



ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2021 №7





21

**страна –
член COOMET**

лет

**сотрудничества
в метрологии**

2690

**СМС–строк
НМИ/НИ
стран COOMET**

450

**завершенных
проектов**

эталоны
законодательная метрология
системы менеджмента качества
информация и обучение

**www.coomet.org
www.coomet.net**

Евро-Азиатское сотрудничество государственных
метрологических учреждений

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2021 № 7 июль

Ежемесячный
научно-технический
журнал

Основан в 1939 г.

С 1958 г. переводится
на английский язык
под названием
«Measurement Techniques»
издательством
Springer Nature
www.springer.com/11018

Издаётся с приложением
«Метрология»

УЧРЕДИТЕЛИ

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологии
им. Д. И. Менделеева»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт оптико-физических
измерений»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт физико-технических и
радиотехнических измерений»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологической
службы»

ФГБУ «Российский институт
стандартизации»

МОО «Метрологическая академия»

СОДЕРЖАНИЕ

■ 30-ЛЕТИЕ КООМЕТ

- В. Л. Гуревич, Н. Д. Ляхова.** КООМЕТ – 30 лет: результаты и перспективы сотрудничества 3

■ ГОСУДАРСТВЕННЫЕ ЭТАЛОНЫ

- А. И. Походун, В. М. Фуксов, Ю. А. Сильд, М. А. Мазанов, М. С. Матвеев.** Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне 0–3200°C ГЭТ 34-2020: практическая реализация нового определения кельвина 13
- А. И. Горчев, А. В. Мингалеев, А. Б. Яковлев.** Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017: история создания, подтверждение калибровочных и измерительных возможностей 22
- В. В. Попко, Д. В. Сентемова, М. А. Ярмолович.** Оптимизация процесса воспроизведения, сбора, передачи, обработки и отображения результатов измерений с использованием Национального эталона единицы напряжения – вольта 27
- Р. Р. Тухватуллин, А. В. Щелчков.** Современные тенденции конструирования модулей национальных эталонов единиц объёмного расхода (объёма) жидкости в диапазоне 10^{-5} – 10^3 мл/мин 32

■ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- А. Г. Иванова, С. Ф. Герасимов, А. И. Походун, В. М. Фуксов.** Методы реализации реперных точек МТШ-90: необходимость совершенствования 42

■ АКУСТИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- А. Е. Исаев, Б. И. Хатамтаев.** Определение фазочастотной характеристики гидрофона по амплитудно-частотной характеристике 48

■ ИЗМЕРЕНИЯ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

- Н. Н. Моисеев, Е. М. Круглов, А. В. Дидык.** Расчёт спектров фотонейтронных источников 54

■ МЕЖДУНАРОДНОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО

- А. Л. Костриков, В. С. Купко, А. И. Шлома, Д. А. Новиков, В. Г. Лысенко, Е. А. Милованова, Н. А. Табачникова, В. Б. Макаревич.** Сличения национальных эталонов единицы длины в области измерений параметров отклонения от плоскостности оптических поверхностей COOMET.L-S15 60
- Л. А. Конопелько, Ю. А. Кустиков, М. В. Окрепилов, А. В. Колобова, П. В. Мигаль, А. И. Крылов, М. С. Вонский, Я. К. Чубченко, О. В. Ефремова, Е. В. Кулябина, В. И. Добровольский, А. Ю. Михеева.** Развитие международных ключевых сличений в области химико-аналитических измерений 65

Главный редактор
С. С. Голубев

Редакционная коллегия:

И. В. Емельянова
(зам. гл. редактора)
В. И. Белоцерковский
С. И. Донченко
Л. К. Исаев
А. Д. Козлов
Е. П. Кривцов
В. Н. Крутиков
А. Ю. Кузин
С. В. Медведевских
А. И. Механиков
В. В. Окрепилов
В. Н. Храменков
И. А. Шайко
В. В. Швыдун

Научные редакторы *Грачева И. Л., Федяева М. В.*
Корректор *Бучная М. В.*
Иллюстрации *Бабаев И. Н.*
Компьютерная верстка *Нотт С. А.*
Реклама, распространение и подписка *Керсова Л. А.*
Тел.: +7(495)430-28-02, kersova@vniims.ru

Сдано в набор: 30.06.2021.
Подписано в печать: 28.07.2021.
Формат 60х90 1/8. Бумага мелованная. Печать офсетная.
Усл. п. л. 9,0. Уч.-изд. л. 11,3. Тир. 250 экз. Зак. 21-283.
Свободная цена.

Отпечатано в ООО «Типография «Миттель Пресс»,
127254, Москва, ул. Руставели, 14, с. 6, оф. 7.

Издание зарегистрировано Роскомнадзором
Свидетельство о регистрации: ПИ № ФС77-21572
от 15.07.2005.

Издатель: ФГУП «ВНИИМС».
Адрес редакции и издателя: 119361, Москва,
ул. Озёрная, 46, ФГУП «ВНИИМС».
Тел.: +7(495)781-48-70
E-mail: izmt@vniims.ru
Сайт: www.izmt.ru

Редакция не несёт ответственности за содержание
рекламных материалов.
Точка зрения редакции может не совпадать с позицией
авторов.
Полное или частичное воспроизведение материалов
допускается с письменного разрешения редакции.
При перепечатке материалов ссылка на журнал
«Измерительная техника» обязательна.
Все поступившие в редакцию материалы подлежат
рецензированию.
Материалы, переданные в редакцию, не возвращаются.
Требования к оформлению статей размещены на сайте
www.izmt.ru
Знаком информационной продукции не маркируется.

■ THE 30TH ANNIVERSARY OF COOMET

V. L. Hurevich, N. D. Liakhova. 30 years to COOMET: Results and prospects for cooperation 3

■ STATE STANDARDS

A. I. Pokhodun, V. M. Fuksov, Iu. A. Sild, M. A. Mazanov, M. S. Matveyev. Primary state standard of the temperature in the range from 0 to 3200 °C, GET 34-2020: practical implementation of the new definition of kelvin 13

A. I. Gorchev, A. V. Mingaleev, A. B. Yakovlev. State primary standard of gas volumetric and mass flow rate units GET 118-2017: history of creation, confirmation of calibration and measurement capabilities 22

V. V. Popko, D. V. Sentemova, M. A. Yarmalovich. Optimization of the process of reproduction, collection, transmission, processing and display of measurement results of the National voltage unit standard – volt 27

R. R. Tikhvatullin, A. V. Shchelchkov. Modern trends in the design of modules of national standards for units of volume fluid flow rate (volume) in the range from 10^{-5} to 10^3 ml/min 32

■ THERMOPHYSICAL MEASUREMENTS

A. G. Ivanova, S. F. Gerasimov, A. I. Pokhodun, V. M. Fuksov. The methods of realization of ITS-90 fixed points: the necessity for improvement 42

■ ACOUSTIC MEASUREMENTS

A. E. Isaev, B. I. Khatamtaev. Determination of the hydrophone phase-frequency response by its amplitude-frequency response 48

■ MEASUREMENT OF IONIZING RADIATION

N. N. Moiseev, E. M. Kruglov, A. V. Didyk. Photoneutron sources spectra calculation 54

■ INTERNATIONAL COOPERATION

O. L. Kostrikov, V. S. Kupko, A. I. Shloma, D. A. Novikov, V. G. Lysenko, K. A. Milovanova, N. A. Tabachnikova, V. B. Makarevich. Comparisons of national standards of the unit of length in the field of measurement of parameters of form deviation the flatness of optical surfaces COOMET.L-S15 60

L. A. Konopelko, Yu. A. Kustikov, M. V. Okrepilov, A. V. Kolobova, P. V. Migal, A. I. Krylov, M. S. Vonskiy, Ia. K. Chubchenko, O. V. Efremova, E. V. Kulyabina, V. I. Dobrovolskiy, A. Yu. Mikheeva. Development of international key comparisons in the field of chemico-analytical measurements 65

КООМЕТ – 30 лет: результаты и перспективы сотрудничества

Валерий Львович Гуревич¹, Надежда Дмитриевна Ляхова²✉

^{1, 2} Белорусский государственный институт метрологии, г. Минск, Республика Беларусь, ¹hurevich@belgim.by, ²coomet@belgim.by✉

Аннотация. История Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ) насчитывает уже три десятилетия (датой создания считается 12 июня 1991 г. – день подписания Меморандума о сотрудничестве КООМЕТ). КООМЕТ является официально признанной региональной метрологической организацией, а также региональной организацией по законодательной метрологии. Сотрудничество в КООМЕТ и полученные результаты позволяют странам-участницам успешно решать метрологические задачи, возникающие перед национальной экономикой в условиях глобализации рынка, а также интегрироваться в международную метрологическую систему. Представлен краткий обзор истории создания и результатов деятельности КООМЕТ. Дана оценка эффективности сотрудничества, а также изложены перспективные направления деятельности КООМЕТ.

Ключевые слова: метрология, национальный метрологический институт, эталон, калибровочные и измерительные возможности, сличения, законодательная метрология

Для цитирования: Гуревич В. Л., Ляхова Н. Д. КООМЕТ – 30 лет: результаты и перспективы сотрудничества // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 3–12. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-3-12>

30 years to COOMET: results and prospects for cooperation

Valery L. Hurevich¹, Nadezhda D. Liakhova²✉

^{1, 2} Belarussian State Institute of Metrology, Minsk, Republic of Belarus, ¹hurevich@belgim.by, ²coomet@belgim.by✉

Abstract. The history of Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions (COOMET) has already spanned three decades (12 June 1991 is considered the date of its establishment – the day when the COOMET Memorandum of Understanding was signed). COOMET is an officially recognized regional metrology organization, as well as a regional legal metrology organization. Cooperation in COOMET and its outcomes allow member countries to successfully tackle metrological issues, faced by the national economy under market globalization, as well as to ingrate in the international metrological system. A brief overview of the history of creation and results of activity of COOMET is provided. The effectiveness of cooperation is evaluated, the promising areas of COOMET's activities are outlined.

Keywords: metrology, national metrology institute, measurement standard, calibration and measuring capabilities, comparisons, legal metrology

История создания и члены КООМЕТ. 12 июня 1991 г. в г. Варшава был подписан Меморандум о сотрудничестве КООМЕТ – документ, на основании которого образована региональная метрологическая организация (РМО) – КООМЕТ (на тот момент – как Организация государственных метрологических учреждений стран Центральной и Восточной Европы). КООМЕТ – сокращённая форма от «Сотрудничество в метрологии» (Cooperation in metrology).

КООМЕТ создана во время распада Совета экономической взаимопомощи (СЭВ). На 37-м заседании секции по метрологии постоянной комиссии СЭВ по стандартизации в г. Улан-Батор (июнь 1990 г.) согласованы предложения по коренной перестройке сотрудничества, главным содержанием которых являлась автономность сотрудничества по метрологии (отдельно от сотрудничества по стандартизации) на уровне национальных государственных метрологических учреждений. Этому предшествовала большая работа

метрологов стран СЭВ по выбору и согласованию новой формы сотрудничества в преддверии быстро меняющихся политико-экономических условий и предстоящей ликвидации СЭВ [1]. Именно поэтому весьма актуальной была задача в короткие сроки создать РМО и сохранить при этом накопленные опыт работы, прочные деловые связи сотрудничающих организаций и личные контакты специалистов. Желание и дальше плодотворно сотрудничать в области метрологии стало движущей силой участников подготовки и согласования учредительных документов КООМЕТ.

Первоначально Меморандум о сотрудничестве КООМЕТ был подписан представителями пяти стран (Болгарии, Польши, Румынии, СССР и Чехословакии), а уже через две недели после подписания было объявлено о роспуске СЭВ.

По предложению председателя секции по метрологии В. И. Белоцерковского, которое поддержали представители других стран, координация работ по организации будущего

многостороннего сотрудничества и созданию РМО была возложена на члена секции 3. Реферовски – заместителя председателя Польского комитета по стандартизации, мерам и качеству. Выбор кандидатуры 3. Реферовски обусловлен тем, что он много лет работал заместителем директора Международного бюро законодательной метрологии (МБЗМ). 3. Реферовски прекрасно знал обстановку в области международного сотрудничества по метрологии, имел прочные контакты с представителями многих международных и региональных метрологических организаций, знал много иностранных языков и свободно общался на них, являлся активным поборником продолжения сотрудничества метрологов стран Восточной и Центральной Европы. Именно поэтому 3. Реферовски был избран первым

Таблица 1

Динамика членства в KOOMET

Число членов	Дата вступления	Страна
5	12.06.1991	Болгария, Польша, Румыния, СССР, Чехословакия
7	13.11.1991	Германия, Куба
8	02.06.1992	Украина
9	08.12.1992	Беларусь
9	17.03.1993	Словакия (вместо Чехословакии), Россия (как правопреемник СССР)
10	04.04.1995	Литва
11	24.04.1997	Молдова
12	11.11.1998	Казахстан
12*	25.05.2000	Кыргызстан
13	06.05.2002	КНДР
14	27.05.2004	Узбекистан
15	04.09.2006	Грузия
17	24.04.2007	Азербайджан, Армения
18	18.11.2009	Таджикистан
19	05.06.2013	Босния и Герцеговина
20	16.04.2014	Турция
21	20.04.2016	Китай

Примечание. *С июня 2000 г. Польша прекратила членство в KOOMET, ограничившись сотрудничеством в EUROMET (в настоящее время EURAMET).

Таблица 2

Президенты и Руководители Секретариатов KOOMET

Годы	Страна	Президент	Руководитель Секретариата
1991–1994	Польша	3. Реферовски	М. Клярнер-Снядовска
1994–1998	Словакия	Р. Спурны	Е. Кромкова
1998–2001	Россия	В. Белоцерковский	Б. Горшков
2001–2007	Беларусь	Н. Жагора	Л. Астафьева
2007–2012	Украина	Г. Сидоренко	П. Неежмаков
2012–2018	Россия	В. Крутиков	С. Комиссаров
с 2018 по настоящее время	Беларусь	В. Гуревич	Н. Ляхова

Президентом KOOMET, а после завершения полномочий на этом посту за большой вклад в дело организации сотрудничества в рамках созданной РМО ему было присвоено звание Почётного Президента KOOMET [2].

В дальнейшем увеличение числа членов KOOMET определялось во многом процессом распада СССР, а впоследствии, в значительной степени, за счёт повышения эффективности деятельности и роста международного авторитета KOOMET.

В 2000 г. расширены географические границы KOOMET и изменено название на «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений», благодаря чему ряд учреждений азиатских стран-участниц KOOMET вместо ассоциированных получили статус полных членов или смогли присоединиться к РМО. Динамика членства в KOOMET приведена в табл. 1.

В 1994 г. функции председательствующей страны в KOOMET от Польши перешли к Словакии. Последующая хронология председательствования стран в KOOMET показана в табл. 2. Каждая председательствующая страна внесла вклад в дело повышения эффективности деятельности и международного авторитета KOOMET.

Руководителям KOOMET и его структурных органов (СОК) пришлось преодолеть многое на пути становления и развития сотрудничества для того, чтобы превратить организацию в полноправного члена международного метрологического сообщества наряду с такими РМО, как AFRIMETS (Межафриканская метрологическая система), APMP (Азиатско-Тихоокеанская метрологическая программа), EURAMET (Европейская ассоциация национальных метрологических институтов) и SIM (Межамериканская метрологическая программа). Упомянув другие РМО, уместно отметить, что в Меморандум о сотрудничестве KOOMET изначально был внесён ряд положений, не содержащихся в тот момент в уставных документах других региональных организаций. Например, сфера деятельности KOOMET была заявлена не только как научная, но и как законодательная метрология (что позволило KOOMET впоследствии получить статус региональной организации по законодательной метрологии); ассоциированные члены РМО из других регионов имеют те же права, что и полные члены KOOMET; в KOOMET два официальных языка: английский и русский (в других РМО – только английский) [2].

Согласно табл. 1 в настоящее время членами KOOMET являются государственные метрологические учреждения 21 страны, которые представляют самые разные регионы. В табл. 3 наряду с информацией о статусе членства в KOOMET приведены также сведения по участию стран в Метрической конвенции.

Развитие и совершенствование деятельности KOOMET.

Для того чтобы сотрудничество в KOOMET давало ощутимый эффект, организации надо постоянно проходить определённые этапы развития, намечать пути и мероприятия по совершенствованию деятельности. Одним из таких этапов стало внедрение в практику работы программ развития KOOMET на трёхлетний период (разработка и реализация таких программ на протяжении всех последующих лет деятельности KOOMET

Таблица 3

Членство стран в KOOMET и участие в Метрической конвенции

№ п/п	Страна	Членство страны в KOOMET, год подписания Меморандума	Участие в Метрической конвенции, год подписания
1	Азербайджан	Полный член, 2007	Ассоциированный член ГКМВ, 2015
2	Армения	Полный член, 2007	—
3	Беларусь	Полный член, 1992	Член Метрической конвенции, 2020
4	Болгария	Полный член, 1991	Член Метрической конвенции, 1911
5	Босния и Герцеговина	Ассоциированный член, 2013	Ассоциированный член ГКМВ, 2011
6	Германия	Ассоциированный член, 1991	Член Метрической конвенции, 1875
7	Грузия	Полный член, 2006	Ассоциированный член ГКМВ, 2008
8	Казахстан	Полный член, 1998	Член Метрической конвенции, 2008
9	Китай	Ассоциированный член, 2016	Член Метрической конвенции, 1977
10	КНДР	Ассоциированный член, 2002	—
11	Куба	Ассоциированный член, 1991	Ассоциированный член ГКМВ, 2000
12	Кыргызстан	Полный член, 2000	—
13	Литва	Полный член, 1995	Член Метрической конвенции, 2015
14	Молдова	Полный член, 1997	Ассоциированный член ГКМВ, 2007
15	Россия	Полный член, 1991	Член Метрической конвенции, 1875
16	Румыния	Полный член, 1991	Член Метрической конвенции, 1884
17	Словакия	Полный член, 1993	Член Метрической конвенции, 1922
18	Таджикистан	Полный член, 2009	—
19	Турция	Ассоциированный член, 2014	Член Метрической конвенции, 1875
20	Узбекистан	Полный член, 2004	Ассоциированный член ГКМВ, 2018
21	Украина	Полный член, 1992	Член Метрической конвенции, 2018

Таблица 4

Распределение обязанностей между Президентом и вице-президентами KOOMET на период 2021–2024 гг.

Направление деятельности	ФИО
Общее руководство работой KOOMET Координация сотрудничества KOOMET и международных метрологических организаций	Президент KOOMET Валерий Гуревич (Беларусь)
Сотрудничество в области эталонов Совместные научные исследования	Вице-президент KOOMET Евгений Лазаренко (Россия)
Сотрудничество в области законодательной метрологии	Вице-президент KOOMET Франк Линеш (Германия)
Сотрудничество в области развития и оценки систем менеджмента качества	Вице-президент KOOMET Нино Миканадзе (Грузия)
Взаимодействие с региональными организациями по метрологии Информация и передача знаний	Вице-президент KOOMET Павел Неежмаков (Украина)
Сотрудничество со странами с развивающимися метрологическими системами	Вице-президент KOOMET Жанат Бегайдаров (Казахстан)

позволили существенно поднять уровень и эффективность сотрудничества в рамках РМО), а также формирование чёткой организационной структуры KOOMET.

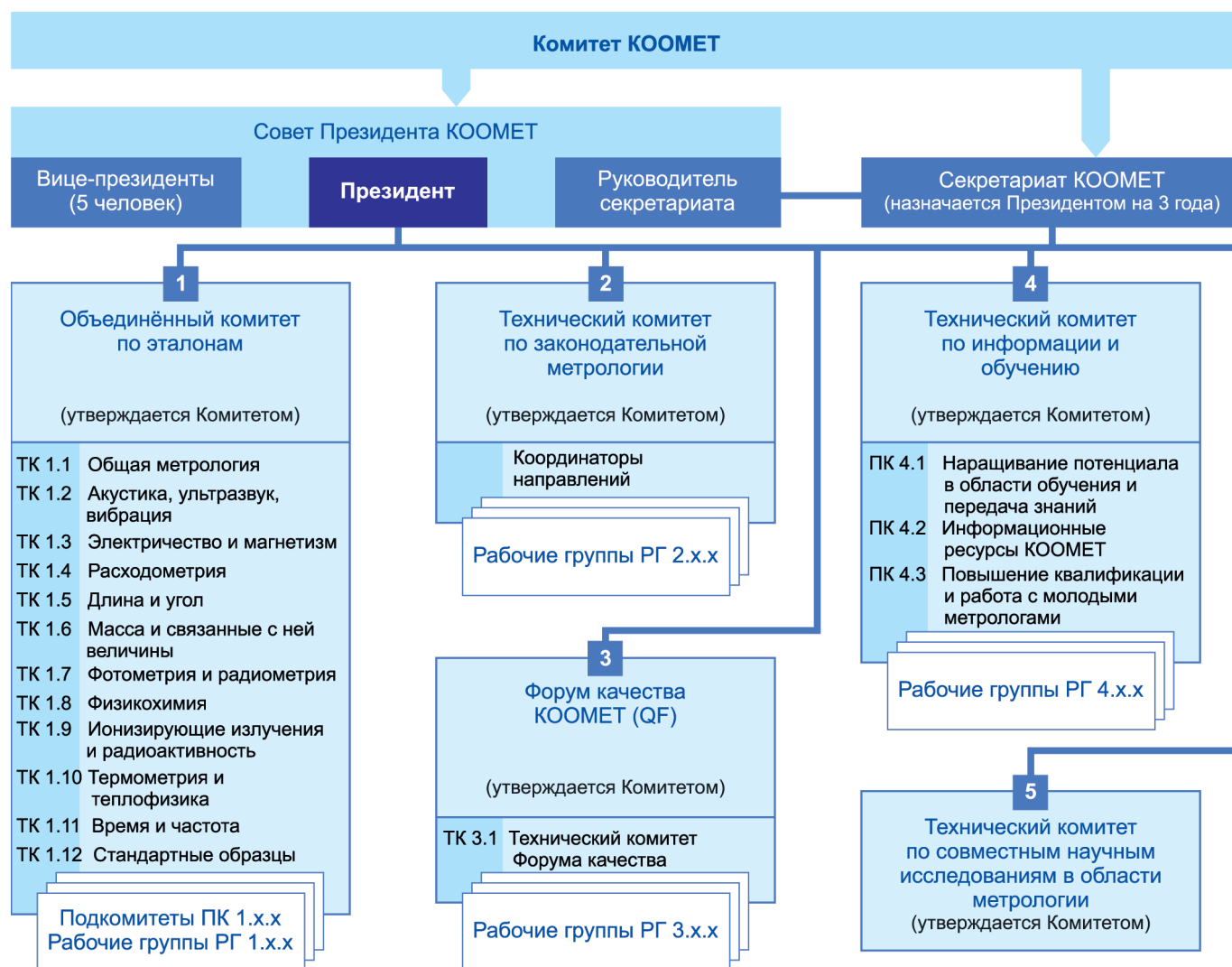
На 10-м заседании Комитета KOOMET (г. Алма-Аты, 2000 г.), кроме принятия упомянутого выше решения об изменении названия KOOMET, введён институт вице-президентов KOOMET и образован Совет Президента (в состав которого наряду с Президентом вошли четыре вице-президента и руководитель Секретариата KOOMET), а между членами совета были распределены обязанности и курируемые направления деятельности.

На момент формирования в состав Совета Президента вошли представители Беларуси, Германии, России, Словакии и Украины, что позволило образовать активное ядро KOOMET, играющее важную роль в организации деятельности, особенно между заседаниями Комитета KOOMET. Данное ядро продолжает функционировать и в настоящее время. В 2018 г. представителя Словакии в составе Совета заменил представитель Грузии, а в 2021 г. по инициативе Президента KOOMET в состав Совета вошёл представитель Казахстана. Представителю Казахстана поручено координировать новое для KOOMET направление – сотрудничество со странами, в которых развиваются метрологические системы (введение должности нового вице-президента продиктовано результатами проведённого в 2021 г. анкетирования участников сотрудничества для оценки удовлетворённости работой Совета Президента).

В соответствии с Программой развития KOOMET в 2002 г. была введена в действие организационная структура, предусматривающая создание структурных и рабочих органов по всем направлениям сотрудничества согласно Меморандуму о сотрудничестве [2]. Данная структура позволила вовлечь в сотрудничество в рамках KOOMET больше высококвалифицированных специалистов. Фактически данная структура с некоторыми изменениями и дополнениями сохранилась до настоящего времени. На рисунке показана организационная структура KOOMET, уточнённая в соответствии с решениями 31-го заседания Комитета KOOMET (15–17 июня 2021 г.).

В KOOMET функционирует два руководящих органа (Комитет KOOMET и Совет Президента) и 15 СОК, к числу которых

относятся Объединённый комитет по эталонам, все технические комитеты и Форум качества. В сотрудничестве на постоянной основе в качестве членов Комитета KOOMET, руководителей и членов СОК, подкомитетов и рабочих групп участвуют более 250 специалистов стран-участниц KOOMET. С учётом координаторов и участников работ по темам KOOMET в сотрудничестве ежегодно участвует порядка 300 специалистов.



Организационная структура KOOMET

Organizational structure of COOMET

В настоящее время приостановлена работа ТК 5 «Совместные научные исследования в области метрологии». Однако авторы надеются, что его работа в ближайшее время будет возобновлена на новом качественном уровне (с учётом задачи F «Организация инновационных научных исследований в области метрологии» Стратегии KOOMET на 2020–2025 гг.).

Важным критерием активности стран в рамках KOOMET является руководство соответствующими структурными органами. В настоящее время представители Беларуси возглавляют два СОК, России – девять, Грузии – один, Молдовы – один, Украины – четыре. К этой группе стран следует отнести также Германию, которая на протяжении ряда лет возглавляла ТК 2 «Законодательная метрология» и Форум качества, Литву – её специалисты ранее длительное время координировали работу ТК 1.6 «Масса и связанные с ней величины», и, конечно, Словакию – её представители (М. Билы, С. Мусил, Е. Кромкова) стояли у истоков создания

Форума качества KOOMET и фактически являются разработчиками всей схемы оценки систем менеджмента качества (СМК) национальных метрологических институтов (НМИ) и назначенных институтов стран-участниц KOOMET. Для того, чтобы и другие страны могли попробовать силы в руководстве СОК, на 30-м заседании Комитета KOOMET (2020 г.) принято решение о внесении изменений в Меморандум о сотрудничестве KOOMET в части ограничения срока действия полномочий действующих председателей СОК двумя четырехлетними периодами.

Все инициативы и преобразования, направленные на совершенствование деятельности организации, находят отражение не только в Меморандуме о сотрудничестве, но и в Правилах процедуры KOOMET.

В 2021 г. внесены изменения в Правила процедуры KOOMET в части установления возможности проведения мероприятий KOOMET в онлайн формате (последствия пандемии Covid-19) и более детальной процедуры голосования по вопросам

повестки дня, возможности принятия решений от имени Комитета KOOMET по результатам электронного голосования и описания его алгоритма, а также уточнения порядка работы с темами KOOMET и подходов к формированию и представлению годовых отчетов СОК.

Различные процедурные вопросы деятельности KOOMET развиты и закреплены в соответствующих документах, составляющих нормативную базу, работы по формированию которой проводились с учетом опыта международных и региональных метрологических организаций [2].

Одним из первых принят документ KOOMET D4/2003, устанавливающий классификацию публикаций KOOMET, порядок их разработки, утверждения и регистрации. Согласно этой классификации в число публикаций KOOMET входят:

«документы – D», регламентирующие процедурные вопросы и основополагающие вопросы сотрудничества, которыми руководствуются в деятельности государственные метрологические учреждения-члены KOOMET и СОК;

«рекомендации – R», регулирующие вопросы организационно-методического характера или технического содержания и применяемые СОК и государственными метрологическими учреждениями стран-участниц KOOMET в метрологической практике;

«информационные материалы – I».

В 2014 г. данный документ актуализирован, и в число публикаций введена новая классификационная категория: «программы – P», отражающие вопросы политики сотрудничества и намеченных планов деятельности РМО в целом или СОК на краткосрочный, среднесрочный или долгосрочный период.

Сейчас в KOOMET зарегистрировано 28 документов, 31 рекомендация, 6 программ и 13 информационных материалов, которые размещены на информационных ресурсах KOOMET (Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions: [сайт]. URL: www.coomet.org, www.coomet.net).

В 2005 г. впервые разработана Концепция сотрудничества и деятельности KOOMET. Учитывая, что с момента принятия Концепции прошло 15 лет, Программой развития KOOMET на 2017–2019 гг. была предусмотрена её актуализация. Однако в 2020 г. Комитет KOOMET принял решение о нецелесообразности разработки уточнённой версии Концепции. Основной предпосылкой этого решения стало создание в 2018 г. рабочей группы по разработке стратегии развития KOOMET (далее – РГ по стратегии).

Целью деятельности РГ по стратегии Комитет KOOMET утвердил подготовку предложений по определению институционального статуса KOOMET. Задачи РГ по стратегии: формирование предложений по миссии и видению KOOMET, по перечню стратегических задач KOOMET, по организационно-правовой форме KOOMET, включая механизмы финансирования, а также идентификация активов KOOMET.

Вопросы целесообразности изменения институционального статуса KOOMET и его возможных форм в будущем непростые, их обсуждение сейчас затруднено из-за продолжающейся пандемии. В рамках РГ по стратегии изучаются вопросы возможной регистрации юридического лица для нужд KOOMET в одной из стран-участниц и обсуждается целесообразность перехода к постоянному Секретариату KOOMET (в настоящее

время в РМО реализована схема «ротационного» Секретариата – его деятельность осуществляется силами специалистов государственного метрологического учреждения, которое представляет Президент). Некоторые РМО уже прошли путь реорганизации (EURAMET, WELMEC и SIM уже фактически зарегистрированы в качестве юридических лиц, а в AFRIMETS и APMR дискуссия еще продолжается). РГ по стратегии планирует представить финальные предложения по возможному институциональному статусу в своем итоговом отчете в 2022 г. Любые кардинальные изменения будут осуществляться только при условии поддержки со стороны всех членов KOOMET.

В 2020 г. на 30-м заседании Комитета KOOMET одобрены:

миссия KOOMET: повышение уровня развития метрологии, поддержка и расширение интегрированной измерительной инфраструктуры для стран Евро-Азиатского региона и иных заинтересованных стран, которая позволяет каждому национальному метрологическому институту содействовать инновациям, конкурентоспособности, торговле, безопасности потребителей, устойчивому развитию и обеспечению признания на международном уровне;

видение KOOMET: эффективная, репрезентативная, компетентная и признанная международным сообществом региональная метрологическая организация.

На этом же заседании единогласно утверждена Стратегия KOOMET на 2020–2025 гг. и дорожная карта по реализации, а также Программа развития KOOMET на 2020–2022 гг. Дорожная карта и Программа развития детализируют мероприятия и действия, направленные на совершенствование деятельности KOOMET [3].

В основу Стратегии KOOMET по инициативе РГ по стратегии положены семь стратегических задач:

содействие международному признанию национальных эталонов;

содействие признанию СМК НМИ и назначенных институтов стран-участниц KOOMET;

оказание поддержки странам-участницам KOOMET в получении статуса членства в Метрической конвенции;

содействие внедрению международной практики в законодательной метрологии;

содействие повышению квалификации и передаче знаний в странах-участницах KOOMET;

организация инновационных научных исследований в области метрологии;

внутреннее развитие KOOMET и внешнее представительство.

Проблема институционального статуса неразрывно связана с необходимостью актуализации основополагающих документов KOOMET, определяющих членство в РМО, с целью привлечения к активному сотрудничеству в рамках KOOMET всех НМИ и назначенных институтов стран-участниц. Дискуссия по этому вопросу, равно как и по вопросам финансирования деятельности KOOMET в будущем, является задачей KOOMET на ближайшую перспективу.

Краткие результаты сотрудничества по основным направлениям деятельности KOOMET. Глобальная пандемия Covid-19 обусловила необходимость реорганизации

международного сотрудничества во всех областях науки и техники, в том числе и в метрологии. Эти форс-мажорные обстоятельства потребовали организовать переход к дистанционной работе в рамках KOOMET, что с успехом было сделано в 2020 г. [3]. Практика внедрения видеоконференцсвязи в деятельность KOOMET (с использованием платформы Zoom) стала вынужденным шагом в условиях пандемии, но показала эффективность и не позволила остановить работу нашей РМО в этот непростой период для всего мирового сообщества.

В 2019 г. заседание Комитета KOOMET проведено в традиционном формате, а все последующие встречи Комитета были либо перенесены, либо проведены онлайн [4]. На протяжении 2020–2021 гг. с использованием платформы Zoom проведены два заседания Комитета KOOMET, три заседания Совета Президента, а также заседания практически всех СОК. Под эгидой KOOMET также были организованы веб-семинары с участием большого количества заинтересованных специалистов из стран-участниц:

семинар по обсуждению проекта Стратегии KOOMET на 2020–2025 гг. (13 июля 2020 г.);

семинар KOOMET по совместным научным исследованиям (23 сентября 2020 г.);

семинар по KCDB 2.0 для ТК 1.6 «Масса и связанные с ней величины», ТК 1.4 «Расходомерия», ТК 1.5 «Длина и угол» и ТК 1.3 «Электричество и магнетизм» (8 октября 2020 г.);

семинар KOOMET для председателей ТК по обмену опытом работы с KCDB 2.0 (26 января 2021 г.);

семинар «Роль неопределённости измерения в решениях об оценке соответствия в законодательной метрологии» (6 апреля 2021 г.);

семинар «KOOMET – 30 лет» (15 июня 2021 г.).

Важным условием эффективности деятельности KOOMET является сотрудничество по всем направлениям деятельности. Совместно реализуемые проекты сотрудничества образуют Рабочую программу KOOMET; в настоящее время в Рабочей программе содержится 154 темы.

Более 60 % общего числа проектов KOOMET составляет тематика сотрудничества в области эталонов и реализации Соглашения о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых НМИ (CIPM MRA): ключевые, дополнительные или

пилотные сличения (совокупность всех тем по сличениям формирует Программу сличений KOOMET (COOMET P2), утверждаемую ежегодно Президентом KOOMET). Программа сличений также ведётся в онлайн-формате на сайте www.soomet.org. Всего в Программе сличений (по состоянию на 20.06.2021 г.) насчитывается 93 темы, из них по видам измерений: акустика, ультразвук, вибрация (AUV) – 5, электричество и магнетизм (EM) – 9, длина (L) – 16, масса и связанные с ней величины (M) – 22, расходомерия (F) – 2, фотометрия и радиометрия (PR) – 16, физикохимия (QM) – 12, ионизирующие излучения и радиоактивность (RI) – 3, термометрия и теплофизика (T) – 6, время и частота (TF) – 2.

В числе организаций, участвующих в сличениях KOOMET, кроме НМИ и назначенных институтов стран-участниц KOOMET, представлены НМИ Бразилии, Великобритании, Ирландии, Монголии, Польши, Саудовской Аравии, США, Таиланда, Чехии, Швейцарии, ЮАР, Южной Кореи, а также Международное агентство по атомной энергии (МАГАТЭ).

По результатам ключевых сличений определяется степень эквивалентности национальных эталонов. Данные о ключевых сличениях публикуются в виде таблиц и диаграмм по каждой измеряемой величине и размещаются в базе данных KCDB, являющейся свободно доступным веб-ресурсом на сайте Международного бюро мер и весов (МБМВ) (KCDB: [сайт]. URL: www.bipm.org/kcdb), а также оформляются в виде научных статей в журнале МБМВ, например [5–9].

Таким образом, НМИ и назначенные институты KOOMET заявляют перечень метрологических услуг – калибровочных и измерительных возможностей (СМС), подтверждаемых выдачей соответствующих сертификатов, которые признаются всеми участниками CIPM MRA.

Страны-участницы KOOMET активно участвуют в формировании базы данных KCDB в части СМС. Доля СМС стран-участниц KOOMET, опубликованных в KCDB и признанных на международном уровне, составляет 30 %. Непосредственно через KOOMET СМС представляют Азербайджан, Беларусь, Грузия, Казахстан, Куба, Россия, Узбекистан и Украина. Болгария, Германия, Словакия, Босния и Герцеговина, Молдова, Литва, Румыния, Турция представляют СМС через EURAMET, Китай – через APMP.

По состоянию на 20 июня 2021 г. в KCDB опубликовано 7624 СМС-строки стран-участниц KOOMET, из них 2691 СМС-строка стран, представляющих их через KOOMET. Следует отметить, что такие страны-участницы KOOMET, как Россия, Китай и Германия, по количеству опубликованных в KCDB СМС уверенно занимают первую тройку мест среди стран-участниц Соглашения CIPM MRA (текущая ситуация о количестве опубликованных СМС стран-участниц KOOMET отражена в табл. 5).

Экспертизу СМС, а также планирование и координацию региональных сличений обеспечивает Объединённый комитет по эталонам, который взаимодействует с Форумом качества, отвечающий за оценку СМК НМИ и назначенных институтов. Среди публикаций РМО, регулирующих деятельность KOOMET в рамках Соглашения CIPM MRA, следует отметить следующие рекомендации:

Таблица 5

Распределение СМС по странам-участницам KOOMET

Страна	СМС-строки	Страна	СМС-строки
Азербайджан	31	Куба	113
Беларусь	296	Литва	73
Болгария	222	Молдова	76
Босния и Герцеговина	74	Россия	1802
Германия	1579	Румыния	232
Грузия	62	Словакия	379
Казахстан	79	Турция	591
Китай	1717	Украина	308

COOMET R/GM/7:2021 «Процедура проведения внутрирегиональной экспертизы калибровочных и измерительных возможностей НМИ и назначенных институтов KOOMET и межрегиональной экспертизы калибровочных и измерительных возможностей НМИ и назначенных институтов других РМО»;

COOMET R/GM/11:2021 «Положение о сличениях эталонов НМИ и назначенных институтов KOOMET»;

COOMET R/GM/12:2021 «Правила ведения Программы сличений KOOMET»;

COOMET R/GM/14:2016 «Руководство по оцениванию данных ключевых сличений KOOMET»;

COOMET R/GM/19:2016 «Руководство по оцениванию данных дополнительных сличений KOOMET»;

COOMET R/AQ/9:2019 «Рекомендации по оценке систем менеджмента качества НМИ и назначенных институтов»;

COOMET R/AQ/13:2019 «Порядок и процедура оценки систем менеджмента качества НМИ и назначенных институтов».

Эффективное функционирование в институтах СМК является наряду со сличениями важным критерием доверия к СМС. Форум качества как СОК создан в 2002 г. Главным направлением его деятельности является координация действий KOOMET по развитию СМК, а также достижение согласованности в понимании требований стандартов ИСО/МЭК 17025, ИСО 17034 и их внедрение в НМИ и назначенных институтах стран-участниц KOOMET.

Информация о признанных в рамках KOOMET СМК НМИ и назначенных институтах стран-участниц KOOMET приведена в табл. 6, 7.

В 2021 г. реализован принципиально новый алгоритм внешних проверок СМК тех НМИ и назначенных институтов России, Казахстана, Беларуси и Украины, у которых истекли сроки действия свидетельств KOOMET о признании: проведены гибридные проверки, предполагающие посещение институтов аудитором KOOMET и одним-двумя техническими

Таблица 6

Свидетельства KOOMET о признании СМК на соответствие требованиям ISO/IEC 17025

НМИ / Назначенный институт	Свидетельство о признании	Дата выдачи	Срок действия	Виды измерений
ВНИИМ (Россия)	QSF-R79	04.03.2021	04.03.2026	AUV, EM, L, RI, T, M, QM
ВНИИОФИ (Россия)	QSF-R76	04.03.2021	04.03.2026	PR, QM
ВНИИФТРИ (Россия)	QSF-R78	04.03.2021	04.03.2026	AUV, EM, RI, T, M, QM, TF
ВНИИМС (Россия)	QSF-R75	04.03.2021	04.03.2026	L, EM
БелГИМ (Беларусь)	QSF-R70	20.11.2020	01.10.2021	AUV, EM, RI, T, M, QM, TF, L, PR
ННЦ «ИМ» (Украина)	QSF-R68	27.02.2020	01.10.2021	EM, RI, T, M, TF, L, PR
ГП «Укрметрестандарт» (Украина)	QSF-R69	27.02.2020	01.10.2021	AUV, EM, M, L, PR, QM
ГП «НДИ «Система» (Украина)	QSF-R72	20.11.2020	15.02.2022	AUV
ИНИМЕТ (Куба)	QSF-R67	20.11.2020	04.10.2023	M, L, QM, T, TF
ЦЕНТИС-ДМР (Куба)	QSF-R66	20.11.2020	04.10.2023	RI
ЦПХР (Куба)	QSF-R65	20.11.2020	04.10.2023	RI
ГП «Ивано-Франковскстандарт метрология» (Украина)	QSF-R73	20.11.2020	04.10.2023	M
КазСтандарт (Казахстан)	QSF-R81	15.04.2021	15.04.2026	M, L, QM, T
НИМ (Молдова) (с 17.07.2019 – реализация СИРМ MRA через EURAMET)	QSF-R52	31.01.2018	31.01.2023	EM, T, RI, M, L, PR
ГеоСТМ (Грузия)	QSF-R74	28.01.2021	04.10.2023	EM, M, T, RI, L
АзМИ (Азербайджан)	QSF-R71	20.11.2020	31.01.2023	T, RI, EM, M

Таблица 7

Свидетельства KOOMET о признании СМК на соответствие требованиям ISO 17034

НМИ/НИ	Свидетельство о признании	Дата выдачи	Срок действия	Виды измерений
ВНИИМ (Россия)	QSF-R80	04.03.2021	04.03.2026	Газы, неорганические растворы, органические растворы, электролитическая проводимость, высокочистые вещества, пищевые продукты, перспективные материалы, покрытия, плёнки и наноматериалы
ВНИИОФИ (Россия)	QSF-R77	04.03.2021	04.03.2026	Неорганические растворы, металлы и сплавы, биологические жидкости и материалы
БелГИМ (Беларусь)	QSF-R59	02.10.2019	01.10.2021	Газы, pH, электролитическая проводимость
ГП «Укрметрестандарт» (Украина)	QSF-R61	02.10.2019	01.10.2021	Газы, pH, электролитическая проводимость
КазСтандарт (Казахстан)	QSF-R60	02.10.2019	15.02.2022	Газы, pH

экспертами; остальные технические эксперты участвовали во внешней проверке путём оценки представленной документации и работы с лабораториями проверяемых институтов в онлайн-режиме с применением видеоконференцсвязи.

Целесообразно также отметить координирующую роль Объединённого комитета по эталонам для всех технических комитетов KOOMET по видам измерений в части:

подготовки и реализации Дорожной карты по выполнению решений, связанных с переопределением основных единиц Международной системы единиц SI (программа COOMET P6/2021);

формирования и реализации плана разработки рекомендаций KOOMET, содержащих требования по проведению калибровки различных групп средств измерений;

разработки программ работы СОК, направленных на реализацию стратегических задач и миссии KOOMET, а также современных задач метрологии, направленных на устойчивое развитие экономики и общества;

разработки рекомендации по обеспечению прослеживаемости результатов измерений/эталонов в KOOMET (тема 812/RU/20, координатор – ВНИИМ, Россия) и др.

Под эгидой Объединённого комитета по эталонам стартовал инновационный проект 825/BY/21 «Разработка концепции KOOMET по вопросам цифровизации в области метрологии» (данная тематика актуальна для всего международного сообщества, что особенно ярко проявилось в условиях пандемии). В ходе реализации данной темы предлагается разработать концепцию применения цифровых технологий в области метрологии, охватывающую следующие аспекты:

применение цифровых сертификатов калибровки;

применение данных FAIR;

использование цифровых технологий в деятельности KOOMET;

использование облачных технологий в области метрологии в странах-участниках KOOMET;

формирование единых подходов к созданию и ведению национальных информационных фондов в области обеспечения единства измерений в странах KOOMET.

В рамках KOOMET активно развивается сотрудничество в области стандартных образцов (СО) состава и свойств веществ и материалов, важность которого обусловлена ролью СО в системе метрологического обеспечения производства, испытаний продукции и материалов, составляющих значительную часть в общем объёме производства и экспортно-импортных поставок продукции. Созданные в рамках совместных проектов РМО СО KOOMET можно беспрепятственно применять в странах-участниках без дополнительных исследований при экономическом и научно-техническом сотрудничестве [10]. В настоящее время реестр и база данных СО KOOMET содержат сведения о 117 типах СО.

Сотрудничество в области законодательной метрологии координируется ТК 2 и основывается на актуальной информации о современных принципах и подходах, международных и европейских нормах и правилах по метрологии в данной области. Тематика сотрудничества по законодательной метрологии охватывает достаточно широкий круг проблем

гармонизации национальных требований стран KOOMET в области законодательной метрологии.

На 31-м заседании Комитета KOOMET (2021 г.) утверждена Программа работ ТК 2 «Законодательная метрология» на 2021–2023 гг., значительную часть которой составляют темы по переводу публикаций Международной организации законодательной метрологии (МОЗМ) на русский язык, в частности предусматривается перевод OIML D 1:2020, ILAC-G24/OIML D 10:2007, OIML D 11:2013, OIML D 30:2020, OIML D 31:2019, OIML D 32:2018, OIML D 33:2019, OIML R 75-3:2006, OIML R 125:1998, OIML R 137-1/2:2012, OIML R 137-3:2014, OIML G 14:2011.

В настоящее время на сайте МОЗМ реализована ссылка на Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений России – ФГИС «Аршин» (в части предоставления заинтересованным пользователям информации о версиях публикаций на русском языке) (ФГИС «Аршин: [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>). Переводы, выполненные в рамках тем KOOMET, уже публикуются в указанном фонде (например, OIML B 18:2018, OIML G 1-106:2012, OIML R 87:2016, OIML R 79:2015, OIML G 21:2017 и др.). Подготовленные в рамках KOOMET переводы в дальнейшем можно использовать при разработке рекомендаций KOOMET и/или внедрять в работу стран-участниц KOOMET путём издания национальных нормативно-правовых актов или национальных стандартов.

Также в рамках ТК 2 реализуются следующие темы KOOMET:

716/BY-a/17 «Разработка правил установления межповторных и межкалибровочных интервалов средств измерений, используемых в сфере законодательной метрологии» (координатор – БелГИМ, Беларусь);

797/BY/19 «Анализ подходов к метрологическому обеспечению средств измерений медицинского назначения» (координатор – БелГИМ, Беларусь);

827/RU/21 «Перевод Брошюры UNIDO-OIML «Сертификация средств измерений» (координатор – ВНИИМС, Россия);

844/UA/21 «Формирование перечня принятых правил, руководств, рекомендаций в области законодательной метрологии других региональных организаций по законодательной метрологии, представляющих интерес для стран KOOMET, и согласование возможности их применения в странах-участниках KOOMET» (координатор – ГП «Укрметртестстандарт», Украина) и др.

Деятельность KOOMET в области информации и обучения традиционно осуществляется в рамках двух направлений: через деятельность Секретариата KOOMET (в части ведения информационных ресурсов, подготовки отчётов о деятельности KOOMET, координации работ по актуализации публикаций KOOMET, обеспечение связей с общественностью) и ТК 4 «Информация и обучение. Так, среди прикладных задач ТК 4 следует выделить работы, связанные с обеспечением реализации Соглашения CIPM MRA в рамках KOOMET (например, в части разработки программного обеспечения для ведения Программы сличений KOOMET в онлайн режиме); важное значение для участников сотрудничества имеют разработанные ВНИИФТРИ (Россия) базы данных по темам KOOMET и СО KOOMET и др.

ТК 4 также отвечает за определение потребностей и ресурсов, координацию работ и поддержку деятельности по наращиванию потенциала в области обучения и передачи знаний, организацию и проведение обучающих мероприятий под эгидой KOOMET. Эта деятельность регулируется посредством разработки двухлетних Планов проведения обучающих мероприятий KOOMET. За всю историю деятельности ТК 4 было организовано и проведено более 100 обучающих мероприятий как силами ТК 4, так и совместно с другими СОК и Секретариатом KOOMET.

На 31-м заседании Комитета KOOMET (2021 г.) утверждена Программа работ ТК 4 на 2021–2023 гг., предусматривающая среди прочего выполнение следующих работ:

разработка внутренней процедуры оценки потребностей в обучении и планирования обучающих мероприятий в рамках KOOMET (тема 829/UA/21, координатор – ННЦ «Институт метрологии», Украина);

формирование перечня основополагающих документов по метрологии международных метрологических организаций, требующих переводов на русский язык, и подготовка плана (графика) их переводов;

разработка методологии организации и проведения интерактивного/электронного обучения посредством веб-ресурсов KOOMET и подготовка предложений по тематике данного обучения;

проведение опроса о потребностях НМИ стран-участниц KOOMET в обучении в формате стажировок и о возможностях их проведения в НМИ стран-участниц KOOMET и др.

Большое внимание в KOOMET уделяется подготовке и повышению квалификации специалистов-метрологов. За годы сотрудничества выросло целое поколение KOOMETовцев, сложился опытный, высокопрофессиональный коллектив. Это и те, кто стоял у истоков создания, и совсем молодые участники. С 2005 г. раз в два года проводится Международный конкурс «Лучший молодой метролог KOOMET» (IX Международный конкурс состоялся в онлайн формате 21–22 апреля 2021 г.).

Все годы KOOMET строит работу в тесном взаимодействии с международными и региональными метрологическими организациями. KOOMET является членом Объединённого комитета региональных метрологических организаций и МБМВ (JCRB) и поддерживает тесные связи с МОЗМ в соответствии с подписанным в 1993 г. Соглашением с МБЗМ. Продолжается сотрудничество KOOMET с международными (МКМВ, МБМВ, МОЗМ) и региональными (AFRIMETS, APMP, EURAMET, WELMEC, SIM, GULFMET) метрологическими организациями, направленное на укрепление деловых контактов. Так, в апреле 2018 г. с EURAMET подписан Меморандум о взаимопонимании, главная цель которого – усиление взаимодействия двух организаций и содействие участию членов KOOMET в европейских программах метрологических исследований, а на 55-м заседании Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации стран СНГ, прошедшем в июне 2019 г., подписан актуализированный Протокол о сотрудничестве и взаимодействии между KOOMET и Межгосударственным советом

по стандартизации, метрологии и сертификации в области метрологии.

KOOMET сегодня – активный участник международного метрологического сообщества, который способствует обеспечению единства измерений в Евро-Азиатском регионе и содействует развитию национальных метрологических инфраструктур стран-участниц в соответствии с международными требованиями.

Заключение. Основные результаты деятельности KOOMET, как официально признанной РМО и региональной организации по законодательной метрологии, свидетельствуют о том, что KOOMET проводит большую практическую работу по многим направлениям сотрудничества и является форумом для метрологов Евро-Азиатского региона и других регионов, государственные метрологические учреждения которых входят в KOOMET.

Сотрудничество в KOOMET и полученные результаты позволяют странам-участницам успешно решать метрологические проблемы, возникающие перед национальной экономикой в условиях глобализации рынка, что необходимо для упрощения и ускорения международного обмена товарами и услугами.

Список литературы

1. Белоцерковский В. И., Горшков Б. П. KOOMET – 15 лет сотрудничества (история создания и результаты деятельности Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений) // Законодательная и прикладная метрология. 2006. № 3. С. 58–62.
2. Белоцерковский В. И., Горшков Б. П. 20 лет KOOMET – измеряем вместе для лучшего будущего // Законодательная и прикладная метрология. 2011. № 3. С. 7–12.
3. Гуревич В. Л., Ляхова Н. Д. Результаты деятельности Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений в формате видеоконференций в условиях пандемии // Измерительная техника. 2020. № 12. С. 58–63.
4. Ляхова Н. 29-е заседание Комитета KOOMET (Дрезден, Германия, 3–4 апреля 2019) // Бюллетень МОЗМ. 2019. Т. LX. № 3. С. 12–13.
5. Khlevnoy B., Tarasova O., Scums D., Gorshkova T., Ivashin E., Krempasky M., Kupko A., Vyrodova N., Woolliams E., *Metrologia*, 2020, vol. 57, 02002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/02002>
6. Carroll P., Chelidze Iu., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 03004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/03004>
7. Aslanyan A., Aslanyan E., Oboznyi E., Galat E., Dovzhenko Ya., Zhamanbalin M., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 07003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/07003>
8. Mingaleev A. V., Yakovlev A. B., Mickan B., Bardonov A. I., Serediuk D., Stankevicius A., Busuladžić I., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 07026. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/07026>
9. Kravtsov V., Mitiurev A., COOMET supplementary comparison on wavelength for fiber optics, *Metrologia*, 2021, vol. 58, no. 1A, 02002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/02002>

10. Гуревич В. Л. КООМЕТ. В центре внимания – качество измерений // Мир измерений. 2019. № 3. С. 14–20.

References

1. Belotserkovsky V. I., Gorshkov B. P., COOMET – 15 years of cooperation (the history of creation and results of activities of the Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions), *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya [Legal and Applied Metrology]*, 2006, no. 3, pp. 58–62. (In Russ.)
2. Belotserkovsky V. I., Gorshkov B. P., 20 years of COOMET – We measure together for a better tomorrow, *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya [Legal and Applied Metrology]*, 2011, no. 3, pp. 7–12. (In Russ.)
3. Hurevich V. L., Liakhova N. D., *Measurement Techniques*, 2021, vol. 63, no. 12, pp. 1012–1018.
<https://doi.org/10.1007/s11018-021-01885-6>
4. Liakhova N., 29th COOMET Committee meeting (Dresden, Germany, 3–4 April 2019), *OIML Bulletin*, 2019, vol. LX, no. 3, pp. 12–13.
5. Khlevnoy B., Tarasova O., Scums D., Gorshkova T., Ivashin E., Krempasky M., Kupko A., Vyrodova N., Woolliams E., *Metrologia*, 2020, vol. 57, 02002.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/02002>
6. Carroll P., Chelidze Iu., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 03004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/03004>
7. Aslanyan A., Aslanyan E., Oboznyi E., Galat E., Dovzhenko Ya., Zhamanbalin M., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 07003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/07003>
8. Mingaleev A. V., Yakovlev A. B., Mickan B., Bardonov A. I., Serediuk D., Stankevicius A., Busuladžić I., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 07026.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/07026>
9. Kravtsov V., Mitiurev A., COOMET supplementary comparison on wavelength for fiber optics, *Metrologia*, 2021, vol. 58, no. 1A, 02002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/02002>
10. Hurevich V. L., COOMET. Quality of measurements as the focus of attention, *Measurements World*, 2019, no. 3, pp. 14–20. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 24.05.2021; принята к публикации 24.06.2021.

Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне 0–3200 °С ГЭТ 34-2020: практическая реализация нового определения кельвина

Анатолий Иванович Походун^{1✉}, Виктор Маркович Фуксов², Юрий Альфредович Сильд³, Михаил Андреевич Мазанов⁴, Михаил Семенович Матвеев⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия

¹A.I.Pokhodun@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2296-0884>✉

²V.M.Fuksov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9612-6262>

³Y.A.Sild@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

⁴M.A.Mazanov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0340-4196>

⁵M.S.Matveyev@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4423-0161>

Аннотация. Рассмотрены необходимость и пути модернизации Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне 0–3000 °С ГЭТ 34-2007. Освещена проблема перехода на новое определение кельвина. Показано, что новое определение кельвина не влияет непосредственно на статус действующих международных температурных шкал МТШ-90 и ВНТШ-2000, однако предоставляет значительные преимущества для измерения термодинамической температуры ниже 20 К и выше примерно 1300 К. В связи с этим основное направление модернизации ГЭТ 34-2007 в диапазоне 273,15–1235 К связано с совершенствованием методов и средств реализации МТШ-90. В рамках работ по модернизации эталона в диапазоне выше 1235 К создан комплекс аппаратуры, позволяющий воспроизводить кельвин в соответствии с его новым определением двумя методами: абсолютной первичной радиометрической термометрии и относительной первичной радиометрической термометрии. Методы рекомендованы Консультативным комитетом по термометрии Международного бюро мер и весов. Изложены основные принципы реализации этих методов, а также состав и метрологические характеристики утверждённого в 2020 г. ГЭТ 34-2020. Приведены результаты ключевых сличений ГЭТ 34-2020 в диапазоне 273,16–692,477 К, а также результаты измерений температуры ряда высокотемпературных реперных точек и их сопоставление с опубликованными результатами аналогичных измерений ведущих национальных метрологических институтов.

Ключевые слова: международная температурная шкала, термодинамическая температура, компаратор, энергетическая яркость, спектральная полоса, интегрирующая сфера, трэп-детектор, монохроматор

Для цитирования: Походун А. И., Фуксов В. М., Сильд Ю. А., Мазанов М. А., Матвеев М. С. Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне 0–3000 °С ГЭТ 34-2020: практическая реализация нового определения кельвина // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 13–21. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-13-21>

Primary state standard of the temperature in the range from 0 to 3200 °C, GET 34-2020: practical implementation of the new definition of kelvin

Anatolii I. Pokhodun^{1✉}, Viktor M. Fuksov², Iurii A. Sild³, Mikhail A. Mazanov⁴, Mikhail S. Matveyev⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia

¹A.I.Pokhodun@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2296-0884>✉

²V.M.Fuksov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9612-6262>

³Y.A.Sild@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

⁴M.A.Mazanov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0340-4196>

⁵M.S.Matveyev@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4423-0161>

Abstract. The article considers the necessity of ways of modernization the Primary standard of the temperature GET 34-2007. Special attention is paid to the transition to a new definition of kelvin. Taking into account that the new definition of kelvin does not directly affect the status of the current international temperature scales ITS-90 and PLTS-2000, but there are significant advantages for measuring thermodynamic temperatures below 20 K and above ~1300 K, the main focus of the modernization of the GET 34-2007 in the range from 273.15 K to 1235 K was focused on improving the methods and means of implementing the International Temperature Scale ITS-90. As part of the modernization of the Primary standard in the range above 1235 K, a set of equipment has been created that allows the reproduction of kelvin in accordance with its new definition by two methods recommended by the Consultative Committee: the method of absolute primary radiometric thermometry and the method of relative primary radiometric thermometry. The basic principles of the implementation of these methods, composition and metrological characteristics of the Primary standard are described. The results of key comparisons of the developed standard in the range from 273.16 K to 692.477 K and the results of temperature measurements of a number of high-temperature fixed points and a comparison of the results with the published results of leading national metrological institutes are presented.

Keywords: international temperature scale, thermodynamic temperature, comparator, radiance, spectral band, integrating sphere, trap detector, monochromator

Введение. На 26-й Генеральной конференции по мерам и весам, состоявшейся 13–16 ноября 2018 г. в Париже, была принята обновлённая Международная система единиц. В ней предусмотрены новые определения четырёх основных единиц (в том числе кельвина) физических величин на основе фундаментальных физических констант. Новое определение кельвина, введённое в практику решением Генеральной конференции по мерам и весам в мае 2019 г., имеет следующую формулировку [1]:

«Кельвин, символ K, является единицей термодинамической температуры. Он определяется путём принятия фиксированного числового значения постоянной Больцмана k , которое должно составлять $1,380649 \cdot 10^{-23}$ и которое выражено в единицах Дж·К⁻¹, что эквивалентно кг·м²·с⁻²·К⁻¹, где килограмм, метр и секунда определяются через h , c и $\Delta\nu_{\text{Cs}}$ ».

Здесь h – постоянная Планка; c – скорость света в вакууме; $\Delta\nu_{\text{Cs}}$ – частота цезия, соответствующая переходу между двумя сверхтонкими уровнями невозмущённого основного состояния атома ¹³³Cs. Это определение подразумевает точное значение постоянной Больцмана $k = 1,380649 \cdot 10^{-23}$ Дж·К⁻¹.

В пользу нового определения единицы температуры были высказаны следующие аргументы [2]:

новое определение кельвина делает его независимым от какой-либо материальной субстанции, технической реализации, а также температуры или температурного диапазона. В частности, новое определение будет совершенствовать температурные измерения в диапазоне, далёком от тройной точки воды;

установление точного значения постоянной Больцмана k важно не только для метрологии, но и для науки в целом. При этом погрешность измерения термодинамической температуры не будет существенной;

новое определение кельвина через постоянную Больцмана не требует замены МТШ-90 более совершенной температурной шкалой, но и не препятствует такой замене;

в долгосрочной перспективе можно постепенно совершенствовать температурную шкалу с целью уменьшения неопределённости и расширения температурных диапазонов без дорогостоящих издержек и неудобств, которые возникали при сменах предшествующих шкал.

Следствием переопределения кельвина является необходимость модернизации отечественных государственных эталонов единицы температуры с целью обеспечения воспроизведения кельвина в соответствии с его новым определением.

По оценкам рабочей группы TG-SI Консультативного комитета по термометрии МБМВ новое определение кельвина не влияет непосредственно на статус действующих международных температурных шкал МТШ-90 и ВНТШ-2000 и позволяет измерять термодинамические температуры менее 20 K и более примерно 1300 K – в областях, где первичные термометры могут обеспечить неопределённость, меньшую неопределённости МТШ-90 [2]. Учитывая эту оценку рабочей группы TG-SI, при модернизации Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне 0–3000 °С ГЭТ 34-2007 основное внимание уделено измерению температур более 1235 K с использованием методов первичной термометрии. В диапазоне 273,15–1235 K не требуется каких-либо принципиальных изменений состава ГЭТ 34-2007, так как в обозримом будущем действующая МТШ-90 сохранит статус [2].

В настоящее время возрастают требования отечественной науки и промышленности к точности и расширению диапазона измерений температуры. Анализ метрологических характеристик наиболее точных рабочих средств измерений (СИ), производимых в Российской Федерации и за рубежом, показал, что в течение последних 15–20 лет точность СИ температуры, зарегистрированных в Госреестре СИ, увеличилась в 1,5–2 раза. Развитие критических технологий, в частности, технологий создания материалов для гиперзвуковых летательных аппаратов, подразумевает обеспечение возможности измерения температур значительно выше 3000 °С.

Таким образом, при модернизации ГЭТ 34-2007 особое внимание уделялось обеспечению возможности воспроизведения кельвина в соответствии с его новым определением в диапазоне 1235–3473 K, а также решалась задача повышения точности эталона в диапазоне 273,15–1235 K.

Состав и описание комплекса аппаратуры ГЭТ 34-2020, реализующей воспроизведение единицы температуры в диапазоне 273,15–1235 K. Состав эталона в диапазоне

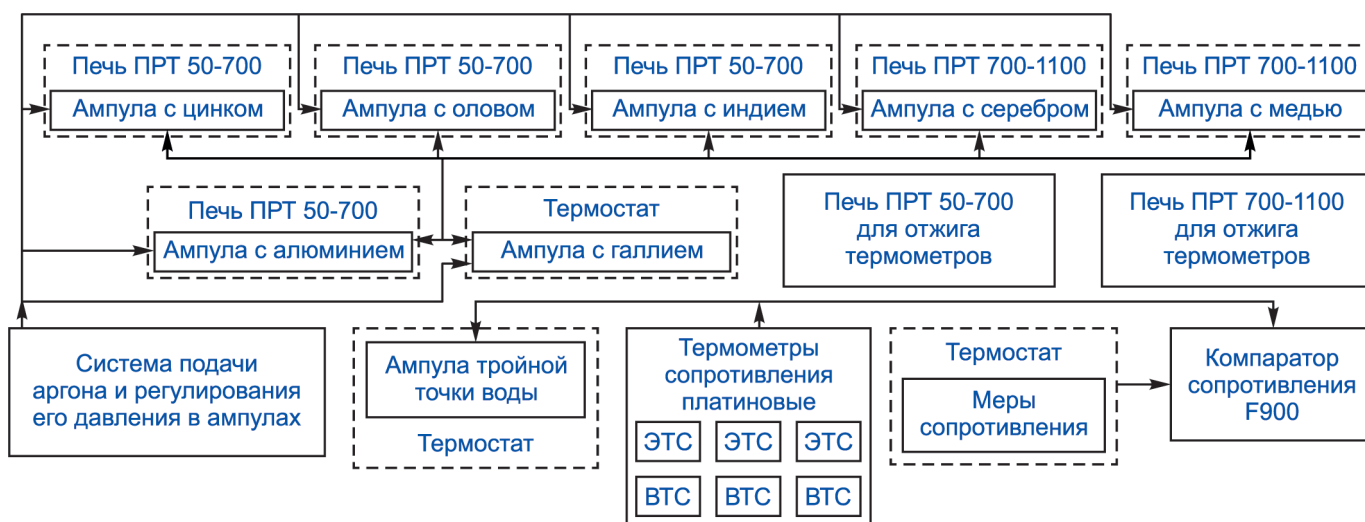


Рис. 1. Состав и структурная схема ГЭТ 34-2020, реализующего Международную температурную шкалу в диапазоне 273,16–961,78 К; ЭТС, ВТС – эталонные термометры сопротивления платиновые и высокотемпературный платиновый соответственно

Fig. 1. Structure and block diagram of the primary standard that realizes the International temperature scale in the range 273.16–961.78 K; SPRT, HTPT – standard platinum resistance thermometer and high-temperature standard platinum resistance thermometer respectively

273,15–961,78 К определяется положением о МТШ-90 [3]. Для воспроизведения МТШ-90 в диапазоне 273,15–1235 К в состав ГЭТ 34-2020 входят следующие основные устройства:

- три эталонных платиновых термометра сопротивления ЭТС-25, для диапазона температуры 273,15–933,473 К;

- три эталонных высокотемпературных платиновых термометра сопротивления (ВТС) для диапазона температуры 933,473–1234,93 К;

- комплекс аппаратуры для воспроизведения реперных точек температурной шкалы МТШ-90 в диапазоне 933,473–1234,93 К, содержащий печи ПРТ 50-700, ПРТ 700-1100 и ампулы с чистыми веществами – водой, галлием, индием, оловом, цинком, алюминием и серебром;
- комплекс аппаратуры для измерения сопротивления эталонных термометров: компаратор сопротивления F900 и набор термостатированных эталонных мер сопротивления МС3050Т.

В состав ГЭТ 34-2020 также входят следующие вспомогательные устройства:

- печь ПРТ 50-700 для отжига термометров в диапазоне 50–700 °С;

- печь ПРТ 700-1100 для отжига термометров в диапазоне 700–1100 °С;

- калибратор мостов, используемых для измерения сопротивления.

На рис. 1 показана структурная схема модернизированного комплекса аппаратуры из состава ГЭТ 34-2020, предназначенной для воспроизведения МТШ-90 в диапазоне 273,15–1235 К.

В процессе совершенствования комплекса аппаратуры эталона ГЭТ 34-2007, воспроизводящего единицу температуры в диапазоне 0–961,78 °С, были решены следующие задачи:

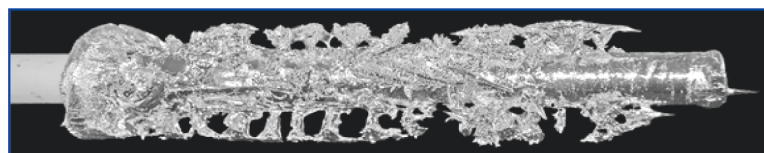


Рис. 2. Структура границы раздела твёрдой и жидкой фаз для индия после её инициирования

Fig. 2. Structure of the interface between the solid and liquid phases for Indium after its initiation

уменьшена случайная составляющая погрешности измерения сопротивления эталонных термометров путём использования оператора кумулятивного среднего, которое позволило существенно увеличить соотношение полезного сигнала к шуму;

исследован метод оценки влияния примесей на температуру фазовых переходов металлов, используемых для реализации реперных точек температурной шкалы МТШ-90 [4, 5]. Метод оценки влияния примесей на температуру фазовых переходов металлов (индия и цинка) предполагает равномерное образование слоя затвердевающего металла и перемещение фронта раздела твёрдой и жидкой фаз металла от наружной поверхности слитка к его центру. Результаты исследования процессов затвердевания индия и цинка показали [6], что реальный процесс кристаллизации может отличаться от модели, используемой для расчёта неопределённостей, обусловленных примесями в металле. Процесс кристаллизации зависит от скорости и метода инициирования начала кристаллизации, а также от ряда других факторов. Вследствие этого фронт раздела фаз может быть неплотным и равномерно перемещаться от наружной поверхности вдоль вертикали слитка к центру (рис. 2). По итогам исследований установлено, что изложенный

в документе [4] метод может быть успешно использован, если при кристаллизации металла добиться, чтобы образование раздела фаз было равномерным вдоль слитка и граница раздела фаз равномерно перемещалась от наружной поверхности слитка к его центру;

существенно уменьшена неоднородность температурного поля в рабочем объёме в результате применения разработанных конструкций печей. Неоднородность температурного поля в рабочем объёме печи является одним из основных факторов, определяющих погрешность реализации реперной точки температурной шкалы и результат градуировки термометра в реперных точках. Неоднородность поля зависит от конструкции печи, вспомогательных устройств, которые влияют на конфигурацию температурных полей вокруг ампулы с металлом и вдоль погружаемой части эталонного термометра.

На основе расчёта теплофизических моделей и экспериментальных исследований АО НПП «Эталон» (Омск) совместно с ВНИИМ им. Д. И. Менделеева созданы печи ПРТ 50-700, обеспечивающие возможность формирования в их рабочем пространстве температурных полей, необходимых для уменьшения неопределённости воспроизведения реперных точек МТШ-90 и неопределённости градуировки эталонных термометров.

На рис. 3 показаны возможности изменения конфигурации температурного поля в рабочем объёме печи с применением регуляторов температуры. Конфигурация температурного поля в ампуле оценивалась путём измерения температуры затвердевания цинка

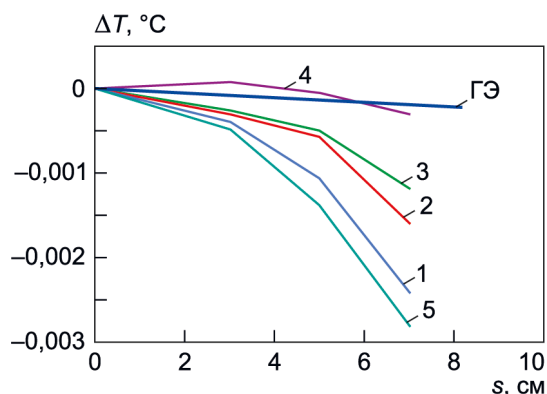


Рис. 3. Исследование возможностей регулирования температурного поля в рабочем объёме печи при пяти реализациях фазового перехода цинка: температурное поле по высоте канала ампулы при настройках перепада температуры на нижнем и верхнем охранных нагревателях $-2,0$ и $+4,0$ °C (1); $-2,2$ и $+4,4$ °C (2); $-2,4$ и $+5,2$ °C (3); $-2,6$ и $+5,5$ °C (4); $-2,6$ и $+6,2$ °C (5); ГЭ – гидростатический эффект; s – расстояние от чувствительного элемента термометра до дна ампулы

Fig. 3. Study of the possibilities of regulating the temperature field in a furnace working volume during realization of the zinc phase transition 1–5 – temperature field by height of thermometer well at different settings of the temperature drop of heaters

на различном расстоянии от чувствительного элемента термометра до дна ампулы. Пять реализаций фазовых переходов (затвердеваний) осуществлялись в печи ПРТ 50-700, имеющей три управляемых нагревателя, при пяти разных настройках верхнего и нижнего охранных нагревателей. Измерялось температурное поле по высоте канала ампулы при настройках перепада температуры на нижнем и верхнем нагревателях $-2,0$ и $+4,0$ °C; $-2,2$ и $+4,4$ °C; $-2,4$ и $+5,2$ °C; $-2,6$ и $+5,5$ °C; $-2,6$ и $+6,2$ °C соответственно. Для иллюстрации возможностей печи на рис. 3 показана теоретическая зависимость температуры затвердевания цинка от гидростатического давления столба металла – гидростатический эффект.

Воспроизведение единицы температуры в диапазоне 1235–3473 К. В диапазоне выше температуры затвердевания серебра (1235 К) Консультативным комитетом по термометрии рекомендованы два метода измерения термодинамической температуры, которые могут быть использованы для воспроизведения единицы температуры в соответствии с ее новым определением [1]: абсолютная

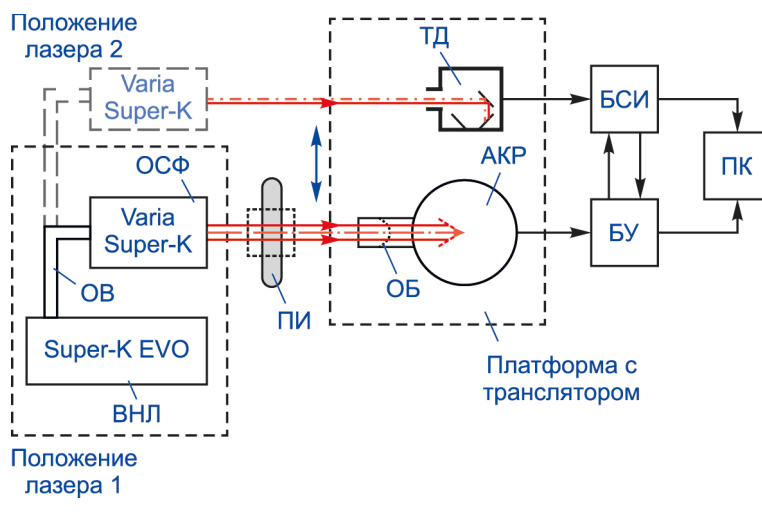


Рис. 4. Схема измерения спектральной чувствительности трэп-детектора при двух положениях лазера:

1 – измерение мощности излучения лазера Super-K EVO, применяемого с акустооптическим фильтром Varia Super-K; 2 – измерение спектральной чувствительности трэп-детектора к мощности падающего излучения; АКР – абсолютный криогенный радиометр; БСИ – блок средств измерений; БУ – блок управления; ВНЛ – высокостабильный непрерывный лазер; ОБ – окно Брюстера; ОВ – оптическое волокно; ОСФ – акустооптический спектральный фильтр; ПИ – поляризатор излучения; ПК – персональный компьютер; ТД – трэп-детектор

Fig. 4. Scheme for the spectral sensitivity measuring of trap-detector for laser position 1, 2:

1 – measurement of the radiation power of the Super-K EVO laser with using an acousto-optical filter; 2 – measuring the spectral sensitivity of trap-detector to the power of the incident radiation; CR – cryogenic radiometer; CMI – cluster of measuring instruments; CB – control block; HSCL – high stability continuous laser; BW – brewster window; OF – optical fiber; AOF – acousto-optical filter; P – polarizer; PC – personal computer; TD – trap-detector

первичная радиометрическая термометрия, основанная на измерении мощности теплового излучения; относительная первичная радиометрическая термометрия, на базе высокотемпературных реперных точек.

Реализации прямого метода измерения термодинамической температуры. В основе прямого метода лежит закон Планка, устанавливающий связь между термодинамической температурой T и спектральной плотностью энергетической яркости теплового излучения $L(\lambda, T)$ на длине волны λ :

$$L(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi \lambda^5 n^2} \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T n}\right) - 1 \right]^{-1},$$

где $c_1 = 2hc^2 = 1,91042972 \cdot 10^{-16} \text{ В} \cdot \text{м}^2$;

$c_2 = hc/k = 0,014387768 \text{ м} \cdot \text{К}$ – первая и вторая радиационные постоянные; n – показатель преломления воздуха.

Для измерения энергетической яркости используется трэп-детектор (ТД), функция преобразования которого имеет вид

$$I_{\text{ТД}} = K \int_0^\infty S(\lambda) L(\lambda, T) d\lambda,$$

где K – коэффициент, учитывающий все оптические, геометрические, электрические и другие влияющие на измеренный фототок факторы; $S(\lambda)$ – спектральная чувствительность ТД к мощности теплового потока.

Таким образом, энергетическая яркость может быть определена на основе результатов измерений тока ТД и его спектральной чувствительности к яркости. На рис. 4 представлена схема измерения спектральной чувствительности ТД, которая определяется по измеренным значениям тока, инициированного лазерным излучением. Мощность лазерного излучения измеряется абсолютным криогенным радиометром АКР Cryorad III (L-1 Standards and Technology, Inc., США) при положении лазера 1 (см. рис. 4).

В качестве источника лазерного излучения используется высокостабильный непрерывный лазер ВНЛ Supercontinuum SuperK EVO-04 (NKT Photonics Inc, США) совместно с акустооптическим спектральным фильтром АОСФ SuperK VARIA (NKT Photonics Inc, США) с регулируемой мощностью, а также с перестраиваемыми длиной волны и шириной спектральной полосы излучения. Излучение лазера проходит через поляризатор излучения ПИ и окно Брюстера ОБ на чувствительную площадку АКР, после чего измеряется значение мощности падающего лазерного излучения. Далее платформа с транслятором переводится в положение 2, после чего лазер ВНЛ визируется на центр входной диафрагмы ТД. Затем ТД калибруется по спектральной чувствительности к потоку излучения, выраженной в единицах измерения [А/Вт].

Измерение термодинамической температуры абсолютно чёрного тела (АЧТ) прямым методом реализуется путём компарирования спектральных энергетических яркостей исследуемого АЧТ и специального источника излучения. Специальный источник представляет собой интегрирующую сферу,

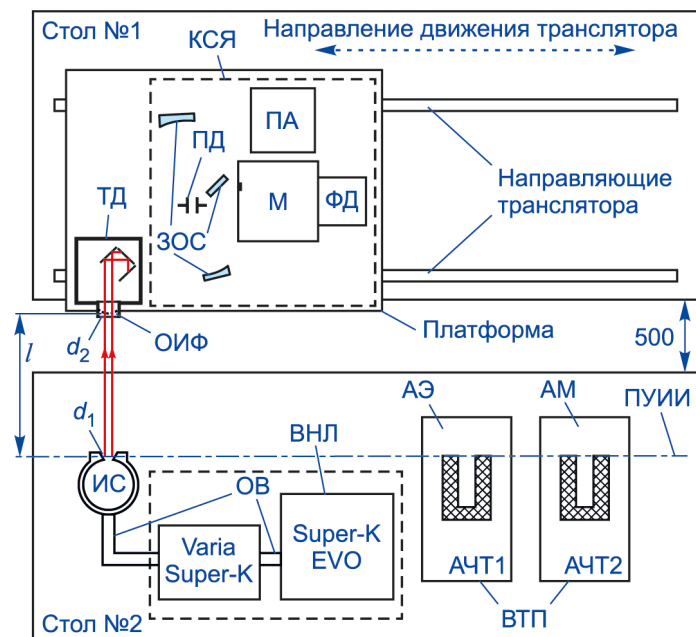


Рис. 5. Измерение фототока трэп-детектора, вызванного потоком излучения в телесном угле, который определяется диафрагмами на выходе интегрирующей сферы и на входе трэп-детектора:

АМ, АЭ – ампулы соответственно с металлом и эвтектикой; АЧТ1, АЧТ2 – абсолютно-чёрные тела; ВТП – высокотемпературная печь; ЗОС – зеркальная оптическая система; ИС – интегрирующая сфера; КСЯ – компаратор спектральных яркостей; М – монохроматор; ОИФ – оптический интерференционный фильтр; ПА – пико-амперметр; ПД – промежуточная диафрагма; ПУИИ – плоскость установки источников излучения; ФД – фотодиод; d_1 , d_2 – диафрагмы; остальные обозначения те же, что на рис. 4

Fig. 5. Measurement of the trap-detector photocurrent that is caused by the radiation flux limited by solid angle determined by diaphragms at exit of an integrating sphere and at entrance of trap-detector:

CWM – cell with metal; EC – eutectic cell; BB1, BB2 – black bodies; HTF – high temperature furnace; OMC – optical mirror system; IS – integrating sphere; SBC – spectral brightness comparator; M – monochromator; OIF – optical interference filter; PA – pico-ammeter; IA – intermediate aperture; IPRS – installation plane of radiation source; PD – photodiode; d_1 , d_2 – aperture; the other symbols are the same as in fig. 4

вход которой соединён с выходным отверстием акустооптического туннельного фильтра. Интегрирующая сфера формирует на выходе поток, близкий к ламбертову излучению.

Для определения энергетической яркости излучения сферы измеряют ток ТД, освещённого излучением интегрирующей сферы в определённом телесном угле. Для формирования известного телесного угла и дальнейшего определения геометрического фактора применяются прецизионные диафрагмы диаметрами 4 и 8 мм, которые устанавливаются на входную апертуру трэп-детектора и переднюю плоскость корпуса интегрирующей сферы соответственно. Для минимизации паразитной засветки между интегрирующей сферой и ТД устанавливается специальная бленда.

После юстировки системы «интегрирующая сфера – ТД» рассчитывается геометрический фактор g по формуле

$$g = 2\pi r_1 r_2 \left[r_1^2 + r_2^2 + d^2 + \sqrt{(r_1^2 + r_2^2 + d^2)^2 - 4r_1^2 r_2^2} \right]^{-1},$$

где r_1, r_2 – радиусы диафрагм, установленных соответственно на интегрирующей сфере и ТД; d – расстояние между диафрагмами.

Схема измерения фототока ТД показана на рис. 5. Фототок вызван световым потоком в телесном угле, определяемом двумя прецизионными диафрагмами d_1, d_2 на выходе интегрирующей сферы и на входе ТД соответственно. В свою очередь на ТД устанавливается оптический интерференционный фильтр ОИФ с известными спектральными характеристиками ($\lambda_0 = 650$ нм, полная ширина полумаксимума 20 нм). Для устранения влияния темнового тока измеряют фототок $I_{ТД}$ трэп-детектора, освещённого излучением интегрирующей сферы, а затем измеряют фототок при выключенном лазере $I_{в.л.}$. За полезный сигнал I принимают разность этих измеренных значений: $I = I_{ТД} - I_{в.л.}$.

Используя итерационный алгоритм Ньютона-Рафсона, вычисляют термодинамическую температуру, соответствующую яркости

$$T_{i+1} = T_i + \left\{ \left[I - K \int_0^\infty S(\lambda) L(\lambda, T) d\lambda \right] \left[\frac{c_2}{T_i^2} K \right]^{-1} \times \right. \\ \left. \times \int_0^\infty S(\lambda) L(\lambda, T) \left\{ n\lambda \left[1 - \exp\left(-\frac{c_2}{n\lambda T_i}\right) \right] \right\}^{-1} d\lambda \right\}.$$

По рассчитанному значению термодинамической температуры, соответствующему спектральной энергетической яркости интегрирующей сферы, измеряется термодинамическая температура излучателя АЧТ, схема измерения приведена на рис. 6. Измерения выполняют путём компарирования спектральных энергетических яркостей АЧТ и интегрирующей сферы [9]. Для этого зеркальная оптическая система ЗОС компаратора спектральных яркостей КСЯ, входящего в состав эталона, визируется на входную диафрагму интегрирующей сферы ИС, и в положении платформы 1 пикоамперметром ПА измеряется фототок, инициированный излучением ИС. Далее платформа переводится в положение 2, ЗОС визируется на входную диафрагму ампулы с эвтектическим сплавом металла АЭ или ампулы с чистым металлом АМ, расположенных в высокотемпературной печи ВТП моделей АЧТ1, АЧТ2. Излучение измеряемой ампулы фокусируется ЗОС на входную щель монохроматора М, затем попадает на чувствительную площадку фотодиода ФД, и с помощью ПА измеряется фототок.

С учётом результатов измерений токов фотодиода компаратора рассчитывается термодинамическая температура исследуемого излучателя АЧТ:

$$T_{АЧТ} = c_2 \left\{ \lambda \ln \left(K_i^{\text{отн}} \frac{i_{\text{сф}}}{i_{\text{АЧТ}}} \right) \left[\exp \left(\frac{c_2}{\lambda T_{\text{сф}}} \right) - 1 \right] + 1 \right\}^{-1},$$

где $\lambda = (\lambda_1 + \lambda_2)/2$, λ_1, λ_2 – соответственно верхняя и нижняя границы пропускания монохроматора компаратора спектральных яркостей; $K_i^{\text{отн}}$ – коэффициент, учитывающий отличие спектральных распределений мощности излучения интегрирующей сферы и АЧТ при заданном значении термодинамической температуры; $i_{\text{сф}}$, $i_{\text{АЧТ}}$ – токи фотодиода, инициируемые излучением интегрирующей сферы и модели АЧТ соответственно; $T_{\text{сф}}$ – температура, соответствующая яркости излучения интегрирующей сферы.

Реализация метода относительной первичной термометрии. В основе метода относительной первичной термометрии лежит использование высокотемпературных реперных точек, в качестве которых используют температуры фазовых переходов эвтектических сплавов

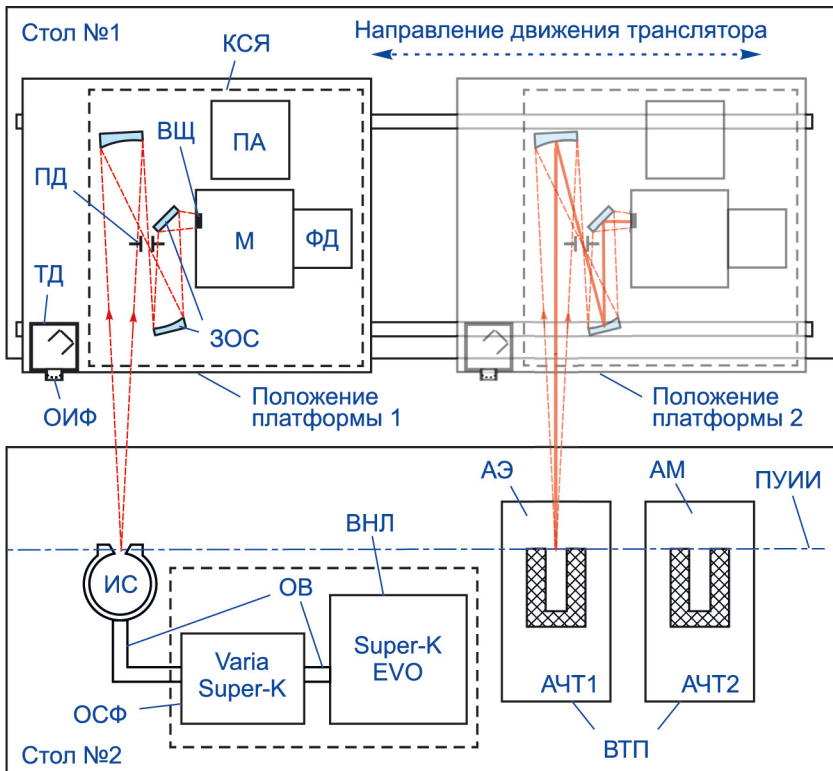


Рис. 6. Схема измерения токов фотодиода компаратора, инициированных излучениями сферы и абсолютно-чёрного тела: ВЩ – входная щель монохроматора; остальные обозначения те же, что на рис. 4, 5

Fig. 6. Circuit for measure the comparator photodiode current initiated by an integrating sphere radiation and by the blackbody radiation: EAM – entrance aperture of the monochromator; the other symbols are the same as in fig. 4, 5

металл-углерод (Me-C) [10, 11]. Значения термодинамической температуры фазовых переходов, т. е. реперных точек, и их неопределённости должны быть определены прямым методом. Исследования, выполненные в ведущих национальных метрологических институтах, в том числе во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, показали, что воспроизводимость высокотемпературных реперных точек может быть высокой, почти сравнимой с воспроизводимостью реперных точек на основе чистых металлов.

В состав эталона ГЭТ 34-2020 входит комплекс аппаратуры для реализации метода относительной первичной термометрии, состоящий из следующих устройств.

1. Два высокотемпературных излучателя, в полости которых помещаются ячейки в виде моделей АЧТ. Ячейки заполнены эвтектиками Me-C, в центре ячейки расположена излучающая полость с диафрагмой. В состав эталона входят ячейки с чистыми металлами (серебром и медью), а также ячейки с высокотемпературными эвтектическими сплавами кобальт-углерод (Co-C), рений-углерод (Re-C) и карбид вольфрама-углерод (WC-C).

2. Компаратор спектральных яркостей тепловых излучателей, содержащий двойной монохроматор, зеркальную фокусирующую оптическую систему, кремниевый фотоприёмник и систему позиционирования излучателей.

3. Температурные лампы, используемые для передачи единицы температуры, и высокостабильные источники тока для питания ламп.

Термодинамическую температуру $T_{\text{АЧТ}}$ излучателя АЧТ в методе условной первичной термометрии рассчитывают по формуле

$$T_{\text{АЧТ}} = c_2 \left\{ \lambda \ln \left(\frac{I_{\text{РТ}}}{I_{\text{изм}}} \right) \left[\exp \left(\frac{c_2}{\lambda T_{\text{РТ}}} \right) - 1 \right] + 1 \right\}^{-1},$$

где $I_{\text{РТ}}$ – значение фототока компаратора, инициированного излучением ячейки высокотемпературной реперной точки; $I_{\text{изм}}$ – значение фототока, инициированного излучением исследуемого излучателя АЧТ, температура которого измеряется; $T_{\text{РТ}}$ – температура фазового перехода реперной точки.

Метрологические характеристики ГЭТ 34-2020. Диапазон воспроизведения единицы температуры 0–3200 °C. Эталон обеспечивает воспроизведение и передачу единицы со средним квадратическим отклонением (СКО) результата измерений при пяти независимых измерениях. В табл. 1 приведены диапазоны следующих метрологических характеристик ГЭТ 34-2020: СКО; неисключённой систематической погрешности $\delta_{\text{н.с.}}$; суммарной стандартной неопределённости u_{Σ} ; расширенной неопределённости U_p при коэффициенте охвата $k=2$.

Результаты сличений ГЭТ 34-2020 с национальными эталонами других стран. Объективная оценка эквивалентности ГЭТ 34-2020 национальным эталонам ведущих метрологических институтов других стран может быть получена на основе результатов их сличений. В период 2017–2018 гг.

Таблица 1

Метрологические характеристики ГЭТ 34-2020

Диапазон, °C	СКО, °C	$\delta_{\text{н.с.}}$, °C	u_{Σ} , °C	U_p , °C
0–961,78	$(0,03 \dots 1,20) \cdot 10^{-3}$	$(0,04 \dots 1,70) \cdot 10^{-3}$	$(0,04 \dots 1,70) \cdot 10^{-3}$	$(0,08 \dots 3,40) \cdot 10^{-3}$
961,78–3200	0,08...0,80	0,12...1,04	0,094...1,000	0,19...2,00

Таблица 2

Результаты сличений эталонов ВНИИМ и РТВ в реперных точках МТШ-90 в диапазоне 0,010–419,527 °C

Реперная точка	$U_{\Sigma}(\text{FP})$, мК		ΔT , мК, К9-1
	РТВ	ВНИИМ	
Ga	0,27	0,134	–0,02
In	0,86	0,52	0,55
Sn	0,90	0,60	0,55
Zn	1,30	0,92	0,44

Таблица 3

Сравнение результатов измерения термодинамических температур фазовых переходов меди и эвтектик

Металл	$T_{\text{ВНИИМ}}$, К	T , К, ссылка	ΔT , К
Cu	1357,79	1357,77 [3]	0,020
Co-C	1597,23	1597,36 [13]	0,126
Re-C	2746,82	2747,00 [13]	0,184
WC-C	3020,93	3021,00 [14]	0,070

выполнены ключевые сличения Консультативного комитета по термометрии К-9.1, целью которых была оценка эквивалентности эталона единицы температуры ГЭТ 34-2020 ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Сличения подтвердили близость метрологических характеристик национальных эталонов Германии (РТВ) и России. Результаты сличений эталонов в диапазоне 0,010–419,527 °C приведены в табл. 2, где $U_{\Sigma}(\text{FP})$ – расширенная неопределённость реперных точек; ΔT – разность температур, определённых на эталонах РТВ и ВНИИМ [12].

При температурах выше 961,78 °C отсутствовала возможность выполнить сличение модернизированного эталона с другими национальными эталонами, воспроизводящими единицу температуры в соответствии с её новым определением. Поэтому результаты измерений температуры высокотемпературных реперных точек, измеренных модернизированным эталоном ГЭТ 34-2020, сравнили с опубликованными ранее результатами, полученными другими национальными метрологическими институтами.

В табл. 3 представлены значения термодинамической температуры $T_{\text{ВНИИМ}}$ фазовых переходов меди и эвтектик, измеренные прямым методом во ВНИИМ, и опубликованные результаты измерений T , выполненных во ВНИИОФИ (Россия), LNE-CNAM (Франция) и NPL (Великобритания).

Заключение. В результате совершенствования ГЭТ 34-2007 создан и утверждён Приказом Росстандарта от 23.12.2020 г. № 2198 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне 0–3200 °С ГЭТ 34-2020, который содержит комплексы аппаратуры для реализации МТШ-90 в диапазоне 273,15–1235 К и воспроизведения кельвина выше точки затвердевания серебра в соответствии с новым определением кельвина.

Достиженные значения исследованных метрологических характеристик ГЭТ 34-2020, а также результаты международных сличений позволяют утверждать, что созданный в рамках совершенствования ГЭТ 34-2020 обеспечивает потребности науки и промышленности, а его эквивалентность находится на уровне лучших национальных эталонов других стран.

Список литературы

1. *The International System of Units (SI)*, 9th ed., Paris, Bureau International des Poids et Mesures, 2019.
2. Fischer J., Gerasimov S., Hill K. D., Machin G., Moldover M. R., Pitre L., Steur P., Stock M., Tamura O., Ugur H., White D. R., Yang I., Zhang J., Preparative steps towards the new definition of the Kelvin in terms of the Boltzmann constant, *Int. J. Thermophys.*, 2007, vol. 28, no. 6, pp. 1753–1765.
3. Preston-Thomas H., The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrologia*, 1990, vol. 27, no. 1, pp. 3–10.
4. *Guide to the Realization of the ITS-90. Metal Fixed Points for Contact Thermometry*, Consultative Committee for Thermometry under the auspices of the International Committee for Weights and Measures, Paris, Bureau International des Poids et Mesures, Last updated 1 January 2018.
5. Fellmuth B., Hill K. D., Pearce J. V., Peruzzi A., Steur P. P. M., Zhang J., *Guide to the realization of the ITS-90. Fixed points: influence of impurities*, Paris, BIPM, Consultative Committee for Thermometry, 2018, available at: https://www.bipm.org/utis/common/pdf/ITS-90/Guide ITS-90_2_1_Impurities_2018.pdf (accessed: 20/05/2021).
6. Ivanova A. G., Fuksov V. M., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 31. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2168-4>
7. Hartmann J., Anhalt K., Taubert D. R., Hollandt J., Absolute radiometry for the MeP: the irradiance measurement method, *Joint International Symposium on Temperature, Humidity, Moisture and Thermal Measurements in Industry and Science. TEMPMEKO & ISHM 2010*, Book of Abstracts, 2010, vol. B, p. 357.
8. Woolliams E., Dury M., Burnitt T., Alexander P. E. R., Winkler R., Hartree W., Salim S., Machin G., Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method, *Joint International Symposium on Temperature, Humidity, Moisture and Thermal Measurements in Industry and Science. TEMPMEKO & ISHM 2010*, Book of Abstracts, 2010, vol. B, p. 354.
9. Yoon H. W., Gibson C. E., Eppeldauer G. P., Smith A. W., Brown S. W., Lykke K. R., Thermodynamic Radiation Thermometry

Using Radiometers Calibrated for Radiance Responsivity, *Int. J. Thermophys.*, 2011, vol. 32, no. 11–12, pp. 2217–2229.

10. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A., Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C, *Metrologia*, 1999, vol. 36, no. 3, pp. 207–209.

11. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A., High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics, *Metrologia*, 2001, vol. 38, pp. 213–219.

12. Pokhodun A. I., Rudtsch S., Ivanova A. G., Beketov N. A., *Metrologia*, 2020, vol. 57, Tech. Suppl.03005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/03005>

13. Woolliams E. R. et al., *Phil. Trans. R.*, 2016, vol. 374, iss. 2064. <https://doi.org/10.1098/rsta.2015.0044>.

14. Sadli M., Khlevnoy B., et al., Comparison and determination of the melting temperature of WC-C cells developed at VNIIOFI and LNE-CNAM, *Tempmeko 16*, 2016. 26 June – 1 July 2016, Belvedere Congress Centre, Zakopane, Poland.

References

1. *The International System of Units (SI)*, 9th edition, Paris, Bureau International des Poids et Mesures, 2019.
2. Fischer J., Gerasimov S., Hill K. D., Machin G., Moldover M. R., Pitre L., Steur P., Stock M., Tamura O., Ugur H., White D. R., Yang I., Zhang J., Preparative steps towards the new definition of the Kelvin in terms of the Boltzmann constant, *Int. J. Thermophys.*, 2007, vol. 28, no. 6, pp. 1753–1765.
3. Preston-Thomas H., The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrologia*, 1990, vol. 27, no. 1, pp. 3–10.
4. *Guide to the Realization of the ITS-90. Metal Fixed Points for Contact Thermometry*, Consultative Committee for Thermometry under the auspices of the International Committee for Weights and Measures, Paris, Bureau International des Poids et Mesures, Last updated 1 January 2018.
5. Fellmuth B., Hill K. D., Pearce J. V., Peruzzi A., Steur P. P. M., Zhang J., *Guide to the realization of the ITS-90. Fixed points: influence of impurities*, Paris, BIPM, Consultative Committee for Thermometry, 2018, available at: https://www.bipm.org/utis/common/pdf/ITS-90/Guide ITS-90_2_1_Impurities_2018.pdf (accessed: 20.05.2021).
6. Ivanova A. G., Fuksov V. M., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 31. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2168-4>
7. Hartmann J., Anhalt K., Taubert D. R., Hollandt J., Absolute radiometry for the MeP: the irradiance measurement method, *Joint International Symposium on Temperature, Humidity, Moisture and Thermal Measurements in Industry and Science. TEMPMEKO & ISHM 2010*, Book of Abstracts, 2010, vol. B, p. 357.
8. Woolliams E., Dury M., Burnitt T., Alexander P. E. R., Winkler R., Hartree W., Salim S., Machin G., Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method, *Joint International Symposium on Temperature, Humidity, Moisture and Thermal Measurements in Industry and Science. TEMPMEKO & ISHM 2010*, Book of Abstracts, 2010, vol. B, p. 354.

9. Yoon H. W., Gibson C. E., Eppeldauer G. P., Smith A. W., Brown S. W., Lykke K. R., Thermodynamic Radiation Thermometry Using Radiometers Calibrated for Radiance Responsivity, *Int. J. Thermophys.*, 2011, vol. 32, no. 11–12, pp. 2217–2229.
10. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A., Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C, *Metrologia*, 1999, vol. 36, no. 3, pp. 207–209.
11. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A., High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics, *Metrologia*, 2001, vol. 38, pp. 213–219.
12. Pokhodun A. I., Rudtsch S., Ivanova A. G., Beketov N. A., *Metrologia*, 2020, vol. 57, Tech. Suppl.03005.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/03005>
13. Woolliams E.R. et al., Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high-temperature fixed points, *Phil. Trans. R.*, 2016, vol. 374, iss. 2064.
<https://doi.org/10.1098/rsta.2015.0044>
14. Sadli M., Khlevnoy B., et al., Comparison and determination of the melting temperature of WC-C cells developed at VNIIOFI and LNE-CNAM, *Tempmeko 16*, 2016, 26 June – 1 July 2016, Belvedere Congress Centre, Zakopane, Poland.

Статья поступила в редакцию 19.04.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Научная статья

УДК 53.089.68

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-22-26>

Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017: история создания, подтверждение калибровочных и измерительных возможностей

Александр Иванович Горчев¹, Айдар Вилорович Мингалеев², Анатолий Борисович Яковлев³✉

^{1, 2, 3} Всероссийский научно-исследовательский институт расходомерии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Казань, Республика Татарстан, Россия

¹nio13@vniir.org, <https://orcid.org/0000-0002-0927-8776>

²aydarmv@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2580-5521>

³abyakovlev@vniir.org ✉, <https://orcid.org/0000-0003-1489-7245>

Аннотация. Представлена история создания Государственного первичного эталона единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017. Отмечена значительная роль проведённых международных сличений на различных этапах создания ГЭТ 118-2017: результаты сличений подтвердили и позволили включить в базу данных KCDB калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в области измерений объёмного расхода газа, а также способствовали определению направлений и мероприятий по совершенствованию эталона. Описан запатентованный способ компарирования для калибровки критических сопел, реализованный в ГЭТ 118-2017 для передачи рабочим эталонам единиц объёмного и массового расходов газа. Представлены конструкция, состав и характеристики ГЭТ 118-2017. В настоящее время к ГЭТ 118-2017 прослеживаются более 700 рабочих эталонов единиц объёмного и массового расходов газа, применяемых в Российской Федерации и некоторых странах – членах КОOMET, общее количество обращений к ГЭТ 118-2017 для передачи единицы величины превышает 3500 в год.

Ключевые слова: государственный первичный эталон, расход газа, сличение эталонов, калибровочные и измерительные возможности, критическое сопло, компаратор

Для цитирования: Горчев А. И., Мингалеев А. В., Яковлев А. Б. Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017: история создания, подтверждение калибровочных и измерительных возможностей // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 22–26. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-22-26>

State primary standard of gas volumetric and mass flow rate units GET 118-2017: history of creation, confirmation of calibration and measurement capabilities

Aleksandr I. Gorchev¹, Aidar V. Mingaleev², Anatoly B. Yakovlev³✉

^{1, 2, 3} VNIIR – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Kazan, Republic of Tatarstan, Russia

¹nio13@vniir.org, <https://orcid.org/0000-0002-0927-8776>

²aydarmv@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2580-5521>

³abyakovlev@vniir.org ✉, <https://orcid.org/0000-0003-1489-7245>

Abstract. The history of the creation of the State primary standard of gas volumetric and mass flow rate units GET 118-2017 is presented. The significant role of international comparisons was noted at various stages of the creation of GET 118-2017: the comparisons results confirmed and made it possible to include in the KCDB the calibration and measurement capabilities of the Russian Federation in the field of gas volumetric flow measurements, and also helped to determine the direction and list of measures to improve the standard. A patented comparison method for calibrating critical nozzles, implemented in GET 118-2017 for transfer the units of volumetric and mass flow rates of gas to working standards, is described. The design, composition and characteristics of GET 118-2017 are presented. Currently, more than 700 working standards of gas volumetric and mass flow rates used in the Russian Federation and some KOOMET member countries are traced to GET 118-2017, the total number of calls to GET 118-2017 for the transfer of measurement units exceeds 3500 per year.

Keywords: national primary standard, comparison of standards, gas flow rate, calibration and measurement capability, sonic nozzle, comparator

Введение. Проблемы энергоэффективного и рационального использования топливно-энергетических ресурсов, обеспечение выполнения положений Доктрины энергетической безопасности РФ, постоянный рост требований к точности измерений стимулируют совершенствование существующих и создание новых видов средств измерений (СИ) расхода и количества газа. Это требует совершенствования соответствующей эталонной базы и в первую очередь государственного первичного эталона.

Работы по созданию эталонных установок для поверки СИ объёмного и массового расходов газа были начаты во ВНИИР (с 2020 г. ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») в 1967 г. и были обусловлены быстрым развитием топливно-энергетического комплекса и необходимостью метрологического обеспечения оборонной и авиационной техники. В 1974 г. были разработаны и утверждены Госстандартом Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для СИ объёмного расхода газа ГЭТ 62-74. В 1979 г. созданы и утверждены Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для СИ массового расхода газа ГЭТ 118-79.

В 2006 г. по результатам проведённых во ВНИИР научно-технических мероприятий создан Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2006, пришедший на замену ГЭТ 62-74 и ГЭТ 118-79. В дальнейшем ГЭТ 118-2006 дважды совершенствовался: в 2013 г. утверждён ГЭТ 118-2013, в 2017 г. – ГЭТ 118-2017.

Большое значение при создании ГЭТ 118-2017 имели международные сличения с эталонами других стран, проведённые в том числе в рамках региональной метрологической организации «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КОOMET).

Цель статьи – описание истории создания, конструкции, состава, характеристик и проведённых международных сличений Государственного первичного эталона единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017.

ГЭТ 118-2006. Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов ГЭТ 118-2006 утверждён Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарта) от 12.09.2006 г. № 2455 [1]. ГЭТ 118-2006 обеспечивал воспроизведение единиц объёмного расхода газа Q_V в диапазоне 0,003–10000 м³/ч и массового расходов газа Q_m в диапазоне 0,0036–12000 кг/ч с относительным среднеквадратическим отклонением результатов измерений $S_o = 3,5 \cdot 10^{-4} \dots 5,0 \cdot 10^{-4}$ при 11 независимых измерениях и относительной неисключённой систематической погрешностью Θ_o , не превышающей $4 \cdot 10^{-4}$.

ГЭТ 118-2006 представлял собой эталонный комплекс, включающий три установки, работающие на воздухе атмосферного давления: исходную эталонную установку гравиметрического типа ($Q_V = 0,003 \dots 100$ м³/ч); эталонную установку с набором эталонных критических сопел ($Q_V = 2 \dots 10000$ м³/ч); эталонную установку с набором эталонных критических микросопел ($Q_V = 0,003 \dots 6$ м³/ч).

Установка гравиметрического типа, предназначенная для калибровки критических сопел, была создана в 1980-х гг.

силами специалистов ВНИИР и имела уникальную для своего времени конструкцию. Принцип действия установки заключался в измерении массы газа, протекающего через критическое сопло и накопленного в газосборном сосуде (ГСС) в течение контрольного промежутка времени [2]. Отличительной особенностью являлось гидростатическое уравнивание веса подвижной части весоизмерительного узла выталкивающей силой Архимеда, действующей на понтон, погружённый в воду. Это позволяло применять высокоточные весы с малым верхним пределом измерений и с их помощью взвешивать непосредственно массу газа, перепущенного при калибровке критического сопла в ГСС.

Полный цикл измерений при калибровке критического сопла на установке включал следующие операции [2]:

откачивание воздуха из ГСС посредством вакуумного насоса до абсолютного давления 5–10 кПа;

взвешивание вакууммированного ГСС при отсоединённом вакуумном насосе;

заполнение ГСС при открытом вакуумном клапане и критическом режиме течения через калибруемое сопло с одновременной регистрацией давления, температуры и влажности воздуха, а также времени измерений;

взвешивание ГСС после заполнения, закрытия клапана и затухания колебаний весоизмерительного узла;

определение массы воздуха, заполнившего ГСС, а также массового и объёмного расходов воздуха.

Установка гравиметрического типа применялась только для калибровки критических сопел в составе ГЭТ 118-2006. В связи с растущей потребностью в калибровке критических сопел, входящих в состав различных поверочных установок, в целях увеличения производительности ГЭТ 118-2006 также был разработан и реализован метод сличения с помощью компаратора для передачи единиц измерения расхода газа от критических сопел первичного эталона к калибруемым критическим соплам. В качестве компараторов применялись турбинный и ротационный расходомеры-счётчики газа с высокочастотным выходом. Объёмный расход через калибруемое сопло определялся из соотношения частот импульсов выходного сигнала компаратора при поочередном протекании газа через калибруемое и эталонное сопла, имеющие близкие расходные характеристики [3].

В 2006–2007 гг. состоялось первое сличение национальных эталонов расхода и объёма газа в рамках КОOMET (проект № 219/Sk-00), в котором ВНИИР принял активное участие наряду с национальными метрологическими институтами (НМИ) Словакии (SMU), Германии (PTB), Литвы (LEI), Беларуси (БелГИМ), Украины (ГП ИФСМ) и Молдовы (NISM). Сличение проводилось на двух уровнях [4, 5]:

в диапазоне расхода 0,12–10 м³/ч (в качестве средства сличения использовали набор из пяти мембранных счётчиков МКМ G6);

в диапазоне расхода 100–1000 м³/ч (в качестве средства сличения использовали аксиальный турбинный газосчётчик DAE G650).

При проведении сличения ВНИИР применял эталонные установки с наборами критических сопел и микросопел, входящие в состав ГЭТ 118-2006.

В целом итоги первого сличения в рамках KOOMET были признаны успешными. В частности, ВНИИР показал успешный результат в 84 % измеренных точек диапазона уровня А и в 80 % – уровня В. Результаты сличения дали возможность странам-участникам, являющимся постоянными членами KOOMET, впервые задекларировать калибровочные и измерительные возможности в области измерений расхода газа, а также определить направление работ по совершенствованию национальных эталонов.

В 2010 г. в рамках темы KOOMET № 412/UA/07, инициированной ГП ИФСМ (Украина), ВНИИР вновь принял участие в международном ключевом сличении в области расхода газа в диапазоне расхода газа 4–160 м³/ч. Кроме упомянутых институтов, в сличении также участвовали НМИ Словакии и Литвы. В качестве эталона сравнения использовали роторный счётчик Delta S-Flow G100. ВНИИР применял при сличении эталонную установку с набором критических сопел из состава ГЭТ 118-2006. В итоге ВНИИР показал 100 % успешный результат во всём диапазоне сличений, что в определённой мере явилось следствием учёта погрешностей измерений, выявленных при предыдущем сличении.

На основе положительных результатов проведённых сличений по проектам KOOMET № 219/Sk-00, № 412/UA/07 в базу данных KCDB впервые включены калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в области измерений объёмного расхода Q_V газа (воздуха при атмосферном давлении): $Q_V=0,12...4$ м³/ч с расширенной неопределённостью $U=0,25$ %; $Q_V=100...800$ м³/ч с $U=0,2$ %; $Q_V=4...160$ м³/ч с $U=0,2$ %.

Результаты международных сличений KOOMET № 219/Sk-00, № 412/UA/07 подтвердили высокий уровень ГЭТ 118-2006 и соответствие его характеристик лучшим зарубежным аналогам, однако уже в 2013 г. ГЭТ 118-2006 не соответствовал новым требованиям и потребностям. Во-первых, это связано с проведением многими промышленными предприятиями модернизации существующих систем учёта газа и заменой сужающих устройств переменного перепада давления на расходомеры-счётчики с верхними пределами измерений объёмного расхода газа до 16000 м³/ч. Во-вторых, для приближения к условиям последующей эксплуатации многих счётчиков-расходомеров газа необходима калибровка при избыточных давлениях. Это потребовало соответствующих мероприятий по совершенствованию ГЭТ 118-2006.

ГЭТ 118-2013. В 2013 г. создан и утверждён приказом Росстандарта № 55 от 27.01.2014 г. Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2013 с расширенным диапазоном воспроизведения единиц объёмного (массового) расхода газа при атмосферном и избыточном давлениях измеряемой среды. Работы по совершенствованию эталона проводились во ВНИИР с внедрением лучших отечественных и зарубежных достижений в области измерений расхода газа, а также с учётом результатов международных сличений.

В результате проведённых мероприятий из состава ГЭТ 118-2013 была исключена устаревшая эталонная сопловая установка ($Q_V=2...10000$ м³/ч) и введена установка

с набором эталонных критических сопел с диапазоном объёмного расхода газа 1–16000 м³/ч (эталонная установка ЭУ-2), включающая два отдельных эталонных модуля соответственно с $Q_V=10...16000$ м³/ч, $Q_V=1...1600$ м³/ч. Также в состав ГЭТ 118-2013 включена эталонная установка с набором эталонных критических сопел и эталонным расходомером-счётчиком для передачи единицы расхода газа расходомерам и счётчикам при избыточном давлении до 1 МПа с диапазоном воспроизведения расхода газа 10–2300 м³/ч (эталонная установка ЭУ-4).

В ГЭТ 118-2013 разработан, запатентован и применён новый способ компарирования для калибровки критических сопел посредством эталонных критических сопел. В качестве компараторов использованы ламинаризаторы потока, характеризующиеся линейной зависимостью объёмного расхода от перепада давления в канале, а также имеющие высокую чувствительность к изменению расхода газа, простую конструкцию, стабильные метрологические характеристики и хорошую повторяемость результатов измерений [3].

В разработанном и реализованном способе используются два эталонных критических сопла с меньшим и большим номиналами расходов по отношению к расходу калибруемого сопла. Выход из компаратора и входные участки сопел размещены в общем ресивере для минимизации перепада давления между ними. На первом этапе калибровки газ прокачивают последовательно через компаратор и калибруемое сопло, фиксируя перепад давления Δp на компараторе. На втором и третьем этапах фиксируют соответственно перепады Δp_1 , Δp_2 на компараторе при прохождении газа поочередно через первое и второе эталонные критические сопла с известными расходами Q_{V1} , Q_{V2} , приведёнными к стандартным условиям. Объёмный расход газа через калибруемое сопло определяется из уравнения [3]:

$$Q_V = Q_{V1} + (Q_{V2} - Q_{V1}) \frac{\Delta p - \Delta p_1}{\Delta p_2 - \Delta p_1}.$$

Применение разработанного способа компарирования в ГЭТ 118-2013 позволило существенно увеличить производительность и снизить трудоёмкость калибровочных работ, уменьшить требуемое количество эталонных сопел и расширить диапазон расходов калибруемых критических сопел.

В 2013–2014 гг. проведено трёхстороннее сличение национальных эталонов единиц объёмного расходов газа Российской Федерации (ВНИИР), Китая (NIM) и Германии (PTB) в диапазоне расхода 4,5–50 м³/ч [6]. В сличении участвовали эталонные установки принципиально различных конструкций: установка гравиметрического типа (ВНИИР); колокольный газовый мерник (PTB) и установка PVTt-типа (NIM). Сличение проводили с использованием критических сопел в качестве средств сравнения. По итогам данного сличения все участники подтвердили заявленные метрологические характеристики, и в базу данных KCDB была внесена дополнительная строка калибровочных и измерительных возможностей Российской Федерации в области измерений объёмного расхода Q_V газа (воздуха при атмосферном давлении): $Q_V=1...100$ м³/ч с $U=0,15$ %.

Однако после опубликования результатов сличения во ВНИИР принято решение по дальнейшему совершенствованию ГЭТ 118-2013. Во-первых, повысились требования к точности измерений объёмного расхода газа, установленные приказами Минэнерго РФ и рядом нормативных документов. Во-вторых, выросли потребности в метрологическом обеспечении средств контроля утечек и измерений сверхмалых расходов газа (менее $0,003 \text{ м}^3/\text{ч}$). В-третьих, в связи с принятием Федерального закона от 23 ноября 2009 г. № 261-ФЗ «Об энергосбережении и о повышении энергетической эффективности и о внесении изменений в отдельные законодательные акты Российской Федерации» был значительно расширен парк приборов учёта газа в сфере жилищно-коммунального хозяйства. Эти приборы требовали своевременного метрологического обслуживания и, соответственно, увеличилось количество рабочих эталонов, что увеличило нагрузку на ГЭТ 118-2013.

ГЭТ 118-2017. В связи с вышесказанным для дальнейшего совершенствования ГЭТ 118-2013 был проведён комплекс мероприятий.

Во-первых, вместо устаревшей установки гравиметрического типа применён высокоточный и производительный колокольный газовый мерник (эталонная установка ЭУ-1) с диапазоном расхода $0,4\text{--}100 \text{ м}^3/\text{ч}$, разработанный и произведённый в сотрудничестве с НМИ Германии (РТВ) и являющийся аналогом национального эталона Германии [7]. Колокол, представляющий собой закрытый сверху цилиндрический полый корпус с внутренним радиусом $0,52 \text{ м}$ и максимальным объёмом подколокольного пространства около 1 м^3 , погружён в кольцевой резервуар, заполненный маслом. Подъём колокола производится в результате нагнетания воздуха в подколокольное пространство с помощью компрессора. После поднятия колокол остаётся в верхнем положении на протяжении необходимого времени для стекания масляной плёнки и стабилизации температуры. При открытии крана калибруемого СИ (критического сопла или расходомера-счётчика газа) объём воздуха проходит через него по мере опускания колокола под действием силы тяжести. Положение колокола при перемещении определяется с помощью двух бесконтактных оптоэлектронных позиционных датчиков. Вес колокола компенсируется противовесом. Кроме того, противовес имеет такую же площадь поперечного сечения, что и стенки цилиндра колокола, и погружён в масляную ёмкость для поддержания постоянного уровня масла. На установке ЭУ-1 также применяется устройство компенсации меняющейся выталкивающей силы жидкости, действующей на колокол и противовес. Равномерное распределение температуры воздуха внутри колокола достигается посредством вентилятора. Воспроизводимый объёмный расход газа определяется по времени вытеснения контрольного объёма при погружении колокола [7].

Во-вторых, при совершенствовании из состава ГЭТ 118-2013 исключена устаревшая эталонная установка с набором эталонных критических микросопел ($Q_V = 0,003\text{--}6 \text{ м}^3/\text{ч}$).

В-третьих, с целью увеличения производительности ГЭТ 118-2013 создана автоматизированная установка с набором эталонных критических сопел (эталонная установка ЭУ-3)

при атмосферном давлении ($Q_V = 1\text{--}64 \text{ м}^3/\text{ч}$), предназначенная для передачи единиц объёмного и массового расходов газа рабочим эталонам и СИ, а также для калибровки критических сопел посредством разработанного способа компарирования с использованием ламинаризатора потока.

В-четвертых, для расширения диапазона воспроизводимых эталоном расходов в области сверхмалых значений ($Q_V = 3 \cdot 10^{-4}\text{--}3 \text{ м}^3/\text{ч}$) при атмосферном давлении применена установка трубопоршневого типа (эталонная установка ЭУ-5).

Таким образом, усовершенствованный ГЭТ 118-2013 представляет собой комплекс из пяти эталонных установок, обеспечивающих воспроизведение и передачу единиц объёмного и массового расходов газа в широких диапазонах расхода и давления.

Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017 утверждён Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2997 от 28 декабря 2017 г. Метрологические характеристики ГЭТ 118-2017 представлены в таблице.

В 2018 г. в рамках проекта № 1396 Европейской Ассоциации национальных метрологических институтов (EURAMET) было проведено международное сличение колокольного газового мерника (ЭУ-1) в составе ГЭТ 118-2017 с аналогичными национальными эталонами Германии (РТВ) и Чехии (СМИ) в диапазоне $1\text{--}250 \text{ м}^3/\text{ч}$ с использованием эталонов сравнения на базе критических сопел [8]. В результате подтверждены заявленные метрологические характеристики установки ЭУ-1 во всём рабочем диапазоне расхода. В базу данных KCDB внесена новая строка калибровочных и измерительных возможностей РФ в области измерений объёмного расхода Q_V газа (воздуха при атмосферном давлении): $Q_V = 1\text{--}100 \text{ м}^3/\text{ч}$ с $U = 0,06\text{--}0,1\%$.

Для подтверждения калибровочных и измерительных возможностей ГЭТ 118-2017 в широком диапазоне расхода воздуха $20\text{--}6500 \text{ м}^3/\text{ч}$ при атмосферном давлении ВНИИР инициировал дополнительное международное сличение национальных эталонов единиц объёмного расхода газа в рамках KOOMET по теме № 680/RU/16 (шифр МБМВ – COOMET.M.FF-S9), которое было проведено с мая 2019 г. по январь 2020 г. В сличении национальных эталонов COOMET.M.FF-S9 приняли участие ВНИИР (Россия), РТВ (Германия), ГП ИФСМ (Украина), БелГИМ (Беларусь), LEI (Литва) и LABSAGAS (Босния и Герцеговина). ВНИИР выступал в качестве НМИ-пилота, ответственного за организацию

Метрологические характеристики ГЭТ 118-2017

Эталонная установка	$Q_V, \text{ м}^3/\text{ч}$	$Q_m, \text{ кг/ч}$	$p, \text{ кПа}$	$U, \%$
ЭУ-1	1–65 0,4–1 65–100	1,2–78 0,5–1,2 78–120	96–104	0,06 0,10 0,10
ЭУ-2	1–16000	1,2–19200	96–104	0,10
ЭУ-3	1–64	1,2–77	96–104	0,09
ЭУ-4	10–2300	12–2700	<1100	0,11
ЭУ-5	0,0003–3	0,00036–3,6	96–104	0,10

и проведение сличения и обработку результатов. В качестве эталонов сравнения применяли счётчик газа ротационный IRM-A-DUO G250 ($Q_V = 20 \dots 400 \text{ м}^3/\text{ч}$) и счётчик газа турбинный TRZ G4000 ($Q_V = 320 \dots 6500 \text{ м}^3/\text{ч}$), предоставленные ВНИИР. Для сличения ВНИИР использовал эталонную установку ЭУ-2 (модуль 1) из состава ГЭТ 118-2017 [9].

В результате сличения COOMET.M.FF-S9 все участники подтвердили калибровочные и измерительные возможности в заявленных диапазонах расхода. На основе результатов сличения в базу данных KCDB в 2021 г. внесена новая строка калибровочных и измерительных возможностей РФ в области измерений объёмного расхода Q_V газа (воздуха при атмосферном давлении): $Q_V = 10 \dots 16000 \text{ м}^3/\text{ч}$ с $U = 0,1\%$.

В настоящее время к ГЭТ 118-2017 прослеживаются более 700 рабочих эталонов единиц объёмного и массового расходов газа, применяемых в Российской Федерации и некоторых странах – членах COOMET. Общее количество обращений к ГЭТ 118-2017 для передачи единицы величины превышает 3500 в год.

Заключение. В результате регулярно проводимых мероприятий по совершенствованию, а также успешного опыта выполненных сличений с национальными эталонами других стран, в том числе в рамках региональной метрологической организации COOMET, Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа соответствует лучшим зарубежным аналогам. Высокий научно-технический уровень ГЭТ 118-2017 способствует созданию в РФ современных высокоточных СИ расхода и количества газа.

Список литературы

1. Фишман И. И., Раинчик С. В., Красавин В. М., Семёнова О. К. Государственный первичный эталон единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-06. Международные сличения государственных эталонов // Автоматизация, телемеханизация и связь в нефтяной промышленности. 2011. № 1. С. 17–19.
2. Красавин В. М., Раинчик С. В., Ившин В. П., Красавин А. В., Быков И. А., Лобарев С. С. Исходная эталонная установка государственного первичного эталона единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2006. Процедура калибровки критических сопел // Вестник Казанского технологического университета. 2013. Т. 1. № 10. С. 285–288.
3. Мингалеев А. В., Горчев А. И., Яковлев А. Б. Метод компарирования для калибровки критических сопел // Измерительная техника. 2019. № 1. С. 44–47. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-1-44-47>
4. Stefan Makovnik, *Metrologia*, 2008, vol. 45, no. 1A, 07017. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07017>
5. Stefan Makovnik, *Metrologia*, 2008, vol. 45, no. 1A, 07018. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07018>
6. Chunhui Li, Bodo Mikan, Ilya Isaev, *17th International Flow Measurement Conference, FLOMEKO 2016*, Sydney, Australia, September 26–29, 2016. URL: <http://metrology.asn.au/flomeko2016/papers/57b1685c25466-04-The%20comparison%20of%20low%20pressure%20gas%20flowrate%20among%20NIM,%20PTB%20and%20VNIIR.doc> (дата обращения: 03.06.2021).

papers/57b1685c25466-04-The%20comparison%20of%20low%20pressure%20gas%20flowrate%20among%20NIM,%20PTB%20and%20VNIIR.doc (дата обращения: 03.06.2021).

7. Мингалеев А. В., Горчев А. И., Калинин О. В., Яковлев А. Б. Колокольный газовый мерник в составе государственного первичного эталона единиц объёмного и массового расходов газа ГЭТ 118-2017 // Приборы. 2018. № 9. С. 48–53.

8. Inter-comparison in the gas flow range from 1 $\text{м}^3/\text{ч}$ to 250 $\text{м}^3/\text{ч}$ with sonic nozzles. EURAMET Project No. 1396. Final Report – Draft B. URL: https://www.euramet.org/index.php?elD=tx_securedownloads&p=418&u=0&g=0&t=1639359581&hash=9f6e0e826f46f2313c569aafbf2286eefcb376c&file=Media/docs/projects/EURAMET-P1396_FLOW_Final_Report_-_draft_B.pdf (дата обращения: 03.06.2021).

9. Comparisons of national standards in the field of gas flow rate and volume, gas flow rates from 20 to 6500 $\text{м}^3/\text{ч}$. Project COOMET.M.FF-S9. Final report. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/48150741/COOMET.M.FF-S9.pdf/0524dd27-7078-c730-e842-e2eb95b2999c> (дата обращения: 03.06.2021).

References

1. Fishman I. I., Rainchik S. V., Krasavin V. M., Semenova O. K., *Automation, Telemechanization and Communication in Oil Industry*, 2011, no. 1, pp. 17–19. (In Russ.)
2. Krasavin V. M., Rainchik S. V., Ivshin V. P., Krasavin A. V., Bykov I. A., Lobarev S. S., *Herald of Kazan Technological University*, 2013, vol. 1, no. 10, pp. 285–288. (In Russ.)
3. Mingaleev A. V., Gorchev A. I., Yakovlev A. B., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 1, pp. 54–58. <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01585-2>
4. Stefan Makovnik, *Metrologia*, 2008, vol. 45, no. 1A, 07017. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07017>
5. Stefan Makovnik, *Metrologia*, 2008, vol. 45, no. 1A, 07018. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07018>
6. Chunhui Li, Bodo Mikan, Ilya Isaev, *17th International Flow Measurement Conference, FLOMEKO 2016*, Sydney, Australia, September 26–29, 2016, available at: <http://metrology.asn.au/flomeko2016/papers/57b1685c25466-04-The%20comparison%20of%20low%20pressure%20gas%20flowrate%20among%20NIM,%20PTB%20and%20VNIIR.doc> (accessed: 03.06.2021).
7. Mingaleev A. V., Gorchev A. I., Kalinin O. V., Yakovlev A. B., *Instruments*, 2018, no. 9, pp. 48–53. (In Russ.)
8. Inter-comparison in the gas flow range from 1 $\text{м}^3/\text{ч}$ to 250 $\text{м}^3/\text{ч}$ with sonic nozzles. EURAMET Project No. 1396. Final Report – Draft B, available at: https://www.euramet.org/index.php?elD=tx_securedownloads&p=418&u=0&g=0&t=1639359581&hash=9f6e0e826f46f2313c569aafbf2286eefcb376c&file=Media/docs/projects/EURAMET-P1396_FLOW_Final_Report_-_draft_B.pdf (accessed: 03.06.2021).
9. Comparisons of national standards in the field of gas flow rate and volume, gas flow rates from 20 to 6500 $\text{м}^3/\text{ч}$. Project COOMET.M.FF-S9. Final report, available at: <https://www.bipm.org/documents/20126/48150741/COOMET.M.FF-S9.pdf/0524dd27-7078-c730-e842-e2eb95b2999c> (accessed: 03.06.2021).

Статья поступила в редакцию 16.04.2021; принята к публикации 07.06.2021.

Научная статья

УДК 681.5.011

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-27-31>

Оптимизация процесса воспроизведения, сбора, передачи, обработки и отображения результатов измерений с использованием Национального эталона единицы напряжения – вольт

Вадим Васильевич Попко^{1✉}, Диана Валентиновна Сентемова², Марина Анатольевна Ярмолевич³

^{1, 2, 3} Белорусский государственный институт метрологии (БелГИМ), Минск, Республика Беларусь

¹vadim.popko@belgim.by✉, <https://orcid.org/0000-0002-6804-3336>

²sentemova@belgim.by, <https://orcid.org/0000-0002-4840-5897>

³yarmolovich@belgim.by, <https://orcid.org/0000-0001-7656-1195>

Аннотация. Рассмотрены вопросы автоматизации калибровки эталонных средств измерений напряжения постоянного тока. Разработана, исследована и внедрена в производственный процесс автоматическая система калибровки. Автоматическая система представляет собой программно-аппаратный комплекс, содержащий средства измерений из состава Национального эталона единицы напряжения – вольт и дополнительные модули. Автоматическая система создана на основе современного языка программирования «Python» с привлечением опыта метрологов. Проведено исследование результатов калибровки эталонных мер напряжения постоянного тока. Полученные результаты калибровки (приписанное действительное значение с расширенной неопределённостью) проанализированы в автоматическом и ручном режимах, а также с помощью системы «supraVOLTcontrol», реализующей эффект Джозефсона. Автоматическая система применена при исследовании интегральной неустойчивости (нелинейности) цифрового вольтметра, при этом получена существенная минимизация трудозатрат. Разработанная автоматическая система калибровки позволяет сократить трудоёмкость и продолжительность выполнения измерений, обеспечивает гибкость и способность к перестроению в зависимости от вопросов, возникающих при исследованиях.

Ключевые слова: автоматическая система калибровки, интегральная нелинейность, оптимизация, одноплатный компьютер Raspberry Pi, скрипты (программы) Python

Для цитирования: Попко В. В., Сентемова Д. В., Ярмолевич М. А. Оптимизация процесса воспроизведения, сбора, передачи, обработки и отображения результатов измерений с использованием Национального эталона единицы напряжения – вольт // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 27–31. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-27-31>

Optimization of the process of reproduction, collection, transmission, processing and display of measurement results of the National voltage unit standard – volt

Vadim V. Popko^{1✉}, Diana V. Sentemova², Maryna A. Yarmalovich³

Belarussian state institute of metrology (BelGIM), Minsk, Belarus

¹vadim.popko@belgim.by✉, <https://orcid.org/0000-0002-6804-3336>

²sentemova@belgim.by, <https://orcid.org/0000-0002-4840-5897>

³yarmolovich@belgim.by, <https://orcid.org/0000-0001-7656-1195>

Abstract. Considered options for automating the calibration. An automatic calibration system has been developed, investigated and introduced into the production process, which is a software and hardware complex consisting of measuring instruments from the composition of the National standard of voltage unit – volt and additional modules. The automatic system was created on the basis of the modern programming language “Python” with the involvement of the experience of metrologists. A study of the results of calibration of reference voltage measures was carried out: the obtained results of the calibration of the DC voltage (assigned real value with expanded uncertainty) were analyzed in automatic and manual modes and using the “supraVOLTcontrol” system, which implements the Josephson effect. The automatic system was used in the study of the integral instability (nonlinearity) of a digital voltmeter, while a significant minimization of labor costs was obtained. The developed automatic calibration system allows to reduce labor intensity and duration of measurements, provides flexibility and ability to rebuild depending on emerging issues during research.

Keywords: automatic calibration system, integral nonlinearity, optimization, single-board computer Raspberry Pi, scripts (programs) Python

Введение. В настоящее время заметно возросло количество областей человеческой деятельности, в которых требуются достоверные измерения электрического напряжения. Создание новых и модернизация существующих производств, пересмотр существующих методов измерений, необходимость увеличения количества измерений и автоматизации обработки полученных результатов с отображением значимой для анализа информации о влияющих величинах требуют постоянного усовершенствования и оптимизации процесса измерений электрического напряжения. Для решения возникающих задач в Белорусском государственном институте метрологии (БелГИМ) создан и успешно эксплуатируется Национальный эталон единицы напряжения – вольты (далее – НЭ). Основой НЭ является система supraVOLTcontrol (Supracon, Германия), предназначенная для воспроизведения и измерения напряжения постоянного тока в диапазоне $-10...+10$ В. Принцип действия системы основан на квантовом эффекте Джозефсона. Также в состав НЭ входит комплект эталонного оборудования для расширения измерительных возможностей до 1000 В.

Цель статьи – исследовать варианты автоматизации измерений, разработать и внедрить в производственный процесс

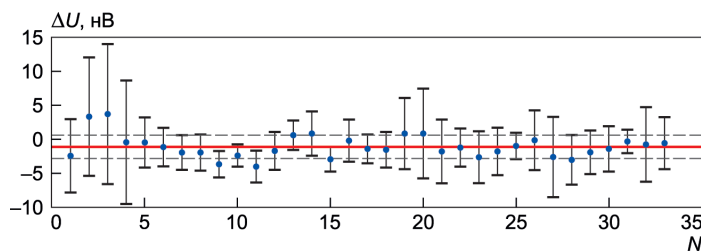


Рис. 1. Результаты ключевых сличений по уровню напряжения 10 В транспортируемого эталона ВНИИМ и эталона БелГИМ; ΔU – разность напряжений; N – номер измерения

Fig. 1. Results of key comparisons at the voltage level of 10 V of the transported VNIIM standard and the BelGIM standard; ΔU – voltage difference; N – measurement number

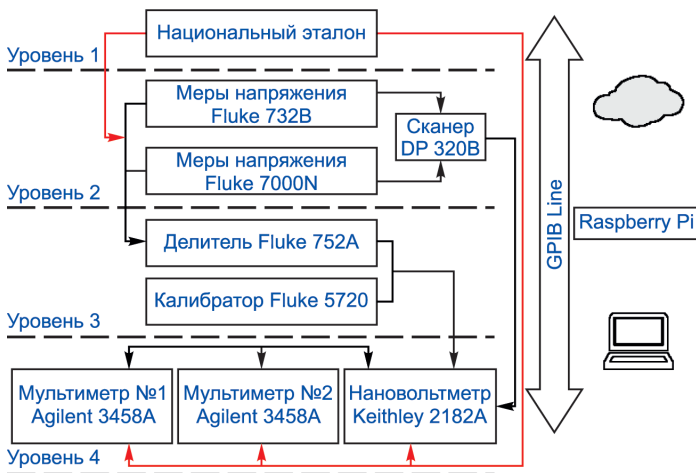


Рис. 2. Схема подключения средств измерений при воспроизведении и измерении единицы напряжения постоянного тока

Fig. 2. Connection diagram of measuring instruments during reproduction and measurement of a DC voltage unit

автоматическую систему калибровки эталонного оборудования из состава НЭ и прецизионных средств измерений (СИ) напряжения постоянного тока.

Постановка задачи проекта. Передачу единицы можно условно разделить на четыре уровня. Для обеспечения качества передачи единицы на каждом из уровней применяются различные методы, технические решения и навыки, поэтому для получения достоверных результатов измерений и обработки данных необходима разная продолжительность времени.

Для реализации первого уровня передачи единицы вольты в рамках ключевого сличения BIPM.EM-K10.b проведены прямые сличения первичных эталонов Российской Федерации Государственного первичного эталона единицы электрического напряжения ГЭТ 13-01 и Международного бюро мер и весов (далее – эталон МБМВ). В результате сличений получено опорное значение единицы напряжения постоянного тока. На втором уровне через двухсторонние ключевые сличения COOMET.EM.BIPM-K10.b (тема KOOMET 542/RU/11) установлена эквивалентность единицы напряжения постоянного тока, воспроизводимой ГЭТ 13-01, и НЭ. Сличения проходили в два этапа. На первом этапе предварительно исследованы два эталона для выявления и устранения помех, влияющих на качество и точность измерений, на втором этапе проведены основные исследования и последующая обработка результатов. В качестве опорного значения напряжения постоянного тока использовали значение эталона МБМВ, которое принимали неизменным во времени. В рамках данных сличений впервые в мировой метрологической практике успешно применены созданные во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева транспортируемые эталоны, реализующие эффект Джозефсона. Результаты ключевых сличений по уровню напряжения 10 В транспортируемого эталона представлены на рис. 1.

Так как реализующая эффект Джозефсона система является коммерческим продуктом фирмы Supracon (Германия), то в процессе организации и проведения измерений участники сличений столкнулись с рядом неудобств из-за закрытости исходного кода в программном обеспечении, что привело к невозможности подстройки определённых параметров при измерениях и их корректировки с учётом исследованных влияющих величин. Программное обеспечение Supracon создано на платформе LabView, что требует установки дополнительных тяжёлых библиотек и драйверов, а это значительно снижает производительность компьютера и в результате создаёт неудобства для развертывания нового рабочего места. Кроме того, большое количество устанавливаемых библиотек приводит к проблемам совместимости различных версий программного обеспечения. В связи с указанными проблемами принято решение разработать собственное аппаратное и программное решение для измерений и последующей передачи и обработки результатов.

Методы (теоретические основы) автоматизации. Основой решения описанной выше задачи стал компактный одноплатный компьютер Raspberry Pi (Raspberry Pi Foundation, Великобритания), к его достоинствам относятся низкая энергозатратность, малые габаритные размеры, бесшумная работа, автономность. Данный компьютер при внешнем питании 5 В позволяет подключать СИ напряжения постоянного тока с помощью распространённых интерфейсов передачи данных – GPIB, LAN, USB

и RS-232, а также различные внешние датчики контроля температуры окружающей среды, относительной влажности воздуха, атмосферного давления или датчики напряжения и частоты питающей сети.

В качестве операционной системы авторы настоящей статьи использовали свободно распространяемое программное обеспечение Raspberry Pi OS на базе Linux-систем. Для связи с СИ напряжения постоянного тока дополнительно был установлен дистрибутив linux-gpiib. Управление СИ осуществлялось с помощью интерпретируемого объектно-ориентированного языка программирования высокого уровня Python – одного из наиболее распространённых в крупных университетах, инженерных и научных центрах. Простота, лёгкость освоения синтаксиса и удобочитаемость программного кода в сочетании с большой универсальностью и широкими возможностями применения делает Python удобным и популярным языком программирования для автоматизации. Это позволяет людям, не имеющим практических навыков программирования, разрабатывать программные решения для автоматизации рутинных задач. Преимущества Python не ограничиваются простотой использования. Скрипты (программы) Python можно запускать кроссплатформенно в любой операционной системе. Python – чрезвычайно мощный и широко используемый язык для анализа данных и сложных математических вычислений.

Согласно схеме метрологической прослеживаемости, начиная со второго уровня управление СИ напряжения постоянного тока осуществляется на базе компьютера, который обеспечивает круглосуточный доступ к СИ по цепочке интерфейсов Ethernet – GPIB. Реализованная схема подключения показана на рис. 2. Подключение к компьютеру производится через командную строку по IP-адресу и протоколу SSH на любом компьютере или смартфоне. Для этого необходимо ввести команду `ssh username@ip-address`, а затем заранее установленный пароль, который служит защитой от несанкционированного доступа. Далее командой Python «имя_файла» запускается заранее подготовленный скрипт для управления СИ.

Таким образом, на втором уровне метрологической прослеживаемости единица напряжения постоянного тока передаётся от НЭ вторичным эталонам – мерам напряжения Fluke 732B (Fluke Corporation, США) и Fluke 7000N (Fluke Corporation, США), которые ежедневно сличаются между собой с использованием

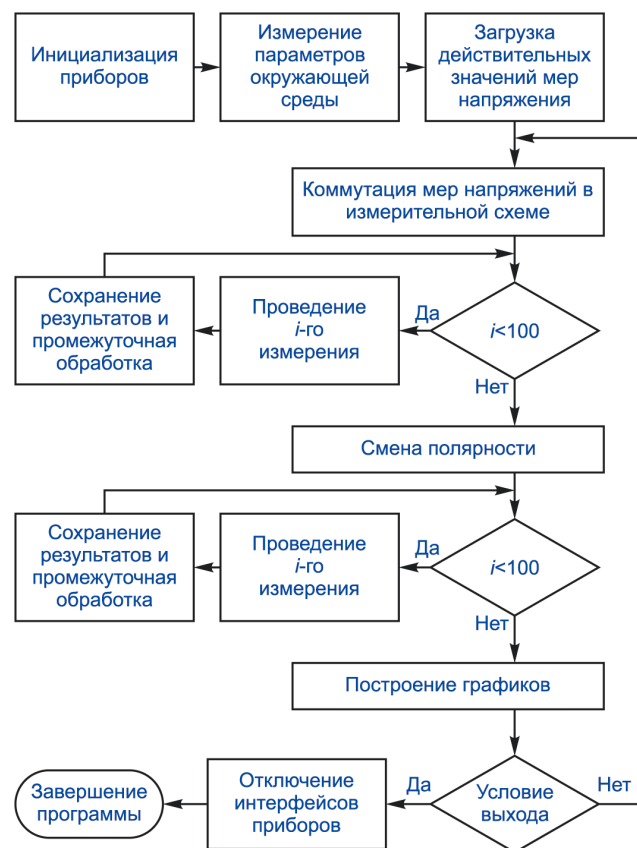


Рис. 3. Блок-схема работы программного модуля

Fig. 3. Block diagram of the software module

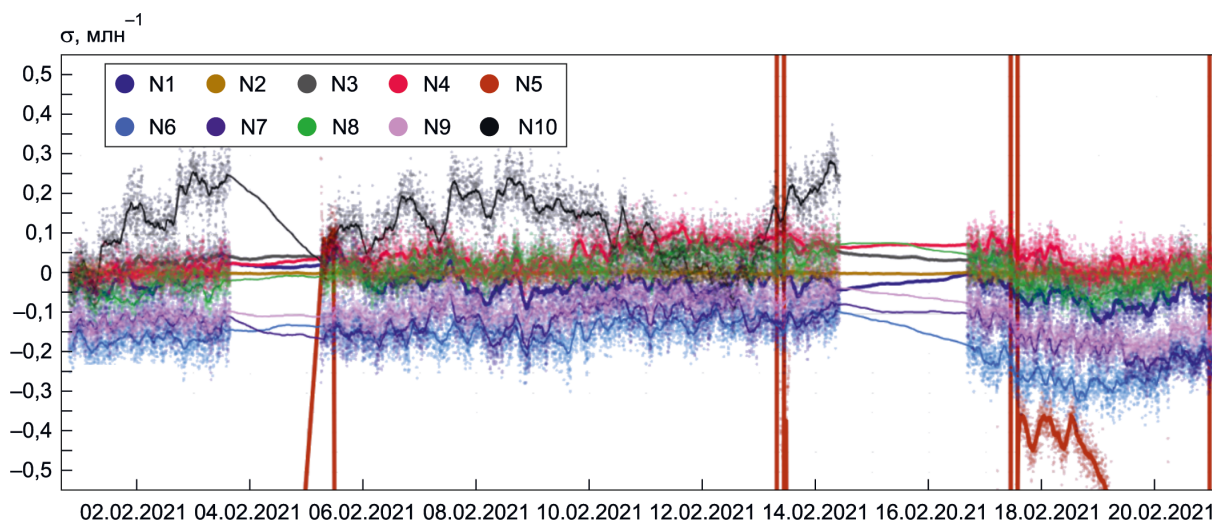


Рис. 4. График результатов измерения при исследовании стабильности десяти мер напряжения Fluke 732B (N1–N10) и контроля условий измерений

Fig. 4. Graph of measurement results when investigating the stability of ten Fluke 732B DC voltage standards (N1–N10) and monitoring the measurement conditions

сканера DataProof 320B (DATA PROOF, США) с низкой термоэлектродвижущей силой (термоэдс) в качестве переключателя полярности и нановольтметра Keithley 2182A (Keithley Instruments, Inc., США) в качестве нуль-индикатора. Это позволяет отслеживать ежедневный дрейф данных мер напряжений. Реализованная процедура измерений приведена на рис. 3.

Подготовленный скрипт на Python проводит инициализацию СИ напряжения по номеру GPIB-порта, фиксирует параметры окружающей среды, проводит измерения с использованием действительных значений мер напряжений, предварительно приписанных на основании результатов исследования с использованием системы Supracon. Далее при заданных условиях по времени или количеству измерений скрипт коммутирует меры напряжения между собой и производит 100 измерений при положительной полярности, даёт команду сканеру о смене полярности и выполняет 100 измерений при отрицательной полярности, при этом все измеренные значения сохраняются в файл формата csv на сервере. Затем происходит обработка и визуализация результатов измерений путём построения графика (рис. 4). На графике рис. 4 наблюдаются ярко выраженные выбросы в конкретный момент измерений одной из мер напряжения, что свидетельствует о нестабильности этой меры. Дополнительно программа строит график контроля условий проведения измерений.

На третьем уровне метрологической прослеживаемости единица передаётся от вторичных эталонов рабочим эталонам –

от мер напряжения калибратору Fluke 5720A (Fluke Corporation, США) с использованием прецизионного делителя напряжения Fluke 752A (Fluke Corporation, США) и нановольтметра Keithley 2182A в качестве нуль-индикатора. На этом этапе измерения проводятся в полуавтоматическом режиме, так как в делителе Fluke 752A отсутствует возможность удалённого управления. Это учтено программно. Сначала программа указывает на необходимость подготовительных работ, таких как балансировка делителя и установка нуля нановольтметра, затем программа инициализирует СИ, имеющие интерфейс GPIB, и требует от пользователя переключить пределы на делителе и сменить полярность на мере напряжения. Все измерения также фиксируются в файле формата csv, здесь же рассчитывается действительное значение напряжения калибратора исходя из действительного значения меры и установленного коэффициента деления на делителе, который сохраняется на сервере.

На четвертом уровне метрологической прослеживаемости единица напряжения методом непосредственной оценки передаётся от калибратора Fluke 5720A прецизионным мультиметрам Agilent 3458A (Agilent Technologies, Incorporated, США) и нановольтметру Keithley 2182A. Важным параметром этих мультиметров является исследование интегральной нестабильности (интегральной нелинейности – INL). В промышленности INL используется в качестве показателя эффективности в системах цифроаналогового (ЦАП) и аналого-цифрового преобразований (АЦП). В источниках ЦАП – это мера отклонения между идеальным выходным значением и фактическим измеренным выходным значением для определённого входного цифрового сигнала. В АЦП – это отклонение между идеальным пороговым значением входа и измеренным пороговым уровнем определённого выходного цифрового сигнала. Обычно передаточная функция с интегральной нелинейностью аппроксимируется прямой линией методом наименьших квадратов. Часто аппроксимирующей прямой просто соединяют наименьшее и наибольшее значения. Интегральную нелинейность определяют путём сравнения напряжений, при которых происходят кодовые переходы. Данные измерения выполняются после компенсации других основных составляющих суммарной погрешности, таких как смещение и усиление. Интегральная нелинейность является ключевым фактором, который определяет точность измерения неизвестного сигнала, после того как все другие составляющие суммарной погрешности учтены и исправлены. Обычно для исследования INL требуется большое количество измерений с заданными параметрами шага и диапазона, это трудоёмкий и долгий процесс. Разработанная авторами настоящей статьи программа

позволяет провести это исследование полностью в автоматическом режиме и отобразить результат на графике (Метрология и исследования [сайт]. URL: <http://www.xdevs.com>).

Результаты. Разработанная автоматическая система настроена и использована для калибровки эталонного оборудования из состава НЭ, а также для калибровки вторичных

Таблица 1

Бюджет неопределённости результатов калибровки одной меры напряжением 10 В

Источник неопределённости	Тип u_c	Значения u_c в разных режимах калибровки, В	
		ручной	автоматический
Неопределённость меры напряжения из сертификата калибровки	B	$0,062 \cdot 10^{-6}$	$0,062 \cdot 10^{-6}$
Нелинейность цифрового мультиметра	B	$0,058 \cdot 10^{-6}$	$0,058 \cdot 10^{-6}$
Термоэдс системы supraVOLTcontrol	B	$0,040 \cdot 10^{-6}$	$0,040 \cdot 10^{-6}$
Повторяемость результатов	A	$6,52 \cdot 10^{-8}$	$6,52 \cdot 10^{-8}$
Воспроизводимость результатов	A	$2,32 \cdot 10^{-7}$	$2,32 \cdot 10^{-7}$
Стандартная неопределённость, В		$2,59 \cdot 10^{-7}$	$2,59 \cdot 10^{-7}$
Расширенная неопределённость, В ($P=95\%$, $k=2$)		$5,17 \cdot 10^{-7}$	$5,17 \cdot 10^{-7}$

Таблица 2

Результаты калибровки мер напряжения Fluke 732B, полученные различными способами

Fluke 732B	Автоматический режим, В	Ручной режим, В	SupraVOLTcontrol, В
Мера № 1	$10,000002901 \pm 4,16 \cdot 10^{-7}$	$10,000002724 \pm 5,18 \cdot 10^{-7}$	$10,000002911 \pm 1,24 \cdot 10^{-7}$
Мера № 2	$9,999925114 \pm 4,16 \cdot 10^{-7}$	$9,999924887 \pm 5,17 \cdot 10^{-7}$	$9,999925121 \pm 1,31 \cdot 10^{-7}$
Мера № 3	$9,999928298 \pm 4,16 \cdot 10^{-7}$	$9,999928206 \pm 5,19 \cdot 10^{-7}$	$9,999928326 \pm 1,24 \cdot 10^{-7}$
Мера № 4	$9,999928409 \pm 4,16 \cdot 10^{-7}$	$9,999928315 \pm 5,17 \cdot 10^{-7}$	$9,999928414 \pm 1,24 \cdot 10^{-7}$

и рабочих эталонов напряжения – СИ заказчиков. Проверка функциональности автоматической системы продемонстрировала, что автоматическая калибровка происходит быстрее, чем в ручном режиме, и не требует присутствия оператора. Верификация автоматической системы проведена при калибровке набора мер напряжения 10 В в идентичных условиях калибровки при десятикратных наблюдениях в течение десяти дней. Полученные результаты измерений и соответствующая оценка расширенной неопределённости сопоставлены с результатами ручной калибровки и калибровки с использованием системы supraVOLTcontrol, реализующей эффект Джозефсона. Проанализированы серии из 20 измерений, за оценку результата наблюдений (приписанное действительное значение меры напряжения) принято среднее арифметическое результатов измерений. При этом как при ручной, так и при автоматической калибровке использованы одни и те же сканер, цифровой мультиметр, соединительные кабели. В табл. 1 представлен расчёт бюджета неопределённости результатов калибровки в ручном и автоматическом режимах одной меры напряжения 10 В, где u_c – стандартная неопределённость; P – доверительная вероятность; k – коэффициент охвата. В табл. 2 приведены полученные различными способами результаты (приписанные действительные значения с расширенной неопределённостью) калибровки набора мер напряжения 10 В (Fluke 732B), входящих в состав НЭ.

Из табл. 2 следует, что сопоставимы результаты калибровки, полученные в автоматическом и ручном режимах, а оценка расширенной неопределённости в автоматическом режиме меньше соответствующих оценок в ручном режиме. В результате достигнута совместимость и улучшена повторяемость результатов измерений в автоматическом режиме. В процессе верификации разработанной и внедрённой автоматизированной системы подтверждены её функциональные возможности и совместимость результатов измерений в автоматическом и ручном режимах, а также с использованием системы supraVOLTcontrol, реализующей эффект Джозефсона.

Заключение. Разработанный по итогам исследований проблемы автоматизации измерений программно-аппаратный комплекс позволяет проводить измерения на Национальном эталоне единицы напряжения – вольты в автоматическом режиме. Полученный массив результатов измерений подвергается дальнейшей обработке, отображается в графическом виде, хранится и передаётся пользователям, тем самым оптимизируются процессы воспроизведения и передачи единицы напряжения постоянного тока рабочим эталонам и СИ.

Список литературы

1. Катков А. С., Черняев П. А. Сличение национальных эталонов вольты Российской Федерации и Республики Беларусь // Измерительная техника. 2013. № 5. С. 69–71.
2. Столлинс В. Компьютерные системы передачи данных. М.: Вильямс, 2002, 928 с.

3. Катков А. С., Ловцус В. Э., Быков А. И., Шевцов В. И., Новодережкин Г. В. Воспроизведение вольты на основе переходов Джозефсона СИС- и СНС-типа // Измерительная техника. 2017. № 6. С. 45–48. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2017-6-45-48>
4. Катков А. С., Солее С. Ключевые сличения эталонов вольты ВНИИМ и МБМВ // Измерительная техника. 2012. № 11. С. 70–73.
5. Смирнов Н. В., Дунин-Барковский И. В. Курс теории вероятностей и математической статистики для технических приложений. М.: Наука, 1969. 512 с.
6. Миронов Э. Г., Бессонов Н. П. Метрология и технические измерения. М.: КНОРУС, 2015. 422 с.
7. Муха Ю. Л., Королева И. Ю. Информационно-измерительные системы. Волгоград: Волгоградский ГТУ, 2015.
8. Behr R., Katkov A. S., *Metrologia*, 2005, vol. 42, Technical Supplement, p. 01005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/42/1A/01005>
9. Behr R., Schulze H., Müller F., Kohlmann J., Niemeyer J., *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, 1999, vol. 48, no. 2, pp. 270–273. <https://doi.org/10.5772/17031>
10. Павлов Ал. А., Павлов А. А., Павлов П. А., Царьков А. Н., Хоруженко О. В. Метод контроля ошибок в устройствах хранения и передачи информации автоматизированных систем измерительной техники // Измерительная техника. 2011. № 11. С. 21–25.

References

1. Katkov A. S., Chernjaev P. A., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 5, pp. 570–575. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0246-6>
2. William Stallings, *Data & Computer Communications*, Upper Saddle River, New Jersey, 2001, 928 p.
3. Katkov A. S., Lovcjs V. Je., Bykov A. I., Shevcov V. I., Novoderezhkin G. V., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 6, pp. 589–593. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1240-1>
4. Katkov A. S., Solve S., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 54, no. 11, pp. 1313–1318. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9873-6>
5. Smirnov N. V., Dunin-Barkovskij I. V., *Kurs teorii verojatnostej i matematicheskoj statistiki dlja tehniceskikh prilozhenij*, Moscow, Nauka Publ, 1969, 512 p. (In Russ.)
6. Mironov E. G., Bessonov N. P., *Metrologija i tehnicieskie izmerenija*, Moscow, KNORUS Publ, 2015, 422 p. (In Russ.)
7. Muha Yu. L., Koroleva I. Yu., *Informacionno-izmeritel'nye sistemy*, Volgograd, Volgogradskij GTU Publ., 2015. (In Russ.)
8. Behr R., Katkov A. S., *Metrologia*, 2005, vol. 42, Technical Supplement, p. 01005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/42/1A/01005>
9. Behr R., Schulze H., Müller F., Kohlmann J., Niemeyer J., *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, 1999, vol. 48, no. 2, pp. 270–273. <https://doi.org/10.5772/17031>
10. Pavlov Al. A., Pavlov A. A., Pavlov P. A., Car'kov A. N., Horuzhenko O. V., *Measurement Techniques*, 2011, vol. 53, no. 11, pp. 1233–1235. <https://doi.org/10.1007/s11018-011-9647-6>

Статья поступила в редакцию 30.03.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Современные тенденции конструирования модулей национальных эталонов единиц объёмного расхода (объёма) жидкости в диапазоне 10^{-5} – 10^3 мл/мин

Рустам Рашидович Тухватуллин¹, Алексей Валентинович Щелчков²✉

^{1, 2} Всероссийский научно-исследовательский институт расходомерии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Казань, Республика Татарстан, Россия

² Казанский национальный исследовательский технический университет им. А. Н. Туполева – КАИ, г. Казань, Республика Татарстан, Россия, avschelchkov@kai.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-67060679>

¹rustam_vniir@bk.ru

Аннотация. В контексте потребностей ведущих отраслей мировой экономики рассмотрено современное состояние метрологического обеспечения измерений единиц массы и объёма жидкости в потоке, массового и объёмного расходов жидкости в диапазоне микрорасходов 10^{-5} – 10^3 мл/мин. По результатам аналитического обзора представлены основные метрологические и режимные характеристики национальных эталонов. Определены основные принципы генерации потока жидкости в национальных гравиметрических и волюметрических эталонах при измерениях массы и объёма жидкости методом динамического взвешивания. Рассмотрены конструктивные решения и принципы действия ключевых модулей национальных эталонов. Определены способы подачи жидкости в накопительную ёмкость и конструкции накопительных ёмкостей с учётом минимизации эффекта испарения жидкости, влияния капиллярной силы и плавучести. Рассмотрены основные источники неопределённости измерений массы и объёма жидкости методом динамического взвешивания и способы минимизации этих неопределённостей. Предложена модифицированная модель динамического измерения массового расхода жидкости, учитывающая основные источники неопределённости. Представлена сравнительная оценка влияния источников неопределённости на метрологические характеристики национальных эталонов.

Ключевые слова: капиллярные силы, испарение жидкости, дегазация, временной дрейф, плавучесть, стабильность расхода

Для цитирования: Тухватуллин Р. Р., Щелчков А. В. Современные тенденции и конструктивные особенности модулей национальных эталонов единиц объёмного расхода (объёма) жидкости в диапазоне 10^{-5} – 10^3 мл/мин // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 32–41. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-32-41>

Modern trends in the design of modules of national standards for units of volume fluid flow rate (volume) in the range from 10^{-5} to 10^3 ml/min

Rustam Rashidovich Tukhvatullin¹, Alexey Valentinovich Shchelchikov²✉

^{1, 2} VNIIR – Affiliated Branch of D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Kazan, Republic of Tatarstan, Russia

² Kazan National Research Technical University named after A. N. Tupolev – KAI, Kazan, Republic of Tatarstan, Russia, avschelchikov@kai.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-67060679>

¹rustam_vniir@bk.ru

Abstract. In the context of the needs of the leading sectors of the world economy, the current state of metrological support for measuring units of mass and volume of a liquid in a flow, mass and volume flow rates of a liquid in the range of micro-flow rates of 10^{-5} – 10^3 ml/min is considered. Based on the results of the analytical review, the main metrological and operating characteristics of national standards are presented. The basic principles of generating a fluid flow in national gravimetric and volumetric standards when measuring the mass and volume of a fluid by the dynamic weighing method have been determined. Constructive solutions and principles of operation of key modules of national standards are considered. Methods for filling a liquid into a storage tank and designs of storage tanks are determined, taking into account the minimization of the effect of liquid evaporation, the influence of capillary force and buoyancy. The main sources of uncertainty in measuring the mass and volume of a liquid by the dynamic weighing method and methods for minimizing these uncertainties are considered. A modified model of dynamic measurement of liquid mass flow rate is proposed, taking into account the main sources of uncertainty. A comparative assessment of the influence of sources of uncertainty on the metrological characteristics of national standards is presented.

Keywords: capillary forces, liquid evaporation, degassing, time drift, buoyancy, flow stability

Введение. Консорциум зарубежных национальных исследовательских институтов, медицинских центров и коммерческих предприятий Германии, Португалии, Франции, Чехии, Дании, Швейцарии, Великобритании, Нидерландов в период 2010–2020 гг. значительно усовершенствовал метрологическую инфраструктуру при передаче единиц массы и объёма жидкости в потоке, массового и объёмного расходов жидкости в диапазоне расходов 10^{-5} –400 мл/мин (далее – диапазон микрорасходов) [1].

В настоящее время в Европейском союзе реализуется совместный исследовательский проект – “Metrology for Drug Delivery II” («Метрология доставки лекарств II»), финансируемый в рамках программы “European Metrology Research Programme” [1–3]. В проекте принимают участие девять национальных и исследовательских метрологических институтов (IPQ – Португалия, CETIAT – Франция, CMI – Республика Чехия, DTI – Дания, METAS – Швейцария, NEL – Великобритания, NQIS – Греция, RISE – Швеция и KRIS – Корея), четыре компании – изготовители средств измерений (СИ) (DNV GL – Нидерланды, HSG-IMIT – Германия, INESC MN – Португалия, BHT – Нидерланды) и две университетские больницы (THL – Германия, UMCU – Нидерланды). Цель проекта – повышение точности средств измерений (СИ) единиц количества и расхода жидкости, работающих в диапазоне микрорасходов, в существующих устройствах дозирования лекарств, например, таких как инфузионные насосы, калориметрические, термоанемометрические и кориолисовы расходомеры. Достижение поставленной цели планируется осуществить за счёт расширения существующей метрологической инфраструктуры.

Потребности медицины в метрологическом обеспечении СИ, работающих в диапазоне микрорасходов, обусловлено задачей точного дозирования лекарств пациентам в неонатологии – области медицины, изучающей развитие, заболевания и патологии новорождённых [3], в онкологии и других направлениях медицины.

Повышенный интерес к СИ расхода капельных жидкостей в диапазоне микрорасходов отмечен в различных отраслях экономики Российской Федерации:

- в фармацевтической промышленности – при подготовке инертных и реактивных газожидкостных смесей; при производстве активных фармацевтических субстанций;

- в медицине – в репрезентативных мультиинфузионных системах; при подготовке воды для гемодиализа;

- в химической промышленности – при дозировании токсичных компонентов, используемых для производства поливинилхлорида; фракционное разделение белков, биополимеров, полимеров и наночастиц;

- в пищевой промышленности – при дозировании ультрамалого количества пищевых добавок в пивоварении, производстве молока, безалкогольных напитков, майонеза, кетчупа;

- в нефтехимической промышленности – при дозировании нейтрализаторов, деэмульгаторов и ингибиторов коррозии, применяемых в технологических процессах переработки нефти, а также при дозировании присадок к тяжелому топливу для судовых двигателей;

в научно-исследовательских центрах Российской академии наук и научно-исследовательских университетах – при дозировании метанола в прямой метанольный топливный элемент, а также в исследованиях оптических волокон, ракетного топлива, парогазовых смесей, химических реагентов.

В Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИИ) зарегистрировано более тридцати типов СИ, работающих в области микрорасходов жидкости. Данные СИ отличаются по принципу действия: кориолисовы расходомеры (массовые), ультразвуковые расходомеры (объёмные), электромагнитные расходомеры (объёмные), тепловые расходомеры (массовые – калориметрические, термоанемометрические).

Тепловые расходомеры менее распространены по сравнению с другими типами СИ и обладают рядом преимуществ, таких как отсутствие движущихся частей, полнопроходное поперечное сечение, нечувствительность к расположению в пространстве и транспортировке воздушным транспортом. Принцип действия тепловых расходомеров основан на измерении зависящего от расхода эффекта теплового воздействия на поток или тело, контактирующее с потоком [4]. Изготовитель рекомендует применять данный тип расходомеров в диапазоне расходов жидкости 0,08–16,70 мл/мин [5].

Отдельная группа расходомеров – инфузионные насосы (не зарегистрированные в ФИИ), применяемые в медицине при проведении инвазивного лечения пациентов.

Появление на рынке большого количества СИ, работающих в диапазоне микрорасходов жидкости, объясняет необходимость совершенствования метрологической инфраструктуры Российской Федерации при передаче единиц объёма и массы жидкости в потоке, объёмного и массового расхода в диапазоне расходов $1,7 \cdot 10^{-2}$ –170 мл/мин. Реализовать поставленную задачу целесообразно путём расширения диапазона воспроизводимых расходов Государственного первичного специального эталона единиц массы и объёма жидкости в потоке, массового и объёмного расходов жидкости ГЭТ 63-2019 [6]. Совершенствование эталонной базы позволит поверять и калибровать СИ в практически значимом диапазоне расходов жидкости.

Цель статьи – изучение передового опыта конструирования модулей национальных эталонов единиц объёмного расхода (объёма) жидкости в диапазоне микрорасходов и применения корректирующих коэффициентов в модели динамического измерения расхода (количества) жидкости для формирования инженерных рекомендаций по разработке ключевых модулей эталонной установки ЭУ-4, проводимой в рамках совершенствования Государственного первичного специального эталона единиц массы и объёма жидкости в потоке, массового и объёмного расходов жидкости ГЭТ 63-2019.

Обзор конструктивных особенностей модулей национальных эталонов единиц объёмного расхода (объёма) жидкости в диапазоне 10^{-5} – 10^3 мл/мин [3–18]. Обеспечение достоверности оценки расхода и количества жидкости в потоке в диапазоне микрорасходов является сложной задачей, вследствие необходимости контроля и управления

Таблица 1

Национальные гравиметрические и волюметрические эталоны

Страна, НМИ, ссылка	ГП	Q_V , мл/мин	U_p , % ($k=2$)	T , °C	p , МПа
Франция, LNE-CETIAT [3]	БМР	$1,7 \cdot 10^{-2} - 1,67 \cdot 10^2$	0,10	10–50	0,10–1,00
Швейцария, METAS [7]	БМР	$5 \cdot 10^{-5} - 4 \cdot 10^2$	0,07	22	0,10–1,00
Швейцария, METAS [7]	ШН	$5 \cdot 10^{-5} - 4 \cdot 10^2$	0,90–0,07	22	0,10–1,00
Чехия, CMI [8]	Н	$10^{-3} - 10^2$	0,20–0,05	25±5	–
Чехия [9]	ШН	$10^{-3} - 10^2$	0,60–0,05	25±5	0,14–0,34
Дания, DTI [10]	ШН	$1,7 \cdot 10^{-5} - 10^2$	4,00–0,05	–	0–5,00
США, NIST [11]	БПУ	$10^{-4} - 1$	5,00–1,00	–	$1,7 \cdot 10^{-2}$
США, NIST [12]	ШН	$10^{-4} - 1$	3,00–1,00	–	–
Португалия, IPQ [13]	ШН	$2 \cdot 10^{-3} - 10$	2,50–0,30	20±3	0–2,00
Индонезия, LIPI [14]	ШН	1,51–19,6	11,60–1,60	–	–
Тайланд, NIMT [15]	Н	0,16–16,70	0,30	23±2	–
Япония, NMIJ [16]	ШН	$3,33 \cdot 10^{-1} - 10^3$	0,10	20±0,08	0–5,20
Нидерланды, VSL [1]	ШНР	$3,33 \cdot 10^{-1} - 83,0$	0,15–0,05	–	0–5,00
Bronkhorst [18]	ШНР	$1,70 \cdot 10^{-2} - 3,3$	5,0–0,62	–	0–6,00

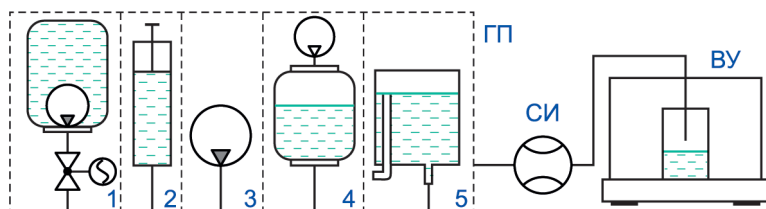


Рис. 1. Принцип измерений единиц количества и расхода жидкости гравиметрическим эталоном: ВУ – весовое устройство; ГП – генератор потока; СИ – средство измерений; 1 – шестерёнчатый насос с регулятором расхода жидкости ШНР; 2 – шприцевой насос ШН; 3 – насос Н; 4 – бак мембранный расширительный БМР; 5 – бак постоянного уровня БПУ

Fig. 1. Principle of measurement of units of quantity and flow rate of a liquid by a gravimetric standard: WD – weighing device; GF – flow generator; MI – measuring instrument; 1 – gear pump with liquid flow regulator GPR; 2 – syringe pump SP; 3 – pump P; 4 – membrane expansion tank MET; 5 – constant level tank CLT

большим количеством источников неопределённости, в том числе обусловленных человеческим фактором. Реализация оптимальных технических решений, заложенных в конструкцию проектируемого первичного эталона, определяет уровень его метрологических характеристик.

Метрологические характеристики и диапазоны расходов жидкости (табл. 1) национальных эталонов единиц расхода и количества жидкости (далее – эталонов) иллюстрируют современное состояние метрологической базы [3–18], отражающей запросы различных отраслей мировой экономики. В табл. приведены следующие обозначения: ГП – генераторы потока; БМР – бак мембранный расширительный; ШН – шприцевой насос; Н – насос; БПУ – бак постоянного уровня; ШНР – шестерёнчатый насос с регулятором расхода жидкости; T , p , Q – соответственно температура, давление и расход

жидкости; U_p – расширенная неопределённость измерений.

В итоге аналитического обзора опыта создания и эксплуатации эталонов в национальных научно-исследовательских и медицинских центрах [1–18] сформулированы основные технические решения, позволяющие применить их для усовершенствования ГЭТ 63-2019, в том числе, создать эталонную установку ЭУ-4. Эталонная установка ЭУ-4 позволит расширить диапазон измерений ГЭТ 63-2019 в диапазоне расходов жидкости $1,7 \cdot 10^{-2} - 170$ мл/мин.

Принцип действия рассмотренных национальных гравиметрических и волюметрических эталонов базируется на генерации потока жидкости через поперечное сечение тестируемого СИ с последующим определением массы (объёма) жидкости методом динамического взвешивания. Определив массу (объём) жидкости за интервал τ измерений, вычисляют массовый (объёмный) расход жидкости.

Согласно обзору конструктивных особенностей национальных эталонов [3–18], различают основные модули: модуль хранения и подготовки жидкости; модуль создания расхода (генератор потока) жидкости; модуль регулирования расхода; измерительный (рабочий) стол; модуль измерений массы жидкости; модуль регулирования параметров окружающей среды.

В качестве жидкости в национальных эталонах чаще всего используется предварительно подготовленная дистиллированная вода, имеющая хорошо воспроизводимые параметры. Основными достоинствами дистиллированной воды являются доступность, отсутствие токсичности, малое количество солей, микроэлементов, минералов, возможность перенести результаты калибровки и поверки на другие жидкости, используемые для измерения расхода в различных областях промышленности [3].

На рис. 1 показан принцип измерений единиц количества и расхода жидкости гравиметрическим эталоном. Дистиллированная вода применяется в эталонах с генераторами потока ГП в виде бака мембранного расширительного БМР [3, 7], насоса [8], бака постоянного уровня БПУ [11] и шестерёнчатого насоса с регулятором расхода жидкости ШНР [17–18]. В свою очередь, генераторы потока в виде шприцевых насосов, применяемые в эталонах [7, 9, 10, 12–14, 16], позволяют использовать различные вязкие жидкости.

Модуль хранения и подготовки жидкости. Данный модуль состоит из бака-хранилища, фильтров, устройства дегазации, а также может включать лабораторный дистиллятор, установку фильтрации, обеззараживания, дегазации и стабилизации температуры жидкости.

Бак-хранилище – это стеклянная или металлическая (из нержавеющей стали) ёмкость, предназначенная для хранения подготовленной для измерений жидкости.

Фильтры в системе хранения и подготовки жидкости расположены в гидравлическом тракте эталона и осуществляют устранение частиц из жидкости. Проведение данной операции необходимо во избежание засорения участков трубопроводов и оборудования, установленного в гидравлическом тракте эталона, имеющих проходные сечения капиллярных труб малого диаметра. Внутренний диаметр некоторых капиллярных труб, участвующих в процессе измерений отдельных измерительных линий и оборудования, достигает 100 мкм. В зависимости от диаметров гидравлического тракта эталона применяются фильтры с размером пор от 0,5 мкм [3, 18].

Вопрос предварительной подготовки жидкости в передовых национальных эталонах является приоритетным [3, 7, 17]. Устранение развития в жидкости бактерий, грибковых организмов и водорослей достигается частым обновлением жидкости (каждые двое суток) [18], использованием системы ультрафиолетового обеззараживания [3, 7, 17], добавлением в жидкость небольшого количества фунгицидов и специальных химических препаратов [3].

Важными факторами, контроль которых необходим для достижения высоких метрологических характеристик эталона, являются определение параметров жидкости и обеспечение её постоянства. В целях оценки и контроля данных влияющих факторов рекомендуется производить регулярное определение параметров жидкости лабораторными методами.

Отдельное внимание уделяется стабилизации температуры жидкости во всём гидравлическом тракте. Для этого необходимо предусмотреть расположение ёмкостей эталона и гидравлических трактов в условиях, позволяющих длительное время поддерживать заданное значение температуры жидкости.

Участки трубопроводов в измерительных линиях и запорная арматура должны полностью заполняться потоком движущейся жидкости, а в измерительной линии должны отсутствовать воздушные или газовые пузырьки. Наличие газовых пузырьков в измерительных линиях может повлиять на точность процесса измерений. Наличие застойных зон с низкими локальными значениями скорости течения жидкости, возникающих при резком изменении геометрии проточной части в измерительных линиях, может позволить пузырькам агломерировать и закупорить внутреннее проходное сечение некоторых капиллярных труб в отдельных измерительных линиях. Наличие газового пузырька значительных размеров может стать причиной скачкообразных изменений значений локального давления в капиллярных трубах, что в свою очередь повлияет на стабильность расхода потока жидкости из-за сжимаемости газовой фазы. Также прохождение свободного газа через средства измерений расхода, как правило, приводит к значительному влиянию на достоверность их измерений. Для решения этой специфической проблемы при воспроизведении в области малых значений расхода потока жидкости рекомендуется применять дегазаторы, прозрачные участки гидравлического тракта для визуального контроля,

запорную арматуру для дренажа воздуха из гидравлического тракта, а также алгоритм работы, обеспечивающий удаление свободного газа до начала измерений и контроль его отсутствия в процессе измерений. Например, в передовых национальных эталонах [3, 7, 17] предварительно подготовленная вода хранится в баке из нержавеющей стали, в котором создаётся вакуумметрическое давление. Вода доводится до точки кипения при комнатной температуре, и любой растворённый газ удаляется из воды.

Модуль создания (генератор) расхода потока жидкости. В национальных эталонах и поверочных установках, работающих в диапазоне расходов жидкости более 167 мл/мин, вынужденное напорное течение потока жидкости генерируется насосными агрегатами с частотным регулированием электропривода. Отрицательной стороной данного генератора потока жидкости является наличие высоко- и низкочастотных пульсаций потока жидкости, генерируемых при вращении лопастей приводов насосных агрегатов. Значительная нестабильность потока жидкости оказывает негативное воздействие на метрологические характеристики эталона в диапазоне микро-расходов потока жидкости (<167 мл/мин).

Согласно аналитическому обзору литературных источников в национальных эталонах [3–18] генератор расхода потока жидкости реализован пятью различными методами (см. рис. 1).

1. Шестерёнчатый насос в расширительном баке с эластичной мембраной *ШНР* поддерживает постоянное значение избыточного давления жидкости, которое контролируется соответствующим датчиком. Регулирующая аппаратура путём открытия или закрытия генерирует стабильный расход потока жидкости с низкими значениями пульсаций [17, 18].

2. Генерация потока жидкости осуществляется шприцевым насосом с приводом *ШН* [7, 9, 10, 12–14, 16].

3. Генерация потока жидкости осуществляется насосом *Н*, при создании градиента давления жидкости в трубопроводе.

4. Вынужденное напорное течение потока жидкости создаётся вытеснением жидкости из нижней части мембранного расширительного бака *БМР* воздухом с избыточным давлением (не более 10^6 Па), находящимся в верхней части данного бака. Стабильное значение избыточного давления воздуха, создаваемое компрессором, контролируется датчиком избыточного давления воздуха и редуктором, осуществляющим поддержание заданного избыточного давления воздуха. Данное инженерное решение позволяет минимизировать колебания расхода потока жидкости [3, 7].

5. Вынужденное напорное течение генерируется за счёт гидрометрического столба жидкости в баке постоянного уровня *БПУ*. К недостаткам данного метода можно отнести малое значение избыточного давления в напорном трубопроводе, определяемое высотой гидрометрического столба жидкости [11]. Важный аспект стабильного расхода потока жидкости – обеспечение постоянного значения падения давления на участке измерительного трубопровода калибруемого (исследуемого) средства измерений независимо от местного сопротивления за счёт подбора внутреннего диаметра трубопровода измерительного участка [3].

Модуль регулирования расхода. Модуль представляет собой пьезоэлектрический регулирующий клапан с расходомером. Расходомер с помощью функции управления регулирует положение пьезоэлектрического регулирующего клапана, обеспечивает поддержание заданного значения расхода жидкости [7].

При воспроизведении эталоном значений расхода в большом динамическом диапазоне рекомендуется реализовывать в конструкции эталона распределительный коллектор, т. е. несколько параллельно соединенных капиллярных труб с системами регулирования расхода, собранными в отдельные измерительные линии, каждая из которых оборудована отсечной запорной арматурой.

Число отдельных измерительных линий определяется с учётом перекрытия их расходных характеристик с динамическим диапазоном 10:1–100:1 [3, 11]. Стабильность перепада давления также обеспечивается подбором диаметра капилляров таким образом, чтобы реализовать в них ламинарный режим течения потока воды [3]. При ламинарном режиме на стабильность потока сильно влияет вязкость жидкости, которая зависит от температуры. Чтобы избежать изменения вязкости, капилляры погружают в термостатическую ванну с жидкостью. Это обеспечивает поддержание температуры жидкости в капилляре с отклонением не более 0,01 °C [3].

В качестве эталонных расходомеров рекомендуется выбирать кориолисовые и тепловые расходомеры [18], так как они обладают стабильными во времени метрологическими характеристиками, выходными высокочастотными аналоговыми и цифровыми сигналами.

Конструкция гидравлического тракта эталона должна предусматривать соблюдение условий монтажа используемых расходомеров в соответствии с их руководством по эксплуатации: относительной длины прямолинейных участков до и после расходомеров; отсутствия механических напряжений; соосности соединительных патрубков; наличия заземляющих клемм и прочего. А также рекомендуется применять дублирующую запорную арматуру до и после системы регулирования расхода, что позволяет контролировать протечки между кранами и гарантирует постоянное заполнение жидкостью проточной части расходомеров.

Измерительный (рабочий) стол эталона. Измерительный (рабочий) стол эталона предназначен для монтажа одного или нескольких исследуемых СИ. Количество и типы исследуемых СИ при соблюдении требований их монтажа будут определять длину измерительного стола.

Измеренные значения объёма жидкости по показаниям тестируемого СИ и эталона необходимо приводить к единым условиям. Для этого необходимо измерять температуру и избыточное давление жидкости в непосредственной близости от тестируемого СИ, температуру жидкости в накопительной ёмкости весового устройства и атмосферное давление воздуха до и (или) после определения объёма жидкости.

Со стороны входа и выхода измерительного (рабочего) стола необходимо предусмотреть запорную арматуру для его отсечки на момент монтажа и демонтажа средств измерений, а также дополнительный кран для сброса избыточного давления.

Оснащение измерительного (рабочего) стола телескопическим компенсатором длины с пневматическим (электрическим) приводом не рекомендуется по причине возникновения застойных зон с низкими локальными значениями скорости течения жидкости, а также агломерации пузырьков газа с закупориванием внутреннего проходного сечения капиллярных труб в измерительных линиях.

Под измерительным (рабочим) столом для удобства работы целесообразно разместить лоток для слива жидкости при демонтаже средств измерений.

Модуль измерений массы. В национальных эталонах [3–18] реализуется метод динамического взвешивания. Система измерений массы состоит из весовых устройств (весов) и накопительных ёмкостей для взвешивания жидкости. Количество весовых устройств определяется динамическим диапазоном расходов эталона. Например, для линии, работающей в диапазоне 0,167–1,67 мл/мин, максимальная масса жидкости в весовом стакане, определяемая с дискретностью не менее 10 мкг, составляет 5 г [3].

Для взаимодействия весов с компьютером при сборе данных рекомендуется к применению интерфейс RS-232 (RS-485). Данный интерфейс совмещает каждое полученное значение массы с соответствующим полученным значением времени, в результате чего вычисляется расход.

Весовые устройства размещаются на столах с мраморной столешницей в качестве платформ [3]. Опоры стола располагают на антивибрационном покрытии.

С целью снижения влияния свободноконвективных потоков воздуха на показания весов для каждого весового устройства устанавливается ветрозащита [3–18].

Также работа с весами может потребовать контроля параметров окружающего воздуха, т. е. поддержания влажности окружающей среды во время эксплуатации и изменения в узких диапазонах значений температуры окружающей среды за время измерения.

Другим эффектом динамического измерения является учёт поправки на плавучесть воздуха при постоянном заполнении накопительной ёмкости водой. Учёт поправки на плавучесть можно выполнить коррекцией значений массы в режиме реального времени при вычислении фактических значений плотности воздуха и воды [7].

Учёт эффекта испарения жидкости из накопительной ёмкости. Важной проблемой при реализации эталона в диапазоне малых значений расхода является испарение воды в накопительной ёмкости во время процесса измерений. Для нивелирования указанного эффекта рекомендуется накрывать накопительную ёмкость крышкой, применять испарительные ловушки или создавать над слоем жидкости, находящейся в накопительной ёмкости, слой из высоковязкой жидкости с меньшей плотностью, кроме того, перечисленные способы можно комбинировать.

В эталоне NIMT [15] используется накопительная ёмкость 1 цилиндрической формы с усечённой конусной верхней частью (рис. 2, а). Для снижения эффекта испарения стакан 1 накрывается крышкой 2. Вода поступает через срез выходного капилляра 4, расположенного над уровнем зеркала

воды 5. Данных о скорости испарения не представлено. Экспериментальные исследования, выполненные авторами [15], позволяют предположить, что скорость испарения составляла 0,6–7 мл/мин в зависимости от температуры и относительной влажности воздуха.

Конструкция накопительной ёмкости эталонов VSL [1] и Bronkhorst [18] представляет собой стакан цилиндрической формы (рис. 2, б), накрытый крышкой с отверстием 3 под выходной капилляр. Срез выходного капилляра погружается ниже уровня зеркала воды, находящейся в стакане. Относительная влажность воздуха внутри стакана достигает 98 % с образованием конденсата на поверхностях накопительной ёмкости. Диаметр отверстия подобран таким образом, чтобы между крышкой выходным капилляром не скапливался конденсат и не возникал водяной мост. Зеркало воды в стакане покрыто слоем масла 6 [17], которое значительно снижает скорость испарения воды до $(0,02–0,53) \cdot 10^{-4}$ мл/мин в зависимости от объёма стакана.

Конструкция накопительной ёмкости эталона METAS [7] позволяет исключить капельное течение воды из среза выходного капилляра (рис. 2, в). Для этого на дне стакана установлен вертикальный пористый стеклянный фильтр 7, таким образом, что между его вершиной и срезом сопла выходного капилляра образовался водяной мост 8 длиной 50 мкм. Возникающая капиллярная сила в стеклянном фильтре всасывает воду, не допуская образования на его поверхности водяных капель. Вода, находящаяся в ловушке испарения 9, насыщает воздух парами. Степень относительной влажности воздуха регулируется вентиляционными отверстиями 10 в верхней части ловушки испарения. Скорость испарения воды при данной конструкции накопительной ёмкости составляет $(3,16 \pm 0,50) \cdot 10^{-6}$ мл/мин в зависимости

от пористости стеклянных фильтров [7]. Значение скорости испарения в данном случае на порядок выше, чем в случае, когда зеркало воды покрыто слоем масла. Однако капиллярная сила остаётся практически постоянной во времени и не влияет на относительное увеличение массы воды в накопительной ёмкости в процессе измерений [7].

Накопительная ёмкость эталона LNE-CETIAT [3] оборудована ловушкой испарения в её верхней части (рис. 2, а). Срез выходного капилляра погружается ниже уровня зеркала воды, находящейся в стакане. Воздействие затопленной реактивной струи жидкости на весовое устройство уменьшается благодаря использованию разбрызгивателя 11 в срезе выходного капилляра. Скорость испарения воды из стакана при использовании слоя масла снижается до $1,5 \cdot 10^{-7}$ мл/мин [3]. Несмотря на снижение влияния скорости испарения, возникает другое значительное влияние, связанное с эффектами сил поверхностного натяжения и плавучести.

Отличительной особенностью конструкции накопительной ёмкости эталона NIST [11, 12] является независимая от стакана ловушка испарения (рис. 2, д). Стакан устанавливается на весовую ячейку 15, а ловушка испарения устанавливается на основание весов 14. Штатный экран ветрозащиты демонтируется с основания весов, и вся конструкция накрывается стеклянной ветрозащитой 13, в которую подводится выходной капилляр к стакану. Срез выходного капилляра внутренним диаметром 0,5 мм вводится через мениск водяного моста в принимающий капилляр 12 внутренним диаметром 1,5 мм. Метод подвода воды идентичен методу, реализованному в [7] с использованием стеклянных пористых фильтров. Скорость испарения воды из накопительной ёмкости достигает $4,1 \cdot 10^{-2}$ мл/мин.

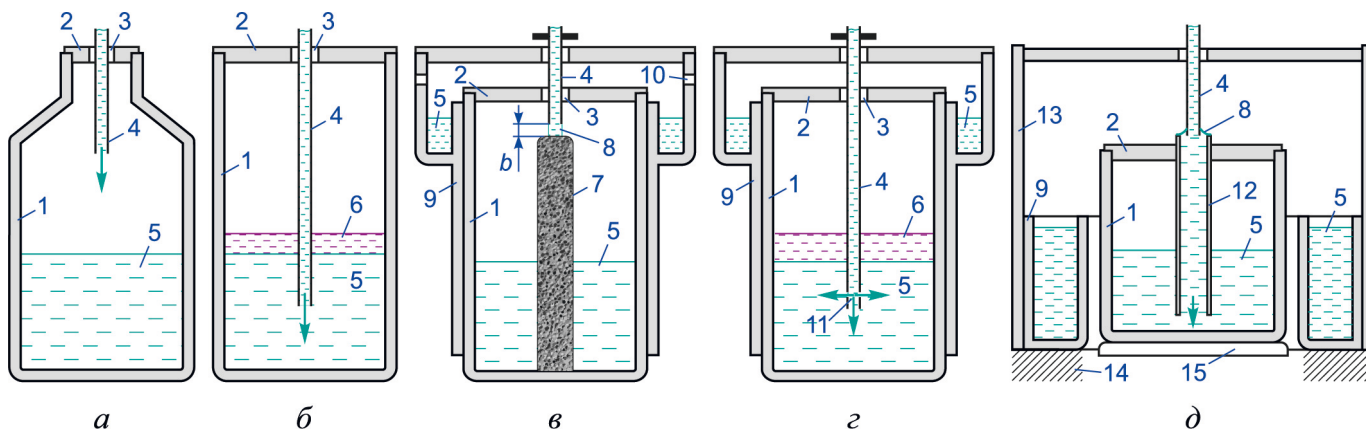


Рис. 2. Эскизы накопительных ёмкостей по данным [15], [1, 18], [7], [3], [11, 12] (соответственно а–д): 1 – стакан; 2 – крышка; 3 – отверстие под выходной капилляр; 4 – выходной капилляр; 5 – жидкость (вода или лёгкая нефть); 6 – слой масла; 7 – пористый стеклянный фильтр; 8 – жидкостный (водяной или нефтяной) мост; 9 – ловушка испарения; 10 – вентиляционное отверстие; 11 – разбрызгиватель в срезе капилляра; 12 – приёмный капилляр; 13 – ветрозащитный экран; 14 – основание весов; 15 – весовая ячейка; b – зазор между срезом капилляра и стеклянным фильтром

Fig. 2. Sketches of storage tanks [15], [1, 18], [7], [3], [11, 12] (according to a–e): 1 – beaker; 2 – lid; 3 – orifice for the outlet capillary; 4 – outlet capillary; 5 – liquid (water or light oil); 6 – oil layer; 7 – porous glass filter; 8 – liquid (water or oil) bridge; 9 – evaporation trap; 10 – air vent; 11 – sprinkler in a section of the capillary; 12 – receiving capillary; 13 – wind shield; 14 – balance base; 15 – weighing cell; b – gap between the capillary section and the glass filter

Учёт капиллярной силы и плавучести. В теоретических моделях, учитывающих влияние капиллярной силы (силы поверхностного натяжения), эффекта испарения жидкости, дрейфа весового устройства, а также плавучести на массу жидкости в накопительной ёмкости при погружении выходного капилляра в жидкость, неясно их взаимное влияние [3]. Экспериментальные исследования позволяют получить поправочные коэффициенты, зависящие от глубины погружения выходного капилляра. Например, в работе [3] капилляр длиной 150 мм, установленный вертикально на передвижном координатном устройстве, погружали в воду с постоянной скоростью (пропорциональной расходу жидкости) при фиксированных значениях шага погружения 25 мм. После каждого шага капилляр удерживали в неподвижном состоянии в течение 30 мин, (пропорционально времени погружения), чтобы определить массу испарившейся воды. Эксперименты выполняли для больших (2000 г) и малых (200 г) весов с поправочными коэффициентами $(2,4 \pm 1,1)$ и $(7,9 \pm 1,1)$ г/м [3] соответственно.

Согласно исследованиям [12, 16] точное позиционирование выходного капилляра относительно приёмного капилляра контролируется видеокамерой с функцией макросъёмки. Для визуального контроля процесса позиционирования выходной капилляр 4 выполнен в виде стеклянной пипетки (см. рис. 2, д). Например, в эталоне NIST [12], при точном позиционировании стеклянной пипетки (см. рис. 2, д) относительно приёмного капилляра сила поверхностного натяжения остаётся практически постоянной во времени, и соответственно не оказывает влияния на измерения массы воды в накопительной ёмкости. Позиционирование стеклянной пипетки осуществляется в трёх плоскостях микрометрами, установленными на штативе с массивным основанием. Стеклянная пипетка и приёмный капилляр должны быть полностью заполнены водой. В этом случае водяной мост обеспечит идеальный угол θ контакта с пипеткой, равный нулю [12]. Сила поверхностного натяжения при разрыве водяного моста достигает $56 \cdot 10^{-3}$ Н/м [11]. При неточном позиционировании стеклянной пипетки из-за её неполного смачивания (осушения) сила поверхностного натяжения обуславливает появление шума (0,06 мг/мин) при измерении массы жидкости [11].

Однако исследования, выполненные в NMIJ [16] показали, что при погружении в жидкость выходного капилляра (см. рис. 2, д) внутренним диаметром 1,76 мм (в качестве рабочей жидкости 5 использовалась лёгкая нефть плотностью $\rho = 818$ кг/м³), капиллярная сила E_k , направленная вверх, уменьшала значение измеренной массы жидкости. Плавучесть выходного капилляра $E_{вк}$, обусловленная вытеснением жидкостью, и масса жидкости $M_{зж}$, находившаяся внутри выходного капилляра ниже уровня зеркала жидкости, действовали в противоположном направлении, и увеличивали значение измеренной массы жидкости. Эти силы вызвали разницу массы жидкости фактической и измеренной $\Delta M_n = -E_k + E_{вк} + M_{зж}$. Идеальный угол контакта жидкостно-го (в данном случае – нефтяного) моста δ с капилляром зависит от материала выходного капилляра, положения

точки контакта и свойств жидкости [16]. Например, для лёгкой нефти сила поверхностного натяжения составляет $26 \cdot 10^{-3}$ Н/м, а угол контакта $\theta = 20^\circ$ [16]. При массе лёгкой нефти в накопительной ёмкости весового устройства 8,2 г снижение значения массы лёгкой нефти за счёт действия капиллярной силы E_k составило 25,3 мг. Установлено, что с увеличением глубины погружения выходного капилляра увеличивалось значение массы по показаниям весового устройства на 2 мг на 1 мм глубины погружения.

При воспроизведении расходов жидкости близких к 10^{-5} мл/мин и менее, увеличивалось влияние источника неопределённости связанного с эффектом «Stick-slip» – прерывистым скольжением жидкости по поверхности выходного капилляра [7]. Эффект показан для вариантов накопительной ёмкости при погружении выходного капилляра ниже уровня зеркала воды (см. рис. 2, б, в) для значений расхода 40 мкл/мин в [7]. Жидкость (вода или вода-масло) прерывисто скользит по поверхности выходного капилляра, что приводит к изменению показаний весового устройства (шуму) до ± 10 мкл/мин. Данный эффект объясняется технической шероховатостью поверхности выходного капилляра и влиянием сил поверхностного натяжения жидкости. Эффект «Stick-slip» можно минимизировать, применяя полированные нержавеющие или стеклянные выходные капилляры [7] или капилляры с олеофобным покрытием [10].

Система регулирования параметров окружающей среды. Корректная работа эталона возможна при поддержании стабильных значений температуры и влажности окружающей среды во время эксплуатации, а также при отсутствии значимых воздействий потоков воздуха на измерения модулей взвешивания.

Для достижения указанных требований рекомендуется применять конструкции, предотвращающие свободно- и вынужденно конвективные потоки воздуха в помещении, системы охлаждения и нагрева, увлажнения и осушения воздуха, а также СИ данных параметров, установленные в непосредственной близости с модулями взвешивания эталона.

Источники неопределённости. По результатам аналитического обзора определены основные источники неопределённости динамической модели измерений, влияющие на метрологические характеристики рассмотренных национальных эталонов [3–18] (см. рис. 1):

- калибровка, временной и температурный дрейфы, повторяемость, линейность и воспроизводимость показаний весов при измерении массы;

- измерения плотностей воздуха, воды, внесение коррективов, вызванных плавучестью воздуха;

- плавучесть капилляра и накопительной ёмкости;

- изменения геометрических размеров труб и запорной арматуры;

- измерения интервалов времени и синхронизации;

- испарение воды из весовой ёмкости;

- капиллярная сила и коэффициент поверхностного натяжения жидкости в выходном капилляре и накопительной ёмкости;

изменения температуры и давления в буферном объёме между СИ и срезом выходного капилляра;

техническая шероховатость поверхности выходных капилляров [7];

стабильность расхода [17];

наличие или образование пузырьков воздуха в гидравлической системе и их изменение во времени [17];

реактивная сила, с которой вода покидает выходной капилляр [3];

конвективные потоки воздуха [17].

Наибольший вклад в бюджет неопределённости эталона вносят следующие источники: испарение жидкости; капиллярная сила; сила поверхностного натяжения жидкости; техническая шероховатость поверхности выходного капилляра.

Уравнение измерений массового расхода жидкости.

Модифицированная модель динамического измерения массового расхода Q_M жидкости, приведённая авторами к общему виду на основе аналитического обзора национальных эталонов [3–18], представлена в виде уравнения

$$Q_M = \frac{1}{\tau_2 - \tau_1} \times \left\{ \left[M_2 \left(1 - \frac{\rho_{B2}}{\rho_r} \right) + B_2 \right] - \left[M_1 \left(1 - \frac{\rho_{B1}}{\rho_r} \right) + B_1 \right] + M_i \right\}, \quad (1)$$

где τ_1 , τ_2 – начальное и конечное значения интервала времени измерений; M_1 , M_2 – значения массы жидкости в начальный и конечный момент измерений; ρ_{B1} , ρ_{B2} – значения плотности окружающего воздуха в начальный и конечный момент измерений; ρ_r – значение плотности материала гирь; B_1 , B_2 – объединенный корректирующий коэффициент для значения массы жидкости в начальный и конечный момент измерений; M_i – значение массы испарившейся жидкости за интервал времени измерений.

Таблица 2

Источники неопределённости эталона Bronkhorst

№	Источники неопределённости	$u(x_i)$, % ($k=2$)	B, %
1	Калибровка весов	$3,0 \cdot 10^{-5}$	0,08
2	Временной дрейф весов	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,80
3	Дискретность весов	$6,7 \cdot 10^{-5}$	0,18
4	Линейность весов	$6,7 \cdot 10^{-4}$	1,80
5	Повторяемость весов	$8,0 \cdot 10^{-4}$	2,16
6	Температурный дрейф весов	$2,0 \cdot 10^{-4}$	0,54
7	Плотность воздуха при калибровке	$1,3 \cdot 10^{-3}$	3,38
8	Плотность гирь	$7,5 \cdot 10^{-4}$	2,03
9	Плотность воздуха	$1,0 \cdot 10^{-2}$	27,92
10	Плотность жидкости	$3,7 \cdot 10^{-2}$	10,04
11	Изменение геометрии гидравлического тракта	$1,1 \cdot 10^{-3}$	2,88
12	Изменение геометрии запорной арматуры	$1,4 \cdot 10^{-3}$	3,78
13	Измерение времени	$7,7 \cdot 10^{-1}$	8,69
14	Испарение жидкости	$2,4 \cdot 10^{-3}$	3,19
15	Капиллярная сила	$2,0 \cdot 10^{-2}$	27,00
16	Объёмное расширение жидкости	$2,6 \cdot 10^{-3}$	3,54

Объединенный корректирующий коэффициент для значения массы жидкости в начальный и конечный момент измерений определяется как

$$B_{i=1,2} = \sum_{j=1}^5 k_{i,j}, \quad (2)$$

где $k_{i,j}$ – поправки, учитывающие капиллярную силу $k_{i,1} = \pi d_{BK} \gamma_i \cos(\theta_i) / g$, плавучесть воздуха $k_{i,2} = V_{ж} \rho_{B1}$, плавучесть приёмного капилляра $k_{i,3} = \rho_{жi} \Delta l_i F_{BK}$, плавучесть накопительной ёмкости $k_{i,4} = V_H \rho_{B1}$, плавучесть выходного капилляра помещённого ниже зеркала жидкости в накопительной ёмкости $k_{i,5} = -V_{BK} \rho_{жi}$; d_{BK} – внутренний диаметр выходного капилляра, γ – сила поверхностного натяжения; θ – угол контакта (смачивания) жидкостью поверхности; g – ускорение свободного падения; $V_{ж}$ – объём жидкости; Δl – расстояние между срезом выходного капилляра и зеркалом жидкости в накопительной ёмкости; F_{BK} – площадь поперечного сечения выходного капилляра; V_H – объём стенок накопительной ёмкости; V_{BK} – объём выходного капилляра, погруженного ниже зеркала жидкости в накопительной ёмкости.

Вклад каждой поправки $k_{i,j}$, входящей в уравнение (2), индивидуален и зависит от диапазона расхода жидкости и конструктивных особенностей накопительной ёмкости (см. рис. 2). Например, наличие стеклянного пористого фильтра в накопительной ёмкости в [7] и точное позиционирование выходного капилляра относительно приёмного в [12] исключает влияние капиллярной силы.

Для эталона DTI [10] (см. рис. 2, б), при расходах выше 0,167 мл/мин основной вклад в неопределённость измерений вносят источники неопределённости, обусловленные поправками на плавучесть выходного капилляра $k_{i,5}$ и капиллярной силой $k_{i,1}$ между выходным капилляром и двумя слоями жидкости (вода-масло) в накопительной ёмкости. Неопределённость измерений массы жидкости при расходах менее 0,167 мл/мин и неопределённость измерений, обусловленная поправкой на плавучесть капилляра $k_{i,1}$ при расходах менее 0,005 мл/мин становятся доминирующими (90 % при 0,005 мл/мин), в то время как изменение капиллярной силы $k_{i,1}$, обусловленной изменением уровня зеркала воды внутри накопительной ёмкости, становится

Таблица 3

Источники неопределённости эталона NIST

№	Источники неопределённости	$u(x_i)$, % ($k=1$)	B, %
1	Плотность жидкости	$5,0 \cdot 10^{-3}$	13,89
2	Измерение времени	$2,0 \cdot 10^{-3}$	5,56
3	Испарение жидкости	$2,0 \cdot 10^{-3}$	5,56
4	Капиллярная сила	0	0
5	Измерение массы с учётом плавучести воздуха	$3,0 \cdot 10^{-3}$	8,33
6	Плавучесть капилляра в жидкости	$8,0 \cdot 10^{-3}$	22,22
7	Стабильность расхода и повторяемость	$1,6 \cdot 10^{-2}$	44,44

незначительным (около 20 мкм). При уменьшении расхода жидкости неопределённость измерений эталона DTI [10] возрастает: 0,5 % ($k=2$) при расходе 0,167 мл/мин и 5 % ($k=2$) при минимальном расходе $8,33 \cdot 10^{-3}$ мл/мин. Аналогично неопределённость измерений эталона NIST [12] при $k=2$ составляет: 0,035 % при 0,1 мл/мин; 0,07 % при 10^{-2} мл/мин; 0,45 % при 10^{-3} мл/мин; 0,45 % при 10^{-4} мл/мин.

Обусловленная третьим законом Ньютона реактивная сила, с которой жидкость покидает выходной капилляр, будет доминировать при более высоких расходах [3]. Оценить данный источник неопределённости сложно [17].

Корректировка плавучести накопительной ёмкости важна при очень низких расходах, так как масса накопительной ёмкости много больше массы накопленной жидкости [17].

Источники неопределённости и их значения для эталона Bronkhorst [18] на точке объёмного расхода 0,25 мл/мин и эталона NIST [12] на точке объёмного расхода 0,1 мл/мин представлены в табл. 2, 3, где $u(x_i)$ – неопределённость измерений; B – вклад в бюджет неопределённости. Из табл. 2, 3, следует принципиальное отличие в определении и оценке источников неопределённости национальных эталонов Bronkhorst [18] и NIST [12], которое связано с использованием различных корректирующих коэффициентов в уравнении измерений (1).

Например, в эталоне Bronkhorst [18] подробно расписаны все составляющие источников неопределённости, связанные с измерением массы жидкости весовым устройством, плотностей воздуха и жидкости (см. табл. 2, пп. 1–10), тогда как в эталоне NIST [12] представлено только результирующее значение источника неопределённости, обусловленное измерением массы жидкости с учётом плавучести воздуха (см. табл. 3, п. 5). Учёт влияния эффекта испарения жидкости из накопительной ёмкости на метрологические характеристики представлен для эталонов Bronkhorst [18] и NIST [12] в пп. 14 и 3 (см. соответственно табл. 2, 3), что позволяет наглядно оценить эффективность применяемых конструктивных решений в данных эталонах при минимизации эффекта испарения жидкости. Также стоит отметить оригинальность конструкции накопительной ёмкости эталона NIST [12] (см. рис. 2, д), которая позволяет исключить учёт влияния капиллярной силы (см. табл. 3, п. 4), по сравнению с конструкцией накопительной ёмкости эталона Bronkhorst [18] (см. табл. 2, п. 15), где капиллярная сила значительно влияет на метрологические характеристики эталона.

Региональные сличения национальных эталонов единиц расхода жидкости DTI, IPQ, LNE-CETIAT, METAS, VSL, MIKES, Bronkhorst и FH Lübeck (EURAMET.M.FF-S7) выполнены с 2012 по 2015 гг. в диапазоне значений 0,002–3,3 мл/мин.

Закключение. Представленный аналитический обзор конструктивных особенностей модулей национальных эталонов дал возможность определить рациональный способ генерации потока жидкости с использованием мембранного расширительного бака, позволяющий минимизировать пульсации и колебания расхода жидкости. Рассмотренные перспективные конструкции накопительной ёмкости эталонов минимизируют вклад эффекта испарения жидкости, влияния капиллярной силы и плавучести. Изучение основных

источников неопределённости измерений массы и объёма жидкости методом динамического взвешивания и методов минимизации этих неопределённостей позволило установить, что вклад каждого источника неопределённости индивидуален и зависит от диапазона расхода жидкости и конструктивных особенностей эталона. Предложенная модифицированная модель динамического измерения массового расхода жидкости учитывает основные источники неопределённости. Оценено влияние источников неопределённости на метрологические характеристики национальных эталонов. Полученная в ходе аналитического обзора информация в мае 2020 г. позволила приступить к проектированию эталонной установки ЭУ-4, проводимому в рамках совершенствования ГЭТ 63-2019, как части метрологической инфраструктуры Российской Федерации.

Список литературы

1. Lucas P., Ahrens M., Geršl J., Sparreboom W., Lötters J., *Biomedizinische Technik*, 2015, vol. 60, pp. 317–335. <https://doi.org/10.1515/bmt-2014-0132>
2. Corleto C., Claudel P., Dobre M., Del Campo D., Filtz J.-R., *Measurement Science and Technology*, 2018, vol. 29, no. 7, 070101. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/aabb6d>
3. David C., Claudel P., *MAPAN Journal of Metrology Society of India*, 2011, vol. 26, pp. 203–209. <https://doi.org/10.1007/s12647-011-0019-0>
4. Кремлевский П. П. Расходомеры и счётчики количества веществ: Справочник: Кн. 2 / Под общ. ред. Е. А. Шорникова. 5-е изд., перераб. и доп. СПб.: Политехника, 2004. 412 с.
5. Lötters J. C., Lammerink T. S., Groenesteijn J., Haneveld J., Wiegerink R. J., *Micromachines*, 2012, vol. 3, pp. 194–203. <https://doi.org/10.3390/mi3010194>
6. Тухватуллин Р. Р., Щелчков А. В., Фафурун В. А. Государственный первичный специальный эталон единиц массы и объёма жидкости в потоке, массового и объёмного расходов жидкости ГЭТ 63-2019 // Измерительная техника. 2021. № 2, С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-2-3-8>
7. Bissig H., Tschannen M., de Huu M., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2020, vol. 73, 101744. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101744>
8. Benkova M., Mikulecky I., Primary standard and traceability chain for microflow of liquids, *16th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2013, Paris, France, September 24–26, 2013, Paris, IMEKO, 2013, pp. 44–49.
9. Benkova M., Schweitzer F., New primary standard with piston prover for microflow of liquids, *18th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2019, Lisbon, Portugal, June 26–28, 2019, Lisbon, IMEKO, 2019, pp. 463–467.
10. Melvad C., Frederiksen J., The progress of gravimetric primary standards for liquid flow calibration at the Danish technological institute from $500 \text{ m}^3/\text{h}$ to $10^{-9} \text{ m}^3/\text{h}$, *16th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2013, Paris, France, September 24–26, 2013, Paris, IMEKO, 2013, pp. 218–221.
11. Salipante P., Hudson S. D., Schmidt J. W., Wright J. D., *Experiments in Fluids*, 2017, vol. 58, no. 7, pp. 85. <https://doi.org/10.1007/s00348-017-2362-6>

12. Wright J. D., Schmidt J. W., Reproducibility of liquid micro-flow measurements, *18th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2019, Lisbon, Portugal, June 26–28, 2019, Lisbon, IMEKO, 2019, pp. 604–622.

13. Batista E., Godinho I., Martins R. F., Mendes R., Robarts J., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2020, vol. 75, 101789. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101789>

14. Sirenden B. H., Zaid G., Prajitno P., Hafid Development of volumetric micro-flow calibration system using FPGA for medical application, *XXI IMEKO World Congress "Measurement in Research and Industry"*, Prague, Czech Republic, 30 August – 4 September 2015, Prague, IMEKO, 2015, pp. 116100.

15. Chinarak T., Yooyartmak K., Wongthep P., *Journal of Physics: Conference Series*, 2018, vol. 1144, no. 1, 012081. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1144/1/012081>

16. Doihara R., Shimada T., Cheong K.-H., Terao Y., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2016, vol. 50, pp. 90–101. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2016.06.014>

17. Bissig H., Petter H. T., Lucas P., Batista E., Filipe E., Almeida N., Ribeiro L. F., Gala J., Martins R. F., Savanier B., Ogheard F., Niemann A. K., Lötters J., Sparreboom W., *Biomed EngBiomed Tech.*, 2015, vol. 60, pp. 301–316. <https://doi.org/10.1515/bmt-2014-0145>

18. Platenkamp T. H., Sparreboom W., Ratering G. H. J. M., Katerberg M. R., Lötters J., *Micromachines*, vol. 6, no. 4, 2015, pp. 473–486. <https://doi.org/10.3390/mi6040473>

References

1. Lucas P., Ahrens M., Geršl J., Sparreboom W., Lötters J., *Biomedizinische Technik*, 2015, vol. 60, pp. 317–335. <https://doi.org/10.1515/bmt-2014-0132>

2. Corleto C., Claudel P., Dobre M., Del Campo D., Filtz J.-R., *Measurement Science and Technology*, 2018, vol. 29, no. 7, pp. 070101. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/aabb6d>

3. David C., Claudel P., *MAPAN Journal of Metrology Society of India*, 2011, vol. 26, pp. 203–209. <https://doi.org/10.1007/s12647-011-0019-0>

4. Kremlevskii P. P., *Raskhodometry i schetchiki kolichestva veshchestv: Spravochnik: Kn. 2 [Flowmeters and counters of the amount of substances: Handbook: Book. 2]*, ed. E. A. Shornikov, St. Petersburg, Polytechnica Publ., 2004, 412 p. (In Russ.)

5. Lötters J. C., Lammerink T. S., Groenesteijn J., Haneveld J., Wiegerink R. J., *Micromachines*, 2012, vol. 3, pp. 194–203. <https://doi.org/10.3390/mi3010194>

6. Tikhvatullin R. R., Shchelchikov A. V., Fafurin V. A., *Measurement Techniques*, 2021, no. 2, pp. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-2-3-8>

7. Bissig H., Tschannen M., de Huu M., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2020, vol. 73, 101744. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101744>

8. Benkova M., Mikulecky I., Primary standard and traceability chain for microflow of liquids, *16th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2013, Paris, France, September 24–26, 2013, Paris, IMEKO, 2013, pp. 44–49.

9. Benkova M., Schweitzer F., New primary standard with piston prover for microflow of liquids, *18th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2019, Lisbon, Portugal, June 26–28, 2019, Lisbon, IMEKO, 2019, pp. 463–467.

10. Melvad C., Frederiksen J., The progress of gravimetric primary standards for liquid flow calibration at the Danish technological institute from 500 m³/h to 10^{−9} m³/h, *16th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2013, Paris, France, September 24–26, 2013, Paris, IMEKO, 2013, pp. 218–221.

11. Salipante P., Hudson S. D., Schmidt J. W., Wright J. D., *Experiments in Fluids*, 2017, vol. 58, no. 7, pp. 85. <https://doi.org/10.1007/s00348-017-2362-6>

12. Wright J. D., Schmidt J. W., Reproducibility of liquid micro-flow measurements, *18th International Flow Measurement Conference*, FLOMEKO 2019, Lisbon, Portugal, June 26–28, 2019, Lisbon, IMEKO, 2019, pp. 604–622.

13. Batista E., Godinho I., Martins R.F., Mendes R., Robarts J., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2020, vol. 75, p. 101789. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101789>

14. Sirenden B.H., Zaid G., Prajitno P., Hafid Development of volumetric micro-flow calibration system using FPGA for medical application, *XXI IMEKO World Congress "Measurement in Research and Industry"*, Prague, Czech Republic, 30 August – 4 September 2015, Prague, IMEKO, 2015, pp. 116100.

15. Chinarak T., Yooyartmak K., Wongthep P., *Journal of Physics: Conference Series*, 2018, vol. 1144, no. 1, 012081. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1144/1/012081>

16. Doihara R., Shimada T., Cheong K.-H., Terao Y., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2016, vol. 50, pp. 90–101. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2016.06.014>

17. Bissig H., Petter H. T., Lucas P., Batista E., Filipe E., Almeida N., Ribeiro L. F., Gala J., Martins R. F., Savanier B., Ogheard F., Niemann A. K., Lötters J., Sparreboom W., *Biomed EngBiomed Tech.*, 2015, vol. 60, pp. 301–316. <https://doi.org/10.1515/bmt-2014-0145>

18. Platenkamp T. H., Sparreboom W., Ratering G. H. J. M., Katerberg M. R., Lötters J., *Micromachines*, vol. 6, no. 4, 2015, pp. 473–486. <https://doi.org/10.3390/mi6040473>

Статья поступила в редакцию 06.04.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Методы реализации реперных точек МТШ-90: необходимость совершенствования

Алина Герасимовна Иванова¹, Сергей Федорович Герасимов², Анатолий Иванович Походун³✉, Виктор Маркович Фуксов⁴

^{1, 2, 3, 4} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия

²S.F.Gerasimov@vniim.ru, <http://orcid.org/0000-0002-6188-4909>

³A.I.Pokhodun@vniim.ru✉

⁴V.M.Fuksov@vniim.ru

Аннотация. Рассмотрены вопросы согласованности результатов международных сличений и эквивалентности национальных эталонов, совершенствования методов реализации основных реперных точек затвердевания металлов Международной температурной шкалы МТШ-90. Определены два источника неопределённости значения температуры при реализации реперных точек затвердевания металлов. Проведены эксперименты по инициированию внутренней границы раздела между жидкой и твёрдой фазами металла, исследовано влияние условий инициирования на структуру границы и измеренное значение температуры в ячейках реперных точек алюминия и индия. Рассмотрен вопрос о корректности оценок влияния примесей по закономерностям для единственной наружной границы кристаллизации, движущейся от стенок тигля к его центру. Анализ кривых затвердевания, полученных при разных условиях инициирования, позволил определить критерий сплошной внутренней границы раздела фаз и условия формирования при медленной кристаллизации металла только наружной границы раздела фаз без образования внутренней границы. Полученные критерии позволят метрологическим институтам выбирать корректные условия инициирования внутренней границы раздела фаз при использовании разных конструкций ячеек и нагревателей.

Ключевые слова: Международная температурная шкала, реперная точка, граница раздела твёрдой и жидкой фаз, кристаллизация

Для цитирования: Иванова А. Г., Герасимов С. Ф., Походун А. И., Фуксов В. М. Методы реализации реперных точек МТШ-90: необходимость совершенствования // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 42–47. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-42-47>

The methods of realization of ITS-90 fixed points: the necessity for improvement

Alina G. Ivanova¹, Sergei F. Gerasimov², Anatolii I. Pokhodun³✉, Viktor M. Fuksov⁴

^{1, 2, 3, 4} D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

²S.F.Gerasimov@vniim.ru, <http://orcid.org/0000-0002-6188-4909>

³A.I.Pokhodun@vniim.ru✉

⁴V.M.Fuksov@vniim.ru

Abstract. The consistency of the results of international comparisons and the equivalence of national standards, improvement of methods for the realization of the International Temperature Scale ITS-90 main fixed points of metals freezing are considered. Two sources of uncertainty of the temperature value during realization of metals freezing fixed points have been determined. Experiments on the initiation of the inner interface between the liquid and solid phases of the metal have been carried out, the effect of the initiation conditions on the interface structure and measured temperature value in aluminum and indium fixed points cells has been investigated. The question of the correctness of the impurities influence estimates according to the laws for the only outer interface moving from the crucible walls to its center is considered. Analysis of the freezing curves obtained under different initiation conditions allowed determining the criterion for the presence of a continuous inner interface and the conditions for the formation of a single outer interface during slow crystallization of the metal without the formation of an inner interface. The obtained criteria will allow metrological institutes to choose the correct conditions for the initiation of the inner interface when using different designs of cells and heaters.

Keywords: International Temperature Scale, fixed point, liquid-solid interface, crystallization

Введение. Два источника неопределённости значения температуры при реализации реперных точек затвердевания металлов практически полностью определяют

результаты международных сличений и эквивалентность национальных эталонов. Оба источника неопределённости обусловлены наличием в ячейке для реализации реперной

точки тонкого цилиндрического слоя металла с развитыми поверхностями теплообмена с нагревателем и платиновым термометром сопротивления (ПТС), а также одновременным формированием двух границ раздела фаз – внутренней и наружной.

Первый источник неопределённости – расхождение между измеренными значениями температуры реперных точек. Расхождение возникает из-за использования различных методов инициирования внутренней границы раздела фаз на поверхности термометрового канала и отсутствия критерия выбора метода формирования сплошной (завершённой) внутренней границы. При незавершённости внутренней границы ПТС показывает осреднённое значение температуры двух границ (внутренней и наружной), что вносит дополнительные искажения в результат измерения. Рекомендованные Консультативным комитетом по термометрии (ККТ) методики реализации основных реперных точек Международной температурной шкалы МТШ-90 требуют инициирования внутренней границы раздела фаз при реализации точек затвердевания металлов [1, 2]. Данная граница считается стабильной, её измеренная температура принимается за температуру реперной точки. Однако накопленный опыт реализации точек затвердевания металлов с инициированием внутренней границы раздела фаз показал, что рекомендованная методика не является универсальной, поскольку результат измерения зависит как от метода инициирования, так и от конструктивных особенностей ячейки, печи и теплового режима. Целью инициирования является получение сплошной внутренней границы, которая может обеспечить постоянство температуры в термометровом канале в течение продолжительного промежутка времени (обычно около 20 % общей продолжительности процесса затвердевания).

Влияние примесей в металле является вторым источником неопределённости температуры реперной точки, вносящим наибольший вклад в бюджет погрешностей. Расчётные методы определения влияния примесей (SIE – Sum of Individual Estimates и OME – Overall Maximum Estimate), рекомендованные в [2], основаны на общих закономерностях обусловленных примесями изменений температуры фазового перехода. Эти методы предполагают независимое влияние каждой примеси на температуру реперной точки, знание зависимости температуры фазового перехода от концентрации каждой из примесей и концентрации всех примесей в металле. Однако необходимые для расчёта справочные значения наклонов кривых ликвидуса в фазовых диаграммах обычно известны для концентраций примесей, значительно превышающих их содержание в применяемых металлах. Исследования [3–5] показали, что не все примеси участвуют в формировании границы раздела фаз и влияют на её температуру. Экспериментальные методы [6–9] позволяют определять суммарный эффект влияния примесей в реальных условиях и не требуют справочных данных, поэтому применение известной закономерности изменения температуры границы раздела фаз от доли жидкой (твёрдой) фазы к анализу экспериментальных кривых процесса медленной направленной кристаллизации с образованием

только наружной границы раздела фаз, движущейся внутрь от стенки тигля, выглядит предпочтительным по сравнению с расчётными методами. Однако условия формирования единственно наружной границы точно не определены.

Эквивалентность национальных эталонов определяется сличением показаний ПТС при реализации точек затвердевания металлов с инициированием внутренней границы раздела фаз, температура которой принимается за температуру реперной точки. Как и в случае оценки единственности наружной границы, критерий образования сплошной внутренней границы отсутствует. В данной работе сделана попытка найти условия медленной кристаллизации металла, при которых формируется либо сплошная внутренняя граница раздела фаз, либо только наружная граница без образования внутренней. Для определения условий образования в ходе инициирования сплошной внутренней границы и определения критерия её завершенности авторы выбрали точку затвердевания алюминия, который характеризуется наибольшей удельной теплотой затвердевания среди всех металлов, применяемых в качестве реперных точек. Для поиска критерия формирования только наружной границы была выбрана точка затвердевания индия, поскольку из-за малого значения удельной теплоты затвердевания и небольшого переохлаждения индия для этой точки велика вероятность появления внутренней границы.

Затвердевание алюминия исследовали в ячейке открытого типа с регулируемым давлением газовой фазы. Исследование процесса затвердевания индия проводили в ячейке из фторопласта-4, конструкция которой позволяет визуально наблюдать внутреннюю границу раздела фаз на разных стадиях затвердевания металла [10, 11]. Кривые затвердевания регистрировали эталонным платиновым термометром сопротивления ПТС-25.

Критерий формирования сплошной внутренней границы раздела фаз. Основным критерием успешного инициирования сплошной внутренней границы раздела фаз должно стать время стабилизации показаний ПТС после введения его в термометровый канал. При формировании сплошной внутренней границы время стабилизации должно быть минимальным из-за максимальной площади теплового контакта между внутренней границей и термометром, отсутствия прямого теплового контакта термометра с внешней границей раздела фаз и постоянства температуры в термометровом канале. В соответствии с теорией тепловой инерции время стабилизации не должно превышать трёх-четырёх значений инерционности ПТС. В среднем инерционность ПТС составляет 2–3 мин. Длительная стабилизация показаний ПТС свидетельствует о незавершённости границы раздела фаз, сформированной на поверхности термометрового канала и, как следствие, о влиянии наружной границы на результат измерения.

Эксперименты с реперной точкой затвердевания алюминия проводили при длительностях затвердевания 6; 10 ч, соответствующих заданиям температуры основного нагревателя на 1,5; 0,7 К меньше температуры затвердевания металла. Внутреннюю границу раздела фаз в ячейке с алюминием

инициировали с помощью керамических стержней комнатной температуры. Были использованы три варианта инициирования: один стержень в течение 1 мин; два стержня последовательно по 1 мин и два стержня по 2 мин каждый.

На рис. 1, а показаны начальные участки кривых затвердевания после инициирования внутренней границы раздела фаз двумя керамическими стержнями комнатной температуры по 1 мин каждый (кривая 1) и одним керамическим стержнем в течение 1 мин (кривая 2). Стабилизация показаний ПТС на кривой 2 происходит через 1 ч после начала измерений, на кривой 1 – через 30 мин. Разность показаний ПТС после стабилизации составляет около 0,5 мК. В обоих случаях полная продолжительность затвердевания составляла 10 ч.

Инициирование границы двумя стержнями по 2 мин каждым позволило получить стабилизацию показаний ПТС на уровне 0,1–0,2 мК в течение 10 мин (рис. 1, б, кривая 1).

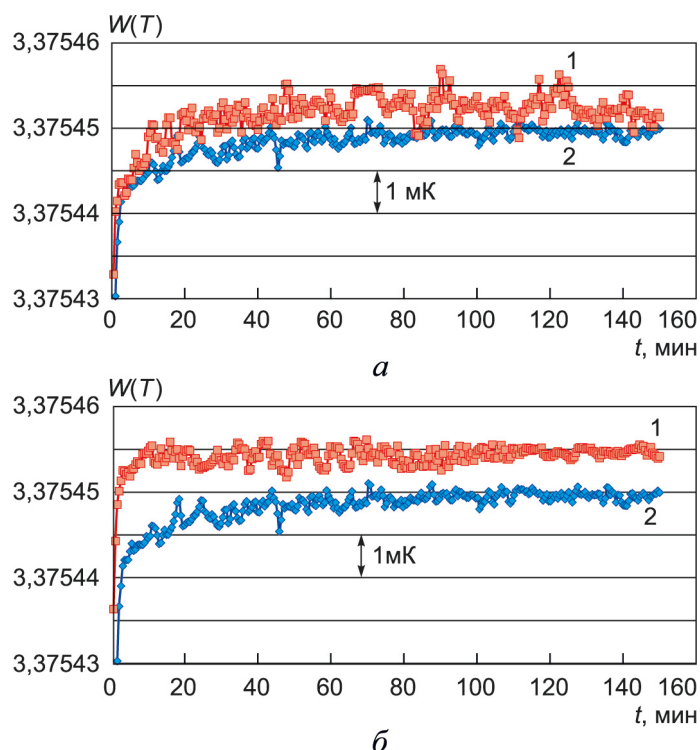


Рис. 1. Начальные участки кривых затвердевания алюминия после инициирования внутренней границы раздела фаз ($W(T)$ – отношение сопротивления термометра при измеряемой температуре к сопротивлению при температуре тройной точки воды):

а – двумя керамическими стержнями комнатной температуры по 1 мин каждый (кривая 1) и одним керамическим стержнем в течение 1 мин (кривая 2); б – двумя керамическими стержнями по 2 мин каждый (кривая 1) и одним керамическим стержнем в течение 1 мин (кривая 2)

Fig. 1. Initial sections of aluminium freezing plateaux after initiation of inner interface with 2 room temperature ceramic rods for 1 minute each (curve 1) and with 1 ceramic rod for 1 minute (curve 2) (a); with 2 room temperature ceramic rods for 2 minute each (curve 1) and with 1 ceramic rod for 1 minute (curve 2) (b); $W(T)$ – the ratio of thermometer resistance at measured temperature to its resistance at triple point of water temperature

В дальнейшем эти значения показаний ПТС сохранялись в течение 10 ч. Разность показаний ПТС при использовании двух стержней по 2 мин и одного стержня 1 мин (см. рис. 1, б, кривая 2) составляет около 1 мК. Такое различие в значениях измеренной температуры внутренней границы следует рассматривать как значительное и при проведении сличений, и при калибровке эталонных термометров.

Большое время стабилизации показаний ПТС и более низкие значения температуры затвердевания (см. рис. 1, а) могут свидетельствовать о незавершённости полученной внутренней границы раздела фаз и, следовательно, о влиянии наружной границы на показания ПТС. Быстрая стабилизация показаний ПТС, наибольшее значение температуры затвердевания и её постоянство (см. рис. 1, б, кривая 1) указывают на формирование при данных условиях инициирования сплошной внутренней границы. В этом случае время стабилизации показаний ПТС удовлетворяет приведённому выше критерию успешного инициирования сплошной внутренней границы раздела фаз.

Подобные результаты по влиянию метода инициирования на результат измерения температуры реперной точки были получены ранее для точек затвердевания индия и цинка [10, 12].

Условия формирования единственной наружной границы раздела фаз при медленной кристаллизации металла. В основе экспериментальных методов определения влияния примесей в металле на температуру фазового перехода лежит проведение медленной направленной кристаллизации расплавленного металла с формированием только наружной границы раздела фаз, движущейся внутрь от стенки тигля. Для металлов с небольшим переохлаждением, таких как In, Zn, Al, медленную кристаллизацию проводят понижением температуры нагревателя от температуры расплавленного металла до значения ниже температуры, необходимой для переохлаждения металла. При исследовании олова, переохлаждение которого может быть более 10 К и требует значительного уменьшения температуры нагревателя, используют метод, предложенный McLaren [13]: перемещение ячейки с расплавленным металлом в верхнюю, более холодную, часть печи для переохлаждения металла и возвращение её в рабочую зону после конца рекалесценции. Однако в большинстве работ, посвящённых влиянию примесей, условия формирования наружной границы не приводятся.

В настоящем исследовании основное внимание направлено на переходный процесс изменения градиента температуры по высоте внутреннего пространства печи при переохлаждении металла и его влияние на образование границы раздела фаз. В настоящее время такие параметры, как температура нагревателя при переохлаждении металла, необходимая продолжительность процесса и внутренний градиент температуры в печи в переходный период не регламентированы и варьируются исследователями в зависимости от конструкции используемых печи и ячейки.

В трёх экспериментах по реализации точки затвердевания индия без инициирования внутренней границы раздела фаз расплавленный металл вначале нагревали на 3 К

выше температуры затвердевания, после чего его переохлаждали при температуре нагревателя на 2; 5; 10 K меньше температуры затвердевания. Кривую затвердевания регистрировали при температуре нагревателя на 0,7 K меньше температуры затвердевания индия. Непосредственно после зарегистрированного переохлаждения металла термометровый канал изымали из ячейки и получали изображение поверхности (рис. 2). Во всех трёх случаях поверхность канала была практически полностью покрыта слоем затвердевшего индия разной плотности.

Площадка затвердевания, приведённая на рис. 3, получена без инициирования внутренней границы раздела фаз, при этом переохлаждение металла проводили при температуре на 10 K меньше температуры затвердевания. Продолжительность площадки около 20 ч. Затвердевание индия в термометровом канале подтверждается быстрым ростом температуры на начальном участке кривой до значений, отличающихся от максимальных, не более чем на 0,3–0,4 мK. Следующий за ним период медленного подъёма температуры, вероятно,

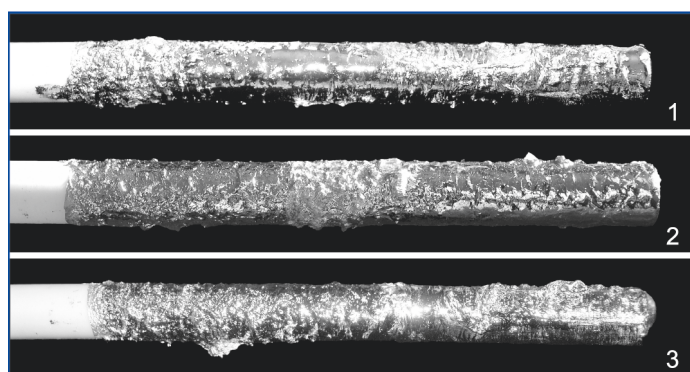


Рис. 2. Вид внутренней границы раздела фаз непосредственно после переохлаждения металла при температуре нагревателя на 2; 5; 10 K (соответственно 1, 2, 3) меньше температуры затвердевания индия

Fig. 2. The shape of the inner interface immediately after supercooling of the metal at heater temperature by 2 (1); 5 (2); 10 (3) K below indium freezing temperature

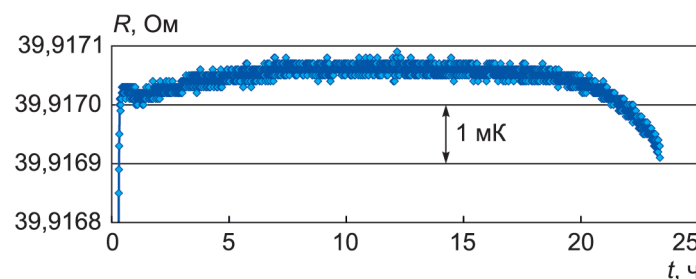


Рис. 3. Кривая затвердевания индия без инициирования внутренней границы раздела фаз при переохлаждении при температуре на 10 K меньше температуры затвердевания

Fig. 3. Indium freezing plateau without inner interface initiation; supercooling is carried out at temperature by 10 K below freezing temperature

соответствует уплотнению внутренней границы раздела фаз в результате дополнительного воздействия растущей наружной границы. Постоянство максимальной температуры в пределах 0,1 мK сохраняется в течение 10 ч при общей продолжительности затвердевания около 20 ч. Эти результаты сложно интерпретировать как измерение температуры только наружной границы раздела фаз, поэтому измеряемая температура затвердевания должна являться результатом суммарного влияния внутренней и наружной границ.

Для уточнения причины появления затвердевшего индия на канале без инициирования внутренней границы раздела фаз проанализирован переходный процесс охлаждения расплавленного металла, перегретого на 3 K больше температуры затвердевания. С этой целью зарегистрированы изменения градиента температуры между полостью печи над ячейкой и термометровым каналом ячейки после уменьшения

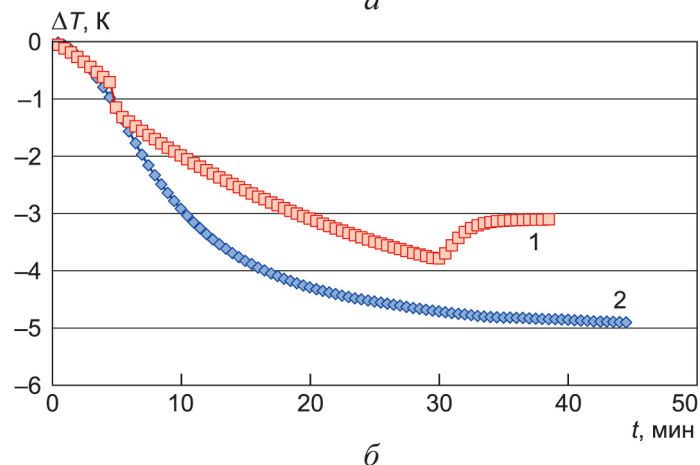
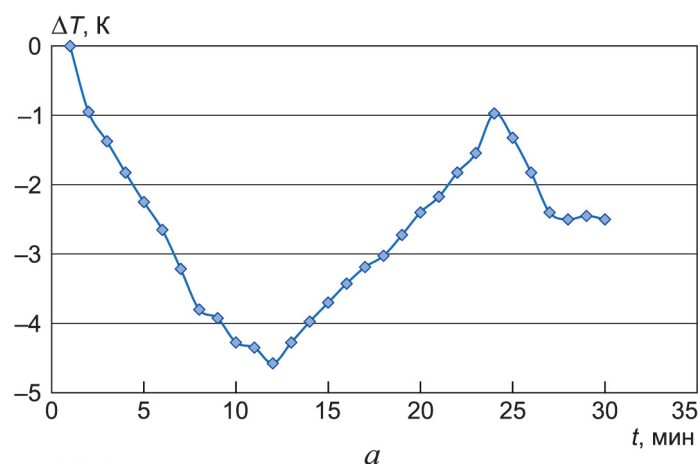


Рис. 4. Изменение разности температур между полостью печи над ячейкой и термометровым каналом (а); изменение температуры на дне термометрового канала (кривая 1) и в верхней части ячейки (кривая 2) (б) после снижения задания температуры нагревателя на 2 K меньше температуры затвердевания индия

Fig. 4. Variations of temperature gradient between the furnace space above the cell and the thermometer well (a); variations of temperature at thermometer well bottom (curve 1) and in upper part of the cell (curve 2) (b) after lowering the heater temperature to a value by 2 K below indium freezing temperature

температуры нагревателя до уровня на 2 К меньше температуры затвердевания индия. Для измерения использовали хромель-алюмелевую (тип К) дифференциальную термопару. Один спай термопары размещали в термометровом канале на уровне половины его высоты, второй спай – в полости нагревателя на 10 см выше ячейки. Начало регистрации соответствует моменту снижения задания температуры нагревателя на 5 К относительно температуры расплавленного индия (рис. 4, а).

Согласно рис. 4, а разность температур между пространством над ячейкой и серединой ячейки изменялась со скоростью 0,5 К в минуту и достигла почти 5 К в течение первых 10 мин после уменьшения температуры нагревателя, т. е. практически соответствовала изменению его температуры. Это обусловлено малой инерционностью воздушного пространства по сравнению с инерционностью ячейки. Дальнейшее уменьшение разности температур происходило из-за охлаждения ячейки до достижения переохлаждения металла. Отсюда следует, что во время переходного процесса часть кварцевой оболочки ПТС, выступающая за пределы термометрового канала, находится при температуре меньше температуры затвердевания. Возникающий при этом отвод теплоты может привести к появлению первых кристаллов на поверхности канала.

Для более точной оценки охлаждения ПТС в процессе переохлаждения индия в термометровый канал ячейки введена пробирка из кварцевого стекла, имитирующая ПТС. Внутри пробирки расположены два платиновых чувствительных элемента (каждый длиной 3,5 см и диаметром 3 мм): один элемент установлен на дне пробирки, второй – на уровне крышки ячейки. В исходном состоянии расплавленный металл был перегрет на 3 К больше температуры затвердевания. Изменения температуры элементов показаны на рис. 4, б, начало измерения температуры чувствительных элементов соответствует моменту уменьшения задания температуры нагревателя на 5 К.

Из рис. 4, б следует, что температура элемента, установленного на уровне крышки ячейки (кривая 2), уменьшается быстрее, чем температура элемента на дне канала. Через 15 мин температура верхнего элемента становится меньше температуры переохлаждения металла на 1 К и далее сохраняется до момента переохлаждения и начала затвердевания индия. Это и является причиной возникновения дополнительного отвода теплоты от термометрового канала, приводящего к появлению внутренней границы раздела фаз.

Заключение. Предложенный в работе критерий формирования сплошной внутренней границы раздела фаз в процессе её инициирования позволит определить оптимальные условия затвердевания металла, обеспечивающие постоянство температуры в термометровом канале в течение продолжительного промежутка времени. Результаты работы позволяют сделать вывод, что экспериментальные кривые медленного затвердевания металла в ячейках реперных точек, полученные без инициирования внутренней границы раздела фаз, нельзя однозначно рассматривать как изменения температуры только наружной границы и использовать для определения влияния примесей. В этом случае появление внутренней границы раздела фаз обусловлено неконтролируемым градиентом температуры

по высоте пространства над ячейкой в период переохлаждения металла и, как следствие, нежелательным охлаждением ПТС в термометровом канале.

Использование полученных результатов позволит метрологическим институтам выбрать корректный метод реализации реперных точек затвердевания металлов при использовании разных конструкций ячеек и нагревателей.

Список литературы

1. Mangum B. W., Blombergen P., Chattle M., Felmuth B., Marcarino P., Pokhodun A. I., *Metrologia*, 1999, vol. 36, pp. 79–88. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/36/2/2>
2. Felmuth B., Hill K. D., Pearce J. V., Peruzzi A., Steur P. P. M., Zhang J., *Guide to the realization of the ITS-90. Fixed points: influence of impurities*. Paris: BIPM, Consultative Committee for Thermometry, 2018, available at: https://www.bipm.org/utils/common/pdf/ITS-90/Guide ITS-90_2_1_Impurities_2018.pdf (accessed: 07.06.2021).
3. Rudtsch S., Aulich A., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, 32. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2153-y>
4. Rudtsch S., Fahr M., Fischer J., Gusarova T., Kipphardt H., Matschat R., *International Journal of Thermophysics*, 2008, vol. 29, pp. 139–150. <https://doi.org/10.1007/s10765-007-0358-9>
5. Fahr M., Rudtsch S., *Metrologia*, 2009, vol. 46, pp. 423–438. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/46/5/006>
6. Malik Z., Hunt J. D., Davies H., Lee P. D., Lowe D., Ques- ted P. N., *International Journal of Thermophysics*, 2011, vol. 32, pp. 1589–1601. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0925-y>
7. Pearce J. V., Sun J. P., Zhang J. T., Deng X. L., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 4. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2139-9>
8. Widiatmo J. V., Harada K., Yamazawa K., Arai M., *Metrologia*, 2006, vol. 43, pp. 561–572. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/6/012>
9. Widiatmo J. V., Sakai M., Satou K., Yamazawa K., Tamba J., Arai M., *International Journal of Thermophysics*, 2011, vol. 32, pp. 309–325. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0871-0>
10. Ivanova A. G., Abasov M. Yu., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *AIP Conference Proceedings*, 2013, vol. 1552, pp. 243–248. <https://doi.org/10.1063/1.4819547>
11. Ivanova A. G., Fuksov V. M., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 31. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2168-4>
12. Иванова А. Г., Ильин А. Ю., Анализ условий образования внутреннего фронта раздела фаз и их влияние на температуру затвердевания цинка // *Измерительная техника*. 2004. № 11. С. 43–46.
13. McLaren E. H., Murdock E. G., *Canadian Journal of Physics*, 1960, vol. 38, no. 1, pp. 100–118. <https://doi.org/10.1139/p60-010>

References

1. Mangum B. W., Blombergen P., Chattle M., Felmuth B., Marcarino P., Pokhodun A. I., *Metrologia*, 1999, vol. 36, pp. 79–88. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/36/2/2>

2. Fellmuth B., Hill K. D., Pearce J. V., Peruzzi A., Steur P. P. M., Zhang J., *Guide to the realization of the ITS-90. Fixed points: influence of impurities. Paris: BIPM, Consultative Committee for Thermometry*, 2018, available at: https://www.bipm.org/utis/common/pdf/ITS-90/Guide ITS-90_2_1_Impurities_2018.pdf (accessed: 07.06.2021).
3. Rudtsch S., Aulich A., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, 32. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2153-y>
4. Rudtsch S., Fahr M., Fischer J., Gusarova T., Kipphardt H., Matschat R., *International Journal of Thermophysics*, 2008, vol. 29, pp. 139–150. <https://doi.org/10.1007/s10765-007-0358-9>
5. Fahr M., Rudtsch S., *Metrologia*, 2009, vol. 46, pp. 423–438. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/46/5/006>
6. Malik Z., Hunt J. D., Davies H., Lee P. D., Lowe D., Ques-
ted P. N., *International Journal of Thermophysics*, 2011, vol. 32, pp. 1589–1601. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0925-y>
7. Pearce J. V., Sun J. P., Zhang J. T., Deng X. L., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 4. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2139-9>
8. Widiatmo J. V., Harada K., Yamazawa K., Arai M., *Metrologia*, 2006, vol. 43, pp. 561–572. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/6/012>
9. Widiatmo J. V., Sakai M., Satou K., Yamazawa K., Tamba J., Arai M., *International Journal of Thermophysics*, 2011, vol. 32, pp. 309–325. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0871-0>
10. Ivanova A. G., Abasov M. Yu., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *AIP Conference Proceedings*, 2013, vol. 1552, pp. 243–248. <https://doi.org/10.1063/1.4819547>
11. Ivanova A. G., Fuksov V. M., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., *International Journal of Thermophysics*, 2017, vol. 38, no. 31. <https://doi.org/10.1007/s10765-016-2168-4>
12. Ivanova A. G., Il'in A. Yu., *Measurement Techniques*, 2004, vol. 47, pp. 1096–1099. <https://doi.org/10.1007/s11018-004-0013-9>
13. McLaren E. H., Murdock E. G., *Canadian Journal of Physics*, 1960, vol. 38, no. 1, pp. 100–118. <https://doi.org/10.1139/p60-010>

Статья поступила в редакцию 22.03.2021; принята к публикации 07.06.2021.

Определение фазочастотной характеристики гидрофона по амплитудно-частотной характеристике

Александр Евгеньевич Исаев^{1✉}, Булат Ильгизович Хатамтаев²

^{1, 2} Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Менделеево, Московская обл., Россия

¹isaev@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-0718-5234>

²bulat_3004@mail.ru

Аннотация. Рассмотрена одна из задач пилотных сличений КОOMET 786/RU/19 – проверка корректности предложенной во ВНИИФТРИ модели гидрофона, состоящей из линии опережения и минимально-фазовой части. Модель учитывает влияние дифракции звука и резонансные свойства активного элемента и позволяет использовать преобразование Гильберта для получения фазочастотной характеристики по амплитудно-частотной характеристике, а также для обратной операции. Представлены результаты измерительных экспериментов, выполненных на установках Государственного первичного эталона единиц звукового давления и колебательной скорости в водной среде ГЭТ 55-2017. Показано, что для многих практических задач не требуется получать фазочастотную характеристику относительно акустического центра приёмника и достаточно значительно менее трудоёмкими способами определять форму фазочастотной характеристики.

Ключевые слова: комплексная чувствительность гидрофона по свободному полю, фазовая калибровка гидрофона, линия опережения, минимально-фазовая частотная характеристика, преобразование Гильберта

Для цитирования: Исаев А. Е., Хатамтаев Б. И. Определение фазочастотной характеристики гидрофона по амплитудно-частотной характеристике // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 48–53. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-48-53>

Determination of the hydrophone phase-frequency response by its amplitude-frequency response

Alexander E. Isaev^{1✉}, Bulat I. Khatamtaev²

^{1, 2} Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering (VNIIFTRI), Mendeleev, Moscow Region, Russia

¹isaev@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-0718-5234>

²bulat_3004@mail.ru

Abstract. One of the tasks of the COOMET 786/RU/19 pilot comparisons is to check the correctness of the hydrophone model proposed in VNIIFTRI, consisting of an advance line and a minimum-phase part, including the effect of sound diffraction and resonance properties of the active element. This model makes it possible to use the Hilbert transform to obtain the phase-frequency response from the amplitude-frequency response as well as for inverse operation. The results of measuring experiments performed using facilities of the State Primary Standard GET 55-2017 are presented. For many practical tasks, it is not necessary to obtain the phase-frequency response for an acoustic center of the receiver. It is enough to determine the shape of the phase-frequency response using much less laborious methods. The question of which of the characteristics is expedient to determine during calibration - for an acoustic center, or for a point on the surface of an active element, deserves a discussion among specialists performing acoustic measurements.

Keywords: hydrophone free-field complex frequency response, hydrophone phase calibration, advance line, minimum-phase frequency response, Hilbert transform

Введение. Международные пилотные сличения КОOMET 786/RU/19, участником которых является ВНИИФТРИ, начаты в 2020 г., завершить сличения планируется в 2022 г. В рамках этих сличений предусмотрены измерения амплитудно-частотных и фазочастотных характеристик чувствительности опорных гидрофонов (далее – АЧХ и ФЧХ гидрофонов соответственно). Это позволит участникам сличений подтвердить корректность методик, применяемых для амплитудно-фазовых

калибровок гидрофонов по полю, а также сравнить бюджеты неопределённостей результатов измерений АЧХ и ФЧХ. Сопоставление бюджетов неопределённостей измерений двух разнородных величин предоставит дополнительные возможности, поскольку эти бюджеты содержат как общие, так и различающиеся составляющие.

В последней редакции стандарта МЭК 60500-2017 «Гидроакустика. Гидрофоны. Свойства гидрофонов в полосе

частот от 1 Гц до 500 кГц» дано определение комплексной чувствительности в свободном поле. Так же, как и традиционно измеряемая чувствительность гидрофона, комплексная чувствительность определена для опорного центра гидрофона, заданных частоты и направления падения плоской звуковой волны в невозмущённом свободном поле (в отсутствие гидрофона). Модуль этой величины $|\dot{M}_r(f)| = M_r(f)$ – традиционно измеряемая чувствительность, её зависимость от частоты – АЧХ гидрофона. Аргумент $\varphi_r(f) = \arg(\dot{M}_r(f))$ – фазовый угол комплексной чувствительности – разность фаз между напряжением холостого хода на выходе кабеля гидрофона и звуковым давлением в точке расположения опорного центра гидрофона.

Исходя из практических соображений это определение применимо к измерениям гармонических сигналов. Заметим, что в определении комплексной чувствительности фазовый угол является аргументом комплексной чувствительности, т. е. для его нахождения не обязательно измерять разность фаз, используя гармонические сигналы.

Цель настоящей работы – предложить способ получения по АЧХ гидрофона его ФЧХ как частотной зависимости аргумента комплексной чувствительности гидрофона, при этом справедлива и обратная операция.

Проблемы амплитудно-фазовой калибровки гидрофона. Процедура абсолютной комплексной калибровки гидрофона стандартизована (МЭК 60565-1(2020) «Подводная акустика. Гидрофоны. Калибровка гидрофонов. Часть 1. Процедуры калибровки гидрофонов по свободному полю») и основана на методе взаимности. АЧХ и ФЧХ гидрофона получают одновременно в результате совокупных измерений с использованием трёх преобразователей. В процессе измерений определяют расстояния между преобразователями. В современных эталонах погрешность расстояния между преобразователями не входит в число преобладающих составляющих бюджета неопределённостей измерения АЧХ чувствительности. При измерениях ФЧХ погрешность измерения расстояния становится доминирующей, а для вычисления фазовых набегов звуковой волны необходимо точно определять скорость звука.

Для уменьшения методической погрешности фазовой калибровки преобразователи располагают по схеме Люкера-Ван Бюрена [1, 2]. Недостаток такого размещения – необходимость поворачивать калибруемый гидрофон на 180°. Чтобы при развороте акустический центр гидрофона не смещался относительно исходного положения, центр должен лежать на оси вращения. Калибруемый гидрофон обычно закрепляют на штанге, длина которой обусловлена глубиной погружения гидрофона. Вследствие смещения штанги при её развороте относительно оси вращения исходное расположение преобразователей нарушается. В результате фазовый угол чувствительности получают не для опорного центра гидрофона, а для некоторой неподвижной точки, лежащей на пересечении прямой, вдоль которой расположены преобразователи, и оси вращения. Для уменьшения влияния этого недостатка положение калибруемого гидрофона юстируют по лучу лазера с помощью

прецизионной 3D-системы позиционирования [1, 2]. Помимо того, что такой подход существенно усложняет процедуру калибровки, его невозможно применить в бассейне с оптически непрозрачными стенками. Отметим также, что юстировка положения калибруемого гидрофона не гарантирует точного результата, если не совпадают акустический и геометрический центры гидрофона, например, из-за технологических причин [1, 2]. Смещение положения акустического центра от опорной точки на 1 мм приводит к частотно-зависимой погрешности измеренной ФЧХ порядка 18° на частоте 150 кГц.

Для существенного уменьшения разброса результатов и его зависимости от частоты специалистами ВНИИФТРИ предложены связанные с условиями эксперимента способы определения положения геометрического центра акустическим методом (с учётом поправок на размеры активных элементов излучателя и приёмника) и получения фазового угла чувствительности для акустического центра гидрофона либо смещения акустического центра относительно неподвижной опорной точки [3]. Однако данные способы значительно усложняют как саму процедуру калибровки, так и возможность её автоматизации. 3D-позиционирование по лучам лазера чувствительно к малейшим толчкам и вибрациям и, по сути, осуществляется «на глаз». Комплексная калибровка гидрофона трудоёмка, в значительно меньшей степени отработана в методическом плане по сравнению с калибровкой традиционной, в силу чего её результаты в значительной мере зависят от искусства экспериментатора. Перечисленные причины побуждают искать новые подходы к получению ФЧХ гидрофона. Для этого целесообразно уточнить понятие комплексной чувствительности гидрофона применительно к решаемой задаче измерений.

Минимально-фазовая модель сферического гидрофона. Типовая модель сферического гидрофона представляет собой совокупность уравнений, описывающих поведение RLC-колебательных контуров и дифракцию звука на активном элементе [4]. Уравнение дифракции описывает уменьшение амплитуды при возрастании частоты и соответствующую этому уменьшению задержку по фазе среднего звукового давления на поверхности гидрофона относительно амплитуды и фазы звукового давления в свободном поле (т. е. в отсутствие гидрофона) в месте расположения опорной точки гидрофона. В теории электрических цепей подобные зависимости характерны для фильтра нижних частот.

Например, дифракцию звука на сферическом активном элементе описывают комплексной функцией [5]:

$$D_{\text{сф}}(f) = \frac{1}{\sqrt{1+(ka)^2}} \exp[-jatg(ka)], \quad (1)$$

где a – радиус сферы, $k=2\pi f/c$ – волновое число; c – скорость звука.

Выражение (1) в виде комплексной дробно-рациональной функции имеет единственный действительный полюс, расположенный слева от нуля на комплексной плоскости. Следовательно, функцию дифракции (1) можно рассматривать

как комплексную передаточную функцию линейной системы, которую в теории линейных систем принято называть минимально-фазовой системой [6]. Передаточная функция системы из колебательных RLC -контуров не имеет нулей и полюсов в правой части комплексной плоскости и также относится к классу линейных минимально-фазовых систем.

Обычно минимально-фазовую модель применяют для описания систем с сосредоточенными параметрами. В методе взаимности гидрофон также представляют точкой, совпадающей с его акустическим центром. Условия, при котором такое представление допустимо, называют дальним полем, когда размер гидрофона много меньше радиуса падающей на него сферической волны. Такое представление основано на уменьшении звукового давления обратно пропорционально радиусу сферической волны и используется для определения АЧХ гидрофона.

Поскольку гидрофон имеет физический размер, его реакция опережает момент прихода звуковой волны в точку расположения центра сферы. ФЧХ гидрофона получает дополнительную составляющую, равную набегу фазы при распространении звуковой волны на расстояние, равное радиусу a гидрофона. Эффект, порождающий эту составляющую ФЧХ, по аналогии с используемым в радиотехнике термином «линия задержки», будем называть линией опережения. Формально, такое опережение реакцией вызвавшего её воздействия противоречит принципу казуальности, который является одним из неперенных условий минимально-фазовости системы [6]. В то же время линия опережения, как и идеальная линия задержки, не искажает форму принимаемого сигнала, а вызывает лишь его смещение по времени. Это обстоятельство позволяет использовать модель, состоящую из двух частей: минимально-фазовой части (дифракция на сфере и набор колебательных контуров) и линии опережения. Введение линии опережения не изменяет АЧХ гидрофона $M_r(f)$, в то время как ФЧХ гидрофона $\varphi_r(f)$ представляют суммой фазового набега на линии опережения ka и ФЧХ минимально-фазовой части модели $\tilde{\varphi}_r(f)$. Чтобы отличать $\tilde{\varphi}_r(f)$ от ФЧХ гидрофона $\varphi_r(f) = \tilde{\varphi}_r(f) + ka$, будем

называть $\tilde{\varphi}_r(f)$ минимально-фазовой частотной характеристикой (МФЧХ).

Применение математического аппарата преобразования Гильберта. Использование предложенной модели позволяет применить при определении МФЧХ гидрофона свойство минимально-фазовой системы: ФЧХ и АЧХ минимально-фазовой системы связаны через преобразование Гильберта $\mathcal{H}(\cdot)$.

Преобразование Гильберта натурального логарифма АЧХ гидрофона, заданной с точностью до постоянного множителя, даёт МФЧХ:

$$\tilde{\varphi}_r(f) = \mathcal{H}\{\ln[G_r(f)]\},$$

где $G_r(f) \sim M_r(f)$.

Экспонента с преобразованием Гильберта МФЧХ в показателе степени является АЧХ гидрофона с точностью до коэффициента пропорциональности:

$$\exp\{\mathcal{H}[\tilde{\varphi}_r(f)]\} \sim M_r(f).$$

Задание АЧХ гидрофона с точностью до постоянного множителя означает, что для получения МФЧХ не требуется знать частотную характеристику чувствительности гидрофона в силу её избыточности. Достаточно использовать зависимость, которая повторяет поведение АЧХ с точностью до коэффициента пропорциональности. Такую зависимость можно получить, например, исключив расстояния между преобразователями в формуле чувствительности гидрофона, определяемой методом взаимности.

Преобразование Гильберта позволяет получить точное теоретическое решение для зависимостей, определённых на бесконечном интервале, в то время как АЧХ и ФЧХ измеряют в ограниченном диапазоне частот. В связи с этим важно знать, насколько это ограничение может влиять на результаты обработки частотных зависимостей.

В общем случае, чем шире частотный диапазон экспериментальных АЧХ и ФЧХ, тем точнее должен быть результат преобразования Гильберта. Гидрофон не является приёмником статического давления и его чувствительность на самых низких частотах мала. Чувствительность гидрофона будет также мала на частотах, значительно превышающих верхнюю границу его диапазона. И в том и другом случае на результаты измерений повлияет шумовая помеха. Поэтому частотные характеристики необходимо измерять в таком диапазоне частот, чтобы можно было надёжно экстраполировать характеристики за его пределы. В сторону низких частот зависимость экстраполируют до нуля герц. На рис. 1 (кривая 1) приведена АЧХ гидрофона TC4033 (Teledyne RESON A/S, Дания) со сферическим активным элементом, измеренная на установке Государственного первичного эталона единиц звукового давления и колебательной скорости в водной среде ГЭТ 55-2017 и экстраполированная на низкие частоты. Участок частотной зависимости выше резонансной частоты также необходим для надёжной экстраполяции данных.

На рис. 2 изображены экспериментально измеренная ФЧХ (кривая 1) и расчётные ФЧХ (кривые 2–4), найденные суммированием фазового набега на «линии опережения» и минимально-фазовой частотной зависимости, которая получена из экспериментальной АЧХ преобразованием Гильберта.

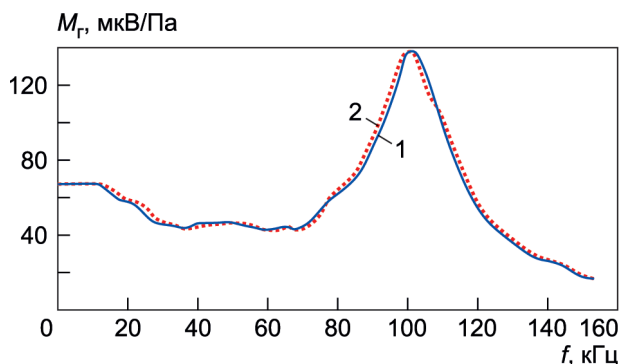


Рис. 1. Экспериментальная (1) и расчётная (2) амплитудно-частотные характеристики гидрофона TC4033

Fig. 1. Amplitude-frequency characteristics of the hydrophone TC4033, experimental (1), calculated (2)

При резонансной частоте гидрофона 100 кГц диапазона АЧХ 0–150 кГц должно быть вполне достаточно для получения ФЧХ. Однако, если к АЧХ в указанном диапазоне применить преобразование Гильберта, то расчётная ФЧХ (см. рис. 2, *кривая 2*) будет сильно отклоняться от экспериментальной. Для получения приемлемых результатов обработки следует экстраполировать АЧХ на высокие частоты. Более того, обрабатываемая зависимость не должна содержать разрывов и резких изломов. Примером такого излома служит поведение АЧХ вблизи нуля оси частот. В результате экстраполяции АЧХ на высокие частоты отклонения расчётной ФЧХ (см. рис. 2, *кривая 3*) от экспериментальной существенно уменьшились. Зависимости, представленные на рис. 2 *кривыми 1, 3*, схожи по характеру, но различаются по наклону. Если различие в наклонах устранить внесением в *кривую 3* дополнительного, пропорционального частоте фазового набега (*кривая 5*), то получим *кривую 4*, которая практически совпадает с *кривой 1*. Аналогичный результат можно получить, если перед обработкой экстраполировать данные на более высокие частоты. Расчётная АЧХ (см. рис. 1, *кривая 2*), полученная из МФЧХ операцией $\exp\{\mathcal{H}[\tilde{\varphi}_r(f)]\}$, практически повторяет экспериментальную АЧХ.

Причина различий наклонов экспериментальной и расчётной ФЧХ состоит в способе экстраполяции в сторону высоких частот экспериментальной АЧХ при её подготовке к обработке преобразованием Гильберта. Чем ближе обрабатываемая АЧХ к реальной АЧХ гидрофона на участке экстраполяции, тем меньше разница наклонов экспериментальной и расчётной ФЧХ. Рассмотрим этот факт более подробно.

Для уменьшения различия наклонов расчётной и реальной ФЧХ требуется привлекать экспериментальные данные о поведении АЧХ гидрофона на всё более и более высоких частотах. Однако полностью устранить различие наклонов не удаётся. С одной стороны, диапазон измерений по частоте всегда ограничен, с другой стороны – экстраполяция в область высоких частот требует надёжных экспериментальных данных, в то время как при увеличении частоты они всё более отягощены шумовой помехой.

Точно восстановить наклон ФЧХ важно, например, при сличениях результатов фазовых калибровок, когда сравнивают значения ФЧХ. Если при расчёте фазового набега на линии опережения принять радиус a равным нулю, то ФЧХ изменит свой наклон и в рамках предложенной модели будет соответствовать МФЧХ, т. е. ФЧХ точечного приёмника на поверхности активного элемента гидрофона. Таким образом, точка приёма окажется не в акустическом центре, а на поверхности активного элемента гидрофона. Если варьировать радиус a , то точка приёма будет смещаться в ту или иную сторону по оси «излучатель – приёмник», при этом не изменятся свойства гидрофона и описывающие их поведение ФЧХ. Это относится к любому пропорциональному частоте фазовому набегу, включая набег, обусловленный способом экстраполяции экспериментальной зависимости. Для задач обработки сдвиг сигнала по оси времени идентичен сдвигу точки приёма и его можно

не учитывать, если важна форма сигнала, а не его задержка. Это же относится к ситуации, когда необходимо оценить свойства гидрофона.

Заметим, что недостаточная подробность подвергаемых преобразованию Гильберта экспериментальных данных также ухудшает результат. При подготовке экспериментальных данных к обработке возникает вопрос о выборе

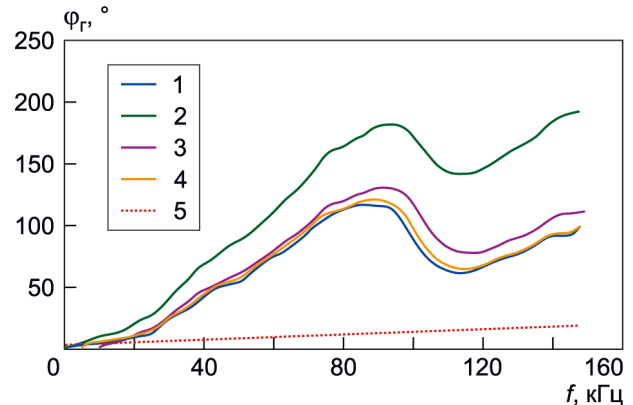


Рис. 2. Экспериментальная (1) и расчётные (2–4) фазочастотные характеристики гидрофона TC4033

Fig. 2. Phase-frequency characteristics of the TC4033 hydrophone, experimental (1), calculated (2–4)

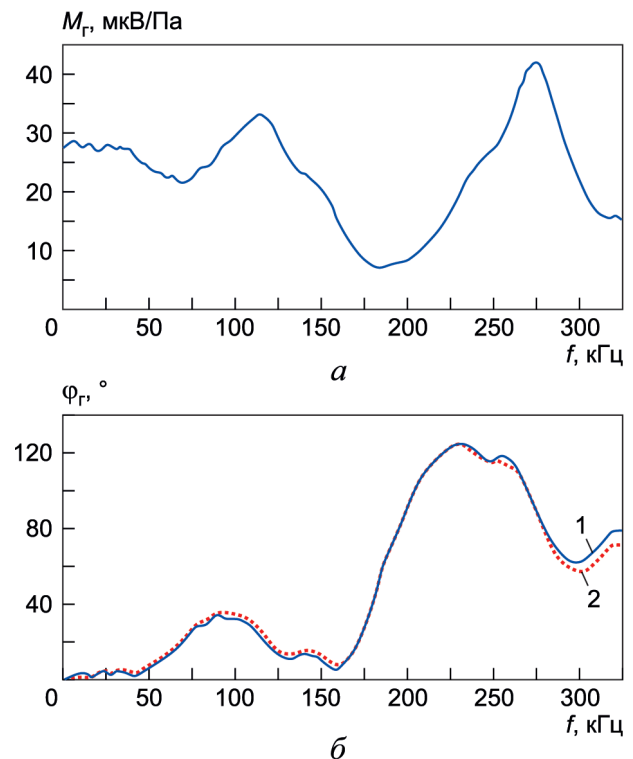


Рис. 3. Амплитудно-частотная (а), экспериментальная (1) и расчётная (2) фазочастотные (б) характеристики гидрофона B&K 8103

Fig. 3. Amplitude-frequency characteristic (a), experimental (1) and calculated (2) phase-frequency characteristics (b) of the hydrophone B&K 8103

критерия необходимой подробности. Для ответа на этот вопрос рационален следующий подход. Преобразование Гильберта можно рассматривать как обратное преобразование Фурье сдвинутого по фазе на $\pi/2$ спектра прямого преобразования Фурье, а обрабатываемые зависимости (АЧХ и ФЧХ) – как сигналы, подвергаемые преобразованию Фурье. При таком подходе степень подробности будет определяться крутизной изломов, наклонов и перегибов экспериментальной зависимости. Чем больше крутизна наклонов, тем выше должна быть частота Найквиста для получения спектра этой зависимости и, соответственно, тем подробнее должна быть измерена экспериментальная зависимость. Противоположная ситуация возникает при непрерывном излучении сигналов с распределённой в полосе частот мощностью [7]. Избыточную подробность полученных данных устраняют прореживанием.

С целью проверки корректности предлагаемой модели для гидрофонов с цилиндрическим активным элементом выполнена комплексная калибровка гидрофона B&K 8103 (Briel & Kjaer, Дания). В качестве опорной принята точка на оси симметрии активного элемента на половине его высоты. На рис. 3 приведены экспериментальная АЧХ, а также экспериментальная (кривая 1) и расчётная (кривая 2) ФЧХ гидрофона. Отклонения кривой 2 от кривой 1 не превышают $2,5^\circ$ на частотах ниже 250 кГц, возрастают до 7° с увеличением частоты от 250 кГц до 350 кГц, что свидетельствует о корректности предложенной модели для гидрофона с активным элементом, отличным от сферического.

Частотные зависимости среднего квадратического отклонения (СКО) прямых измерений ФЧХ продемонстрировали увеличение разброса результатов прямых измерений с увеличением частоты как для гидрофона TC 4033, так и для гидрофона B&K 8103. Это можно объяснить влиянием погрешности юстировки опорных точек гидрофонов. Для СКО расчётных ФЧХ обоих гидрофонов такое увеличение отсутствует, что свидетельствует об устойчивости к погрешностям юстировки положений гидрофона как результатов измерений АЧХ, так и полученных по ним ФЧХ. Таким образом, уменьшение СКО при расчёте ФЧХ по АЧХ позволит облегчить задачу контроля ФЧХ при подборе преобразователей антенной решётки.

Эксперименты по оценке и сопоставлению частотных зависимостей СКО были выполнены на частотах 0–160 и 0–300 кГц для гидрофонов TC 4033 и B&K 8103 соответственно. Однако можно предположить, что отмеченные тенденции в характере зависимостей сохраняются и на более высоких частотах. Следовательно, когда прямые измерения ФЧХ либо невозможны, либо отягощены большой погрешностью, ФЧХ может быть получена расчётом по АЧХ. Примеры такой ситуации – фазовая калибровка точечного, мембранного и игольчатого гидрофонов на мегагерцевых частотах [8–10].

Закключение. Предложенный подход к получению ФЧХ гидрофона, основанный на использовании свойств минимально-фазовой системы, а также представление гидрофона моделью в виде линии опережения и минимально-фазовой

части позволяют получать ФЧХ значительно менее трудоёмким способом, чем прямые измерения – по АЧХ путём преобразования Гильберта. Погрешность измерения расстояния между опорными центрами излучателя и приёмника входит в число доминирующих составляющих погрешности прямых измерений ФЧХ, однако не оказывает влияния при получении ФЧХ по АЧХ. Лучший способ отработать предложенный способ получения ФЧХ – пилотные сличения KOOMET 786/RU/19, на которых одновременно и с наивысшей точностью будут измерять ФЧХ и АЧХ опорных гидрофонов.

Практический интерес представляют исследования применимости предложенной модели гидрофона к приёмникам со значительным влиянием рассеяния звука элементами конструкции, излучателям, приёмникам векторных величин звукового поля, гидрофонам с плоским активным элементом, микрофонам. Для многих практических задач нет необходимости получать ФЧХ относительно акустического центра приёмника, а достаточно определять форму ФЧХ. Вопрос о том, какую из характеристик целесообразно определять при калибровке – ФЧХ для акустического центра, либо МФЧХ для точки на поверхности активного элемента, заслуживает обсуждения в кругу специалистов, выполняющих акустические измерения.

Список литературы

1. Hayman G., Robinson S., Phase calibration of hydrophones by the free-field reciprocity method, *Proceeding 11th Europ. Conf. on Underwater Acoustics*, Edinburgh, 2012, pp. 1437–1444.
2. Hayman G., Wang Y., Robinson S. P., A comparison of two methods for phase response calibration of hydrophones in the frequency range 10–400 kHz, *Journal of the Acoustical Society of America*, 2013, vol. 133 (2), pp. 750–759.
3. Исаев А. Е., Матвеев А. Н., Поликарпов А. М., Щерблюк Н. Г. Измерение фазочастотной характеристики чувствительности гидрофона по полю методом взаимности // *Измерительная техника*. 2013. № 6. С. 56–58.
4. Справочник по гидроакустике. Изд. 2-е, перераб. и доп. / Под ред. А. Е. Колесникова. Л.: Судостроение, 1988.
5. Лепендин Л. Ф. Акустика: Учеб. пособие для вузов. М.: Высшая школа, 1978. 448 с.
6. Бессонов Л. А. Теоретические основы электротехники. Электрические цепи: учебник для бакалавров. Изд 12-е, испр. и доп. М.: Юрайт, 2014. 701 с.
7. Исаев А. Е., Матвеев А. Н. Два подхода к градуировке гидрофона по полю при непрерывном излучении в незаглушенном бассейне // *Измерительная техника*. 2008. № 12. С. 47–51.
8. Harris G. R., Time-delay spectrometry measurement of magnitude and phase of hydrophone response, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, 2011, vol. 58 (11), pp. 2325–2333.
9. Cooling M. P., Humphrey V. F., A nonlinear propagation model-based phase calibration technique for membrane hydrophones, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, 2008, vol. 55, pp. 84–93.
10. Umchid S., Gopinath R., Srinivasan K., Lewin P. A., Daryoush A. S., Bansal L., El-Sherif M., Development of calibration

techniques for ultrasonic hydrophone probes in the frequency range from 1 to 100 MHz, *Ultrasonics*, 2009, vol. 49, pp. 306–311.

Reference

1. Hayman G., Robinson S., Phase calibration of hydrophones by the free-field reciprocity method, *Proceeding 11th Europ. Conf. on Underwater Acoustics*, Edinburgh, 2012, pp. 1437–1444.
2. Hayman G., Wang Y., Robinson S. P., A comparison of two methods for phase response calibration of hydrophones in the frequency range 10–400 kHz, *Journal of the Acoustical Society of America*, 2013, vol. 133 (2), pp. 750–759.
3. Isaev A. E., Matveev A. N., Polikarpov A. M., Shcherblyuk N. G., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 6, pp. 706–711. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0269-z>
4. *Spravochnik po gidroakustike*, 2nd ed., ed. by A. E. Kolesnikova Leningrad, Sudostroenie Publ., 1988. (In Russ.)
5. Lependin L. F., *Acoustics: training manual for knots*, Moscow, Vysshaya shkola Publ., 1978, 448 p. (In Russ.)
6. Bessonov L. A., *Teoreticheskie osnovy ehlektrotekhniki. Ehlektricheskie tsepi: uchebnik dlya bakalavrov*, 12th ed., corrected and additional, Moscow, Yurite Publ., 2014, 701 p. (In Russ.)
7. Isaev A. E., Matveev A. N., *Measurement Techniques*, 2008, vol. 51, no. 12, pp. 1329–1336. <https://doi.org/10.1007/s11018-009-9211-9>
8. Harris G. R., Time-delay spectrometry measurement of magnitude and phase of hydrophone response, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, 2011, vol. 58 (11), pp. 2325–2333.
9. Cooling M. P., Humphrey V. F., A nonlinear propagation model-based phase calibration technique for membrane hydrophones, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, 2008, vol. 55, pp. 84–93.
10. Umchid S., Gopinath R., Srinivasan K., Lewin P. A., Daryoush A. S., Bansal L., El-Sherif M., Development of calibration techniques for ultrasonic hydrophone probes in the frequency range from 1 to 100 MHz, *Ultrasonics*, 2009, vol. 49, pp. 306–311.

Статья поступила в редакцию 11.03.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Расчёт спектров фотонейтронных источников

Николай Николаевич Моисеев¹, Евгений Михайлович Круглов², Андрей Вячеславович Дидык³

^{1, 2, 3} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия,

¹n.n.moiseev@vniim.ru

Аннотация. Рассмотрены вопросы повышения точности определения средней энергии и вида энергетического распределения (формы спектра) нейтронов Sb-Be- и Ra-Be-источников. Указанные фотонейтронные источники применяются для калибровки энергетических шкал нейтронных спектрометров и определения энергетической зависимости чувствительности радиометров и дозиметров нейтронов. Предложена методика расчёта энергетических спектров радионуклидных источников нейтронов типа Sb-Be (γ, n) и Ra-Be (γ, n) и приведены результаты расчёта. Исследована зависимость спектра источника от его конструкции. Правильность результатов расчёта энергетических спектров радионуклидных источников подтверждена экспериментально. Полученные данные будут востребованы для определения энергетической зависимости чувствительности нейтронных спектрометров, радиометров и дозиметров.

Ключевые слова: спектр, фотонейтронный источник, (γ, n)-реакция

Для цитирования: Моисеев Н. Н., Круглов Е. М., Дидык А. В. Расчёт спектров фотонейтронных источников // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 54–59. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-54-59>

Photoneutron sources spectra calculation

Nikolaj N. Moiseev¹, Evgenij M. Kruglov², Andrej V. Didyk³

^{1, 2, 3} D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia, ¹n.n.moiseev@vniim.ru

Abstract. The issues of increasing the accuracy of determining the average energy and the type of energy distribution (shape of the spectrum) of neutrons from Sb-Be- and Ra-Be-sources are considered. The indicated photoneutron sources are used to calibrate the energy scales of neutron spectrometers and to determine the energy dependence of the sensitivity of radiometers and neutron dosimeters. A method is proposed for calculating the energy spectra of radionuclide neutron sources of the Sb-Be (γ, n) and Ra-Be (γ, n) types, and the calculation results are presented. The dependence of the spectrum of the source on its design is investigated. The correctness of the results of calculating the energy spectra of radionuclide sources has been confirmed experimentally. The data obtained will be used to determine the energy dependence of the sensitivity of neutron spectrometers, radiometers and dosimeters.

Keywords: spectrum, photoneutron source, (γ, n)-reaction

Введение. Нейтроны, в отличие от других видов ионизирующих излучений, не создают пар ионов непосредственно в детекторе. Под воздействием нейтронов в материале детектора возбуждаются ядерные реакции с образованием заряженных частиц и γ -квантов. Это вторичное излучение регистрируется детекторами распространённых типов, такими, как сцинтиллятор, пропорциональный счётчик, ионизационная камера, полупроводниковый детектор и др. Разнообразие ядерных реакций, вызываемых нейтронами, и сильная зависимость сечений этих реакций от энергии нейтронов приводят к тому, что приборы для измерения параметров полей нейтронного излучения всегда имеют достаточно сильную зависимость чувствительности от энергии нейтронов. При исследованиях средств измерений параметров нейтронных полей необходимо определять эту зависимость, поскольку она вносит основной вклад в неопределённость результатов измерений. Корпорация «РОСАТОМ» в положении о порядке проведения испытаний средств

измерений в целях утверждения типа (Приказ № 1/14-НПА от 15.11.2013) требует обязательного определения спектральной зависимости чувствительности приборов, предназначенных для использования в корпорации.

В настоящее время на рынке появились спектрометры нейтронного излучения [1, 2], для которых энергетическая зависимость чувствительности является основной характеристикой.

Для калибровки энергетических шкал спектрометров и определения энергетической зависимости чувствительности радиометров и дозиметров нейтронов в диапазоне энергий $2,53 \cdot 10^{-2} - 5 \cdot 10^5$ эВ наряду с источниками моноэнергетических и квазимоноэнергетических нейтронов (ISO 8529-1:2001 "Reference neutron radiations. Part 1. Characteristics and methods of production") на базе ускорителей заряженных частиц и фильтрованных пучков из реакторов используются фотонейтронные источники [3]. Конструктивно источник нейтронов – это гамма-излучатель, заключённый в оболочку (радиатор) из

материала с низким порогом (γ, n) -реакции, поскольку энергия гамма-излучения радионуклидных источников не превышает 3 МэВ (СП 2.6.1.1292-03 «Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счёт природных источников ионизирующего излучения. Санитарные правила» Табл. П1.2). В природе существует только два ядра, на которых можно получить фотонейтроны с использованием естественных гамма-излучателей – бериллий и дейтерия. Порог (γ, n) -реакции бериллия 1,67 МэВ, дейтерия – 2,23 МэВ. [3]. Поэтому в подавляющем большинстве случаев в качестве материала радиатора для фотонейтронных источников используется бериллий. Наибольшее распространение получили фотонейтронные источники на системах радий-бериллий (Ra-Be) и сурьма-бериллий (Sb-Be). Конструкции источников предложены в работе [4], оценка средних энергий для источников типа Sb-Be и Ra-Be составляет 24 и 300 кэВ соответственно.

Эти же значения рекомендованы в ГОСТ 8.355-79 «ГСИ. Радиометры нейтронов. Методы и средства поверки». В более поздних работах отечественных и зарубежных авторов также рекомендуется использовать значения 24 и 300 кэВ [3]. При этом в работах, известных авторам настоящей статьи, не приводятся ни форма спектра, ни методы определения энергии нейтронов.

Для проведения испытаний средств измерений плотности потока нейтронов необходимо более точно определить не только среднюю энергию, но и вид энергетического распределения (формы спектра) нейтронов Sb-Be- и Ra-Be-источников.

Цель работы – определить спектральные характеристики радионуклидных источников нейтронов типа Sb-Be (γ, n) и Ra-Be (γ, n) и исследовать зависимость спектра от конструкции источника.

Алгоритм расчёта. Связь между энергией фотонейтронов E_n и энергией гамма-квантов E_γ основана на законах сохранения энергии и импульсов частиц, участвующих в реакции [5]:

$$E_n = \frac{M}{M + m_n} (E_\gamma - \varepsilon + E_\gamma^2) + \frac{E_\gamma}{(M + m_n)c} \sqrt{2m_n E_n} \cos \theta, \quad (1)$$

где ε – энергия связи нейтрона в ядре; M, m_n – массы конечного ядра и нейтрона; c – скорость света; θ – угол вылета фотонейтрона относительно направления гамма-кванта.

Из выражения (1) следует, что спектр фотонейтронов изменяется в зависимости от угла вылета относительно направления гамма-кванта. Кроме того, нейтроны теряют часть энергии при столкновении с ядрами бериллия. Для наиболее корректного учёта всех влияющих факторов спектры исследуемых фотонейтронных источников рассчитаны методом Монте-Карло [6]. Поскольку спектр нейтронов источника существенно зависит от его конструкции, то расчёт проводили для трёх используемых в лаборатории ВНИИМ источников – два Sb-Be-источника различных конструкций и один Ra-Be-источник.

В первом Sb-Be-источнике излучатель имеет вид шарика из облучённой металлической сурьмы, заключённого

в сферическую стальную оболочку внешним диаметром 6 мм. Радиатор в форме шара диаметром 25 мм из металлического бериллия состоит из двух свинчивавшихся полушарий с внутренней центральной сферической полостью диаметром 6,2 мм. Во втором источнике излучатель выполнен в виде иглы из облучённой металлической сурьмы, упакованной в стальной цилиндр диаметром 6 мм и высотой 25 мм. Радиатор – шар диаметром 70 мм из металлического бериллия с каналом для размещения гамма-источника диаметром 6,2 мм. При размещении гамма-излучателя в радиаторе эффективный центр источника гамма-квантов совпадал с геометрическим центром бериллиевого шара. Канал радиатора над гамма-излучателем закрыт пробкой из бериллия диаметром 6 мм и высотой 22 мм.

В Ra-Be-источнике излучателем служила чистая безводная соль бромистого радия, запаянная в сферическую ампулу из безборного стекла диаметром 8 мм. Радиатор выполнен в виде бериллиевого шара диаметром 40 мм, состоявший из двух свинчивавшихся полушарий с центральной сферической полостью диаметром 8,2 мм.

Спектр нейтронов Sb-Be-источников получен для десяти энергий гамма-квантов в диапазоне энергий от 1691,0 до 2182,6 кэВ (все значимые по интенсивности гамма-переходы ^{124}Sb с энергией, превышающей порог фотоядерной реакции на ^9Be).

Спектр нейтронов Ra-Be определён для гамма-переходов в диапазоне энергий 1729,6–2447,7 кэВ.

Основная информация о дифференциальном сечении фотоядерной реакции на ^9Be получена из работ [7, 8]. В [7] сечение реакции измерено вблизи порога с помощью радионуклидных источников жёсткого гамма-излучения. В [8] использовано тормозное излучение, сечение реакции получено в широком диапазоне энергий.

Измерения, в которых использовалось гамма-излучение радионуклидных источников, более корректны, поскольку в данном случае потоки и энергии используемых гамма-лучей можно измерить с высокой точностью. В работе [7] сечения фотоядерной реакции измерялись при шести значениях энергии гамма-квантов. В табл. 1 приведены некоторые характеристики использованных при измерениях источников и результаты измерений сечения реакции, где $T_{1/2}$ – период полураспада соответствующего радионуклида; $\sigma(\gamma, n)$ –

Таблица 1

Характеристики источников гамма-излучения и результаты измерения сечения фотоядерной реакции на ^9Be

Источник	$T_{1/2}$	E_γ , кэВ	E_n , кэВ	$\sigma(\gamma, n)$, мб
^{59}Co	70,80 сут	1674,7	8	0,88 (0,16)
^{105}Ru	4,44 ч	1705,2	34	1,33 (0,24)
^{65}Ni	2,52 ч	1724,9	52	1,10 (0,20)
^{28}Al	2,24 мин	1778,9	100	0,73 (0,13)
^{88}Y	106,60 сут	1836,0	152	0,47 (0,09)
^{39}Cl	37,14 мин	2167,6	446	0,18 (0,04)

сечение (γ, n)-реакции на бериллии, в скобках даны значения средних квадратических отклонений (СКО) результатов измерений; E_n – энергия образующегося нейтрона; E_γ – энергия гамма-квантов.

Зависимость сечения σ фотоядерной реакции на ^9Be , выраженного в барнах, от энергии гамма-квантов E_γ описывается формулой

$$\sigma(E_\gamma) = ax^b / (1 + cx + dx^2), \quad (2)$$

где $a=0,2515$; $b=0,59$; $c=-0,231$; $d=0,0257$; $x=\sqrt{E_\gamma-1666}$.

Распределение (2) имеет максимум при энергии гамма-квантов 1695 кэВ с шириной пика на половине высоты $FWHM=100$ кэВ, что согласуется с кластерной моделью ^9Be .

Энергию нейтрона из (γ, n)-реакции можно рассчитать с помощью законов сохранения энергии и импульса при столкновении гамма-кванта с ядром-мишенью. Упрощённое выражение принимает вид

$$E_n = 8(E_\gamma - 1666) / 9 + 0,00015354 E_\gamma \cos \theta \sqrt{E_\gamma - 1666}.$$

Угловое распределение нейтронов предполагалось изотропным ввиду отсутствия другой достоверной информации.

Основными процессами взаимодействия гамма-квантов в указанном выше энергетическом диапазоне являются комптоновское рассеяние, рождение пар и фотоэффект. Данные по сечениям этих процессов взяты из [6]. По этим данным подготовлены аппроксимации полного сечения s и отношения p сечения комптоновского рассеяния к полному для всех используемых сред – сурьмы, железа и бериллия.

Сечение упругого рассеяния нейтронов на бериллии аппроксимировалось отрезками прямых (т. е. зависимость сечения σ от энергии E_n в указанном диапазоне линейна):

$$\begin{aligned} \sigma &= 5,8 \text{ барн при } E_n < 40 \text{ кэВ;} \\ \sigma &= (6,12 - 0,008 E_n) \text{ барн при } E_n < 140 \text{ кэВ;} \\ \sigma &= (5,778 - 0,00556 E_n) \text{ барн при } E_n < 320 \text{ кэВ;} \\ \sigma &= (4,914 - 0,00286 E_n) \text{ барн при } E_n < 500 \text{ кэВ.} \end{aligned}$$

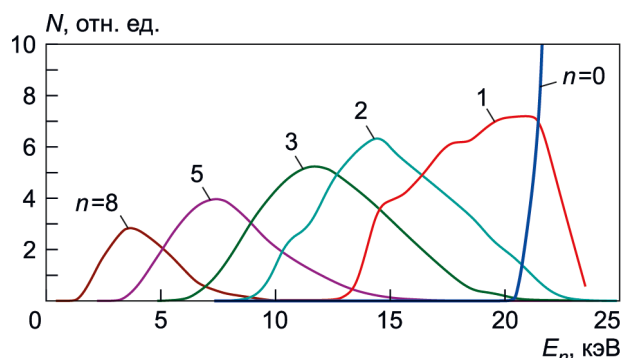


Рис. 1. Зависимость спектра нейтронов, образованных в результате фотоядерной реакции гамма-линии 1691 кэВ, от числа n столкновений нейтрона с ядрами бериллия

Fig. 1. 1691 keV gamma-ray photonuclear reaction produced neutron spectra dependence on the neutron-beryllium collisions count n

Сечение фотонейтронных реакций по результатам компиляции данных задано в виде таблицы.

Алгоритм расчёта условно представлен как взаимодействие между следующими блоками.

Геометрический блок: источник, контейнер и оболочка сферической формы из сурьмы, железа и бериллия соответственно. Производилась проверка принадлежности начала и конца отрезка траектории одной среде и вычисление координат точки пересечения границ двух сред траекторией частицы.

Блок взаимодействия гамма-квантов со средой. Разыгрывался вид взаимодействия исходного кванта, затем вычислялись параметры рассеянного кванта.

Блок взаимодействия нейтронов с бериллием. Осуществлялся цикл расчёта характеристик нейтрона в процессе упругого рассеяния на ядрах ^9Be , фиксировалось число взаимодействий за одну траекторию.

Блок анализа. С учётом энергии нейтрона на выходе из бериллиевой сферы и числа взаимодействий за одну траекторию формировались выходные гистограммы спектров и числа взаимодействий.

В каждой истории программа запрашивала начальную энергию гамма-кванта и обрабатывала 10^6 траекторий.

Поскольку сечение рождения фотонейтронов мало, то для повышения статистической эффективности расчётов вычисления проводились с использованием статистических весов:

при розыгрыше длины пробега гамма-кванта статистический вес частицы домножался на вероятность взаимодействия на длине t до выхода из бериллиевой сферы ($1 - e^{-st}$);

статистический вес нейтрона домножался на вероятность образования фотонейтрона для получения результирующего веса, с которым образовавшийся нейтрон блуждает по бериллиевой сфере, пока не выйдет за её пределы.

Рассеяние нейтрона предполагалось упругим и изотропным в системе центра масс во всём рассматриваемом диапазоне энергий. Число взаимодействий упругого рассеяния за одну траекторию фиксировалось при обработке в блоке анализа.

После запоминания характеристик нейтрона, вышедшего за пределы бериллия, происходил возврат программы в блок взаимодействия гамма-квантов со средой для прослеживания дальнейшей судьбы оставшегося кванта. Разыгрывался тип взаимодействия и, если выпадало рождение пар или фотоэффект, то осуществлялся переход на новую траекторию, а если комптоновское рассеяние, то разыгрывались энергия и угол рассеяния. Если энергия рассеянного кванта оказывалась ниже пороговой, траектория обрывалась, если больше – вводились новые направляющие косинусы рассеянного кванта с учётом известного угла рассеяния при случайно выбранном азимутальном угле, при этом признак гамма-кванта менялся с первичного на вторичный и продолжалось блуждание гамма-кванта до окончания истории.

Учитывая низкое значение сечения образования фотонейтронов, на первый взгляд кажется целесообразным использовать максимально возможное количество материала радиатора. Однако это приведёт к увеличению числа столкновений родившегося нейтрона с ядрами бериллия, и, как следствие, к потере энергии. На рис. 1 представлены

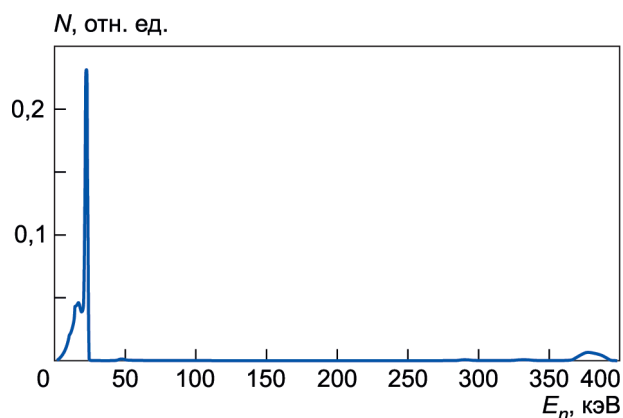


Рис. 2. Спектр нейтронов Sb-Be-источника с бериллиевой сферой диаметром 25 мм

Fig. 2. 25 mm diameter beryllium sphere Sb-Be neutron source spectrum

спектры нейтронов, образованных в результате фотоядерной реакции гамма-линии 1691 кэВ в зависимости от числа столкновений нейтрона с ядрами бериллия.

С увеличением числа столкновений в расчётном спектре отчётливо наблюдается сдвиг максимума распределения в область низких энергий. Поэтому с увеличением размеров радиатора будет происходить не только увеличение числа нейтронов, но и их рассеивание, и спектр нейтронов будет смягчаться из-за увеличения среднего числа столкновений. Это значит, что бессмысленно говорить о средней энергии нейтронов абстрактного фотонейтронного источника без уточнения его конструкции. Средняя энергия будет существенно меняться в зависимости от величины и формы бериллиевого радиатора.

Уменьшение количества бериллия приводит не только к уменьшению потока нейтронов. Увеличивается влияние неточности знания количества материала в источнике на погрешность расчёта спектра нейтронов (неидеально сферическая форма активной части Sb, неравномерная толщина стальной оболочки и т. п.). Анализ влияющих факторов показывает, что оптимальной может быть признана конструкция, при которой и источник гамма-квантов, и радиатор имеют сферическую форму, при этом наружный диаметр источника лежит в диапазоне 4–6 мм, а наружный диаметр бериллиевого радиатора – в диапазоне 20–40 мм.

На рис. 2 представлен рассчитанный с помощью программы, описанной выше, спектр Sb-Be-источника с диаметром бериллиевой сферы 25 мм; 98 % нейтронов находится в интервале энергий до 25 кэВ.

На рис. 3 приведены расчётные спектры Sb-Be-источников нейтронов с диаметрами бериллиевых радиаторов 25; 40; 70; 120 мм.

Рассмотрим спектр нейтронов, не испытывавших рассеяния. При $E_\gamma = 1691$ кэВ энергия фотонейтронов изменяется по закону $E_n = (22,222 + 1,294 \cos \theta)$ кэВ. Поскольку распределение рождающихся нейтронов при расчёте считалось изотропным, спектр фотонейтронов, не испытывавших рассеяния, должен быть равномерно распределён в интервале энергий 20,928–23,516 кэВ. Однако результат расчёта оказался иным.

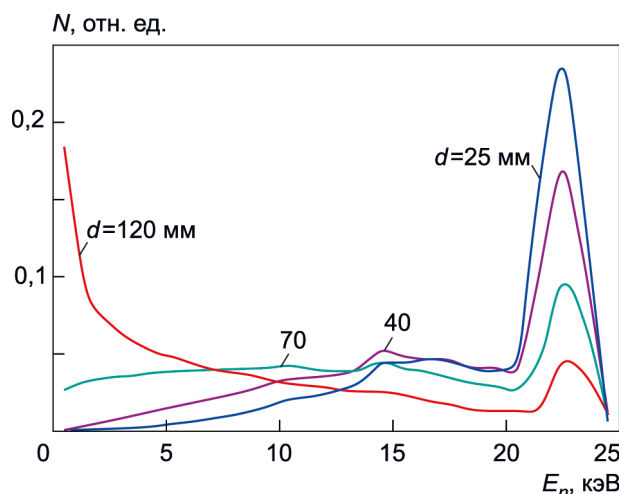


Рис. 3. Начальные участки спектров нейтронов сферических Sb-Be источников с бериллиевыми сферами диаметром 25; 40; 70; 120 мм

Fig. 3. Various diameters (25; 40; 70; 120 mm) beryllium spheres Sb-Be neutron source spectrum low energy part

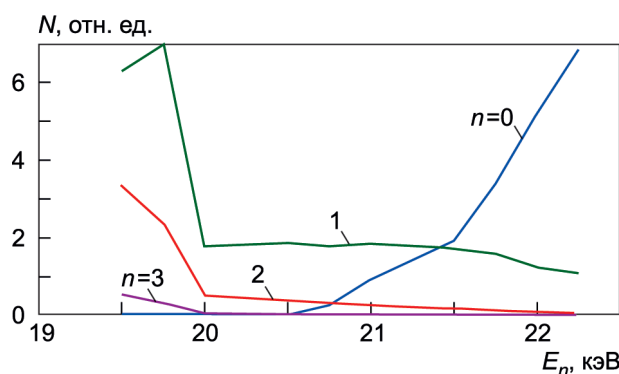


Рис. 4. Спектр нейтронов, образованных гамма-линией 1691 кэВ, в зависимости от числа столкновений n рождённого нейтрона с ядрами бериллия

Fig. 4. 1691 keV gamma photons born neutrons spectra dependence on the collisions number with beryllium nuclei n

Поэтому провели дополнительный расчёт этой области спектра с шагом по энергии 0,25 кэВ. На рис. 4 приведено распределение по энергиям нейтронов, образованных гамма-линией 1691 кэВ, в зависимости от числа столкновений образовавшегося нейтрона с ядрами бериллия.

При отсутствии столкновений ($n=0$) спектр не имеет формы равномерного распределения (см. рис. 4). Треугольный характер спектра при отсутствии рассеяния нейтронов ($n=0$) можно объяснить следующим эффектом. Длина пробега гамма-кванта в бериллии до взаимодействия достаточно велика, поэтому в первом приближении можно считать, что нейтроны рождаются равномерно во всём объёме. Длина пробега нейтрона в бериллии около 1,3 см, поэтому с большей вероятностью наружу выходят нейтроны, образовавшиеся вблизи поверхности и рассеявшиеся на малые углы, следовательно, обладающие большей энергией. Нейтроны, рассеявшиеся назад, имеют меньшую энергию,

и выход их затруднен из-за большей толщины материала на пути пробега.

Методика расчёта спектра Ra-Be-источника полностью идентична, поэтому не имеет смысла описывать её подробно.

На рис. 5 приведён спектр Ra-Be-источника с диаметром сферического бериллиевого радиатора 40 мм и диаметром сферического гамма-излучателя 8 мм (такой источник имеется в распоряжении лаборатории нейтронных измерений ВНИИМ).

Результаты расчёта и их анализ. В результате проведённых расчётов средние энергии источников описанных выше конструкций определены для Sb-Be 25,3 и 18,3 кэВ соответственно, для Ra-Be – 114,6 кэВ.

Критерий правильности расчёта формы спектра используемых источников – близость отношений экспериментально определённых значений чувствительности детекторов к значениям чувствительности R , рассчитанным по формуле

$$R = \int_0^{E_{\max}} R(E)\varphi(E)dE. \quad (3)$$

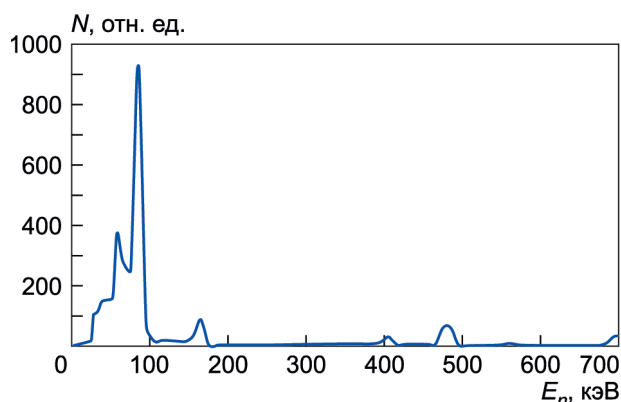


Рис 5. Спектр фотонейтронов Ra-Be источника со сферическим бериллиевым радиатором диаметром 40 мм

Fig 5. 40 mm diameter beryllium sphere Ra-Be neutron source spectrum

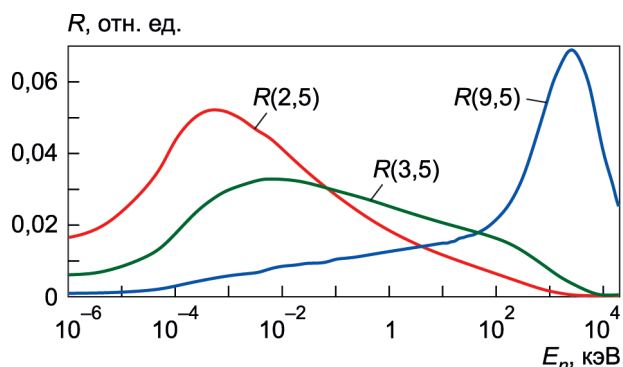


Рис. 6. Нормированные значения зависимости чувствительности сфер Боннера диаметром 2,5; 3,5; 9,5 дюймов (63,5; 88,9; 241,3 мм) от энергии нейтронов

Fig. 6. Normalized response functions energy dependence of Bonner spheres 2,5; 3,5; 9,5 inches (63,5; 88,9; 241,3 mm) diameters

Экспериментальные R_3 значения чувствительности определялись из соотношения

$$R_3 = N^*/\varphi,$$

где N^* – скорость счёта детектора, скорректированная с учётом мёртвого времени и фона; φ – плотность потока нейтронов в месте расположения эффективного центра детектора.

Измерения проводились с тремя детекторами типа сфер Боннера диаметром 2,5; 3,5; 9,5 дюймов (63,5; 88,9; 241,3 мм соответственно), существенно различающимися по зависимости чувствительности от энергии.

На основании данных о спектральной зависимости чувствительности сфер Боннера, приведённых в [9], рассчитаны таблицы с шагом 1 кэВ в области энергий нейтронов 0–720 кэВ. Выражение (3) преобразовано к виду

$$R = \sum_{i=1}^{720} R(E_i)\varphi(E_i). \quad (4)$$

Поскольку в [9] приведены нормированные значения функций спектральной зависимости чувствительности (рис. 6), т. е. представлен вид зависимости, а не абсолютные значения чувствительности, отношение R_3/R не равно единице. Поэтому сравнивались отношения экспериментально полученных и рассчитанных по формуле (4) значений чувствительности для источников различного спектрального состава. Результаты приведены в табл. 2, где d_c – диаметр сферы; Sb_{d70} ; Sb_{d25} ; Ra_{d40} – Sb-Be- и Ra-Be-источники диаметром 70, 25, 40 мм соответственно.

Из таблицы следует, что экспериментально измеренные и рассчитанные значения эффективностей детекторов к нейтронному излучению различного спектрального состава совпадают в пределах 1 % в пяти случаях из шести. Отличие в 2,6 % для чувствительности сферы диаметром 241,3 мм к нейтронам Ra-Be-источника можно объяснить большой погрешностью экспериментально определённого значения эффективности, поскольку поток нейтронов Ra-Be-источника составлял всего $2,7 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$, а чувствительность детектора диаметром 241,3 мм в этой области энергий очень низка.

Дополнительным подтверждением правильности расчёта спектров служат результаты ключевых международных сличений CCRI(III)-K1 [10], в которых Sb-Be-источник

Таблица 2

Отношения экспериментально полученных и рассчитанных значений чувствительности для источников различного спектрального состава

$d_c, \text{ мм}$	$\frac{R_3(Sb_{d70})}{R_3(Sb_{d25})}$	$\frac{R(Sb_{d70})}{R(Sb_{d25})}$	$\frac{R_3(Ra_{d40})}{R_3(Sb_{d25})}$	$\frac{R(Ra_{d40})}{R(Sb_{d25})}$
63,5	1,128	1,126	0,720	0,726
88,9	1,047	1,049	0,873	0,869
241,3	0,935	0,937	1,359	1,395

диаметром 25 мм использовался для создания поля квази-моноэнергетических нейтронов с энергией 24,5 кэВ.

Заключение. Определены спектральные характеристики источников нейтронов типа Sb-Be (γ, n) и Ra-Be (γ, n), экспериментально подтверждена возможность использования таких источников для определения чувствительности нейтронных детекторов типа сфер Боннера. В настоящее время в составе эталонной базы России в области нейтронных измерений нет генераторов моноэнергетических нейтронов с энергиями менее 2,5 МэВ (реакция $D(d, n)^3\text{He}$). Источники нейтронов типа Sb-Be (γ, n) и Ra-Be (γ, n) помогают решить проблему калибровки энергетических шкал нейтронных спектрометров в области энергий нейтронов до сотен килоэлектронвольт и определения энергетической зависимости чувствительности радиометров и дозиметров нейтронов при проведении их испытаний для утверждения типа средств измерений.

Список литературы

1. Руднев П., Моисеев Н., Дидык А. Спектрометр-дозиметр SDMF-1206PRO.DB – эффективный инструмент для исследования нейтронного и γ -излучения // *Электроника: Наука, технология, бизнес*. 2016. № 8 (158). С. 78–81.
2. Моисеев Н. Н., Дидык А. В. Исследование сцинтилляционного спектрометра-дозиметра гамма-квантов и быстрых нейтронов // *АНРИ*. 2016. № 4 (87). С. 24–30.
3. Roberts N. J., Moiseev N. N., Kralik M., *Metrologia*, 2011, vol. 48, no. 6, pp. S239–S253.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/6/S02>
4. Curtiss L. F., Carson A., Reproducibility of Photo-Neutron, *Standards. Phys. Rev.*, 1949, vol. 76, 1412.
<https://doi.org/10.1103/PhysRev.76.1412.2>
5. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Теоретическая физика. Учебник в 10 т. Т. 1. М. Наука 1988. 216 с.
6. Metropolis N., Ulam S., The Monte-Carlo method, *J. Amer. Statistical assoc.*, 1949, vol. 44, no. 247, pp. 335–341.
7. Fujishiro M., Tabata T., Okamoto K., Tsujimoto T., *Canadian Journal of Physics*, 1982, vol. 60, pp. 1672–1679.
<https://doi.org/10.1139/p82-224>
8. Сторм Э., Израэль Х. Сечения взаимодействия гамма-излучения (для энергий 0,001–100 МэВ и элементов с 1 по 100). Справочник: Пер. с англ. М.: Атомиздат, 1973, 254 с.

9. Wiegel B., Alvera A. V., Siebert B. R. L., *Calculation of the Response Function of Bonner Spheres with a Spherical ^3He Proportional Counter Using a Realistic Detector Model*, PTB-Bericht N-21, Braunschweig, 1994, 84 p.

10. Thomas D. J., Lewis V. E., Klein H., Allisy-Roberts P. J., *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 06014.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/06014>

References

1. Rudnev P., Moiseev N., Didyk A., SDMF-1206PRO.DB spectrometer-dosimeter is the effective tool for neutron and gamma radiation research, *Electronics: Science, Technology, Business*, 2016, no. 8 (158), p. 78–81. (in Russ.)
2. Moiseev N. N., Didyk A. V., Issledovanie scintillacionnogo spektrometra-dozimetra gamma-kvantov i bystryh nejtronov [Investigation of the scintillation spectrometer-dosimeter of gamma quanta and fast neutrons], *ANRI*, 2016, no. 4 (87), p. 24. (in Russ.)
3. Roberts N. J., Moiseev N. N., Kralik M., *Metrologia*, 2011, vol. 48, no. 6, pp. S239–S253.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/6/S02>
4. Curtiss L. F., Carson A., Reproducibility of Photo-Neutron, *Standards. Phys. Rev.*, 1949, vol. 76, 1412.
<https://doi.org/10.1103/PhysRev.76.1412.2>
5. Landau L. D., Liashits E. M., *Teoreticheskaja fizika [Theoretical physics]*, in 10 vol., vol. 1, Moscow, Nauka Publ., 1988, 216 p.
6. Metropolis N., Ulam S., The Monte-Carlo method, *J. Amer. Statistical assoc.*, 1949, vol. 44, no. 247, pp. 335–341.
7. Fujishiro M., Tabata T., Okamoto K., Tsujimoto T., *Canadian Journal of Physics*, 1982, vol. 60, pp. 1672–1679.
<https://doi.org/10.1139/p82-224>
8. Storm Ellery, Israel Harvey, *Photon Cross Sections from 0,001 to 100 MeV for Elements 1 through 100*, Los Alamos, N. M., Los Alamos Scientific Laboratory of the University of California, 1967.
9. Wiegel B., Alvera A. V., Siebert B. R. L., *Calculation of the Response Function of Bonner Spheres with a Spherical ^3He Proportional Counter Using a Realistic Detector Model*, PTB-Bericht N-21, Braunschweig, 1994, 84 p.
10. Thomas D. J., Lewis V. E., Klein H., Allisy-Roberts P. J., *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 06014.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/06014>

Статья поступила в редакцию 01.04.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Сличения национальных эталонов единицы длины в области измерений параметров отклонения от плоскостности оптических поверхностей COOMET.L-S15

Александр Леонидович Костриков¹, Владимир Семёнович Купко², Андрей Игоревич Шлома³,
Денис Александрович Новиков⁴, Валерий Григорьевич Лысенко⁵✉,
Екатерина Александровна Милованова⁶, Наталья Арменаковна Табачникова⁷,
Владимир Брониславович Макаревич⁸

^{1, 2, 3} Национальный научный центр «Институт метрологии», Харьков, Республика Украина, ¹alex_kost@ukr.net,

²volodimir.kupko@metrology.kharkov.ua, ³andreas0082@gmail.com

^{4, 5, 6, 7} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, ⁴dnovikov@vniims.ru,

⁵lysenko@vniims.ru✉, ⁶milovanova@vniims.ru, ⁷tobachnikova@vniims.ru

⁸ Белорусский государственный институт метрологии, Минск, Республика Беларусь, makarevich@belgim.by

Аннотация. Для декларирования и подтверждения измерительных и калибровочных возможностей национальных метрологических институтов Беларуси, России и Украины в области интерференционных измерений параметров отклонения от плоскостности в период 2015–2018 гг. проведены дополнительные сличения COOMET 570/UA/-a/12 (COOMET.L-S15). Представлены результаты дополнительных сличений COOMET 570/UA/-a/12. В соответствии с действующими правилами в 2020 г. Международное бюро мер и весов на основании данных экспертизы результатов сличений, выполненных ведущими экспертами ряда региональных метрологических организаций, включило сведения о полученных результатах в международную базу данных CIPM MRA. Результаты сличений позволили Беларуси и России продекларировать, а Украине подтвердить измерительные и калибровочные возможности в базе данных CIPM MRA.

Ключевые слова: интерферометр Физо, специальный первичный эталон, сличения, параметры отклонения от плоскостности

Для цитирования: Костриков А. Л., Купко В. С., Шлома А. И. и др. Сличения национальных эталонов единицы длины в области измерений параметров отклонения от плоскостности оптических поверхностей COOMET.L-S15 // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 60–64. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-60-64>

Comparisons of national standards of the unit of length in the field of measurement of parameters of form deviation the flatness of optical surfaces COOMET.L-S15

Oleksandr L. Kostrikov¹, Volodymyr S. Kupko², Andrii I. Shloma³, Denis A. Novikov⁴, Valery G. Lysenko⁵✉,
Kate A. Milovanova⁶, Natalia A. Tabachnikova⁷, Vladimir B. Makarevich⁸

^{1, 2, 3} National Science Center “Institute of Metrology”, Kharkov, Ukraine, ¹alex_kost@ukr.net, ²volodimir.kupko@metrology.kharkov.ua, ³andreas0082@gmail.com

^{4, 5, 6, 7} Russian Research Institute for Metrological Service, Moscow, Russia, ⁴dnovikov@vniims.ru, ⁵lysenko@vniims.ru✉,

⁶milovanova@vniims.ru, ⁷tobachnikova@vniims.ru

⁸Belarussian State Institute of Metrology, Minsk, Belarus, makarevich@belgim.by

Abstract. Precision interference measurement of parameters of form optical surfaces are one of the most important type of the measurement in the field of the geometrical values. In countries-participants of this comparisons the special primary standards in this field of measurements take part in reproduction and transmission the unit of length in this field of measurements ensuring high measuring and calibrating capabilities countries in this type of measurement. In this article presents the result of supplementary comparisons COOMET 570/UA-a/12. The result of comparisons allowed to declare to Belarus and Russia, and to confirm to Ukraine their measuring and calibrating capability in database CIPM MRA.

Keywords: interferometer Fizo, special primary standard, comparisons, flatness parameters

Введение. Широкая востребованность прецизионных интерференционных измерений параметров отклонения

формы оптических поверхностей в машиностроении, оптоэлектронной промышленности, в микро- и наноэлектронике,

Таблица 1

Требования к эталону сравнения и выявленные дефекты

Вид дефекта	Требования к эталону (размер и количество дефектов)	Количество и состояние выявленного дефекта
Выколки	До 2×2 мм, не более пяти	Две, заматованные у фаски
	Более 2×2 мм, не допустимы	Отсутствуют
Матовые точки	Диаметр до 0,3 мм, не более трёх	Три
	Диаметр до 0,5 мм, не более двух	Две в краевой зоне
Царапины	Ширина не более 0,01 мм	Отсутствуют
Местные отклонения от плоскостности	Не более 0,03 мкм	Не более 0,03 мкм

а также ряде других высокотехнологичных отраслей позволяют считать этот вид измерений одним из важнейших в области измерений геометрических величин [1–4]. Эталоны стран-участниц сличений в области интерференционных измерений параметров отклонения от плоскостности участвуют в воспроизведении и передаче единицы длины средствами измерений, применяемым в прецизионных отраслях промышленности, и тем самым обеспечивают высокие измерительные и калибровочные возможности стран в этом виде измерений. В период 2015–2018 гг. с целью декларирования и подтверждения измерительных и калибровочных возможностей национальных метрологических институтов (НМИ) Беларуси, России и Украины в области интерференционных измерений параметров отклонения от плоскостности проведены дополнительные сличения национальных эталонов плоскостности (специальных первичных эталонов) КООМЕТ 570/UA/-a/12 (COOMET.L-S15) [5]. Затем полученные результаты в соответствии с действующими правилами оценены ведущими экспертами ряда региональных метрологических организаций. В конце 2020 г. Международное бюро мер и весов на основании результатов экспертизы сличений включило сведения о них в международную базу данных CIPM MRA. Результаты сличений позволили продекларировать Беларусь и России и подтвердить Украине их измерительные и калибровочные возможности в базе данных CIPM MRA.

Цель настоящей работы – декларация (подтверждение) измерительных и калибровочных возможностей России (ВНИИМС), Беларуси и Украины в области интерференционных измерений параметров отклонения от плоскостности.

Организация сличений. Лаборатория-пилот – ННЦ «Институт метрологии» (ННЦ ИМ), Украина. Цель сличений – установление степени эквивалентности национальных эталонов плоскостности (специальных первичных эталонов) Беларуси, России и Украины. Схема проведения сличений – круговые. Принцип сличения: лаборатории-участницы на национальных эталонах измеряют эталон сравнения (далее – меру) диаметром 120 мм, толщиной 30 мм в соответствии с требованиями технического протокола и инструкции по работе с национальными эталонами. По полученным результатам вычисляются опорное значение отклонения от плоскостности меры и расширенная неопределённость опорного значения.

Эталон сравнения. В качестве эталона сравнения использована мера плоскостности (в упаковке), принадлежащая ВНИИМС. Мера представляет собой круглую пластину, измерительная поверхность которой отполирована и выступает над общей поверхностью. В табл. 1 приведены требования к эталону сравнения и выявленные перед началом сличений его дефекты.

Методы выполнения измерений и условия внешней среды при проведении сличений. Отклонения от плоскостности

меры измеряли интерференционным методом. Отклонение от плоскостности меры определяли по изгибу интерференционных полос. Условия внешней среды: температура окружающего воздуха $(20,0 \pm 1,0)^\circ\text{C}$; относительная влажность воздуха 40–50 %; изменение температуры воздуха не более $0,1^\circ\text{C}/\text{ч}$.

Описание эталонов. Во время сличений лаборатории НМИ Украины и Беларуси (ННЦ ИМ и БелГИМ соответственно) использовали эталонные интерференционные установки на базе ИФ-77. Лаборатория ННЦ ИМ в качестве отсчётного устройства использовала цифровую фотокамеру.

Метрологические и технические характеристики интерференционной установки ИФ-77

Диаметр линейного поля зрения 125 мм
 Предел допускаемой основной погрешности 0,05 ИП*
 Предел допускаемого СКО* случайной составляющей основной погрешности 0,02 ИП*
 Источник излучения гелий-неоновый лазер ЛГН-56
 Длина волны лазера ЛГН-56 0,6328 мкм
 *ИП – интерференционная полоса; СКО – среднее квадратическое отклонение.

Метрологические и технические характеристики автоматизированной фотоэлектрической измерительной установки на базе интерферометра Физо

Диаметр линейного поля зрения 300 мм
 Расширенная неопределённость измерений на диаметре 100 мм 2,4 нм
 Среднее квадратическое отклонение результатов измерений 0,4 нм
 Источник излучения гелий-неоновый лазер
 Длина волны лазера 0,6328 мкм

В качестве эталона ВНИИМС применялась автоматизированная фотоэлектрическая измерительная установка на базе интерферометра Физо с автоматической компьютерной обработкой интерферограмм [6, 7], входящая в состав Государственного первичного специального

эталона единицы длины в области измерений параметров отклонений от плоскостности оптических поверхностей ГЭТ 183-2010 [8].

Результаты измерений. Результаты измерений меры плоскостности (отклонения от плоскостности δ) на эталонах ВНИИМС, БелГИМ и ННЦ ИМ приведены в табл. 2, где u_c , U – суммарная стандартная и расширенная неопределённости соответственно, расширенная неопределённости приведена при коэффициенте охвата $k=2$ и уровне доверия $P=95\%$. На эталонах БелГИМ и ННЦ ИМ измерения меры выполнялись в двух взаимно перпендикулярных диаметральных сечениях I–I, II–II, отмеченных на мере. На эталоне ВНИИМС измерения меры проводились по всей её поверхности на фотоэлектрической эталонной установке в составе ГЭТ 183-2010, регистрирующей интерференционную картину методом фазовых шагов [6].

Неопределённость измерений. Суммарные стандартные неопределённости u_j лабораторий-участниц с номером j приведены в табл. 3, где $u(x_j)$ – стандартные неопределённости лабораторий НМИ; x_j – входные величины: среднее арифметическое показаний интерферометра X_{ji} ; поправка $\delta_{o.п.}$, обусловленная отклонением показаний интерферометра; поправка $\delta_{o.ф.}$, учитывающая влияние отклонения формы референтной пластины в составе интерферометра;

Таблица 2

Отклонения от плоскостности меры плоскостности, измеренные лабораториями-участниками

НМИ	Сечение	δ , нм	u_c , нм	U , нм
ВНИИМС	По всей поверхности	+23,0	3,2	6,4
БелГИМ	I–I	+16,2	14,3	28,6
	II–II	+17,0	14,3	28,6
ННЦ ИМ	I–I	+16,3	14,3	28,6
	II–II	+16,5	14,3	28,6

Таблица 3

Стандартные неопределённости лабораторий-участниц

НМИ	X_{ji} , нм	$\delta_{o.п.}$, нм	$\delta_{o.ф.}$, нм	$\delta_{п.}$, нм	$\delta_{ош.}$, нм	u_j , нм
ВНИИМС	0,6	2,2	2,5	0,6	2,2	4,1
БелГИМ	0,5	9,1	–	6,3	9,1	14,3
ННЦ ИМ	0,5	9,1	–	6,3	9,1	14,3

Таблица 4

Результаты проверки по E_n -критерию и степени эквивалентности

НМИ	x_j , нм	u_j , нм	x_{ref} , нм	u_{ref} , нм	E_n	d_j , нм	$u(d_j)$, нм	$U(d_j)$, нм
ВНИИМС	23,0	4,1	22,1	3,8	0,30	0,9	1,5	3,0
БелГИМ	17,0	14,3	22,4	3,1	0,19	–5,4	14,0	28,0
ННЦ ИМ	16,5	14,3	22,4	3,1	0,21	–5,9	14,0	28,0

поправка $\delta_{п.}$, определяемая повторяемостью показаний интерферометра; поправка $\delta_{ош.}$, связанная с ошибкой оператора; стандартная неопределённость X_{ji} типа А, стандартные неопределённости $\delta_{o.п.}$, $\delta_{o.ф.}$, $\delta_{п.}$, $\delta_{ош.}$ типа В.

Процедура оценки эквивалентности национальных эталонов, участвующих в сличениях. Результаты измерений, выполненные участниками сличений, были проверены двумя методами: по E_n -критерию; по степени эквивалентности эталонов d_j , $u(d_j)$ [9–11].

Проверка результатов измерений по E_n -критерию. Для проверки внутренней плотности между результатами отдельных измерений был использован E_n -критерий ($|E_n| \leq 1$ при $k=2$):

$$E_n = \frac{1}{k} \frac{x_j - x_{ref}}{\sqrt{u_j^2 - u_{ref}^2}};$$

$$x_{ref} = \frac{\sum_{j=1}^n p_j x_j}{\sum_{j=1}^n p_j};$$

$$u_{ref} = \left(\sum_{j=1}^n \frac{1}{u_j^2} \right)^{-1/2};$$

$$p_j = u_j^{-2},$$

где x_j – результат измерений лаборатории с номером j ; u_j – стандартная неопределённость, заявленная лабораторией с номером j ; p_j – вес результата измерений лаборатории с номером j ; x_{ref} – опорное значение (среднее взвешенное) сличений; u_{ref} – стандартная неопределённость опорного значения; n – число участников сличений.

Значения E_n -критерия для меры отклонения от плоскостности представлены в табл. 4.

Все значения критерия E_n для меры отклонения от плоскостности у участников сличений меньше установленного уровня $|E_n| \leq 1$.

Проверка результатов измерений по степени эквивалентности эталонов. Степень эквивалентности d_j j -го института определяется как отклонение результата измерения от опорного значения и рассчитывается по формуле

$$d_j = x_j - x_{ref},$$

где опорное значение x_{ref} рассчитано по формуле (1).

Неопределённость $u(d_j)$ степени эквивалентности вычисляется по выражению

$$u(d_j) = \sqrt{u^2(x_j) - u^2(x_{ref})},$$

где $u(x_j)$ – неопределённость измерений величины x j -м институтом; $u(x_{ref})$ – неопределённость измерений опорного значения x_{ref} .

Знак минус в формуле (2) возникает вследствие корреляции результата измерения и опорного значения, вычисленного с учётом этого результата измерения.

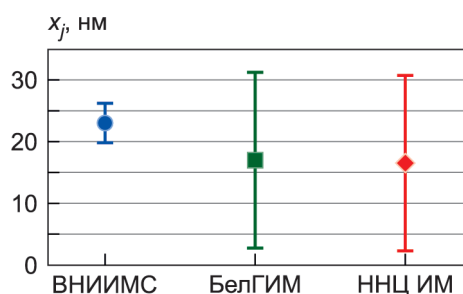


Рис. 1. Результаты измерений отклонения от плоскостности x_j эталона сравнения ВНИИМС, БелГИМ, ННЦ ИМ и стандартные неопределённости этих измерений

Fig. 1. Results of measurements of flatness deviation x_j of the reference standard and standard uncertainties of these measurements

Эталоны эквивалентны, если выполняется одно из двух условий:

$$|d_j| \leq 2u(d_j);$$

$$|d_j| \leq U(d_j), \quad (3)$$

где $U(d_j)$ – расширенная неопределённость степени эквивалентности.

Результаты проверки по степени эквивалентности для меры отклонения от плоскостности представлены также в табл. 4. Согласно табл. 4 при сопоставлении d_j , $U(d_j)$ условие (3) выполняется, следовательно, сличаемые эталоны ВНИИМС, БелГИМ и ННЦ ИМ эквивалентны.

Отклонения результатов измерений от опорного значения и стандартные неопределённости этих отклонений для меры отклонения от плоскостности на рис. 1. Степени эквивалентности и стандартные неопределённости степеней эквивалентности НМИ приведены на рис. 2.

Выводы. Результаты сличений свидетельствуют о соответствии неопределённостей измерений заявленным значениям. Сличаемые эталоны эквивалентны. Результаты проведённых сличений эталонов единицы длины в области измерений отклонений от плоскостности ВНИИМС, БелГИМ и ННЦ ИМ могут быть признаны положительными.

По результатам сличений ВНИИМС и БелГИМ получили новые строки в международной базе данных измерительных и калибровочных возможностей CIPM MRA, а ННЦ ИМ подтвердил свою соответствующую строку.

Список литературы

1. *Comparison of flatness and surface roughness parameters when face milling and turning*, ed. W. Zebala, I. Mankova, Cracow university technology development in machining technology, 2017, vol. 7, pp.18–27.
2. Новиков Д. А., Кононогов С. А., Золотаревский С. Ю., Вяшняков Г. Н., Левин Г. Г., Ляковский В. Л. Анализ неопределённостей, обусловленных методическими и инструментальными

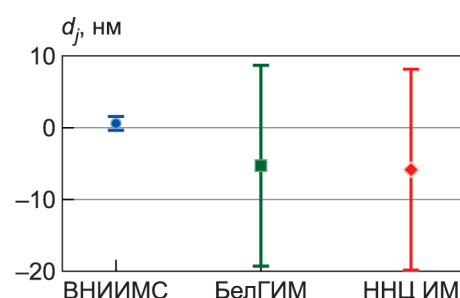


Рис. 2. Степени эквивалентности d_j и стандартные неопределённости степеней эквивалентности ВНИИМС, БелГИМ, ННЦ ИМ; $d_j=0$ – опорное значение

Fig. 2. Degrees of equivalence d_j and standard uncertainties of degrees of equivalence of NMI; $d_j=0$ – reference value

погрешностями интерферометрии параметров рельефа и формы поверхности // Метрология. 2013. № 8. С. 31–37.

3. Золотаревский С. Ю., Новиков Д. А., Гусев А. С., Ляковский В. Л. Фрактальные методы характеристики топографии и текстуры поверхности // Метрология. 2013. № 2. С. 33–40.

4. Крутиков В. Н., Золотаревский С. Ю., Лысенко В. Г., Ляковский В. Л. Топологические параметры текстуры функциональных поверхностей // Метрология. 2013. № 2. С. 25–32.

5. Final report of the comparisons (COOMET.L-S15), *Metrologia*, 2018, vol. 55, Tech. suppl. 04006.

6. Вишняков Г. Н., Золотаревский С. Ю., Новиков Д. А. Измерительно-калибровочная установка на базе большепольной интерферометрии Физо // Метрология. 2012. № 12. С. 17–24.

7. Горшков В. А., Ломакин А. Г., Невров А. С., Новиков Д. А. Технологическая программа обработки интерферограмм методом Фурье-преобразования // Оптический журнал. 2011. Т. 78. № 4. С. 44–50.

8. Лысенко В. Г., Табачникова Н. А., Новиков Д. А. Государственный первичный специальный эталон единицы длины для параметров отклонений от плоскостности оптических поверхностей размером до 200 мм // Законодательная и прикладная метрология. 2015. № 6. С. 10–13.

9. Чуновкина А. Г., Харитонов И. А. Международные сличения, как инструмент подтверждения измерительных и калибровочных возможностей НМИ // Измерительная техника. 2007. № 7. С. 14–17.

10. Чуновкина А. Г., Бурмистрова Н. А., Звягин Н. Д. Об одном подходе к оцениванию результатов ключевых сличений эталонов при несогласованных данных // Измерительная техника. 2013. № 6. С. 3–6.

11. Бурмистрова Н. А. Разработка и исследование алгоритма обработки несогласованных данных ключевых сличений эталонов // Измерительная техника. 2014. № 10. С. 7–12.

Reference

1. *Comparison of flatness and surface roughness parameters when face milling and turning*, ed. W. Zebala, I. Mankova, Cracow

university technology development in machining technology, 2017, vol. 7, pp. 18–27.

2. Novikov D. A., Kononogov S. A., Zolotarevskii S. Yu., Vishnyakov G. N., Gusev A. S., Levin G. G., Lyaskovskii V. L., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 9, pp. 1006–1010. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0320-0>

3. Zolotarevsky S. Yu., Novikov D. A., Gusev A. S., Lyaskovskii V. L., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 3, pp. 247–251. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0188-z>

4. Krutikov V. N., Zolotarevsky S. Yu., Lysenko V. G., Topological parameters of functional surface texture, *Metrologiya*, 2013, no. 2, pp. 25–32. (In Russ.)

5. Final report of the comparisons (COOMET.L-S15), *Metrologia*, 2018, vol. 55, Tech. suppl. 04006.

6. Vishnyakov G. N., Novikov D. A., Measuring-calibrating installation on the base of wide-field Fizeau interferometry, *Metrologiya*, 2012, no. 12, pp. 17–24. (In Russ.)

7. Gorshkov V. A., Lomakin A. G., Nevrov A. S., Novikov D. A., A technological program for processing interferograms by Fourier transformation, *Optical Journal*, 2011, vol. 78, no. 4, pp. 44–50. (In Russ.)

8. Lysenko V. G., Tabachnikova N. A., Novikov D. A., State primary special standard the unit of length for parameters of flatness of optical surfaces size till 200 mm, *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya*, 2015, no. 6, pp. 10–13. (In Russ.)

9. Chunovkina A. G., Kharitonov I. A., *Measurement Techniques*, 2007, vol. 50, no. 7, pp. 711–714. <https://doi.org/10.1007/s11018-007-0136-x>

10. Chunovkina A. G., Burmistrova N. A., Zvyagin N. D., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 6, pp. 577–583. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0248-4>

11. Burmistrova N. A., *Measurement Techniques*, 2015, vol. 57, no. 10, pp. 1103–1112. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0587-4>

Статья поступила в редакцию 09.04.2021; принята к публикации 01.06.2021.

Научная статья

УДК 543.06

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-65-72>

Развитие международных ключевых сличений в области химико-аналитических измерений

Леонид Алексеевич Конопелько^{1✉}, Юрий Анатольевич Кустиков², Михаил Владимирович Окрепилов³, Анна Викторовна Колобова⁴, Павел Вячеславович Мигаль⁵, Анатолий Иванович Крылов⁶, Максим Сергеевич Вонский⁷, Ян Константинович Чубченко⁸, Ольга Владимировна Ефремова⁹, Елена Валериевна Кулябина¹⁰, Владимир Иванович Добровольский¹¹, Алёна Юрьевна Михеева¹²

1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 12 Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия

¹lkonop1@rambler.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-4942-8329>

²Y.A.Kustikov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0130-1756>

³m.v.okrepilov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9815-1795>

⁴akol@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6042-6933>

⁶A.I.Krylov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2273-1328>

⁷m.s.vonsky@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

⁸ycc@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

⁹eov@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3675-5726>

¹²a.mikheeva@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

⁵ Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д. И. Менделеева», Екатеринбург, Россия, mig@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1951-9868>

¹⁰ Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, kuliabina@vniims.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6076-4569>

¹¹ Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Менделеево, Московская обл., Россия, vid@vniifri.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6741-6252>

Аннотация. Рассмотрены наиболее актуальные задачи в области химико- и биоаналитических измерений. Представлены решения актуальных задач, реализуемые, в том числе, в процессе новых международных сличений под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества – Консультативного комитета по метрологии в химии и биологии Международного комитета мер и весов. Описаны вопросы и задачи развития ключевых сличений в следующих областях: изотопные измерения; определение чистоты веществ; органический анализ; биоаналитические измерения; измерения параметров аэрозольных частиц; газовые и электрохимические измерения. Показано, что участие в международных ключевых сличениях позволяет получать надёжные и достоверные результаты измерений показателей состава и свойств газовых и жидких сред, а также твёрдых веществ и материалов.

Ключевые слова: сличения, количество вещества, моль, отношение изотопов, прослеживаемость, примеси, чистые вещества, биомаркеры, счётная концентрация частиц, массовая концентрация

Для цитирования: Конопелько Л. А., Кустиков Ю. А., Окрепилов М. В., Колобова А. В., Мигаль П. В., Крылов А. И., Вонский М. С., Чубченко Я. К., Ефремова О. В., Кулябина Е. В., Добровольский В. И., Михеева А. Ю. Развитие международных ключевых сличений в области химико-аналитических измерений // Измерительная техника. 2021. № 7. С. 65–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-7-65-72>

Development of international key comparisons in the field of chemico-analytical measurements

Leonid A. Konopelko^{1✉}, Yuri A. Kustikov², Mikhail V. Okrepilov³, Anna V. Kolobova⁴, Pavel V. Migal⁵, Anatoly I. Krylov⁶, Maksim S. Vonskiy⁷, Ian K. Chubchenko⁸, Olga V. Efremova⁹, Elena V. Kulyabina¹⁰, Vladimir I. Dobrovolskiy¹¹, Alyena Yu. Mikheeva¹²

1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 12 D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

¹lkonop1@rambler.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-4942-8329>

²Y.A.Kustikov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0130-1756>

³m.v.okrepilov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9815-1795>

⁴akol@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6042-6933>

© Конопелько Л. А., Кустиков Ю. А., Окрепилов М. В., Колобова А. В., Мигаль П. В., Крылов А. И., Вонский М. С., Чубченко Я. К., Ефремова О. В., Кулябина Е. В., Добровольский В. И., Михеева А. Ю., 2021

⁶A.I.Krylov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2273-1328>

⁷m.s.vonsky@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

⁸ycc@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

⁹eov@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3675-5726>

¹²a.mikheeva@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

⁵ Ural Research Institute for Metrology – branch of FGUP “D. I. Mendeleev Institute for Metrology”, Yekaterinburg, Russia, mig@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1951-9868>

¹⁰ Russian Research Institute for Metrological Service, Moscow, Russia, kuliabina@vniims.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6076-4569>

¹¹ Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering Measurements, Mendeleevo, Moscow region, Russia, vid@vniiftri.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6741-6252>

Abstract. The most challenging goals in the field of chemico- and bioanalytical measurements are described. Solutions of these problems are presented, which are being solved in particular by participating in new international comparisons organized by the Consultative Committee on the Amount of Substance of the International Committee on Weights and Measures (CCQM CIPM). The purposes and tasks of developing key comparisons in the following areas are described: isotopic measurements; determination of the purity of substances; organic analysis; bioanalytical measurements; measurements of aerosol particle parameters; measurements in the field of gas analysis and electrochemistry. It is shown that participation in international key comparisons makes it possible to obtain valid and reliable results of measurements of the composition and properties of gas and liquid media, as well as solid substances and materials.

Keywords: comparisons, amount of substance, mole, isotope ratio, traceability, impurities, pure substances, biomarkers, counting concentration of particles, mass concentration

Введение. Одной из главных задач Технического комитета (ТК) 1.8 КОOMET является задача подготовки стран-членов ТК 1.8 к участию в ключевых сличениях, проходящих под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества – Консультативного комитета по метрологии в химии и биологии (КККВ) Международного бюро мер и весов (МБМВ).

Количество вещества имеет первостепенное значение в химии и химической метрологии. Оно было принято в качестве одной из семи основных величин Международной системы единиц (СИ) в 1971 г. по решению 14-й Генеральной конференции по мерам и весам. Одновременно была установлена основная единица количества вещества, моль, которая должна была устранить путаницу между единицей эквивалентной массы – грамм-молем – и единицей массы – граммом.

Новое определение моля, предложенное на 106 заседании Международного комитета по мерам и весам (МКМВ) в октябре 2017 г., утверждённое на 26 заседании Генеральной конференции по мерам и весам (ГКМВ) в ноябре 2018 г. [1] и рекомендованное Международным союзом теоретической и прикладной химии ИЮПАК [2], следующее:

Моль, обозначение – «моль» (“mol”), есть единица количества вещества в SI. Один моль содержит точно $6,02214076 \cdot 10^{23}$ структурных элементов. Это число есть фиксированное числовое значение постоянной Авогадро, N_A , выраженное в моль⁻¹ и называемое числом Авогадро.

Количество вещества системы, обозначение n , является мерой числа конкретных структурных элементов. Структурными элементами могут быть атомы, молекулы, ионы, электроны, другие частицы или определённые группы частиц.

Из этого определения следует, что количество вещества и масса – это разные величины. Кроме того, оно ликвидирует двойственность при описании объекта в терминах количества вещества и числа частиц. Теперь это одно и то же – количество вещества является мерой числа частиц.

При измерении количества вещества и связанных с ним производных величин, таких как молярная концентрация или молярное содержание компонента, дополнительная неопределённость значений молярных масс, возникающая при переходе к новой СИ, настолько мала, что этот переход практически не влияет на неопределённость измерений. При измерении производных величин, которые представляют собой отношение одноимённых величин, дополнительная неопределённость вообще не возникает. Поэтому нет оснований опасаться, что переопределение моля может каким-то образом повлиять на точность аналитических измерений, как массовых, выполняемых в аналитических лабораториях, так и прецизионных измерений, осуществляемых метрологическими институтами. В [3] подчёркнуто, что недавний пересмотр СИ ещё более обострил необходимость отличать количество вещества от подсчёта количеств.

Цель настоящей статьи – исследовать значение био- и химико-аналитических измерений для развития глобальной измерительной инфраструктуры и международных ключевых сличений как единственной альтернативы обеспечения единства измерений.

Химико-аналитические измерения. Особенностью современных химико-аналитических измерений является необходимость применения внесистемных единиц: дельта-значений отношения изотопов; измеряемых величин, связанных с межбелковыми серологическими взаимодействиями, такими как реакция антиген-антитело, конформационными измерениями структуры белка и другими биологически значимыми показателями, выражаемыми в настоящее время в международных единицах Всемирной организации здравоохранения; инфицирующей дозы, дозы инфекционного агента (вирионов, бактерий), размера фрагмента специфической последовательности одноцепочной нуклеиновой кислоты, рибонуклеиновой или дезоксирибонуклеиновой кислот (РНК или

ДНК) и др. В решении CIPM/104-26 от 03.2015 МКМВ указана важность работ в национальных метрологических институтах в части установления прослеживаемости внесистемных единиц к единицам СИ, например, при разработке абсолютных измерений отношений изотопов.

Наиболее актуальной задачей ТК 1.8 на современном этапе является подготовка и проведение ключевых сличений для установления биологически значимых параметров макромолекул (РНК, ДНК, пептидов, белков и пр.) и их комплексов биологического происхождения (органел, клеток и пр.), а также ключевых сличений результатов следующих измерений: соотношения изотопов в различных твёрдых, жидких и газообразных веществах; содержания примесей в чистых твёрдых и жидких веществах; дисперсных параметров аэрозолей, частиц, взвесей и порошковых материалов.

Изотопные измерения. Отсутствие высокоточных изотопных стандартов, прослеживаемых к СИ, привело к широко распространённой практике калибровки изотопных измерений относительно фиксированных предполагаемых значений определённых изотопных отношений либо других материалов, произвольно установленных в качестве «нулевых точек». Например, измерения изотопов неодима обычно калибруются по отношению $x(^{146}\text{Nd})/x(^{144}\text{Nd})=0,7219$, принимаемому в качестве константы [4]. Однако данный подход неприменим для других элементов, таких как водород или углерод, поскольку изотопные отношения не являются постоянными для всех веществ. В рассматриваемом случае для обеспечения единства измерений используются артефакты, принятые в качестве стандартных образцов. Оба подхода являются результатом практической необходимости и являются негласным признанием общей потребности в более совершенных стандартах изотопных отношений.

В последние годы зафиксировано несколько случаев непригодности существующих стандартных образцов для высокоточного гравиметрического метода измерений, что свидетельствует о необходимости пересмотра всей системы метрологического обеспечения изотопных измерений в целом. Поэтому метрология стабильных изотопов фактически только начинает развиваться. Гравиметрический метод приготовления изотопных стандартных образцов впервые применён 10 лет назад, и в настоящее время многие национальные метрологические институты используют этот метод для приготовления более надёжных изотопных стандартных образцов.

Данные об отношении изотопов используются почти во всех научных областях – от археометрии, геохронологии и геохимии до медицины и океанографии. Учёные получают важнейшие и научно обоснованные данные (например, возраст образца) и делают выводы, существенно влияющие на развитие науки. Поэтому надёжность и сопоставимость указанных данных являются обязательными условиями. Этого можно добиться за счёт разработки гравиметрических стандартных образцов с приписанной неопределённостью измерений.

К основным сферам деятельности человека, в которых применяется анализ стабильных изотопов относятся: мониторинг окружающей среды; метрология и СИ; биологические науки; судебно-медицинские науки; ядерная криминалистика.

Отметим наиболее важные применения изотопного анализа в области медицины, пищевой промышленности и экологии: обнаружение бактерии *Helicobacter Pylori*, которая вызывает рак желудка, по изотопному дыхательному тесту;

контроль качества пищевых продуктов по изотопному анализу;

оценка влияния антропогенных процессов на содержание парниковых газов в атмосфере по анализу изотопов в атмосферном воздухе.

В соответствии с постановлением МБМВ [5] измерения дельта-значений отношений изотопов в настоящий момент прослеживаются не к СИ, а к международным стандартным образцам, которые формируют международную дельта-шкалу измерений стабильных изотопов. Однако нестабильность стандартных образцов, обнаруженная в последние годы, привела к проблемам в области метрологического обеспечения измерений стабильных изотопов.

В рамках рабочей группы изотопных отношений КККВ МБМВ организованы следующие международные сличения: CCQM-K167 «Измерения дельта значений отношений изотопов углерода в ванилине»; CCQM-P212 «Согласованность международных стандартных образцов дельта-значений отношений изотопов углерода»; CCQM-P204 «Отношение изотопов CO_2 ($\delta^{13}\text{C}$ и $\delta^{18}\text{O}$) в чистом CO_2 »; CCQM-P213 «Измерение дельта-значений отношений изотопов меди в веществах высокой чистоты».

Разработанная во ВНИИМ высокоточная эталонная установка ЭУ-1 [6] для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на базе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания, входящая в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019, принимала участие во всех сличениях за исключением CCQM-P213. Проекты взаимовыгодного сотрудничества с МБМВ и национальным метрологическим институтом Германии РТВ позволили модернизировать установку ЭУ-1 и добиться более высоких показателей повторяемости и воспроизводимости измерений, а также опубликовать совместные научные работы [7, 8].

Международное сотрудничество позволяет выработать общий подход для обеспечения единства измерений в рамках изотопного анализа и предложить оптимальные пути построения системы метрологического обеспечения измерений стабильных изотопов на национальном уровне.

Определение чистоты веществ. В химико-аналитических измерениях чистые вещества (в твёрдой, жидкой или газообразной фазе) имеют фундаментальное значение. Объясняется это тем, что все результаты измерений содержания каких-либо определяемых компонентов в какой-либо матрице прослеживаются к чистому веществу этого компонента. Если результат измерения содержания определяемого компонента должен прослеживаться к стандартному образцу состава (смеси определяемого компонента в той или иной матрице), то стандартный образец обязательно должен прослеживаться к соответствующему чистому веществу.

С 2013 г. во ВНИИМ и УНИИМ начата разработка методологии применения высокочистых материалов для воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав веществ и материалов на основе эталонов сравнения в виде чистых химических веществ. Методология заключается в том, что эталон сравнения как стабильный артефакт хранит единицу массовой доли основного компонента для металлов, которая воспроизводится на оборудовании Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

Основным мотивом разработки методологии послужило отсутствие согласованных подходов к оценке массовой доли основного компонента методом материального баланса. Как отмечено в [9], результаты этих работ согласуются с международным опытом характеристики чистых веществ по результатам сличений [10, 11] и дорожной картой [12].

В рамках деятельности ТК 1.8 проведены сличения по определению чистоты меди и железа, в которых участвовали национальные метрологические институты разных стран – УНИИМ, БелГИМ, ВНИИОФИ, UME (Турция), Укрметртест-стандарт. Сличения показали согласованность и совместимость результатов измерений массовой доли определяемого компонента w как высокоточными прямыми методами, так и методом материального баланса из примесного состава исходя из уравнения измерений

$$w = 100 - \sum_{i=1}^n x_i - \sum_{j=1}^r y_j / 2,$$

где x_i – массовая доля i -й обнаруженной примеси; n – количество обнаруженных примесей; y_j – предел обнаружения, установленный для j -й примеси по критерию 3σ ; r – количество пределов обнаружения.

В результате описанных работ была создана база данных «Эталон сравнения в виде высокочистых веществ» (URL: https://uniim.ru/db_etалons_ref/), которая насчитывает 17 эталонов сравнения в виде чистых металлов.

Основное преимущество метода материального баланса заключается в повышении точности измерений и малой зависимости результата измерений от матрицы исследуемого объекта. При этом важно понимать границы применимости такого подхода для минимизации систематического смещения. Во-первых, для несмещённой оценки значения w суммарное количество исследуемых примесей должно стремиться к максимально возможному ($\max(n+r) \rightarrow 91$), и, во-вторых, необходимо обеспечить метрологическую прослеживаемость измерений массовых долей как минимум обнаруженных примесей x_i .

Из практики исследований эталонов сравнения следует, что для определения содержаний основного количества примесей подходит метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП), а для газообразующих элементов (O, N, H, C, S) – методы восстановительного и окислительного плавления. Для калибровки методом МС-ИСП

обычно применяют стандартные образцы в виде растворов химических элементов, прослеживаемость которых может быть установлена до ГЭТ 176-2019 титриметрическими методами. Для отдельных химических элементов отсутствуют образцы с прослеживаемостью к ГЭТ 176-2019. Для них используют стандартные образцы NIST SRM серии 3100 (Standard reference materials. Spectrometry, Single Element Standard Solutions [Электронный ресурс] URL: <https://www.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39>) или стандартные образцы зарубежного производства с установленной прослеживаемостью к образцам NIST SRM.

Решение проблем обеспечения метрологической прослеживаемости измерений состава в области неорганического химического анализа является задачей постепенного приближения, т. е. в условиях невозможности обеспечить измерения массовой доли определяемого компонента для ряда химических элементов прямыми абсолютными методами необходимо привлекать косвенные методы.

В настоящее время существует возможность оценить чистоту эталона сравнения методом материального баланса по 91 примеси: 5 газообразующим элементам; 72 элементам, определяемым методом МС-ИСП; 14 элементам в виде теоретических оценок для благородных газов и радиоактивных элементов. Следующее приближение – развитие номенклатуры эталонов сравнения (доведение количества до 73 индивидуальных элементов). Затем необходимо обеспечить замкнутый цикл, в котором примесный состав каждого эталона сравнения будет определён через другие эталоны сравнения, так, чтобы каждое уточнение примесного состава одного эталона приводило к уточнению массовой доли определяемого компонента других эталонов. Такой итерационный подход предстоит реализовать в следующих работах на основе коллекции чистых веществ, которая хранится в УНИИМ и насчитывает 76 позиций 64 индивидуальных элементов. В этой коллекции отсутствуют элементы платиновой группы (Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Au), а также элементы, которые не имеют стабильных изотопов (U, Th).

Таким образом, накопленный опыт позволяет задать начальные приближения, достаточно близкие к истине, а последующие итерации могут существенно снизить неопределённость знаний о реальной чистоте вещества и тем самым обеспечить метрологическую прослеживаемость измерений в этой области.

Органический анализ. В органическом анализе прослеживаемость к СИ формируется на основе чистых органических веществ, тщательно исследованных аналитически и детально охарактеризованных метрологически. Именно массовая доля основного компонента в чистом органическом веществе обеспечивает прослеживаемость к одной из основных единиц СИ – количеству вещества (молю), в случае органического анализа – к молю определённого органического вещества.

Таким образом, первое звено в формировании цепочки метрологической прослеживаемости в области органического анализа – определение чистоты органического вещества. Общепринятый международный подход к установлению

чистоты органических веществ заключается в максимально полном исследовании материала с целью подтверждения его идентичности и определения всех вероятных примесных компонентов, после чего массовая доля основного компонента рассчитывается косвенным методом массового баланса по разности: 100 % минус сумма примесей. Наилучшая практика предполагает применение не менее двух аналитических методов для измерений одной величины. В целом метод массового баланса для органических веществ предполагает обязательное измерение примесных компонентов четырёх групп:

примеси родственных соединений, в общем случае – компоненты, которые могут быть измерены тем же аналитическим методом, что и основное вещество, чаще всего – его изомеры и (или) конгенеры;

примеси воды, свободной и кристаллогидратной;

примеси летучих органических соединений, например, остаточные органические растворители после очистки основного вещества перекристаллизацией;

примеси нелетучих соединений с потенциальным вкладом органических нелетучих компонентов и неорганических соединений (например, металлов в любой форме).

Для получения дополнительных данных, подтверждающих интегральные характеристики чистых органических веществ, применяют прямые методы кулонометрии, криометрии, дифференциальной сканирующей калориметрии.

Оборудование в составе Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2019 позволяет в полной мере реализовать методы массового баланса и дифференциальной сканирующей калориметрии. ГЭТ 208-2019 сформирован на основе серийных аналитических приборов, коммерчески доступных на внешнем и внутреннем рынках. Уникальность комплекса ГЭТ 208-2019 составляет не инструментальное оформление, а изученность характеристик и тонкая настройка оборудования, а также разработанные аналитические и метрологические процедуры, включенные в состав ГЭТ 208-2019 в форме эталонной документации и позволяющие достичь наивысших показателей точности измерений в органическом анализе.

За период с 1998 г. по настоящее время РФ приняла участие более чем в 35 международных сличениях, организованных под эгидой КККВ МБМВ и охватывающих самые разные аспекты органического анализа, в том числе по определению чистоты органических веществ, относящихся к разным химическим группам (альдрин, L-валин, фолиевая кислота, бисфенол А, диметилсульфон) [13]. Информация об одобренных калибровочных и измерительных возможностях по результатам сличений находится в открытом доступе на официальном сайте МБМВ.

Биоаналитические измерения. Биоаналитические измерения – самый молодой быстроразвивающийся раздел химико-аналитических измерений. Уже с 2017 г. КККВ МБМВ,

который раньше назывался Консультативным комитетом по метрологии в химии, именуется Комитетом по метрологии в химии и биологии. Прогресс в науке и технике, развитие биоинформатики обусловили прорыв в измерениях процессов, происходящих в живой материи, и, прежде всего, в человеческом организме. За всю историю вручения 166 Нобелевских премий по химии 73 премии были вручены за открытия в области биоанализа и каталитических процессов в организме человека.

Больше 10 лет ТК 1.8 активно участвует в работе КККВ в области развития глобальной метрологической инфраструктуры биоаналитических измерений.

В 2015–2019 гг. проведены пилотные и ключевые сличения: CCQM-P137 (пилотные сличения по измерению каталитической активности α -амилазы в сыворотке крови); CCQM-P164 (пилотные сличения (два раунда) по измерению массовой доли гормона роста в сыворотке крови); CCQM-K86, CCQM-K86.b, CCQM-K86.c (ключевые сличения, направленные на подтверждение СМС-строк национальных метрологических институтов в области измерений содержания генетически модифицированных организмов (ГМО)).

В 2021 г. запланированы ключевые сличения CCQM-K86.d для подтверждения СМС-строк институтов по измерениям ДНК в матрице, богатой белками – по определению ДНК-биомаркеров присутствия свинины в говядине.

В 2018–2020 гг. проведены пилотные сличения CCQM-P199 и P199.b по измерению числа копий последовательностей нуклеотидов в составе геномов вируса иммунодефицита человека HIV-1 и коронавируса SARS-CoV-2. В рамках этих сличений пилотными лабораториями были подготовлены высококонцентрированные образцы чистой РНК, измерения которых выполняли «ортогональными» по отношению к методу цПЦР методами – масс-спектрометрией с изотопным разбавлением и проточной флуориметрией одиночных молекул. Результаты измерений «ортогональными» методами хорошо совпали с результатами, полученными с использованием метода цПЦР. В 2021 г. начаты ключевые сличения CCQM-K176 по измерению вариации числа копий последовательности гена *HER2* – биомаркера рака груди. Запланированы сличения по измерениям уровня метилирования ДНК как важного прогностического маркера развития онкопатологий.

Основные задачи, которые предстоит решить в области белкового анализа, включают разработку и валидацию референтных методик оценки чистоты пептидов и белков, качественный и количественный анализ пептидов и белков в сложных биологических матрицах и биофармацевтических препаратах, измерения каталитической активности ферментов, определение специфических характеристик биотерапевтических препаратов и антител.

Самой молодой областью биоанализа является клеточный анализ. Он включает идентификацию и измерения количества интактных клеток и их свойств, отражающих определённые клеточные функции в сложных матрицах и смесях. К основным характеристикам клетки можно отнести жизнеспособность, размер, морфологию, особенности локализации в пространстве (рост на поверхности или в суспензии),

занимаемую на поверхности площадь, презентацию на поверхности клетки определённых антигенов, экспрессию биомаркеров. При этом разрабатываемые в рамках клеточного анализа подходы должны быть применимы как к культурам клеток эукариот, так и прокариот. Хотя микробиологические методы оценки содержания микроорганизмов имеют многолетнюю историю, применение метрологических подходов к этим видам измерений сопровождается множеством проблем. Так, создание стандартных образцов с использованием живых клеток, обладающих биологической активностью и определёнными физико-химическими свойствами явно требует разработки новых методологий. Особые надежды в этой области клеточного анализа связаны с применением синтетической биологии. Направления клеточного анализа, требующие особого внимания в ближайшем будущем, включают измерения морфологии и характеристик фенотипа клетки, измерения показателей биологической активности клетки, характеристик внутриклеточных сигнальных сетей [14].

Проведённые к настоящему времени и планируемые сличения сконцентрированы на пересчёте клеток, прикреплённых к поверхности (CCQM-P123, CCQM-P197) и находящихся в суспензии (CCQM-P205, CCQM-P217). Пока что главные успехи в данном направлении связаны в основном с исследованиями метрологических характеристик методов пересчёта клеток, которые могут выполняться как автоматически, с использованием проточной цитометрии, так и в ручном режиме, с применением гемоцитометра (камеры Горяева). Результаты измерений методом вольюметрической проточной цитометрии прямо прослеживаются к единицам СИ. Однако отбор и подготовка (окрашивание) пробы, калибровки цитометра, оптимизация режима измерений и обработка полученных результатов вносят вклад в погрешность измерений, минимизация которого является пока нерешённой задачей.

Одним из перспективных путей создания стандартных образцов для клеточных измерений является синтез латексных частиц, имитирующих размер и форму клетки, с возможностью интеграции флуоресцентных красителей, имитирующих окраску флуорофор-мечеными антителами. Начало первых пилотных сличений КККВ по оценке методов пересчёта клеток с использованием синтетических латексов запланировано на 2021 г.

Измерения параметров аэрозольных частиц. В последние годы перед специалистами, занимающимися мониторингом окружающей среды и контролем качества воздуха вне и внутри помещений, встают задачи получения достоверной информации о параметрах и характеристиках аэрозольных частиц. К этим показателям относятся оптические и химические свойства, распределение по размерам и формам частиц, массовая концентрация частиц и заряд частиц, содержание элементарного и органического углерода, анионов и катионов, основных металлов (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, никель).

В связи с этим планируются первые пилотные и ключевые сличения в данной измерительной категории. Во ВНИИФТРИ создан Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020, который обеспечивает воспроизведение,

хранение и передачу единиц размера частиц, счётной и массовой концентрации частиц, а также дзета-потенциала частиц, и позволяет решить критически важные задачи в обозначенных областях.

На сегодняшний день подобными эталонными комплексами обладают ведущие метрологические институты таких стран-участниц ТК 1.8 КООМЕТ, как Германия, Китай и Беларусь. Использование новой инструментальной базы позволит ТК 1.8 принять активное участие в работах КККВ и повысить уровни достоверности и прослеживаемости результатов измерения параметров аэрозольных частиц к системе СИ.

Газовые и электрохимические измерения. Рассмотренные в статье вопросы и задачи развития ключевых сличений в новых измерительных категориях, проводимых КККВ МБМВ, не означают снижение активности ТК 1.8 по остальным «традиционным» измерительным категориям, таким как «Газовый анализ», «Электрохимия» и др. В ключевых сличениях по категориям «Газовый анализ» и «Электрохимия» участвуют национальные метрологические институты Украины, Беларуси, Казахстана и России. Совершенствование государственных первичных эталонов позволяет институтам расширять участие в новых ключевых сличениях, планируемых в соответствии со стратегиями соответствующих рабочих групп КККВ по газовому и электрохимическому анализам.

Во ВНИИМ созданы, исследованы и включены в состав ГЭТ 154-2019 [15] комплексы и установки для верификации и аттестации эталонных газовых смесей на основе NO, NO₂, SO₂, H₂S, NH₃, приготовленных гравиметрическим методом, предназначенные для измерений следующих характеристик:

молярной доли основных примесей O₂, CO, CO₂, CH₄, N₂, H₂, Ar в высокочистых газах He, N₂, Ar, O₂;

молярной доли, массовой доли и массовой концентрации этанола в водных растворах и газовых смесях;

молярной доли метанола в углеводородных газовых смесях;

молярной доли ¹²CO₂, ¹³CO₂, соотношения изотопов в газовых смесях (и для аттестации эталонов сравнения состава газовых смесей, содержащих ¹²CO₂, ¹³CO₂, в баллонах под давлением);

массовой концентрации компонентов дозврывоопасных концентраций паров горючих и взрывоопасных жидкостей в диапазоне 5–50 % нижнего концентрационного предела распространения пламени.

Характеристики ГЭТ 154-2019 позволяют обеспечить активное участие ВНИИМ в запланированных в стратегии КККВ МБМВ сличениях в области газового анализа по следующим измерительным объектам: парниковые газы; озон и химически активные газы на атмосферном уровне; природный газ; нефтезаводские газы; летучие органические компоненты в азоте и воздухе; судебно-медицинские газы; бинарные и многокомпонентные газовые смеси, соответствующие составу выбросов; чистые газы с анализом примесей; гравиметрические газовые смеси; динамически приготовленные газовые смеси; медицинские газы.

Создание в национальных метрологических институтах стран-участниц ТК 1.8 КООМЕТ (Россия, Украина, Молдова,

Казахстан, Беларусь) эталонов в области электрохимических измерений позволило организовать ряд пилотных и ключевых сличений по измерительной категории «Электрохимия».

Для проверки эквивалентности национальных эталонов в области рН-метрии проведены три международных пилотных сличения с использованием фосфатного буферного раствора с $\text{pH} \approx 7,00$: KOOMET 322/RU/04 (2004 г.) «Пилотные сличения буферных растворов на основе дигидрофосфата калия (KH_2PO_4) + гидрофосфата натрия (Na_2HPO_4) при температурах 15, 25 и 37 °С»; KOOMET 421/RU/08 (2008 г.) «Дополнительные сличения рабочих эталонов рН»; KOOMET 655/RU-a/15 (2015 г.) «Пилотные сличения по определению водородного показателя фосфатного буфера $\sim 7,00$ ».

В ближайшее время предполагается провести сличения в других областях шкалы рН. Так, на 2023 г. запланировано ключевое сличение по определению водородного показателя тетраоксалатного буферного раствора с $\text{pH} \approx 1,65$.

В области измерений удельной электрической проводимости проведены сличения: KOOMET 361/RU-a/06 (2006 г.) «Пилотные сличения в области измерений удельной электрической проводимости»; CCQM-K36.2016 (2017 г.) «Электролитическая проводимость при $0,5 \text{ См}^{-1}$ и 5 мСм^{-1} »; EBPOMET CCQM-SC EURAMET.QM-S12 (2019 г.) «EURAMET comparison 1462».

На основе использования кулонометрических эталонов единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах проведены пилотные сличения:

KOOMET 520/RU/1 «Пилотные сличения в области измерений концентрации ионов водорода в растворе соляной кислоты (моль/кг раствора)», участники: Россия (УНИИМ), Украина (Укрметртестстандарт);

KOOMET 645/RU/14 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли меди и примесей в бескислородной медной катанке марки КМ6 М0016 для определения чистоты меди», участники: Беларусь (БелГИМ), Россия (ВНИИОФИ, УНИИМ), Турция (UME), Украина (Укрметртестстандарт);

KOOMET 672/RU/5 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли железа в чистом железе», участники: Беларусь (БелГИМ), Молдова (НИМ), Россия (ВНИИФТРИ, ВНИИОФИ, УНИИМ), Украина (Укрметртестстандарт).

Закключение. Развитие международной инфраструктуры в области био- и химико-аналитических измерений определяется необходимостью обеспечить глобальную сопоставимость результатов измерений при решении задач устойчивого развития и контроля изменений климата, зелёной энергетики и здравоохранения. В результате участия в международных ключевых сличениях метрологических институтов стран-участниц ТК 1.8 KOOMET разработаны и применены новые эталонные установки и следующие методики: измерений соотношения изотопов в твёрдых, жидких и газообразных веществах; установления биологически значимых параметров макромолекул (РНК, ДНК, пептидов, белков и пр.) и их комплексов биологического происхождения (органел, клеток и пр.); измерения содержания примесей в чистых твёрдых и жидких веществах; измерения дисперсных параметров аэрозолей, частиц, взвесей и порошковых материалов.

Созданы новые типы стандартных образцов, обеспечивающих калибровочные возможности стран-участниц ТК 1.8. Участие в ключевых сличениях позволяет гармонизировать подходы к расчёту неопределённости результатов измерений, способствует получению надёжных и достоверных результатов измерений показателей состава и свойств газовых и жидких сред, а также твёрдых веществ и материалов.

Список литературы

1. General Conference for Weights and Measures (CGPM), Resolution 1 of 26 meeting of CGPM (13–16 November 2018), available at: <https://www.bipm.org/en/committees/cg/cgpm/26-2018/resolution-1> (accessed: 23.06.21).
2. Marquardt R., Meija J., Mester Z., et al, Definition of the mole (IUPAC Recommendation 2017), *Pure Appl. Chem.*, 2018, vol. 90, no. 1, pp. 175–180.
3. Richard J. C. Brown, Paul J. Brewer, *Metrologia*, 2020, vol. 57 (6), p. 065002. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab9db7>
4. John R. de Laeter, John Karl Böhlke, P. De Bièvre, H. Hidaka, H. S. Peiser, K. J. R. Rosman, P. D. P. Taylor, Atomic weights of the elements. Review 2000 (IUPAC Technical Report), De Gruyter, 2013. <https://doi.org/10.1351/pac200375060683>
5. International Committee for Weights and Measures, *Proceedings of Session I of the 104th meeting*, 9–10 March 2015, available at: <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/CIPM/CIPM2015-I-EN.pdf> (accessed: 13.11.18).
6. Konopelko L. A., Chubchenko Y. K., *International Conference Laser Optics (ICLO)*, 2018, pp. 288–288. <https://doi.org/10.1109/LO.2018.8435389>
7. Viallon J. et al., *Metrologia*, vol. 57 (5), p. 055004. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab948c>
8. Flores E. et al., Comparison of isotope ratio measurement capabilities for CO_2 : sample preparation and characterization by isotope ratio infrared spectroscopy, *EGU General Assembly Conference Abstracts*, 2020, p. 8518.
9. Конопелько Л. А., Мигаль П. В., Собина Е. П. Разработка эталонов сравнения в виде металлов высокой чистоты // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 2. С. 15–24.
10. Jochen Vogl, Heinrich Kipphardt, Hans-Joachim Heinrich, Egor Sobina, Tatiana Tabatchikova, CCQM-P107.1 Purity of Zinc with respect to six defined metallic analytes, BAM Federal institute for Materials Research and Testing, Berlin, Draft Report, 2014.
11. Jochen Vogl et al., CCQM-P149 Purity determination of zinc to be used as primary standard for zinc determination, BAM Federal institute for Materials Research and Testing, Berlin, Draft B, 2016.
12. Vogl J., CCQM-IAWG17-28 Roadmap for the purity determination of pure metallic elements. Basic principles and helpful advice, 2017, available at: https://www.bipm.org/wg/CCQM/IAWG/AI/lowed/April_2017/CCQM-IAWG17-28.pdf (accessed: 03.02.2021).
13. Михеева А. Ю., Крылов А. И. Прослеживаемость в органическом анализе. Часть 1. Единство измерений и сопоставимость национальных и международных эталонов // Эталоны. Стандартные образцы. 2019. Т. 16. № 3. С. 5–21.
14. Faruqi N., Kummrow A., Fu B., Divieto C., Rojas F., Kisulu F., Cavalcante J. J. V., Wang J., Campbell J., Martins J. L., Choi J.-H.,

Sassi M. P., Zucco M., Vonsky M., Vessillier S., Zou S., Fujii S.-I., Ryadnov M. G., *Front. Bioeng. Biotechnol.*, 2020, vol. 7, p. 456. <https://doi.org/10.3389/fbioe.2019.00456>

15. Колобова А. В., Конопелько Л. А., Попов О. Г. Государственный первичный эталон единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 3. С. 23–35. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-23-35>

References

1. General Conference for Weights and Measures (CGPM), Resolution 1 of 26 meeting of CGPM (13–16 November 2018), available at: <https://www.bipm.org/en/committees/cg/cgpm/26-2018/resolution-1> (accessed: 23.06.21).

2. Marquardt R., Meija J., Mester Z., et al. Definition of the mole (IUPAC Recommendation 2017), *Pure Appl. Chem.*, 2018, vol. 90, no. 1, pp. 175–180.

3. Richard J. C Brown, Paul J. Brewer, *Metrologia*, 2020, vol. 57 (6), p. 065002. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab9db7>

4. John R. de Laeter, John Karl Böhlke, P. De Bièvre, H. Hidaka, H. S. Peiser, K. J. R. Rosman, P. D. P. Taylor, Atomic weights of the elements. Review 2000 (IUPAC Technical Report), De Gruyter, 2013. <https://doi.org/10.1351/pac200375060683>

5. International Committee for Weights and Measures, *Proceedings of Session I of the 104th meeting*, 9–10 March 2015, available at: <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/CIPM/CIPM2015-I-EN.pdf> (accessed: 13.11.18).

6. Konopelko L. A., Chubchenko Y. K., *International Conference Laser Optics (ICLO)*, 2018, pp. 288–288. <https://doi.org/10.1109/LO.2018.8435389>

7. Viallon J. et al., *Metrologia*, vol. 57 (5), p. 055004. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab948c>

8. Flores E. et al., Comparison of isotope ratio measurement capabilities for CO₂: sample preparation and characterization by isotope ratio infrared spectroscopy, *EGU General Assembly Conference Abstracts*, 2020, p. 8518.

9. Konopelko L. A., Migal P. V., Sobina E. P., Razrabotka etalonov sravneniya v vide metallov vysokoy chistoty, *Etalony. Standartnye obrazcy*, 2019, vol. 15 (2), pp. 15–24. (In Russ.)

10. Jochen Vogl, Heinrich Kipphardt, Hans-Joachim Heinrich, Egor Sobina, Tatiana Tabatchikova, CCQM-P107.1 Purity of Zinc with respect to six defined metallic analytes, BAM Federal institute for Materials Research and Testing, Berlin, Draft Report, 2014.

11. Jochen Vogl et al., CCQM-P149 Purity determination of zinc to be used as primary standard for zinc determination, BAM Federal institute for Materials Research and Testing, Berlin, Draft B, 2016.

12. Vogl J., CCQM-IAWG17-28 Roadmap for the purity determination of pure metallic elements. Basic principles and helpful advice, 2017, available at: https://www.bipm.org/wg/CCQM/IAWG/Allowed/April_2017/CCQM-IAWG17-28.pdf (accessed: 03.02.2021).

13. Mikheeva A. Y., Krylov A. I., Proslezhivaemost' v organicheskom analize. Chast 1: Edinstvo izmereniy i sopostavimost' nacionalnih i mezhdunarodnih etalonov, *Etalony. Standartnye obrazcy*, 2019, vol. 16 (3), pp. 5–22. (In Russ.)

14. Faruqi N., Kummrow A., Fu B., Divieto C., Rojas F., Kisulu F., Cavalcante J. J. V., Wang J., Campbell J., Martins J. L., Choi J.-H., Sassi M. P., Zucco M., Vonsky M., Vessillier S., Zou S., Fujii S.-I., Ryadnov M. G., *Front. Bioeng. Biotechnol.*, 2020, vol. 7, p. 456. <https://doi.org/10.3389/fbioe.2019.00456>

15. Kolobova A. V., Konopelko L. A., Popov O. G., *Etalony. Standartnye obrazcy*, 2019, vol. 16 (3), pp. 23–35. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-23-35>

Статья поступила в редакцию 22.03.2021; принята к публикации 01.06.2021.

31-е заседание Комитета КООМЕТ

15–17 июня 2021 г. состоялись рабочая и пленарная сессии 31-го онлайн-заседания Комитета КОOMET.

В заседании приняли участие члены Комитета KOOMET (их официальные представители) из 18 стран – участниц KOOMET, а также представители международных (BIPM, BIML) и региональных организаций (APMP, APLMF, EURAMET, WELMEC, SIM, NCSL International и МГС).

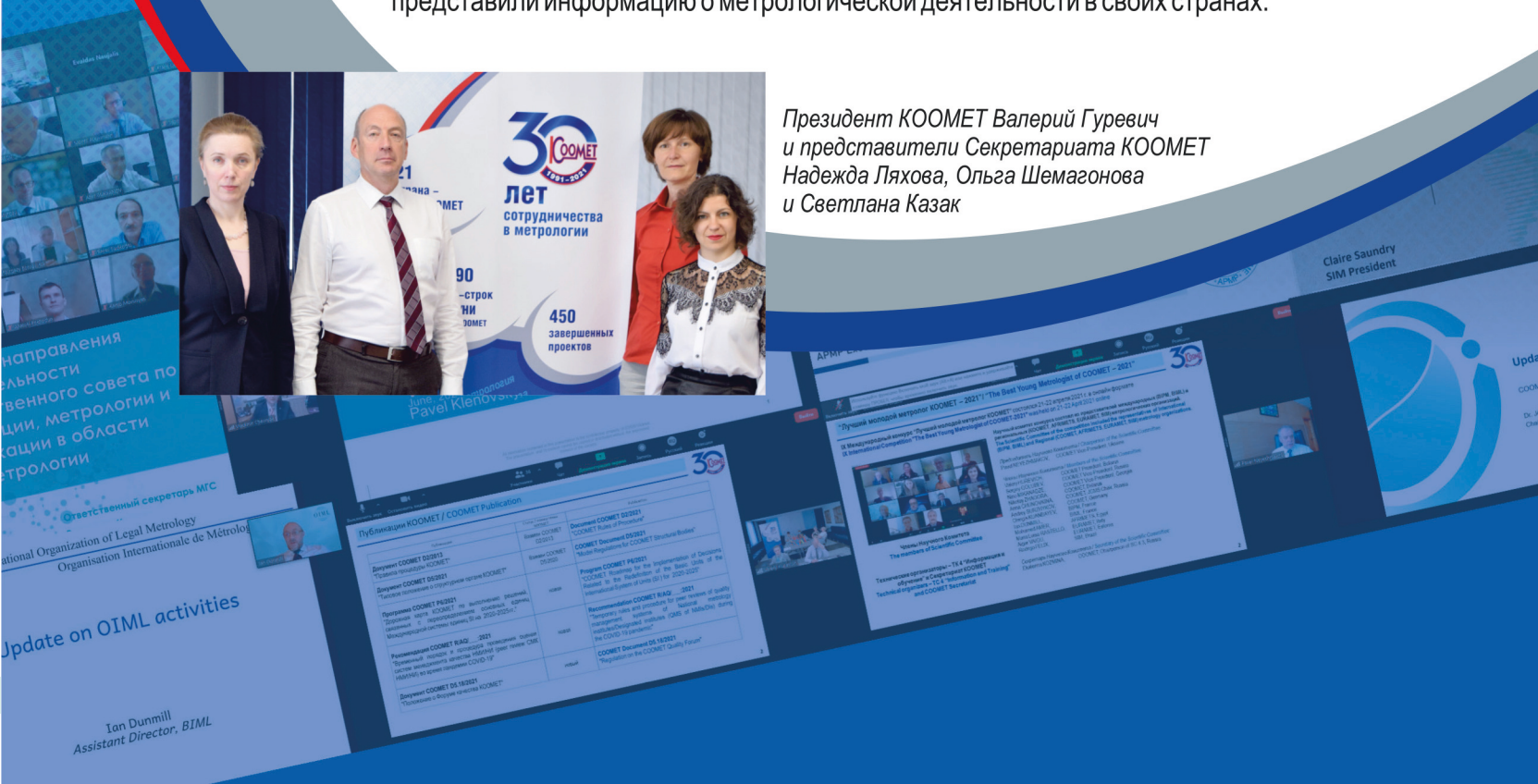
По результатам обсуждения мероприятий по совершенствованию деятельности КОOMET были приняты следующие решения и действия:

- утвержден актуализированный документ COOMET D2/2021 «Правила процедуры KOOMET»;
- одобрены подход к проведению опроса по оценке эффективности работы СОК и проект анкеты, подготовленный Секретариатом KOOMET (онлайн-опросы будут организованы в период с июня по октябрь 2021 г.; респонденты – члены Комитета KOOMET и члены СОК);
- одобрены критерии KOOMET для отнесения стран-участниц к странам с развивающимися метрологическими системами (CEEMS);
- уточнена организационная структура KOOMET и др.

Достигнута договоренность о проведении осенью 2021 г. внеочередного онлайн-заседания Комитета KOOMET для предварительного обсуждения комплекса вопросов, связанных с возможным изменением институционального статуса, критериев членства в KOOMET, вопросов финансирования деятельности KOOMET.

В ходе заседания Комитета КОOMET утверждена актуализированная Дорожная карта по выполнению решений, связанных с переопределением основных единиц Международной системы единиц SI на 2021–2025 гг. в качестве Программы COOMET P6/2021, рассмотрены вопросы сотрудничества в области законодательной метрологии, информации и обучения специалистов-метрологов, отмечена важность разработки Концепции применения цифровых технологий в области метрологии в рамках КОOMET, утверждены ряд публикаций КОOMET и др.

Представители национальных метрологических организаций – членов KOOMET представили информацию о метрологической деятельности в своих странах.



Президент КООМЕТ Валерий Гуревич
и представители Секретариата КООМЕТ
Надежда Ляхова, Ольга Шемагонова
и Светлана Казак

ПОДПИСКА – 2021

- на ежемесячный научно-технический журнал
 «Измерительная техника»
 (печатное издание и электронная копия)
- на журнал **«Метрология»**
 (периодичность выхода 4 раза в год)
- ▶ онлайн на сайтах подписных агентств
- ▶ в редакции

Подписка через Интернет

ГК «Урал-Пресс»

«Измерительная техника»	«Метрология»
38168 (печатное издание)	013316
013315 (электронная копия)	(электронная копия)

www.ural-press.ru

☎ +7 (495) 789-86-36; +7 (499) 700-05-07

ООО «Информнаука»

www.informnauka.com

☎ +7 (495) 787-38-73; +7 (499) 152-54-81

✉ informnauka@viniti.ru

Агентство «Книга-Сервис»

- интернет-каталог «Пресса по подписке» www.akc.ru
- объединённый каталог «Пресса России» www.pressa-rf.ru

☎ +7 (495) 631-62-54

✉ podpiska@pressa-rf.ru

Научная электронная библиотека **eLIBRARY.RU** www.elibrary.ru

Электронно-библиотечная система «РУКОНТ» www.lib.rucont.ru

Подписка в редакции
на номера текущего года и архивные номера 2016–2020 гг.

- ▶ по телефону +7 (495) 430-28-02
- ▶ по электронной почте kersova@vniims.ru
- ▶ на сайтах www.vniims.ru, www.izmt.ru

Адрес редакции:

119361 Москва, ул. Озёрная, 46, ФГУП «ВНИИМС»

☎ +7 (495) 781-48-70

✉ izmt@vniims.ru

www.izmt.ru