# 利用干井炉校准获得最佳性能时的常见问题

Mike Hirst Fluke, Hart Scientific Division 799 E. Utah Valley Drive American Fork, Utah 84003-9775 Phone: 801.763.1600 E-mail: mike.hirst@hartscientific.com

摘要: 干井式温度校准器的典型技术指标并不能提供用户需要了解的全部不确定度信息。本文说明 了使用干井式或"干块"校准器对温度计进行准确校准的其他重要指标,包括稳定度、径向均匀性、 轴向均匀性、迟滞、插入深度、负载影响、使用外部参考,等等。文中还提供了例子,以及如何进 行测量和使用的信息。

### 概述

干井是一种广泛用于多种行业的温度计校准工具,覆盖了从医药到电子、能源、食品加工的各个行业。其功能是根据可溯源温度标准对温度传感器进行校准,以提高生产力,并满足现场和实验室应用的规范要求。干井通常带有实用特性和附件,可以提高其在现场或实验室应用时的生产力。本文着重阐述干井式校准器的热特性。

以下讨论覆盖了干井式校准器的几项热特性,这些特性都会影响到干井向被测单元(UUT)传递校 准的的准确度。其中许多特性都取决于如何使用校准器。文中提供了测试这些特性的方法。最后, 这些测试数据和所涉及仪器的测试数据一起被考虑到了误差计算之中。由此便可评估干井的不同特 性(以及使用模式)的影响。

# 干井式校准器的使用模式

干井式校准器通常可以实现两个功能。它既可作为等温源又可作为可溯源温度参考。当作为等温源 时,其目标是提供一个均匀的恒温环境,用于将温度数据从可溯源温度参考标准传递给UUT;作为 温度标准,校准器本身已经过校准。

本文涉及了干井式校准器的这两种使用模式。*直接*模式将干井式校准器作为温度参考标准(请参见 图1)。该模式减少了所需仪器的数量,有助于降低成本,并且明显方便了现场应用。

*间接*模式将干井式校准器作为等温源,依赖于外部温度计(及读出装置)作为参考标准(请参见图 2)。需要说明的是,一些干井式校准器内置独立于校准器控制电路和传感器的读出装置。这种参考 采用了独立的探头,将其插入到干井的插孔中,就和UUT一样。该传感器及其相关的测量电子器件 可被校准,并提供与完整的外部系统相同的功能。



图1. 干井式校准器可经过校准,直接提供可溯源校准比对,而不必使用外部温度计(直接模式)



图2. 干井式校准器仅作为等温源使用。为达到溯源性,可将UUT读出装置与外部参考温度计的温度进行比对(间接模式)

## 干井式校准器的特性及测量

干井式包括一个温度控制物块,通常是一个金属块,它为比对测量提供了一个等温环境。由于通过 固体块的热传输被减小,因此固体块比搅拌的液槽更容易受到温度梯度的影响。因此,如果通过插 块的热损失模式发生变化,这些梯度就更容易受到这种转换的影响。在插块上提供有插孔或井,用 于插入温度计。(为了满足不同尺寸的温度计,通常提供具有不同尺寸插孔的插块。)为方便插入 和拔出,在温度计和井之间(以及护管和插块之间)要留出一定的空隙。这一空隙会产生热阻抗, 阻止其间的热传输。带着这些问题,我们将讨论一些影响使用干井时的准确度的特性。这些特性包 括温度稳定度、温度均匀性、热负载、温度迟滞和插入深度。

本文中的测量例子采用了一个或两个输入温度计读出装置。它们可以快速地以数字方式记录数据, 以提供良好的分析。采集的数据已经被导入到Excel®电子表格中,并进行了数学操作和绘图。

#### 温度稳定度

温度稳定度是影响干井式校准器性能的最基本和常见的测量限制之一。使用温度计和具有足够灵敏 度和分辨率的读出装置测量温度区的控制波动,从而测得温度稳定度。响应时间与典型UUT非常相 像的温度计是非常有用的。在任意指定温度下,干井稳定度测量的典型时间周期为30分钟。根据使 用校准器的方式不同,可能适用其它的时间周期。温度稳定度在不同的温度下可能会有所不同。应 该在其范围内对仪器进行特征定义,通常进行3组稳定度测量就足够了。对于仅进行加热的校准器 (即不使用制冷系统获得低于环境的温度),在其范围的最大、最小温度和中间点进行测量。对于 低温干井式校准器的稳定性,除了在其最大和最小温度测量外,还要对接近室温的温度点进行测量。 同时可对用户感兴趣的特定温度点进行测量。

稳定度用来衡量温度控制达到稳定后在测量周期内的温度偏移。可以通过两种方式查看稳定度数据 (请参见图3)。所谓的"峰值"稳定度通常定义为正/负(±)数据组最大值和最小值差值的一半:

峰值稳定度=±(Tmax-Tmin)/2

所谓的"2σ"稳定度,是数据组标准偏差的两倍:

 $2\sigma$ 稳定度=±(2×标准偏离)

2σ方法被认为可以更准确地描述稳定性,因为通常的温度起伏服从正态概率分布。其结果对温度观 察周期的依赖性更小。

由于参考温度和UUT值的测量之间存在时间差,因此稳定度就是一个关键参数。可以通过获得尽可能高的稳定度来减少由此产生的不确定度。减少参考和UUT测量之间的时间差也会有帮助。



图3 两种确定稳定度的方法如图所示。2σ方法的置信度为95%

### 温度均匀性

为了使温度区内不同位置的传感器具有相同的温度,温度区内的温度在轴向和径向应该是均匀的或一致的。

所有干井式校准器都有一定程度的温度不均匀或不一致性。被插入到不同井中进行比对的不同温度 计及不同类型的温度计感受到的温度会稍有不同。由井的长度产生的温度差异称为轴向梯度;不同 井之间的温度差异称为径向梯度。可以对梯度进行测定,并画出其曲线。根据这些曲线可以估算出 不确定度,并计入总不确定度。

#### 轴向均匀性

干井式校准器顶端和底部散热速率与中心不同。这将产生延井的轴向温度梯度。干井式校准器的设计对梯度进行了补偿,其方法是热量分布延温区方向而不同。这些技术还不算完美。延井深方向仍然存在径向梯度。温度计的感温区深度不尽相同,或者与相比对的温度计有不同的敏感元件长度。例如,PRT传感器的长度可能不同,或者在护管内的位置也有差异,因此所感测的就是温度区内不同轴向位置的温度。比对不同类型的传感器(例如将敏感元件长度短的电热偶或热敏电阻与长敏感元件的标准铂电阻参考温度计-SPRT相比对)就会产生明显的轴向位置差异,因此这种比对就非常容易受到轴向梯度的影响。

可以对轴向梯度进行测量,来评估它对总不确定度的影响。有两个温度计的温度读出装置是十分理想的。其中一个温度计可以为典型的参考标准,例如二级参考标准或PRT。但是梯度温度计需要有特殊的特性。需要具有较短敏感元件的温度计——建议敏感元件长度为5mm或更短。直径也应尽可能小——小于6mm。同时应对梯度温度计进行测试以验证其具有相对较低的散热效应。用于设计的传感器可以是PRT、热敏电阻或贵金属热电偶,它应具有足够的温度范围能够覆盖干井的温度范围。由于廉金属热偶的同质性不好,因此廉金属热电偶不适合这样的测量。建议在实际应用中采用PRT而不是贵金属热电偶。温度计的稳定度不是特别关键,只要在测量期间足够稳定,可以进行准确的温度差异测量即可[1]。

测量可以在任何温度下进行,但是当干井式校准器的温度与环境差别过大时,温度偏差通常会增加。 对干井式校准器在其全部温度范围内进行评估是有益的,通常要在低温、中温和高温下进行测量。

从井内最深处(0 mm)开始测量然后以最小20mm的增量逐渐抽出梯度温度计。每次测量必须留出 井内重新建立温度平衡和稳定的时间。覆盖的深度范围应当包含将在校准器内校准的温度计的感温 长度涵盖的的范围。一些SPRT和二级参考温度计的敏感元件长度可能为40~60 mm。通常的测量点 可能包括0mm(井的底部)、20mm、40mm和60mm,然后返回0mm以确认井没有漂移。当梯度温 度计在井内上下移动时,参考温度计始终在另一个井的底部。两个温度读数的差异即提供了所需的 梯度数据,该数据不受干井控制传感器和控制器件不稳定的影响。



图4 参考探头和梯度探头的测量刻度在左侧;由深度引起的轴向偏差的刻度在右侧。数据基准点为0mm深度,此时偏差为0°C。在干井式校准器稳定后,偏差由平均数据决定。将最后的0mm读数与第一个读数比较以确定是否发生偏移。

梯度曲线如图5所示。平滑的梯度曲线说明温度和深度测量准确。

由轴向梯度引起的不确定度极限,可以通过计算在被测敏感元件的最大长度范围内的最大温度变化 来进行评估。图4所示例子中的最大误差为0.032℃,除2后得到峰值为±0.016℃ 这是从最小的传感器(梯度测试探头为5mm)到所选的40mm最大传感器之间的误差范围,条件是: 全部插入井中。

如果知道确切的梯度曲线和敏感元件长度,可在一定程度上改进不确定度。图5中的例子还显示出了 40mm参考温度计和20mmUUT之间的误差。其各自温度值由梯度曲线积分得到。注意使用设计和长 度基本相同的元件,可以消除轴向均匀性误差的影响



图5. 把从图4的微分曲线得到的测量数据单独绘制,可以建立梯度曲线。对20mm和40mm传感器的 长度进行积分,得到各自的温度值。两者之间的误差比采用40mm测量的最大可能误差小。注意相同 长度的传感器测得的井温度相同。

轴向均匀性误差是误差计算中最明显的不确定度因素之一。如果知道温度计的构造,便可使用一项 减少此类误差的技术。图6显示为具有大温度变化的梯度曲线的干井式校准器。根据参考传感器的位 置和长度,可对其检测温度进行估算。采用对插入深度的曲线进行分段、对偏差或误差值进行平均 的简单积分方法进行估算。也可以对具有相同插入深度的20mmUUT传感器进行评估,并确定相对误 差。如果移动较短的传感器,使得两传感器的中心并排放置,可以明显地减小误差,如图所示[2]。



图6 此图形表示了具有大温度变化的梯度曲线。从井的底部对曲线进行积分,得到参考温度计和 20mmUUT的值。将UUT和参考温度计的中线对齐,得到第二个温度值。可以看到误差明显地减少。 如果知道传感器长度和位置时,采用此技术可以减少轴向梯度误差。

### 径向均匀性

径向均匀性是指干块或井之间的温度差异。这种不均匀性受干块和环境温度之间的差异的影响非常 大。与环境温度的差异越大,造成的潜在温度校准误差就越大。所以,应在仪器温度范围内的极值 (相对于环境温度)条件下,进行径向不均匀测量。

测量径向均匀性要求稳定的温度计和读出装置。采用二级标准或SPRT的效果最好。测试必须在适于 所用温度计的等直径井内进行。最简单的方法是,使用同一个温度计对各个井进行测量。在每次记 录测量前,应该是干井式校准器得到稳定。

最准确的方法是使用两个温度计进行封闭校准。使用一个温度计作为参考,在整个测试过程中,保持其在同一个井内。另一个温度计在各井之间转移,确保在每一处都有足够的时间使校准器恢复稳定。使用这种方法,可以消除大部分的控制不稳定性和漂移,所以仅剩井间的温度差异。具有很多井的干井式校准器至少应对三个井进行均匀性分布测量。注意井间温度差异。测量井之间的最大偏差是潜在误差值。最大误差除2得到峰值误差(±)。若对所有井进行测量时,这些井必须是相同大小的。应至少对两个井进行测量。(请参见图7)



图7 参考井温度计("参考")与另一个在各井之间转移、进行相对温度测量的温度计("转移")进行比对。可以从右侧的轴上读出标准化的温度差异。由此确定最大偏差和最小偏差之间的相对温度差异。

对少于四个井的干井式校准器而言,有必要通过循环交替测量确定差异。使用两个温度计时,两个 井之间的差异可由下列方程计算得到:

温度差异= |((P1W1-P1W2) + (P2W1-P2W2)) / 2|

注意: P1为探头1; W1为井1; 以此类推。P1W1是井1中探头1的读数。

### 负载误差

当温区内的温度计数量和(或)型号增加或减少时,会引起热量的损失或增加,从而发生温度梯度 的变化,因此就产生了负载误差。当采用直接校准模式而不是间接校准模式时,这一问题尤为显著。 在直接校准模式下,校准器控制传感器根据温区内独立的参考温度计进行校准。在随后的校准过程 中,对UUT进行校准。如果井内装有其他温度计,增加的热能损耗会改变温区内的温度分布。影响 温度计温度,而干井式校准器显示的温度保持不变。这种变化被称为负载误差。如上所述,在井内 将参考温度计与UUT并排使用,可以大幅减小此误差,由此便可以消除负载引起的均匀性误差。

通过在插块的井内插入一支监测温度计,对其在一段时间的温度进行记录,可以测定温区内的负载 误差。在温度场建立后,按每次一个的速度增加温度计,同时观察校准器显示的变化、监测温度计 温度。没有必要频繁地对新增的温度计进行测量,但应简单地对增加温度计的热负载进行模拟。在 扰动之后,干井式校准器显示总会返回设置点温度。每增加一个负载,参考温度计读出装置将显示 一个温度变化。取出显示稳定的温度计使这一过程逆转,以保证恢复到原温度。测量数据的例子如 图8。采用这种方式,可以确定常见的温区负载误差,并且在不确定度计算中考虑相应的温区负载误 差。



图8 利用参考探头(Ref1)确定温区温度,同时在初始平均值处划线。逐渐增加的温度计提供热负载,最终温区温度变化趋向环境温度。校准器控制器始终显示原温度。

给温区添加二级参考(如图8中的"Ref2")可以提供用于测试负载对间接测量模式产生的影响的数据。对两条曲线进行计算得到的微分值,如图9所示。与直接校准模式相比,这种校准方式的变化较小。

#### 温度迟滞

用于控制校准器温度的工业铂电阻温度计(IPRT)的应力变化,会使干井式校准器产生迟滞现象。 尽管这种模式具有很好的可重复性,但它随当前温度循环的范围而变化。当校准器在最小和最大设 置点温度间循环时,范围中点处的实际测量温度变化最大。误差方向取决于设备处于升温过程还是 降温过程。通常,IPRT阻值在升温过程中较低,而在降温过程中较高。当IPRT安装在干井式校准器 中,作温度控制传感器使用时,控制器将其探测值颠倒,设置点温度在升温过程中较高,在降温过 程较低。在范围中点处最小和最大温度差异为零到十分之几摄氏度。IPRT的设计差异或甚至是相同 设计的不同元件都对中点处的迟滞误差产生影响。干井式校准器的量化迟滞误差将计入仪器偏移范 围中点处的参考温度计测得的最小温度和最大温度之间的差异中。(如图10所示)。

通过对无迟滞参考温度计在校准器最大温度和最小温度间的多次循环值进行记录,可以对迟滞情况 进行测量。注意越小的偏移范围造成的误差越小。实际上可能存在一个几乎没有迟滞现象偏移范围 [3][4](如图11)。



图9 对图8中R1和R2的数据变化之间的差异进行标准化并作图,表明热负载条件的间接模式下参考 温度计和UUT之间的潜在改变。这些改变很小,大概在测量噪声的范围内。



图10 当温度计在一定温度范围内上下循环时,干井式校准器会出现迟滞。控制传感器PRT器件的应力引起了此误差。最大误差出现在范围的中点处。



图11 任意给定传感器的迟滞量级取决于温度偏移范围。偏移越小产生的迟滞越小。

# 插入误差

温度计的插入误差是护杆散热引起的(散热效应)。温度计的护杆是温度计探头上位于传感器和导 线之间的部分。当传感器热流沿温度计的护杆到达周围环境时,便产生了散热效应。如果传感器插 入等温区内足够深,以至于传感器上方的一部分护杆与温区温度相同,那么便没有热流通过传感器。 当这样的情况发生在参考温度计和UUT之间时,它们会达到相同的平衡温度。

散热效应是温度计的特性,而不是校准器的特性,而插入深度则是校准器的特性。理想的情况是, 所有温度计都在温区内部插入深度都足够深,从而散热效应可以忽略不计。然后问题的关键是让参 考温度计和UUT有足够的插入深度,以克服这一问题。

为了确定散热效应影响是否明显,应当采用同样的温度源。如果对某个校准器进行轴向梯度测量, 发现其满足需求,那么可以将其用于散热效应测量。如果校准器有明显的轴向梯度,将很难区分轴 向梯度影响和散热效应的影响。显著的温度梯度导致测量结果无效。

简单的散热效应测试与轴向梯度测试相同。使用适当的读出装置对参考温度计和测试温度计进行监测。这两个温度计被置于尺寸合适的井内。校准器设置为所需温度,同时温度计达到平衡。注意温度值的差异,被测温度计上升10mm,并达到平衡。再次注意两个传感器之间的差异,并对两个差异进行评估。温度变化趋于周围环境,通常是散热效应引起的。没有明显的变化表明散热效应很小。

图12 绘制了无梯度校准器中不同温度计的插入曲线。如果参考温度计和测试温度计构造相同,而热量损耗/增益也相同,那么可以减少散热效应。



图12 此图显示了在无梯度温区中若干探头以1cm间隔测量的插入曲线。0cm位置的井深是20cm。所 有曲线都趋于环境温度,说明发生了散热效应。这里显示了一些常见的校准器插入深度。对特定深 度的不同探头的显示温度进行比较,能够说明它们之间的散热效应。

### 不确定度计算

为了估算使用校准器的校准过程中的不确定度,首先必须对所有误差极限进行量化。校准器中的每 一温度测量过程都应该建立在可量化的范围或不确定度范围之内。

根据校准中所使用仪器的应用和用法,对仪器的个体不确定度源进行统计集合就是不确定度计算。 下面提供了两个例子。第一个例子适用于校准器的直接模式(也就是采用干井的显示温度作为参考 温度);第二个例子适用于间接模式,采用了外部校准参考温度计和读出装置。

下面为普通的干井校准器建立了一个不确定度清单。根据所用干井式校准器的具体模式不同,有些项不一定适用于所有情形。对例子中各项的适用模式进行了说明。为每一类型选择了概率分布。根据分布类型和k因子的不同,还应用了不同的除数。假设各不确定度均不相关,在表格底部对所列出的不确定度,按照方和根的方法进行了计算。例子选取了200°C时,40mm测量区域内典型不确定度。为便于计算,对这些例子中的一些不确定度进行了组合。为方便起见,根据数据假设选取了相应的概率分布。用户应采用自己的概率分部估算。

#### 不确定度应用描述

参考的电子测量装置:根据制造商提供的技术指标和使用方法,已经确定了用于测量和显示温度的电子设备的不确定度:±0.012°C(k=2),其中包括温度计的自加热。 这适用于间接模式而不适用于直接模式

参考温度计:作为校准参考的电阻温度计(SPRT)的校准在200°C时的扩展不确定度:±0.010°C(k=2)。这适用于间接模式,不适用于直接模式。

参考温度计长期漂移:例子中的SPRT漂移指标为:±0.010°C(k=2)。这适用于间接模式,不适用于直接模式。

干井式校准器准确度:制造商规定的总准确度为:±0.300°C。这适用于直接模式,不适用于间接模式。

干井式校准器长期漂移:校准记录显示仪器的长期偏移在±0.100°C内。这适用于直接模式,不适用于间接模式。

轴向均匀性:测量区域的误差范围是0.300°C,峰值:±0.150°C。对于间接模式,增加的梯度不确定度为:±0.070,(来自SPRT)

径向均匀性: 校准设置点的井间最大差异估算为0.140°C, 峰值为±0.070°C。对于间接测量模式, 增加±0.070°C的径向梯度不确定度 (对SPRT), 已经对其长度和位置进行了评估。

显示分辨率:干井式校准器的温度指示器分辨率为0.01°C,产生的温度分辨率极限为±0.005°C。

温度稳定度:在30分钟内,干井式校准器在设置温度下的温度稳定度约±0.030°C(采用2σ方法)

热负载:直接校准模式下,干井式校准器热负载的最大影响是0.200°C或±0.100°C。间接模式为±0.002°C

迟滞:加热循环和制冷循环产生的最大温度误差估计在 0.050°C 或±0.025°C 内

散热效应或插入误差:处于特定插入深度的温度计的散热效应约为0.050°C。

下列表格显示了,直接模式和间接模式下,合成标准不确定度和合成扩展不确定度的计算。

## 直接测量的例子:

不确定度来源	概率分布	不确定度(±°C)	除数	影响±°C
电子测量器件	正态分布	0.012	2	NA
参考温度计 (SPRT)	正态分布	0.010	2	NA
长期偏移SPRT	正态分布	0.010	2	NA
干井准确度	矩形分布	0.300	$\sqrt{3}$	0.173
干井长期偏移	正态分布	0.100	2	0.050
轴向均匀性	矩形分布	0.150	$\sqrt{3}$	0.087
径向均匀性	矩形分布	0.070	$\sqrt{3}$	0.040
显示器分辨率	矩形分布	0.005	$\sqrt{3}$	0.003
温度稳定度	正态分布	0.030	2	0.015
热负载(直接)	矩形分布	0.100	$\sqrt{3}$	0.058
迟滞	矩形分布	0.025	$\sqrt{3}$	0.014
散热效应	斜线分布	0.050	1	0.050
				0.219

合成扩展不确定度: ±°C(k=2)

0.438

### 间接测量的例子

不确定度来源	概率分布	不确定度(±°C)	除数	影响±°C
电子测量	正态分布	0.012	2	0.006
参考温度计 (SPRT)	正态分布	0.010	2	0.005
SPRT, 长期漂移	正态分布	0.010	2	0.005
校准器准确度	矩形分布	0.300	$\sqrt{3}$	NA
干井长期偏移	正态分布	0.100	2	NA
轴向均匀性	矩形分布	0.150	$\sqrt{3}$	0.087
轴向均匀性(SPRT*)	矩形分布	0.070	$\sqrt{3}$	0.040
径向均匀性	矩形分布	0.070	$\sqrt{3}$	0.040
径向均匀性(SPRT*)	矩形分布	0.070	$\sqrt{3}$	0.040
指示器分辨率	矩形分布	0.005	$\sqrt{3}$	NA
温度稳定度	正态分布	0.030	2	0.015
热负载(间接)	矩形分布	0.002	$\sqrt{3}$	0.001
迟滞	矩形分布	0.025	$\sqrt{3}$	NA
散热效应	斜线分布	0.050	1	0.050
				0.123
合成扩展不确定度:±℃(k=2)				0.247

注意:\*轴向不确定度和径向不确定度应已计入SPRT间接模式的例子中。此不确定度在校准器直接模式下被计入干井准确度的不确定度。

# 结论

所有干井式校准器的一些固有特性,会造成温度校准过程的不准确。利用本文提供的技术,能够以 不确定度的方式来估算这种不准确性。校准器的不同使用模式也会对不准确度产生影响。然后对这 些不确定度进行合成,即为给定干井式校准器内温度计的校准提供了总不确定度。

# REFERENCES 参考文献

[1] EA Guidelines on the Calibration of Temperature Block Calibrators, 2000, EA Publication Reference, EA 10/13.

[2] Mingjian Zhao, Hart Scientific Internal Technical Report on Improvements of Use of Dry-Well Block Calibrators.

[3] D.J. Curtis, Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry (American Institute of Physics, New York), 1982, Vol.5, p. 803.

[4] J.V. Nicolas and D.R. White, Traceable Temperatures; An Introduction to Temperature Measurement and Calibration, New York: John Wiley & Sons, 1994, pp. 173