

## **SCELTA, TIPOLOGIA, INSTALLAZIONE E TARATURA DEI SENSORI DI RILEVAMENTO DELLA TEMPERATURA NELLA VALIDAZIONE DEI PROCESSI DI STERILIZZAZIONE TERMICA**

Come è noto, la validazione è la procedura consistente nel raccogliere prove documentate per garantire che uno specifico processo realizzi la funzione prevista in modo affidabile e regolare.

Nel caso dei processi di sterilizzazione termica, gran parte delle prove utilizzate per dimostrare le prestazioni degli sterilizzatori così come del processo si basano sulla taratura e sulla verifica di parametri fisici come temperatura, pressione e tempo.

La validazione è un'operazione unica nel suo genere e che richiede degli specifici requisiti di precisione, pertanto dovrebbe essere data particolare attenzione alla selezione, all'installazione ed all'uso dei sensori e degli strumenti.

Quando si parla di sistemi di acquisizione dati di temperatura, molti utenti non tengono in debita considerazione una delle cose più importanti: la scelta di un sensore appropriato. Nessun apparato, computerizzato o meno, può essere più preciso del sensore ad esso collegato. Ecco perché noi di FASINT' crediamo che, dal punto di vista metodologico, occorre valutare attentamente l'intero sistema di misura e controllo della temperatura, dal sensore all'attuatore di controllo. È necessario, inoltre, verificare attentamente le specifiche, senza confondere i termini precisione e risoluzione. Questa presentazione è comunque incentrata sulla scelta di un appropriato sensore di temperatura e non sulle specifiche del sistema di acquisizione dati fornite dal costruttore.

### **Introduzione**

È già da diversi anni che FASINT' promuove sul mercato sistemi di acquisizione dati, di documentazione e monitoraggio molto precisi e ad alta risoluzione.

In tutto questo tempo abbiamo partecipato a numerosi dibattiti sulla scelta di un termometro a resistenza ((RTD), (resistance temperature detector), termistore o termocoppia come sensore per ottenere una misura di temperatura precisa. In diverse occasioni, a seconda dell'utilizzo, li abbiamo raccomandati tutti e tre.

Esiste una moltitudine di fattori di grande importanza in fase di selezione. Spesso, le esperienze precedenti e l'emozione giocano un ruolo più importante rispetto a uno spassionato confronto analitico degli errori limite attesi su tutto il sistema. Noi crediamo che sistemi basati su termocoppie sono la scelta migliore in molte applicazioni di ricerca e di processo dal punto di vista della precisione e anche dell'efficienza in termini di costi. L'operatore esperto che si occupa delle misure di temperatura riconoscerà che un'affermazione del genere non può non esporci a critiche. A questo proposito, andiamo ad esaminare alcuni aspetti, ipotesi e tecniche per ottenere misure di temperatura precise. In particolare, cominciamo a rivedere i confronti comunemente usati sui sensori in termini di intercambiabilità, stabilità, sensibilità e condizionamento al segnale.

Una termocoppia è un sensore di temperatura semplice, affidabile e versatile realizzato unendo due fili metallici di diverso materiale in una "giunzione di misura". Quando una termocoppia è connessa ad un sistema di misura e di riferimento ben progettato, l'uscita indicata è funzione unicamente della temperatura della giunzione. Verrà mostrato che nel complesso l'uscita di un circuito di termocoppia non è che una delle caratteristiche del sensore, pertanto una procedura di taratura corretta deve tenere in considerazione l'intero apparato di misura.

Questa presentazione affronta in maniera più generale la garanzia che il valore indicato della temperatura sia una precisa rappresentazione del valore misurato. Sebbene molte delle considerazioni di base vadano bene per un qualsiasi tipo di sensore di temperatura, l'attenzione della presente presentazione sarà focalizzata solo sulle termocoppie.

Le termocoppie sono i sensori che soddisfano maggiormente gli studi di validazione sulla conduzione del calore e sulla distribuzione della temperatura mentre i Termometri a Resistenza possiedono le migliori caratteristiche di trasferimento nella taratura della temperatura. Verranno discussi alcuni dei motivi per cui optare per questo tipo di sensore, in relazione alla taratura e precisione dell'intero sistema.

La temperatura è la grandezza misurata più frequentemente nei processi industriali e le termocoppie sono i sensori utilizzati più frequentemente quando la temperatura deve essere registrata o controllata. Il motivo principale per usare le termocoppie è il fatto che sono più affidabili e meno costose di altri sensori di temperatura aventi un'uscita di tipo elettrico. Un altro ottimo motivo per usare le termocoppie nelle misure di temperatura è che i Termometri a Resistenza o i termistori sono per costruzione meno ripetibili e meno intercambiabili.

Le imprecisioni presenti nella maggior parte dei sistemi a termocoppia non si hanno nei sensori, bensì negli strumenti utilizzati per misurare le uscite e nel circuito che collega i sensori a termocoppia agli strumenti di misura. Inclusa in questa presentazione vi è un'esposizione semplificata della teoria termoelettrica come guida a una corretta installazione dei circuiti a termocoppia. Attraverso la comprensione dell'origine dell'uscita termoelettrica è più facile evitare gli errori che più spesso si incontrano quando si utilizzano le termocoppie e quindi garantire una migliore precisione di misura.

## I. TEORIA TERMOELETRICA

In 180 anni, da quando T. J. Seebeck scoprì che in un circuito costituito da due diversi conduttori scorre corrente quando le giunzioni sono poste a due diverse temperature, molti studiosi hanno sviluppato teorie per spiegare i fenomeni termoelettrici. Alcuni di essi, come Thomson e Bridgman, hanno basato le proprie argomentazioni su considerazioni di tipo termodinamico; altri, come Mott e Jones, hanno sfruttato la teoria elettronica dei solidi [1,2]. La seguente spiegazione dei fenomeni termoelettrici potrebbe ricevere delle obiezioni sia dal punto di vista termodinamico che dai fisici atomici, ma fornisce dei concetti che possono essere compresi con facilità e utilizzati per evitare molti degli errori incontrati nei circuiti a termocoppia.

1. Il livello energetico di un elettrone in un qualsiasi conduttore aumenta con la temperatura del conduttore stesso.
2. L'entità di variazione energetica per una data temperatura dipende dalla composizione e dalla struttura molecolare del conduttore.

In un materiale, la grandezza che esprime l'aumento energetico per un dato aumento di temperatura prende il nome di potenza termoelettrica. Il valore della potenza termoelettrica è espresso in microvolt di aumento di energia per grado Celsius di aumento di temperatura nel materiale.

Il coefficiente Seebeck di uno specifico materiale è sempre relativo a un materiale di riferimento. Le prime valutazioni di Peltier, Seebeck e altri furono fatte con riferimento al conduttore specifico mentre le ultime valutazioni si riferiscono al platino-67.

La tabella 1, fornisce i coefficienti Seebeck approssimativi dei più comuni materiali da termocoppia relativamente al Pt-67 mentre la tabella 2 dà i valori corrispondenti delle termocoppie più frequentemente utilizzate in corrispondenza di temperature prossime al punto di fusione del ghiaccio. Il coefficiente Seebeck di una qualsiasi coppia di conduttori è uguale alla differenza dei coefficienti di Seebeck di ciascun conduttore riferiti ad uno stesso materiale.

Tabella 1: Coefficienti di Seebeck approssimativi per i comuni materiali da termocoppia riferiti al PT 67 a 0,0°C

Nome del materiale	ASTM E 20 & 230 Codice lettere ISA	Composizione	Coefficiente Seebeck ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )
Chromel	EP and KP	90%Ni, 10% Cr	25,8
Ferro	JP	99,5% Fe	17,9
<b>Rame</b>	<b>TP</b>	<b>100% Cu</b>	<b>5,9</b>
PtRh10%	SP	90%Pt, 10%Rh	5,3
Alumel	KN	95%Ni, 2%Al, 2%Mn, 1%Si	- 13,6
Costantana	JN*	55%Cu, 45% Ni	- 32,5
<b>Costantana</b>	<b>EN &amp; TN</b>	<b>55%Cu, 45% Ni</b>	<b>- 32,9</b>

\*JN è simile a EN e a TN ma produrrà in generale un'uscita leggermente differente [5]

Se il coefficiente Seebeck del rame relativo al Pt-67 è  $+5,9 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$  e quello della costantana è  $-32,9 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ , il coefficiente Seebeck di una coppia duplex rame-costantana (termocoppia di tipo T) è  $38,8 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ . Il materiale con il coefficiente Seebeck relativo al Pt-67 più positivo sarà il conduttore positivo che, nel caso precedente, corrisponde al conduttore di rame.

Tabella 2: Coefficiente Seebeck approssimativo di comuni termocoppie a 0,0 °C [5]

Nome termocoppia	ASTM E-20 & 230 Codice lettere ISA	Coefficiente Seebeck ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )
Chromel – Costantana	E	58,7
Ferro – Costantana	J	50,4
Chromel – Alumel	K	39,4
<b>Rame – Costantana</b>	<b>T</b>	<b>38,8</b>
PtRh 10% – Platino	S	5,4

## II. SORGENTI E TIPI DI ERRORE

Il dizionario definisce precisione come “assenza di errore”, ma il termine precisione possiede molti significati diversi. Qualsiasi trattato sulla precisione della misura della temperatura deve essere focalizzato sulle varie sorgenti e sui diversi tipi di errore. In un tipico sistema a termocoppia, le tre sorgenti primarie di errore sono i sensori di termocoppia, il circuito che collega i sensori all'apparato di misura e l'apparato di misura stesso [9,10].

Quando si parla di errori e di precisione è importante fare distinzione tra precisione relativa e precisione assoluta. La precisione relativa è il grado di corrispondenza (uguaglianza) tra misure di temperatura effettuate in punti diversi oppure il grado di corrispondenza con cui è ripetibile una stessa misura di temperatura.

La precisione assoluta è il grado di corrispondenza tra una misura di temperatura e il valore termodinamico assoluto della temperatura stessa. In molti processi è sufficiente una precisione relativa ma nei processi di sterilizzazione termica è indispensabile una precisione assoluta.

La velocità di distruzione dei microrganismi è in grande misura funzione della temperatura, pertanto il tempo richiesto per ottenere un prodotto sterile dipende dalla temperatura del prodotto. Se il valore vero della temperatura è inferiore al valore indicato, potrebbe verificarsi una sterilizzazione impropria. Ad esempio, un errore di 1°C negli studi di penetrazione delle misure di temperatura darà come risultato un errore del 26% nel calcolo della letalità. Il mantenimento di un'adeguata precisione di misura di tali parametri è pertanto un fattore chiave per il controllo e il monitoraggio del processo di sterilizzazione.

I requisiti di precisione per l'apparecchiatura installata impiegata nel controllo e monitoraggio del processo sono diversi da quelli relativi agli strumenti impiegati nella validazione del processo o nella taratura dell'apparecchiatura installata.

Ecco un esempio che spiega queste differenze:

La precisione di misura richiesta per monitorare la temperatura della camera è  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ . È importante osservare che si tratta di un valore assoluto, visto che si riferisce alla distruzione termica dei batteri.

Questa precisione si applica alla catena di misura installata che consiste nella sonda di temperatura utilizzata insieme ai relativi sensori, l'impianto elettrico, i collegamenti e l'elettronica di misura di cui sono costituiti il registratore, il controllore, l'indicatore ecc.

D'altro canto, le apparecchiature per la validazione e la taratura sono utilizzate per effettuare prove.

La precisione degli strumenti di prova deve ovviamente essere migliore della precisione dell'apparecchiatura installata da testare. Un fattore 3 è considerato sufficiente e offre una garanzia di 1:10 che una qualsiasi differenza osservata tra le letture non è causata dalla imprecisione degli strumenti di prova. Nel nostro caso, non deve essere peggiore di  $\pm 0.17^\circ\text{C}$ .

Naturalmente, la stessa relazione esiste tra i riferimenti utilizzati per tarare gli strumenti di prova. Nel nostro caso occorre almeno una precisione pari a  $\pm 0.06^\circ\text{C}$ .

La precisione assoluta è ottenuta dalla certificazione degli strumenti di prova, definiti in metrologia come campioni operativi. Essi dovrebbero essere tarati e certificati da un laboratorio accreditato SIT EA sulla base di campioni di riferimento (il laboratorio accreditato invia i propri campioni di riferimento all'Istituto Nazionale di Metrologia per ottenere la taratura in base Campioni Primari nazionali). Questa procedura garantisce di poter fare sempre riferimento al sistema internazionale delle unità di misura (SI).

Un'altra importante distinzione da fare è tra errori sistematici ed errori casuali. Gli errori sistematici possono essere eliminati dai risultati finali attraverso la taratura, ma gli errori casuali possono essere ridotti al minimo solo tramite una corretta selezione e installazione degli strumenti di misura. La mancanza di intercambiabilità, di conformità e di uniformità produce errori sistematici; la gran parte delle non omogeneità topologiche del circuito e la mancata ripetibilità dei componenti produce errori casuali.

### a. Errori nei sensori e nel circuito

Nei sistemi a termocoppia è difficile tracciare una distinzione netta tra errori di sensore ed errori di circuito, perché una termocoppia è un integratore totale della variazione di temperatura dalla giunzione di misura alla giunzione di riferimento. Conformità e intercambiabilità sono caratteristiche generalmente attribuite ai sensori; effetti di non omogeneità vengono attribuiti al circuito.

#### 1. Conformità allo standard

L'errore di conformità è la differenza tra la tensione reale prodotta da una termocoppia e la tensione di uscita standard per quel tipo di termocoppia alla stessa temperatura di misura. Si assume per le giunzioni di riferimento del circuito di termocoppia una temperatura di  $0.0^\circ\text{C}$ . Una specifica spesso citata nelle termocoppie è l'errore massimo di conformità che le termocoppie possono presentare nel rispetto degli standard industriali accettati. Per termocoppie di tipo T (Rame - Costantana) di qualità standard (Classe 2), questo errore è il maggiore tra  $\pm 1.0^\circ\text{C}$  e  $\pm 0.75\%$ . Per termocoppie di tipo T di qualità “special” (Classe 1) è il maggiore tra  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  e  $\pm 0.4\%$  [11]. Per termocoppie di qualità selezionata “Premium” può raggiungere un errore di conformità massimo di  $\pm 0.25^\circ\text{C}$  ovvero del  $\pm 0.20\%$  a  $120^\circ\text{C}$  [12].

È opportuno sottolineare che l'errore di conformità non è indicativo dell'errore di misura totale in una specifica installazione. Gli errori di conformità possono essere eliminati effettuando la taratura in corrispondenza di alcune

temperature eccedenti l'intervallo di lavoro ed esistono molti altri errori di sistema che potrebbero essere più grandi dell'errore di conformità.

## 2. Interscambiabilità

**Interscambiabilità dei sensori: Se non è effettuata una taratura con la successiva regolazione, tolleranze ridotte danno una migliore interscambiabilità.**

Il grado in cui un numero di termocoppie presenta la stessa uscita alla stessa temperatura di misura è noto come grado di interscambiabilità delle termocoppie. L'interscambiabilità è importante quando si mettono a confronto due temperature in un sistema non tarato. Quando un numero di termocoppie appartengono allo stesso lotto di produzione del filo metallico, il massimo errore di interscambiabilità è tipicamente il maggiore tra  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  e il  $\pm 0.1\%$ .

Come per gli errori di conformità, gli errori di interscambiabilità possono essere eliminati dalla taratura. In entrambi i casi è spesso sufficiente tarare i sensori alle due temperature estreme dell'intervallo di lavoro ed applicare una correzione lineare alle misure. Se il sistema di misura non fornisce la possibilità di applicare correzioni individuali a ciascun ingresso, l'errore di interscambiabilità diventa un problema di rilievo e tutte le termocoppie utilizzate contemporaneamente dovrebbero provenire dallo stesso lotto di produzione del filo metallico.

Limiti degli errori e interscambiabilità standard per i più comuni conduttori per termocoppia in base alla ASTM E 230 ed alla IEC60584 – 2 (Tolleranza dei valori iniziali dell'emf in funzione della temperatura per termocoppie):

Termocoppia Tipo	Conduttore		Intervallo di temperatura, °C	Limiti di errore $\pm$ °C (il maggiore tra i due)		Limiti di errore $\pm$ °C <b>IEC 60584</b>	
	Negativo	Positivo		Standard	Speciale	Standard Cl. 2	Speciale Cl. 1
J	Ferro	Costantana	-40 ÷ 333 333 ÷ 750	2,2 0,75%	1,1 0,4 %	2,5 0,75%	1,5 0,4% t>375
T	<b>Rame</b>	<b>Costantana</b>	<b>-200 ÷ 0</b> <b>- 40 ÷ 133</b> <b>133 ÷ 370</b>	<b>1 ÷ 1,5%</b> <b>1</b> <b>0,75 %</b>	<b>0,5 opp. 0,8%</b> <b>0,5 opp. 0,4%</b> <b>0,4%</b>	<b>1 ÷ 1,5%</b> <b>1</b> <b>0,75%</b>	<b>1,5%(t&lt;-67°C)</b> <b>0,5</b> <b>0,4%(t&gt;125°C)</b>
K	Chromel	Alumel	-40 ÷ 333 333 ÷ 1250	2,2 0,75 %	1,1 0,4%	2,5 0,75%	1,5 0,4% t>375
S	PtRh 10%	Platino	-40 ÷ 600 600 ÷ 1480	1,5 0,25%	0,6 0,1%	1,5 0,75%	1 0÷1100)°C [1+3%(t-100)]°C (t > 1100°C)

Differenti costruttori di (RTD) Termometri a Resistenza al platino offrono sonde con vari limiti di tolleranza ed interscambiabilità.

La tabella seguente (in accordo alla IEC 60751 e bozza in revisione) illustra ciò che è disponibile attualmente sul mercato:

Temperatura in °C	0	50	121	200	300
	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C
Pt100Classe B = G II (IEC60751)	$\pm 0,3$	$\pm 0,55$	$\pm 0,9$	$\pm 1,3$	$\pm 1,8$
Pt100 Classe A = G I (IEC60 751)	$\pm 0,15$	$\pm 0,25$	$\pm 0,39$	$\pm 0,55$	$\pm 0,75$
Pt100 Classe 0,1 * (1/3 DIN)	$\pm 0,10$	$\pm 0,18$	$\pm 0,28$	$\pm 0,4$	$\pm 0,5$
Pt100 Classe 0,06 * (1/5 DIN)	$\pm 0,06$	$\pm 0,11$	$\pm 0,18$	$\pm 0,3$	$\pm 0,4$

I costruttori di termistori offrono anche una vasta gamma di sonde in grado di lavorare a diversi intervalli di temperatura.

I termistori hanno un intervallo di lavoro utile più stretto in confronto ai Termometri a resistenza. Poiché l'intervallo operativo dei termistori è ridotto, le tolleranze di interscambiabilità diventano tipicamente più strette. Quando si acquistano termistori oppure (RTD) Termometri a Resistenza di platino è possibile acquistare sonde con tolleranze più ridotte a un prezzo selezionata. Naturalmente, a quel punto si paga la selezione e la eventuale verifica.

**Confronto tra i limiti di errore  $\pm$  °C di termocoppie di tipo "T" "Premium" e (RTD) Termometri a Resistenza PT 100 di diverse classi selezionate**

Temperatura in °C	0°C	50°C	121°C	200°C	300°C
TC Tipo "T" Premium	0,1	0.12	0.25	0.50	0.75
Pt100 Classe B (Classe 0,3) *	0.30	0.55	0.9	1.3	1.8
Pt100 Classe A (Classe 0,15) *	0.15	0.25	0.39	0.55	0.75
Pt100 Classe 0,1 * (1/3 DIN)	0.10	0.18	0.28	0.44	0.6
Pt100 Classe 0,06 * (1/5 DIN)	0.06	0.11	0.18	0.4	0.57

**\* Proposta "Nuova struttura standard dei Termometri a Resistenza" SC 65B WG5 (IEC60 751 in revisione)**

I limiti di errore per i fili di termocoppia si applicano a diversi lotti di filo fabbricati da diversi costruttori. Se, tuttavia, in un impianto oppure in una prova si utilizzano strumenti con filo di termocoppia proveniente interamente da uno stesso lotto (ad es. ogni porzione di filo deriva da un'unica colata), la tolleranza di interscambiabilità all'interno di quel gruppo di termocoppie è molto diversa. La tabella seguente indica le tolleranze di interscambiabilità quando tutte le termocoppie sono realizzate a partire dallo stesso lotto "T" con filo di rame/costantina di prima qualità.

TABELLA 4: Interscambiabilità termocoppie a lotti

Temperatura °C	+/- Tolleranza °C
0	0,02
50	0,03
100	0,05
150	0,07
200	0,10

Si tratta di un quadro completamente diverso rispetto a quello normalmente presentato quando si fanno confronti tra i sensori. Il "trucco" dovrebbe essere ovvio, TUTTE le termocoppie devono essere realizzate a partire dallo stesso lotto di produzione del filo metallico. Inoltre, i dati mostrati si riferiscono a termocoppie rame/costantina che hanno la caratteristica di interscambiabilità più stretta per i tipi più comuni di termocoppie. Nondimeno, quando l'interscambiabilità del sensore diventa importante, se si tengono scorte sufficienti per un uso a lungo termine, le termocoppie presentano vantaggi molto sostanziali su (RTD) Termometri a Resistenza e termistori.

### 3. Regioni di non omogeneità

Molti tecnici, nella valutazione dei circuiti di termocoppia, fissano l'attenzione sulle giunzioni pertanto spesso mancano di riconoscere fenomeni quali le regioni di stress all'interno di un conduttore. Se i fili vengono ripiegati più volte su se stessi, il modo freddo che ne risulta può creare regioni di potenza termoelettrica non omogenea, cambiando quindi l'uscita elettrica reale del circuito. Utilizzando il "gradiente" o il "conduttore" per valutare un circuito, si osserverà che l'uscita elettrica è generata nei conduttori laddove esistono gradienti termici e che la potenza termoelettrica dei conduttori di tali regioni deve essere nota [4]. Ciò è particolarmente importante quando le termocoppie vengono utilizzate per misurare le temperature degli elementi all'interno di una camera in cui la temperatura è diversa da quella dell'ambiente circostante.

La potenza termoelettrica di un conduttore è una funzione della composizione e della struttura del materiale. La maggior parte dei conduttori per termocoppie sono costituiti da leghe di diversi elementi. Tra i materiali per termocoppie comunemente usati, solo il rame e il platino sono elementi puri al 100%; persino il filo di rame deve essere verificato per assicurarsi che possieda le giuste caratteristiche. I coefficienti Seebeck delle termocoppie varieranno leggermente da un lotto di produzione del filo metallico a un altro a causa di variazioni nella composizione e della ricottura. La ricottura influenza la potenza termoelettrica perché altera la struttura di grana del conduttore. In maniera simile, la potenza termoelettrica di un conduttore può essere modificata un poco se viene sollecitata fino al punto di deformazione permanente. Il fenomeno noto come modo freddo modifica la potenza termoelettrica così come le caratteristiche fisiche di un metallo [13].

Quando un circuito di termocoppia è realizzato da un filo continuo e omogeneo dalla giunzione di misura ai terminali del sistema di misura, la taratura può eliminare la maggior parte degli errori associati con il sensore e il circuito. Alcune prove hanno dimostrato in modo conclusivo che l'uscita di un tratto omogeneo di filo di termocoppia dipende solo dalla variazione totale di temperatura da un capo all'altro; non ha importanza se il punto della variazione è all'interno del filo.

Questa caratteristica è estremamente importante nei sistemi tarati, poiché la posizione del gradiente nel filo durante il funzionamento sarà generalmente diversa dalla posizione del gradiente durante la taratura.

I connettori introducono una sezione di conduttori non omogenei in un circuito di termocoppia. Quando occorre usare dei connettori, essi dovrebbero essere realizzati con gli stessi materiali del filo e posizionati lontano dalle regioni con elevati gradienti termici. Anche se i materiali dei connettori della termocoppia sono essenzialmente gli stessi del filo, il processo di ricottura utilizzato per realizzare un pin per connettore rigido è diverso da quello usato per fare un filo metallico flessibile. Il coefficiente Seebeck risultante è quasi sempre un po' diverso.

Una flessione ripetuta del filo di termocoppia in un punto può anche provocare la formazione di una regione non omogenea dovuta al modo freddo. Nel processo di validazione, le termocoppie vengono normalmente installate fissandole rigidamente a dei fermi montati nelle pareti degli sterilizzatori. Nella collocazione delle termocoppie in diversi punti all'interno dello sterilizzatore, è inevitabile un certo grado di flessione a livello dei fermi. Poiché il filo pieno è molto più soggetto al modo freddo rispetto al filo intrecciato della stessa grandezza, in questo tipo di applicazione è preferibile usare unicamente filo intrecciato, prestando molta attenzione a non flettere il filo più del necessario. La parete dello sterilizzatore è la regione con massimo gradiente termico durante il funzionamento e quindi persino un piccolo cambiamento del coefficiente Seebeck in quella regione può provocare un errore significativo.

#### *4. Ripetibilità del sensore*

La questione della ripetibilità è spesso tirata in ballo quando si deve discutere sulla scelta del sensore. Il Termometro a Resistenza di platino dovrebbe essere riconosciuto come il vincitore di una tale disputa. È comunque difficile trovare dati comparativi in condizioni di prova identiche.

I Termometri a Resistenza di platino (RTD) vengono impiegati come Campioni di interpolazione per una parte della Scala Internazionale della Temperatura (STI). Il Termometro a Resistenza (RTD) da 25 ohm per laboratorio utilizzato per questo scopo è riconosciuto come il sensore più stabile che abbiamo. Il sensore industriale al platino da 100 ohm impiega diverse tecniche costruttive e tipicamente non rispetta gli standard dei Campioni da laboratorio per la stabilità.

I Termometri a Resistenza industriali sono dispositivi stabili ma non si dovrebbe concludere che hanno la stessa stabilità dei rispettivi "cugini da laboratorio". Sfortunatamente, questa è una conclusione frequente quando si parla di sensori.

Se qualcuno vi dice di non usare termocoppie perché presentano derive, chiedete di mostrarvi dei dati comparativi per assicurarvi che le vostre condizioni operative corrispondano a quelle dei dati della prova. Un confronto della caratteristica di deriva della termocoppia a 1500 °C con quella di un termometro a resistenza a 500 °C o a 800 °C non è una base valida per il confronto anche se questi confronti vengono fatti spesso.

Sono stati fatti diversi studi che mostrano la caratteristica di deriva delle termocoppie; una deriva associata ad una esposizione prolungata alle alte temperature e prolungati e ripetuti cicli termici. Quando le termocoppie, i termometri a resistenza o i termistori vengono utilizzati con moderazione, ovvero entro il 75% del rispettivo campo nominale, la deriva non dovrebbe mai rappresentare un problema.

#### *5. Sensibilità*

La tabella seguente mostra i valori tipici di sensibilità per i sensori:

Sensore	Sensibilità tipica
Termistore	5 mV/°C con un errore tipico di autoriscaldamento in aria di 0,1 °C
Termometri a Resistenza da 100 ohm	1 mV/°C con un errore tipico di autoriscaldamento in aria di 0,1 °C
Termocoppie	0,05 mV/°C senza errore di autoriscaldamento

È chiaro che, nel suddetto confronto, le termocoppie sono svantaggiate. Comunque, negli attuali sistemi di acquisizione dati la sensibilità non è solitamente un fattore critico nella scelta del sensore. I migliori sistemi di acquisizione dati oggi sul mercato sono in grado di misurare termocoppie con una risoluzione migliore di 0,01 nV/°C

## *6. Diffusione o vapore*

Tutti i materiali isolanti sono permeabili al vapore dopo una prolungata esposizione.

Quando si installa una termocoppia a filo intrecciato lungo la parete di un autoclave, il vapore finirà col diffondersi attraverso l'isolante, fluirà alla pressione più bassa all'esterno dell'autoclave attraverso gli spazi che si formano tra i diversi filamenti del conduttore e condenserà fino a formare gocce di umidità all'estremità dell'isolante. Questa diffusione di umidità lungo il filo non causerà un errore all'uscita della termocoppia ma dovrebbe esserne prevenuta la formazione sui terminali o connettori dove la corrosione potrebbe causare dei problemi. La diffusione dell'umidità lungo il filo all'esterno dell'autoclave non avverrà se si utilizza filo pieno anziché filo intrecciato però il filo pieno è più soggetto al modo freddo. La flessione del filo pieno in prossimità delle pareti di un autoclave potrebbe provocare un errore rilevante, mentre gocce di umidità che cadono dal filo intrecciato è solo un inconveniente.

Alcune termocoppie sono costruite impiegando un tubo flessibile per proteggere il filo della termocoppia all'interno dell'autoclave. Una estremità del tubo flessibile è fissata ad un tratto di tubo di acciaio inossidabile che forma la sonda della termocoppia e l'altra estremità del tubo flessibile si collega a un tubo di acciaio inossidabile che fa da dispositivo di tenuta in corrispondenza dell'autoclave. Questa configurazione garantisce che non ci sarà alcun modo freddo nel filo omogeneo che unisce senza interruzione la giunzione di misura a un connettore all'esterno dell'autoclave.

Sfortunatamente, il vapore che si diffonde attraverso il tubo flessibile condenserà all'interno quando il sistema viene raffreddato. Se si raccoglie un po' di umidità nella sonda di acciaio inossidabile posizionata nei pressi della giunzione di misura, essa provocherà un errore se la sonda viene in seguito utilizzata per misurare temperature superiori a 100°C.

Dal momento che il passaggio dall'interno della sonda attraverso il tubo è aperto all'aria, qualsiasi addensamento di umidità nella sonda evaporerà a 100°C, assorbendo energia dal materiale circostante e riducendo la temperatura della zona di misura della sonda; a seconda dell'entità di umidità, dalla distanza del punto di umidità dalla giunzione di misura e dalla velocità di riscaldamento della superficie esterna della zona di misura della sonda, l'entità dell'errore causato dall'umidità in questo tipo di sonda può variare da alcuni decimi di grado a parecchi gradi.

La presenza di umidità in una punta della sonda viene prontamente rilevata in fase di taratura, per cui non dovrebbe mai provocare un errore in un ciclo di validazione se le sonde vengono tarate prima di ciascun ciclo. Se è presente una grossa quantità di umidità essa impedirà alla punta di raggiungere la temperatura di taratura e il vapore che condensa all'interno renderà la parte della sonda che si estende al di sopra della bagno di taratura estremamente calda. Se è presente solo una piccola quantità di umidità essa evaporerà con l'aumento di temperatura, permettendo alla punta di raggiungere la giusta temperatura, ma ritarderà la velocità di riscaldamento nel tempo che sta evaporando. Una sonda con umidità impiegherà tempi più lunghi per raggiungere la temperatura della taratura rispetto a una sonda asciutta. Fissando un tempo limite per raggiungere la temperatura di taratura, è possibile rilevare la presenza di umidità in una sonda.

Tentativi di riempire la sonda con del materiale solido che impedisca la formazione di umidità nei pressi della giunzione di misura possono provocare il modo freddo del filo a causa dell'espansione termica differenziale del filo stesso e del materiale di riempimento. Gli errori che ne risultano sono più gravi rispetto a quelli relativi alla presenza di umidità. Test recenti che utilizzano una nuova tecnica di costruzione nelle sonde indicano che gli errori causati dall'umidità possono essere eliminati senza causare altri problemi [12].

## *7. Resistenza del circuito*

La resistenza di un circuito a termocoppia non ha effetto sulla tensione generata. Le uscite nominali dei primi misuratori industriali a termocoppia erano inversamente proporzionali alla resistenza dei circuiti esterni dal momento che i galvanometri erano impiegati per misurare le correnti che fluivano nei circuiti piuttosto che le differenze di potenziale. I potenziometri bilanciati generano un potenziale equilibrante che annulla la corrente nel circuito, e i moderni misuratori a termocoppia posseggono circuiti di misura con impedenze di ingresso estremamente elevate se confrontate a quelle del circuito. Quando si usa uno degli ultimi due tipi di strumentazione, i normali livelli di resistenza nel circuito della termocoppia non influenzeranno la temperatura misurata.

Rotture nel filo o falsi contatti ai connettori possono introdurre valori di resistenza estremamente elevati in un circuito che influenzano la precisione del dispositivo di misura della tensione fornendo valori irregolari per le temperature indicate. Il filo in un circuito anche se spezzato può essere tenuto insieme dalla guaina isolante.

Tirando il filo con forza, le due estremità si separano formando un circuito aperto; rilasciandolo, le estremità del filo potrebbero unirsi nuovamente, richiudendo il circuito, ma la resistenza sarà maggiore in corrispondenza del punto di contatto. La superficie dei contatti di rame in un connettore rame-costantana può ossidarsi, creando una resistenza elevata. Se si usa un ohmetro per misurare la resistenza di contatto, è probabile che esso indichi solo una frazione di ohm visto che la tensione di eccitazione dell'ohmetro potrebbe venire interrotta dalla pellicola di ossido. Con il piccolo potenziale generato da una termocoppia collegata, tuttavia, la resistenza può essere di migliaia di ohm. Se in un circuito di termocoppia contenente un connettore si hanno delle letture irregolari, pulendo i contatti del connettore si dovrebbe risolvere il problema. L'ossidazione dei contatti in rame può essere prevenuta tramite doratura dei contatti stessi [12].

## 8. Condizionamento del segnale

Finora abbiamo elencato e commentato le caratteristiche dei sensori che entrano normalmente in discussione durante la fase di selezione di un sensore. Per una misura precisa della temperatura, è d'uopo considerare la totalità del sistema a partire dal sensore fino all'uscita digitale.

Il condizionamento del segnale è una delle parti più critiche del sistema. Se avete intenzione di usare un (RTD) Termometro a Resistenza oppure un termistore, è necessario o un condizionamento a ponte oppure un'alimentazione a corrente continua. Con un alimentatore a corrente continua, occorre accettare la tolleranza di interscambiabilità dell'(RTD) Termometro a Resistenza o del termistore come parte dell'errore totale del sistema. Se si usa un ponte, le singole regolazioni del punto zero e della misura consentono di sviluppare un sistema veramente accurato. Ciò, tuttavia, richiede una taratura individuale di ogni singolo sensore insieme al suo ponte il che si ottiene posizionando il sensore in un bagno di taratura. I ponti individuali sono prevalentemente costosi e la loro taratura richiede spesso molto tempo. La taratura dei ponti tramite cassette sostitutive di resistenza(decadi), una tecnica comune, permette solo per affrontare al meglio la tolleranza di interscambiabilità come livello di precisione del sistema.

Le termocoppie, d'altro canto, richiedono una giunzione fredda di riferimento. La maggior parte dei sistemi di acquisizione dati possiedono un qualche tipo di riferimento incorporato al loro interno. I migliori sono in grado di fornire errori inferiori a  $\pm 0.05$  °C, con variazioni termiche ambientali di  $\pm 10$  °C. L'uso dei riferimenti è di un ordine di grandezza meno costoso del condizionamento a ponte. Si dovrebbe fare attenzione nello scegliere un sistema di acquisizione dati poiché un sistema di minore qualità può introdurre errori di riferimento più grandi di un 1°C in condizioni operative simili.

La maggior parte dei costruttori definiscono bene la stabilità di tensione e la precisione di conversione di temperatura per i propri sistemi. Tutti questi dati informativi dovrebbero essere messi insieme prima di scegliere un sensore. Anche quando tutti i dati comparativi sono disponibili, non sempre la decisione è immediata. Questo non è il massimo, ma dovrete a questo punto trovarvi in una posizione migliore per giustificare la vostra scelta.

Il fattore più significativo per ottenere la precisione da un qualsiasi sistema di acquisizione dati è molto spesso la tecnica di misura impiegata e non la scelta del sensore. Per questo motivo, è importante esaminare le diverse tecniche di misura a termocoppia.

### Tecniche a termocoppia

Uno dei modi più semplici per definire i fattori chiave richiesti per ottenere una buona precisione dalle termocoppie è quello di rifarsi ad un esempio pratico.

I produttori di soluzioni intravascolari devono monitorare la temperatura della soluzione in fase di sterilizzazione per garantire l'utilizzabilità del prodotto sull'uomo. La sterilizzazione è effettuata in un'autoclave a vapore a 121 °C. Oggi è possibile documentare che, le temperature vengono misurate con una precisione complessiva del sistema pari a  $\pm 0.1$  °C, sonde comprese. Le sonde per termocoppia sono costituite da fili di rame/costantina di qualità selezionata che, in questa fascia di temperatura, è un materiale per termocoppie che offre una sensibilità più che discreta, un grado molto elevato di interscambiabilità di sonda e una eccellente stabilità a lungo termine.

Quelli che seguono sono i fattori chiave per prendere in considerazione le termocoppie per effettuare misure precise:

1. Utilizzare termocoppie dello stesso lotto di produzione per TUTTE le sonde che verranno impiegate nell'apparecchiatura.
2. Le sonde a termocoppia sono fatte con conduttori ininterrotti. Non esistono morsetti o transizioni di filo di termocoppia tra la giunzione di misura e la connessione al sistema di acquisizione dati. (Questo modo di procedere non è quello normalmente impiegato nell'industria dove si utilizzano sonde prodotte in serie e prolunghe di filo, però è un fattore critico).
3. Si dovrebbe utilizzare un sistema di acquisizione dati con un livello di sensibilità termoelettrica al microvolt e alta stabilità dell'ingresso di riferimento da punto di connessione della termocoppia all'uscita trasmessa o stampata.
4. L'intero sistema di acquisizione dati, comprese le sonde di lavoro, deve essere tarato tramite inserzione delle sonde in bagni di taratura di precisione le cui temperature sono determinate in base a Campioni di laboratorio certificati. La taratura della temperatura vera è della MASSIMA importanza. La taratura tramite una tensione di riferimento, una tecnica spesso utilizzata, NON è adeguata dal momento che non tara l'intero sistema di acquisizione dati. Senza una taratura periodica della temperatura vera è impossibile ottenere dei dati di misura altamente affidabili, indipendentemente dal sensore di temperatura utilizzato.

Le termocoppie danno degli importanti vantaggi sui Termometri a Resistenza e sui termistori in applicazioni come la sterilizzazione, in cui la precisione è un fattore decisivo. Grazie al loro elevato grado di interscambiabilità, non è necessario utilizzare i fattori di deviazione delle sonde a livello individuale. Ciò semplifica di molto la formazione dell'operatore ed aiuta a garantire un alto grado di confidenza nei dati acquisiti. Il costo dell'intero sistema di

acquisizione dati risulta quindi inferiore in misura del risparmio ottenibile tramite il condizionamento del segnale. Il punto è questo: prendete in considerazione l'idea di usare termocoppie la prossima volta che desiderate precisione nella misura della temperatura e ricordatevi dei quattro sopra indicati fattori chiave.

### III. PROCEDURA DI TARATURA

La taratura è una procedura che consiste nel mettere a confronto lo strumento da tarare con un campione di riferimento con una precisione nota.

L'obiettivo che ci si pone nel tarare un qualsiasi strumento di misura è di garantire che esso indicherà il valore corretto dell'oggetto da misurare. La verifica del funzionamento corretto può essere effettuata controllando anche un solo punto, ma la taratura deve essere fatta per almeno due o più punti.

I sistemi a termocoppia impiegati per misurare la temperatura in un processo di validazione dovrebbero essere tarati prima e dopo ciascun utilizzo. Tipicamente, né il sistema di misura né le termocoppie cambieranno le rispettive caratteristiche tra una taratura e l'altra, ma il processo di taratura garantisce il funzionamento corretto dell'intero sistema. Poiché le correzioni applicate a ciascuna termocoppia includono anche l'errore di uniformità del sistema di misura, ciascuna termocoppia dovrebbe essere collegata allo stesso canale durante la taratura e durante il funzionamento. Per quanto possibile, l'intero sistema dovrebbe essere tarato nelle stesse condizioni, in particolare di temperatura, in cui si troverà durante il funzionamento.

#### a. Principi basilari della taratura

Esistono alcune regole di base che dovrebbero essere seguite in una qualsiasi procedura di taratura.

La taratura effettuata nell'intervallo di lavoro del processo fornisce una precisione migliore.

Quando occorre tarare lo strumento, è preferibile effettuare una messa a punto in base alle istruzioni del costruttore.

1. Confrontate tra loro tutti i risultati. Nessuna misura singola dovrebbe essere accettata come corretta a meno che non sia confermata da altri risultati. Il campione di trasferimento utilizzato per determinare la temperatura della bagno di taratura potrebbe presentare un errore. Se due campioni di misura presentano lo stesso valore, la probabilità che essi abbiano uno stesso errore è estremamente bassa.

2. Siate pazienti. Un errore frequente nella taratura degli strumenti è effettuare misure e messe a punto prima che le condizioni si siano stabilizzate. Può passare più tempo del previsto affinché un sistema divenga completamente stabile, poiché gli errori termici decadono con andamento esponenziale ed il valore può apparire stabile anche se sta ancora cambiando lentamente.

3. La precisione del campione di trasferimento deve essere migliore della precisione dello strumento da tarare. Questo sembrerebbe ovvio, ma è sorprendente constatare quanto spesso viene utilizzato un calibratore di tensione avente un errore più grande di quello del sistema da tarare. Regole del tipo "una precisione di 10 o 3 volte migliore" non sono assolute; l'unica cosa importante da riconoscere è che la precisione della taratura non può essere migliore del campione di misura impiegato e che è un errore modificare la taratura di un apparato di misura se esso è più preciso del campione.

4. La caratteristica del campione di trasferimento deve essere determinata da procedure riferibili a Campioni Primari identificabili [14]. I campioni di trasferimento impiegati dovrebbero essere stati tarati dall' 'Istituto Primario Nazionale sulla base dei rispettivi campioni primari oppure da un laboratorio qualificato accreditato SIT - EA con i campioni tarati dal 'Istituto Primario Nazionale. In entrambi i casi, i risultati e i riferimenti dei campioni e delle procedure della prova dovrebbero essere noti in modo tale che la procedura di taratura può essere riferibile ai campioni primari.

5. Il campione di trasferimento deve essere indipendente dall'apparato di misura.

Poiché l'uscita di una termocoppia dipende dall'intero circuito, essa non è un campione di trasferimento di temperatura desiderabile. Un rivelatore di temperatura a resistenza ( Termometro a Resistenza) è un dispositivo che indica variazioni di temperatura attraverso una variazione nella resistenza. Poiché la resistenza di un (RTD) Termometro a Resistenza è solo funzione della sua temperatura e la resistenza può essere misurata in maniera indipendente dal sistema da tarare, i Termometri a Resistenza sono i campioni di trasferimento di temperatura ideali.

6. Le caratteristiche del campione di trasferimento devono rimanere stabili durante la spedizione e le altre operazioni. Come suggerisce il nome, lo scopo del campione di trasferimento è quello di trasferire una caratteristica di misura da un laboratorio ad un altro.

7. Le caratteristiche del campione di misura devono essere le stesse sia che esso provenga direttamente dal 'Istituto Primario Nazionale o che sia stato tarato in base ai suoi Campioni Primari dai suoi Laboratori accreditati. I Termometri a Resistenza sono dispositivi abbastanza robusti che conservano le proprie caratteristiche in normali condizioni di movimentazione e di spedizione.

## b. Taratura degli strumenti di misura

Il primo passo nel tarare un sistema a termocoppia è quello di verificare il funzionamento del sistema di misura in modalità di tensione e se necessario effettuare una messa a punto. Ciascun costruttore ha una procedura raccomandata da seguire. Nella taratura della tensione, è preferibile usare un generatore di precisione di tensione continua a basso livello di segnale avente una incertezza migliore di  $\pm 1,0 \mu\text{V} \pm 0,01\%$  nell'intervallo  $0,0 \mu\text{V} \div 20,000 \mu\text{V}$ . L'apparato di misura dovrebbe essere tenuto acceso per parecchie ore prima di avviare il processo di taratura in modo da essere certi che sia diventato completamente stabile.

Se il sistema deve essere impiegato per importanti misure di tensione, è opportuno utilizzare un secondo generatore di tensione per verificare i risultati delle regolazioni. Nel caso in cui le uniche misure importanti sono quelle di temperatura tramite termocoppie, la taratura dei sensori correggerà qualsiasi piccolo errore di tensione.

Per strumenti che impiegano termocoppie, per ciascuna sequenza di prove, tipicamente si raccomandano una pre-taratura e una post-taratura in situ del sistema adibito alla prova. Lo scopo è la compensazione degli errori dovuti alla deriva termica degli elettroni, la non uniformità della giunzione di riferimento fredda nello strumento e le variazioni delle caratteristiche termiche delle termocoppie, causate dalle sollecitazioni meccaniche e dall'invecchiamento dei metalli costituenti la termocoppia.

Questa procedura richiede l'impiego in situ di costosi riferimenti e di campioni operativi certificati. La taratura manuale è difficile ed è soggetta ad elevati rischi di errore. Il software offre la possibilità di una taratura in automatico

## c. Taratura delle termocoppie

La tipologia e la scelta delle sonde dovrebbe consentire una facile taratura in situ della catena di misura.

La taratura in situ tramite punti di taratura nell'intervallo di lavoro del processo e senza scollegare i diversi elementi della catena di misura, offre la precisione migliore.

Per garantire la precisione assoluta di ciascuna misura di temperatura, ogni termocoppia deve essere tarata determinando la sua uscita quando la sua giunzione di misura è a due o più temperature note. I calibratori elettronici di termocoppie sono molto utili nel controllare il corretto funzionamento dei sistemi ma non forniscono la taratura termica delle termocoppie collegate con i sistemi stessi.

Tutti i sensori di temperatura dovrebbero essere tarati in corrispondenza o in prossimità della temperatura massima e di quella minima da misurare. Inoltre, effettuando la taratura su un intervallo più limitato, si migliora la precisione.

Poiché la regolazione richiede la taratura nell'intervallo di temperature del processo, in misure su autoclavi a vapore, ad esempio, una temperatura più bassa della normale temperatura di processo è la temperatura minima di taratura raccomandata e una temperatura più alta della normale temperatura di processo è la temperatura massima di taratura raccomandata, pertanto la taratura può essere fatta da  $90^\circ\text{C}$  a  $125^\circ\text{C}$ . Quando un filo di termocoppia di qualità selezionata [12] è tarato a  $90^\circ\text{C}$  e a  $125^\circ\text{C}$ , ed è applicata una correzione lineare tra tali temperature, il massimo errore di conformità relativo all'uscita standard [5] sarà inferiore a  $\pm 0,05^\circ\text{C}$  sull'intero intervallo da  $90^\circ\text{C}$  a  $125^\circ\text{C}$ .

Questo risultato è stato verificato da migliaia di tarature con fili di qualità selezionata "Premium" [12] ed è conforme ai dati della tabella di riferimento per le termocoppie basata sull'IPTS -68/90 & ASTM & IEC.60584

Temperature di lavoro tipiche in forni ad aria calda sono nell'intorno dei  $200^\circ\text{C}$  mentre i tunnel di deprogenazione possono funzionare a temperature superiori a  $300^\circ\text{C}$ . Nel validare tali processi, le termocoppie dovrebbero essere tarate ad una temperatura vicina al massimo valore atteso nel corso del processo. Se si utilizza un punto inferiore come seconda temperatura di una taratura in due punti di un filo di termocoppia di qualità selezionata e si applica una correzione lineare, il massimo errore di conformità relativo alla tabella di riferimento standard può giungere a valori di  $\pm 0,3^\circ\text{C}$  tra  $100$  e  $200,0^\circ\text{C}$  e di  $\pm 0,5^\circ\text{C}$  tra  $200$  e  $300,0^\circ\text{C}$ . Questo grado di errore è di norma accettabile in questi processi a più alta temperatura e l'errore diventa molto più piccolo in prossimità della temperatura massima di taratura, che è anche la normale temperatura di lavoro.

Se occorre una migliore precisione a temperature superiori, le termocoppie devono essere tarate in punti intermedi. Il massimo errore atteso in una qualsiasi misura di temperatura aumenta a temperature più alte. Quando una termocoppia è tarata in corrispondenza di due temperature e viene applicata una correzione lineare tra le due temperature, l'errore massimo atteso, dovuto alle caratteristiche della termocoppia, è minore di  $\pm 0,05^\circ\text{C}$  tra  $100,0$  e  $150,0^\circ\text{C}$ , circa  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  tra  $150,0$  e  $200,0^\circ\text{C}$  e circa  $\pm 0,2^\circ\text{C}$  tra  $250,0$  e  $300,0^\circ\text{C}$ .

Il tipo di apparecchiatura e di strumentazione da utilizzare in un sistema di taratura della temperatura e l'ammontare di formazione richiesta per farlo funzionare dipendono dal grado di precisione desiderato. Per ottenere una precisione di taratura pari a  $\pm 0,01^\circ\text{C}$  occorre una strumentazione complessa e molto costosa oltre a personale altamente addestrato. Precisioni di taratura migliori di  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  possono essere invece raggiunte con strumentazioni relativamente economiche e procedure semplici.

I sistemi di taratura meno complessi sono in realtà preferiti nella maggior parte dei processi di validazione poiché se il livello di precisione che assicurano è migliore del valore richiesto è meno probabile che un errore sia dovuto a una procedura sbagliata.

Per ottenere una precisione totale di taratura migliore di  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  a temperature fino a  $150^\circ\text{C}$  e di  $\pm 0,2^\circ\text{C}$  tra  $150$  e  $300^\circ\text{C}$ , in un sistema di taratura termica, di base è richiesta la seguente apparecchiatura e strumentazione:

1. Un blocco termico di riferimento o un bagno d'olio termostatico con un'uniformità di temperatura migliore di  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$  nel campo della temperatura di lavoro.
2. Almeno tre (RTD) Termometri a resistenza che siano stati tarati con riferibilità ai campioni del 'Istituto Primario con una incertezza di misura di  $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$  o migliore alle temperature minima e massima nell'intervallo di taratura, e ad intervalli non maggiori di  $50^{\circ}\text{C}$  se è richiesta una precisione di  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  o di  $100^{\circ}\text{C}$  se è richiesta una precisione di  $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ .
3. Uno strumento indipendente per misurare la resistenza dei termometri a resistenza con una precisione corrispondente a  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$ .
4. Un resistore di precisione (se richiesto) con una taratura riferibile ai campioni dell'Istituto Primario per tarare lo strumento di misura della resistenza.

I Termometri a Resistenza dovrebbero avere una configurazione a quattro fili, in modo che si abbiano dei conduttori indipendenti per la corrente di misura e per rilevare la differenza di tensione ai capi del resistore. Nelle tarature di trasferimento deve essere utilizzata la stessa corrente di eccitazione della taratura originaria del Termometro a Resistenza, dal momento che l'errore di autoriscaldamento di un Termometro a Resistenza è funzione della corrente. La corrente di eccitazione più comune per un (RTD) Termometro a Resistenza a  $100\ \Omega$  è di 1 mA. Almeno tre campioni di trasferimento dovrebbero essere disponibili per i Termometri a Resistenza, poiché due campioni devono corrispondere a ciascuna temperatura di taratura e la terza è richiesta per determinare quale delle prime due è quella corretta nel caso in cui non c'è tale corrispondenza.

Un (RTD) Termometro a Resistenza al platino da  $25\ \Omega$  è un Campione Primario di temperatura utilizzato da tutti i principali laboratori di taratura. È piuttosto costoso e anche molto delicato. Un (RTD) Termometro a Resistenza al platino da  $100\ \Omega$  di qualità industriale è del tutto accettabile come campione di trasferimento e la sua resistenza può essere misurata con una precisione di  $\pm 0.01\ \Omega$  con una strumentazione relativamente economica. Una variazione di resistenza di  $0,01\ \Omega$  corrisponde ad una variazione di temperatura di circa  $0,025^{\circ}\text{C}$ .

Lo strumento di misura della resistenza deve essere tarato in corrispondenza di tre valori dell'intervallo di misura. Uno dei valori potrebbe essere resistenza zero, o ingresso in corto, e il valore più alto dovrebbe essere approssimativamente uguale alla resistenza massima del Termometro a Resistenza da misurare. Quando si usano Termometri a Resistenza a  $100\ \Omega$  per misurare temperature tra  $0,0$  e  $300^{\circ}\text{C}$ , si raccomanda un resistore di precisione da  $150\ \Omega$  come eventuale campione di riferimento ( $150\ \Omega = 130^{\circ}\text{C}$  ca). Le tarature del resistore dovrebbero poi essere singolarmente riferibili ai campioni dell'Istituto Primario con una incertezza di  $\pm 0.005\ \Omega$ .

Si raccomanda l'uso della seguente procedura per tarare le termocoppie da impiegare nei sistemi di misura multicanale in una procedura di validazione.

1. Collegare tutte le termocoppie ai canali dell'apparato di misura a cui esse saranno collegate durante il ciclo di validazione. Ogni termocoppia deve essere chiaramente contrassegnata e deve essere fatta una registrazione del canale al quale ciascuna di esse è collegata.
2. Accendere il sistema di misura e lo strumento di misura del termometro a resistenza almeno 2 ore prima di effettuare qualsiasi misura. Se si deve utilizzare un sistema di taratura automatico insieme ad un "pozzetto" di riferimento termico, è opportuno accendere contemporaneamente anche questi. Se si deve usare un bagno d'olio termostatico, esso dovrebbe essere preparato almeno 1/2 ora prima di essere utilizzato. La maggior parte dei bagni d'olio termostatico richiedono da 15 a 20 minuti circa per stabilizzarsi. Poiché alcuni bagni d'olio, a causa di oli non adatti, potrebbero emettere piccole particelle che possono causare dei problemi in impianti di pulizia dell'aria, essi dovrebbero essere impiegati per il tempo più ridotto possibile.
3. Quando il sistema di misura si è stabilizzato, dovrebbe essere tarato secondo le procedure programmate per calcolare il valore medio di un gruppo di termocoppie e tale valore può essere utilizzato direttamente nella procedura di taratura.
4. Posizionare entrambi i campioni di trasferimento dei Termometri a Resistenza nel blocco termico (fornetto) di riferimento, oppure nel bagno d'olio, ed impostare la temperatura sul valore desiderato. Attendere la stabilità per almeno 10-15 minuti con un blocco di riferimento e circa 5 minuti per un bagno d'olio. Misurare la resistenza di ciascun Termometro a Resistenza e determinare per ognuno di essi la relativa temperatura dalle apposite tabelle di taratura o equazioni. I Termometri a Resistenza dovrebbero indicare la stessa temperatura con un errore di  $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$  se la temperatura è inferiore a  $150^{\circ}\text{C}$  e di  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  se la temperatura è compresa tra  $150$  e  $300^{\circ}\text{C}$ . Se ciò non succede, occorre usare un terzo Termometro a Resistenza per determinare quale degli altri Termometri a Resistenza è in errore, ed il Termometro a Resistenza difettoso dovrebbe essere rimosso dal Laboratorio o dal luogo di impiego e sottoposto ad una nuova taratura da un laboratorio di taratura accreditato.  
Una volta verificato il corretto funzionamento di entrambi i campioni di trasferimento, continuare a monitorare il riferimento di temperatura con uno dei campioni.

5. Posizionare le termocoppie nel riferimento di temperatura ed attendere almeno 10 minuti perché si stabilizzino. Questa parte della procedura può essere eseguita contemporaneamente al punto 4. Quando il punto 5 è completato e le termocoppie si sono stabilizzate alla temperatura prefissata, i relativi valori dovrebbero essere registrati per future correzioni. Se l'apparato di misura dà la possibilità di effettuare correzioni alla taratura nell'uscita indicata, dovrebbe essere effettuata la correzione al primo punto. In alcuni apparati ciò può essere fatto in automatico, premendo i tasti appropriati sul quadro dei comandi oppure tramite un apposito software.
6. Settare il riferimento di temperatura ad una nuova temperatura ed attendere un tempo sufficiente perché si stabilizzi alla nuova temperatura. Il tempo di stabilizzazione sarà di circa 10 min. se si usa un blocco di riferimento e di circa 5 min. in un bagno d'olio. Quando le temperature indicate sono divenute stabili, registrare la differenza di ciascuna di esse dalla temperatura indicata dal campione così da poter apportare future correzioni. Se il sistema di misura ha la possibilità di effettuare correzioni sulla taratura in accordo al valore indicato, dovrebbe essere effettuata la correzione in accordo al secondo punto.
7. Se è richiesto qualcosa di più di una taratura su due punti, ripetere le operazioni precedenti per ciascuna temperatura di taratura prevista.

La documentazione è un aspetto importante di una qualsiasi procedura di taratura. Occorre creare un record (documento) con il numero della sonda collegata a ciascun canale e la posizione di ciascuna sonda nell'autoclave o forno durante la prova di validazione.

Le correzioni di taratura per ciascuna termocoppia devono essere registrate anche quando vengono applicate automaticamente dal sistema di misura. I certificati di taratura di ciascun campione di trasferimento Termometro a Resistenza e le apparecchiature utilizzate devono includere i valori effettivi dei dati ottenuti. Se le tarature sono state effettuate da un Istituto Primario Nazionale, i certificati conterranno il numero di identificazione della certificazione. Se le tarature sono state effettuate da un laboratorio accreditato, i certificati devono contenere il numero di accreditamento SIT- EA e le sigle di identificazione della strumentazione utilizzata dal laboratorio in modo da fornire tarature che possono essere riferibili ai campioni di trasferimento. Ogni taratura di trasferimento deve essere documentata allo scopo di offrire la possibilità di fare riferimento al campione primario e garantire la precisione della misura finale con la sua conferma metrologica.

#### IV. CONCLUSIONI

Una delle cose più importanti per ottenere misure precise di temperatura con l'uso di termocoppie è una scelta corretta delle termocoppie ed una corretta configurazione e connessione del circuito della termocoppia. Se possibile, bisognerebbe utilizzare fili omogenei intrecciati e ininterrotti che partono dalla giunzione di misura e arriva ai morsetti del sistema di misura. Quando, per motivi funzionali, occorrono due o più segmenti di filo, i punti di collegamento tra un segmento e l'altro devono trovarsi in posizioni in cui la temperatura del circuito non varia in maniera significativa lungo il percorso. L'ideale è che ogni segmento provenga dal medesimo lotto di produzione. Se ciò non è praticabile, il filo scelto dovrebbe essere quello con il miglior grado di interscambiabilità.

Il sistema di misura deve essere realizzato e configurato in modo specifico per misure altamente precise di termocoppie. Il circuito di ingresso terminale dovrebbe presentare un'uniformità di temperatura su tutti i morsetti e la possibilità di misurare con precisione tale temperatura. La sensibilità di misura della tensione dell'apparato deve essere  $\pm 1.0 \mu\text{V}$  o migliore e il calcolo della temperatura a partire dalla tensione misurata non dovrebbe discostarsi dal valore standard per più di  $\pm 0.06^\circ\text{C}$  sull'intero intervallo di misura. Cosa importantissima, il riferimento della termocoppia deve registrare con precisione le variazioni della temperatura ambiente e la misura della tensione non deve venire influenzata da tali variazioni, così che i fattori di taratura determinati in laboratorio restano validi anche in ambito di produzione.

Infine, l'intero apparato deve essere tarato prima di ogni utilizzo. Sebbene non sia necessario effettuare un'intera taratura al termine di ogni utilizzo, è buona pratica verificare, dopo il ciclo di validazione, il corretto funzionamento del sistema tarandolo alla temperatura di processo. Quando un sistema a termocoppia ben progettato e ben installato è tarato seguendo le procedure descritte, la precisione complessiva della misura dovrebbe essere migliore di  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  a  $120^\circ\text{C}$ , di  $\pm 0.2^\circ\text{C}$  a  $200^\circ\text{C}$  e di  $\pm 0.4^\circ\text{C}$  a  $300^\circ\text{C}$ .

## Sommario

### Misura dei parametri fisici e taratura degli strumenti

I parametri fisici critici di processo relativi alla sterilizzazione a calore umido sono la temperatura, la pressione ed il tempo.

Il mantenimento del giusto livello di precisione di tali parametri è quindi un fattore chiave per il controllo ed il monitoraggio del processo di sterilizzazione.

I requisiti di precisione delle apparecchiature installate, utilizzate per il controllo e il monitoraggio dei processi, sono diversi rispetto a quelli utilizzati nella validazione del processo e per la taratura delle apparecchiature installate.

Un esempio per illustrare tali differenze:

La precisione richiesta per le misure di temperatura in una camera è  $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ . È importante osservare che si tratta di un valore assoluto, in quanto si riferisce alla distruzione termica dei batteri.

Tale precisione va applicata alla catena degli strumenti di misura installati (o catena di misura) che consiste nella sonda di temperatura impiegata più i sensori, il cablaggio, i collegamenti e i componenti elettronici interni ai dispositivi (registratore, controllore, indicatore ecc.)

Le apparecchiature di validazione e taratura vengono invece utilizzate per effettuare prove e studi.

La precisione di una apparecchiatura di prova deve essere necessariamente migliore di quella delle apparecchiature da verificare. Un fattore 3 è considerato sufficiente ed offre una garanzia di 1 : 10 che una qualsiasi differenza osservata nelle letture non è causata dalla mancanza di precisione dell' apparecchiatura di prova. Nel nostro caso, occorre una precisione minima pari a  $\pm 0.17^{\circ}\text{C}$ .

Ovviamente, lo stesso rapporto esiste tra i valori di riferimento utilizzati per tarare gli strumenti di prova. Nel caso nostro, almeno  $\pm 0.06^{\circ}\text{C}$ .

La precisione assoluta si ottiene attraverso la certificazione degli strumenti della apparecchiatura di prova, definiti in metrologia come Campioni di lavoro. Tali strumenti devono essere tarati e certificati in base ai campioni di riferimento di laboratori legalmente riconosciuti SIT – EA (il laboratorio SIT invia i suoi campioni all'Istituto Metrologico Nazionale di taratura che detiene i Campioni Primari Nazionali ). Questa procedura consente di fare riferimento al sistema internazionale delle unità di misura (SI).

La taratura è la procedura che mette a confronto lo strumento da tarare con i campioni operativi, con una precisione di trasferimento che dovrebbe essere nota nota.

La taratura nel campo operativo del processo migliora la precisione .

Laddove è richiesta la taratura dello strumento, si raccomanda di effettuare prima una messa a punto, seguendo le istruzioni del costruttore.

Interscambiabilità dei sensori: se non viene fatta alcuna messa a punto (adjustment) né taratura, tolleranze ridotte offrono una migliore interscambiabilità.

## **Temperatura**

### Strumenti installati

#### Sonde

La sonda Pt 100 è il sensore maggiormente impiegato come sonda di temperatura per le autoclavi.

I sensori singoli e doppi (1x e 2xPt100) sono montati in uno stesso tubo rigido e dotati di un cavo resistente all'umidità. Gli urti possono danneggiare sonde Pt100. Un Pt100 danneggiato si riconosce facilmente: un sensore rotto o la penetrazione dell'umidità causano errori nelle misure di resistenza.

#### Collegamenti

La configurazione di circuito a 3 o 4 conduttori compensa la resistenza dei conduttori dovuta al cablaggio.

#### Elettronica di misura

L'elettronica per la misura dei sensori Pt100 è più semplice rispetto a quella delle termocoppie e meno costosa quando occorre ottenere una precisione maggiore.

Il circuito di misura del controllore di processo dovrebbe essere indipendente dal circuito di misura del sistema di monitoraggio e registrazione. Tipicamente, in una sonda 2xPt100, un sensore è collegato al regolatore, l'altro sensore indipendente è collegato al registratore.

Risoluzione raccomandata:  $0,1^{\circ}\text{C}$ (per registratore e regolatore)

### Taratura

La tipologia e l'installazione delle sonde dovrebbe consentire una facile taratura in situ della catena di misura.

La taratura in situ con i punti di taratura nel campo operativo del processo ed effettuata senza scollegare i diversi elementi della catena di misura, offre una precisione migliore.

### Strumenti di validazione

Due tipi di sistemi:

#### Sistemi a filo

I sistemi a filo sono basati su acquisitori dati di alta precisione con più ingressi per più sonde e permettono la possibilità di calcoli e di visualizzazione in tempo reale dei dati.

Nel caso di un grande numero di sonde sono necessari feedthrus (connettori e/o convogliatori passanti) e una non indifferente attività di installazione e di start-up.

#### Componenti dei sistemi con sonde a filo:

##### Sonde

I sistemi con sonde a filo operano generalmente con termocoppie.

Le termocoppie sono più convenienti da installare.

Le termocoppie sono piccole, versatili, meccanicamente resistenti e sono più facili da collocare rispetto ai termometri a resistenza, specialmente, in punti del carico difficili da raggiungere. Inoltre il numero delle termocoppie collegabili ad un acquisitore dati è più elevato rispetto alle altre sonde di temperatura, in quanto il collegamento è a due fili.

I collegamenti devono essere fatti con materiali adatti e compatibili. La conducibilità elettrica dei conduttori può provocare errori di misura.

Sono raccomandate tolleranze di precisione ridotte per ottenere una migliore interscambiabilità in particolare quando non è possibile far precedere alla prova le operazioni di messa a punto e di taratura.

#### Elettronica

Le termocoppie generano un segnale di tensione 10 volte più piccolo a quello delle Pt100 alimentate con un corrente di 1 mA. Richiedono acquisitori dati indipendenti, sofisticati e costosi. Errori di deriva nella temperatura causati dalla compensazione del giunto freddo possono essere parzialmente eliminati da una messa a punto e da una taratura in situ prima di effettuare una qualsiasi serie di prove con strumenti di riferimento della temperatura certificati.

#### Taratura

Per ciascuna sequenza di prove, per strumenti che fanno uso di termocoppie è solitamente raccomandata una pre-taratura e una post-taratura in situ degli strumenti di prova. Questo è necessario a causa dei fenomeni di deriva nella elettronica dovuti alle variazioni di temperatura, della non uniformità della giunto freddo di riferimento dello strumento e delle variazioni nelle caratteristiche termiche delle termocoppie, dovute alle sollecitazioni e all'invecchiamento dei metalli costituenti la termocoppia.

Questa procedura richiede l'impiego in situ di apparecchiature di riferimento e di precisi campioni operativi certificati. Un sofisticato software permette la taratura in automatico. La taratura manuale è difficile ed è molto soggetta ad errori.

#### Acquisitori dati wireless(seza fili)

Si tratta di strumenti autonomi che permettono misure e raccolta dati in situ. Gli acquisitori dati sono sincronizzati, avviati e inseriti nel carico. I dati vengono letti al completamento del ciclo. Gli acquisitori dati possono essere collocati nel contenitore senza la necessità di rompere la guarnizione. Lo start-up viene notevolmente semplificato.

#### Componenti degli acquisitori dati wireless

##### Sonde

Termometri a resistenza protetti da guaine in AISI risultano i componenti di rilevazione della temperatura che offrono la migliore stabilità di misura.

Le sonde possono essere integrate o remote.

#### Elettronica di misura

Ciascun acquisitore dati ha il proprio proprio sensore collegato alla sua propria elettronica.

Batterie ad alte prestazioni permettono di monitorare temperature fino a più di 140°C.

### Taratura

Per strumenti che impiegano Termometri a resistenza (ad es. Pt100) o per misuratori di pressione, sono sufficienti interventi periodici di taratura e certificazione, con verifiche intermedie in caso di uso eccessivo.

La taratura è effettuata alle rispettive temperature di lavoro per il completo assieme costituito dall'acquisitore dati e dalle sonde.

### Uso di software convalidabile

Il software utilizzato per controllare e/o monitorare il processo di sterilizzazione dovrà essere realizzato sulla base di un sistema di qualità che fornisca prove documentate che il software è conforme alle intenzioni originarie del progetto.

I principi da seguire nel progetto e nella realizzazione del software sono trattati in alcuni documenti tra cui la Guida per i processi di produzione automatizzata (GAMP 3 & 4) e la norma FDA 21 CFR parte 11, che definisce i requisiti per firme elettroniche e documentazione elettronica.

N.B.: Particolare attenzione è posta alla ISO 9000-3 e 17025.

## **V. GLOSSARIO**

Modo freddo (Cold Working)	Il modo freddo è un fenomeno che si ha sottoponendo a stress un metallo oltre il suo limite di snervamento, che aumenta la durezza del metallo e ne modifica la potenza termoelettrica.
(RTD) Termometro a Resistenza	Un rivelatore di temperatura a resistenza è un dispositivo di misura della temperatura contenente un resistore il cui valore cambia con la temperatura in base ad una legge nota (solitamente quadratica).
Termocoppia (TC)	Una termocoppia è un dispositivo di misura della temperatura realizzato congiungendo due fili metallici di diversa composizione.
Potenza termoelettrica	La potenza termoelettrica di un conduttore è una proprietà che esprime la variazione di potenziale elettrico per una specifica variazione di temperatura.
Coefficiente Seebeck	In una termocoppia, il coefficiente Seebeck è la differenza tra le potenze termoelettriche dei due conduttori che la costituiscono.
Termistore	Un termistore è un dispositivo allo stato solido per la misura della temperatura tramite resistenza, il cui valore di resistenza cambia con la temperatura in base ad una legge nota (solitamente esponenziale).

### La nuova struttura della Norma per i Termometri a Resistenza \*

La tabella seguente riporta un confronto dei valori di temperatura per Termometri a Resistenza con varie classi di tolleranza di precisione a diverse temperature

#### ERRORE ASSOLUTO MASSIMO DEI TERMOMETRI A RESISTENZA (RTD) PT 100 OHM A 0°C

Temperatura in °C	0	50	121	200	300
	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C	Tolleranza °C
Pt100 Classe B (IEC 60751)	±0,3	±0,55	±0,9	±1,3	±1,8
Pt100 Classe A (IEC 60751)	±0,15	±0,25	±0,39	±0,55	0,75
Pt100 Classe 0,1 (1/3 DIN)	±0,10	±0,18	±0,28	±0,4	±0,5
Pt100 Classe 0,06 (1/5 DIN)	±0,06	±0,11	±0,18	±0,3	±0,4

“Errore” o “Tolleranza” è la massima deviazione accettabile espressa come ± in gradi Celsius (°C).

I valori su indicati si riferiscono ai valori elencati nello Standard IEC 60751 alla temperatura assegnata.

Classi di tolleranza IEC60751	Valori di tolleranza (°C)	Intervallo di validità delle tolleranze di temperatura
A	± (0,15 + 0,0027[t] )	- 200°C ÷+ 650°C
B	± (0,3 + 0,005 [t] )	- 200 °C ÷+ 850°C

#### \* Proposta “Nuova struttura dello Standard per i Termometri a Resistenza” SC 65B WG5 (IEC60751 in revisione)

Classe di tolleranza	Valori di tolleranza	Intervallo di validità delle tolleranze di temperatura
0,1	± (0,1 °C + 0,0017[t] )	- 65°C + 250°C
0,15	± (0,15 °C + 0,002 [t] )	- 200 °C + 600°C
0,3	± (0,3 °C + 0,005 [t] )	- 200°C + 850°C
0,5	± (0,50 °C + 0,007 [t] )	- 200°C + 850°C

Le classi di tolleranza sono identificate da numeri che rappresentano la tolleranza in °C a 0°C.

[t] = Modulo della temperatura in gradi Celsius (senza considerare il segno).

#### Confronto nei limiti di errore ± °C di termocoppie di tipo “T” Premium e (RTD) Termometri a Resistenza PT 100 di varie classi selezionate

Temperatura in °C	0°C	50°C	121°C	200°C	300°C
TC Tipo “T” Premium	N.A.	0,12	0,25	0,50	0,8
Pt100 Classe B	0,30	0,55	0,9	1,3	1,8
Pt100 Classe A	0,15	0,25	0,39	0,55	0,75
Pt100 Classe 0,1 (1/3 DIN)	0,10	0,18	0,28	0,4	0,5
Pt100 Classe 0,06 (1/5 DIN)	0,06	0,11	0,18	0,3	0,4

#### TOLLERANZA INIZIALE DI TARATURA ED INTERSCAMBIABILITÀ DI TERMOCOPPIE DI TIPO PREMIUM 24 AWG (7x 0,20) E GIUNZIONE FREDDA A 0°C (± 0,25°C o 0,25% [ t >133 °C ] )

Temperatura in °C	50	121	200	300
Limiti di tolleranza °C (+/-)	0,1	0,2	0,5	0,8
Interscambiabilità °C (+/-)	0,05	0,1	0,2	0,3

#### TOLLERANZA INIZIALE DI TARATURA E INTERSCAMBIABILITÀ DI TERMOCOPPIE DI TIPO TRADIZIONALI TARATURA “SPECIAL” (IEC 60584) CL. 1 (± 0,5°C o 0,004 di [t] ove (t > 125°C)

Temperatura in °C	50	121	200	300
Tolleranza ±	0,5	0,5	0,8	1,2
Interscambiabilità ±	NonApplicabile	N.A.	N.A.	N.A.

## RIFERIMENTI E BIBLIOGRAFIA

### RIFERIMENTI:

1. Finch, D. I. 1969. General Principles of Thermoelectric Thermometry, Publication D1.1000. Leeds & Northrup Company, North Wales, Pa.
2. Roeser, W. F. 1940. Thermoelectric thermometry. J. Appl. Phys. II(6) .
3. Moffat, R. J. 1962. The gradient approach to thermocouple circuitry, in Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 3, Part 2. Reinhold Pub. Co. , New York.
4. Bentley, Robin E. 1982. The distributed nature of EMF in thermocouples and its consequences. Aust. J. Instrument. Control, December.
5. Powell, R. L. , et al. 1974. Thermocouple Reference Tables Based on the IPTS-68, NBS Monograph 125. U.S. Department of Commerce, Washington, D.C.
6. Caldwell, Frank R. 1965. Temperatures of thermocouple reference junctions in an ice bath. J. Res. Natl. Bur. Std. 69C (2) , April-June.
7. Thermocouple to use for thermal process validation.1991. Fasinternational, Milan, Italy.
8. Muth, Stephen, Jr. 1967. Reference junctions, in Instruments and Control Systems, Vol. 40, No.5, Reinbach Publications Division of Chilton Company, Philadelphia, Pa.
9. Gray, W. T. , and Finch, D. I. 1972. Accuracy of temperature measurement, in Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry , Vol. 4, Part 2. Instrument Society of America, Pittsburg, Pa.
10. Howard, J. Lawrence. 1972. Error accumulation in thermocouple thermometry, in Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 4, Part 3. Instrument Society of America, Pittsburg,Pa.
11. American National Standard for Temperature Measurement Thermocouples , ANSI-MC96.1. 1975. Instrument Society of America, Pittsburgh, Pa.
12. Copper-Constantan Thermocouple Wire, Probes, and Accessories .1993. Fasinternational, Milan, Italy.
13. Fenton, A. W. 1972. The traveling gradient approach to thermocouple research, in Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 4, Part 3. Instrument Society of America, Pittsburgh,
14. Cooper, M. H. , Jr. , and Johnston, W. W. , Jr. 1972. Traceability, what and how, relating temperature measurements at ORNL, in Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 4,Part 2. Instrument Society of America, Pittsburgh, Pa.
15. Practical Temperature Taration . 1992. Fasinternational, Milan, Italy
16. Clarence A. Kemper, Validation of aseptic pharmaceutical processes, PDA Inc. Publication 1978,Bethesda,MD
17. T.P. Wang, Thermocouple Selection and Maintenance, Intech Publication ,April 1991.
18. ASTM STANDARDS, Volume 14.03 Temperature Measurement.2002.West Conshohocken,PA
19. PDA TM #1 Draft of Chapter 16 for revised PDA TM #1. PDA Inc. Publication 2002, Bethesda, MD

### BIBLIOGRAFIA:

- HTM-10 & HTM-2010 - Part 3: Validation and Verification, UK Health Department, 1994.  
USP guidance.  
PDA, Technical Monograph #1, 1978.  
ISO 11134: 1994 Sterilization of Health Care Products: Requirements for Validation and Routine Control - Industrial Moist Heat Sterilization. ISO 11138-1:1994 Sterilization of Health Care Products Bioindicators - Part 1: General.  
ISO 11138-2: 1994 Sterilization of Health Care Products Bioindicators - Part 2: Biological Indicators for Ethylene Oxide Sterilization.  
ISO 11138-3: 1995 Sterilization of Health Care Products Bioindicators - Part 3: Biological Indicators for Moist Heat Sterilization.  
ISO 10012-1:1992 Quality Assurance Requirements for Measuring Equipment Part 1: Metrological Confirmation System for Measuring Equipment.  
ISO 10012\*1: 1992 Quality Assurance Requirements for Measuring Equipment Part 2: Guidelines for Control of Measurement Processes.  
EN 285 Sterilization - Steam - Sterilizers - Large Sterilizers.  
EN 554 Sterilization of Medical Devices: Validation of Routine Control of Sterilization by Moist Heat.  
EN 550 Sterilization of Medical Devices: Validation of Routine Control of Ethylene Oxide Sterilization.  
Misura Industriali : Fische e Meccaniche- GISI – Milano (2002)<sup>1</sup>  
Agalloco, J., Akers, J. & Madsen, R., “Moist Heat Sterilization - Myths and Realities”, *PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, Vol. 52, No. 6, 1998. 6482