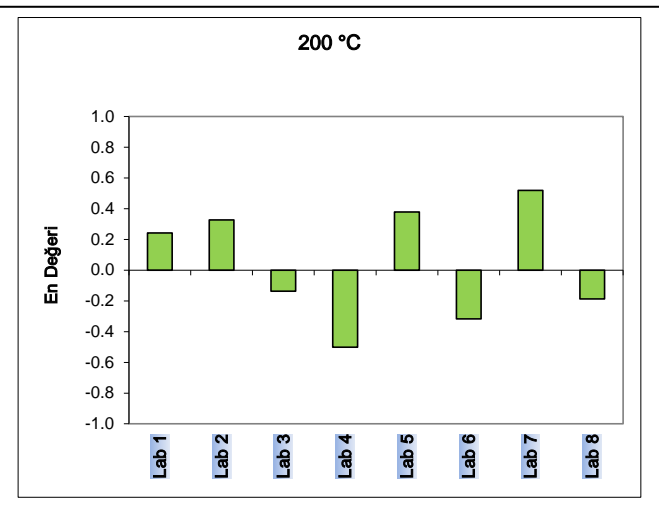
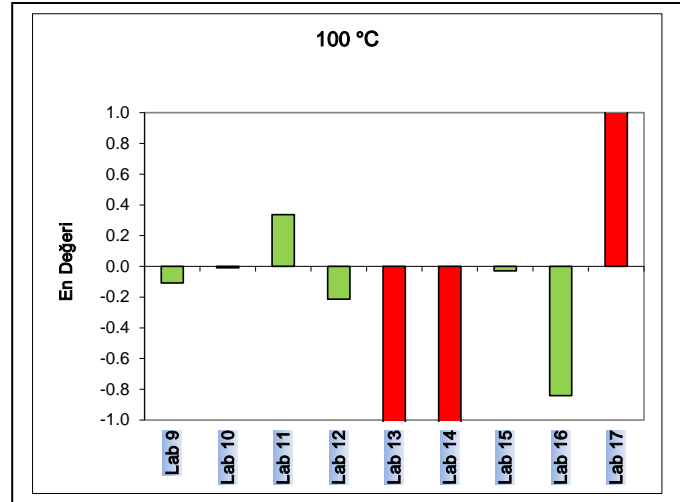
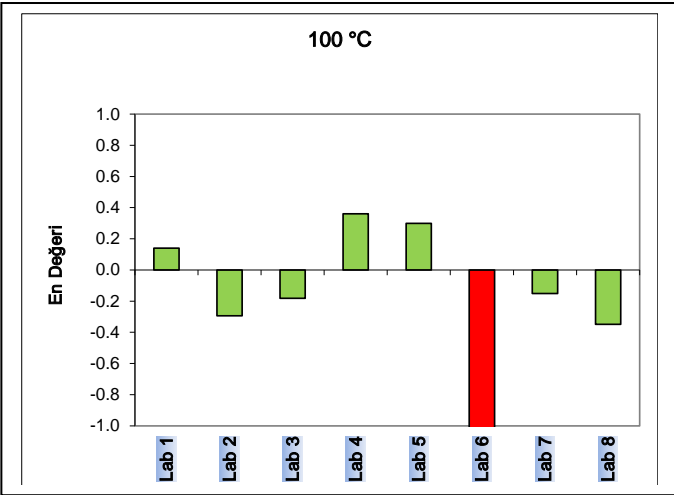
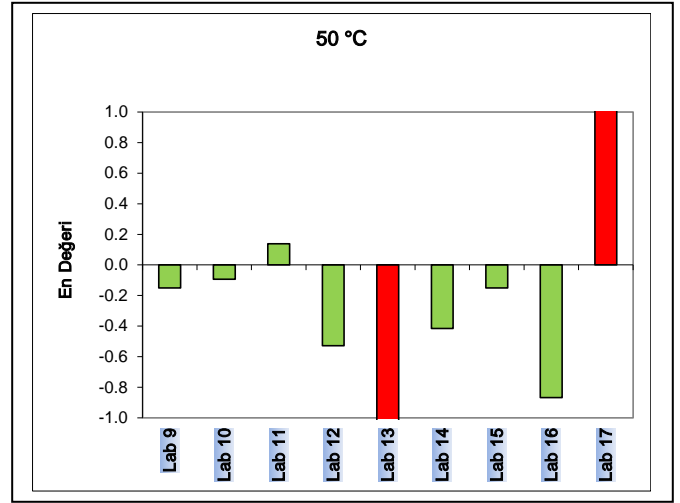
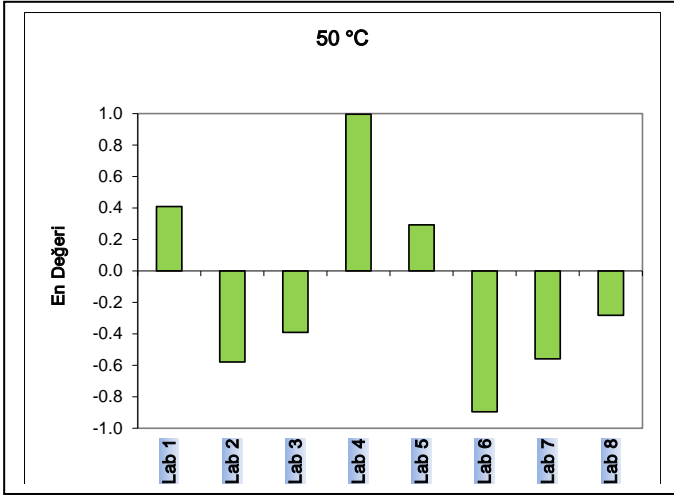
$$E_n = \frac{t_{Lab_i} - t_{ref}}{\sqrt{(U_{Lab_i})^2 + (U_{ref})^2}} \quad (4)$$

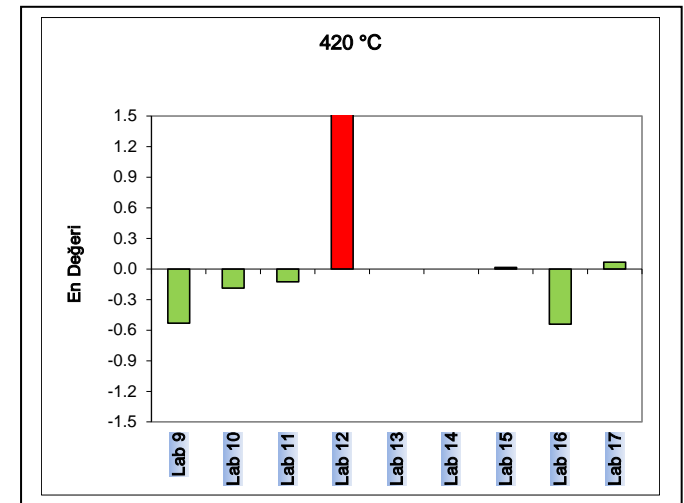
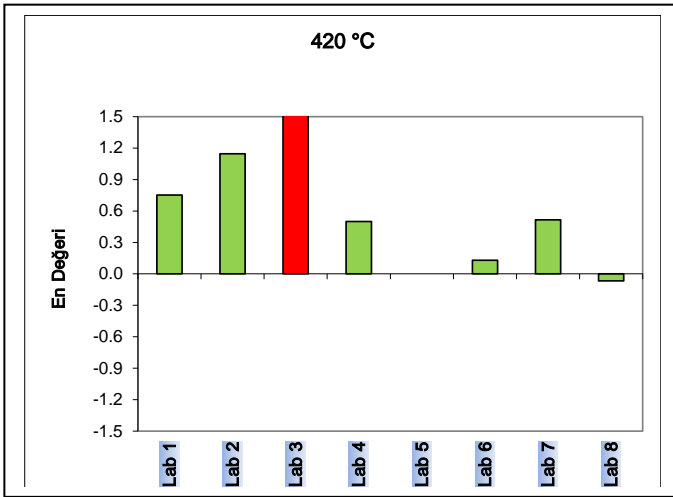
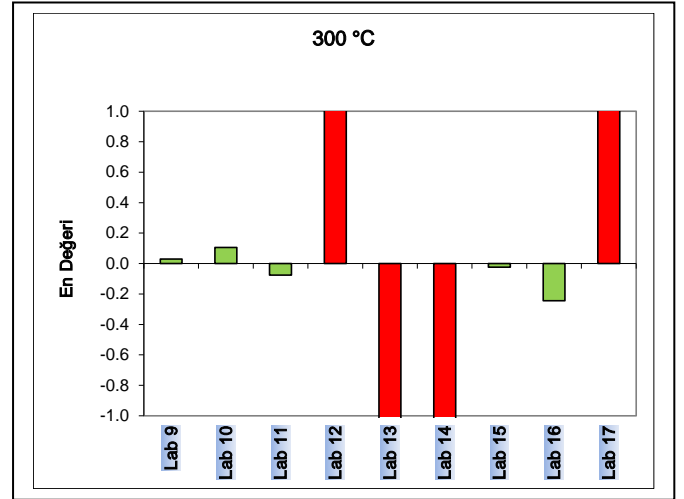
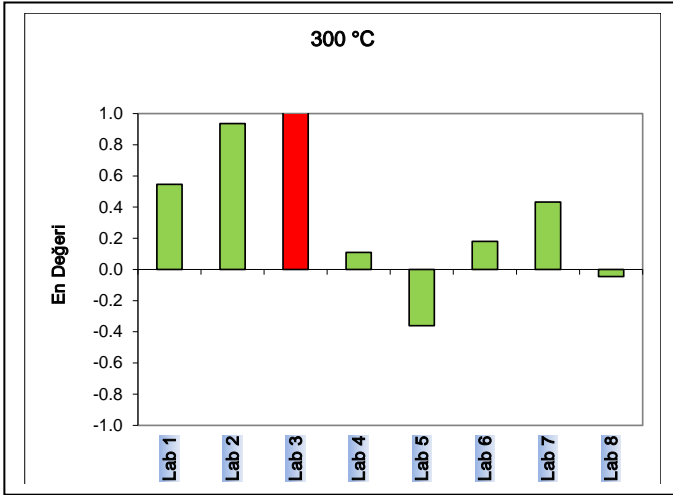
eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.

Her bir karşılaştırma sıcaklık değeri için katılımcı laboratuvarların En değerleri sırasıyla Şekil 3 de verilmiştir.

**Şekil 3.** Laboratuvarların  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $420\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'deki  $E_n$  değerleri







#### 4. SONUÇ

TÜBİTAK UME Sıcaklık Laboratuvarı'nın organize ettiği ITS-90 Uluslararası sıcaklık ölçeğine uygun olarak "-40 °C ile 420 °C sıcaklık aralığında Pt-100 direnç termometre kalibrasyonu" karşılaştırmasına ülkemizden, pilot laboratuvar ile beraber on altı (16) laboratuvar katılmıştır. TÜBİTAK UME Sıcaklık Laboratuvarı pilot laboratuvar olarak, yıldız tip karşılaştırmaya katılan laboratuvarlar arasındaki bağı oluşturmuştur.

Karşılaştırma, büyük oranda protokole, uygun şekilde yürütülmüştür. Ancak katılımcı laboratuvarların çoğunluğunun, protokolde istenen bütün bilgileri eksiksiz ve zamanında TÜBİTAK UME 'ye göndermedikleri gözlenmiştir. Karşılaştırma sonuçlarının değerlendirilmesi, pilot laboratuvar tarafından gerçekleştirilmiştir.

Pilot laboratuvar Tablo 2 'de yer alan iki farklı LADC için iki farklı referans değer hesaplamıştır. 32161 seri numaralı LADC 'ye ait ilk referans değer ile ilk sekiz (8) laboratuvarın ölçümleri değerlendirilmiştir. 32074 seri numaralı LADC 'ye ait referans değer ile geri kalan dokuz (9) laboratuvarın ölçümleri değerlendirilmiştir. 32161 ve 32074 seri numaralı LADC 'lerin karşılaştırma süresince kendi gruplarına

ait gösterdiği kayma değerinden kaynaklanan belirsizlikler sırasıyla; 3 mK ve 6 mK olarak hesaplanmıştır. Kayma değerlerinden kaynaklanan bu belirsizlik değerleri, her bir laboratuvarın beyan ettiği ölçüm belirsizliği ile birlikte 3 numaralı denklem de verilen,  $U_{Di}$  içerisinde yer almıştır.

TÜBİTAK UME, karşılaştırmaya katılan her laboratuvarın karşılaştırma ölçümlerini gerçekleştirdikleri her sıcaklık noktasında referans sıcaklık değerinden sapma değerlerini hesaplamıştır.

Bir ölçümün kalitesi hakkında yargıya varabilmenin uygun ve pratik yöntemi, beyan edilmiş belirsizlik değerleri esas alınarak, normalize edilmiş " $E_n$ " sapmasının hesaplanmasıdır. Ölçümün kabul edilebilir olması için  $|E_n|$  değerinin 1'den küçük olması gerekmektedir. Bu sebeple her bir mutlak sıcaklık değeri için laboratuvarlara özel  $E_n$  değerleri hesaplanmıştır.

Karşılaştırma sonuçları ve  $E_n$  grafikleri incelendiğinde;

- -40 °C ile 420 °C arasındaki sıcaklıklar için, dokuz (9) katılımcının elde ettikleri  $|E_n|$  değerlerinin 1'den küçük olduğu,
- 300 °C ve 420 °C sıcaklık değerleri için, üç (3) katılımcının elde ettikleri  $|E_n|$  değerlerinin 1'den büyük olduğu,
- -40 °C sıcaklık değeri için, iki (2) katılımcının elde ettikleri  $|E_n|$  değerlerinin 1'den büyük olduğu,
- 50 °C ve 100 °C sıcaklık değerleri için, ayrı ayrı birer katılımcı olmak üzere, iki (2) katılımcının elde ettikleri  $|E_n|$  değerlerinin 1'den büyük olduğu

görülmüştür.

Ayrıca karşılaştırma süreci esnasında,

- Bazı katılımcıların, karşılaştırma **protokolünü okumadan** karşılaştırmaya katılmayı kabul ettikleri,
- Bazı katılımcıların direnç termometre ölçümlerini, sayısal göstergeli termometre ölçümleri gibi yorumlamaya çalışmaları ve "**nominal referans sıcaklık**" konusuna dikkat etmeden ölçüm sonucu beyan ettikleri,
- Katılımcıların bir bölümünün ölçüm sonucunda elde ettikleri direnç değerleri yerine, **direnç termometreleri için çeşitli kaynaklarda bulunan tablolardaki (örn. IEC 60751, vs.) direnç değerleri ile ölçüm sonucu hesapladıkları,**
- Ölçüm sonuçlarını değerlendirmek ve raporlamak için çeşitli bilgisayar yazılımlarını kullanan katılımcıların büyük çoğunluğunun, maddi hatalar olarak adlandırılan hatalar yaptıkları ve **bu yazılımlardan kaynaklı yanlış ölçüm sonuçları** beyan ettikleri,
- Bazı katılımcıların TÜRKAK 'da yer alan akreditasyon kapsamlarında, **beyan ettikleri ölçüm belirsizliklerinden daha büyük ölçüm belirsizlikleri verdikleri** gözlenmiştir.

Ölçüm sonuçları içerisinde LAB13 'e ait ölçüm sonuçları yer almamaktadır. LAB13 başvuru katılım koşullarını tamamlayacağını taahhüt etmiş olup, ölçümleri gerçekleştirmiştir ve göndermiş oldukları sonuçlar, Draft A ve Draft B raporlarına girilmiştir. FİNAL raporunun yayınlanması için başvuru işlemlerini tamamlamaları istenmiş, gerekli bilgilendirme ve hatırlatmalar kendilerine yapılmıştır. Ancak konu ile ilgili olarak yapılan resmi yazışmalarla bilgilendirilmiş olmasına karşın laboratuvarından cevap alınamamıştır. Bu nedenle LAB13' e ait hiçbir sonuç FİNAL raporunda değerlendirmeye alınmamış ve tablolara da girilmemiştir.



## KAYNAKLAR

- [1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia*, vol.27,pp.3-10, 1990
- [2] ISO/IEC 17043 "Uygunluk Değerlendirmesi- Yeterlilik Testleri için Genel Kurallar", 2010
- [3] ISO/IEC 17025, "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories", 2017
- [4] EA-4/02, "Expression of the uncertainty of measurement in calibration", 2013
- [5] TÜRKAK, R10-14 "Uygunluk Değerlendirme Programlarının Değerlendirilmesi Rehberi", 2017
- [6] TÜBİTAK UME, "G1KS-035 Direnç Termometre, Sayısal ve Cam Termometre Kalibrasyon Eğitim Dökümanı"

## ÖZGEÇMİŞ

### Alev ÇORMAN TEYMUR

EGE Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümünden 1997 yılında Teorik Fizikçi olarak mezun olmuştur. Aynı yıl "Kütle Metrolojisine Giriş" adı altında tez çalışması yapmıştır.

1997 yılında TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Zaman Frekans Laboratuvarında göreve başlamış ve 1999 yılından bu yana TÜBİTAK UME Sıcaklık Laboratuvarında görevine devam etmektedir. Kontak Sıcaklığı alanında birincil ve ikincil seviye çeşitli sıcaklık ölçüm cihaz ve düzenekleri ile çalışmaktadır. Sabit nokta sıcaklıklarının oluşturulması, Isılçift, Platin bazlı direnç termometre (SPRT, PT100, Pt200, ntc, ptc,...) kalibrasyonları, Etüv ve çeşitli sıcaklık kabin kalibrasyonları, yüzey sıcaklık ölçümleri üzerine çalışmakta olup, ölçme sistemlerinin kurulumu, karakterizasyonu ve belirsizlik hesaplamaları konusunda çalışmalar yapmaktadır. Sıcaklık ölçümlerinin ulusal/uluslararası izlenebilirliğini sağlamak için düzenlenen anahtar karşılaştırmalara TÜBİTAK UME adına katkıda bulunmuş ve/veya katılmıştır.