



Bildung und Kultur

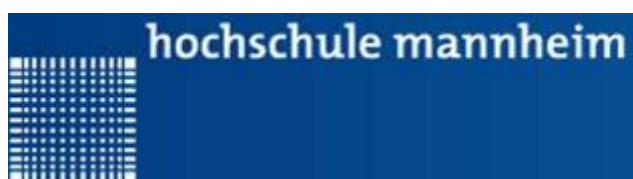
**Sokrates**



Das Projekt

## **TEACHER – SCIENTIST – PARTNERSHIPS**

129289-CP-1-2006-1-DE-COMENIUS-C21



**Institut für Energie- und  
Umwelttechnik**

# Modul Kalibrierung

## Gliederung:

1. Einführung
2. Theoretische Grundlagen
  - 2.1 Methodik
  - 2.2 Mathematische Beschreibung
  - 2.3 Genauigkeit
  - 2.4 Justierung
  - 2.5 Eichung
3. Praktische Durchführung
  - 3.1 Prinzipieller Aufbau
  - 3.2 Kalibrierstand der Hochschule Mannheim
  - 3.3 Kalibrieranleitung und Durchführung mit Schülern
4. Fazit

## 1. Einführung

### Was ist Kalibrierung? Warum muss man kalibrieren?

Viele moderne Messgeräte, z.B. Waage, Thermometer, Voltmeter, CO<sub>2</sub>-Analysator, haben heute eine digitale Anzeige. Man schaltet das Messgerät ein, misst und in Sekundenschnelle zeigt das Gerät einen digitalen Messwert an, z.B. das Gewicht der Person  $m = 75,6$  kg, die Temperatur des Wassers  $\delta = 78,2,^{\circ}\text{C}$ , die elektrische Spannung an einem Fernseher  $U = 1702$  V oder die CO<sub>2</sub>-Konzentration in der Atmosphäre  $c = 375$  ppm (parts per million). Sind diese Messwerte nun richtig oder falsch?

Aus Erfahrung weiß man, ob der Messwert  $m = 75,6$  kg etwa richtig sein kann oder nicht, die die Person wiegt. Aber schon bei der Messung des heißen Wassers können wir nur abschätzen aufgrund des Vorgangs, wie das Wasser heiß gemacht wurde, ob der Wert  $\delta = 78,2$  °C stimmen kann oder nicht. Wir können diesen Wert mit unseren Sinnesorganen nicht mehr überprüfen und müssen dem Messgerät vertrauen. Bei der Messung der Spannung am Fernseher oder der CO<sub>2</sub>-Konzentration kann nur der Fachmann aufgrund seines Wissens und seiner Erfahrung sagen, ob der Wert in der Größenordnung stimmen kann oder nicht. Will der Fachmann jedoch sicher sein, dass der Messwert 1702 V oder 375 ppm richtig oder nicht richtig ist, dann hat er das Messgerät zuvor auf Funktionstüchtigkeit und Genauigkeit zu überprüfen.

Diese messtechnische Überprüfung von Messgeräten heißt in der Wissenschaft und Messtechnik Kalibrierung.

Außerdem weicht jeder Messwert, wenn man ihn mehrfach wiederholt, vom vorherigen Messwert stets etwas ab, auch dann, wenn das Messgerät voll funktionstüchtig und sehr genau misst. Dies liegt in der Natur der Technik und Messung.

Dies gilt ebenso für Messgeräte mit Zeiger, sog. analoge Messgeräte, die ebenfalls vor Messungen kalibriert werden müssen. Es gilt grundsätzlich der Satz:

„Jede Messung ist nur so genau wie ihre zugehörige Kalibrierung.“

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1 Methodik

Zur Kalibrierung eines Messgerätes nimmt man ein sogenanntes Normal, von dem man den Wert exakt kennt. Anstatt Normal werden auch die Begriffe Standard, Referenz verwendet. Wir wollen hier ein CO<sub>2</sub>-Messgerät kalibrieren und verwenden als Normal ein CO<sub>2</sub>-Prüfgas aus einer Prüfgasflasche, von dem man die Konzentration ebenfalls exakt kennt, zum Beispiel  $c_S = 450 \text{ ppm CO}_2$ . Man sagt auch: das Prüfgas hat Soll-Konzentration, Soll-Wert, hat die richtige, wahre Konzentration  $c_T$ .

Dieses Prüfgas leitet man nun dem CO<sub>2</sub>-Meßgerät zu, misst die Konzentration und vergleicht den Anzeige-Wert  $c_A$  des Messgerätes mit dem Soll-Wert  $c_S$ . Zeigt das Messgerät den Wert 450 ppm an, dann ist der Wissenschaftler oder Messtechniker sehr zufrieden, denn es gibt keine Abweichung zwischen dem Anzeige-Wert zu dem Soll-Wert 450 ppm. Beträgt der Anzeige-Wert 447 ppm oder 455 ppm, dann ist er auch noch zufrieden.

Nun wissen wir aus der Literatur und den Medien, dass die CO<sub>2</sub>-Konzentration in unserer Atmosphäre um 380 ppm beträgt, also müssen wir das Messgerät auf diesen Wert überprüfen. Außerdem wissen wir, dass die CO<sub>2</sub>-Konzentration zwischen Tag und Nacht und zwischen Sommer und Winter von 350 ppm bis 400 ppm schwankt; also müssen wir das Messgerät auch auf diese Werte überprüfen. Es sei angemerkt, dass in nicht belüfteten, besetzten Klassenzimmern die CO<sub>2</sub>-Konzentration bis auf Werte von 1000 ppm hoch steigen kann. Kurzum, wir müssen das Messgerät auf eine Reihe von Konzentrationswerten kalibrieren.

Der Wissenschaftler / Messtechniker erstellt nun eine sog. Messreihe, bei der er das Messgerät mit Prüfgas verschiedener Konzentrationen im Bereich  $c_S = 350 \text{ ppm} - 400 \text{ ppm}$  beaufschlagt, die Anzeige-Werte  $c_A$  notiert und in eine Tabelle gegen die Soll-Werte  $c_S$  aufträgt – siehe Tabelle 1. Meist nimmt er noch einen Null-Wert hinzu, in dem er das Messgerät mit synthetischer Luft, das ist 21% Sauerstoff, 78 % Stickstoff und 1 % Argon, also ohne Kohlendioxid beaufschlagt. Das CO<sub>2</sub>-Messgerät sollte nun auch Null anzeigen. Häufig wird noch ein Zwischenwert aufgenommen.

Zwecks Anschaulichkeit wird die Messreihe grafisch in einem Kalibrier-Diagramm dargestellt, in dem die Anzeige-Werte  $c_A$  gegen die Soll-Werte  $c_S$  aufgetragen werden – siehe Abb. 1. Dies nennt man die sog. Kalibrierkurve.



Die Steigung  $m$  kann man aus einem Intervall des Prüfgases  $\Delta c_S$  und dem zugehörigen Intervall der Anzeige  $\Delta c_A$  berechnen und den Achsenabschnitt  $c_0$  aus dem Diagramm ablesen.

Wir können also einen funktionalen Zusammenhang zwischen der Anzeige eines  $\text{CO}_2$ -Messgerätes und den wahren Werten der Größe Konzentration finden. Allgemein:

### **Definition:**

**Kalibrierung ist die Ermittlung eines Zusammenhangs zwischen den Anzeigewerten eines Messgerätes und den wahren Werten einer Messgröße.**

Ist eine Kalibrierung für ein Messgerät durchgeführt, so kann der Messtechniker für eine Messung nun aus dem Anzeigewert auf die richtige Konzentration zurückschließen, indem er

- im Kalibrierdiagramm vom Anzeige-Wert auf der Ordinate auf den Abszissenwert projiziert, der nun den Wert der Messung, das Messergebnis, den wahren, richtigen Wert darstellt; formal ersetzt man einfach den Prüfgas-Wert  $c_S$  durch den richtigen Wert  $c_r$

oder

- die Kalibrierfunktion nach  $c_S$  auflöst und anstatt  $c_S$  nun  $c_r$  für die richtige Konzentration schreibt:

$$c_r = \frac{1}{m} c_A - c_0.$$

Dieser funktionale Zusammenhang zwischen Anzeige-Wert  $c_A$  und richtigem Wert  $c_r$ , also richtiger Konzentration ist möglich geworden durch die Kalibrierung, bei der die Werte für die Steigung  $m$  und für die Nullpunktabweichung  $c_0$  des Messgerätes bestimmt wurden.

Wie genau sind nun die Anzeige-Werte eines Messgerätes? Kann man die Genauigkeit aus der Kalibrierung ermitteln?

## **2.3 Genauigkeit**

Messwerte sind stets mit Messabweichungen behaftet. Nach der Theorie unterscheidet man zwischen zufälliger und systematischer Messabweichung.

Systematische Messabweichungen sind auf Gerätemängel, unzulängliche Versuchsanordnung oder nicht beachtete Umgebungsbedingungen zurückzuführen, z.B. falsche Justierung, zu hohe Umgebungstemperatur. Die systematischen Abweichungen gehen in der Regel stets in eine Richtung. Sie müssen vor der Messung beseitigt werden, wenn sie zu große, relevante Werte erreichen.

Dann gibt es aber auch die zufälligen Messabweichungen: Führt man eine Messung bei gleicher Einstellung mehrmals durch, hier die vorgegebene Prüfgas-Konzentration  $c_P$ , dann zeigt das Messgerät mal denselben, mal auch etwas andere Werte an. Die Anzeige-Werte  $c_i$  streuen um den vorgegebenen Soll-Wert  $c_S$ . Dies ist nicht ein Anzeichen eines schlechten Messgerätes, sondern die Streuung ist eine grundsätzliche Eigenschaft der Messung und Technik. Allerdings muss man anerkennen, dass bei einem guten Messgerät die Streuung geringer, bei einem schlechten Messgerät jedoch größer ist. Doch eine Streuung kann man grundsätzlich nicht verhindern. Solche Messabweichungen nennt man auch statistische Messunsicherheiten.

Wegen dieser grundsätzlichen Streuung der Messwerte ist es üblich, in der Messtechnik stets mehrmals zu messen. Aus mehreren Messwerten, z.B.  $j = 1, 2, \dots, N$  Messungen und entsprechend  $N$  Anzeigewerten  $c_{Aj}$  bildet man den sog. arithmetischen Mittelwert, hier kurz Mittelwert genannt, nach folgender Formel

$$\text{Mittelwert} \quad \bar{c} = \frac{1}{N} c_{A1} + c_{A2} + \dots + c_{AN} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N c_{Aj}$$

Dieser Mittelwert kommt dem wahren Wert ziemlich nahe. Nach der Theorie ist er gleich dem wahren Wert, wenn unendlich viele Messungen durchgeführt werden. In der Praxis kann man aber nur einige Messungen durchführen. Insofern ist jede Messung mit einer Messunsicherheit behaftet. Wie groß ist nun diese Messunsicherheit für den ermittelten Mittelwert?

Dazu ermittelt man die sog.

$$\text{Standardabweichung} \quad s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{j=1}^N (c_j - \bar{c})^2}$$

und daraus die

$$\text{Messunsicherheit} \quad u = \frac{1}{\sqrt{N}} \cdot s.$$

Zum leichteren Verständnis vorgenannter Formeln wird o.g. Messreihe um das Beispiel erweitert, indem jeder Messpunkt durch zwei weitere Messungen erweitert wird – siehe Tabelle 2. In der Tabelle sind ferner zu jedem Messpunkt der Mittelwert  $c$ , die Standardabweichung  $s$  und die Messunsicherheit  $u$  aufgetragen. Die Mittelwerte ergeben dann das Kalibrierdiagramm – Abb. 2.

Zur Beurteilung der Güte der Messung gibt man zum Ergebnis der Messung, was der Mittelwert  $c$  (quer) nun ist, auch seine Messunsicherheit  $u$  an und schreibt

$$\text{Ergebnis der Konzentrationsmessung: } c = \bar{c} \pm u_m = (380 \pm 20) \text{ ppm}.$$

Grafisch bringt man dies durch sog. Fehlerbalken zum Ausdruck der Länge  $2u$  - siehe Kalibrierdiagramm II. Die Kalibrier-Kurve, gewünscht eine Kalibriergerade, ergibt sich nun dadurch, dass man von Hand eine Gerade so durch die Messpunkte so legt, dass sie innerhalb der Fehlerbalken liegt. Mathematisch ist dies die sog. Regressionsgerade, die zu berechnen größeren mathematischen Aufwand bedeutet.

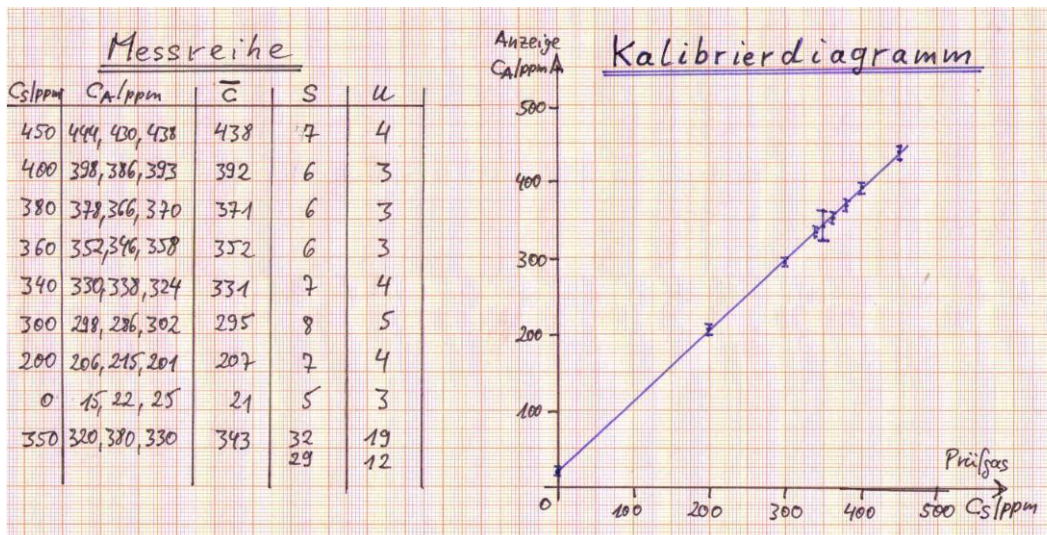


Tabelle 2: Messreihe II

Abb. 2: Kalibrierdiagramm mit Fehlerbalken

Bei Interesse ist dies in der Deutschen Normung DIN1319 Messtechnik nachzulesen. Es sei aber angemerkt, dass mit modernen wissenschaftlichen Taschenrechnern die Regressionsgerade und der Koeffizient berechnet werden können.

Die Messunsicherheit kann man verringern, indem man die Anzahl der Messungen  $N$  pro Messpunkt vergrößert. Dies ist am Beispiel Messpunkt  $c = 350$  ppm demonstriert, indem von 3 auf 6 Messungen erweitert wird. Zur Verdeutlichung wurde die Standardabweichung in diesem Beispiel vergrößert. Der Fehlerbalken ist deutlich größer als bei den übrigen Messpunkten.

Aber nicht nur die Messung selbst beinhaltet Messunsicherheiten. Auch das Gerät hat gerätetechnische Unsicherheiten (elektronisches Rauschen, mechanische Reibung, etc.), die prinzipiell nicht vermeidbar sind, wohl aber reduziert werden können, was eine Frage des Gerätepreises ist. Hersteller von Messgeräten müssen auf dem technischen Datenblatt angeben, wie groß die maximal zu erwartende Abweichung eines Messwertes vom richtigen Wert der gemessenen Größe sein darf. Dafür garantiert der Hersteller, wenn die spezifizierten Messanforderungen (z.B. Umgebungstemperatur, Feuchte, Pflege, Wartung des Gerätes) eingehalten werden. Diese gerätetechnische Unsicherheit wird meist in Prozent vom Messbereichsendwert des Messgerätes angegeben, z.B. 3% vom Messbereich 0 - 500 ppm. Dies bedeutet, dass der o.g. Messwert  $c = 380$  ppm mit einer gerätetechnischen Unsicherheit von  $u_g = \pm 0,03 \cdot 500 \text{ ppm} = \pm 15 \text{ ppm}$  zu bewerten ist.

Insgesamt ist unser o.g. Messergebnis mit einer Unsicherheit aus messtechnischer Unsicherheit und gerätetechnischer Unsicherheit zu bewerten. Diese Messunsicherheiten werden aber nicht einfach addiert, sondern nach der Theorie der Fehlerfortpflanzung mathematisch errechnet. Die Ermittlung von Messunsicherheiten ist häufig mit größerem mathematischem Aufwand verbunden. Bei Präzisionsmessungen oder bei justiziablen Messungen wird der Wissenschaftler, Gutachter oder Messtechniker stets derartige Messunsicherheiten genau bestimmen und unter diesen Aspekten sein Messergebnis bewerten. Für die hier vorliegende schulische Zielsetzung ist die Theorie und Praxis der Fehlerrechnung zu weitgehend; für weitergehendes Interesse sei auf die Deutsche Norm DIN1319 Messtechnik verwiesen.

Aber auch bei einfachen Messungen sollte man die Messunsicherheit grob abschätzen, z.B. allein nur die gerätetechnische Messunsicherheit und damit seine Messung beurteilen, um nicht Unsinnigkeiten oder Fehlinterpretationen zu erliegen. So macht es beispielsweise keinen Sinn, die CO<sub>2</sub>-Konzentration auf Kommastellen genau zu  $c = 380,6$  ppm anzugeben, wenn allein die gerätetechnische Messunsicherheit viel größer ist, z.B.  $u = \pm 15$  ppm beträgt.

Noch zwei Begriffe, die in engem Zusammenhang mit Kalibrierung stehen:

## 2.4 Justieren

Stellt man im Zuge einer Kalibrierung fest, dass die Anzeige eines Messgerätes nicht auf den richtigen Wert zeigt, dann wird die Anzeige durch Eingriff in das Messgerät korrigiert, also der angezeigte Wert auf den richtigen Wert so gut wie möglich eingestellt. Ziel ist es, eine korrekte Anzeige zu erhalten. Justieren ist also das Korrigieren bzw. Einstellen der Anzeige auf den richtigen Wert.

## 2.5 Eichen

Eichen ist eine hoheitliche Tätigkeit der Überprüfung eines Messgerätes auf Einhaltung der eichrechtlich zugrunde liegenden Vorschriften, insbesondere auf Einhaltung der Messunsicherheiten. Diese Tätigkeit führen die Eichämter durch. Die Protokollierung erfolgt durch Stempelung.

# 3. Praktische Durchführung

## 3.1 Prinzipieller Aufbau

Eine Kalibriereinrichtung kann man selbst aufbauen: dazu benötigt man nur folgende Gerätschaften:

- Mischkammer, z.B. Glaskolben mit 1 L Volumen
- 2 Dosierventile D1, D2
- 1 Drosselventil
- 2 Durchflussmesser, z.B. Schwebedurchflussmessgerät mit Messbereich 0 – 1000 mL
- Verbindende Schläuche bzw. Rohrleitungen und Fittings
- Prüfgasflasche mit Armatur, z.B. für CO<sub>2</sub>-Gas
- Nullgasflasche mit Armatur.

Die Verschaltung ist in Abb. 3 gezeigt.

Synthetische Luft als Nullgas, auch Grundgas genannt, wird in die Mischkammer im Volumenstrom von 0 – 1000 mL eindosiert. Die Einstellung und Messung des Volumenstroms erfolgt durch das Dosierventil D1 und den Durchflussmesser DM1. Das Prüfgas, hier treffender als Beimengung bezeichnet, mit definierter Konzentration  $c_B$ , wird analog in die Mischkammer MK eingeleitet und gemessen.

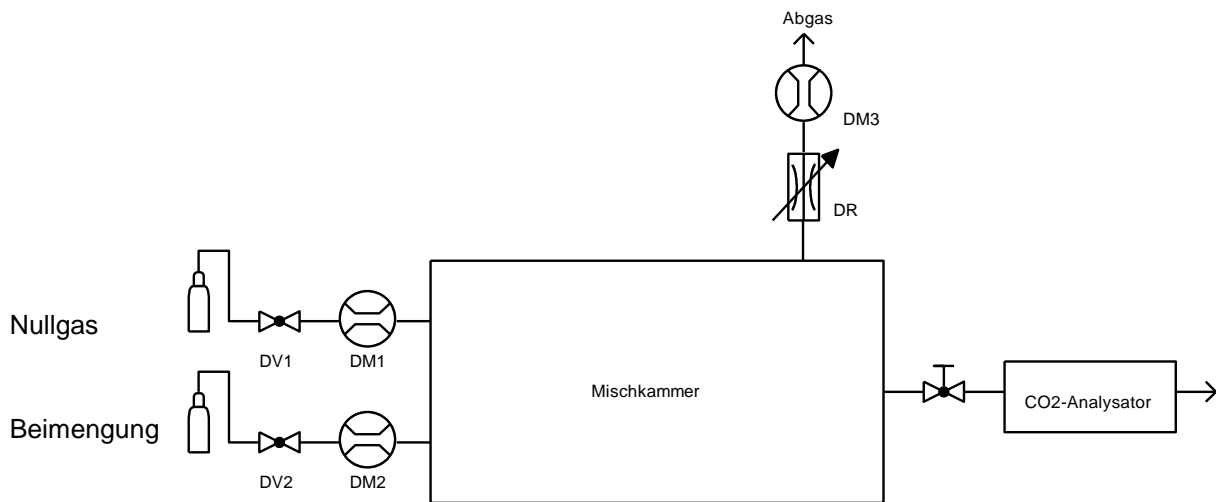


Abb. 3: Prinzip-Schaltbild einer Kalibriereinrichtung

Beide Gase vermischen sich in der Mischkammer und bilden dann das Prüfgas. Seine Konzentration  $c_P$  kann man aus der bekannten Konzentration der Beimengung  $c_B$  und den Volumenströmen der Beimengung  $V_B$  und des Nullgases  $V_N$  nach folgender Formel berechnen:

$$c_P = \frac{V_N}{V_N + V_B} c_B .$$

Ja nach Bauart saugt sich der  $\text{CO}_2$ -Analysator das Prüfgas selbst aus der Mischkammer oder er wird mit leichtem Überdruck mit dem Prüfgas beaufschlagt. Um zu erkennen, dass der Analysator stets ausreichend Prüfgas erhält, leitet man das überschüssige Abgas über einen Schwebedurchflusskörper an die Umgebung.

Durch Variation der Volumenströme kann man nun die gewünschten Prüfgas-Konzentrationen herstellen und auf einen Analysator aufgeben.

### 3.2 Kalibrierstand der Hochschule Mannheim

Die Hochschule Mannheim verfügt über einen selbst gebauten Kalibrierstand, mit dem Prüfgase für Messgeräte im Immissionsbereich 1 ppb bis 10 ppm und im Emissionsbereich 1 ppm bis 10 Vol-% bei Volumenströmen von 0 bis 5 L/min erzeugt werden können. Gasarten sind nahezu beliebig einsetzbar. Bei offiziellen Messungen der Güte der Umgebungsluft mit dem mobilen Umweltmesslabor der Hochschule (Abb. 4 a, b) nach den Anforderungen des Bundesimmissionsschutzgesetzes müssen die Messgeräte laufend Kalibrierungen unterzogen werden, die am Kalibrierstand durchgeführt werden können. Darüber hinaus dient der Kalibrierstand der Lehre in Form eines Praktikumversuchs im Rahmen der Vorlesung Umweltüberwachung.

Abb. 5a zeigt das Schaltschema des Kalibrierstandes und Abb. 5 b) gibt einen anschaulichen Eindruck von der Kalibriereinheit. An dieser Einheit wurde mit den Schülern der Geschwister-Scholl-Schule eine Kalibrierung durchgenommen.



Abb. 4 a) Mobiles Umweltmesslabor



b) Blick auf die Messgeräte im Innern

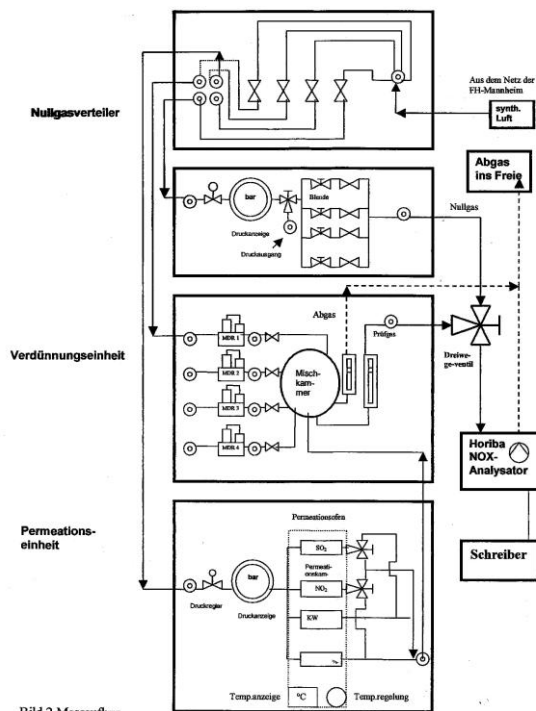


Bild 2 Messaufbau



Abb. 5 Kalibrierstand a) Schaltschema

b) Fotoansicht

In der Mitte des Kalibrierstandes befindet sich die Verdünnungseinheit, aus der das Prinzipschema der Kalibriereinheit gemäß Abb. 3 zu erkennen ist. Vier high-tech thermische Massendurchflussregler als Dosierventile erlauben Gasströme mit 0,2% Genauigkeit und damit Prüfgase für Präzisionskalibrierungen bis zu Spurenkonzentrationen von 1 ppb zu erzeugen.

Das Null- bzw. Grundgas wird der zentralen Gasversorgung der chemischen Labors der Hochschule entnommen. Für Beimengungen können Prüfgasflaschen und Gaspatronen angeschlossen werden. Eine Permeationseinheit und Gastitrationseinheit mit Ozongenerator erlauben Beimengungen weiterer Prüfgase, z.B. O<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, BTX in statu nascendi zu erzeugen.

### 3.3 Kalibrieranleitung und Durchführung mit Schülern

An dem Kalibrierstand des Instituts wurde mit drei Schülergruppen mit je 6 Personen der Geschwister-Scholl-Realschule Mannheim die Kalibrierung ihres CO<sub>2</sub>-Analytators durchgeführt.

Als CO<sub>2</sub>-Analytator wurde ein Vaisala Carbocap GMP343 Messgerät auf NDIR Basis mit Fabry-Perot-Interferometer verwendet. Laut technischem Datenblatt des Herstellers sind der Messbereich 0 – 1000 ppm, die Genauigkeit 0,2%, der Volumenstrom 500 mL/min. Der elektrische Abgriff erfolgte über eine RS232 Schnittstelle.

Die Aufgabenstellung für die Schüler war:

- Kalibrierung ihres CO<sub>2</sub>-Messgerätes
- Ermittlung der Kalibrierfunktion.

Nach einer Einführung in die Aufgaben und Geräteausstattung des Instituts wurden den Schülern die Verfahrensgrundzüge einer Kalibrierung sowie ihre Bedeutung für Messungen gemäß Kap. 1, 2, 3.1 skizziert. Sodann ging es an den Kalibrierstand.

Hier wurde den Schülern der Aufbau und die Funktionsweise des Standes erläutert . Anschließend wurden in gemeinsamer Interaktion folgende Schritte erarbeitet und die Kalibrierung entsprechend durchgeführt:

- Konzeptionierung der Kalibrierung
- Festlegung der Messpunkte
- Erstellung einer Messreihe und Berechnung der Volumenströme und Prüfgaskonzentrationen – siehe Abb. 6.
- Verschalten des Messgerätes mit dem Kalibrierstand
- Durchführung der Messungen. Die Schüler nahmen selbst die Einstellungen am Kalibrierstand vor – siehe Abb. 7
- Protokollierung der Messanzeigen
- Erstellung eines Kalibrierdiagramms an der Tafel
- Berechnung der Kalibrierfunktion
- Abschlussdiskussion der Ergebnisse und des Kalibrierverlaufs.



Abb. 6. Aufstellung einer Messreihe



Abb. 7: Durchführung der Kalibrierung

Die weitere Auswertung der Daten und des Versuchstags haben die Schüler dann an der Geschwister-Scholl-Realschule vorgenommen. Die Dauer der Versuchs betragen 90 Minuten pro Gruppe.

#### 4. Fazit

Die Schüler waren hoch motiviert bei der Durchführung der Kalibrierung. Es war nicht nur die Faszination mit wissenschaftlichen Geräten arbeiten zu dürfen. Sie waren auch völlig überrascht und beeindruckt, wie Mathematik praktisch anwendbar war. Zugleich gewannen sie einen Einblick in das Arbeiten eines Wissenschaftlers. Dieser Experimentiernachmittag war eine eindrucksvolle Lehrstunde mit nachhaltigem Erlebnis. Für die Assistenten und den Institutsleiter war diese Zusammenarbeit mit Schülern ebenfalls ein freudiges Erlebnis.