

УДК 551.501.724-027.541(045)

П. В. Кривонос,
Т. И. Дикун,
Е. Н. Стрельчук

РЕГИОНАЛЬНЫЕ КЛЮЧЕВЫЕ СЛИЧЕНИЯ НАЦИОНАЛЬНЫХ ЭТАЛОНОВ ТЕМПЕРАТУРЫ В РАМКАХ КООМЕТ

В статье рассматриваются результаты проведения региональных ключевых сличений национальных эталонов единицы температуры ВНИИМ (Российская Федерация), БелГИМ (Республика Беларусь), ННЦ ИМ (Украина), КазИнМетр (Республика Казахстан), ГНА (Грузия), НИМ (Молдова).

This article provides the results of regional key comparisons of the national standards of the temperature unit carried out by VNIIM (Russian Federation), BelGIM (Belarus), NNC IM (Ukraine), KazInMetr (Kazakhstan), GEOSTM (Georgia), NIM (Moldova).

В соответствии с резолюцией Международного комитета мер и весов, принятой на сессии в октябре 1989 года, с 1 января 1990 года единство измерений температуры в мире должно осуществляться на основе Международной температурной шкалы 1990 года (МТШ-90).

Развитие науки и современных технологий предъявляет все более высокие требования к точности измерений температуры. Этот процесс наблюдается во всем мире. Сравнение этих требований с точностью воспроизведения основных реперных точек МТШ-90 позволяет сделать вывод, что требования к точности в ряде отраслей промышленности приблизились к точности МТШ-90.

Важнейшей задачей современной метрологии является обеспечение единства измерений и взаимное признание результатов измерений и калибровок, выдаваемых национальными метрологическими институтами (НИИ) разных стран.

Принятие международной Договоренности о взаимном признании национальных эталонов, сертификатов калибровок и измерений, выдаваемых национальными метрологическими институтами, которая была подписана большинством стран, входящих в КООМЕТ, послужило толчком к организации процесса проведения региональных сличений в рамках КООМЕТ. Сформированный единый международный сайт по метрологическим возможностям калибровки средств измерений национальных метрологических институтов предполагает подтверждение заявляемых ими метрологических характеристик на основании результатов региональных сличений и их связи с результатами ключевых сличений.

Целью региональных ключевых сличений национальных эталонов единицы температуры по теме КООМЕТ № 593/RU/13 является распространение метрологической эквивалентности на эталоны национальных метрологических институтов, не принимавших участия в ключевых сличениях МБМВ.

Сличения проводились в диапазоне температур от тройной точки воды до точки затвердевания алюминия. Степень эквивалентности эталонов национальных метрологических институтов, участвующих в региональных сличениях, определялась по отношению к результатам ключевых значений МБМВ через результаты измерений, полученные в связующих национальных метрологических институтах, которые участвовали в обоих сличениях.

В региональных сличениях КООМЕТ принимало участие шесть национальных метрологических институтов:

- ВНИИМ им. Д. И. Менделеева (Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация);
- БелГИМ (Белорусский государственный институт метрологии, г. Минск, Республика Беларусь);
- ННЦ ИМ (Национальный научный центр «Институт метрологии», г. Харьков, Украина);
- КазИнМетр (Казахстанский институт метрологии, г. Нур-Султан, Республика Казахстан);
- ГНА (Грузинское национальное агентство по стандартам и метрологии, г. Тбилиси, Грузия);
- НИМ (Национальный институт метрологии, г. Кишинев, Молдова).

Из шести участников только национальный метрологический институт РФ – ВНИИМ им. Д. И. Менделеева – является участником ключевых сличений К3, К4 и К7. В сличениях КООМЕТ это связующий институт для распространения метрологической эквивалентности на эталоны БелГИМ, ННЦ ИМ, КазИнМетр, ГНА, НИМ.

Пилотом и координатором региональных сличений был определен ВНИИМ им. Д. И. Менделеева.

Схема сличений

В качестве транспортируемого эталона использовался 25-омный кварцевый стержневой

эталонный платиновый термометр сопротивления (далее – ЭПТС). На основании результатов сличений устанавливались эквивалентность национальных эталонов и их связь с результатами ключевых сличений КЗ для внесения данных в СМС-таблицы.

Каждая национальная метрологическая лаборатория – участник сличений использовала принятую практику реализации МТШ-90.

Сличения проводились в строгом соответствии с протоколом, приведенным в Руководстве для МКМВ при проведении ключевых сличений, в Приложении F к документу «О взаимном признании» (март, 1999).

Координатор выбрал эталонный платиновый термометр сопротивления высокой стабильности, градуировал его во всех реперных точках МТШ-90 диапазона сличений:

- тройной точке воды;
- точке плавления Ga;
- точках затвердевания In, Sn, Zn и Al.

После градуировки ЭПТС координатор сличений передал термометр поочередно лабораториям – участникам сличений. Стабильность ЭПТС контролировалась координатором сличений после проведения измерений в каждой из лабораторий.

Лаборатории – участники сличений выполнили градуировку ЭПТС в реперных точках МТШ-90.

Схема сличений приведена на рис. 1.

Результаты сличений

Ампулы реперных точек всех участников были сличены с соответствующими ампулами координатора сличений. Измерения выполнялись во ВНИИМ с помощью ЭПТС № 53 с использованием приборов и оборудования Государственного эталона единицы температуры РФ.

Измерения температуры реперных точек в национальных метрологических институтах, участвующих в сличениях, были выполнены с использованием транспортируемого эталона сравнения – ЭПТС № 53. Результаты измерений разности $\Delta T = (T_{\text{БелГИМ}} - T_{\text{ВНИИМ}})$ и соответствующие им неопределенности показаны в таблице 1.

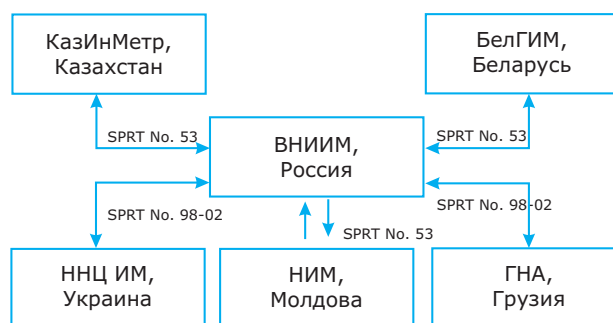


Рис. 1. Схема сличений

Бюджет неопределенности для реперных точек (W_{FP}) представлен в таблицах 2, 3.

Для исключения влияния нестабильности термометров измерение каждого значения разности температур между ампулами проводилось в течение дня. Выполнено по три серии измерений. Расчет стандартной неопределенности, вызванной нестабильностью ЭПТС № 53, за период сличений между ВНИИМ и БелГИМ был произведен исходя из следующего соотношения:

$$u_{SPRT} = (W_{\text{ВНИИМ кон}} - W_{\text{ВНИИМ нар}}) \cdot \frac{\partial T}{\partial W} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}, \quad (1)$$

где $W = R_t / R_{\text{ТТВ}}$ – относительное сопротивление термометра;

R_t и $R_{\text{ТТВ}}$ – результаты измерений в реперной точке и тройной точке воды соответственно;

$(\partial T / \partial W)$ – коэффициент чувствительности, приведенный в МТШ-90.

Значения R_t и $R_{\text{ТТВ}}$ должны быть скорректированы на перегрев измерительным током, на гидростатическое давление и давление в ампуле.

Результаты оценки нестабильности ЭПТС № 53 в период сличений между ВНИИМ и БелГИМ приведены в таблице 4.

Результаты измерений разности

$$\Delta T = (T_{\text{БелГИМ}} - T_{\text{ВНИИМ}})$$

с учетом нестабильности ЭПТС показаны в таблице 5.

Оценивание результатов ключевых сличений КООМЕТ было выполнено в соответствии с документом «Руководство по оцениванию ключевых сличений СООМЕТ» (СООМЕТ.R/GM/14:2006).

Таблица 1

W_{FP}	ВНИИМ	БелГИМ	$T_{\text{БелГИМ}} - T_{\text{ВНИИМ}}, \text{ мК}$	$U(T_{\text{БелГИМ}} - T_{\text{ВНИИМ}}), \text{ мК} (k = 2, P = 0,95)$
W_{Ga}	1,118 126 1	1,118 124 6	-0,37	0,27
W_{In}	1,609 732 1	1,609 728 7	-0,89	0,87
W_{Sn}	1,892 701 2	1,892 700 2	-0,27	1,07
W_{Zn}	2,568 730 9	2,568 724 0	-1,98	1,47
W_{Al}	3,375 726 4	3,375 725 9	-0,16	2,83

Таблица 2

Составляющие неопределенности W_{FP}					
Тип	Al	Zn	Sn	In	Ga
Воспроизводимость значений $W_{FP} - u_l$					
A	0,745 мК	0,256 мК	0,146 мК	0,246 мК	0,046 мК
Составляющая, связанная с чистотой металла, u_{sie}					
B	0,694 мК	0,450 мК	0,372 мК	0,166 мК	0,039 мК
Составляющая, связанная с коррективкой на гидростатическое давление, u_h					
B	0,005 мК	0,008 мК	0,006 мК	0,01 мК	0,003 мК
Составляющая, связанная с коррективкой на перегрев, u_i					
B	0,174 мК	0,169 мК	0,139 мК	0,204 мК	0,020 мК
Составляющая, связанная с отклонением от теплового равновесия, u_q					
B	0,16 мК	0,10 мК	0,10 мК	0,06 мК	0,06 мК
Составляющая, связанная с учетом давления в ампуле, u_p					
B	0,01 мК	0,01 мК	0,01 мК	0,01 мК	0,01 мК
Составляющая, связанная с неопределенностью ТТВ, $u_{TPW} = W \cdot u_R$					
B	0,014 мК	0,014 мК	0,014 мК	0,014 мК	0,014 мК
Составляющая, связанная с нелинейностью моста, u_r					
B	0,012 мК	0,012 мК	0,011 мК	0,011 мК	0,005 мК
Составляющая, связанная с температурой образцовой катушки, u_R					
B	0,004 мК	0,004 мК	0,004 мК	0,004 мК	0,001 мК
Составляющая, связанная со стабильностью образцовой катушки, u_t					
B	0,37 мК	0,26 мК	0,18 мК	0,15 мК	0,10 мК
Суммарная неопределенность					
	1,11 мК	0,61 мК	0,47 мК	0,40 мК	0,13 мК
Расширенная неопределенность					
	2,22 мК	1,22 мК	0,94 мК	0,80 мК	0,26 мК

Таблица 3

Составляющие неопределенности R_{TPW}	Значение
Составляющая, связанная с чистотой и изотопным составом воды	0,015 мК
Составляющая, связанная с коррективкой на гидростатическое давление	0,002 мК
Составляющая, связанная с коррективкой на перегрев	0,071 мК
Составляющая, связанная с отклонением от теплового равновесия	0,05 мК
Составляющая, связанная с нелинейностью моста	0,014 мК
Суммарная неопределенность, u_R	0,089 мК

Таблица 4

Реперная точка	$W_{(ВНИИМ)}$ до	$W_{(ВНИИМ)}$ после	ΔT , мК	u_{sprt} , мК ($k = 1$)
Ga	1,118 126 1	1,118 125 8	0,08	0,04
In	1,609 732 1	1,609 731 4	0,18	0,11
Sn	1,892 701 2	1,892 702 0	0,22	0,13
Zn	2,568 730 9	2,568 732 1	0,34	0,20
Al	3,375 726 4	3,375 724 1	0,72	0,42

Таблица 5

Реперная точка	БелГИМ – ВНИИМ	$U(\Delta T)$ ($k = 2$), мК
Ga	-0,37	0,28
In	-0,89	0,90
Sn	-0,27	1,10
Zn	-1,98	1,52
Al	-0,15	2,95

Таблица 6

ВНИИМ	$T_{ВНИИМ} - ARV$, мК	$U_{(T_{ВНИИМ} - ARV)}$ ($k = 2$), мК
Ga	0,05	0,25
In	0,54	1,14
Sn	0,59	0,99
Zn	0,52	1,85
Al	0,05	1,85

Таблица 7

Реперная точка	$T_{БелГИМ} - ARV$, мК	$U_{(T_{БелГИМ} - T_{ВНИИМ})}$ ($k = 2$), мК	$U_{(T_{БелГИМ} - ARV)}$ ($k = 2$), мК
Ga	-0,32	0,28	0,37
In	-0,35	0,90	1,45
Sn	0,32	1,10	1,48
Zn	-1,46	1,52	2,39
Al	-0,10	2,95	3,48

Этот документ позволяет установить связь результатов региональных сличений КООМЕТ с результатами ключевых сличений МКМВ, в данном случае с результатами сличений Консультативного комитета по термометрии КЗ.

Результаты ключевых сличений КЗ в протоколе Рабочей группы WG 8 KKT «Inter-RMO CMC review committee 3-26-03» представлены в виде разностей [$T_{НМИ} - ARV(KЗ)$] с оценками их неопределенности

для каждой реперной точки и НМИ.

Оценка средневзвешенных значений отклонений ($T_{ВНИИМ} - ARV$) и их неопределенности для реперных точек представлены в таблице 6.

Отклонения результатов БелГИМ от средневзвешенных значений ($T_{БелГИМ} - ARV$) и оценка их неопределенности приведены на рис. 2 и в таблице 7.

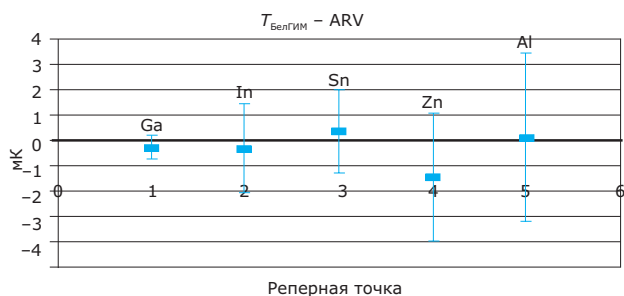


Рис. 2. Отклонения результатов БелГИМ от средневзвешенных значений ($T_{\text{БелГИМ}} - \text{ARV}$) и оценка их неопределенности

Степень эквивалентности d результатов БелГИМ в сличениях представлена в таблице 8.

Таблица 8

Реперная точка	d , мК	$U(d)$, ($k = 2$), мК
Ga	-0,32	0,37
In	-0,35	1,45
Sn	0,32	1,48
Zn	-1,46	2,39
Al	-0,10	3,48

Заключение

Заявленные НМИ неопределенности СМС считаются подтвержденными результатами региональных сличений, если степень эквивалентности d

результатов НМИ в сличениях меньше удвоенного значения ее неопределенности («Руководство по оцениванию ключевых сличений СООМЕТ», СООМЕТ.R/GM/14:2006), т. е. выполняется неравенство

$$|d| < 2u(d). \tag{2}$$

Это неравенство соответствует критериям признания заявленных НМИ неопределенностей СМС, изложенных в протоколе Рабочей группы WG8 ККТ «Inter-RMO СМС review committee 3-26-03».

Анализ результатов региональных сличений КООМЕТ позволяет сделать следующий вывод: неопределенности результатов измерений реперных точек, заявленные БелГИМ, подтверждены результатами сличений КООМЕТ; СМС-данные, размещенные в KCDB VIPM, признаны на международном уровне.

Петр Викторович КРИВОНОС,

начальник отдела температурных и теплофизических измерений БелГИМ;

Тамара Иосифовна ДИКУН,

заместитель начальника отдела – начальник сектора отдела температурных

и теплофизических измерений БелГИМ;

Евгений Николаевич СТРЕЛЬЧУК,

ведущий инженер отдела температурных и теплофизических измерений БелГИМ

Дата поступления 09.09.2019