

Аспекти визначення температурних градієнтів термостатичних камер

В. Г. Васильєва, В. В. Шведова

Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського",
вул. Політехнічна, 41, 03056, Київ, Україна
vasileva.vika1268@gmail.com

Анотація

Розглянуто питання визначення температурних градієнтів термостатичних камер відповідно до їх виду, особливостей та технічних характеристик. Термокамери застосовуються у таких галузях, де критично важливо підтримувати кліматичні параметри на заданому рівні. Тому потрібно проводити періодичний контроль температурних градієнтів камер.

Однією з важливих характеристик термокамер є час стабілізації кліматичних параметрів. Зазвичай, час стабілізації зазначається у технічній документації, наданій виробником. Але після довготривалого використання камер час стабілізації може змінитися, тому варто визначити його перед початком дослідження характеристик.

Якщо показники кліматичних параметрів було знято під час дослідження за невстановленого часу стабілізації, то існує велика ймовірність того, що виміряні значення будуть лінійно зростати, що свідчить про наявність тренду. Якщо дані з трендом, то подальший розрахунок характеристик, а тим паче розширеної невизначеності буде хибним.

Наведено приклад виявлення тренду у вимірювальних даних та шлях його вилучення, а також порівняно значення характеристик камер, розрахованих для даних із трендом та без.

Ключові слова: температурні градієнти; корисний об'єм; час стабілізації; тренд.

Отримано: 05.06.2020

Відредаговано: 23.09.2020

Схвалено до друку: 29.09.2020

1. Вступ

Термостатичні камери (далі ТК) є засобами, які забезпечують підтримку температури та вологості на заданому рівні. Це досягається завдяки камері чи закритому простору, у якому внутрішня температура чи вологість можуть контролюватися відповідно до заданих меж [1], із використанням вимірювальних каналів, відповідно, температури та вологості.

Термостатичні камери широко застосовуються у таких галузях, як хімічна, фармацевтична та медична з метою зберігання та приготування стандартних зразків і проб. Для багатьох практичних задач, що вирішуються в наведених галузях, дуже важливо, щоб стандартні зразки та проби речовин і матеріалів зберігалися та/або готувалися за певних умов відповідно до [2, 3], що забезпечило б збереження властивостей цих речовин та матеріалів, а також простежуваності подальших результатів вимірювання, які базуються на цих властивостях. Доведення температури та вологості до потрібного рівня забезпечується за допомогою ТК. При цьому важливо не лише щоб температура та вологість повітря у термостатичних камерах досягли певного рівня з прийнятним допусковим відхиленням,

а й були рівномірно розподілені по корисному об'єму, а також залишалися стабільними впродовж сеансу вимірювання.

Тому важливо проводити як контроль температурних градієнтів (далі ТГ) термокамер, так і їх періодичне калібрування. За [4], метрологічна характеристика засобів вимірювань – характеристика однієї з властивостей вимірювань, що впливають на результат вимірювань або його похибку. Абсолютно очевидно, що відтворювана температура та вологість ТК мають суттєвий вплив на результати експериментів та вимірювань, у яких використовуються ТК. Доцільність калібрування ТК підтверджується інформаційним листом [5], де наведено приклад, як лабораторія може продемонструвати метрологічну простежуваність щодо визначення ртуті в тунці, й одним із пунктів є калібрування ТК.

2. Види термостатичних камер та їхні особливості

Визначення ТГ термокамер проводиться в їхньому корисному об'ємі. Корисний об'єм камери – це частина камери, в якій підтримуються задані умови за режиму стабілізації у встановлених межах [1].

Види, особливості та температурні градієнти термостатичних камер

Вид ТК	Особливості ТК	ТГ ТК, що досліджуються
Тепла	Рідинні/повітряні Корисний об'єм: < 2000 л / ≥ 2000 л	Просторова неоднорідність температури Часова нестабільність температури Ефект радіації Ефект завантаженості
Холоду		
Тепла – холоду		
Тепла – вологості	Повітряні Корисний об'єм: < 2000 л / ≥ 2000 л	Просторова неоднорідність температури й вологості Часова нестабільність температури й вологості Ефект радіації Ефект завантаженості
Тепла – холоду – вологості		

Залежно від виду ТК досліджують ТГ, наведені в табл. 1. Досліджувати саме ці характеристики радять [6, 7].

Термостатичні камери об'ємом до 2000 л із системою циркуляції повітря або без неї та максимальним діапазоном температури від -90 до 500 °С досліджуються не менше ніж у дев'яти точках, а ТК з корисним об'ємом більше 2000 л – не менше ніж у п'ятнадцяти точках [1].

3. Калібрування ТК без системи циркуляції повітря

Питання калібрування ТК без системи циркуляції повітря з робочим об'ємом до 2000 л і діапазоном температури від -90 до 350 °С детально розглянуто у нормативних документах [6–8].

Температурні градієнти досліджуються після досягнення ТК часу стабілізації [1], але в більшості випадків це є недоцільним. Тому для отримання достовірних вимірювальних даних слід виконати вимогу щодо стабілізації, описану в [6], або скористатися рекомендаціями цієї статті.

Кількість точок дослідження та схему розташування вимірювальних сенсорів робочих еталонів у корисному об'ємі ТК вибираємо згідно з [1] відповідно до габаритних розмірів ТК. Як робочі еталони використовуються термометри опору або термопари, які мають бути щонайменше в три рази точнішими за вбудований термометр ТК.

Аналіз отриманих даних, визначення ТГ та розрахунок розширеної невизначеності проводимо відповідно до [6–8].

4. Результати експерименту

Наведено результати експерименту щодо визначення двох ТГ (просторова неоднорідність та часова нестабільність температури повітря) ТК Heraeus B6420 без системи циркуляції повітря

з діапазоном температури від 5 до 70 °С та роздільною здатністю $0,1$ °С. Дослідження проводилося за допомогою високоточного цифрового термометра AOIP у складі термоперетворювача опору $\text{Pt}100$ AN 5850 та вимірювача РНР 601 із розширеною невизначеністю $\pm 0,004$ °С, а також термометрів цифрових Testo 176 T2 з вимірювальними сенсорами $\text{Pt}100$ з розширеною невизначеністю $\pm 0,02$ °С.

У кожній із дев'яти точок було знято по 30 вимірювань протягом 30 хв через хвилину. Загальний час дослідження з урахуванням часу стабілізації становив 50 хв (час стабілізації зазначено в технічній документації камери – 20 хв). Результати вимірювання в дев'яти точках ТК наведено в табл. 2. Схему розташування вимірювальних сенсорів зображено на рис. 1.



Рис. 1. Схема розташування сенсорів вимірювання

Значення температури у точках вимірювання

Номер вимірювання	Значення температури у точках вимірювання (розподіл точок по об'єму камери), °C								
	1	31,06	31,08	30,08	30,07	31,05	30,04	31,08	32,00
2	31,06	31,08	30,08	30,07	31,05	30,04	31,08	32,00	30,07
3	31,06	31,08	30,08	30,07	31,06	30,04	31,08	32,00	30,08
4	31,06	31,08	30,08	30,07	31,05	30,04	31,08	32,00	30,08
5	31,06	31,08	30,08	30,07	31,04	30,04	31,09	32,00	30,08
6	31,06	31,08	30,08	30,08	31,05	30,04	31,08	32,00	30,08
7	31,06	31,08	30,08	30,07	31,06	30,04	31,08	32,00	30,08
8	31,06	31,08	30,08	30,07	31,06	30,04	31,08	32,00	30,08
9	31,06	31,08	30,08	30,07	31,06	30,05	31,08	32,01	30,08
10	31,06	31,08	30,08	30,08	31,06	30,04	31,08	32,01	30,08
11	31,06	31,08	30,09	30,08	31,05	30,05	31,08	32,00	30,08
12	31,06	31,08	30,09	30,09	31,06	30,05	31,08	32,00	30,09
13	31,06	31,08	30,09	30,08	31,06	30,05	31,09	32,00	30,09
14	31,06	31,08	30,09	30,08	31,06	30,05	31,09	32,01	30,09
15	31,07	31,08	30,09	30,08	31,06	30,05	31,08	32,00	30,09
16	31,06	31,08	30,09	30,08	31,07	30,05	31,08	32,00	30,09
17	31,06	31,08	30,09	30,09	31,06	30,05	31,08	32,00	30,09
18	31,06	31,08	30,09	30,10	31,07	30,05	31,09	32,01	30,09
19	31,06	31,08	30,09	30,09	31,06	30,05	31,08	32,00	30,09
20	31,06	31,08	30,09	30,09	31,07	30,05	31,08	32,00	30,09
21	31,06	31,08	30,09	30,09	31,07	30,06	31,08	32,00	30,09
22	31,06	31,08	30,09	30,08	31,07	30,06	31,08	32,00	30,09
23	31,06	31,08	30,09	30,09	31,06	30,06	31,08	32,00	30,09
24	31,07	31,08	30,09	30,09	31,06	30,06	31,08	32,00	30,09
25	31,06	31,08	30,09	30,09	31,06	30,06	31,08	32,00	30,09
26	31,06	31,08	30,09	30,10	31,06	30,06	31,08	32,00	30,10
27	31,07	31,08	30,09	30,09	31,06	30,06	31,08	32,01	30,09
28	31,07	31,08	30,09	30,09	31,07	30,06	31,08	32,01	30,09
29	31,06	31,08	30,09	30,10	31,06	30,06	31,08	32,00	30,10
30	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,01	30,10

З табл. 2 можна запідозрити, що в ряді точок не відбулася стабілізація (за умов, рекомендованих в [1, 6]) температури, і це можна побачити з графіку, зображеного на рис. 2 на прикладі ряду вимірювань у п'ятій точці.

Оскільки наявність тренду в різних точках може бути не очевидною, тому пропонуємо перевіряти його наявність за критерієм Аббе.

За допомогою цього критерію для всіх точок вимірювання було проведено перевірку, чи виконується нерівність (1).

$$\frac{S_d^2}{S^2} < 9(g, n), \tag{1}$$

де S_d – значення, що розраховується за формулою (2):

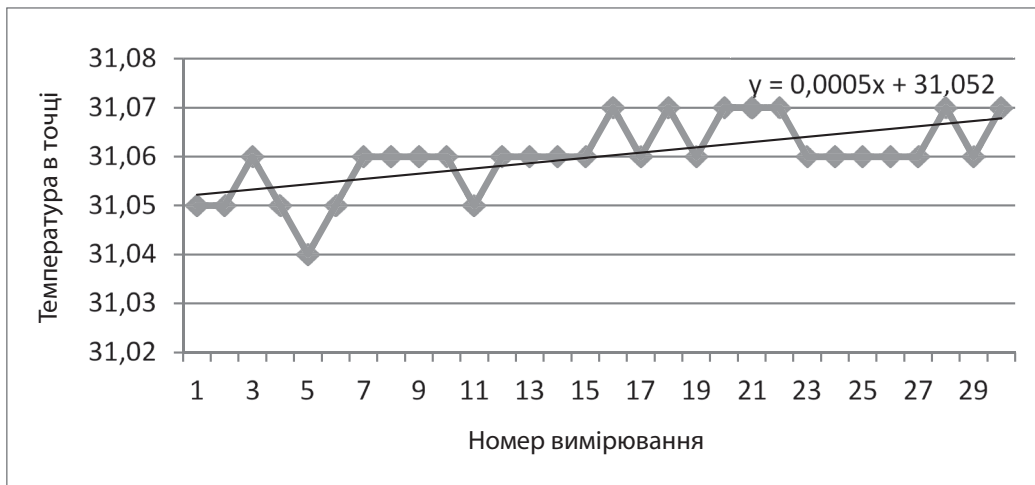


Рис. 2. Ілюстрація тренду для ряду вимірювань у п'ятій точці

$$S_d = \sqrt{\frac{1}{2(n-1)} \sum_{i=1}^{n-1} (x_{i+1} - x_i)^2}, \quad (2)$$

S – середньоквадратичне відхилення результатів вимірювання (3):

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n-1} (x_i - \bar{x})^2}, \quad (3)$$

g – квантиль розподілу критерію Аббе; g – рівень значущості; n – кількість вимірювань у точці.

Застосування критерію дозволило виявити тренд у таких точках: 3, 4, 5, 6 та 9. Це дозволяє встановити той факт, що в ряді точок не відбулася стабілізація температури протягом часу стабілізації, зазначеного в документації ТК Heraeus B6420.

Тому за результатами досліджень встановлено, що важливою задачею під час калібрування ТК є визначення не лише заявлених у [6, 7, 8] ТГ, а й встановлення дійсного часу стабілізації, адже:

- по-перше, час стабілізації є важливою метрологічною характеристикою термокамери для її використання в практичних цілях;
- по-друге, калібрування усіх ТК є можливим лише після досягнення відповідного часу стабілізації, що впливає, зокрема, і на подальший розрахунок джерел невизначеності.

Отже, ТГ термокамер мають визначатися при дотриманні однієї з вимог:

- проведення дослідження після визначення дійсного часу стабілізації та його досягнення;
- після виявлення й усунення тренду у результатах вимірювання.

У випадку усунення тренду найбільш близьким до опорного значення вважаємо останні результати, оскільки в цей час температура у вимірювальних точках ТК найбільше наблизилася до встановленого значення. Визначаємо скориговані

результати вимірювання в точках із трендом за формулою (4):

$$t_{\text{скор}_i} = t_i - \Delta_{si}, \quad (4)$$

де $\Delta_{si} = c \cdot i + d$ – математична модель лінійної систематичної похибки.

Коефіцієнти c , d знаходять за методом найменших квадратів, користуючись загальновідомою формулою або програмою MS Excel. У табл. 3 наведено скориговані результати вимірювання після усунення тренду.

Після проведення наведеної вище корекції вихідних результатів вимірювання з'являється можливість розрахувати та порівняти значення просторової неоднорідності температури за формулою (5) та часової нестабільності температури за формулою (6) для даних із табл. 2 та 3. Проведена корекція дозволяє забезпечити стаціонарність вибірки результатів вимірювання, і як наслідок, правомірним стає розрахунок середнього арифметичного за отриманою вибіркою результатів.

Просторова неоднорідність визначається як максимальне відхилення температури чи вологості повітря в референтній точці вимірювання (звичай ця точка знаходиться у центрі корисного об'єму) та точках вимірювань [6].

$$|\delta T_{\text{inhom}}| \leq \text{Max} |T_{\text{ref}} - T_i|, \quad (5)$$

де T_{ref} – усереднене значення температури у референтній точці; T_i – значення температури в i -тій точці вимірювання.

Часова нестабільність температури чи вологості повітря визначається за реєстрацією тимчасової зміни температури або відносної вологості відповідно протягом періоду часу не менше 30 хвилин після досягнення часу стабілізації [6].

Значення температури у точках вимірювання з усуненим трендом

Номер вимірювання	Значення температури у точках вимірювання (розподіл точок по об'єму камери), °C								
	1	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,00
2	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,00	30,10
3	31,06	31,08	30,10	30,10	31,08	30,06	31,08	32,00	30,11
4	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,00	30,11
5	31,06	31,08	30,10	30,10	31,06	30,06	31,09	32,00	30,11
6	31,06	31,08	30,10	30,11	31,07	30,06	31,08	32,00	30,11
7	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,00	30,11
8	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,06	31,08	32,00	30,11
9	31,06	31,08	30,10	30,10	31,07	30,07	31,08	32,01	30,11
10	31,06	31,08	30,10	30,11	31,07	30,06	31,08	32,01	30,11
11	31,06	31,08	30,11	30,11	31,06	30,07	31,08	32,00	30,11
12	31,06	31,08	30,11	30,12	31,07	30,07	31,08	32,00	30,12
13	31,06	31,08	30,11	30,11	31,07	30,07	31,09	32,00	30,12
14	31,06	31,08	30,11	30,11	31,07	30,07	31,09	32,01	30,12
15	31,07	31,08	30,11	30,11	31,07	30,07	31,08	32,00	30,12
16	31,06	31,08	30,11	30,11	31,08	30,07	31,08	32,00	30,12
17	31,06	31,08	30,11	30,12	31,07	30,07	31,08	32,00	30,12
18	31,06	31,08	30,11	30,13	31,08	30,07	31,09	32,01	30,12
19	31,06	31,08	30,11	30,12	31,07	30,07	31,08	32,00	30,12
20	31,06	31,08	30,11	30,12	31,08	30,07	31,08	32,00	30,12
21	31,06	31,08	30,11	30,12	31,08	30,08	31,08	32,00	30,12
22	31,06	31,08	30,11	30,11	31,08	30,08	31,08	32,00	30,12
23	31,06	31,08	30,11	30,12	31,07	30,08	31,08	32,00	30,12
24	31,07	31,08	30,11	30,12	31,07	30,08	31,08	32,00	30,12
25	31,06	31,08	30,11	30,12	31,07	30,08	31,08	32,00	30,12
26	31,06	31,08	30,11	30,13	31,07	30,08	31,08	32,00	30,13
27	31,07	31,08	30,11	30,12	31,06	30,08	31,08	32,01	30,12
28	31,07	31,08	30,11	30,12	31,07	30,08	31,08	32,01	30,12
29	31,06	31,08	30,11	30,13	31,06	30,08	31,08	32,00	30,13
30	31,06	31,08	30,12	30,13	31,07	30,08	31,08	32,01	30,13

$$|\delta T_{instab}| \leq \text{Max} |\bar{T} - T_i|, \quad (6)$$

де \bar{T} – середнє значення в точці вимірювання; T_i – значення температури в i -тій точці вимірювання.

Отримані результати розрахунку до та після усунення лінійної систематичної похибки наведено в табл. 4.

Порівняння цих даних свідчить про суттєві відмінності отриманих результатів (зазвичай відхилення, більші за 5%, є статистично значущими, оскільки перевищують похибку округлення до двох значущих цифр).

За формулою (7) визначимо % похибки від неправильного визначення оцінок δT_{inhom} , δT_{instab} .

$$\delta = \frac{(\delta T - \delta T_{trend}) * 100\%}{\delta T}, \quad (7)$$

Значення просторової неоднорідності та часової нестабільності

	Дані з трендом	Дані без тренду
$\delta T_{in\ hom}$	0,036	0,038
$\delta T_{in\ stab}$	0,020	0,017

де δT – значення характеристики без тренду;
 δT_{trend} – значення характеристики з трендом.

$$\delta_{in\ hom} = 5,26\%, \delta_{in\ stab} = 17,6\%.$$

5. Висновки

У публікації встановлено, що:

1) перед визначенням температурних градієнтів термокамер має бути визначено реальний на час дослідження час стабілізації термокамери; у результаті експериментального дослідження виявлено, що він може суттєво відрізнятись від рекомендованого для типових термокамер;

2) проводити визначення температурних градієнтів після досягнення часу стабілізації або проводити коригування вихідних результатів вимірювання; алгоритм виявлення нестабільності та коригування результатів вимірювання температури термокамер запропоновано в публікації.

Дотримання вищенаведених вимог дозволить не лише отримати статистично адекватні оцінки показів температурних градієнтів термокамер, а й більш якісно сформувати бюджет невизначеності вимірювання параметрів термокамер.

Аспекты определения температурных градиентов термостатических камер

В.Г. Васильєва, В.В. Шведова

НТУУ "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського", ул. Політехнічеська, 41, 03056, Київ, Україна
 vasileva.vika1268@gmail.com

Аннотация

Рассмотрен вопрос определения температурных градиентов термостатических камер соответственно их виду, особенностям и техническим характеристикам. Термокамеры используются в таких областях, где критически важно поддерживать климатические параметры на заданном уровне. Поэтому нужно проводить периодическую калибровку и контроль температурных градиентов камер.

Одной из наиболее важных характеристик камер является время стабилизации климатических параметров. После длительного использования камер время стабилизации может меняться, поэтому нужно определять данную характеристику перед началом исследования температурных градиентов камер.

Если показатели климатических параметров были сняты до времени стабилизации, то существует большая вероятность, что измеренные значения будут линейно расти, что говорит о наличии тренда. Если данные с трендом, то дальнейшие расчеты характеристик, а тем более расширенной неопределенности будут ложными.

Приведен пример определения тренда в измерительных данных и путь его извлечения, а также сравнены значения характеристик камер, рассчитанных для данных с трендом и без.

Ключевые слова: температурные градиенты; полезный объем; время стабилизации; тренд.

The aspects of determining the temperature gradients of thermostatic chambers

V. Vasylieva, V. Shvedova

National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Politekhnichna Str., 41, 03056, Kyiv, Ukraine
 vasileva.vika1268@gmail.com

Abstract

The article considers the evaluation of temperature gradients of thermostatic chambers based on their type, specifics, and technical characteristics. The thermostatic chambers are used in the different industries, where the climate parameters are needed to be maintained at a given level. The temperature and humidity reproduced by thermostatic chambers have a significant influence on the results of experiments and measurements.

When the parameters are maintained at the given level, the properties of substances and materials are preserved, and the measurement results are traceable. In addition to this, temperature and humidity must be evenly distributed in the useful area of the chamber and be stable. Therefore, the periodic control of temperature gradients of the chambers should be carried out.

The time of stabilization is one of the important characteristics of thermostatic chambers. Mostly, the time of stabilization is shown in the certificate of industry calibration. After a long period of use of the chambers, the time of stabilization can change, so it is necessary to determine this characteristic before beginning the study of the characteristics.

If measurements of temperature gradients were taken before stabilization time, there is a high probability that measured values will increase linearly. This indicates a strong trend. If the sample has a trend, then further calculation of the characteristics and of the expanded uncertainty will be false.

The publication gives an example of the trend determination of the measuring data and the path of its extraction and compares the characteristics values of the thermostatic chambers calculated for trend and non-trend data.

Keywords: temperature gradients; useful volume; time of stabilization; trend.

Список літератури

1. IEC 60068-3-5. Environmental testing – Part 3-5: Supporting documentation and guidance – Confirmation of the performance of temperature chambers. 2018. 32 p.
2. ISO Guide 35. Reference materials. General and statistical principles for certification. 2017. 66 p.
3. ISO 15194. In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in samples of biological origin – Requirements for certified reference materials and the content of supporting documentation. 2009. 16 p.
4. ДСТУ 2681-94. Метрологія. Терміни та визначення. 1995. 72 с.
5. Метрологічна простежуваність результатів аналізування. Eurachem/Citac Measurement Uncertainty and Traceability Working Group. 2019. 2 с. URL: https://www.eurachem.org/images/stories/leaflets/trc/ECHM_TRC_2019_UA.pdf (дата звернення: 13.04.2020)
6. Guideline DKD-R 5-7. Calibration of Climatic Chambers (2004). English Translation. 2009. 31 p.
7. IEC 60068-3-11. Environmental Testing – Part 3-11: Supporting documentation and guidance – Calculation of uncertainty of conditions in climatic test chambers. 2007. 68 p.
8. Calibration Guide Euramet CG-20 Version 4.0. Calibration of Temperature and/or Humidity Controlled Enclosures. 2015. 11 p.

References

1. IEC 60068-3-5. Environmental testing – Part 3-5: Supporting documentation and guidance – Confirmation of the performance of temperature chambers. 2018. 32 p.
2. ISO Guide 35. Reference materials. General and statistical principles for certification. 2017. 66 p.
3. ISO 15194. In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in samples of biological origin – Requirements for certified reference materials and the content of supporting documentation. 2009. 16 p.
4. State Standard 2681-94. Basic and General Terms in Metrology. Terms and Definition. 1995. 72 p. (in Ukrainian).
5. Metrological traceability of analytical results. Eurachem/Citac Measurement Uncertainty and Traceability Working Group. 2019. 2 p. Available at: https://www.eurachem.org/images/stories/leaflets/trc/ECHM_TRC_2019_UA.pdf (accessed 13.04.2020)
6. Guideline DKD-R 5-7. Calibration of Climatic Chambers (2004). English Translation. 2009. 31 p.
7. IEC 60068-3-11. Environmental Testing – Part 3-11: Supporting documentation and guidance – Calculation of uncertainty of conditions in climatic test chambers. 2007. 68 p.
8. Calibration Guide Euramet CG-20 Version 4.0. Calibration of Temperature and/or Humidity Controlled Enclosures. 2015. 11 p.