Selbstkalibrierende Thermometer für den Einsatz in der hygienischen Verfahrenstechnik

Theorie und Praxis

Dietmar Saecker, Endress+Hauser Wetzer GmbH + Co. KG, Nesselwang, Germany

Endress+Hauser
People for Process Automation

Inhaltsverzeichnis

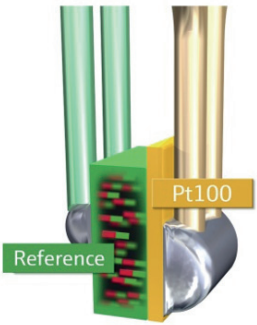
1 Funktionsprinzip der Selbstkalibrierung 4
2 Applikationsbeispiele 6
2.1 Einsatz im Fermentationsprozess (Pharmazie) 6
2.2 Einsatz im UHT-Prozess (Molkerei) 8
3 Steigerung der Prozesssicherheit 10
4 Verringerung der Messunsicherheit 12
5 Erkennung von Sensorfehlern 14
5.1 Offset-Fehler: veränderter Grundwiderstand R_0 14
5.2 Steigungsfehler: veränderte Temperaturabhängigkeit A 15
5.3 Kombination von Fehlern 16
5.4 Der CvD-Koeffizient B 18
6 Messunsicherheit der Einpunktkalibrierung 20
6.1 Kalibrierergebnisse des TrustSens 22
6.2 Einstellung der Warn- und Alarmgrenzen 23
6.3 Vorschlag für die Praxis: Eispunktkalibrierung 24
7 Messunsicherheit einer manuellen Kalibrierung 26
8 Messgenauigkeit und Signalübertragung 30
9 Steigerung der Funktionalität 32
9.1 FDA-konforme Datenaufzeichnung 32
9.2 Vor-Ort-Anzeige der Kalibrierdaten 34
10 Sicherheit im Prozess und im Audit 36
10.1 Bestehende SOPs und Change-Management-Prozess 36
10.2 Kontinuierliche Prozess-Verifikation 36
10.3 Definition des Begriffes Kalibrierung 37
10.4 Einsatz der TrustSens-Technologie im regulierten Umfeld 38
10.5 Good Practice Guide (GAMP) und der Change-Prozess 40
11 Literaturverzeichnis 42
12 Produkt-Portfolio Hygiene 44

1 Funktionsprinzip der Selbstkalibrierung

Das Verfahren zur Selbstkalibrierung nutzt die Curie-Temperatur (T_c) eines Referenzmaterials als integrierte Temperaturreferenz. Eine Selbstkalibrierung wird automatisch vorgenommen, wenn die Prozesstemperatur (T_p) unter die nominale Curie-Temperatur (T_c) des Gerätes sinkt. Bei der Curie-Temperatur, die eine Materialkonstante des eingesetzten Stoffes ist, erfolgt ein Phasenwechsel des Referenzmaterials, der mit einer Änderung der elektrischen Eigenschaften des Materials verbunden ist.

Die Elektronik erkennt diese Änderung automatisch und berechnet gleichzeitig die Abweichung der gemessenen Pt100-Temperatur von der bekannten, physikalisch festgelegten Curie-Temperatur. Eine grün blinkende LED zeigt an, dass der Prozess zur Selbstkalibrierung läuft. Anschließend speichert die Thermometerelektronik die Ergebnisse dieser Kalibrierung.

Die Kalibrierdaten können über eine Asset-Management-Software wie FieldCare oder DeviceCare ausgelesen werden. Ein Kalibrierschein über die Selbstkalibrierung kann automatisch erstellt werden.
Diese Inline-Selbstkalibrierung ermöglicht es, die Änderungen in den Eigenschaften des Pt100-Sensors und der Elektronik kontinuierlich und wiederholt zu überwachen. Da die Inline-Kalibrierung unter realen Umgebungs- oder Prozessbedingungen (z. B. Erwärmung der Elektronik) durchgeführt wird, entspricht das Ergebnis mehr der Realität als eine Sensorkalibrierung unter Laborbedingungen [vgl. Lit. 5].


Pt100
Reference

HART

2 Applikationsbeispiele

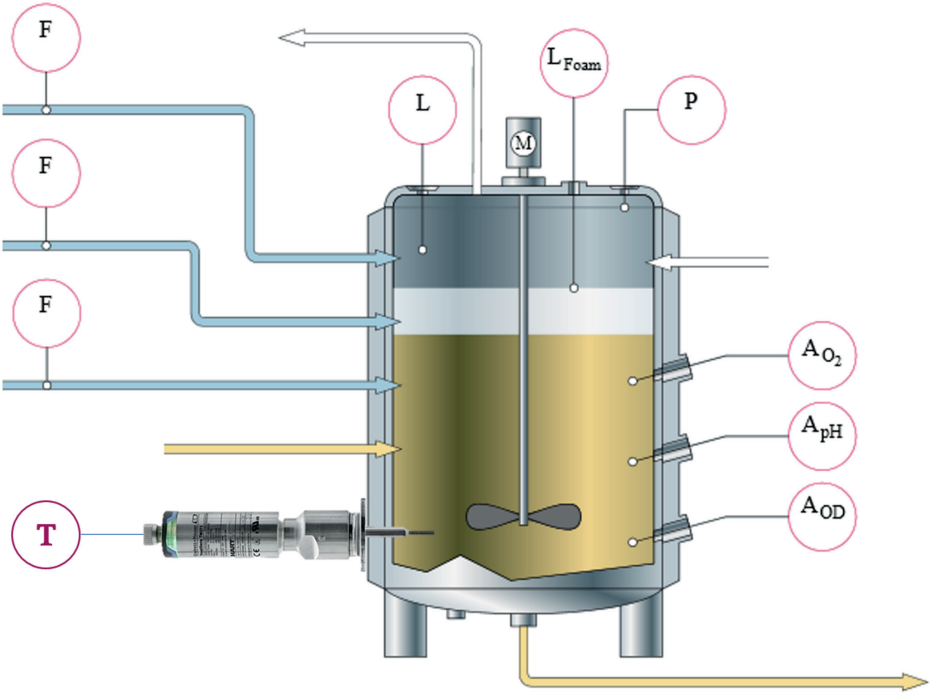
2.1 Einsatz im Fermentationsprozess (Pharmazie)

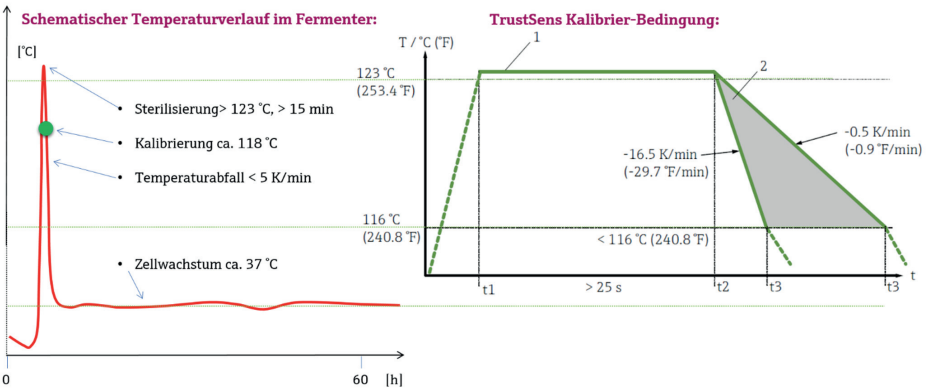
In einem Fermentationsprozess werden bei ca. 37 ˚C und einer optimalen Nährstoffversorgung Zellen, Pilze oder Bakterien mit speziellen Eigenschaften gezüchtet, bis die Zielkonzentration von Zellen und Zielprodukt erreicht ist, um damit wirtschaftlich weiterzuarbeiten. Dieser Vorgang dauert bis zu mehreren Wochen. Für den sauberen und sicheren Betrieb ist es extrem wichtig, dass nur die richtigen Zellen heranwachsen und sich nicht stattdessen andere Keime aus der Umwelt bei den idealen Bedingungen im Fermenter vermehren.

Daher muss vor jedem Batch eine Sterilisierung des Fermentationskessels und aller angeschlossenen Rohrleitungen durchgeführt werden. Dazu leitet man überhitzten Dampf ein und lässt die Temperatur von mehr als 121 ˚C (ca. 1,1 bar Überdruck) für mindestens 15 Minuten einwirken. Die Güte der Sterilisierung muss mit kalibrierten Thermometern überwacht werden.

Im Fermentationsprozess wird die Selbstkalibrierung des TrustSens automatisch nach jeder Sterilisierung des Fermenters eingeleitet, wenn sich die Temperatur langsam von > 121 ˚C absenkt. Eine aktive Abkühlung wird zumeist vermieden, da sich hierbei ein starker Unterdruck bilden könnte, der den Fermenter beschädigen würde. Das Eindüsen von kaltem Wasser wird daher (wenn überhaupt) erst unterhalb von 100 ˚C gestartet.

Die Selbstkalibrierung (grüner Punkt) erfolgt damit zuverlässig in jeder Abkühlphase vor der Befüllung. Die Abkühlrate nach der Sterilisierung beträgt bei diesen Anlagen ca. 5 K pro Minute.


F
F
F
T
L
L Foam
M
P
A O2
A pH
A OD


Schematischer Temperaturverlauf im Fermenter:
[°C]
• Sterilisierung> 123 °C, > 15 min
• Kalibrierung ca. 118 °C
• Temperaturabfall < 5 K/min
• Zellwachstum ca. 37 °C
0
60 [h]
TrustSens Kalibrier-Bedingung:
T / °C (°F)
123 °C (253.4 °F)
116 °C (240.8 °F)
-16.5 K/min (-29.7 °F/min)
-0.5 K/min (-0.9 °F/min)
< 116 °C (240.8 °F)
t1
> 25 s
t2
t3
t3
t
1
2

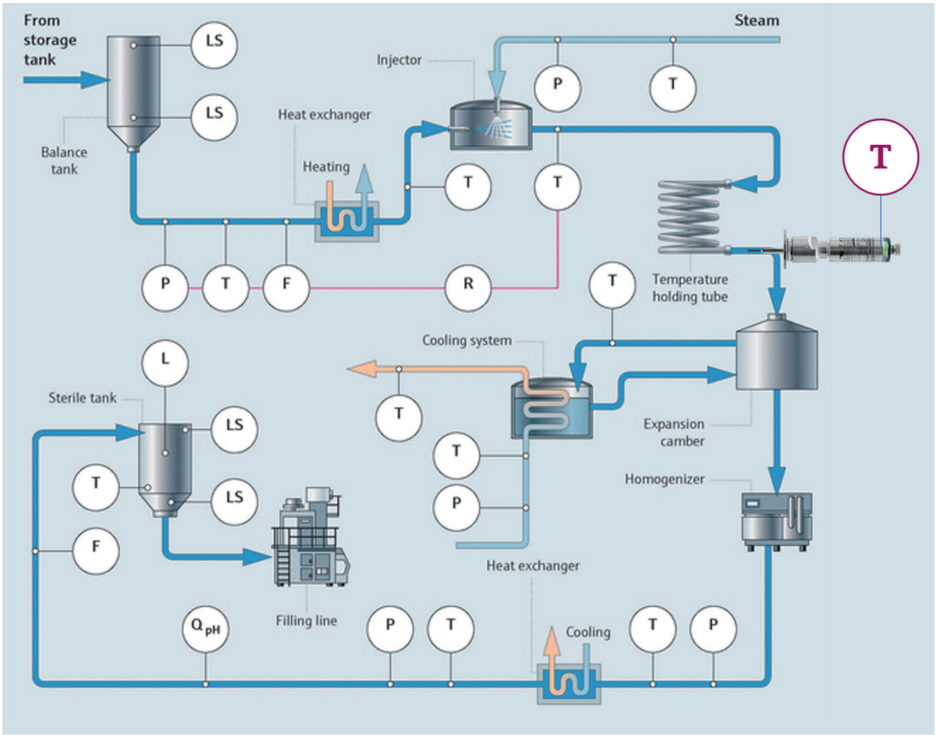
2.2 Einsatz im UHT-Prozess (Molkerei)

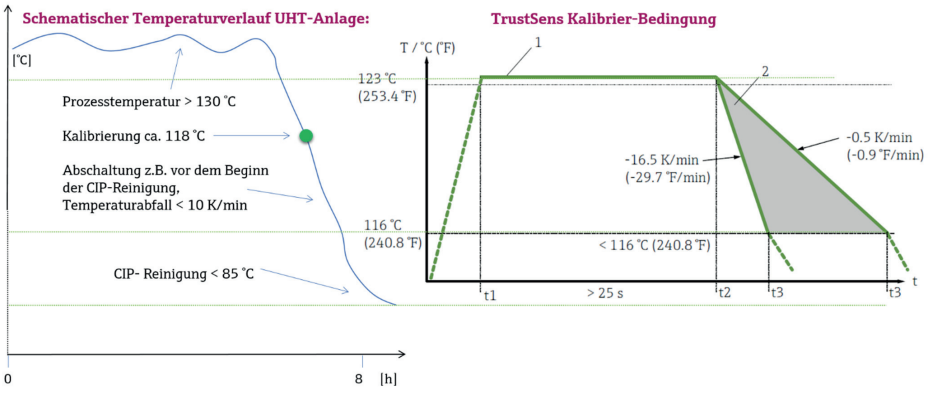
In der Regel wird im kontinuierlichen UHT-Prozess das Produkt auf über 135 ˚C erhitzt und nach 4 bis 5 Sekunden wieder abgekühlt. Auch hierbei geht es darum, möglichst viele Mikroorganismen zu zerstören, um die Haltbarkeit der Milch zu erhöhen. Andererseits besteht die Gefahr, dass durch eine zu hohe Temperatur die chemischen Eigenschaften des Produktes verändert werden, wodurch der Geschmack und die Qualität beeinträchtigt werden können. Für jedes Lebensmittel muss also die optimale Kombination aus Temperatur und Behandlungsdauer gefunden werden. Um dies zu gewährleisten, muss die Information über die aktuelle Temperatur zuverlässig und exakt sein, was eine regelmäßige Kalibrierung notwendig macht.

TrustSens ist das einzige selbstkalibrierende Thermometer, das sich bei jeder Absenkung der Prozesstemperatur (z. B. beim Abschalten der Anlage oder vor einer Reinigung) automatisch kalibriert. Hierbei wird der aktuelle Messwert des Thermometers mit der tatsächlichen Prozesstemperatur verglichen, um vor jedem Batch sicherzustellen, dass ein eventuell beschädigtes oder einer Drift des Messwertes aufweisendes Thermometer erkannt wird.

Die Selbstkalibrierung (grüner Punkt) erfolgt zuverlässig in jeder Abkühlphase nach dem Abschalten der Anlage. Die Abkühlrate nach dem Betrieb beträgt bei diesen Anlagen ca. 10 K pro Minute.

Eine aktive Abkühlung wird zumeist vermieden, da sich hierbei ein starker Unterdruck bilden könnte, der die Anlage beschädigen würde. Das Eindüsen von kaltem Wasser wird daher (wenn überhaupt) erst unterhalb von 100 ˚C gestartet.


From storage tank
Steam
LS
LS
Balance tank
Injector
Heat exchanger
Heating
P
T
T
T
T
P
T
F
R
T
Temperature holding tube
Cooling system
L
Sterile tank
LS
LS
T
T
F
T
T
P
Expansion camber
Homogenizer
Heat exchanger
Filling line
Q pH
P
T
Cooling
T
P


Schematischer Temperaturverlauf UHT-Anlage:
[°C]
Prozesstemperatur > 130 °C
Kalibrierung ca. 118 °C
Abschaltung z.B. vor dem Beginn der CIP-Reinigung, Temperaturabfall < 10 K/min
CIP- Reinigung < 85 °C
0
8
[h]
TrustSens Kalibrier-Bedingung
T / °C (°F)
123 °C (253.4 °F)
116 °C (240.8 °F)
1
2
-16.5 K/min (-29.7 °F/min)
-0.5 K/min (-0.9 °F/min)
< 116 °C (240.8 °F)
t1
> 25 s
t2
t3
t3
t

3 Steigerung der Prozesssicherheit

Durch diese regelmäßige Kalibrierung wird sichergestellt, dass ein eventuell beschädigtes Thermometer automatisch erkannt wird. Der TrustSens meldet damit ebenfalls, ob die Sterilisierung erfolgreich war. Somit kommt **kein** Produkt mit eventuell noch kontaminierten Leitungen in Kontakt.

Bei den sonst üblichen Kalibrierintervallen hingegen (i. d. R. 6–24 Monate) ist das Risiko deutlich höher, dass eine Beschädigung des Thermometers erst erkannt wird, nachdem sehr viele Chargen damit produziert wurden. Dies führt dann zu aufwendigen Untersuchungen im Rahmen des Risikomanagements und schlimmstenfalls zu Produktrückrufen, die erhebliche finanzielle Schäden nach sich ziehen und zu einem Imageverlust im Markt führen würden.

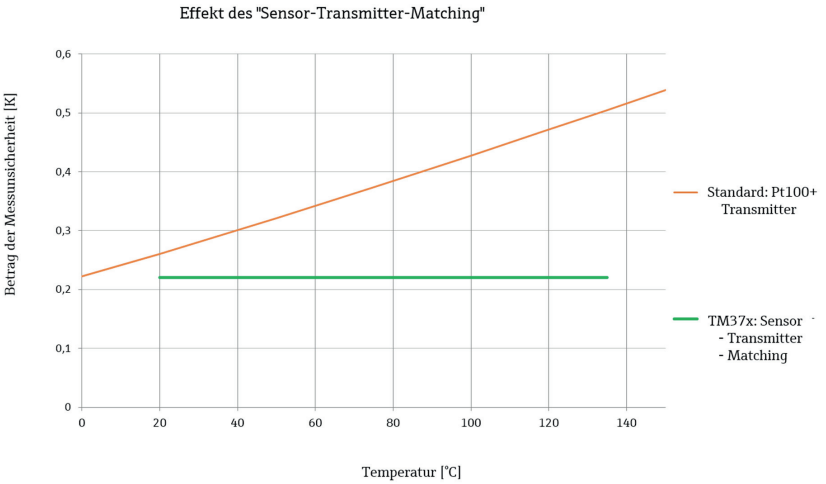
Endress+Hauser
RIA15
37.0
°C
E

4 Verringerung der Messunsicherheit

Die Kennlinie eines Pt100 folgt bei T > 0 °C der Callendar-van-Dusen-Gleichung:

$$R(T) = R_0 \ [1 + A\,T + B\,T^2]$$

Die Norm IEC 60751 gibt für die Parameter A und B Standardwerte an, sodass sich zusammen mit dem Grundwiderstand R_0 = 100 Ohm jeder Sensor innerhalb der ebenfalls angegebenen Klassengenauigkeit befindet. Da zur Messung des Widerstandes und die Umrechnung auf einen Temperaturwert jedoch immer eine Elektronik notwendig ist, muss der Messunsicherheitsbeitrag dieser Auswertung entsprechend den Regeln der GUM [vgl. Lit. 13] berücksichtigt werden.



Jeder TrustSens wird bei seiner Produktion sehr aufwendig kalibriert. Dazu werden die Werte für A, B und R_0 individuell bestimmt und in der Elektronik abgelegt. Dies führt dazu, dass die Kennlinie sehr genau bekannt und die Messabweichungen deutlich geringer als bei Standardfühlern sind. Das ist im nachfolgend dargestellten Kalibrierschein zu erkennen. Dieser Vorgang wird als „Sensor-Transmitter-Matching“ (STM) bezeichnet. Im Gegensatz zu einem Standardfühler resultiert eine Messunsicherheit, die nicht mehr mit der Entfernung vom Punkt 0 °C ansteigt, sondern im betrachteten Messbereich konstant niedrig bleibt. Im Bereich der Sterilisierungstemperatur (nahe 120 °C) führt dies etwa zu einer Halbierung der möglichen Messunsicherheit.

Factory Calibration Certificate

Certificate-No.:	N3042704487_2018
Revision:	1
Date of issue:	15.03.2018
Customer Order:	BE175691
Description of the Test Unit:	TM371-AA0A0A2A6B8A1A
S.N.:	N3042704487
TAG:	.

Standards used

Description of the standard	ID-number of the standard	Certificate number
Hart Scientific 1590-256	60007003	E57685
Agilent 3458 A	20120178	E50221
SPRT 25 Pt25 Model 5699	20130159	T94449
SPRT 25 Pt25 Model 162CE	60008002	T82011
Agilent 34420A	20110294	E46358
Tinsley 5685A 25 Ohm	20120012	E57467
SPRT 25 Pt25 Model 162CE	20140016	T93258

sample certificate

Procedure of calibration/Measurement and ambient conditions

Immersion depth:	85,0 mm
Range:	0...150 °C

The temperature values are according to the ITS-90. The calibrations at 0°C were made at the melting ice-point.
At all other temperatures comparison calibrations are carried out in an homogeneous temperature field,
using a liquid stirred bath between −40°C ≤ t ≤ 300°C and within a tube furnace between 300°C < t ≤ 1050°C.
All measurements have been made in ambient controlled at 23°C ± 3K and R.H. 0%...80%.

Measurement results

Nominal calibration point	Standard reference temperature	Measured output	Temperature value	Deviation	Max. allowed deviation
(°C)	(°C)	(mA)	(°C)	(K)	(±K)
0	0,00	4,000	0,00	0,00	0,22
20	20,00	6,131	19,97	-0,03	0,22
80	79,98	12,529	79,96	-0,02	0,22
121,5	121,51	16,963	121,53	0,02	0,22
150	149,99	19,998	149,98	-0,01	0,22

The test unit has been calibrated and complies with the tolerances stated by the manufacturer.

Measurement uncertainties

The total measurements uncertainty, evaluated at twice the standard deviation, is:
From −40°C to 300°C: ± 0,05 K (probability 95%)
From 300°C to 650°C: ± 0,20 K (probability 95%)
From 650°C to 1050°C: ± 1,50 K (probability 95%)

Nesselwang, 15.03.2018

Jakob Mayr

This certificate is produced automatically and is valid also without a signature

5 Erkennung von Sensorfehlern

Wie zuvor beschrieben ist der TrustSens wegen seines Sensor-Transmitter-Matchings in seiner Grundgenauigkeit einem Standardthermometer überlegen. Im Dauerbetrieb überwacht er anschließend regelmäßig, ob sich das Thermometer gegenüber dem Auslieferungszustand verändert hat. Aber kann eine Einpunktkalibrierung ausreichend sein, um einen Veränderung des Pt100 zu erkennen?

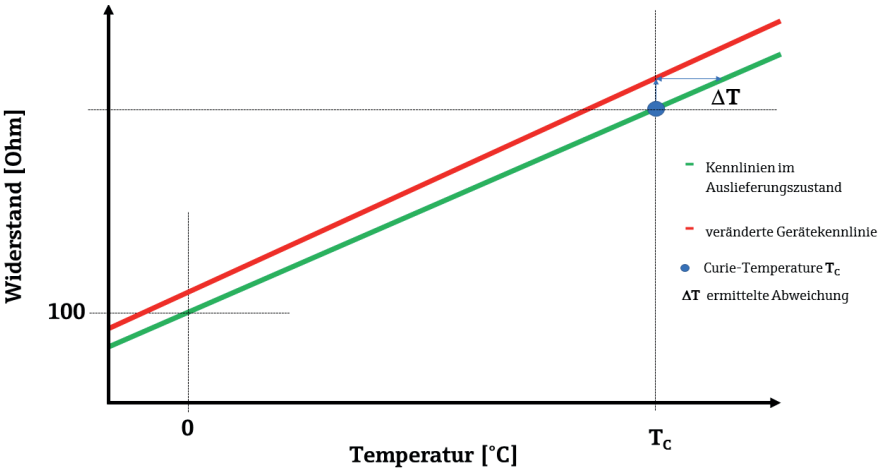
Dies kann prinzipiell gelingen, da auch ein „schlechter“ Pt100-Messwiderstand der Callendar-van-Dusen-Beziehung folgt, allerdings mit gegenüber dem Auslieferungszustand veränderten Koeffizienten.

Was kann sich an einem Pt100 überhaupt verändern?
Hier sind im betrachteten Temperaturbereich zwei Kennwerte dominierend:

- R_0: der Grundwert (100 Ohm bei 0 °C)
- A: die Steigung der Kennlinie (Normwert = 0,3908 Ohm/Kelvin)

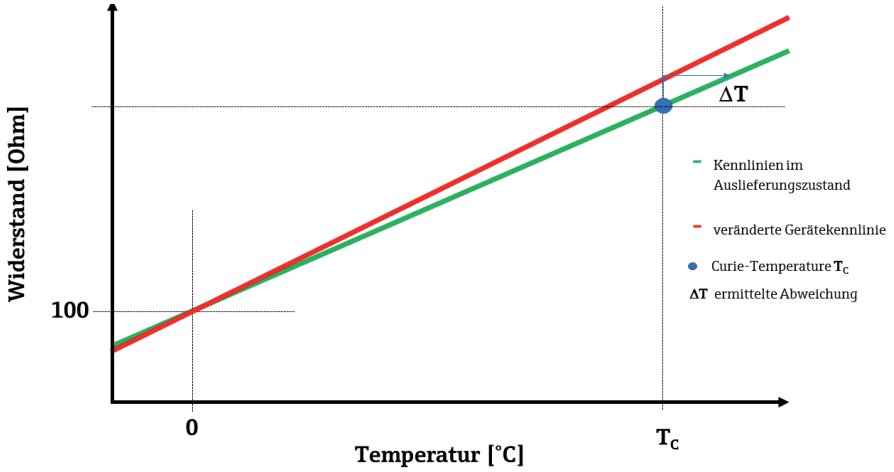
5.1 Offset-Fehler: veränderter Grundwiderstand R_0

Ein typischer Fehler bei Widerstandsthermometern ist eine Verschiebung des Grundwertes R_0.



Dies kann z. B. durch mechanische Einwirkungen (Sturz, Dampfschlag etc.) verursacht werden, da Pt100-Dünnfilm-Widerstände auf Krafteinwirkung wie ein Dehnungsmessstreifen reagieren können. Wenn sich der Grundwert verändert, verschiebt sich die gesamte Kennlinie, daher kann dieser Fehlerfall mit einer Einpunktkalibrierung problemlos erkannt werden.

5.2 Steigungsfehler: veränderte Temperaturabhängigkeit A

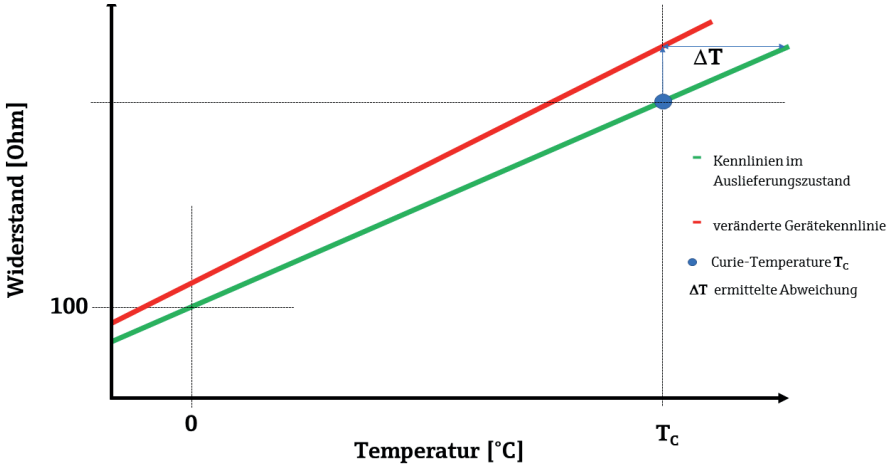


Seltener ist der Fehlerfall einer falschen Kennliniensteigung oder Krümmung. Diese Form der Abweichung tritt bevorzugt durch direkte Verunreinigung des Platins im Messwiderstand und bei Temperaturen über 400 °C auf [vgl. Lit. 1]. Beide Risiken sind in Anwendungen der Pharma- oder Lebensmittelindustrie kaum existent, da die Sensoren immer in geschlossenen Messeinsätzen und einem zusätzlichen Schutzrohr eingebaut sind. Ferner kommen hier Temperaturen über 160 °C praktisch nicht vor. Da sich der Gesamtfehler einer falschen Steigung bei höheren Temperaturen stärker auswirkt als in der Nähe des Betriebspunktes, kann diese Art von Fehler durch die Einpunktkalibrierung bei einer Temperatur von ca. 118 °C deutlich besser erkannt werden als bei einer Kalibrierung am Betriebspunkt bei z. B. bei 37 °C in Fermentationsprozessen.

5.3 Kombination von Fehlern

Falls beide Fehlerarten parallel existieren würden (z. B. mechanische Veränderung und chemischer Angriff), gibt es mehrere Möglichkeiten, wie sich dieses auf die Gesamtkennlinie auswirken könnte. Davon hängt auch ab, ob durch die Einpunktkalibrierung erkannt werden kann, dass sich der Sensor seit der Auslieferung verändert hat.

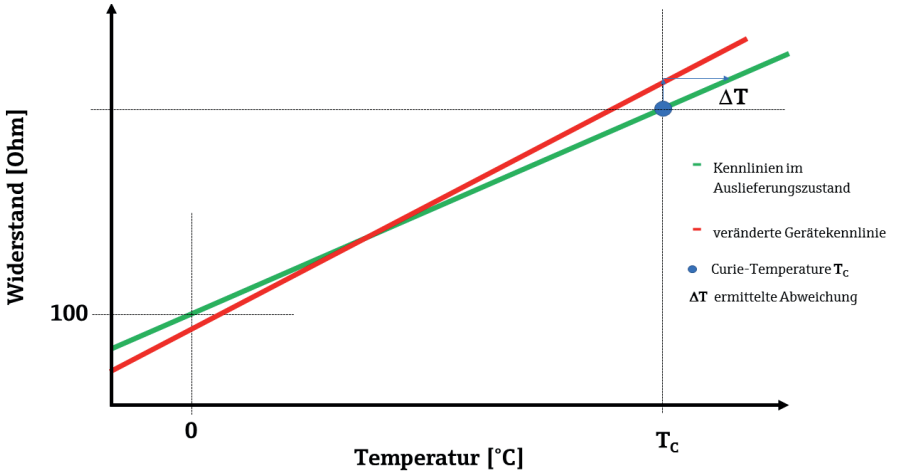
5.3.1 Addition der Fehler



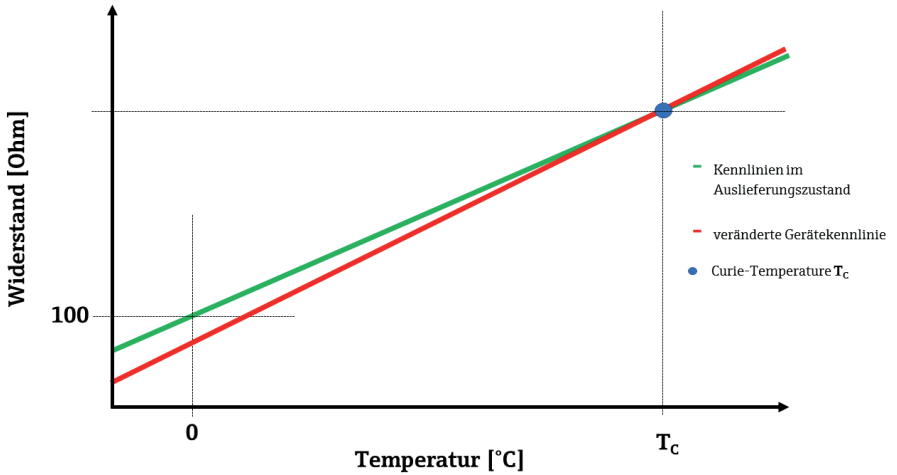
Wenn beide Fehler im betrachteten Messbereich in die gleiche Richtung wirken, verschiebt sich die Kennlinie vollständig vom Auslieferungszustand und sie entfernt sich bei höheren Temperaturen zunehmend weiter. Diese Abweichung kann von der Einpunktkalibrierung sicher erkannt werden.

5.3.2 Teilweise Kompensation zwischen Offset und Steigungsfehlern

Denkbar wäre der Fall, dass beide Fehler parallel existieren, aber in unterschiedliche Richtungen wirken, sodass die neue fehlerhafte Kennlinie die Kennlinie des Auslieferungszustands schneidet. Auch hier gilt, dass diese Abweichung in der überwiegenden Anzahl der Fälle durch eine Einpunktkalibrierung am Curie-Punkt aufgedeckt werden kann.



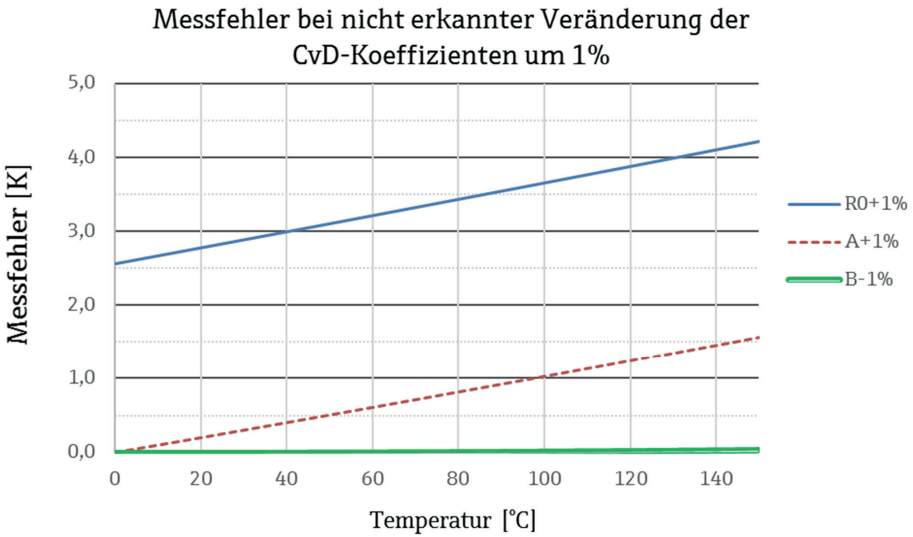
Nur in dem nochmals unwahrscheinlicheren Fall, dass sich der neue Schnittpunkt zwischen Auslieferungszustand und falscher Kennlinie rein zufällig in unmittelbarer Nähe des Curie-Punktes befindet, würde die Abweichung durch die Einpunktkalibrierung nicht mehr entdeckt werden. Dieser Fall ist extrem selten.



5.4 Der CvD-Koeffizient B

Im für die betrachteten Industrien relevanten Temperaturbereich spielt der Koeffizient B aufgrund seines kleinen Zahlenwertes (im Standard -5,775E-07) keine signifikante Rolle. Der Einfluss von B wird bedingt durch die Multiplikation mit dem Quadrat der Temperatur erst bei hohen Temperaturen messbar.

Ein Gedankenexperiment verdeutlicht dies: Wenn sich jeweils einer der drei Koeffizienten um 1 % verändern würde, ohne dass sich dabei auch einer der beiden anderen Werte ändert, ergäben sich folgende Messfehler:



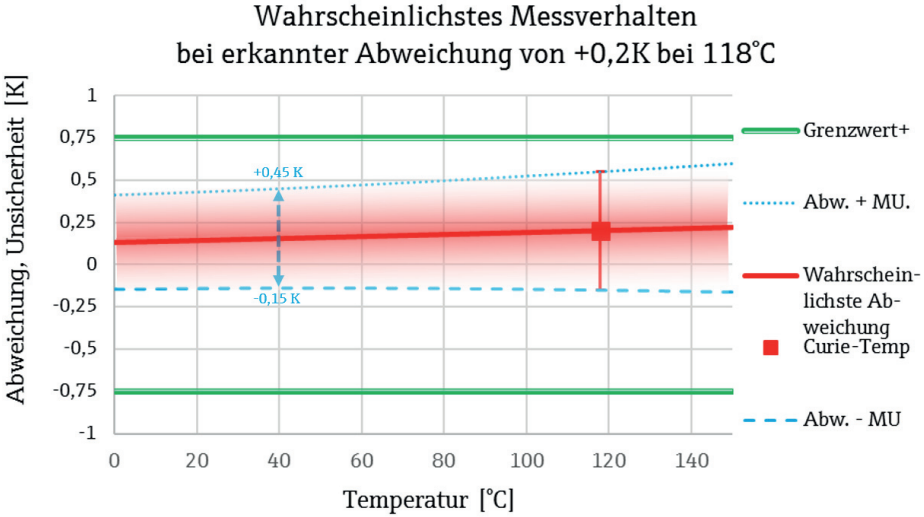
Da sich die Änderung von B im Vergleich kaum wahrnehmbar auswirkt und man in der Realität davon ausgehen kann, dass sich insbesondere A + B nicht getrennt voneinander verändern können, wird dieses Fehlerbild hier nicht weiterführend behandelt.

RIA15
Endress+Hauser
37.0
°C
E
HART

6 Messunsicherheit der Einpunktkalibrierung

In realen Prozessen zeigte keines der bislang eingesetzten TrustSens-Thermometer gegenüber dem Auslieferungszustand eine Abweichung von mehr als ±0,15 K.

Eine Analyse der Universität Ilmenau belegt, wie sich eine bei 118 °C ermittelte Abweichung auf den gesamten Messbereich auswirkt [vgl. Lit. 2 und Lit. 3]. Wie bereits dargelegt, kann eine signifikante Abweichung am wahrscheinlichsten einer Veränderung des R_0 zugeschrieben werden. Damit kann eine neue Kennlinie bestimmt werden (rot). In Abhängigkeit vom Betrag der gemessenen Abweichung am Curie-Punkt sowie dem Abstand von der Kalibriertemperatur steigt die Unsicherheit dieser Annahme nicht-linear an. Am Curie-Punkt entspricht sie dabei genau der vom TÜV [vgl. Lit. 14] zertifizierten Messunsicherheit des Verfahrens. Zur Verdeutlichung dient dieses Worst-Case-Szenario:

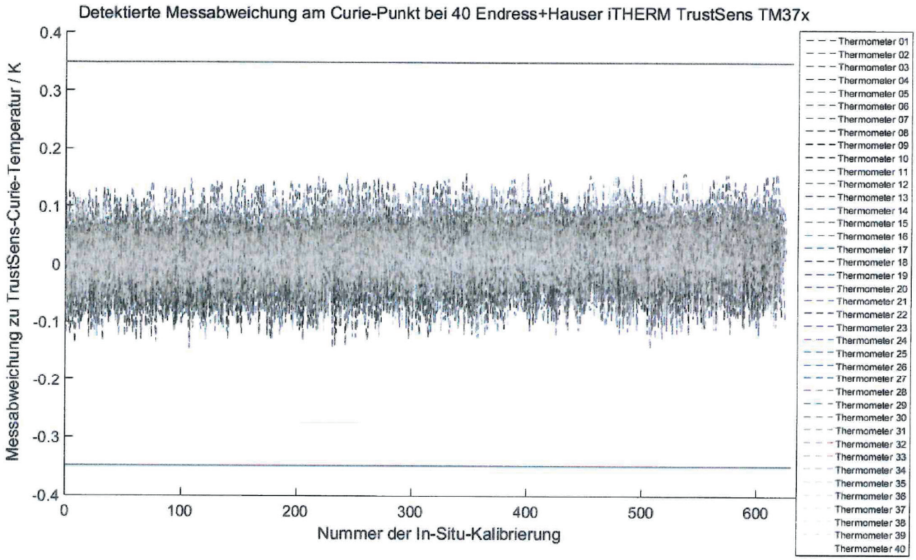


Sollte am Curie-Punkt bei ca. 118 °C z. B. eine Abweichung von +0,2 K erkannt worden sein (also noch innerhalb der spezifizierten Messunsicherheit von ±0,22 K [vgl. Lit. 5]), so folgt daraus eine wahrscheinlichste Abweichung bei der Prozesstemperatur (37…40 °C) von weniger als 0,18 K. Auch unter Berücksichtigung der Messunsicherheit (z. B. bei 40 °C liegt diese in einem

Intervall von -0,15 K bis +0,45 K) ist somit der Nachweis erbracht, dass der TrustSens im gesamten Bereich genauer ist als +0,6 K und -0,2 K. Eine übliche Grenze für die gemessene Abweichung, ab der Temperatursensoren aus der Anlage entfernt werden, ist ±0,75 K. Jeder Sensor mit einer Abweichung von weniger als 0,2 K Abweichung am Curie-Punkt wäre somit konform zu dieser Anforderung.

6.1 Kalibrierergebnisse des TrustSens

Im Rahmen eine Studie wurde der TÜV beauftragt, das Verfahren des TrustSens zu überprüfen. Dazu wurden mehr als 24.000 Kalibrierergebnisse ausgewertet [vgl. Lit. 6], bei keiner Auswertung ergab sich jemals eine Abweichung von mehr als 0,2 K.



Wissenschaftlich fundiert kann somit daraus für jede SOP, die Temperaturabweichungen von < 0,75 K zulässt, (basierend auf einer Einpunktkalibierung bei 118 °C) ein Konformitätsnachweis für unbeschädigte TrustSens abgeleitet werden.

Durch die Einstellung eines entsprechenden Warn- oder Alarmgrenzwertes kann der TrustSens dazu veranlasst werden, den Anwender zu informieren, sobald eine Beschädigung (d. h. Abweichung von der Spezifikation) festgestellt wurde [vgl. Lit. 5].

6.2 Einstellung der Warn- und Alarmgrenzen

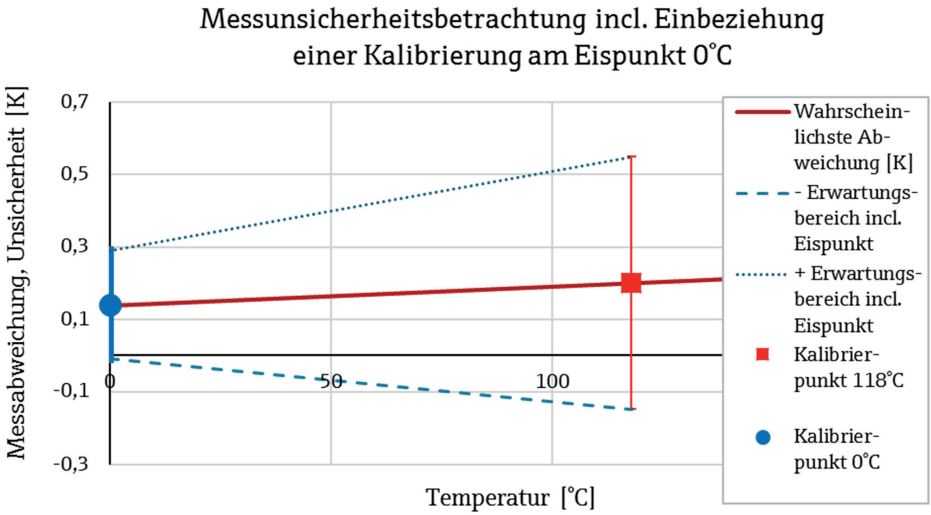
Wie beschrieben kann einer erkannten Abweichung am Curie-Punkt (unter der Berücksichtigung der Messunsicherheit des Verfahrens) ein Grenzwert aus den SOPs (Standard Operation Procedures) zugeordnet werden.

Umgekehrt kann also aus der Messung der Kalibrierabweichung des TrustSens eine Warnung oder ein Alarm abgeleitet werden, der den Anwender darüber informiert, dass sich das Thermometer diesem Grenzwert nähert bzw. diesen überschritten hat. Die Erkennung dieser Grenze kann entweder im TrustSens erfolgen oder wie empfohlen durch die permanente Auswertung des HART-Protokolls, über das sowohl die Anzahl der durchgeführten Kalibrierungen als auch der Wert der ermittelten Kalibrierabweichung zur Verfügung gestellt wird.

Zulässiger Grenzwert laut SOP (über den gesamten Messbereich)	**Empfohlene Warngrenze [K]** (am Curie-Punkt 118 °C)	**Bemerkungen**
0,5 K	0,1 K	
0,6 K	0,2 K	(siehe Abbildung Kapitel 6.0)
1,0 K	0,5 K	Standardwert für die Warnmeldung (HART, LED blinkt rot) [vgl. Lit. 5]
1,5 K	0,8 K	Standardwert für Fehlermeldung Fehlerstrom, HART + LED dauerhaft rot [vgl. Lit. 5]

6.3 Vorschlag für die Praxis: Eispunktkalibrierung

Sollte ein TrustSens größere Abweichung am Curie-Punkt melden, wird empfohlen den Sensor bei passender Gelegenheit auszubauen, um ihn zunächst beim Eispunkt 0 °C zu überprüfen [vgl. Lit. 9]. Ist Eis aus hochreinem Wasser verfügbar (Leitfähigkeit bei 20 °C < 1,1 µs/cm [vgl. Lit. 10]), so kann eine solche Kalibrierung mit einer Messunsicherheit durchgeführt werden, die kleiner als ±0,15 K ist.



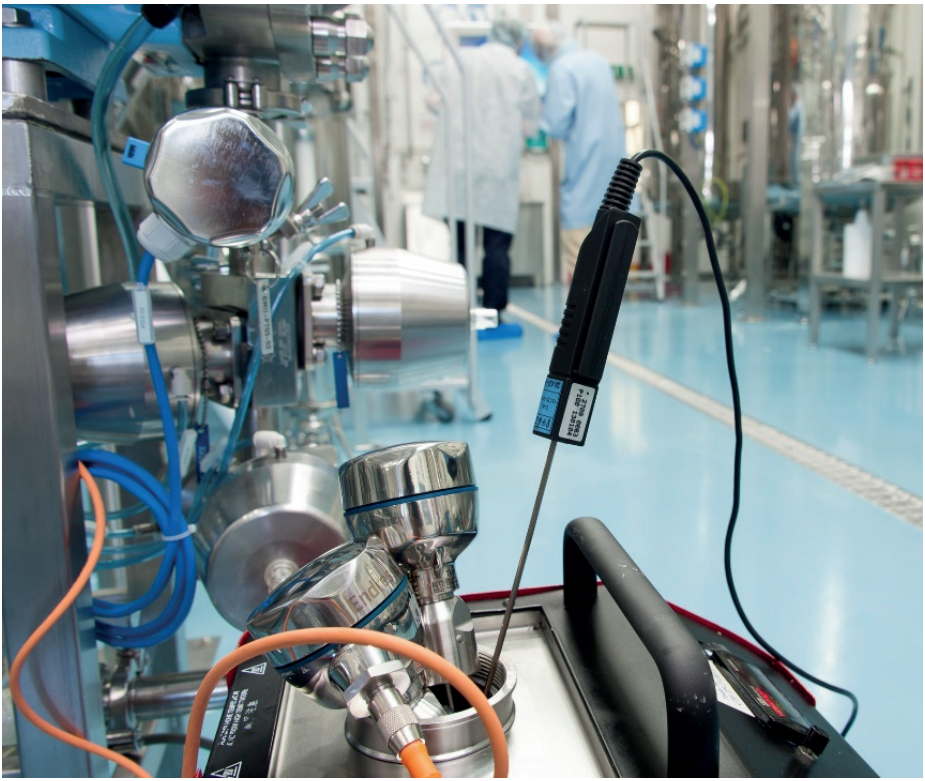
Gemäß der oben dargestellten Annahme sollte der Betrag der Abweichung am Eispunkt dann etwas weniger als die gemeldete Kalibrierabweichung am Curie-Punkt betragen. Trifft das zu, ist belegt, dass die Abweichung durch eine Veränderung des R_0, also vermutlich durch mechanische Einflüsse entstanden ist. In der Regel kann das Thermometer (ggf. nach einer Justage durch die Einstellung eines Offsets in der Bediensoftware) weiterverwendet werden.

Nur falls die Eispunktkalibrierung wesentlich andere Ergebnisse liefert als angenommen, müssen weitere Maßnahmen wie z. B. eine Zwei- bis Fünfpunktkalibrierung angedacht werden.

Endress+Hauser
THERMOS

7 Messunsicherheit einer manuellen Kalibrierung

Um das neue Verfahren der Selbstkalibrierung im Prozess abschließend beurteilen zu können, empfiehlt sich ein genauer Blick auf die gängige Methode, die gegenwärtig eingesetzt wird.



Bis heute werden zur Überprüfung der Messgenauigkeit von Widerstandsthermometern in hygienischen Anwendungen häufig „trockene“ Blockkalibratoren verwendet, um damit vor Ort zu kalibrieren. Überwiegend werden dazu drei Temperaturpunkte angefahren. Dabei sollte jedoch berücksichtigt werden, dass die Eintauchlängen von Thermometern in dieser Industrie meist recht kurz sind, da dünne Rohrleitungen oder Rührwerke in Behältern nur wenig Bauraum zur Verfügung stellen. In der Konsequenz entsteht

ein zumeist nennenswerter räumlicher Abstand zwischen dem Punkt, an dem ein Referenzthermometer die Temperatur des Kalibrators erfasst, und der Position des Sensors, der getestet werden soll.

Zur Ermittlung der Messunsicherheit, die so eine Kalibrierung bestenfalls haben kann, empfiehlt sich ein Blick auf die Internetseite der Deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS). In der Datenbank der akkreditierten Stellen befinden sich auch zahlreiche Unternehmen, die sich auf die Durchführung von Kalibrierungen vor Ort spezialisiert haben. Die DAkkS listet darin auf, wie genau eine solche Kalibrierung im Blockkalibrator sein kann.

Als Benchmark sei hier die Kalibrierstelle **D-K-15024-01-00** vorgeschlagen: Dieses Unternehmen (das keine Messgeräte herstellt) hat sich auf die Durchführung von Kalibrierungen bei seinen Kunden vor Ort spezialisiert. Zur Prüfung von Widerstandsthermometern werden laut Akkreditierungsurkunde Blockkalibratoren eingesetzt [vgl. Lit. 4]:

Anlage zur Akkreditierungsurkunde D-K-15024-01-00

Vor-Ort-Kalibrierung

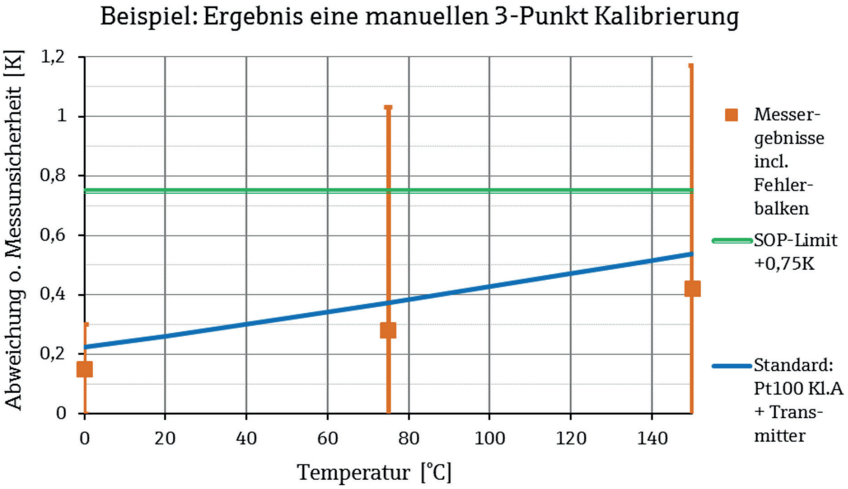
Messgröße / Kalibriergegenstand	Messbereich / Messspanne			Messbedingungen / Verfahren	kleinste angebbare Messunsicherheit [1)]
Nichtselbsttätige elektronische Waagen		bis	30 kg	EURAMET Calibration Guide No. 18 Version 4.0	$2 \cdot 10^{-6}$
Temperatur					
Widerstandsthermometer und	0 °C			Eispunkt	50 mK
direktanzeigende	-15 °C	bis	50 °C	DAkkS-DKD-R 5-1:2010	0,25 K
Widerstandsthermometer	> 50 °C	bis	400 °C	Im Temperatur-	0,75 K
	> 400 °C	bis	600 °C	Blockkalibrator	1,0 K

Als akkreditierte kleinste angebbare Messunsicherheit werden von Spezialisten für den Bereich der Sterilisierungstemperatur ±0,75 K angegeben.

Für den Anwender in der Industrie stellt sich somit die Frage: Kann eine Kalibrierung im Blockkalibrator, die vom Unternehmen selber durchgeführt wird, genauer sein?

Tatsächlich ist dies eher unwahrscheinlich, daher bietet es sich an, die Konformitätsbewertung (entspricht das Thermometer tatsächlich den in den SOPs genannten Einsatzgrenzen?) einer manuellen Kalibrierung unter Einbeziehung der oben genannten Messunsicherheiten durchzuführen [vgl. Lit. 4].

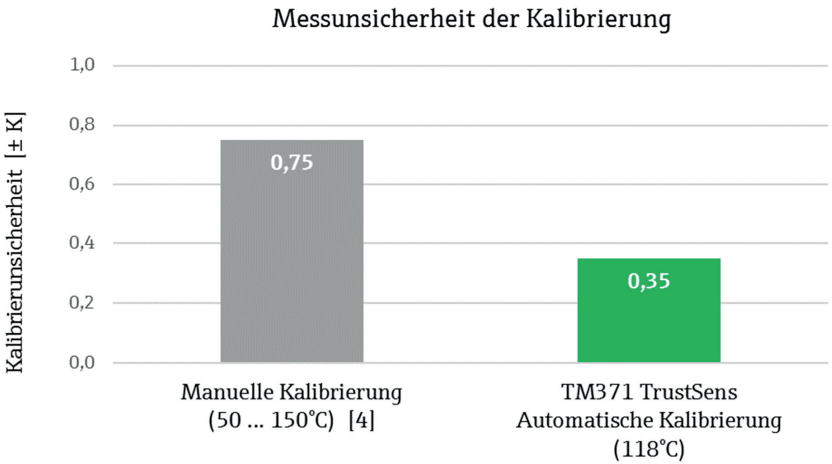
Dies führt allerdings bei zahlreichen Fällen zu einer unklaren Konformitätsaussage, exemplarisch erläutert am folgenden Beispiel einer manuell durchgeführten Dreipunktkalibrierung:



Alle Messergebnisse liegen unterhalb der Grenzwerte, die für ein Widerstandsthermometer der Klasse A inkl. Transmitter zu erwarten wären. In der Praxis führt dies überwiegend dazu, dass ein so begutachtetes Thermometer wieder unverändert eingebaut wird.

Berücksichtigt man jedoch die Messunsicherheit der manuellen Kalibrierung von 0,75 K [vgl. Lit. 4], so ergäbe sich eine nennenswerte Wahrscheinlichkeit, dass das Thermometer auch außerhalb der SOP-Grenzwerte (in diesem Beispiel 0,75 K) arbeiten kann. Die Konformitätsaussage nimmt somit formal den dritten Status „unsicher“ an, sodass weitere Maßnahmen erforderlich wären, z. B. eine so lange wiederholte Kalibrierung bis statistisch eine geringere Messunsicherheit entsteht.

Im direkten Vergleich liefert die Einpunktkalibrierung im Prozess, dank seiner weitaus geringeren Messunsicherheit, gerade für den kritischen Temperaturbereich um die Sterilisationstemperatur eine zuverlässigere Konformitätsaussage als eine manuell durchgeführte Überprüfung an drei Punkten mittels Blockkalibrator; erst recht, wenn berücksichtigt wird, ob einmal jährlich manuell oder bei jedem Reinigungsvorgang automatisch kalibriert wird.



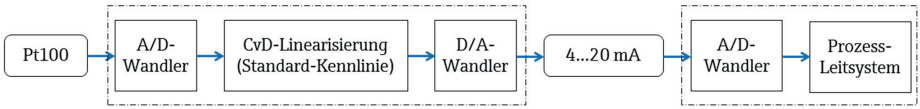
8 Messgenauigkeit und Signalübertragung

Der Temperaturmesswert liegt in modernen Transmittern (TMT82 oder TrustSens TM371) als digitaler Wert vor und kann somit mithilfe eines digitalen Kommunikationssystems direkt übertragen werden. Wird stattdessen eine analoge Übertragung des Messwertes, beispielsweise mittels eines 4...20 mA Signals, gewählt, wird dieses erst nachträglich durch einen D/A-Wandler erzeugt und später nach der Übertragung in der Eingangskarte des Leitsystems mithilfe eines A/D-Wandlers erneut digitalisiert. Aufgrund dieser Umwandlung und den damit verbundenen Einflussfaktoren (A/D-Wandler im SPS-Eingang, Spannungsquellen, Umgebungstemperatur etc.) entstehen Fehler in der Übertragungskette des Temperaturmesswerts, die bei rein digitaler Signalübertragung (z. B. HART) vermieden werden können.

Zusätzlich können Ungenauigkeiten der Thermometerkennlinie minimiert werden, indem ein Sensor-Transmitter-Matching, also das Hinterlegen der in einer Kalibrierung bestimmten individuellen Thermometerkennlinie in der Thermometerelektronik, vorgenommen wird. Ein solches Matching wird vor der Auslieferung des TrustSens (im Gegensatz zu herkömmlichen Thermometern) grundsätzlich vorgenommen.

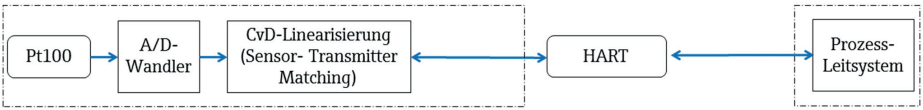
Bei der Prozesstemperatur von 37 °C errechnen sich folgende Messunsicherheiten:

Fall 1: Standardthermometer



- mit Standardkennlinie für Sensor Pt100 Klasse AA
- mit analoger Signalübertragung 4...20 mA
- mit analoger PLS-Eingangskarte
- **erwartete Messunsicherheit < 0,8 K**

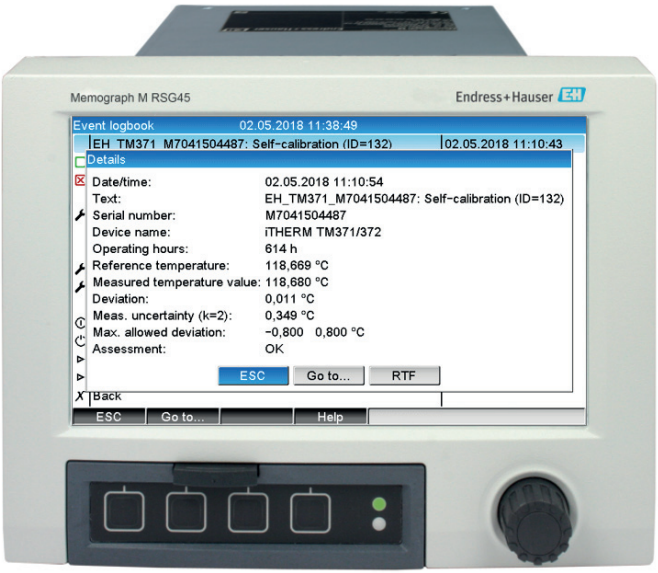
Fall 2: TrustSens oder iTEMP TMT8x



- mit Sensor-Transmitter-Matching
- Datenübertragung via HART
- mit digitaler PLS-Eingangskarte
- **Messunsicherheit = 0,22 K**

9 Steigerung der Funktionalität

Neben dem Messwert stellen HART-Geräte weitere Informationen zur Verfügung, die ausgewertet werden können. Beim TrustSens sind dies: der Wert der letzten ermittelten Kalibrierabweichung und der Zähler der durchgeführten Selbstkalibrierungen. Durch die kontinuierliche Abfrage dieser Werte kann im angeschlossenen Data-Manager (z. B. Memograph M RSG45) sowohl ein Alarm erzeugt werden (Abweichung zu hoch, Kontrolle nötig) als auch der Zeitpunkt der Kalibrierung dokumentiert werden. Faktisch wird es möglich, ein Online-Kalibrierzeugnis zu erstellen, das jederzeit vor Ort oder im Netzwerk eingesehen werden kann.



9.1 FDA-konforme Datenaufzeichnung

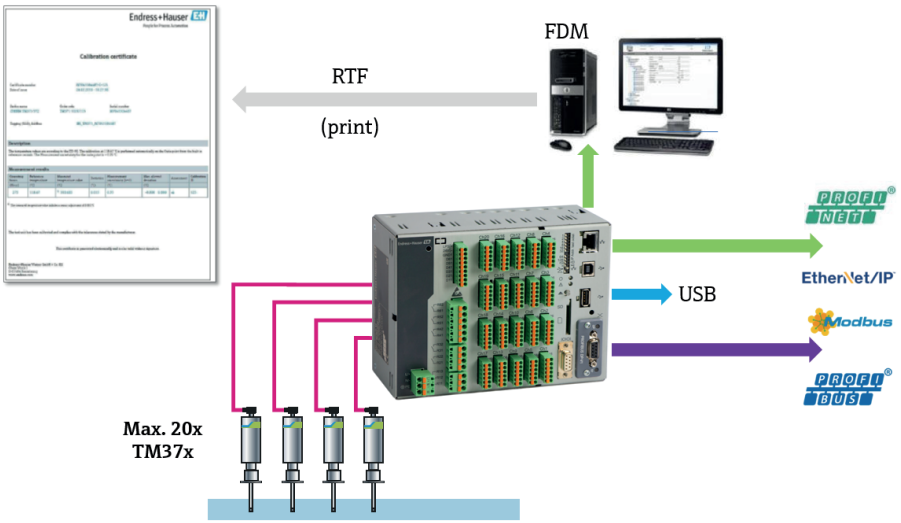
Der Datenmanager Memograph M RSG45 speichert alle Daten und somit auch die Kalibrierergebnisse angeschlossener TrustSens-Thermometer in einem von der

FDA anerkannten manipulationssicheren Datenformat [vgl. Lit. 8]. Diese Daten werden am Gerät und via Webserver zur Verfügung gestellt. Im Webserver lässt sich nach spezifischen Protokollen suchen und auf Knopfdruck ein Kalibrierzertifikat erstellen. Alternativ können auch am Gerät Kalibrierzertifikate (RTF-Datei) erstellt bzw. auf dem mobilen Datenspeicher des RSG45 (SD-Karte, USB-Stick) abgespeichert werden.

Alle Kalibrierprotokolle sind mit einem Zeitstempel versehen, was die Suche nach Kalibrierprotokoll-Ereignissen sehr vereinfacht.

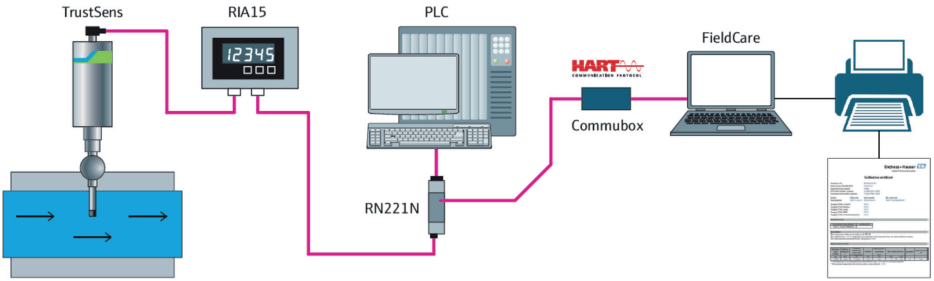
Außerdem können alle wesentlichen Mess-/Kalibrierwerte in kundenspezifischen Prozessbildern im RSG45 visualisiert werden. Sollen die Mess- und Kalibrierwerte lediglich ins Prozessleitsystem übertragen werden, bietet sich die DIN-rail-Variante des RSG45 (ohne Display) an. Die Visualisierung der Werte erfolgt dann ausschließlich im Webserver.

Ferner kann der Memograph M auch als Feldbus-Gateway eingesetzt werden, um die via HART eingelesenen Messwerte von Temperatursensoren oder anderen Messgeräten über ein Feldbussystem für eine Weiterverarbeitung im Leitsystem bereitzustellen.



9.2 Vor-Ort-Anzeige der Kalibrierdaten

Falls keine Möglichkeit besteht, die über HART zur Verfügung gestellten Kalibrierwerte weiterzuverarbeiten oder zu speichern (z. B. das Leitsystem ist nicht HART-fähig UND der Einsatz eines Data-Managers ist nicht möglich), kann dem Bedienpersonal der Anlage dennoch ein sehr einfacher „werkzeugloser“ Weg eröffnet werden, den aktuellen Kalibrierstatus einzusehen.



Beim Einbau eines 4...20 mA-gespeisten Anzeigers RIA15 kann dieser so konfiguriert werden, dass er die HART-Messwerte des angeschlossenen Messgerätes anzeigt und deren Statusinformationen „rotierend“ zur Anzeige bringt. Dem Bediener steht so neben der Status-LED, die direkt im TrustSens eingebaut ist (und die vielleicht nicht einsehbar ist), auch eine Anzeige zur Verfügung, über die nacheinander abgelesen werden kann, ob sich die Anzahl der Kalibrierungen seit der letzten Ablesung erhöht hat, welche Kalibrierabweichung dabei festgestellt wurde, wie hoch die Prozesstemperatur ist und in welchem Zustand sich die Auswerteelektronik befindet.

Endress+Hauser
RIA15
37.0
°C
E
ESC

10 Sicherheit im Prozess und im Audit

10.1 Bestehende SOPs und Change-Management-Prozess

Heute sind in vielen Betrieben SOPs (Standard Operation Procedures) etabliert, die eine Zwei- oder Dreipunktkalibrierung von Thermometern vorsehen. Dies entsprach dem Stand der Technik, um möglichst eindeutige Temperaturkennlinien bei der Kalibrierung abzubilden. Selbstverständlich entspricht dieses Vorgehen auch der Erwartungshaltung der Auditoren und Zulassungsbehörden; schließlich gab es bislang keine Alternative dazu.

Es bleibt aber anzumerken, dass das größte Risiko für ein Thermometer in einer hygienischen Anlage jedoch in der Kalibrierung selbst besteht. Durch das Öffnen der Geräte, das Herausziehen des Messeinsatzes, das teilweise An- und Abklemmen der elektrischen Kontakte und durch die Einführung des Thermometers in den Kalibrator oder auch auf dem Weg ins Labor vervielfacht sich die Wahrscheinlichkeit von mechanischen Beschädigungen z. B. durch Anschlagen. Außerdem stellt sich häufig die Frage, wie die Messung nach Ausbau des Messeinsatzes zur Kalibrierung wieder in die exakt gleiche Messposition im Prozess gebracht wird. Diese Risiken werden verringert, wenn der Temperaturfühler länger an Ort und Stelle verharren kann, ohne bewegt zu werden.

10.2 Kontinuierliche Prozess-Verifikation

Mit der neuen Technologie des selbstkalibrierenden Thermometers kann die Forderung nach einer „kontinuierlichen Validierung des Prozesses“, wie sie z. B. von der FDA [vgl. Lit. 7] gefordert wird, am Beispiel der Temperaturmessung ab sofort realisiert werden, denn die Einpunktkalibrierung im Prozess minimiert das Risiko einer bis zur nächsten Kalibrierung unerkannten Abweichung auf das derzeit technologisch absolut mögliche Minimum. Dies gelingt sogar ohne Einbußen bei der Messgenauigkeit.

10.3 Definition des Begriffes Kalibrierung

Das weltweit anerkannte „Vocabulaire international de Métrologie (VIM)“ definiert den Begriff Kalibrierung [vgl. Lit. 11]. Hierin wird verlangt, dass die Messunsicherheit einer Kalibrierung bekannt ist und angegeben wird. Diese beträgt bei der Kalibrierung am Curie-Punkt des TrustSens ±0,35 K.

Unter definierten Bedingungen wird der durch die Referenz bereitgestellte Wert in Beziehung mit dem Anzeigewert gesetzt, der vom Prüfling bereitgestellt wird. Auch hier ist die Messunsicherheit zu berücksichtigen.

Aus diesen Informationen wird in einem zweiten Schritt das Ergebnis der Kalibrierung abgeleitet. Beim TrustSens wird durch Vergleich der Anzeige des Pt100 inkl. Transmitters zum Zeitpunkt des Durchgangs durch die Curie-Temperatur der Referenzwert bestimmt, ob sich das Messsystem gegenüber dem Auslieferungszustand verändert hat. Das Kalibrierergebnis kann numerisch zur Verfügung gestellt werden oder es manifestiert sich durch eine Änderung der Statusinformation, sei es an der LED oder am Stromausgang.

Laut VIM-Definition kann die Kalibrierung auch allein durch eine Aussage ausgedrückt werden, d. h. die Bereitstellung von Tabellen, Diagrammen oder Funktionen ist nicht zwingend.

Da in dieser Definition ebenso wenig eine bestimmte Mindestanzahl an Werten festgeschrieben ist, die bei der Kalibrierung in Beziehung gesetzt werden müssen, sind alle Vorgaben der VIM erfüllt.

10.4 Einsatz der TrustSens-Technologie im regulierten Umfeld

Technologisch gesehen besteht der TM371 TrustSens aus zwei Messkreisen.

10.4.1 Messung der Prozesstemperatur

Der erste Messkreis, der zur kontinuierlichen Erfassung der Prozesstemperatur dient, basiert auf der bewährten Technik des Endress+Hauser-Premium-Temperaturtransmitters TMT82.

Beim TrustSens handelt es sich somit um einen speziell für die hygienische Industrie entwickelten Hightech-Temperaturtransmitter eines sehr renommierten Herstellers, Endress+Hauser gehört hier zu den Top-3-Marken weltweit. Es ist daher nahezu auszuschließen, dass von Seiten der Zulassungsbehörden oder Auditoren irgendwelche Einwände gegen den Einsatz eines Endress+Hauser-Thermometers bestehen könnten.

10.4.2 Bereitstellung weiterführender Informationen

Der zweite Messkreis im TrustSens liefert ausschließlich weiterführende Daten, die den ersten Messkreis aber nicht beeinflussen. Die einzig mögliche Interaktion besteht aus einer Sicherheitsabschaltung des Gerätes, wenn bei einer Kalibrierung eine zu große (einstellbare) Abweichung erkannt wurde. Das heißt, selbst bei Fehlfunktion des zweiten Messkreises kann es niemals zu einer Verfälschung des Temperatursignals kommen.

Im regulierten Umfeld stellt sich somit nicht mehr zur Diskussion, ob so ein neuer Sensor eingesetzt werden darf, sondern nur noch die eigentliche Frage, was die Anwender mit den neu hinzugekommenen Daten, die der TrustSens liefert, machen möchten.

Natürlich können die über das HART-Protokoll übermittelten zusätzlichen Messwerte (1: Wie oft wurde kalibriert? 2: Wie hoch war die zuletzt festgestellte Kalibrierabweichung?) einfach nur für eine spätere Analyse aufgezeichnet werden.

Im nächsten Schritt können diese Daten zur Planung von Instandhaltungsmaßnahmen eingesetzt werden, z. B. wenn die gemessene

Kalibrierabweichung einem Trend folgen würde, der in der Zukunft zu einem Erreichen eines Grenzwertes führen könnte.

Selbstverständlich können aber auch Aussagen über den Prozess an sich abgeleitet werden. Beispielsweise wenn sich der TrustSens kalibriert hat (Kalibrierzähler +1) war die Temperatur für eine gewisse Zeit größer als 123 °C. Das bedeutet auch, dass die letzte Sterilisierung tatsächlich stattgefunden hat.

Hingegen ist eine schlagartige, aber danach konstante Veränderung der gemessenen Kalibrierabweichung ein Indiz für eine mechanische Veränderung. Möglicherweise hat es einen Dampfschlag in der Anlage gegeben.

10.5 Good Practice Guide (GAMP) und der Change-Prozess

Weit wahrscheinlicher als eine Ablehnung der vorgestellten Technologie von Seiten der Zulassungsbehörden und Auditoren ist es, dass diese den Einsatz selbstüberwachender Technologien einfordern, sobald diese verfügbar sind. Schließlich wurden bereits im „Good Practice Guide“ über das Kalibriermanagement aus dem Jahr 2010 Geräte mit der Möglichkeit der Selbstkalibrierung und Online-Alarmierung vorausgesagt [vgl. Lit. 12]. Darin wird explizit erwähnt, dass die so gewonnenen Daten dazu eingesetzt werden können, die Intervalle zwischen den Kalibrierungen zu verlängern, für die das zu überprüfende Gerät auszubauen ist. An anderer Stelle im gleichen Dokument wird auch erwähnt, dass regelmäßige Überprüfungen der Genauigkeit auch an nur einem Punkt möglich und sinnvoll sind.

Das technologische Upgrade der Temperaturmessung bringt somit mehr Sicherheit durch permanente Selbstkalibrierung, aber auch zusätzliche Kostenvorteile, sobald es gelingt, mit den zusätzlich erfassten Daten nachzuweisen, dass eine Verlängerung der Kalibrierintervalle risikofrei durchzusetzen ist.

Diese Folgemaßnahme senkt die Kalibrierkosten und kann die Stillstandszeiten der Anlage reduzieren. Sie stellt allerdings auch einen zu bewertenden Change im Rahmen der QA dar. Endress+Hauser bietet Unterstützung bei der Erstellung und Etablierung neuer SOPs im Rahmen des Change-Managements an und steht bei Inspektionen zum Thema Kalibrierung als technischer Partner gegenüber den Kontrollbehörden zur Seite.

11 Literaturverzeichnis

[1] Bernhard, Dr. Frank (Hrsg.): Technische Temperaturmessung. Kap. 9.2.1.9: Driftverhalten von Platin-Messwiderständen, 1. Aufl., Springer-Verlag Berlin, Heidelberg 2004

[2] Schalles, Dr. Marc: Kalibrierung von Thermometern in situ im Prozess. TU Ilmenau, Fachvortrag zum 13. Dresdner Sensor-Symposium, 4.–6. Dezember 2017
http://www.ama-science.org/proceedings/details/2718

[3] Vrdoljak, Dr. Pavo: In-situ-Einpunktkalibrierung von Thermometern mittels Fixpunkten. Fachvortrag zur 8. VDI-Fachtagung „Messunsicherheit 2017 – Messunsicherheit praxisgerecht bestimmen“

[4] Anlage zur Akkreditierungsurkunde der Kalibrierstelle D-K-15024:
http://www.temeka.net/ oder
https://www.dakks.de/as/ast/d/D-K-15024-01-00.pdf

[5] Technische Information Endress+Hauser TM371 „TrustSens“ TI01292TDE_0117, 2017

[6] TÜV Thüringen, Zertifikat 3610-0013-17-B1, „Validierung des In-situ-Kalibrierverfahrens“, 2017

[7] Process Validation: General Principles and Practices. U.S. Department of Health and Human Services, Food and Drug Administration, Jan. 2011
https://www.fda.gov/downloads/drugs/guidances/ucm070336.pdf

[8] FDA 21 CFR Part 11, Electronic Records; Electronic Signatures – Scope and Application. U.S. Department of Health and Human Services, Food and Drug Administration, Aug. 2003
https://www.fda.gov/downloads/RegulatoryInformation/Guidances/ucm125125.pdf

[9] DKD-Richtlinie R 5–3 „Kalibrierung von Thermoelementen“. Ausgabe 12/2000

[10] Pharmazeutische Zeitung online 34/2014
https://www.pharmazeutische-zeitung.de/index.php?id=53650

[11] JCGM 200:2012 Vocabulaire international de Métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). (Kap. 2.39), 3e édition, Version 2008
https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf

[12] GAMP® Good Practice Guide: A Risk-Based Approach to Calibration Management. Second Edition 2010, ISPE | International Society for Pharmaceutical Engineering (Kap. 7.3.3 + 7.3.4 + 9.2 + 9.3)

[13] GUM: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Bureau International des Poids et Mesures, 2008
https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html

[14] TÜV Thüringen Prüfbericht 3610-0013-17, 2017

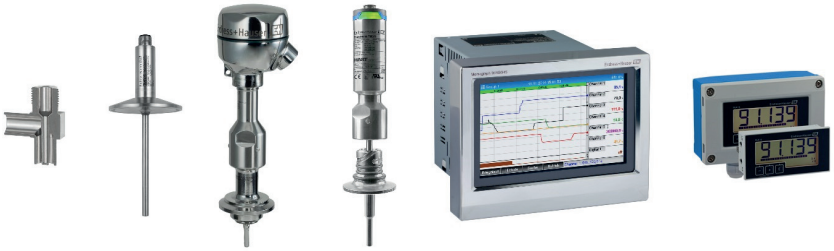
Ergänzende Informationen

Video: Selbstkalibrierendes Thermometer – iTHERM TrustSens
https://www.youtube.com/watch?v=AuRAlyWz0kc

Video: Temperaturmessung mit Widerstandsthermometern
https://www.youtube.com/watch?v=iIsKYiXawbA

Video: iTHERM TM4xx Thermometer
https://www.youtube.com/watch?v=YRRRXpZTGJ0

12 Produkt-Portfolio Hygiene



1 2 3 4 5 6

1) TT411: Thermometerschutzrohre, z. B. Ausführung als Eck- oder T-Stück im hygienischen Design ohne Schweißnähte und Toträume

2) TMR35: Kompaktthermometer für hygienische Anwendungen ohne besondere Kalibrieranforderungen

3) TM41x: Modulares Widerstandsthermometer für hygienische Anwendungen mit manuellen Kalibieranforderungen (d. h. Schutzrohr mit austauschbarem Messeinsatz); Optionen: iTHERM QuickNeck, iTHERM QuickSens, ATEX

4) TM37x: TrustSens: hygienisches Kompaktthermometer mit automatischer Selbstkalibrierfunktion

5) RSG45: Memograph M, Daten-Manager mit HART-Kommunikation und FDA-konformer Datenaufzeichnung, optionale Weiterleitung der Daten über Ethernet, PROFINET, PROFIBUS, Modbus; Anzeige der TrustSens-Kalibrierdaten

6) RIA15: Schleifengespeister Messwert-Anzeiger mit HART-Funktionalität

Verwendete Abkürzungen

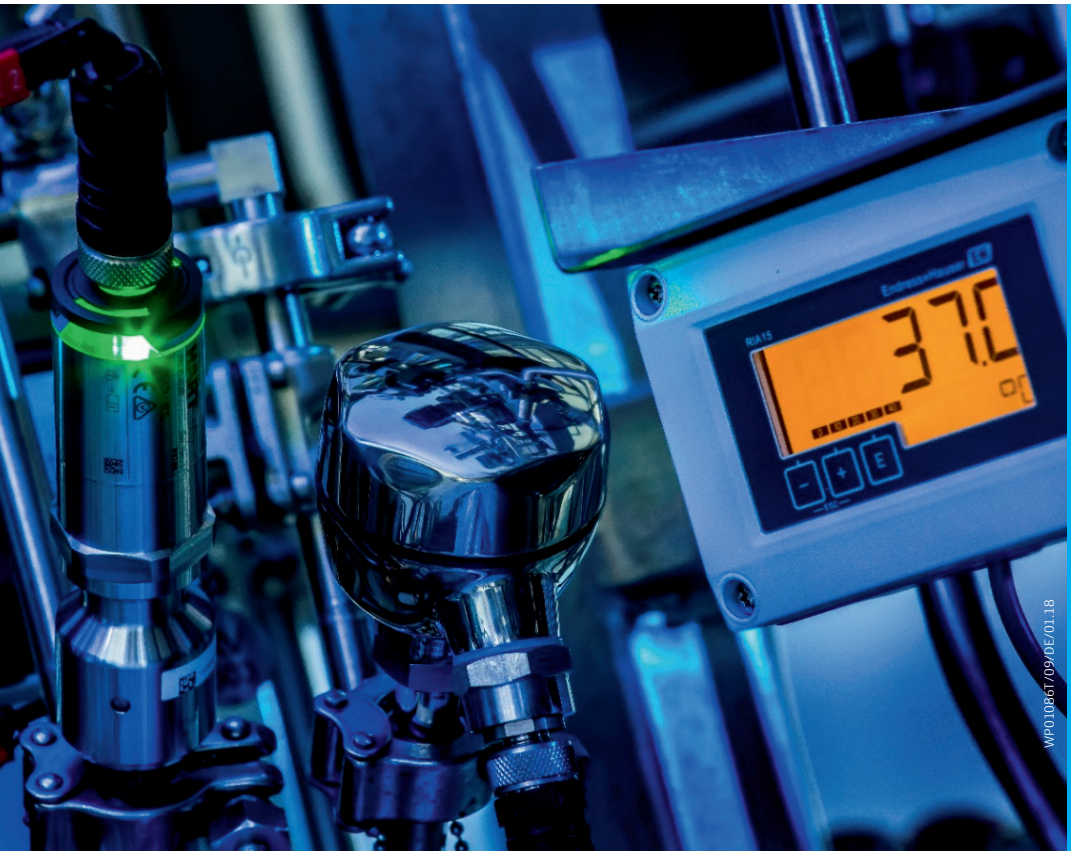
CvD	Callendar-van-Dusen-Gleichung: Diese Formel beschreibt die Kennlinie eines Platin-Widerstandsthermometers, d. h. den Zusammenhang zwischen Messwiderstand (in Ohm) und Temperatur (in ˚C).
GUM	Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement: ISO/BIPM-Leitfaden mit Regeln zur Berechnung der Messunsicherheit.
Pt100	Teilweise aus Platin gefertigter Temperatursensor mit 100 Ohm Widerstand bei 0 ˚C.
SOP	Standard Operation Procedure: anwenderspezifische Regeln zum Umgang mit Messwerten. Wird hier verwendet als Grenzwert der Temperaturabweichung, bis zu der ein Thermometer eingesetzt werden darf. Weit verbreitet sind entweder ±0,75 oder ±1,0 Kelvin.
STM	Sensor-Transmitter-Matching: Methode zur Verbesserung der Messgenauigkeit eines Widerstandsthermometers mit fest zugeordnetem Temperaturtransmitter.
VIM	Vocabulaire international de Métrologie: Das Wörterbuch der Messtechnik beinhaltet die verbindlichen Definitionen der wichtigsten Begriffe aus der Messtechnik und Kalibrierung.

Impressum www.wetzer.endress.com

Endress+Hauser Wetzer
GmbH + Co. KG
Obere Wank 1
87484 Nesselwang

Autor:
Dietmar Saecker

Mitarbeit:
Dr. Marc Schalles
Sebastian Stoll
Philipp Garbers
Joachim Hayek
Stefan Wöhrle



WP01086F/09/DE/01.18

Endress+Hauser

People for Process Automation