



**ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
ТЕХНИКА
2022
№7**





ВНИИМ

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

**180 ЛЕТ ПЕРВОМУ
ГОСУДАРСТВЕННОМУ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОМУ
УЧРЕЖДЕНИЮ РОССИИ**

70

**ГОСУДАРСТВЕННЫХ
ПЕРВИЧНЫХ
ЭТАЛОНОВ**

4

**НАЦИОНАЛЬНЫХ
ЭТАЛОНА
ОСНОВНЫХ ЕДИНИЦ
МЕЖДУНАРОДНОЙ
СИСТЕМЫ SI**

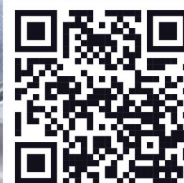
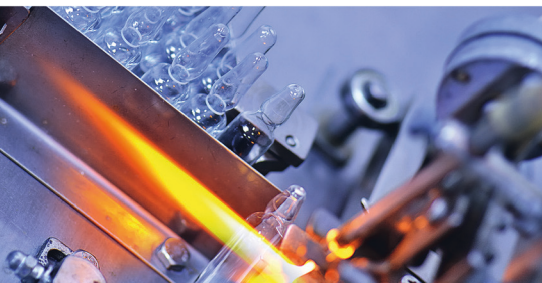
25

**ЛЕТ ЯВЛЯЕТСЯ
ГОСУДАРСТВЕННЫМ
НАУЧНЫМ
ЦЕНТРОМ РФ**



ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»:

- Главная организация Российской Федерации по фундаментальным исследованиям в области метрологии и развитию государственной эталонной базы
- Преемник одного из старейших в мире и первого в России государственного метрологического учреждения – Депо образцовых мер и весов, основанного 16 июня 1842 г.
- Более 70 % калибровочных и измерительных возможностей Российской Федерации, зарегистрированных в базе данных Международного бюро мер и весов (МБМВ)
- Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (НМЦ ГССО)
- Лидер в разработке и производстве эталонных материалов и стандартных образцов, обеспечивает выпуск более 600 наименования для более чем 1500 промышленных организаций и лабораторий
- Гарант высокого качества и конкурентоспособности произведённой продукции на российском и зарубежных рынках



ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2022 № 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

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»

ФГБУ «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологической
службы»

МОО «Метрологическая академия»

СОДЕРЖАНИЕ

■ К ЮБИЛЕЮ ИНСТИТУТА

А. Н. Пронин, Е. Б. Гинак. 180 лет единству и точности измерений в России 3

■ ГОСУДАРСТВЕННЫЕ ЭТАЛОНЫ

А. Ю. Виллевалде, А. В. Оборин. Государственный первичный специальный эталон единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в ткане-эквивалентном материале рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ ГЭТ 73-2022 8

А. И. Походун, Ю. А. Сильд, Е. В. Визулайнен, М. А. Иванова. Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2018 13

Ю. Г. Захаренко, Н. А. Кононова, М. А. Космина, З. В. Фомкина, К. В. Чекирда. Современное состояние эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины и угла 18

К. В. Чекирда, А. А. Демьянов, А. А. Неклюдова, А. В. Домостроев, В. Ш. Сулаберидзе. История создания и модернизация государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности 24

А. С. Катков, А. Н. Петровская, Г. Б. Гублер, В. И. Шевцов. Перспективы применения квантовых мер напряжения на эффекте Джозефсона для совершенствования эталонов вольт 30

А. В. Колобова. Развитие эталонной базы и средств метрологического обеспечения газоаналитических измерений в Российской Федерации 36

■ ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

Н. А. Бурмистрова, И. В. Викторова, А. Г. Чуновкина. Метрологическая аттестация алгоритма оценивания несогласованных данных ключевых сличений национальных эталонов 43

С. В. Медведевских, Р. А. Тетерук. Интервалы между поверками средств измерений: методические и нормативно-правовые аспекты определения 49

■ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

В. М. Окладников, С. П. Полунин, Н. А. Бекетов, А. И. Походун. Модернизация Международной температурной шкалы МТШ-90: тройная точка диоксида углерода вместо тройной точки ртути 54

Т. А. Компан, В. И. Кулагин, В. В. Власова, С. В. Кондратьев, Н. Ф. Пухов. Результаты исследования теплофизических свойств перспективных материалов 58

■ ИЗМЕРЕНИЯ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

Г. В. Жуков, И. В. Алексеев, С. В. Коростин, Н. А. Токарев, К. В. Белугин, А. В. Озерская, Р. М. Ганиева. Единица активности ^{68}Ga : прослеживаемость к государственному первичному эталону 63

■ МЕДИЦИНСКИЕ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

А. Г. Чуновкина, А. А. Тумилович, А. В. Степанов, М. С. Вонский, Н. А. Ковязина, Н. А. Алхутова, В. Л. Эмануэль. Оценивание неопределённости измерений в лабораторной медицине 69



**ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
ТЕХНИКА**
Izmeritel'naya Tekhnika

**Главный редактор
В. Н. Крутиков**

Редакционная коллегия:

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

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

Сдано в набор: 29.06.2022.
Подписано в печать: 29.07.2022.
Формат 60х90 1/8. Бумага мелованная. Печать офсетная.
Усл. п.л. 9,5. Уч.-изд. л. 11,5. Тир. 600 экз. Зак. 22-043.
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: ФГБУ «ВНИИМС».
Адрес редакции и издателя: 119361, Москва,
ул. Озёрная, 46, ФГБУ «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.

CONTENTS

■ ON INSTITUTE ANNIVERSARY

- A. N. Pronin, E. B. Ginak.** One hundred and eighty years of uniformity and accuracy of measurements in Russia 3

■ STATE STANDARDS

- A. Y. Villevalde, A. V. Oborin.** National primary special standard of absorbed dose and adsorbed dose rate to tissue-equivalent material for X-rays with limiting photon energy from 10 to 60 keV GET 73-2022 8
- A. I. Pokhodun, Iu. A. Sild, E. V. Vizulaynen, M. A. Ivanova.** State Primary Standard of the Unit of Infrared Radiance GET 48-2018..... 13
- Yu. G. Zakharenko, N. A. Kononova, M. A. Kosmina, Z. V. Fomkina, K. V. Chekirda.** The current state of the reference base of the Russian Federation in the field of length and angle measurements..... 18
- K. V. Chekirda, A. A. Demyanov, A. A. Nekliudova, A. V. Domostroeve, V. Sh. Sulaberidze.** The history of creation and modernization of the state primary standards of units of dynamic, kinematic viscosity of liquid and density 24
- A. S. Katkov, A. N. Petrovskaya, G. B. Gubler, V. I. Shevtsov.** Prospects for the application of voltage quantum measures based on the Josephson effect for improving Volt standards 30
- A. V. Kolobova.** Development of the reference base and means of metrological assurance of gas analytical measurements in the Russian Federation..... 36

■ GENERAL PROBLEMS OF METROLOGY AND MEASUREMENT TECHNIQUES

- N. A. Burmistrova, I. V. Viktorov, A. G. Chunovkina.** Metrological certification of the algorithm for estimating inconsistent data of key comparisons of national standards..... 43
- S. V. Medvedevskikh, R. A. Teteruk.** Intervals between verification of measuring instruments: methodological and regulatory aspects of the definition 49

■ THERMOPHYSICAL MEASUREMENTS

- V. M. Okladnikov, S. P. Polunin, N. A. Beketov, A. I. Pokhodun.** Modernization of the International Temperature Scale ITS-90: triple point of carbon dioxide instead of triple point of mercury..... 54
- T. A. Kompan, V. I. Kulagin, V. V. Vlasova, S. V. Kondratiev, N. F. Pukhov.** Results of studies of thermophysical properties of promising materials 58

■ MEASUREMENTS OF IONIZING RADIATION

- G. V. Zhukov, I. V. Alexeev, S. V. Korostin, N. A. Tokarev, K. V. Belugin, A. V. Ozerskaya, R. M. Ganiyeva.** ⁶⁸Ga activity unit traceability to the Russian national primary radionuclide activity standard..... 63

■ MEDICAL AND BIOLOGICAL MEASUREMENTS

- A. G. Chunovkina, A. A. Tumilovich, A. V. Stepanov, M. S. Vonsky, N. A. Kovyazina, N. A. Alkhutova, V. L. Emanuel.** Uncertainty of measurement results in laboratory medicine..... 69

180 лет единству и точности измерений в России

К 180-летию первого государственного научного метрологического учреждения страны – Всероссийского научно-исследовательского института имени Д. И. Менделеева

Антон Николаевич Пронин¹, Елена Борисовна Гинак²

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, генеральный директор, Санкт-Петербург, Россия, A.N.Pronin@vniim.ru

² Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, заведующая Метрологическим музеем Росстандарта, Санкт-Петербург, Россия, E.B.Ginak@vniim.ru

One hundred and eighty years of uniformity and accuracy of measurements in Russia

To the 180th anniversary of the first state scientific metrological institution of the country – D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

Anton N. Pronin¹, Elena B. Ginak²

¹ D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Director General, St. Petersburg, Russia, A.N.Pronin@vniim.ru

² D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Director of the Rosstandart Museum, St. Petersburg, Russia, E.B.Ginak@vniim.ru

16 июня 2022 г. – важная дата в истории развития отечественной метрологии – 180-летие Именного указа – Положения о весах и мерах, данного Сенату императором Николаем I 4(16) июня 1842 г.¹ Именно этим указом создано первое в России и одно из старейших в мире государственное научное метрологическое и поверочное учреждение – Депо образцовых мер и весов, определены задачи учреждения и функции его руководителя.

Указ гласил: «Для надзора за сохранением в надлежащей исправности Российских нормальных мер и весов назначить особого Учёного хранителя..., имеющего специальные в метрологии сведения»².

«Положение о мерах и весах» также устанавливало единую систему единиц, обязательную для применения на всей территории российского государства, утверждало эталоны этой системы, а также принципы организации надзора и поверки мер и весов, порядок их производства и клеймения.

Необходимо отметить, что первая попытка создания научно обоснованной системы государственных эталонов была предпринята в России в ещё 1736 г., но в силу ряда обстоятельств деятельность первой государственной комиссии по мерам и весам не получила законодательного оформления. Решение этой проблемы было отложено почти на 100 лет. В результате первые эталоны созданы трудами

участников следующих двух правительственных комиссий «для приведения в единообразие российских мер и весов» (1827–1842 гг.), разработавших научные основы национальной системы измерений.

Фактическим создателем первых эталонов России и первым учёным хранителем Депо образцовых мер и весов, которое размещалось в самом «сердце» Санкт-Петербурга, на территории Петропавловской крепости, был академик А. Я. Купфер. В 1865 г. учреждение возглавил профессор Института инженеров путей сообщения В. С. Глухов. Именно по его инициативе, в связи с необходимостью улучшения условий хранения эталонов и научной постановки метрологических работ, на Забалканском проспекте (ныне Московский пр., 19) Министерством финансов приобретён участок земли, где в 1879 г. построено новое специально оборудованное здание, в конструкции которого учтены требования к виброустойчивости и термостатированию (наружные стены толщиной более 1 м, развязанный массивный фундамент (свыше 600 т) для размещения хранилищ эталонов, окружённых со всех сторон коридорами для свободной циркуляции воздуха). Здание по сей день служит российским метрологам, являясь главным эталонным корпусом ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, и с 1960 г. имеет охранный статус.

¹ Здесь и далее исторические даты до февраля 1918 г. приведены по старому стилю, в скобках – по новому стилю.

² Полное собрание законов Российской империи (ПСЗ), 2-е собрание законов, 1843 г., т. XVII, ст. 15718.

19 ноября 1892 г. Депо образцовых мер и весов возглавил всемирно известный учёный-энциклопедист Д. И. Менделеев. Его приход в метрологию стал логическим продолжением творческого пути. Это обусловлено, с одной стороны, отношением учёного к процессу измерения как одному из основных методов познания окружающего мира (вспомним его знаменитую фразу: «наука начинается с тех пор, как начинают измерять»), с другой стороны – стремлением «дать плодотворное – промышленно-реальное дело своей стране». В этот период метрологическая деятельность находилась в ведении Министерства финансов, осуществлявшего управление всей промышленностью страны. Министры финансов И. А. Вышнеградский (1887–1892 гг.), а затем С. Ю. Витте (1892–1903 гг.), высоко оценивая деятельность Д. И. Менделеева как учёного с большим практическим опытом, именно к нему обращались за помощью при решении многих проблем общегосударственного значения: разработка таможенного тарифа; открытие новых учебных заведений; подготовка научной высокоширотной экспедиции ледокола «Ермак»; исследование состояния нефтяной и горнозаводской промышленности, в том числе с целью вывода их из кризиса и др.

Один из сотрудников Д. И. Менделеева отмечал в воспоминаниях, что при С. Ю. Витте без заключения Дмитрия Ивановича не осуществлялось ни одно сколько-нибудь важное мероприятие, касавшееся торговли и промышленности, а в современных трудах Д. И. Менделеева по праву называют «экономический советник российского правительства».

Активно развивающейся в конце XIX в. российской промышленности, внешней и внутренней торговле была необходима эффективно действующая государственная метрологическая система, обеспечивающая «единообразие, верность и взаимное соответствие мер и весов», по современной терминологии – единство измерений. Решение и этой важнейшей государственной задачи Министерство финансов доверило Д. И. Менделееву. «Поручили мне дело упорядочения мер и весов в России, чем я занят с тех пор с увлечением, так как тут чистая наука тесно переплеталась с практической» – писал учёный.

Стараниями Д. И. Менделеева 8 июня 1893 г. Депо образцовых мер и весов было преобразовано в Главную палату мер и весов, а сам Дмитрий Иванович стал её первым управляющим.

Под руководством Д. И. Менделеева в Главной палате была проведена работа по созданию усовершенствованной системы государственных эталонов, соответствующих мировому уровню развития науки и техники. Работы начались с возобновления прототипов единиц основных величин – длины и массы, и установления точных соотношений между российскими и метрическими эталонами. Это дало возможность подготовить страну к постепенному переходу на международную систему единиц.

К началу XX в. в Главной палате мер и весов под руководством Д. И. Менделеева созданы первоклассно оснащённые научные отделения: весовое, компараторное (измерения длины), термометрическое, манометрическое, астрономическое, электрическое, фотометрическое, газомерное, водомерное, химическая лаборатория. Начаты работы по измерению

радиоактивности, абсолютного значения «напряжения» (ускорения) силы тяжести, определению точного времени по вращению Земли, физико-химические исследования и др. Впервые стали проводить испытания и поверку широкой номенклатуры контрольно-измерительных приборов, применяемых в промышленности, торговле, быту: термометров, манометров, динамометров, калибров, колориметров, пурок (хлебных весов), электроводогазосчётчиков и др.

Д. И. Менделеев сформулировал обширную программу работ в области фундаментальной физики, включающую определение ускорения (напряжения) силы тяжести, изучение влияния формы и компактности тел на их вес, проверку закона сохранения материи и др. В конце XIX в. учёный очень верно определил приоритетную задачу метрологической деятельности: «точное объединение мер, применяемых в торговле и промышленности, и укрепление во всём мире доверия к постановке метрологических задач в России».

И эта цель была достигнута. Заслуги Д. И. Менделеева в области метрологии были признаны не только в России, но и в международном метрологическом сообществе. В 1895 г. он избран членом, а с 1901 г. – почётным членом Международного комитета мер и весов, организации, куда входят самые авторитетные метрологи разных стран мира.

После смерти Д. И. Менделеева в 1907 г. управляющим Главной палаты мер и весов стал профессор Н. Г. Егоров. По его инициативе в 1909–1913 гг. изготовлены национальные эталоны единиц электрических величин и заложены основы радиотелеграфной, оптической, радиологической и магнитной лабораторий.

После революции Главная палата мер и весов перешла в подчинение Народному комиссариату торговли и промышленности. С 1922 по 1929 гг. президентом Главной палаты был ученик и преемник Д. И. Менделеева академик Д. П. Коновалов – выдающийся учёный в области физической химии. Он значительно расширил сферу деятельности вверенного ему учреждения, изменил структуру, создав Метрологический и Поверочный институты для обеспечения единства измерений и улучшения поверочной деятельности на местах. Под его руководством в Главной палате были разработаны эталоны единиц световых и электрических величин, платиновые термометры сопротивления и платинородиевые термодары, эталонная пурка, первая эталонная калориметрическая установка. В химической лаборатории начато изготовление и проведены испытания первых отечественных стандартных образцов бензойной кислоты, один из которых принят в качестве эталона СССР.

В 1931 г. Главная палата, президентом которой в то время был член-корреспондент АН СССР профессор М. А. Шателен, переименована во Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии и стандартизации (ВИМС). В 1934 г. ВИМС преобразован во Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии (ВНИИМ).

В годы Великой Отечественной войны ВНИИМ ни на один день не прекращал деятельность и не утратил научный потенциал: часть эталонов института эвакуировали вглубь страны для обслуживания оборонной промышленности, оставшиеся

в осаждённом Ленинграде сотрудники сохранили ценное оборудование, оказывали метрологическую помощь фронту и городу и даже защищали диссертации.

10 января 1945 г. ВНИИМ присвоено имя основоположника научной метрологии Д. И. Менделеева. В послевоенные годы институт возглавляли такие видные учёные, как П. М. Тиходеев, М. Ф. Юдин, Б. М. Яновский, А. К. Колосов.

Почти двадцать лет начиная с 1956 г. директором института был лауреат Государственной премии доктор технических наук В. О. Арутюнов. В этот период традиционные направления работ существенно расширены и дополнены принципиально новыми для метрологии направлениями: измерения физических констант, характеристик тепловых процессов, параметров физических полей, гидрофизические измерения. По инициативе В. О. Арутюнова во ВНИИМ начаты работы по созданию новой системы эталонов единиц электрических величин, опирающейся на физические константы и использование стабильных физических эффектов. Эти работы завершены его учениками и последователями к началу 1990 г. под руководством доктора технических наук профессора Ю. В. Тарбеева, который возглавлял ВНИИМ с 1975 по 1997 гг.

Важной вехой в истории института стало создание в 1977 г. на его базе научно-производственного объединения (НПО «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»). В 1994 г. объединение реорганизовано в Государственное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». Постановлением Правительства Российской Федерации от 11 июля 1994 г. институту присвоен статус Государственного научного центра Российской Федерации. Этот статус ВНИИМ успешно подтверждает и в настоящее время.

С середины 1990-х гг. на развитие отечественной метрологии, в том числе исследований во ВНИИМ, существенное влияние оказали переход нашей страны к рыночной экономике и решение о создании единой международной системы сопоставимости результатов измерений, необходимой для развития торговли в условиях глобализации мировой экономики. Руководил институтом в период 1997–2015 гг. кандидат экономических наук Н. И. Ханов.

В 1999 г. подписано важное международное соглашение «Договорённость о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых национальными метрологическими институтами». Договорённость рассматривается как необходимый этап на пути к снижению барьеров в торговле, а также обеспечению достоверной информацией об изменении климата, уровня мирового океана, безопасности новых материалов. В настоящее время к ней присоединились более 50 стран.

По количеству позиций, включённых в базу данных Международного Бюро мер и весов и характеризующих признанные всеми участниками Договорённости измерительные и калибровочные возможности (СМС), Россия по состоянию на 1 июня 2022 г. занимает второе место в мире (1803 строк), незначительно уступая лишь Китаю (1835 строк) и уверенно

обгоняя Германию (1470 строк) и США (1462 строки). При этом более 73 % измерительных и калибровочных возможностей России (1320 строк) обеспечивают государственные первичные эталоны ВНИИМ.

Естественно, что главными задачами в начале XXI в. для ВНИИМ были и остаются и по сей день фундаментальные и прикладные исследования по метрологии с целью создания новых и дальнейшего совершенствования существующих государственных первичных эталонов, а также обеспечение признания калибровочных и измерительных возможностей Российской Федерации международным метрологическим сообществом.

Для реализации этих задач ВНИИМ располагает современным метрологическим и испытательным оборудованием, уникальными защищёнными от помех зданиями и сооружениями (наземные и подземная лаборатории, криогенный и немагнитный комплексы, большой гидрофизический бассейн со свободной затопленной струей и специальные фундаменты для статических и динамических измерений в механике). В институте трудятся высокопрофессиональные учёные и специалисты (в том числе 19 докторов и 79 кандидатов наук). Система менеджмента качества соответствует международным стандартам. Всё это позволяет сотрудникам ВНИИМ принимать активное участие в формировании современной идеологии развития эталонной базы страны и разработке законодательных документов в области метрологии и стандартизации.

В последнее десятилетие развитие института проходило по различным направлениям, среди которых можно выделить научно-техническое и организационное.

Основное направление научно-технического развития в последние годы задано проведённым преобразованием Международной системы единиц (СИ), которая всегда была динамичной, ориентированной на практику и постоянно развивавшейся на основе новейших научно-технических достижений.

Научные достижения в атомной физике и квантовой метрологии, а также прогресс в измерительной технике, позволили по-новому подойти к формулированию определений единиц величин в целом и семи основных единиц в частности, для которых установлены числовые значения семи «определяющих» констант. Среди них фундаментальные физические константы, такие как постоянная Планка и скорость света, заряд электрона и др. Переопределение единиц представляет собой исторический и значимый шаг вперёд и основано на нашем современном понимании законов физики. Это позволяет при воспроизведении единиц величин реализовать преимущества атомных и квантовых явлений, исключив обусловленные определениями ограничения по точности, которая в этом случае будет определяться только техническими возможностями.

Новые определения единиц в России законодательно закреплены Постановлением Правительства Российской Федерации³. ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» – это государственный научный центр и головная организация в России по фундаментальным исследованиям в области

³ Постановление Правительства Российской Федерации от 09.03.2022 г. № 323 «О внесении изменений в приложение № 1 к Положению о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации».

метрологии и развития государственной эталонной базы. Институт является лидером среди российских институтов по количеству закреплённых за ним видов измерений, первичных эталонов и подтверждённых измерительных возможностей в базе данных Международного бюро мер и весов. Во ВНИИМ находится большая часть российских первичных эталонов основных единиц системы СИ, и в свете её переопределения по ним проводятся исследования: в рамках постоянных метрологических работ, тем по совершенствованию эталонов, а также отдельных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.

Первичные эталоны ВНИИМ единиц электрических величин находятся на уровне эталонов ведущих мировых метрологических центров. Для воспроизведения единиц напряжения и сопротивления используются квантовые эффекты, постоянно ведутся работы по техническому совершенствованию эталонных установок для обеспечения хранения единиц и их передачи. В части единицы электрического тока выполняются исследовательские работы по выбору практической реализации эталона единицы ампера в соответствии с новым определением.

ВНИИМ – хранитель Государственного первичного эталона единицы температуры больше 0 °С. В 2020 г. по результатам проведённого совершенствования эталон переутверждён в диапазоне 0–3200 °С. Эталон состоит из двух частей: в области контактных методов измерений температуры (0–961,78 °С) реализована Международная температурная шкала МТШ-90, которая продолжает действовать наравне с новым определением кельвина; в области радиационных методов измерений температуры (961,78–3200 °С) реализован метод первичной термометрии как этап перехода российской метрологии на новые определения основных единиц СИ, основанные на фундаментальных физических константах.

Наиболее сложной при внедрении новых определений единиц является практическая реализация единицы массы – килограмма. Международный прототип килограмма и его копии оставались последними эталонами, основанными на артефактах, и это стало одной из важнейших причин переопределения системы СИ.

В соответствии с международной рекомендацией для принятого нового определения при практической реализации единицы массы могут быть использованы два метода: метод сравнения электрической и механической мощности (ватт-весы или Киббл-весы); рентгенокристаллический метод измерения плотности при определении массы чистого вещества через число элементарных объектов.

Оба метода предусматривают воспроизведение и передачу единицы в условиях вакуума. Для работ в этом направлении ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в рамках совершенствования оснастил государственный первичный эталон вакуумным компаратором массы CCL 1007 с вакуумной транспортной системой и провёл исследование, в рамках которого освоены вакуумные измерительные технологии, подтвердившее значительное повышение точности.

В рамках реализации во ВНИИМ нового определения единицы массы выбран вариант разработки отечественных

ватт-весов, для которого институт имеет научный потенциал, опыт работ по отдельным видам измерений и определённые заделы. Кроме первичного эталона единицы массы здесь можно упомянуть находящиеся во ВНИИМ первичные эталоны единиц таких величин, как напряжение, сопротивление, длина, магнитные величины, ускорение для гравиметрии.

Начальным этапом создания отечественных ватт-весов стала выполненная в 2020–2021 гг. по заданию Росстандарта НИР «БАЛАНС», в рамках которой разработаны узлы и прототипы макета будущей эталонной установки: механическая и электромагнитная системы. Также разработаны и опробованы алгоритмы измерений и обработки информации и варианты управляющих систем.

В рамках начатой в 2021 г. НИР «ПРОГРЕСС» планируется продолжение исследований по отработке конструкции и совершенствованию измерительных технологий с целью перехода в 2023 г. к опытно-конструкторской работе по созданию ватт-весов.

Второй важнейший аспект, определяющий научно-техническую стратегию института в последние годы, – приоритетные направления развития отечественной промышленности и социальной сферы. Это в полной мере сказалось на услугах, выполняемых институтом в рамках метрологических работ по испытаниям в целях утверждения типа средств измерений и стандартных образцов, поверке, калибровке, аттестации испытательного оборудования и др. Значительно увеличились объёмы работ, выполняемые в интересах топливно-энергетического комплекса, химико-перерабатывающей и атомной промышленности. Институт является исполнителем масштабных опытно-конструкторских работ в областях измерений, обеспечивающих развитие отечественного судостроения, а также учёт углеводородного сырья и продуктов его переработки. Актуальные задачи современности нашли отражение в составе первичных эталонов института как совершенствуемых, так и вновь разрабатываемых. С развитием промышленности и топливно-энергетического комплекса связаны работы по совершенствованию государственных первичных эталонов в области измерения плотности (ГЭТ 18-2014), а также теплофизических (ГЭТ 67-2013), магнитных (ГЭТ 198-2017, ГЭТ 12-2021) и абсорбционных свойств материалов (ГЭТ 210-2019). Современные технологические процессы и развитие транспорта стали стимулом для совершенствования государственных первичных эталонов в области абсолютного давления (ГЭТ 101-2011) и температуры пульсаций водной среды (ГЭТ 116-78). Обеспечение безопасности работ с ионизирующим излучением – обоснование для совершенствования Государственного первичного эталона единиц параметров импульсного рентгеновского излучения (ГЭТ 134-82).

Отдельно следует выделить работы института по созданию государственного первичного эталона единицы числа копий последовательности ДНК. Актуальность работы обусловлена широким внедрением метода полимеразной цепной реакции (ПЦР), обеспечивающего возможность выполнения измерений числа копий последовательности ДНК. При этом масштабное применение новых технологий

диагностики в лабораторной медицине, обусловленное условиями пандемии SARS-CoV-2, потребовало разработки, создания, совершенствования и средств обеспечения единства и требуемой точности измерений, а также разработки необходимых правил и методик выполнения измерений. Кроме этого, необходимость обеспечения единства измерений и требуемой точности в этом виде измерений обусловлена широким применением технологий, связанных с манипуляциями с ДНК в самых разных отраслях экономики Российской Федерации, в том числе – в биотехнологиях, лабораторной и судебной медицине, пищевой промышленности, сельском хозяйстве и животноводстве, при санитарном контроле и в других сферах хозяйственной деятельности.

К организационному направлению развития института можно отнести проведённое Росстандартом в соответствии с Указом Президента Российской Федерации крупнейшее за последние годы преобразование структуры государственных научно-исследовательских метрологических институтов (ГНИИ) – к Всероссийскому научно-исследовательскому институту метрологии им. Д. И. Менделеева в форме филиалов присоединены Всероссийский научно-исследовательский институт расходомерии (ВНИИР) в Казани и Уральский научно-исследовательский институт метрологии (УНИИМ) в Екатеринбурге. Процесс реорганизации трёх метрологических институтов завершён в январе 2020 г.

Объединение научной и технологической базы подведомственных Росстандарту метрологических институтов позволило оптимизировать решение задач отечественной метрологии, обеспечить поддержание её высокого уровня и международного признания. Как показал прошедший период, реорганизация стала фактором экономического роста ВНИИМ, содействовала развитию отечественного приборостроения и обеспечению высокого качества метрологических услуг.

Единый центр концентрации технического потенциала специалистов и ответственности позволяет решать масштабные государственные задачи. В частности, в настоящее время специалисты ВНИИМ и ВНИИР совместно работают над созданием эталонных установок для метрологического обеспечения расходомерии в области сжиженных газов при криогенных температурах и природного газа высокого давления. Значимые для Российской Федерации работы по добыче и переработке, в том числе на экспорт, а также использованию углеводородного сырья имеют государственное

значение и требуют максимального научного потенциала метрологических институтов.

Задача обеспечения единства измерений в Российской Федерации получила дополнительный потенциал развития при тесном сотрудничестве в единой структуре специалистов ВНИИМ и УНИИМ – ведущих предприятий в области разработки, испытаний и производства стандартных образцов для различных видов измерений. Росстандартом функции научно-методического центра Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (НМЦ ГССО) возложены на ВНИИМ им. Д. И. Менделеева⁴, а внутренним приказом ВНИИМ им. Д. И. Менделеева работы по обеспечению деятельности центра поручены УНИИМ – филиалу ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Среди новых подразделений института, создание которых стало актуальным на современном этапе, необходимо отметить Центр обеспечения надёжности, призванный выработать оптимальный подход при решении задач установления и подтверждения метрологических характеристик средств измерений, в том числе межповерочного и межкалибровочного интервалов, а также Центр экологической безопасности, решающий вопросы разработки и внедрения на отечественных промышленных предприятиях соответствующих норм, а также методов и средств их контроля.

Подводя итоги обзора истории становления, 180-летнего пути развития и перспективных планов деятельности старейшего метрологического учреждения России, можно констатировать, что работы по обеспечению единства и точности измерений в нашей стране всегда были в фокусе внимания государственной власти и находились в надёжных руках учёных-метрологов, в том числе последнее столетие – отечественных метрологов «менделеевской школы». А неуклонное следование традициям и приверженность «менделеевскому духу» вкупе с современной базой государственных эталонов, уникальным комплексом исследовательского и испытательного оборудования, специальными зданиями и сооружениями на пяти площадках на территории России, сплочённым коллективом профессионалов высокого класса позволяют ВНИИМ им. Д. И. Менделеева уверенно смотреть в будущее, гарантируя высочайший уровень метрологического обеспечения важнейших отраслей национальной экономики, здравоохранения и социальной сферы, и развитие отечественной науки.

⁴ Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 марта 2020 г. № 599 «Об организации работ по обеспечению деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов».

Государственный первичный специальный эталон единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ ГЭТ 73-2022

Анна Юрьевна Виллеальде^{1✉}, Александр Вениаминович Оборин²

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

¹vay@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0002-1543-9142>

²oav@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9382-939X>

Аннотация. Представлены состав, физические принципы работы и метрологические характеристики Государственного первичного специального эталона единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде) рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ ГЭТ 73-2022. Описаны функциональные возможности ГЭТ 73-2022, отвечающие актуальным потребностям лучевой терапии с использованием низкоэнергетического рентгеновского излучения, в том числе брахитерапии. Воспроизведение единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде) реализовано ионизационным методом с помощью первичных измерительных преобразователей — эталонных экстраполяционных ионизационных камер: ЭК-Р для воспроизведения единиц в полях генерирующих источников низкоэнергетического рентгеновского излучения (рентгеновских трубок) и ЭК-И для работы с радионуклидными источниками, применяемыми в брахитерапии. Дозиметрические измерения с помощью ГЭТ 73-2022 удовлетворяют современным требованиям к точности и диапазону воспроизведения и передачи единиц.

Ключевые слова: эталон, рентгеновское излучение, поглощённая доза, тканеэквивалентный материал, калориметр, ионизационная камера

Для цитирования: Виллеальде А. Ю., Оборин А. В. Государственный первичный специальный эталон единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ ГЭТ 73-2022 // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 8–12. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-3-7-8-12>

National primary special standard of absorbed dose and adsorbed dose rate to tissue-equivalent material for X-rays with limiting photon energy from 10 to 60 keV GET 73-2022

Anna Y. Villevalde^{1✉}, Alexandr V. Oborin²

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

¹vay@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0002-1543-9142>

²oav@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9382-939X>

Abstract. Structure and physical principles of operation of the national primary special standard GET 73-2022 designed to reproduce and transfer units of absorbed dose and absorbed dose rate to tissue-equivalent material (water) for X-rays with limiting photon energy from 10 to 60 keV are given; its metrological characteristics are presented. Improved functionality of GET 73-2022 that meets current needs of radiation therapy using low-energy X-rays, including brachytherapy, is described. Absorbed dose and absorbed dose rate to tissue-equivalent material (water) in the standard are measured using ionization method by new primary measuring instruments — standard extrapolation ionization chambers: EK-R for measurements in low-energy X-ray fields of generating sources (X-ray tubes) and EK-I for measurements with brachytherapy radionuclide sources. Dosimetric measurements performed with the primary standard GET 73-2022 meet modern requirements for accuracy and range of units' reproduction and transfer.

Keywords: standard, X-rays, absorbed dose to tissue-equivalent material (water), calorimeter, ionization chamber

Введение. В современной медицинской практике качество лучевой терапии и её безопасность для пациента во многом зависят от точности измерения величин, характеризующих

поля ионизирующего излучения и их воздействие на организм человека. Требования к точности измерений строго регламентированы в российских и международных документах [1, 2].

Согласно Перечню измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений¹, погрешность измерений отпускаемой пациенту дозы при лучевой терапии не должна превышать $\pm 5\%$. Необходимое условие выполнения этих требований – применение источников излучения и средств измерений, имеющих прослеживаемость к национальным эталонам.

Низкоэнергетическое рентгеновское излучение применяется для поверхностного и внутритоплостного облучений, а также интраоперационно для воздействия непосредственно на опухоль. Одно из наиболее перспективных и быстро развивающихся направлений лучевой терапии с использованием низкоэнергетического рентгеновского излучения – контактная лучевая терапия (брахитерапия). Основным преимуществом брахитерапии является резкое уменьшение дозы по мере удаления от источника излучения, что позволяет щадить нормальные ткани организма при адекватном облучении опухоли. В брахитерапии используются закрытые радионуклидные источники, которые можно временно или навсегда имплантировать в облучаемую область. Применение в качестве постоянных имплантатов микроисточников на основе радионуклида йод-125 эффективно при лечении некоторых видов опухолей глаз, мозга и особенно рака предстательной железы на ранних стадиях.

Развитие методов лучевой терапии с использованием низкоэнергетического рентгеновского излучения вызвало большой интерес к определению поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде) на разных глубинах в заданном диапазоне энергий. Действующие рекомендации по клинической дозиметрии при этом основаны на измерениях кермы в воздухе и расчёте поглощённой дозы с помощью переходных коэффициентов [1, 2]. Повышение точности измерений поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде) низкоэнергетического рентгеновского излучения можно обеспечить реализацией прослеживаемости измерений к соответствующим первичным эталонам.

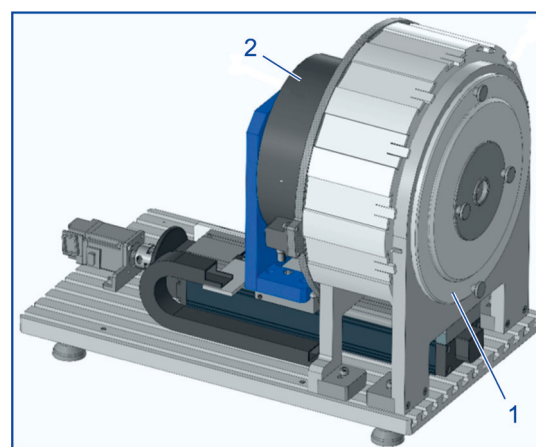
В 1975 г. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева создан Государственный первичный специальный эталон единицы поглощённой дозы рентгеновского излучения с максимальной энергией фотонов от 3 до 9 фДж (20–60 кэВ) ГЭТ 73-75, основанный на калориметрическом методе измерений. В период 2019–2021 гг. ГЭТ 73-75 усовершенствован. В результате проведённых работ по совершенствованию эталона расширены его функциональные возможности и улучшены метрологические характеристики. В 2022 г. утверждён Государственный первичный специальный эталон единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканезквивалентном материале рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ ГЭТ 73-2022².

Состав ГЭТ 73-2022. Первичный специальный эталон состоит из следующих технических средств и вспомогательных устройств:

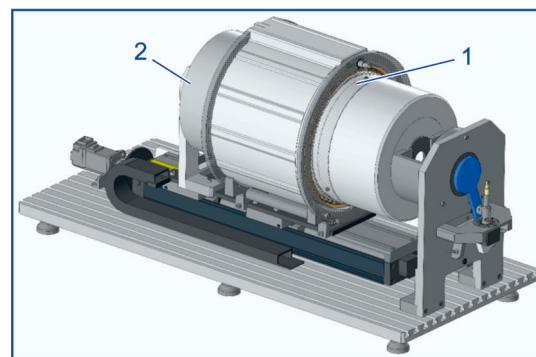
эталонного калориметра КД-Р для воспроизведения единицы поглощённой дозы в графите в специальных условиях (из состава ГЭТ 73-75);

эталонной экстраполяционной ионизационной камеры ЭК-Р для воспроизведения единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде) от генерирующих источников низкоэнергетического рентгеновского излучения (рентгеновских трубок);

эталонной экстраполяционной ионизационной камеры ЭК-И для воспроизведения единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде) от радионуклидных источников рентгеновского излучения, применяемых в брахитерапии;



а



б

Общий вид эталонных экстраполяционных ионизационных камер ЭК-Р (а) и ЭК-И (б) для воспроизведения единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде):

1 – входное окно; 2 – блок подвижных электродов

General view of primary standard extrapolation ionization chambers EK-R (a) and EK-I (b) for absorbed dose and absorbed dose rate to tissue-equivalent material (water) measurements:

1 – entrance window; 2 – movable electrode unit

¹ Постановление Правительства РФ от 16 ноября 2020 г. № 1847 «Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений».

² Приказ Росстандарта № 379 от 16.02.2022 г. «Об утверждении Государственного первичного специального эталона единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканезквивалентном материале рентгеновского излучения с граничной энергией фотонов от 10 до 60 кэВ».

автоматизированной измерительной системы ИС;
 транспортируемого комплекта ТК на основе полостных
 ионизационных камер и твердотельного фантома;
 комплекта радионуклидных источников рентгеновского
 излучения КИ переменного состава.

Воспроизведение единиц величин на ГЭТ 73-2022.

Воспроизведение единиц поглощённой дозы и мощности
 поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде)
 в ГЭТ 73-2022 реализуется ионизационным методом. Для
 этого служат эталонные экстраполяционные камеры ЭК-Р и
 ЭК-И (рис. 1, а, б).

Экстраполяционная камера представляет собой воз-
 душную полость переменного объёма, расположенную
 между неподвижным потенциальным электродом (входным
 окном) и подвижным собирающим электродом на фанто-
 ме (блоком подвижных электродов). Измерительный объ-
 ём камеры изменяется при перемещении собирающего
 электрода относительно входного окна камеры. Конструк-
 ция экстраполяционных камер ЭК-Р и ЭК-И и их основные
 характеристики аналогичны, главные отличия составляют
 использованные материалы и диапазон доступных измери-
 тельных объёмов. Основные параметры камер ЭК-Р и ЭК-И
 приведены в табл. 1.

Метод измерений поглощённой дозы с помощью экстрапо-
 ляционной камеры изложен в [3–5] и основан на следующем
 принципе: приращение заряда ионизации при увеличении из-
 мерительного объёма камеры пропорционально поглощённой

дозе в дифференциальном объёме воздуха в камере. Погло-
 щённая доза в фантоме определяется в бесконечно малом
 воздушном объёме камеры (при нулевом расстоянии между
 электродами). Переход к поглощённой дозе в тканеэквива-
 лентном материале (воде) осуществляется через поправоч-
 ные коэффициенты.

Для заданных дифференциальных объёмов эталонных
 камер ЭК-Р и ЭК-И поглощённая доза и мощность поглощён-
 ной дозы в тканеэквивалентном материале (воде) опреде-
 лены как

$$D_i^B = \frac{W}{e} \frac{1}{\rho} C(x_i, x_0) (Q(x_i) - Q(x_0)) \prod_i k_{pi};$$

$$\dot{D}_i^B = \frac{W}{e} \frac{1}{\rho} C(x_i, x_0) (I(x_i) - I(x_0)) \prod_i k_{pi},$$

где $D_i^B, \dot{D}_i^B$ – поглощённая доза и мощность поглощённой
 дозы в тканеэквивалентном материале (воде); W – средняя
 энергия, затрачиваемая электроном на образование пары
 ионов в воздухе; e – заряд электрона; ρ – плотность воз-
 духа в камере при нормальных условиях; $C(x_i, x_0)$ – попра-
 вочный коэффициент, обеспечивающий переход от кермы
 в воздухе в измерительном объёме камеры к поглощённой
 дозе в тканеэквивалентном материале (воде) для заданной
 глубины камеры x_i ; $Q(x_i), Q(x_0), I(x_i), I(x_0)$ – средние значе-
 ния заряда или тока камеры соответственно для заданной
 глубины камеры x_i и установленной начальной глубины

Таблица 1

Основные параметры эталонных экстраполяционных ионизационных камер ЭК-Р и ЭК-И

Параметр	ЭК-Р	ЭК-И
Размеры блока подвижных электродов, мм:		
диаметр фантома	220	220
толщина фантома	100	100
диаметр собирающего электрода	140	140
Материал фантома	Графит МПГ-6 ОСЧ-7	Полиэтилен HDPE
Материал собирающего электрода	Графит МПГ-6 ОСЧ-7	Полиэтилен HDPE и графит
Расстояние между собирающим электродом и внутренней поверхностью входного окна камеры:		
диапазон, мм	3–100	3–200
шаг изменения, мм	0,5	0,5
погрешность измерения, мкм	±10	±10
Размеры кольцевых выравнивающих электродов, мм:		
внешний диаметр	272	272
внутренний диаметр	260	260
толщина	3	3
Количество электродов, шт.	20	40
Шаг между электродами, мм	5	5
Материал электрода	Латунь Л63	Латунь Л63
Размеры потенциального электрода:		
толщина	0,012 мм и 0,056 мкм Al	10,43 мм и 30 мкм графит
диаметр, мм	220,30	224,03
Материал потенциального электрода	Майлар и алюминий	Полиэтилен HDPE и графит
Максимальное напряжение на потенциальном электроде, кВ	±6	±6
Напряжённость в камере, В/мм	5–200	5–200

камеры x_0 , скорректированные с учётом отличия условий окружающей среды от нормальных и рекомбинации заряженных частиц в камере, а также распада источника излучения (только для камеры ЭК-И); k_{pi} – поправочные коэффициенты, не зависящие от глубины камеры. В произведение поправочных коэффициентов k_{pi} для обеих экстраполяционных камер входят коэффициенты, учитывающие начальную ионизацию и зависимость средней энергии ионообразования W от энергии воздействующего излучения. Коэффициенты, учитывающие ослабление излучения держателем источника и слоем воздуха между источником излучения и входным окном, вводятся только для камеры ЭК-И.

Воспроизведённые значения поглощённой дозы D^B и мощности поглощённой дозы $\dot{D}^B$ в тканезквивалентном материале (воде) определены как средние арифметические соответствующих значений для девяти дифференциальных объёмов камеры, выбранных в зависимости от энергии воздействующего рентгеновского излучения.

Поправочный коэффициент $C(x_i, x_0)$, обеспечивающий переход от кермы в воздухе в измерительном объёме камеры к поглощённой дозе в воде, для заданной глубины камеры x_i представлен как

$$C(x_i, x_0) = [V_i f(x_i) - V_0 f(x_0)]^{-1},$$

где $V_i, f(x_i)$ – объём камеры и значение функции f для заданной глубины камеры x_i ; $V_0, f(x_0)$ – объём камеры и значение функции f для установленной начальной глубины камеры x_0 .

Для заданной глубины камеры x_i

$$f(x_i) = A_1 e^{-x_i/t_1} + A_2 e^{-x_i/t_2} + y_0,$$

где A_1, A_2, t_1, t_2, y_0 – параметры функции f , зависящие от энергии воздействующего излучения и рассчитанные по результатам компьютерного моделирования методом Монте-Карло процессов взаимодействия излучения с камерой в заданных условиях.

Моделирование эталонных экстраполяционных камер ЭК-И и ЭК-Р выполнено с помощью приложения `egs_kerma` системы `EGSnrc` [6]; для моделирования спектров воздействующего рентгеновского излучения применяли программу `SpekCalc` [7].

Воспроизведение единицы поглощённой дозы в графите в специальных условиях от генерирующих источников низкоэнергетического рентгеновского излучения в ГЭТ 73-2022 осуществляется калориметрическим методом: измеряется тепловая энергия, полученная измерительным поглотителем

калориметра в результате преобразования энергии воздействующего излучения. Для этого используется эталонный двойной дифференциальный калориметр КД-Р, который входил в состав ГЭТ 73-75.

При воспроизведении единицы поглощённой дозы в графите с помощью калориметра КД-Р используется квази-адиабатический режим работы с электрической калибровкой. Поглощённая доза в графите в специальных условиях определена как

$$D_r = \frac{I_k^2 R_n}{m_{эфф}} \frac{\Delta U_{об}}{\Delta U_{эл}} \tau k_{осл} \frac{k_{п.об}}{k_{п.эл}},$$

где D_r – поглощённая доза в графите в специальных условиях; I_k – сила электрического тока калибровки; R_n – сопротивление нагревателя; $m_{эфф}$ – эффективная масса поглотителя; $\Delta U_{об}, \Delta U_{эл}$ – изменения напряжения разбалансировки измерительного моста в результате нагревания измерительного поглотителя калориметра соответственно при облучении и электрической калибровке; τ – время электрической калибровки (равно времени облучения); $k_{осл}$ – поправочный коэффициент, учитывающий ослабление излучения во входном окне измерительного поглотителя калориметра; $(k_{п.об}/k_{п.эл})$ – отношение поправочных коэффициентов, учитывающих теплототери в поглотителе калориметра при нагревании рентгеновским излучением и электрическим полем.

Эффективная масса измерительного поглотителя эталонного калориметра КД-Р $m_{эфф}$ рассчитана с учётом энергии воздействующего на калориметр рентгеновского излучения.

Воспроизведённое значение поглощённой дозы в графите в специальных условиях определено как среднее арифметическое значение результатов 11 независимых измерений.

Передача единиц величин с помощью ГЭТ 73-2022.

Передача единиц величин осуществляется напрямую от эталона средствам измерений повышенной точности и через рабочие эталоны – остальным средствам измерений. В качестве рабочих эталонов и средств измерений применяются

Таблица 2

Метрологические характеристики ГЭТ 73-2022

Характеристика	Поглощённая доза		Мощность поглощённой дозы в тканезквивалентном материале (воде)
	в графите в специальных условиях	в тканезквивалентном материале (воде)	
Диапазон значений	1–5 Гр	$1 \cdot 10^{-2}$ –200 Гр	$1 \cdot 10^{-4}$ –2 Гр/с
S_0	$1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=11$)	$0,30 \cdot 10^{-2}$ – $1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=9$)	$0,30 \cdot 10^{-2}$ – $1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=9$)
θ_0	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$2,5 \cdot 10^{-2}$
u_{0A}	$1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=11$)	$0,30 \cdot 10^{-2}$ – $1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=9$)	$0,30 \cdot 10^{-2}$ – $1,0 \cdot 10^{-2}$ ($n=9$)
u_{0B}	$0,41 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$
u_{0C}	$1,1 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$ – $1,4 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$ – $1,4 \cdot 10^{-2}$
U_0	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-2}$ – $2,8 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-2}$ – $2,8 \cdot 10^{-2}$

измерительные системы с твердотельными дозиметрами, дозиметры с полостными и колодезными ионизационными камерами, облучательные установки и др.

С помощью транспортируемого комплекта ТК из состава ГЭТ 73-2022 передаются единицы поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде) эталонным установкам рентгеновского излучения, эталонным дозиметрам и дозиметрам повышенной точности с колодезными ионизационными камерами на месте их эксплуатации. В состав комплекта ТК входят две полостные ионизационные камеры (ТМ23342 объёмом $0,02 \text{ см}^3$, ТН23344 объёмом $0,2 \text{ см}^3$), твердотельный пластинчатый фантом для работы в полях генерирующих источников рентгеновского излучения низких энергий, а также ионизационная камера колодезного типа ТМ33005 объёмом $0,116 \text{ см}^3$ для измерений с радионуклидными источниками для брахитерапии.

Метрологические характеристики ГЭТ 73-2022. Диапазоны значений, в которых воспроизводятся единицы поглощённой дозы в графите в специальных условиях, поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде), средние квадратические отклонения S_0 результата измерений при числе независимых измерений n , неисключённые систематические погрешности θ_0 , стандартные неопределённости, оценённые по типу А u_{0A} , стандартные неопределённости, оценённые по типу В u_{0B} , суммарные стандартные неопределённости u_{0c} и расширенные неопределённости U_0 при коэффициенте охвата $k=2$ приведены в табл. 2.

Закключение. Эталон ГЭТ 73-2022 воспроизводит поглощённую дозу и мощность поглощённой дозы в тканеэквивалентном материале (воде) наряду с поглощённой дозой в графите в специальных условиях. Воспроизведение единиц величин реализовано как в полях генерирующих источников низкоэнергетического рентгеновского излучения, так и в полях радионуклидных источников, используемых в брахитерапии.

Дозиметрические измерения с помощью ГЭТ 73-2022 гармонизированы с современной международной практикой и удовлетворяют требованиям к точности и диапазону

воспроизведения и передачи единиц. По основным метрологическим характеристикам и техническому оснащению ГЭТ 73-2022 не уступает зарубежным аналогам по результатам воспроизведения поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы в воде от источников на основе радионуклида йод-125, применяющихся в брахитерапии [4, 5].

ГЭТ 73-2022 обеспечивает метрологическую базу для повышения точности дозиметрических измерений в медицине при проведении лучевой терапии с использованием низкоэнергетического рентгеновского излучения, в том числе брахитерапии с радионуклидными источниками с низкой мощностью дозы. Созданы условия для проведения испытаний в целях утверждения типа, проверок и калибровок средств измерений поглощённой дозы в воде, включая дозиметры с колодезными ионизационными камерами, предназначенные для измерений с радионуклидными источниками для брахитерапии.

Список источников / References

1. International Atomic Energy Agency, Absorbed Dose Determination in External Beam Radiotherapy, *Technical Reports Series*, 2000, no. 398, IAEA, Vienna.
2. Caswell R. et al., ICRU Report 72, Dosimetry of beta rays and low-energy photons for brachytherapy with sealed sources, *Journal of the ICRU*, 2004, vol. 4, no. 2, pp. 5–8. https://doi.org/10.1093/jicru_ndh020
3. Schneider T., *Phys. Med. Biol.*, 2011, vol. 56, pp. 3387–3402. <http://doi.org/10.1088/0031-9155/56/11/013>
4. Schneider T., *Metrologia*, 2012, vol. 49, pp. S198–S202. <http://doi.org/10.1088/0026-1394/49/5/S198>
5. Toni M. P. et al., *Metrologia*, 2012, vol. 49, pp. S193–S197. <http://doi.org/10.1088/0026-1394/49/5/S193>
6. Kawrakow I. et al., The EGSnrc Code System: Monte Carlo simulation of electron and photon transport, *Technical Report PIRS-701*, 2017, National Research Council Canada.
7. Poludniowski G. et al., *Phys. Med. Biol.*, 2009, vol. 54, no. 433a. <https://doi.org/10.1088/0031-9155/54/19/N01>

Статья поступила в редакцию 18.05.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 18.05.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Научная статья

УДК 535.241.34

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-13-17>

Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2018

Анатолий Иванович Походун¹, Юрий Альфредович Сильд^{2✉}, Евгений Викторович Визулайнен³, Мария Александровна Иванова⁴

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

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

²Y.A.Sild@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

³mnsvniim@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1649-9729>

⁴M.A.Ivanova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7271-4983>

Аннотация. Рассмотрены этапы развития и совершенствования верхнего звена эталонной базы метрологического обеспечения средств измерений энергетической яркости. Изложены основные принципы воспроизведения и передачи единицы энергетической яркости. Повышение требований к метрологическому обеспечению средств измерений энергетической яркости обусловило создание Государственного первичного эталона единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2018. Приведено описание ГЭТ 48-2018 и входящих в его состав излучателей – абсолютно чёрных тел на основе фазовых переходов чистых веществ (ртути, воды, галлия, индия, олова, цинка, алюминия и меди), а также радиометров-компараторов, применяемых для передачи единицы энергетической яркости рабочим эталонам и средствам измерений. Исследованы конструкции излучателей типа абсолютно чёрного тела и аппаратуры для реализации необходимого теплового режима. Проведённые исследования показали долговременную стабильность и высокую воспроизводимость разработанных излучателей типа абсолютно чёрного тела на основе реперных точек чистых веществ. Для повышения чувствительности и снижения шумов в радиометрах-компараторах усовершенствована оптическая схема, установлены современные оптико-акустические приёмники излучения (ячейки Голея) и применены синхронные усилители для обработки измеренного выходного сигнала приёмников излучения. Это позволило уменьшить погрешность передачи единицы энергетической яркости.

Проведённые исследования, направленные на поддержание современного научно-технического уровня метрологических характеристик ГЭТ 48-2018 и его составных частей, подтверждают, что воспроизводимые значения энергетической яркости составляют 54,36; 100,39; 151,80; 614,96; 1173,4; 4151,0; 13691; 61282 Вт/(ср·м²) с расширенной неопределённостью не более $1,5 \cdot 10^{-3}$ отн. ед. В настоящее время ГЭТ 48-2018 возглавляет систему метрологического обеспечения средств измерений энергетической яркости, широко применяемых в оборонно-промышленном комплексе, для обеспечения жизнедеятельности, исследований космического пространства и охраны окружающей среды.

Ключевые слова: излучатель, абсолютно чёрное тело, радиометр-компаратор, энергетическая яркость, калибровочные и измерительные возможности

Для цитирования: Походун А. И., Сильд Ю. А., Визулайнен Е. В., Иванова М. А., Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2018 // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 13–17. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-13-17>

State Primary Standard of the Unit of Infrared Radiance GET 48-2018

Anatolii I. Pokhodun¹, Iurii A. Sild^{2✉}, Evgeniy V. Vizulaynen³, Mariya A. Ivanova⁴

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

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

²Y.A.Sild@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

³mnsvniim@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1649-9729>

⁴M.A.Ivanova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7271-4983>

Abstract. The stages of development and improvement of the upper link in the reference base for metrological support of measuring means for total radiance are considered. The basic principles of reproduction and transmission of a unit of total radiance are stated. Increasing requirements for metrological support of measuring means for an total radiance led to the creation of the new state primary standard for the unit of Infrared Radiance GET 48-2018. A description of GET 48-2018 and its constituent blackbody type based on phase transitions of pure substances: mercury, water, gallium, indium, tin, zinc, aluminum and copper, as well as radiometer-comparators used to transfer a unit of radiance to the working standards and the means of measurement is given. A description of the designs of black body emitters and equipment for the implementation of the required thermal regime is given. The investigations have shown high

long-term stability and reproducibility of the developed blackbody emitters based on the reference points of pure substances. To increase the sensitivity and reduce noise in order the optical scheme in the radiometer-comparators has been improved, modern optical-acoustic radiation receivers (Golay cells) and synchronous amplifiers have been used to process the measured signal. It to reduce the error in transfer of an unit of radiance.

Conducted studies within aimed at maintaining the modern scientific and technical level of the metrological characteristics of the primary standard and its components confirm that the values of total radiance, which are 54.36; 100.39; 151.80; 614.96; 1173.4; 4151.0; 13691 and 61282 W/(sr.m²) are reproduced by the standard with an expanded uncertainty, not more than $1.5 \cdot 10^{-3}$ relative units. The state primary standard of the unit of infrared radiance GET 48-2018 leads the system of metrological support for measuring instruments of an energy radiance, which are widely used in the military-industrial complex, space exploration, life support and environmental protection.

Keywords: emitter, black body emitters, radiometer-comparator, total radiance, calibration and measurement capabilities

Введение. Многие фундаментальные научные и прикладные задачи в таких приоритетных областях, как обеспечение обороноспособности страны, противодействие террористическим угрозам и охрана окружающей среды, а также задачи по исследованию излучения теплового состояния Солнца, Земли и других планет, решают с помощью радиометров и радиометрических систем, инфракрасных систем наведения, наблюдения и обнаружения, систем предварительного обнаружения по тепловым полям тепловых излучателей, приёмников излучения и других средств измерений энергетической яркости [1–4].

Разработки эталонов для метрологического обеспечения средств измерений энергетической яркости для приборостроительного и оборонного комплексов Российской Федерации начались в середине прошлого века [1] и продолжаются в настоящее время. Первый в стране радиометрический государственный эталон единицы энергетической яркости утверждён в 1974 г. В результате исследований, направленных на расширение диапазона воспроизведения энергетической яркости и уменьшение погрешности воспроизведения и передачи единицы энергетической яркости, государственные первичные эталоны единицы энергетической яркости постоянно модернизируются [5–7]. В частности, в 2001 г. создан Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2001 [6, 7].

Калибровочные и измерительные возможности (calibration and measurement capabilities, CMC) ГЭТ 48-2001 опубликованы в виде CMC-строк на сайте МБМВ¹ в сервис-категории Radiance, total².

С начала нового тысячелетия основные метрологические характеристики средств измерений энергетической яркости, такие как диапазон измерений и точность существенно возросли, кроме того, появились новые измерительные приборы и системы, требующие метрологического обеспечения.

Возникла необходимость повышения достоверности передачи единицы от ГЭТ 48-2001 вторичным и рабочим эталонам. В связи с возросшими требованиями и новыми измерительными задачами по обеспечению средств измерений ГЭТ 48-2001 был модернизирован. В результате модернизации ГЭТ 48-2001 утверждён Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2018³.

В ходе исследований излучателей типа абсолютно чёрного тела (далее – излучатель АЧТ) и радиометров-компараторов для воспроизведения, передачи и хранения единицы энергетической яркости, подтверждены метрологические характеристики ГЭТ 48-2018.

Цель настоящей работы – представить описание составных частей ГЭТ 48-2018, а также результаты работ и исследований, подтверждающих его метрологические характеристики.

Состав и описание комплексов аппаратуры ГЭТ 48-2018.

В состав ГЭТ 48-2018 входят два комплекса аппаратуры: низкотемпературный и высокотемпературный. Комплексы состоят из комплектов излучателей и радиометра-компаратора. Низкотемпературный комплекс состоит из излучателей АЧТ на основе тройной точки ртути (АЧТ-РТ) [8], тройной точки воды (АЧТ-ТВ), а также на основе плавления галлия (АЧТ-Г).

Высокотемпературный комплекс включает в себя излучатели АЧТ на основе затвердевания чистых металлов: индия (АЧТ-И), олова (АЧТ-О), цинка (АЧТ-Ц), алюминия (АЧТ-А) и меди (АЧТ-М).

Принцип работы ГЭТ 48-2018 основан на воспроизведении постоянных уровней энергетической яркости излучателями АЧТ при температуре фазового перехода чистых веществ [9] и передаче единицы энергетической яркости методом сличения с компаратором.

Кроме описанных излучателей в состав низкотемпературного и высокотемпературного комплексов аппаратуры

¹ Измерительные возможности Российской Федерации в области фотометрии и радиометрии [сайт]. URL: https://www.bipm.org/kcdb/cmc/search?domain=PHYSICS&areaid=5&keywords=&specificPart.branch=1&specificPart.service=1&specificPart.subService=1&specificPart.individualService=1&_countries=1&countries=67&publicDateFrom=&publicDateTo=&unit=&minValue=&maxValue=&minUncertainty=&maxUncertainty= (дата обращения: 23.06.2022).

² Classification of services in photometry and radiometry [сайт]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/41532170/Classification+of+services+in+Photometry+and+Radiometry/b91a353a-3896-9a87-a4f1-5736d2d298f0> (дата обращения: 05.06.2022).

³ Приказ Росстандарта № 599 от 02.04.2018 «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы энергетической яркости инфракрасного излучения (ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)». URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/31584> (дата обращения: 16.06.2022).

ГЭТ 48-2018 входят технические средства, предназначенные для задания и поддержания температурного режима, необходимого для реализации фазового перехода чистых веществ, а также создания условий для передачи единицы энергетической яркости.

Излучатель АЧТ-РТ. Основным элементом излучателя является ампула, заполненная соответствующим чистым веществом, в данном случае ртутью. Ампула размещена в термостатирующем устройстве, которое обеспечивает необходимый режим реализации требуемого фазового перехода.

Основные узлы излучателя АЧТ-РТ: ампула реперной точки ртути; пассивный термостат; криостат; комплект соединительных элементов. Объединённые с помощью соединительных элементов криостат и пассивный термостат образуют термостатирующее устройство [8].

Пассивный термостат предназначен для размещения ампулы тройной точки ртути. Криостат обеспечивает и поддерживает необходимый тепловой режим реализации тройной точки ртути. Криостат выполнен на основе термостата переливного прецизионного. Метрологические характеристики переливного термостата позволяют обеспечивать требуемый режим работы. Переливной термостат дооснащён центробежным насосом повышенной производительности, что позволило обеспечить подачу теплоносителя в пассивный термостат.

Конструкция пассивного термостата приведена на рис. 1. В основу пассивного термостата положен принцип теплообменника типа «труба в трубе» при подключении во встречном направлении. Ампула реперной точки ртути 1 размещена в фторопластовом контейнере 2, который закреплён во внутренней полости теплообменника 3. Теплоноситель через внешний патрубок 6 омывает внутреннюю полость теплообменника 3. Теплоноситель после прохождения внутренней полости теплообменника переливается во внешнюю полость теплообменника 4 и через выходной патрубок 5 возвращается в криостат. Температура контролируется термометром сопротивления, размещённым в канале 10. Пассивный термостат крепится к вакуумной камере ГЭТ 48-2018 посредством присоединительного фланца 7. Теплоизоляция 9 посредством крепёжных стоек 8 размещена внутри кожуха 11 корпуса пассивного термостата.

Проведённые исследования термостатирующего устройства показали, что реализованные конструктивные решения позволяют обеспечить необходимый температурный режим для реализации фазового состояния излучателя АЧТ-РТ. Излучатель на основе тройной точки ртути воспроизводит значение энергетической яркости $54,36 \text{ Вт}/(\text{ср} \cdot \text{м}^2)$ при температуре фазового перехода $234,32 \text{ К}$ в соответствии с МТШ-90 [9].

Излучатель АЧТ-ТВ. Состав излучателя АЧТ-ТВ: ампула реперной точки воды; пассивный термостат; криостат; комплект соединительных элементов. Пассивный термостат предназначен для размещения ампулы тройной точки воды, криостат обеспечивает и поддерживает необходимый тепловой режим реализации тройной точки воды.

Пассивный термостат и криостат образуют термостатирующее устройство. Конструкция и принцип работы

термостатирующего устройства излучателя АЧТ-ТВ аналогичны конструкции и принципу работы термостатирующего устройства излучателя АЧТ-РТ.

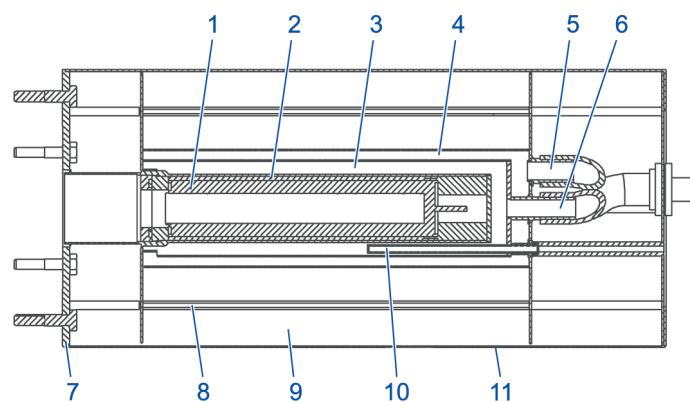
Воспроизводимое значение энергетической яркости излучателя АЧТ-ТВ составляет $100,39 \text{ Вт}/(\text{ср} \cdot \text{м}^2)$.

Излучатели типа АЧТ на основе фазовых переходов чистых металлов. В состав обоих комплексов ГЭТ 48-2018 входят излучатели АЧТ на основе фазовых переходов чистых металлов: галлия (АЧТ-Г), индия (АЧТ-И), олова (АЧТ-О), алюминия (АЧТ-А) [10] и меди (АЧТ-М). Как отмечалось ранее, основополагающим элементом любого излучателя является ампула, заполненная соответствующим чистым веществом. Конструкция ампулы любого излучателя обеспечивает выполнение обязательных требований, предъявляемых к внешним габаритным размерам ампулы, толщинам стенок и параметрам излучательной полости.

Излучатель АЧТ-Г включает в себя ампулу из фторопласта и термостат. Термостат выполнен в виде двух блоков: термостатирующего устройства и блока управления термостатом. Параметры термостата (нестабильность поддержания температуры, неравномерность температурного поля) обеспечивают необходимые условия для реализации фазового перехода (плавления) высокочистого галлия.

Для излучателей АЧТ-О, АЧТ-Ц, АЧТ-А [10] и АЧТ-М ампулы на основе фазовых переходов чистых металлов изготовлены из высокочистого графита и заполнены высокочистыми металлами.

Для реализации фазовых переходов излучателей АЧТ-И, АЧТ-О, АЧТ-Ц, АЧТ-А и АЧТ-М применяется трёхзонная резистивная печь с автоматическим регулированием на основе отечественной схемотехники.



Конструкция пассивного термостата излучателя АЧТ-РТ:
1 – ампула реперной точки ртути; 2 – фторопластовый контейнер; 3, 4 – внутренняя и внешняя полости теплообменника соответственно; 5, 6 – выходной и входной патрубки соответственно; 7 – присоединительный фланец; 8 – крепёжные стойки; 9 – теплоизоляция; 10 – канал термометра; 11 – кожух

Sketch of the design of the passive thermostat BB-HG
1 – cell of the mercury reference point; 2 – fluoroplastic container; 3 – internal cavity of the heat exchanger; 4 – the outer cavity of the heat exchanger; 5 – outlet branch pipe; 6 – inlet branch pipe; 7 – connecting flange; 8 – mounting racks; 9 – thermal insulation; 10 – the channel of the thermometer; 11 – the casing

Воспроизводимые излучателями АЧТ-Г, АЧТ-И, АЧТ-О, АЧТ-Ц, АЧТ-А и АЧТ-М значения энергетической яркости соответственно составили 151,80; 614,96; 1173,4; 4151,0; 13691 и 61282 Вт/(ср·м²).

Радиометры-компараторы. Для передачи единицы энергетической яркости применяют радиометры-компараторы. Радиометры-компараторы идентичны по конструкторским и схемным решениям.

Оптическая схема радиометра-компаратора построена на однозеркальном наклонном сферическом объективе с увеличением 1× и имеет задний и передний апертурные углы около 0,1 рад. Линейное поле зрения в пространстве предметов составляет в диаметре 6 мм. Такая система обеспечивает возможность работы с узкими, длинными оптическими каналами для попадания излучения в радиометр от сличаемых излучателей с одной трети глубины полости от закрытого конца ампулы излучателя АЧТ. Наведение радиометра на сличаемые излучатели контролируется с помощью визирной трубки.

Для снижения шумов и повышения чувствительности в приёмном тракте радиометров-компараторов применены современные оптико-акустические приёмники излучения (ячейки Голея). Для снижения попадания в плоскость приёмника паразитного излучения от сторонних источников излучения в радиометре-компараторе размещены дополнительные диафрагмы. Указанные меры позволили уменьшить погрешность передачи единицы энергетической яркости.

Исследования ГЭТ 48-2018, направленные на поддержание современного научно-технического уровня. Исследования метрологических характеристик ГЭТ 48-2018 проводятся постоянно на протяжении всего жизненного цикла эталона. Основные исследования направлены на оценку долговременной стабильности при воспроизведении реперных точек излучателей из состава ГЭТ 48-2018 и на уменьшение погрешности передачи единицы энергетической яркости. При исследовании излучателей реперных точек на основе фазовых переходов чистых веществ из состава ГЭТ 48-2018 отдельное внимание уделено уточнению параметров работы термостатирующих устройств излучателей, что в итоге позволило увеличить длительность площадок фазового перехода чистых веществ, заметно уменьшить неравномерность температурного поля и время выхода в режим. Например, при исследовании излучателя АЧТ-РТ разработан и апробирован метод предварительного охлаждения рабочего объёма термостата. Суть метода в том, что для ускорения достижения заданного температурного режима предварительно охлаждали ванну термостата жидким азотом. Достигнутый режим поддерживали с помощью штатного термостатирующего устройства. Применение описанного метода позволило снизить время выхода на рабочий режим излучателя АЧТ-РТ в три раза.

В настоящее время проходят исследования неравномерности температурного поля в рабочем объеме трёхзонной резистивной печи для уточнения параметров управления температурного режима при реализации фазового перехода излучателей АЧТ-И, АЧТ-О, АЧТ-Ц, АЧТ-А и АЧТ-М. Корректировка параметров регулирования по результатам предварительных исследований неравномерности температурного поля

в рабочем объеме трёхзонной резистивной печи позволила значительно увеличить длительность площадок фазового перехода излучателей АЧТ-И, АЧТ-О и снизить их наклон. Проведённые исследования позволяют утверждать, что метрологические характеристики излучателей АЧТ из состава ГЭТ 48-2018 соответствуют заявленным паспортным параметрам.

С целью улучшения метрологических характеристик и расширения функциональных возможностей проанализирована работа радиометров-компараторов из состава ГЭТ 48-2018. Один из основных исполнительных элементов в составе радиометров-компараторов, влияющих на их погрешность, – синхронный усилитель. Для уменьшения погрешности передачи единицы энергетической яркости проанализированы и определены основные технические требования к синхронному усилителю для радиометров-компараторов. Синхронный усилитель должен обеспечивать измерение фазового сдвига сигнала, усиление зашумлённого сигнала при электрооптическом методе детектирования импульсного излучения, а также при детектировании излучения с помощью детекторов Голея, применяемых в радиометрах-компараторах. После изготовления, размещения и подключения синхронного усилителя к измерительной системе радиометра-компаратора проведены исследования порога чувствительности и погрешности передачи единицы энергетической яркости. Результаты исследований подтвердили не только соответствие метрологических характеристик радиометра-компаратора ГЭТ 48-2018 паспортным характеристикам, но и позволили повысить чувствительность радиометров-компараторов в среднем в 1,5 раза.

Метрологические характеристики ГЭТ 48-2018. Значения энергетической яркости, воспроизводимые эталоном: 54,36; 100,39; 151,80; 614,96; 1173,4; 4151,0; 13691; 61282 Вт/(ср·м²). ГЭТ 48-2018 обеспечивает воспроизведение единицы энергетической яркости с относительным средним квадратическим отклонением результата измерений не более $7 \cdot 10^{-4}$ при относительной неисключённой систематической погрешности не более $7 \cdot 10^{-4}$.

Относительная стандартная неопределённость, оценённая по типу А, не более $7 \cdot 10^{-4}$, оценённая по типу В – $2,9 \cdot 10^{-4}$. Относительная суммарная стандартная неопределённость – $7,6 \cdot 10^{-4}$. Относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата $k=2$ не более $1,5 \cdot 10^{-3}$.

Радиометры-компараторы обеспечивают передачу единицы с относительным средним квадратическим отклонением результата измерений не более $7 \cdot 10^{-4}$.

Закключение. Исследования метрологических характеристик, в том числе проводимые на текущий момент, позволили повысить уровень обеспечения единства измерений энергетической яркости в результате расширения функциональных возможностей ГЭТ 48-2018, повышения достоверности воспроизводимой единицы и снижения погрешности её передачи вторичным (рабочим) эталонам и средствам измерений.

Дальнейшие исследования будут направлены на уменьшение погрешности воспроизведения и передачи единицы энергетической яркости, в том числе в связи с переопределением основных единиц Международной системы единиц.

Список источников

1. Бабушкин В. В., Долгих И. И., Либова И. В. Современное состояние и метрологическое обеспечение радиометрии инфракрасного излучения. Обзорная информация Вып. 1. Сер. «Метрологическое обеспечение измерений». М.: ВНИИКИ, 1983. 64 р.

2. Бабушкин В. В., Бабушкина В. Я., Ищенко В. Ф., Облапохин И. Н. Исследование энергетической яркости низкотемпературных излучателей путем прямого сличения с образцовой моделью АЧТ. Методы и средства высокоточных спектрометрических и радиометрических измерений // Сборник научных трудов НПО «Всесоюзный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева». Ленинград: Энергия, Ленинградское отделение, 1980.

3. Долгих И. И., Сидорин В. К. Состояние и перспективы развития эталонной базы в области радиометрии ИК излучения // Измерительная техника. 1995. № 10. С. 26–29.

4. Белозеров А. Ф., Омелаев А. И., Филипов В. Л. Современные направления применения ИК радиометров и тепловизоров в научных исследованиях и техники // Оптический журнал. 1998. № 6. С. 16.

5. Бабушкин В. В., Бабушкина В. Я., Долгих И. И., Либова И. В. Государственный специальный эталон единицы энергетической яркости для инфракрасного излучения // Измерительная техника. 1981. № 2. С. 24–28.

6. Долгих И. И., Походун А. И., Рыболовлева О. В., Смирнова В. В. Государственный первичный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения // Измерительная техника. 2001. № 10. С. 3–6.

7. Долгих И. И., Сильд Ю. А. Государственный первичный специальный эталон единицы энергетической яркости инфракрасного излучения ГЭТ 48-2001 // Российская Метрологическая Энциклопедия. 2-е изд. Т. 1. СПб.: ИИФ «Лики России», 2015. С. 651–655.

8. Sild Iu. A., Vizulaynen E. V., Ivanova M. A., Enhancement of the state primary standard of the unit of total radiance, *Proc. NEWRAD 2021*, Conference arranged online by NIST, Boulder, USA, June 21–24, 2021, pp. 138–139. <https://doi.org/10.5281/zenodo.4882794>

9. Preston-Thomas H., The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrolgia*, vol. 27, no. 1, pp. 3–10. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>

10. Sild Iu. A., Vizulaynen E. V., Improving cell for black body sources of aluminum fixed point, *Proc. NEWRAD 2014*, Conference in Espoo, Finland, 24–27 June 2014, pp. 151–152.

References

1. Babushkin V. V., Dolgikh I. I., Libova I. V., *Modern state and metrological support of infrared radiation radiometry. Overview information*, Iss. 1, Ser. “Metrological support of measurements”, Moscow, VNIKI Publ., 1983, 64 p. (In Russ.)

2. Babushkin V. V., Babushkina V. Ya., Ishchenko V. F., Oblapokhin I. N. The study of the energy brightness of low-temperature emitters by direct comparison with the exemplary blackbody model. Methods and means of high-precision spectrometric and radiometric measurements, *Collection of scientific papers, NPO “All-Union Order of the Red Banner of Labor Research Institute of Metrology named after D. I. Mendeleev”*, Leningrad, Branch of the publishing house “Energy”, 1980. (In Russ.)

3. Dolgikh I. I., Sidorin V. K., *Measurement Techniques*, 1995, vol. 38, no. 10, pp. 1115–1120. <https://doi.org/10.1007/BF00990564>

4. Belozеров A. F., Omelaev A. I., Filipov V. L., Modern directions of application of IR radiometers and thermal imagers in scientific research and technology, *Journal of Optical Technology*, 1998, vol. 65, no. 6, p. 451–459.

5. Babushkin V. V., Babushkina V. Ya., Dolgikh I. I., Libova I. V., *Measurement Techniques*, 1981, vol. 24, no. 2, pp. 89–95. <https://doi.org/10.1007/BF01209253>

6. Dolgikh I. I., Pokhodun A. I., Rybolovleva O. V., Smirnova V. V., *Measurement Techniques*, 2001, vol. 44, no. 10, pp. 965–971. <https://doi.org/10.1023/A:1013819431903>

7. Dolgikh I. I., Sild Y. A., Special State Primary Standard of the Unit of Infra-Red Radiation GET 48-2001, *Russian Metrological Encyclopedia*, 2nd ed, vol. 1, St. Petersburg, IIF “Lik Rossii” Publ., 2015, pp. 651–655. (In Russ.)

8. Sild Iu. A., Vizulaynen E. V., Ivanova M. A., Enhancement of the state primary standard of the unit of total radiance, *Proc. NEWRAD 2021*, Conference arranged online by NIST, Boulder, USA, June 21–24, 2021, pp. 138–139. <https://doi.org/10.5281/zenodo.4882794>

9. Preston-Thomas H., The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrolgia*, vol. 27, no. 1, pp. 3–10. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>

10. Sild Iu. A., Vizulaynen E. V., Improving cell for black body sources of aluminum fixed point, *Proceedings of NEWRAD 2014*, Conference in Espoo, Finland, 24–27 June 2014. pp. 151–152.

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Научная статья

УДК 53.082.54

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-18-23>

Современное состояние эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины и угла

Юрий Гордеевич Захаренко¹, Наталья Александровна Кононова², Марина Андреевна Космина³, Зоя Викторовна Фомкина⁴✉, Константин Владимирович Чекирда⁵

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

¹Y.G.Zackharenko@vniim.ru, ²N.A.Kononova@vniim.ru, ³m.a.kosmina@vniim.ru, ⁴Z.V.Fomkina@vniim.ru✉, ⁵K.V.Chekirda@vniim.ru

Аннотация. Представлено современное состояние эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины и угла. Приведены описание и основные метрологические характеристики Государственного первичного эталона единицы длины – метра ГЭТ 2-2021 и Государственного первичного эталона единицы плоского угла ГЭТ 22-2014. Освещены возможности ВНИИМ им. Д. И. Менделеева по проведению калибровки, испытаниям в целях утверждения типа, поверке и аттестации современных высокоточных средств измерений длины и плоского угла, принцип действия которых основан на использовании стабилизированных источников лазерного излучения. На сегодняшний день ГЭТ 2-2021 обеспечивает передачу единицы длины источникам лазерного излучения в диапазоне длин волн 500–1050 нм с помощью состоящего из оптической частотной гребенки и водородного стандарта частоты комплекса аппаратуры и лазерным измерительным системам в диапазоне $1 \cdot 10^{-9}$ –30 м с применением лазерных интерференционных компараторов. ГЭТ 22-2014 обеспечивает передачу единицы плоского угла лазерным измерительным системам в диапазоне 0–360° с помощью поворотного стола и цифровых автоколлиматоров. Обоснована необходимость прослеживаемости источников лазерного излучения и лазерных измерительных систем к государственным первичным эталонам. Рассмотрены дальнейшие перспективы развития эталонной базы в области измерений длины и угла.

Ключевые слова: государственный первичный эталон единицы длины, государственный первичный эталон единицы плоского угла, воспроизведение единицы, передача единицы, частотно-стабилизированные лазеры, оптическая частотная гребенка, лазерные измерительные системы

Для цитирования: Захаренко Ю. Г., Кононова Н. А., Космина М. А., Фомкина З. В., Чекирда К. В. Современное состояние эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины и угла // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 18–23. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-18-23>

The current state of the reference base of the Russian Federation in the field of length and angle measurements

Yuri G. Zackharenko¹, Natalia A. Kononova², Marina A. Kosmina³, Zoya V. Fomkina⁴✉, Konstantin V. Chekirda⁵

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

¹Y.G.Zackharenko@vniim.ru, ²N.A.Kononova@vniim.ru, ³m.a.kosmina@vniim.ru, ⁴Z.V.Fomkina@vniim.ru✉, ⁵K.V.Chekirda@vniim.ru

Abstract. The current state of the reference base of the Russian Federation in the field of length and angle measurements is presented. The description and main metrological characteristics of the State Primary Standards of the unit of length – meter GET 2-2021 and the unit of plane angle GET 22-2014 are given. The possibilities of D. I. Mendeleyev Institute for Metrology for carrying out calibration, testing for type approval, verification and certification of modern high-precision measuring equipment of length and plane angle, which are based on stabilized laser radiation sources, are described. To this date, the State Primary Standard of the unit of length – meter GET 2-2021 provides transferring of the unit of length to laser radiation sources in the wavelength range from 500 to 1050 nm by the optical frequency comb with hydrogen frequency standard, and laser measuring systems in the range from $1 \cdot 10^{-9}$ to 30 m by the complex of laser interference comparators. The State Primary Standard of the unit of plane angle GET 22-2014 provides transferring of plane angle to such systems in the range from 0 to 360° using a rotary table and digital autocollimators. The necessity of traceability of laser radiation sources and laser measuring systems to State primary standards is substantiated. Further prospects for the development of the reference base in the field of length and angle measurements are considered.

Keywords: State Primary Standard of the unit of length, State Primary Standard of the unit of plane angle, realization of the unit, transferring of the unit, stabilized laser, optical comb generator, laser measuring systems

Введение. В настоящее время в мире наблюдается постоянный рост требований к точности измерений в науке и промышленности, это вызвано необходимостью повышения

качества производимой продукции и оказываемых услуг. Одним из самых высокоточных методов передачи единиц длины и плоского угла является метод лазерной интерферометрии,

который и положен в основу большинства современных лазерных измерительных систем. В связи с этим в последние десятилетия в мире всё более широкое применение получили стабилизированные источники лазерного излучения и измерительные системы на их основе. Стабилизированные лазеры и лазерные измерительные системы используют для решения множества научных и технических задач и широко применяют в ряде важнейших отраслей национальной промышленности – аэрокосмической, энергетической, судостроительной, оборонной и в машиностроении.

В метрологических центрах многих научно-исследовательских институтов и передовых производственных предприятий используют в качестве рабочих эталонов и средств измерений стабилизированные лазеры, прецизионные и промышленные лазерные интерферометры, лазерные сканеры и другие лазерные измерительные системы.

Так как единица длины – одна из основных единиц физических величин и входит в ряд производных единиц, то и реализация воспроизведения многих производных единиц невозможна без применения средств хранения и передачи единицы длины. Стабилизированные лазеры и лазерные измерительные системы в качестве источников лазерного излучения входят в состав таких государственных первичных и вторичных эталонов единиц величин, как Государственный первичный эталон единицы плоского угла ГЭТ 22-2014, Государственный первичный эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твёрдых тел ГЭТ 24-2018, Государственный первичный специальный эталон единицы длины в области измерений параметров отклонений от плоскостности оптических поверхностей ГЭТ 183-2019, Государственный первичный специальный эталон единицы длины в области измерений отклонений от прямолинейности и плоскостности ГЭТ 130-2019 и др.

Наиболее известные производители лазеров и лазерных измерительных систем – компании Thorlabs Inc. (США), SIOS Messtechnik GmbH (Германия), Renishaw plc. (Великобритания), Automated Precision Inc. (США), Hewlett Packard (США), FARO Swiss Holding GmbH (Швейцария) и др. Многие зарубежные компании уходят с российского рынка, но на смену им приходят Chotest Technology Inc. (Китайская Народная Республика), Lasertex Co. Ltd. (Польша), Hexagon Metrology GmbH (Германия) и др. В связи с актуальностью импортозамещения в ближайшее время ожидается появление на рынке источников лазерного излучения и лазерных измерительных систем отечественного производства. Таким образом, наиболее важными становятся вопросы обеспечения прослеживаемости к ГЭТ 2-2021 и ГЭТ 22-2014, исследований метрологических характеристик, разработки методик калибровки, проведения испытаний в целях утверждения типа средств измерений и внесения информации о них в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений Российской Федерации, дальнейшей поверки средств измерений.

Государственный первичный эталон единицы длины – метра ГЭТ 2-2021. Воспроизведение, хранение и передача

единицы длины в Российской Федерации осуществляются с помощью Государственного первичного эталона единицы длины – метра ГЭТ 2-2021.

В соответствии с Рекомендацией Международного комитета мер и весов [1] единицу длины можно воспроизводить частотно-стабилизированными источниками лазерного излучения с различными длинами волн. Наиболее востребованы в метрологии лазеры, работающие на длинах волн 633 и 532 нм. Именно такие источники лазерного излучения входят в большинство национальных первичных эталонов во всём мире. До 2021 г. единицу длины воспроизводили на Государственном первичном эталоне единицы длины ГЭТ 2-2010 [2] на одной длине волны 633 нм с помощью стабилизированного по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде $^{127}\text{He-Ne/I}_2$ -лазера, разработанного во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Среднее квадратическое отклонение (СКО) воспроизведения единицы длины данным источником при 100 независимых измерениях составляет $1,6 \cdot 10^{-12}$.

В настоящее время единица длины на длине волны 633 нм воспроизводится с помощью двух источников. Второй источник производства фирмы Winters Electro-Optics, Inc. (США) – транспортируемый [3]. Это позволяет передавать единицу длины стационарным источникам излучения, входящим в состав государственных первичных и вторичных эталонов, а также других измерительных установок. Таким образом, передавать единицу длины можно непосредственно на месте применения эталонов с СКО не более $6,2 \cdot 10^{-12}$.

Источники лазерного излучения с длиной волны 633 нм и системы на их основе уже на протяжении многих лет применяют в различных областях науки и техники, однако в последние годы всё более востребованными становятся источники лазерного излучения, работающие на других длинах волн. Например, в таких областях, как гравиметрия, широко применяют лазеры с длиной волны 532 нм. В связи с появлением новых высокостабильных источников лазерного излучения с различными длинами волн остро встал вопрос об обеспечении единства измерений и прослеживаемости указанных источников к государственным первичным эталонам. В состав ГЭТ 2-2021 включены установки, позволяющие обеспечивать воспроизведение и передачу единицы длины в более широком диапазоне [4, 5]. На сегодняшний день воспроизведение единицы ГЭТ 2-2021 происходит на двух длинах волн 633 и 532 нм. Единица длины на длине волны 532 нм воспроизводится с помощью стабилизированного по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде $^{127}\text{Nd:YAG}$ -лазера (Институт лазерной физики Сибирского отделения Российской академии наук, ИЛФ СО РАН) [6–10]. СКО воспроизведения единицы длины данным источником при 100 независимых измерениях составляет $1,3 \cdot 10^{-12}$.

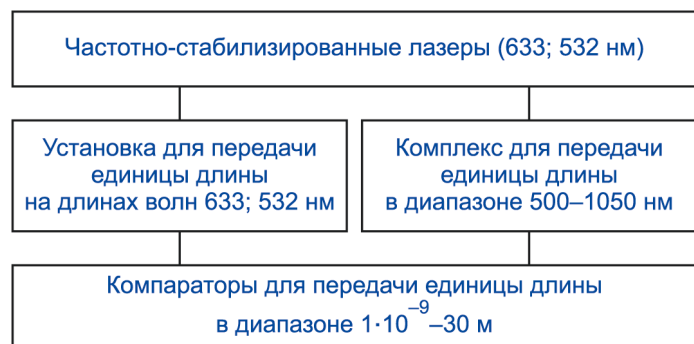
Единица длины передаётся источникам лазерного излучения на длинах волн 633 и 532 нм с помощью установки для измерений разности частот источников лазерного излучения методом оптического гетеродинамирования. Внешний

вид установки для измерений разности частот приведён на официальном сайте ВНИИМ им. Д. И. Менделеева¹.

Для передачи единицы в более широком диапазоне длин волн используется комплекс аппаратуры для измерения частоты (длины волны в вакууме) лазеров в диапазоне длин волн 500–1050 нм (далее – комплекс) из состава ГЭТ 2-2021. В основу комплекса положено применение такой передовой технологии, как оптическая частотная гребёнка фирмы Menlo Systems GmbH (Германия) [11–13], за которую её создатели Джон Холл и Теодор Хенш в 2005 г. получили Нобелевскую премию. Подобные комплексы входят в состав первичных эталонов единицы длины ведущих национальных институтов всего мира. Для улучшения метрологических характеристик оптической частотной гребёнки опорный сигнал формируется с помощью водородного стандарта частоты и времени Ч1-1003М (ЗАО «Время-Ч», Россия). Результаты исследований водородного стандарта частоты и времени Ч1-1003М показали, что среднее квадратическое относительное двухвыборочное отклонение частоты выходного сигнала 5 МГц при полосе пропускания 3 Гц за 1 с не превышает $2,0 \cdot 10^{-13}$, за 10 с – $3,0 \cdot 10^{-14}$, за 100 с – $7,0 \cdot 10^{-15}$. Водородный стандарт частоты и времени Ч1-1003М проходит ежегодные поверку и калибровку с помощью оборудования из состава Государственного первичного эталона единиц времени, частоты и национальной шкалы времени ГЭТ 1-2022, тем самым обеспечивая связь единицы длины с ГЭТ 1-2022. Внешний вид комплекса аппаратуры для измерения частоты (длины волны в вакууме) лазеров в диапазоне длин волн 500–1050 нм также приведён на сайте ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

Передача единицы длины высокоточным лазерным системам на основе источников лазерного излучения в диапазоне $1 \cdot 10^{-9}$ –30 м осуществляется с помощью четырёх лазерных интерференционных компараторов с различными диапазонами измерений.

Структурная схема ГЭТ 2-2021 приведена на рисунке.



Структурная схема ГЭТ 2-2021

Block diagram of the GET 2-2021

Государственный первичный эталон единицы плоского угла ГЭТ 22-2014. Воспроизведение, хранение и передача единицы плоского угла в Российской Федерации происходит с помощью Государственного первичного эталона единицы плоского угла ГЭТ 22-2014.

ГЭТ 22-2014 обеспечивает воспроизведение и передачу единицы плоского угла в диапазоне 0 – 360° в статическом и динамическом режимах [14, 15]. В состав ГЭТ 22-2014 входят: интерференционный экзаменатор, три цифровых автоколлиматора, две призмы с различным количеством граней, измерительный поворотный стол, углоизмерительный комплекс для передачи единицы плоского угла геодезическим средствам измерений и углоизмерительный стенд для передачи единицы плоского угла динамическим средствам измерений угла. СКО воспроизведения единицы плоского угла при 10 независимых измерениях в статическом режиме ГЭТ 22-2014 составляет $0,005''$, в динамическом режиме при угловом перемещении с угловой скоростью $0,1$ – 60 мин^{-1} – $0,01''$.

Единица плоского угла передаётся современным высокоточным лазерным измерительным системам, оснащённым оптикой для измерений угловых величин, с помощью измерительного поворотного стола и цифровых автоколлиматоров из состава ГЭТ 22-2014. Общий вид измерительного поворотного стола и цифровых автоколлиматоров показан на официальном сайте ВНИИМ им. Д. И. Менделеева².

Передача единицы длины стабилизированным источникам лазерного излучения и системам на их основе. В связи со стремительным развитием лазерных технологий лазерные источники излучения нашли применение в различных областях науки и техники, на производстве, в спектроскопии, микроскопии, геодезии и картографии, сфере коммуникаций и т. д. В сфере фундаментальных научных исследований в области измерений длины и производных величин особый интерес представляют стабилизированные источники лазерного излучения метрологического назначения.

Приведём метрологические характеристики некоторых источников лазерного излучения: относительная нестабильность частоты гелий-неонового стабилизированного лазера ЛГН-303 (ОАО «Плазма», Россия) составляет $1 \cdot 10^{-8}$, частотно-стабилизированного He–Ne-лазера SL 02/1 (SIOS Meßtechnik GmbH, Германия) и гелий-неонового стабилизированного лазера Thorlabs HRS015 (Thorlabs Inc., США) – $2 \cdot 10^{-8}$, номинальное значение длины волны в вакууме лазерного излучения указанных лазеров составляет 633 нм.

Представленные точностные характеристики источников лазерного излучения соответствуют уровню рабочих эталонов 1-го разряда в соответствии с первой частью Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм³ (ГПС) и должны прослеживаться к ГЭТ 2-2021.

¹ ВНИИМ. ГЭТ 2-2021 [Сайт]. URL: <https://www.vniim.ru/get2.html> (дата обращения: 21.06.2022).

² ВНИИМ. ГЭТ 22-2014 [Сайт]. URL: <https://www.vniim.ru/get22.html> (дата обращения: 21.06.2022).

³ Приказ Росстандарта № 2840 от 29.12.2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм».

Единица длины источникам лазерного излучения на длинах волн 633 и 532 нм передаётся с помощью установки из состава ГЭТ 2-2021. Установка расположена на оптической сотовой плите, установленной на виброзащитных опорах. В ходе работы измеряются разностная частота лазера и компонент линии поглощения эталонного лазера. Полученные данные обрабатывают с применением прикладного программного обеспечения «Лазер-Лазер» [16]. В результате находят частоту (длину волны в вакууме) и относительную нестабильность длины волны в вакууме лазерного излучения измеряемого лазера.

Источники лазерного излучения 1-го разряда в комплекте с аналогичными установками можно применять в качестве рабочих эталонов в научно-метрологических институтах, центрах стандартизации и других метрологических лабораториях для передачи единицы длины источникам лазерного излучения на местах. Например, в 2016 г. ВНИИМ им. Д. И. Менделеева разработал и изготовил подобную установку для Всероссийского научно-исследовательского института метрологической службы (ВНИИМС).

В диапазоне 500–1050 нм передача единицы длины источникам лазерного излучения происходит с помощью оптической частотной гребёнки. В процессе измерений определяют частоту повторения импульсов оптической частотной гребёнки, частоту смещения несущей относительно огибающей и частоту биений с измеряемым лазером. Полученные данные обрабатывают с помощью программного обеспечения «COMB-Лазер» [16].

К современным лазерным измерительным системам (ЛИС) относятся такие средства измерений, как интерферометры, трекары, мобильные координатно-измерительные машины и др. Основные метрологические характеристики таких систем приведены в таблице (ΔL , $\Delta\varphi$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений соответственно линейных и угловых перемещений). Номинальное значение длины волны лазерного излучения всех представленных лазерных измерительных систем составляет 633 нм.

Точностные характеристики лазерных измерительных систем, предназначенных для измерений длины, соответствуют уровню рабочих эталонов 2-го разряда в соответствии со второй и третьей частями ГПС и должны прослеживаться к ГЭТ 2-2021.

Передача единицы длины лазерным измерительным системам происходит в несколько этапов и включает в себя определение длины волны лазерного излучения и отклонений измеренных значений линейных перемещений от действительных значений. Длину волны лазерного излучения находят согласно процедуре передачи единицы длины для лазеров.

Отклонение измеренных значений линейных перемещений от действительных значений определяют с помощью компаратора универсального интерференционного метрового в диапазоне 0–1 м и компаратора лазерного интерференционного тридцатиметрового из состава ГЭТ 2-2021 в большем диапазоне. Перед измерениями подготавливают систему к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации, собирают оптическую схему системы, подключают компьютер с программным обеспечением и блок измерений параметров окружающей среды, юстируют системы. Измерения производят с помощью специализированного программного обеспечения Interferometer.

Большинство лазерных измерительных систем оснащены оптикой и поворотными устройствами, позволяющими измерять угловые перемещения относительно поперечной и вертикальной осей и угол поворота относительно продольной оси. Сегодня всё большее количество производственных предприятий используют подобное оборудование для настройки и юстировки станков. Многие метрологические центры применяют лазерные измерительные системы для калибровки координатно-измерительных машин, поэтому кроме прослеживаемости к ГЭТ 2-2021 такие системы должны прослеживаться к ГЭТ 22-2014.

Отклонения измеренных значений угловых перемещений от действительных значений определяют с помощью измерительного поворотного стола и автоколлиматоров из состава ГЭТ 22-2014. СКО передачи единицы плоского угла при этом не превышает 0,1".

Работы по передаче единиц длины и плоского угла с каждым годом становятся всё более востребованными, метрологические лаборатории предприятий оснащают современным оборудованием. За последние пять лет в научно-исследовательском отделе геометрических измерений ВНИИМ им. Д. И. Менделеева количество источников лазерного излучения и систем лазерных измерительных, поступающих на поверку и калибровку, выросло более чем в два раза. Также в последние годы активно проводятся испытания в целях утверждения типа лазерных измерительных систем,

Метрологические характеристики лазерных измерительных систем

ЛИС	Изготовитель	ΔL , мкм	$\Delta\varphi$, **
XL-80	Renishaw plc., Великобритания	$\pm(0,005+0,5L)$	$\pm(0,002A+0,1+0,02M)$
XM-60	Renishaw plc., Великобритания	$\pm(0,02+0,5L)$	$\pm(0,006A+0,1+0,02M)$ (тангаж, рысканье) $\pm(0,01A+1,82)$ (смещение относительно продольной оси)
Серия SJ6000	Chotest Technology Inc., Китайская Народная Республика	$\pm(0,02+0,5L)$	$\pm(0,002A+0,1+0,25M)$
APIXD	Automated Precision Inc., США	$\pm(0,02+0,5L)$	$\pm(1,0+0,1M)$
Интерферометры лазерные НПИ-3D	Lasertex Co. Ltd., Польша	$\pm(0,02+0,4L)$	–

Примечание. L – измеряемое перемещение, м; A – угловое перемещение (либо смещение относительно продольной оси), угловые секунды; M – расстояние от лазерного блока до отражателя (либо до приёмника), м; * – для ЛИС с комплектом оптики для измерений угловых перемещений.

разрабатываются новые методики поверки и калибровки. В период 2019–2021 гг. с целью обеспечения источников лазерного излучения и систем на их основе актуальной нормативной базой для проведения работ по калибровке во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева разработаны и утверждены следующие документы:

СК 03-251-02/21-Т «Методика калибровки. Источники лазерного излучения с длиной волны 633 нм»;

СК 03-251-46/21-Т «Методика калибровки. Источники лазерного излучения с длиной волны 532 нм»;

СК 03-251-33/19-Т «Методика калибровки. Системы лазерные измерительные (линейные измерения)»;

СК 03-251-34/19-Т «Методика калибровки. Системы лазерные измерительные (угловые измерения)».

Заключение. Современное состояние эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины и угла полностью соответствует запросам отечественного производства и науки по передаче единицы длины стабилизированным источникам лазерного излучения, а также по передаче единиц длины и угла лазерным измерительным системам. Однако в связи с тем, что большинство лазерных систем имеют существенные конструктивные отличия, открытыми остаются вопросы по разработке и оснащению государственных первичных эталонов различными вспомогательными устройствами для передачи единиц длины и угла. Такие работы постоянно ведутся во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в рамках мероприятий по содержанию государственных первичных эталонов.

Список источников

1. Recommended values of standard frequencies for applications including the practical realization of the metre and secondary representations of the second. 2016. [Электрон. ресурс]. URL: <https://www.bipm.org/en/publications/mises-en-pratique/standard-frequencies> (дата обращения: 05.04.2022).

2. Александров В. С., Захаренко Ю. Г., Кононова Н. А., Лейбенгардт Г. И., Федорин В. Л., Чекирда К. В. Государственный первичный эталон единицы длины – метра ГЭТ 2-2010 // Измерительная техника. 2012. № 6. С. 3–7.

3. Kononova N. A., Zakharenko Yu. G., Fedorin V. L., Fomkina Z. V., 2018 *International Conference Laser Optics (ICLO)*, p. 371. <https://doi.org/10.1109/LO.2018.8435561>

4. Захаренко Ю. Г., Кононова Н. А., Федорин В. Л., Фомкина З. В., Чекирда К. В. Перспективы развития эталонной базы Российской Федерации в области измерений длины // Измерительная техника. 2020. № 2. С. 3–5. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-2-3-5>

5. Акимова Т. П., Захаренко Ю. Г., Кононова Н. А., Федорин В. Л., Фомкина З. В., Чекирда К. В. Государственный первичный эталон единицы длины – метра ГЭТ 2-2021 // Измерительная техника. 2021. № 10. С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-10-3-7>

6. Денисов В. И., Игнатович С. М., Квашнин Н. Л., Скворцов М. Н., Фарносов С. А. Прецизионная модуляция

лазерного излучения акустооптическим модулятором для стабилизации Nd:YAG-лазера по оптическим резонансам в молекулярном йоде // Квантовая электроника. 2016. Т. 46. № 5. С. 464–467.

7. Скворцов М. Н., Охалкин М. В., Невский А. Ю., Багаев С. Н. Оптический стандарт частоты на основе Nd:YAG-лазера, стабилизированного по резонансам насыщенного поглощения в молекулярном йоде с использованием второй гармоники излучения // Квантовая электроника. 2004. Т. 34. № 12. С. 1101–1106.

<https://doi.org/10.1070/QE2004v034n12ABEH002851>

8. Jungner P., Eickhoff M. D., Swartz St. D., Ye Jun, Hall J. L., Waltman St. B., *Proc. SPIE*, 1995, vol. 2378, pp. 22–34. <https://doi.org/10.1117/12.208229>

9. Holzwarth R., Nevsky A. Yu., Zimmermann M., Udem Th., Hansch T. W., Von Zanthier J., Walther H., Knight J. C., Wadsworth W. J., Russell P. St. J., Skvortsov M. N., Bagayev S. N., *Applied Physics B*, 2001, vol. 73, pp. 269–271. <https://doi.org/10.1007/s003400100633>

10. Игнатович С. М., Квашнин Н. Л., Скворцов М. Н. Сдвиг частоты иодного оптического стандарта частоты в зависимости от величины пробной модуляции частоты излучения, давления и температуры газа в поглощающей ячейке // Квантовая электроника. 2018. Т. 48. № 10. С. 973–976.

11. Холл Дж. Л. Определение и измерение оптических частот: перспективы оптических часов – и не только // Успехи физических наук. 2006. Т. 176. № 12. С. 1353–1367. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0176.200612i.1353>

12. Хэнш Т. В. Страсть к точности // Успехи физических наук. 2006. Т. 176. № 12. С. 1368–1380. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0176.200612j.1368>

13. Ye J., Schnatz H., Hollberg L. W., *Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 2003, vol. 9, no. 4, pp. 1041–1058. <https://doi.org/10.1109/JSTQE.2003.819109>

14. Чекирда К. В., Косьмина М. А., Лейбенгардт Г. И., Шур В. Л., Лукин А. Я. Совершенствование государственного первичного эталона плоского угла // Измерения и испытания в судостроении и смежных отраслях. СУДОМЕТРИКА-2014: Тез. докл. 2014. С. 157–159.

15. Чекирда К. В., Шур В. Л., Лукин А. Я. Исследование нового государственного первичного эталона плоского угла // Метрология времени и пространства: Материалы VIII Международного симпозиума. 2016. С. 182–184.

16. Захаренко Ю. Г., Кононова Н. А., Фомкина З. В., Чекирда К. В., Лукин А. Я. Разработка прикладного программного обеспечения для комплекса аппаратных средств высшей точности для воспроизведения и передачи единицы длины // Приборы. 2018. № 12 (222). С. 42–47.

References

1. Recommended values of standard frequencies for applications including the practical realization of the metre and secondary representations of the second. 2016, available at: <https://www.bipm.org/en/publications/mises-en-pratique/standard-frequencies> (accessed: 05.04.2022).

2. Alexandrov V. S., Zakharenko Yu. G., Kononova N. A., Leibengardt G. I., Fedorin V. L., Chekirda K. V., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 55, pp. 595–602. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-0007-y>
3. Kononova N. A., Zakharenko Yu. G., Fedorin V. L., Fomkina Z. V., *2018 International Conference Laser Optics (ICLO)*, p. 371. <https://doi.org/10.1109/LO.2018.8435561>
4. Zakharenko Yu. G., Kononova N. A., Fedorin V. L., Fomkina Z. V., Chekirda K. V., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, pp. 77–80. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01753-9>
5. Akimova T. P., Zakharenko Yu. G., Kononova N. A., Fedorin V. L., Fomkina Z. V., Chekirda K. V., *Measurement Techniques*, 2022, vol. 64, pp. 789–793. <https://doi.org/10.1007/s11018-022-02005-8>
6. Denisov V. I., Ignatovich S. M., Kvashnin N. L., Skvortsov M. N., *Quantum Electronics*, 2016, vol. 46, no. 5, pp. 464–467. <https://doi.org/10.1070/QEL16015>
7. Skvortsov M. N., Okhapkin M. N., Nevskii A. Yu., Bagayev S. N., *Quantum Electronics*, 2004, vol. 34, no. 12, pp. 1101–1106. <https://doi.org/10.1070/QE2004v034n12ABEH002851>
8. Jungner P., Eickhoff M. D., Swartz St. D., Ye Jun, Hall J. L., Waltman St. B., *Proc. SPIE*, 1995, vol. 2378, pp. 22–34. <https://doi.org/10.1117/12.208229>
9. Holzwarth R., Nevsky A. Yu., Zimmermann M., Udem Th., Hansch T. W., Von Zanthier J., Walther H., Knight J. C., Wadsworth W. J., Russell P. St. J., Skvortsov M. N., Bagayev S. N., *Applied Physics B*, 2001, vol. 73, pp. 269–271. <https://doi.org/10.1007/s003400100633>
10. Ignatovich S. M., Kvashnin N. L., Skvortsov M. N., *Quantum Electronics*, 2018, vol. 48, no. 10, pp. 973–976. <https://doi.org/10.1070/QEL16609>
11. Hall J. L., Definition and measurement of optical frequencies: perspectives of optical clocks – and more, *Physics-Uspekhi*, 2006, vol. 176, no. 12, pp. 1353–1367. (In Russ.) <https://doi.org/10.3367/UFNr.0176.200612i.1353>
12. Hensh T. V., Passion for accuracy, *Physics-Uspekhi*, 2006, vol. 176, no. 12, pp. 1368–1380. (In Russ.) <https://doi.org/10.3367/UFNr.0176.200612j.1368>
13. Ye J., Schnatz H., Hollberg L. W., *Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 2003, vol. 9, no. 4, pp. 1041–1058. <https://doi.org/10.1109/JSTQE.2003.819109>
14. Chekirda K. V., Kosmina M. A., Leibengardt G. I., Shur V. L., Lukin A. Ya., Improvement of the state primary standard of the unit plane angle, *Measurements and tests in shipbuilding and related industries. SUDOMETRICA-2014*, Abstracts of reports, 2014, pp. 157–159. (In Russ.)
15. Chekirda K. V., Shur V. L., Kosmina M. A. Investigations of the state primary standard of the unit plane angle, *Metrology of time and space. Materials of the VIII International Symposium*, 2016, pp. 182–184. (In Russ.)
16. Zakharenko Yu. G., Kononova N. A., Fomkina Z. V., Chekirda K. V., Lukin A. Ya., The development of application software of the new equipment for realization and transmission of the length unit, *Pribory*, 2018, no. 12 (222), pp. 42–47. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Научная статья

УДК 53.089.68

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>

История создания и модернизация государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности

Константин Владимирович Чекирда¹, Алексей Алексеевич Демьянов²,
Анастасия Александровна Неклюдова^{3✉}, Алексей Владимирович Домостроев⁴,
Владимир Шалвович Сулаберидзе⁵

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

¹K.V.Chekirda@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3462-1027>

²A.A.Demyanov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7160-7078>

³A.A.Tsurko@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-5763-1768>

⁴A.V.Domostroeov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3665-3156>

⁵Sula_vlad@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5882-3160>

Аннотация. Проанализировано современное состояние метрологической инфраструктуры Российской Федерации в области измерений плотности и вязкости. Описаны Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018 и Государственный первичный эталон единицы плотности ГЭТ 18-2014 и пути их развития с момента создания. Приведены состав, принцип работы и основные метрологические характеристики рассматриваемых эталонов. Показана необходимость актуализации государственных поверочных схем для средств измерений плотности и вязкости жидкостей. Рассмотрены дальнейшие этапы совершенствования государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности. Перспективные направления совершенствования ГЭТ 17-2018 – автоматизация измерительных процессов – разработка автоматической системы отсчёта времени истечения исследуемой жидкости через капилляр вискозиметра, а также расширение верхних границ диапазонов значений динамической и кинематической вязкости и диапазона значений давления до 100 МПа. Основная задача совершенствования ГЭТ 18-2014 – создание основы для разработки методов метрологического обеспечения средств измерений плотности газов, в том числе природного газа при избыточном давлении не более 30 МПа и диапазоне значений температуры 0...100 °С. Приведены результаты ключевых сличений эталонов, подтверждающие калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в области измерений вязкости и плотности.

Ключевые слова: вязкость, динамическая вязкость, кинематическая вязкость, передача единицы, плотность, эталон

Для цитирования: Чекирда К. В., Демьянов А. А., Неклюдова А. А., Домостроев А. В., Сулаберидзе В. Ш. История создания и модернизация государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 24–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>

The history of creation and modernization of the state primary standards of units of dynamic, kinematic viscosity of liquid and density

Konstantin V. Chekirda¹, Aleksey A. Demyanov², Anastasia A. Nekliudova^{3✉},
Aleksey V. Domostroeov⁴, Vladimir Sh. Sulaberidze⁵

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

¹K.V.Chekirda@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3462-1027>

²A.A.Demyanov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7160-7078>

³A.A.Tsurko@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-5763-1768>

⁴A.V.Domostroeov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3665-3156>

⁵Sula_vlad@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5882-3160>

Abstract. The current state of the metrological infrastructure of the Russian Federation in the field of density and viscosity measurements is analyzed. The State primary standard of units of dynamic and kinematic viscosity of liquid GET 17-2018 and primary

standard of unit of density GET 18-2014 and the ways of their development since their creation are described. The composition, the principle of operation and the main metrological characteristics of the standards under consideration are given. The necessity of updating the state verification schemes for measuring the density and viscosity of liquids is shown. Further stages of improvement of the state primary standards of units of dynamic, kinematic viscosity of liquid and density are considered. Promising areas of improvement of the test liquid through the capillary of the viscometer, as well as the expansion of the upper limits of the ranges of values of dynamic and kinematic viscosity and the range of pressure values up to 100 MPa. The main task of improving the GET 18-2014 is to create a basis for the development of metrological support methods for measuring the density of gases, including natural gas at an overpressure of no more than 30 MPa and a temperature range of 0... 100 ° C. The results of key comparisons of standards confirming the calibration and measuring capabilities of the Russian Federation in the field of viscosity and density measurements are presented.

Keywords: dynamic viscosity, kinematic viscosity, unit transfer, density, standard

Введение. Постоянно повышающиеся требования к качеству продукции ужесточают требования к точности измерений её технологических параметров. Высокое качество продукции неразрывно связано с таким понятием, как единство измерений, которое обеспечивается развитой международно признанной метрологической инфраструктурой страны.

Для признания национальных эталонов и сертификатов калибровки национальных метрологических институтов необходимы положительные результаты ряда ключевых сличений, которые подтверждают степень эквивалентности сличаемых эталонов. При создании и совершенствовании государственных первичных эталонов единиц величин (ГПЭ) проводят исследование их метрологических характеристик. Затем данные характеристики подтверждают аттестацией эталонов, а также сличением с эталонами единиц величин Международного бюро мер и весов (МБМВ) или с национальными эталонами иностранных государств.

По состоянию на 28.05.2022 г. для Российской Федерации в базе данных ключевых сличений МБМВ зарегистрированы и подтверждены 1803 СМС-строки (Calibration Measurement Capabilities), что обеспечивает второе место среди других стран¹. Количество n СМС-строк Российской Федерации по видам измерений представлено в табл. 1. Калибровочные и измерительные возможности ВНИИМ им. Д. И. Менделеева составляют более 70 % измерительных возможностей Российской Федерации.

В настоящее время во ВНИИМ созданы, совершенствуются и применяются 69 ГПЭ, два из них – Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018 и Государственный первичный эталон единицы плотности ГЭТ 18-2014 – в научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости (НИЛ 2302)². История становления НИЛ 2302 начинается одновременно со временем основания Главной палаты мер и весов в Санкт-Петербурге. Первый руководитель данного

учреждения проводил фундаментальные исследования плотности воды, воздуха, ртути, а его последователями стали Д. И. Менделеев, Б. М. Коллович, М. Д. Иппиц. При этом первые публикации, относящиеся к деятельности лаборатории, датируются 1924 г. Сотрудники НИЛ 2302 обладают большим опытом разработки и реализации методов, средств измерений (СИ) и стандартных образцов вязкости и плотности. В частности, в лаборатории разработаны рабочие эталоны единицы кинематической вязкости, которыми оснащены центры стандартизации, метрологии и испытаний Российской Федерации и национальные институты стран СНГ, с применением этих эталонов обеспечена передача единицы кинематической вязкости от ГПЭ эталонам указанных организаций и стран. Руководитель лаборатории возглавляет рабочую группу «Измерения плотности и вязкости» технического комитета ТК 1.6 «Масса и связанные с ней величины» международной метрологической организации КООМЕТ³, а также является представителем Российской Федерации в техническом комитете TC17 “Instruments for physico-chemical measurements SC5 Vicosimetry” Международной организации законодательной метрологии⁴.

Таблица 1

СМС-строки Российской Федерации по видам измерений

Вид измерений	n
Акустика, ультразвук и вибрация (AUV)	72
Электричество и магнетизм (EM)	306
Длина (L)	26
Масса и связанные с ней величины (M)	72
Фотометрия и радиометрия (PR)	152
Физико-химические измерения (QM)	667
Ионизирующие излучения (RI)	329
Термометрия (T)	143
Время и частота (TF)	36

¹ Calibration and Measurement Capabilities – CMCs: The BIPM key comparisons database, BIPM. 2022. URL: <https://kcdb.bipm.org> (дата обращения: 28.05.2022).

² Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. URL: <https://www.vniim.ru/nil-2302.html> (дата обращения: 27.06.2022).

³ Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений. URL: http://www.coomet.org/index_ru.htm (дата обращения: 27.06.2022).

⁴ The International Organization of Legal Metrology. URL: <https://www.oiml.org/en> (дата обращения: 27.06.2022).

Таблица 2

Метрологические характеристики эталонных комплексов ГЭТ 17-2018

Метрологическая характеристика	ЭК ГЭТ 17/1-КВИ	ЭК ГЭТ 17/2-КВН	ЭК ГЭТ 17/3-ДВП	ЭК ГЭТ 17/4-ДВД
Диапазон воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости, мм ² /с	4,0·10 ⁻⁷ –1,0·10 ⁻¹	4,0·10 ⁻⁷ –1,0·10 ⁻¹	–	–
Диапазон воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости, Па·с	–	–	5,0·10 ⁻⁴ –1,0·10 ⁻¹	1,0·10 ⁻³ –3,0·10 ⁻¹
Диапазон значений температуры, °С	20...40	–40...+150	20...40	20...40
Диапазон значений давления, МПа	–	–	0,5–4,0	1,0–4,0
Неопределённость по типу А	1,5·10 ⁻⁴	1,5·10 ⁻⁴	5,2·10 ⁻⁵ Па·с	7,0·10 ⁻⁴
Неопределённость по типу В	8,4·10 ⁻⁴	9,7·10 ⁻⁴	1,15·10 ⁻⁴ Па·с	2,5·10 ⁻³
Расширенная неопределённость при $k=2$, $P=0,95$	1,7·10 ⁻³	2,0·10 ⁻³	2,5·10 ⁻³ Па·с	5,2·10 ⁻³

Цель настоящей статьи – проанализировать историю развития и современное состояние и возможности государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности.

Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018.

Впервые Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости утверждён 25 февраля 1971 г. В процессе эксплуатации были выявлены недостатки: большая поправка на потерю жидкостью кинетической энергии (0,25 %); чувствительность к колебаниям поверхностного натяжения жидкости; небольшой диапазон измерений 1,0–30·10³ мм²/с [1]. ГПЭ дважды усовершенствовали: в 1984–1985 и 1991–1994 гг. В результате создан ГЭТ 17-96, в состав которого входили следующие СИ и вспомогательное оборудование [2]:

набор из десяти групп вискозиметров стеклянных капиллярных эталонных типа Ubbelohde с «висячим уровнем» и длиной капилляра 550 мм, каждая группа состоит из трёх вискозиметров;

термостат жидкостный для установления и поддержания температуры жидкости в эталонных вискозиметрах;
аппаратура для измерения времени истечения жидкости;
набор термометров эталонных;
аппаратура для контроля параметров окружающей среды, отвеса и т. д.

Принцип действия ГЭТ 17-96 основан на измерении времени истечения определённого объёма жидкости через капилляр вискозиметра. Значение кинематической вязкости ν исследуемой жидкости рассчитывают по формуле

$$\nu = C\tau(1 - e/\rho) - \beta/\tau,$$

где C – постоянная градуировки вискозиметра; τ – время истечения исследуемой жидкости через капилляр вискозиметра; e , ρ – плотности соответственно воздуха и жидкости;

B – постоянная вискозиметра, зависящая от потери жидкостью кинетической энергии [3].

Постоянная C градуировки вискозиметра эталонного определяется экспериментально по процедуре «step up», согласно которой постоянные первых двух групп вискозиметров эталонных с капиллярами наименьшего диаметра определяют по известному значению кинематической вязкости свежеперегнанной дважды дистиллированной

воды 1,0034 мм²/с, принятому за опорное, указанное в стандарте ISO 3666:1998 “Viscosity of water”, динамическую вязкость η исследуемой жидкости рассчитывают как $\eta = \nu\rho$ [4].

Калибровочные и измерительные возможности, а также степень эквивалентности ГЭТ 17-96 подтверждены одиннадцатью СМС-строками, полученными в результате участия в международных сличениях, проводимых по программе Консультативного комитета по массе и связанных с ней величин Международного бюро мер и весов, а также в сличениях KOOMET (CCM.V-K1.A, CCM.V-K1.B1, CCM.V-K1.B2, CCM.V-K1.B3, CCM.V-K1.C, EUROMET.M.V-S3, COOMET.M.V-K1, CCM.V-K2.A, CCM.V-K2.B, COOMET.M.V-S1) [5–8].

Постоянное развитие вискозиметрии и реологии, появление новых СИ требовали расширения функциональных возможностей первичного эталона и актуализации действующей Государственной поверочной схемы для СИ вязкости жидкостей.

Совершенствование Государственного первичного эталона единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-96, проведённое в период 2015–2018 гг. включительно, позволило достичь следующих целей:

расширить диапазон значений температуры при воспроизведении и передаче единицы вязкости до (–40...+150 °С);
расширить диапазон значений давления при воспроизведении и передаче единицы вязкости от атмосферного давления до 4 МПа;

обеспечить воспроизведение и передачу единицы динамической вязкости в потоке;

актуализировать Государственную поверочную схему для СИ вязкости жидкостей.

В декабре 2018 г. утверждён Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018⁵, состоящий из следующих эталонных комплексов (ЭК):

ЭК ГЭТ 17/1-КВИ для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазоне значений температуры 20...40 °С;

⁵ Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 29.12.2018 г. № 2843 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости».

ЭК ГЭТ 17/2-КВН для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазонах значений температуры $-40...+20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $40...150\text{ }^{\circ}\text{C}$;

ЭК ГЭТ 17/3-ДВП для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в потоке в диапазонах значений температуры $20...40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и давления $0,5\text{--}4,0\text{ МПа}$;

ЭК ГЭТ 17/4-ДВД для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в диапазонах значений температуры $20...40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и давления $0,1\text{--}4,0\text{ МПа}$.

Фото эталонных комплексов представлены на официальном сайте⁶ ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, в табл. 2 приведены метрологические характеристики ГЭТ 17-2018, где k – коэффициент охвата; P – уровень доверия.

Государственная поверочная схема для СИ вязкости жидкостей введена в действие с 01.01.2020 г.⁷

Перспективные направления совершенствования ГЭТ 17-2018 – автоматизация измерительных процессов – разработка автоматической системы отсчёта времени истечения исследуемой жидкости через капилляр вискозиметра, а также расширение верхних границ диапазонов значений динамической и кинематической вязкости и диапазона значений давления до 100 МПа.

Государственный первичный эталон единицы плотности ГЭТ 18-2014. Для обеспечения единства измерений плотности в РСФСР по заказу Главной палаты мер и весов (ныне ВНИИМ) в 1924 г. изготовлен набор эталонных ареометров постоянного объёма для воспроизведения единицы плотности в диапазоне $700\text{--}1800\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$.

В 1930 г. набор эталонных ареометров постоянного объёма заменён на три однотипных набора стеклянных ареометров постоянной массы и на набор стеклянных пикнометров. Диапазон воспроизведения и передачи единицы плотности составлял $650\text{--}2000\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$. В 1932 г. впервые проведены международные сличения эталонов плотности СССР и Германии (наборы эталонных ареометров ВНИИМ и Physikalisch-Technische Reichsanstalt (PTR)).

ГЭТ 18-1971, утверждённый Постановлением Госстандарта СССР в 1971 г., содержал набор мер плотности, представляющих собой твёрдые стеклянные тела. Значения плотности эталонных мер воспроизводились методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде. ГЭТ 18-1971 возглавлял государственную поверочную схему для ареометров всех типов⁸, переработанную в 1975 г.⁹ и действовавшую до 2002 г.¹⁰

В 1999–2000 гг. в рамках совершенствования ГЭТ 18-1971 набор стеклянных мер плотности заменён на эталонную

сферу из кварцевого стекла, изготовленную Государственным научно-исследовательским институтом кварцевого стекла Министерства промышленности строительных материалов СССР, а оборудование установки гидростатического взвешивания укомплектовано автоматическим механизмом нагружения эталонных весов. Постановлением Госстандарта Российской Федерации от 06.12.2000 г. № 81 утверждён ГЭТ 18-2000. А государственная поверочная схема ГОСТ 8.024-2002 распространялась не только на СИ плотности жидкости, но и на СИ плотности газов и твёрдых тел.

В период 2005–2008 гг. эквивалентность ГЭТ 18-2000 подтверждена участием в ключевых сличениях CCM.D-K-2 “Comparison of liquid density standards”, участниками которых были следующие национальные метрологические институты: NRC (Канада); PTB (Германия); KRISS (Корея); NMIJ (Япония); OMH (Венгрия); CENAM (Мексика). По результатам сличений в 2014 г. опубликованы калибровочные и измерительные возможности РФ в области измерений плотности.

В 2015 г. утверждён ГЭТ 18-2014, в состав которого вошли две эталонные установки ЭУ-1 и ЭУ-2¹¹. В основу ГЭТ 18-2014 положен артефакт – эталонная сфера из кварцевого стекла с исследованными значениями массы и объёма. Кварцевое стекло имеет малое значение $1\cdot 10^{-8}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ коэффициента объёмного расширения при изменении температуры.



Эталонная установка ЭУ-1 из состава Государственного первичного эталона единицы плотности ГЭТ 18-2014

General view of the reference installation EU-1 from the composition of the State primary standard of the density unit GET 18-2014

⁶ Лаборатория государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости НИЛ 2302. URL: <https://www.vniim.ru/nil-2302-gpe.html#get17> (дата обращения: 27.06.2022).

⁷ Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей».

⁸ ГОСТ 8.024-72 «ГСИ. Государственный первичный эталон единицы плотности жидкости».

⁹ ГОСТ 8.024-75 «ГСИ. Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений плотности жидкости».

¹⁰ ГОСТ 8.024-2002 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности»

¹¹ Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 29.01.2015 г. № 131 «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы плотности».

Таблица 3

Метрологические характеристики эталонных установок ГЭТ 18-2014

Метрологическая характеристика	ЭУ-1	ЭУ-2
Диапазон воспроизведения, хранения и передачи единицы плотности, $\text{кг}\cdot\text{м}^{-3}$	650–23000	280–13000
Диапазон значений температуры при воспроизведении и передаче единицы плотности, $^{\circ}\text{C}$	10...40	0...100
Диапазон абсолютных значений давления при воспроизведении и передаче единицы плотности, МПа	0,08–0,11	0–10
Неопределённость по типу А, $\text{кг}\cdot\text{м}^{-3}$	$4,0\cdot 10^{-4}$	$1,1\cdot 10^{-2}$
Неопределённость по типу В, $\text{кг}\cdot\text{м}^{-3}$	$9,0\cdot 10^{-4}$	$6,0\cdot 10^{-3}$
Расширенная неопределённость, $\text{кг}\cdot\text{м}^{-3}$, при $k=2$, $P=0,95$	$2,0\cdot 10^{-3}$	$2,6\cdot 10^{-2}$

Эталонная установка ЭУ-1, общий вид которой представлен на рисунке, предназначена для воспроизведения и передачи единицы плотности вторичным эталонам и высокоточным СИ в диапазоне значений $650\text{--}23000\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ при атмосферном давлении и в диапазоне значений температуры $10\text{--}40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и состоит из комплекса следующего оборудования и СИ:

весов-компаратора массы с наибольшим пределом взвешивания $2,3\text{ кг}$;

эталонной сферы из кварцевого стекла номинальной массой 1 кг ;

установки гидростатического взвешивания эталонной сферы, включающей монолитный весовой стол из природного камня, расположенный на антивибрационном фундаменте, систему автоматического нагружения компаратора массы, систему поддержания заданной температуры и СИ температуры жидкости-компаратора и параметров окружающего воздуха.

Принцип действия ЭУ-1 основан на поочерёдном гидростатическом взвешивании эталонной сферы и калибруемых мер плотности из состава вторичных эталонов, погружённых в жидкость-компаратор. ЭУ-1 обеспечивает воспроизведение единицы плотности со средним квадратическим отклонением (СКО) $4,0\cdot 10^{-4}\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ и неисключённой систематической погрешностью (НСП) $2,1\cdot 10^{-3}\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$.

Эталонная установка ЭУ-2, общий вид которой представлен на официальном сайте ВНИИМ, предназначена для воспроизведения и передачи единицы плотности вторичным эталонам и высокоточным СИ в диапазоне значений $280\text{--}13000\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ при давлении не более 10 МПа и в диапазоне значений температуры $0\text{--}100\text{ }^{\circ}\text{C}$, состоит из комплекса следующего оборудования и СИ:

эталонного пикнометра с расширительной камерой;

весов-компаратора массы с наибольшим пределом взвешивания 10 кг ;

системы подачи жидкости/сжиженного газа в измерительную камеру пикнометра;

системы поддержания и измерения давления в измерительной камере пикнометра;

системы поддержания и измерения температуры в измерительной камере пикнометра;

средств измерений параметров окружающего воздуха.

Принцип действия установки ЭУ-2 основан на пикнометрическом методе измерений плотности – взвешивании измеряемой среды (жидкости или сжиженного газа) известного объёма при заданных значениях давления и температуры. ЭУ-2 обеспечивает воспроизведение единицы плотности с СКО $1,1\cdot 10^{-2}\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ и НСП $1,5\cdot 10^{-2}\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$.

Метрологические характеристики ГЭТ 18-2014 приведены в табл. 3.

Актуализированная Государственная поверочная схема для СИ плотности введена в действие с $01.01.2020\text{ г.}^{12}$

С января 2022 г. ВНИИМ проводит работы по совершенствованию Государственного первичного эталона единицы плотности ГЭТ 18-2014. Основной задачей совершенствования ГЭТ 18-2014 является создание основы для разработки методов метрологического обеспечения СИ плотности газов, в том числе природного газа при избыточном давлении не более 30 МПа и диапазоне значений температуры $0\text{--}100\text{ }^{\circ}\text{C}$. В результате совершенствования эталона необходимо решить следующие задачи:

расширить диапазон значений при воспроизведении единицы плотности в область значений плотности сжатых газов $0,1\text{--}400\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$;

расширить верхнюю границу значений давления при воспроизведении и передаче единицы плотности эталоном до 30 МПа ;

исключить из Государственной поверочной схемы для СИ плотности СИ и эталоны, заимствованные из других поверочных схем (эталонные сравнения – чистые газы);

повысить точность воспроизведения единицы плотности в диапазоне значений $0,1\text{--}280\text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ в $1,5$ раза за счёт исключения части систематической составляющей погрешности, вносимой погрешностью данных о плотности чистых газов, приведённых в таблицах ГСССД;

обеспечить прямую прослеживаемость СИ плотности газов к ГПЭ.

В результате совершенствования ГЭТ 18-2014 также необходимо обеспечить достоверность результатов измерений плотности, применяемых для расчёта количества тепловой энергии природного газа, поставляемого на экспорт по протяжённым участкам вводимых в эксплуатацию и существующих трубопроводов высокого давления (например, «Северный поток», компрессорная станция «Портовая», давление природного газа на выходе до 25 МПа).

Заключение. ГПЭ в области измерений вязкости и плотности находятся в процессе постоянного совершенствования, которое отражает потребности науки и техники,

¹² Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от $01.11.2019\text{ г.}$ № 2603 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений плотности».

промышленности, а также тенденции мирового метрологического сообщества. Это позволяет ВНИИМ поддерживать статус лидера в научно-технических разработках в указанной области измерений и успешно продолжать работы по актуализации эталонной базы Российской Федерации.

Список источников

1. Цурко А. А. История развития измерений вязкости // Материалы 27 симпозиума по реологии. 08–13 сентября 2014 г., Тверь, 2014. С. 70–71.
2. Цурко А. А., Демьянов А. А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне от $4 \cdot 10^{-7}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ м²/с (ГЭТ 17-96). Российская метрологическая энциклопедия. 2-е изд. Т. 1. СПб.: ИИФ «Лики России», 2015. С. 380–382.
3. Неклюдова А. А., Демьянов А. А., Сулаберидзе В. Ш. Совершенствование обеспечения единства измерений вязкости жидких сред в диапазоне температур от минус 40 °С до 150 °С // Мир измерений. 2017. № 2. С. 16–21.
4. Попов Д. Н. Динамика и регулирование гидро- и пневмосистем: Учеб. для машиностроительных вузов. М.: Машиностроение, 1976. С. 175.
5. Günther Klingenberg, Harro Bauer, *Metrologia*, 2004, vol. 41, no. 1A, 07001. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1A/07001>
6. Demyanov A. A., Tsurko A. A., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 07014. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07014>
7. Inge van Andel, Michel van Son, Adriaan van der Veen, Henning Wolf, Christian Buchner, Mostafa Mekawy, Deona Jonker and Thomas Zuble, *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 07005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/07005>
8. Demyanov A. A., Tsurko A. A., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 07015. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07015>
9. Государственные эталоны и общесоюзные поверочные схемы: Сборник. М.: Изд-во стандартов, 1978. 287 с.
10. CCM Key Comparison CCM.D-K2. Comparison of liquid density standards. Final Report, 2022. URL: [https://www.bipm.org/kcdb/comparison/download/published-section-block-](https://www.bipm.org/kcdb/comparison/download/published-section-block-file/12/37/measurement/37/ccm.d-k2.pdf)

[file/12/37/measurement/37/ccm.d-k2.pdf](https://www.bipm.org/kcdb/comparison/download/published-section-block-file/12/37/measurement/37/ccm.d-k2.pdf) (дата обращения: 28.06.2022).

References

1. Tsurko A. A., History of the development of viscosity measurements, *Pros. of the 27th Symposium on Rheology*, Tver, 2014, pp. 70–71. (In Russ.)
2. Tsurko A. A., Demyanov A. A., The state primary standard of the unit of kinematic viscosity of a liquid in the range from $4 \cdot 10^{-7}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ m²/s (GET 17-96), *Russian Metrological Encyclopedia*, 2nd ed., vol. 1, St. Petersburg, IIF “Lik Rossii” Publ., 2015, pp. 380–382. (In Russ.)
3. Neklyudova A. A., Demyanov A. A., Sulaberidze V. Sh., Improvement unity of measurements of the viscosity liquid medium in the range of temperature minus 40 °C to 150 °C, *Measurements World*, 2017, no. 2, pp. 16–21. (In Russ.)
4. Popov D. N., Dynamics and regulation of hydro- and pneumosystems: Studies for engineering universities, Moscow, Mechanical Engineering Publ., 1976, p. 175. (In Russ.)
5. Günther Klingenberg, Harro Bauer, *Metrologia*, 2004, vol. 41, no. 1A, 07001. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1A/07001>
6. Demyanov A. A., Tsurko A. A., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 07014. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07014>
7. Inge van Andel, Michel van Son, Adriaan van der Veen, Henning Wolf, Christian Buchner, Mostafa Mekawy, Deona Jonker and Thomas Zuble, *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 07005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/07005>
8. Demyanov A. A., Tsurko A. A., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 07015. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07015>
9. Gosudarstvennye etalony i obshchesoyuznye poverochnye skhemy: Sbornik [State standards and All-Union verification schemes: Collection], Moscow, Izdatel'stvo standartov Publ., 1978, 287 p. (In Russ.)
10. CCM Key Comparison CCM.D-K2. Comparison of liquid density standards. Final Report, 2022, available at: <https://www.bipm.org/documents/20126/48150831/CCM.D-K2.pdf/19456733-46ce-e626-9c05-4930ccbb10a1> (accessed: 28.06.2022).

Статья поступила в редакцию 03.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022.
The article was submitted 03.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022.

Научная статья

УДК 621.317.32

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-30-35>

Перспективы применения квантовых мер напряжения на эффекте Джозефсона для совершенствования эталонов вольт

Александр Сергеевич Катков^{1✉}, Анастасия Николаевна Петровская², Глеб Борисович Гублер³, Владимир Иванович Шевцов⁴

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

¹A.S.Katkov@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-5597-9437>

²A.N.Petrovskaya@vniim.ru

³G.B.Gubler@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1418-3680>

⁴V.I.Shevtsov@vniim.ru

Аннотация. Описано совершенствование эталонов вольт на основе эффекта Джозефсона как этап развития квантовых эталонов вольт ВНИИМ. Создание и совершенствование аппаратуры проведено на базе джозефсоновских микросхем типа «сверхпроводник – изолятор – сверхпроводник» для воспроизведения постоянных напряжений до 10 В. Представлены результаты разработки транспортируемых квантовых эталонов на базе джозефсоновских безгистерезисных микросхем типа «сверхпроводник – нормальный металл – сверхпроводник» и «сверхпроводник – изолятор – нормальный металл – изолятор – сверхпроводник». Показано, что безгистерезисные микросхемы можно применять для воспроизведения постоянных напряжений, а также напряжений произвольной формы путём аппроксимации сигналов джозефсоновскими ступенями и импульсной сигма-дельта модуляции, позволяющей воспроизводить напряжение с заданным уровнем гармоник. Приведены результаты исследования передачи единицы вольт измерительным каналам переменного напряжения с высокоточными аналого-цифровыми преобразователями из состава Государственного первичного эталона единиц электрической мощности в диапазоне частот от 1 до 2500 Гц ГЭТ 153-2019.

Ключевые слова: эффект Джозефсона, джозефсоновская микросхема, квантовая мера напряжения, сверхпроводник, изолятор, нормальный металл

Для цитирования: Катков А. С., Петровская А. Н., Гублер Г. Б., Шевцов В. И. Перспективы применения квантовых мер напряжения на эффекте Джозефсона для совершенствования эталонов вольт // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 30–35. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-30-35>

Prospects for the application of voltage quantum measures based on the Josephson effect for improving Volt standards

Alexander S. Katkov^{1✉}, Anastasia N. Petrovskaya², Gleb B. Gubler³, Vladimir I. Shevtsov⁴

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

¹A.S.Katkov@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-5597-9437>

²A.N.Petrovskaya@vniim.ru

³G.B.Gubler@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1418-3680>

⁴V.I.Shevtsov@vniim.ru

Abstract. The improvement of volt standards based on the Josephson effect as a stage in the development of VNIIM quantum volt standards is described. The creation and improvement of equipment was carried out based on Josephson arrays of the “superconductor – insulator – superconductor” type for reproducing direct current voltages up to 10 V. The results of the development of transportable quantum standards based on Josephson hysteresis-free array of the “superconductor – normal metal – superconductor” and “superconductor – insulator – normal metal – insulator – superconductor” are presented. It is shown that hysteresis-free arrays can be used to reproduce constant voltages, as well as voltages of arbitrary shape by approximating signals with Josephson steps and pulsed sigma-delta modulation, which makes it possible to reproduce voltage with a given level of harmonics. The results of a study of the transfer of a unit of volt to measuring channels of alternating voltage with high-precision analog-to-digital converters from the State primary standard of electric power units in the frequency range from 1 to 2500 Hz GET 153-2019 are presented.

Keywords: Josephson effect, Josephson array, quantum measure of voltage, superconductor, insulator, normal metal

Введение. Открытие квантового эффекта Джозефсона в 1962 г. [1] позволило резко повысить стабильность

воспроизводимого постоянного напряжения, которая до этого времени зависела от свойств электрохимических

элементов (называемых нормальными элементами), применяемых в качестве эталонов. Разработки ВНИИМ в области создания так называемых переходов Джозефсона, начиная с 1990 г. позволили внедрить эффект Джозефсона для воспроизведения единицы напряжения в первичном эталоне вольты, а установление в 1997 г. значения константы Джозефсона с неопределённостью 0,4 мкВ/В – отказаться от использования группы нормальных элементов в составе первичного эталона вольты ВНИИМ. В 2018 г. на 26-й Генеральной конференции по мерам и весам утверждена обновлённая Международная система единиц [2], в которой неопределённость константы Джозефсона принята равной нулю.

Совершенствование аппаратной реализации эталона вольты на эффекте Джозефсона связано с увеличением воспроизводимого напряжения до 10 В и применением переходов Джозефсона безгистерезисного типа, имеющих высокую стабильность воспроизводимого напряжения, а также с возможностью воспроизведения напряжения, изменяющегося во времени в виде ступенчатой кривой, что позволяет аппроксимировать напряжения произвольной формы. Дальнейшие исследования квантовых мер с применением метода импульсной накачки переходов Джозефсона показали возможность воспроизведения переменного напряжения, в том числе синусоидального с малым уровнем гармоник.

Цель настоящей работы – представить результаты исследований квантовых мер напряжения на основе эффекта Джозефсона с использованием гистерезисных и программируемых микросхем и микросхем с импульсной накачкой и применения этих мер в составе Государственного первичного эталона единицы электрического напряжения ГЭТ 13-01 для привязки единицы напряжения к фундаментальным константам в соответствии с новым определением Международной системы единиц.

Воспроизведение квантовых напряжений с использованием микросхем типа «сверхпроводник – изолятор – сверхпроводник». Внедрение эффекта Джозефсона для воспроизведения единицы электрического напряжения в Российской Федерации началось с применения точечных ниобиевых контактов, которые являлись прообразом современных переходов «сверхпроводник – нормальный металл – сверхпроводник» (СНС) Джозефсона. Развитие технологии привело к созданию переходов «сверхпроводник – изолятор – сверхпроводник» (СИС), основное преимущество которых заключалось в воспроизведении напряжения при нулевом токе через переход. При облучении перехода сверхвысокочастотным (СВЧ) сигналом на его вольтамперной характеристике появляются квантовые ступени напряжения – ступени Шапиро [3].

Напряжение на одиночном переходе Джозефсона U определяется как

$$U = khf / (2e), \quad (1)$$

где $k = \pm 1, 2, 3, \dots$ – номер ступени; h – постоянная Планка; f – частота СВЧ-сигнала; e – заряд электрона.

Формула (1) показывает, что напряжение задаётся двумя переменными параметрами – номером ступени и частотой. Типичное значение напряжения U при $k=1$ и частоте 70 ГГц составляет около 140 мкВ. Для получения больших напряжений

надо сложить напряжения на нескольких переходах, увеличить значение частоты и число используемых ступеней на одном переходе.

Вольтамперная характеристика (ВАХ) перехода СИС с облучением СВЧ-сигналом представлена на рис. 1, а.

Свойство переходов СИС работать при нулевом токе смещения позволило снизить требования к разбросу их параметров при последовательном соединении переходов, что в итоге привело к созданию джозефсоновских микросхем с выходным напряжением 1 В, а позже и 10 В. ВАХ переходов СИС является многозначной, поэтому затруднительно установить заданное значение воспроизводимого напряжения и невозможно зафиксировать напряжение в течение длительного времени из-за возможных спонтанных переходов с одного квантового уровня на другой. Мера для воспроизведения постоянного напряжения с микросхемой СИС в 2001 г. утверждена в качестве Государственного первичного эталона электрического напряжения ГЭТ 13-01 [4]. Мера включает следующие основные элементы:

источник СВЧ-излучения синусоидальной формы с регулировкой для установки оптимальной мощности облучения в процессе поиска ступени Шапиро;

одноканальное устройство управления для установки заданного выходного напряжения;

блок видеоконтроля, предназначенный для определения параметров микросхемы, обзора рабочей ступени Шапиро и определения её качества при заданной мощности облучения, а также степени влияния помех в процессе воспроизведения напряжения;

микросхему СИС, размещённую в специальном зонде при температуре жидкого гелия (4,2 К). Зонд имеет магнитное экранирование, защищающее микросхему от воздействия магнитного поля Земли, и фильтры низкой частоты для защиты от помех, поступающих по измерительным цепям.

Микросхема СИС работает без протекания постоянного тока через неё. Плавное изменение выходного напряжения достигается за счёт изменения частоты облучения, дискретное – путём изменения номера ступени Шапиро.

Единица электрического напряжения, воспроизводимая ГЭТ 13-01, прослеживается к эталону вольты Международного бюро мер и весов (МБМВ) через ключевые сличения,

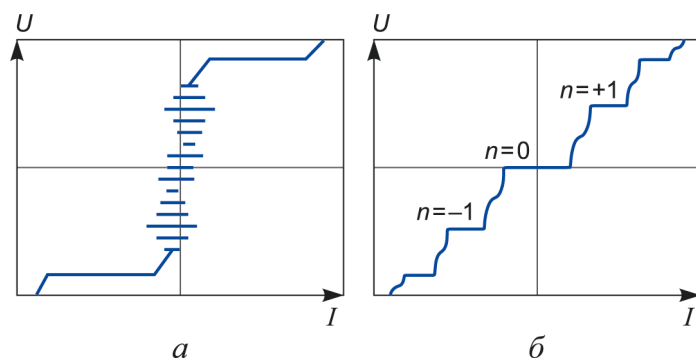


Рис. 1. Вольтамперные характеристики переходов СИС (а) и СНС (б)

Fig. 1. The current-voltage characteristics of SIS (a) and SNS (b)

Таблица 1

Сравнение квантовых напряжений U

U , В	ПСЗР, нВ	СКО, нВ
10	0,40	0,60
1	0,09	0,20
0,1	–0,07	1,60
0,01	0,20	0,85
0,001	0,04	0,70

Воспроизведение квантовых напряжений с использованием микросхем СНС. Отличие установок для воспроизведения квантового напряжения на основе переходов СНС от установок на базе переходов СИС заключается в формировании стабильных квантовых ступеней, существенно более широких по току. Чтобы выбрать квантовую ступень, задают ток смещения, проходящий через середину ступени. На рис. 1, б представлена ВАХ перехода СНС при прикладываемом к переходу СВЧ-сигнале.

В микросхемах СНС содержится большее число (примерно в пять раз) переходов, чем в обычных микросхемах СИС, вследствие того, что в микросхемах СНС обычно применяется только первая ступень Шапиро.

При создании джозефсоновских как СИС, так и СНС микросхем особое внимание уделяется равномерности СВЧ-облучения всех переходов. Для достижения равномерности используется режим бегущей волны, для которого необходимо согласовать элементы микросхемы с нагрузкой и СВЧ-генератором. С этой целью цепочки джозефсоновских переходов объединяют в согласованную полосковую линию, разбивают переходы на секции, которые включаются параллельно относительно СВЧ-сигнала. В России разработки джозефсоновских микросхем проводило ЗАО «Компэлст» [9].

Применение синусоидальных СВЧ-генераторов приводит к необходимости управления выходным напряжением микросхем СНС, путём изменения числа переходов, формирующих напряжения. Поэтому при таком построении микросхем существует необходимость формирования достаточного количества цепей управления и, соответственно, группировки переходов с целью уменьшения числа отводов, которые влияют на СВЧ согласование. Наиболее распространённая группировка переходов производится по коду 2^n или в так называемой квазидвоичной последовательности.

Установка для воспроизведения постоянного напряжения с СНС микросхемой [10] содержит следующие элементы:

источник СВЧ-излучения синусоидальной формы;

многоканальное устройство управления, необходимое для установки заданного выходного напряжения и содержащее набор генераторов постоянного напряжения с выходным сопротивлением 50 Ом;

блок видеоконтроля, предназначенный для определения параметров микросхемы;

СНС микросхему, размещённую в специальном зонде при температуре жидкого гелия. Зонд имеет магнитное

экранирование, защищающее микросхему от воздействия магнитного поля Земли.

Сравнение квантовых мер напряжений на микросхемах СИС и СНС. В [11] описаны исследования разности воспроизводимых квантовых напряжений с применением джозефсоновских микросхем СИС и СНС в диапазоне $U = 0,001 \dots 10$ В. Результаты исследований погрешности среднего значения разности (ПСЗР) и среднего квадратического отклонения (СКО) представлены в табл. 1.

Воспроизводимые напряжения включали встречно через нановольтметр Keithley 2182. Серии состояли из 30 измерений разности при положительном и отрицательном напряжениях. Время усреднения одного измерения составляло 10 с. Результаты положительной и отрицательной разности усредняли с целью исключения влияния термоэлектродвижущей силы и смещения нуля в нановольтметре. Полученная погрешность разности воспроизводимых напряжений указанном в диапазоне не превысила 0,4 нВ.

Воспроизведение переменного напряжения с использованием эффекта Джозефсона. Существуют различные методы воспроизведения переменного напряжения с использованием эффекта Джозефсона, каждый из них имеет особенности применения (вид схемы, тип оборудования, метод СВЧ-облучения и т. д.). Все частные случаи можно свести к двум концепциям: «метод синусоидального облучения», «метод импульсного облучения». Во ВНИИМ исследованы оба метода [11, 12].

Предельные возможности воспроизведения переменного напряжения с помощью преобразователя на эффекте Джозефсона с программируемой микросхемой и с импульсной накачкой оцениваются на уровне относительных погрешностей 0,1 и 0,01 мкВ/В соответственно.

Таким образом, квантовые эталоны в перспективе позволяют при частотах не более 1 кГц получить метрологические характеристики, превышающие типичные (на уровне относительной погрешности 0,4 мкВ/В) для традиционного метода воспроизведения с помощью термоэлектрических преобразователей.

Исследование высокочастотного аналого-цифрового преобразователя с применением программируемой микросхемы СНС. В [13] описаны исследования мультиметра типа 3458A – прецизионного аналого-цифрового преобразователя (АЦП) – в режиме постоянного тока при измерениях параметров переменных сигналов в низкочастотном диапазоне с помощью разработанной квантовой меры. Мера воспроизводит напряжения на основе программируемой микросхемы СНС. Определены возможности калибровки входящего в состав вольтметра интегрирующего АЦП в разных поддиапазонах напряжения, а также нестабильность во времени результатов измерений. В квантовой мере использовалась джозефсоновская программируемая микросхема производства РТВ (Германия). Параметры микросхемы: критический ток 4 мА; выходное напряжение до 1,2 В; ширина ступени по току 1 мА; частота 72 ГГц и мощность до 80 мВт СВЧ-облучения. Выходные сигналы квантовой меры: аппроксимирующий синусоиду ступенчатый сигнал частотой 50

или 53,3 Гц, амплитудой до 1,2 В, числом ступеней на период 24, числом уровней напряжения 25 или 211; ступенчатый сигнал, аппроксимирующий многотональный сигнал.

При измерениях АЦП синхронизирован по переходу через нуль измеряемого сигнала частотой 53,333 Гц. С целью исключения переходных процессов при установлении квантовой ступени перед началом измерений введена задержка порядка 50 мкс при длительности воспроизведения квантовой ступени 781 мкс и времени интегрирования АЦП порядка 350 мкс.

Измерены действующие значения (СКЗ) переменного напряжения в диапазоне 0,06–0,9 В с помощью АЦП в трёх поддиапазонах постоянного напряжения U : 0,1; 1 и 10 В (поддиапазон напряжения – номинальное значение одного из возможных пределов измерения АЦП). Отличие измеренного значения напряжения от расчётного находится в пределах нескольких единиц микровольт, делённых на вольты (табл. 2).

Стандартное отклонение результатов измерений напряжения в поддиапазоне 1 В для 12 измерений составило 0,13 мкВ/В при отклонении 0,9 мкВ/В от расчётного значения.

Измерены значения гармонических составляющих сигнала, сформированного путём суммирования основного тона с набором гармонических составляющих заданной амплитуды. Значения амплитуды для суммированных гармоник составили 30 и 20 % для второй и третьей гармоник соответственно. Вследствие конечной дискретизации по уровню синтезированного сигнала возникает пятая гармоника, её значение также рассчитано (0,51 %) и измерено. Абсолютные погрешности измеренных с помощью АЦП значений коэффициентов второй, третьей и пятой гармоник многотонального сигнала программируемой квантовой меры в поддиапазоне 1 В составили соответственно $-0,00013$; $-0,00012$; $0,00003$ %.

Согласно результатам измерений исследованный АЦП имеет высокие метрологические характеристики (неопределённость менее 5 мкВ/В) при напряжениях от десятков милливольт (см. табл. 2). Это позволяет измерять параметры низкочастотных сигналов, включая их действующее значение и спектральные характеристики, опираясь на стабильный масштабный коэффициент преобразования АЦП и стабильный внутренний опорный источник напряжения, откалиброванный по внешней мере. Полученные результаты использованы при оценке метрологических характеристик канала измерения переменного тока на основе безреактивного шунта с низковольтным выходом и канала измерения переменного напряжения Государственного первичного эталона единиц электрической мощности в диапазоне частот от 1 до 2500 Гц ГЭТ 153-2019.

Исследование квантовых мер переменного напряжения на основе переходов СНС с импульсной накачкой. Наиболее перспективным и активно развиваемым является метод импульсной накачки, который позволяет не только измерять, но и воспроизводить переменное напряжение высокой точности с расчётными параметрами. Во ВНИИМ с 2019 г. в тесном сотрудничестве с РТВ (Германия) ведутся работы по созданию квантовых эталонов для воспроизведения переменного напряжения [13] на основе джозефсоновских микросхем с переходами СНС.

Таблица 2

Погрешность измерений, мкВ/В, сигнала квантовой меры при переменном напряжении 0,06–0,9 В

U , В	0,06 В	0,20 В	0,35 В	0,75 В	0,90 В
0,1	4,5	–	–	–	–
1	2,5	1,7	1,6	1,0	–
10	–	–	–	2,5	2,0

В режиме импульсной накачки на джозефсоновские микросхемы подаются последовательности импульсов от биполярного импульсного генератора. Последовательность импульсов формируется из синтезированной в программе цифровой копии сигнала с помощью метода дельта-сигма преобразования [14, 15]. Джозефсоновские микросхемы преобразуют эти импульсы в сигнал, состоящий из импульсов с квантованным напряжением. Спектр этого сигнала содержит низкочастотную составляющую, определяющую синтезируемое переменное напряжение, и паразитные высокочастотные составляющие, которые ослабляются с помощью фильтров. Частоты паразитных составляющих превышают типичную частоту следования импульсов (несущую частоту) 14 ГГц. Для расширения диапазона формируемых напряжений применяется дополнительный источник компенсации, форма его выходного сигнала повторяет форму воспроизводимого напряжения [16, 17].

Воспроизводимое напряжение и режим работы джозефсоновской микросхемы контролируются с помощью анализатора спектра. Качество воспроизводимого переменного напряжения оценивается по амплитуде, частоте, напряжению гармоник, уровням помех и шума. Дополнительное экранирование микросхем и питание от специальных аккумуляторных источников обеспечивает снижение воздействия наводок, обусловленных высокой чувствительностью джозефсоновских микросхем к воздействию переменных электрических полей.

Джозефсоновские переходы под действием импульсной накачки могут формировать сигналы произвольной формы, в которых побочные гармоники подавляются более чем на шесть порядков [14, 18]. На практике для получения такого ослабления требуется тщательная настройка выходов биполярного импульсного генератора. Каждый канал независимо настраивается по шести параметрам трёхуровневого сигнала: амплитуде положительных и отрицательных импульсов; коэффициенту заполнения положительных и отрицательных импульсов; постоянному смещению и задержке выдачи импульса в канале. На рис. 2 представлен спектр воспроизводимого синусоидального сигнала при частоте основной гармоники 125 Гц, несущей частоте 14 ГГц. Спектр воспроизводимого синусоидального сигнала получен на двух микросхемах с 9000 и 10500 переходами без применения сигнала компенсации. Каждая джозефсоновская микросхема воспроизводит 30 и 35 мВ соответственно.

На рис. 3 показана возможность воспроизведения сигнала со сложным спектральным составом – представлен

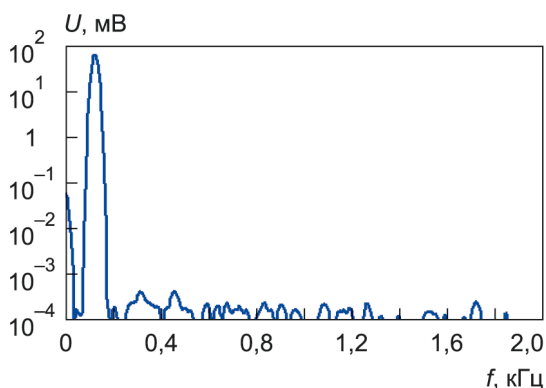


Рис. 2. Частотный спектр воспроизводимого синусоидального сигнала при частоте 125 Гц и действующем напряжении 65 мВ на двух джозефсоновских микросхемах, сигнал компенсации отсутствует

Fig. 2. Frequency spectrum of the synthesis signal at 125 Hz and sinusoidal voltage 65 mV RMS on two Josephson chips. Without compensation circuit

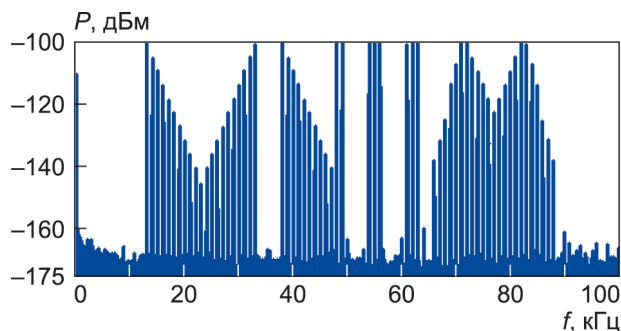


Рис. 3. Частотный спектр сигнала, который воспроизводит акроним VNIIM на четырёх джозефсоновских микросхемах, сигнал компенсации отсутствует

Fig. 3. Frequency spectrum of the synthesis signal logotype VNIIM on four Josephson chips. Without compensation circuit

Таблица 3

Погрешности низковольтных измерений

СКЗ, мВ	Δ , нВ	σ , нВ
10	46,0	1,9
0,1	-3,3	1,2
0,01	2,1	2,2

частотный спектр сигнала, который воспроизводит латинский акроним «ВНИИМ» (вид сигнала похож на последовательность английских букв V N I I M). Данная возможность позволяет переходить к воспроизведению с помощью квантовых технологий параметров гармоник сигнала. Сигнал напряжения получен

при последовательном подключении четырёх микросхем (двух по 9000 переходов и двух по 10500) и включает в себя 62 гармоники.

Подключая несколько микросхем, можно повышать уровень воспроизводимого напряжения. На четырёх джозефсоновских микросхемах, содержащих суммарно 35994 перехода, получили синусоидальное напряжение 0,5 В, которое использовали для передачи единицы вольты измерительным каналам переменного напряжения с высокоточным АЦП на основе мультиметра 3458А со специальным программным обеспечением из состава ГЭТ 153-2019 [19].

Перед началом измерений мультиметр 3458А предварительно прогревали и калибровали по мере постоянного напряжения 10 В. Измерения проводили в течение нескольких дней без использования дополнительных калибровочных процедур. Для уменьшения влияния измерительных цепей и входных параметров мультиметра 3458А частота, воспроизводимая джозефсоновской микросхемой с импульсной накачкой, устанавливалась равной 62,5 или 125 Гц [20]. В результате исследования рабочих параметров джозефсоновских микросхем установили возможность воспроизведения напряжений на уровне 0,5 В с шириной ступеней Шапиро в диапазоне 0,7–1,2 мА.

Обычно ширину ступени Шапиро определяют с помощью анализатора спектра на базе платы NI PXI 5922 [16]. Авторы настоящей статьи использовали новый метод определения ширины ступени по току с помощью метода выборок [19, 20], обеспечивающий измерение наклона ступени с разрешением 0,015 мкВ.

Исследовали кратковременную стабильность измерения переменного напряжения методом выборок, получили значение менее 0,03 мкВ/В в течение 5 мин.

При многодневных измерениях стабильность мультиметра 3458А оценена на уровне $\pm 0,09$ мкВ/В, что позволяет использовать систему на его основе в качестве эталона сравнения или эталона-переносчика при сличениях или калибровках на переменном напряжении.

Квантовые меры переменного напряжения применяли при изучении АЦП в режиме измерения действующего значения низковольтных сигналов [20]. Установили, что характеристики мультиметра 3458А, работающего в режиме АЦП, после дополнительной обработки сигнала сопоставимы с характеристиками типичного синхронного усилителя при работе на частотах 10–400 Гц. Результаты исследования – погрешность Δ и СКО σ – при трёх СКЗ основной гармоники напряжения представлены в табл. 3. Частота основной гармоники в этом эксперименте составляла 92,86 Гц, времена дискретизации и апертуры для АЦП устанавливали равными 0,5 и 0,35 мс соответственно. Одна серия измерений включала выборку из 20000 измерений.

Данные исследования продемонстрировали возможность использования 3458А в качестве малощумящего милливольтметра переменного напряжения на уровне нановольта.

Мультиметр 3458А совместно со специализированным программным обеспечением, реализующим методы обработки выборок сигнала, может служить эталоном сравнения между двумя квантовыми мерами с джозефсоновскими микросхемами переменного напряжения аналогично тому, как эталоны на основе мер постоянного напряжения служат эталонами сравнения между квантовыми эталонами постоянного напряжения на основе эффекта Джозефсона.

Результаты проведенных исследований позволяют сформировать систему передачи параметров переменного напряжения от квантовых мер к измерительным каналам напряжения и тока многофункционального ГЭТ 153-2012.

Заключение. Результаты исследования квантовых мер напряжения на основе эффекта Джозефсона с использованием гистерезисных и программируемых микросхем, микросхем с импульсной накачкой позволяют применять такие

меры в составе ГЭТ 13-01 и привязать единицу напряжения к фундаментальным константам в соответствии с новым определением Международной системы единиц.

Наибольшее практическое значение этих исследований заключается в создании надёжной высокоточной системы воспроизведения постоянного напряжения в диапазоне 0,001–10 В и формировании задела для воспроизведения переменного напряжения синусоидальной и сложной форм с опорой на фундаментальные константы и передачи единицы напряжения высокоточным АЦП и вольтметрам в диапазоне частот 0–1000 Гц.

Достигнутые результаты позволяют обеспечить возрастающие потребности науки и промышленности в точности измерений на уровне лучших национальных эталонов.

Список источников / References

1. Josephson B. D., *Phys. Lett.*, 1962, vol. 1, no. 7, pp. 251–253. [https://doi.org/10.1016/0031-9163\(62\)91369-0](https://doi.org/10.1016/0031-9163(62)91369-0)
2. *The International System of Units (SI)*, 9th ed., Paris, Bureau International des Poids et Mesures, 2019.
3. Shapiro S., *Phys. Rev. Lett.*, 1963, vol. 11, no. 2, pp. 80–82. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.11.80>
4. Александров В. С., Катков А. С., Телитченко Г. П. Новый государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы // Измерительная техника. 2002. № 3. С. 6–9 [Aleksandrov V. S., Katkov A. S., Telitchenko G. P., *Measurement Techniques*, 2002, vol. 45, no. 3, pp. 228–232. <https://doi.org/10.1023/A:1015954501462>].
5. Катков А. С. Транспортируемый эталон сравнения на эффекте Джозефсона // Измерительная техника. 2005. № 2. С. 48–51 [Katkov A. S., *Measurement Techniques*, 2005, vol. 48, no. 2, pp. 175–179. <https://doi.org/10.1007/s11018-005-0119-8>].
6. Катков А. С., Ловцыус В. Э. Компактный эталон сравнения на эффекте Джозефсона с выходным напряжением 10 В // Измерительная техника. 2011. № 7. С. 41–45 [Katkov A. S., Lovtsyus V. E., *Measurement Techniques*, 2011, vol. 54, no. 7, pp. 801–807. <https://doi.org/10.1007/s11018-011-9807-8>].
7. Behr R., Katkov A. S., *Metrologia. Technical Supplement*, 2005, vol. 42, 01005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/42/1A/01005>
8. Катков А. С., Солве С. Ключевые сличения эталонов вольты ВНИИМ и МБМВ // Измерительная техника. 2011. № 11. С. 70–73 [Katkov A., Solve S., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 54, no. 11, pp. 1313–1318. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9873-6>].
9. Гудков А. Л., Катков А. С., Козлов А. И., Краснополин И. Я., Самусь А. Н. СПИС программируемого эталона вольты и перспектива развития джозефсоновской элементной базы // Приборы. 2011. № 11(137). С. 19–25 [Gudkov A. L., Katkov A. S., Kozlov A. I., Krasnopolin I. Ya., Samus A. N., The programmable voltage standard SCIC and the development prospect of Josephson element base, *Pribory*, 2011, no. 11 (137), pp. 19–25 (In Russ.)].
10. Lee J., Behr R., Palafox L., Katkov A., Schubert M., Starkloff M., Bock A. C., *Metrologia*, 2013, no. 50, pp. 612–622. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/50/6/612>
11. Катков А. С., Ловцыус В. Э., Быков А. И., Шевцов В. И., Новодережкин Г. В. Воспроизведение вольты во ВНИИМ на основе СИС и СНС переходов Джозефсона // Измерительная техника. 2017. № 6. С. 45–48. [Katkov A. S., Lovtsyus V. E., Bykov A. I., Shevtsov V. I., Novoderezhkin G. V., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 6, pp. 589–593. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1240-1>].
12. Катков А. С., Ловцыус В. Э., Быков А. И., Шевцов В. И., Петровская А. Н., Бэр Р., Киелер О. Квантовая мера для воспроизведения сигналов переменного напряжения // Измерительная техника. 2020. № 4. С. 39–43. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-4-39-43> [Katkov A. S., Lovtsyus V. E., Bykov A. I., Shevtsov V. I., Petrovskaya A. N., Behr R., Kieler O. F., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 4, pp. 295–300. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01786-0>].
13. Gubler G., Katkov A., Investigation of ADC-Aided AC Measurement through the use of PJVS, *Conference Digest CPEM 2012*, Washington, 2012, pp. 64–65. <https://doi.org/10.1109/CPEM.2012.6250662>
14. Kieler O. F., Iuzzolino R., Kohlmann J., *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2009, vol. 19, no. 3, pp. 230–233. <https://doi.org/10.1109/TASC.2009.2019283>
15. Schreier R., Temes G., *Understanding Delta-Sigma Data Converters*, Piscataway, New Jersey, IEEE Press, 2005, 566 p.
16. Benz S. P., Dresselhaus P. D., Rüfenacht A., Bergren N. F., Kinard J. R., Landim R. P., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2009, vol. 58, no. 4, pp. 838–843. <https://doi.org/10.1109/CPEM.2008.4574646>
17. Benz S. P., Burroughs C. J., Dresselhaus P. D., *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2001, vol. 11, no. 1, pp. 612–616. <https://doi.org/10.1109/77.919419>
18. Flowers-Jacobs N. E., Rüfenacht A., Fox A. E., Dresselhaus P. D., Benz S. P., *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2016)*, 2016, pp. 1–2. <https://doi.org/10.1109/CPEM.2016.7540601>
19. Гублер Г. Б., Никитин А. Ю., Шапиро Е. З., Алексеева Н. С. Многофункциональный государственный первичный эталон единиц электрической мощности в диапазоне частот от 1 до 2500 Гц ГЭТ 153-2019 // Эталон. Стандартные образцы. 2020. № 16(1). С. 7–16. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-1-7-16> [Gubler G. B., Nikitin A. Yu., Shapiro E. Z., Alekseeva N. S., Multifunctional state primary power standard in the frequency range from 1 to 2500 Hz, GET 153-2019, *Measurement Standards. Reference Materials*, 2020, no. 16(1), pp. 7–16 (In Russ.)].
20. Katkov A., Gubler G., Shevtsov V., Petrovskaya A., Behr R., Kieler O., *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM-2020)*, 2020, pp. 1–2. <https://doi.org/10.1109/CPEM49742.2020.9191742>

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022.

Научная статья

УДК 543.27:006.91

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-36-42>

Развитие эталонной базы и средств метрологического обеспечения газоаналитических измерений в Российской Федерации

Анна Викторовна Колобова

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, akol@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6042-6933>

Аннотация. Представлена история формирования эталонной базы и метрологической инфраструктуры газоаналитических измерений в Российской Федерации. Описан Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019. Проведено сравнение основных метрологических характеристик ГЭТ 154-2019 с метрологическими характеристиками аналогичных эталонов ведущих национальных метрологических институтов зарубежных стран. Приведена информация об участии вышеуказанного эталона разных поколений в международных ключевых сличениях, проводимых под эгидой Консультативного комитета количества вещества Международного бюро мер и весов. Дана оценка метрологического обеспечения газоаналитических измерений в Российской Федерации. Представлены актуальные задачи газоаналитических измерений в различных областях: экологического контроля, включая контроль выбросов загрязняющих веществ, парниковых газов, атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны; нефтегазового комплекса, в том числе контроль состава углеводородного сырья и продуктов его переработки; контроль паров этанола в выдыхаемом воздухе. Показаны роль и возможности ГЭТ 154-2019 в обеспечении единства измерений по передаче единиц содержания компонентов средствам измерений.

Ключевые слова: государственный первичный эталон, содержание компонентов, газовые среды, измерительные задачи, природный газ, выбросы, парниковые газы

Для цитирования: Колобова А. В. Развитие эталонной базы и средств метрологического обеспечения газоаналитических измерений в Российской Федерации // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 36–42. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-36-42>

Благодарности: автор выражает благодарность сотрудникам научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ВНИИМ им. Д. И. Менделеева за предоставленные материалы и помощь в их обсуждении и интерпретации.

Development of the reference base and means of metrological assurance of gas analytical measurements in the Russian Federation

Anna V. Kolobova

D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia, akol@b10.vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6042-6933>

Abstract. The history of the formation of the reference base and metrological infrastructure of gas analytical measurements in the Russian Federation is presented. The State primary standard of units of molar fraction, mass fraction and mass concentration of components in gas and gas condensate media GET 154-2019 are described. The new equipment included in the newly approved standard GET 154-2019 is described. The main metrological characteristics of GET 154-2019 are presented in comparison with the metrological characteristics of similar standards of leading national metrological institutes of foreign countries. Information is provided on the participation of the GET 154 standard of different generations in international key comparisons conducted under the auspices of the Consultative Committee for Amount of Substance of the International Bureau of Weights and Measures. The assessment of metrological support of gas analytical measurements in the Russian Federation is given. The current tasks of gas analytical measurements in the field of environmental control, including control of emissions of pollutants, greenhouse gases, atmospheric air and working area air, in the field of the oil and gas industry, including control of the composition of hydrocarbon raw materials and products of its processing, in the field of control of the presence of ethanol vapors in the exhaled air are presented. The role and capabilities of GET 154-2019 in ensuring the uniformity of measurements for the transfer of units of measurement of the content of components to measuring instruments are shown.

Keywords: state primary standard, component content, gas media, measurement tasks, emissions

Acknowledgments: the author is grateful to the staff of the Research department of state standards in the field of physico-chemical measurements of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology for the materials provided and assistance in their discussion and interpretation.

Введение. Определение содержания целевых компонентов в газовых средах (газоаналитические измерения) на протяжении многих десятилетий остаётся одним из самых

востребованных видов физико-химических измерений состава веществ. Исторически это обусловлено необходимостью контроля состава газовых сред в разнообразных

промышленных технологических процессах для обеспечения качества выпускаемой продукции и создания безопасных условий трудовой деятельности. Не менее важны результаты измерений содержания вредных загрязняющих веществ в атмосферном воздухе для соблюдения санитарно-гигиенических нормативов. Поэтому в середине прошлого века получили широкое распространение инструментальные средства газового анализа, прежде всего автоматические газоанализаторы. Появление таких приборов потребовало создания соответствующих средств метрологического обеспечения. В Российской Федерации эта задача была поставлена перед ведущим научным метрологическим институтом – ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Сложившаяся в газовом анализе ситуация детально проанализирована Д. К. Коллеровым, возглавлявшим в период 1960–1975 гг. отдел физико-химических измерений ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Д. К. Коллеров сделал заключение, что в основе измерений большинства газоанализаторов лежит сравнение анализируемого объекта с мерой (эталонной газовой смесью), что позволило отнести газоанализаторы к средствам измерений и начать разработку централизованной системы обеспечения единства измерений содержания компонентов в газовых средах по аналогии с поверочными схемами других физических величин. В 1987 г. во ВНИИМ завершены работы по созданию и метрологическому исследованию комплекса прецизионной газосмесительной и газоаналитической аппаратуры, который и был утверждён в качестве Государственного первичного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых средах ГЭТ 154-1987. Эталон стал верхним звеном многоуровневой государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых средах. Основные исследования по созданию эталона и поверочной схемы проведены А. В. Бобылевым, М. Ю. Гориной, Л. А. Конопелько, Г. Р. Нежиховским, Е. А. Хацкевичем, Ю. А. Кустиковым.

Совершенствование эталона ГЭТ 154-1987. В течение последующих десятилетий газовый анализ стал одной из наиболее динамично развивающихся областей физико-химических измерений, что потребовало существенной модернизации ГЭТ 154-1987. До 2016 г. модернизацией эталона руководил проф. Л. А. Конопелько. В результате проведённых исследований последовательно разработаны версии эталона разных поколений, утверждённые в 2001, 2011 и 2016 гг. (ГЭТ 154-2001, ГЭТ 154-2011 и ГЭТ 154-2016).

Последняя модернизация ГЭТ 154-2016 проведена в период 2016–2019 гг.

Усовершенствованы следующие эталонные комплексы:

для измерений молярной доли основных примесей в высокочистых газах (гелий, азот, аргон, кислород), используемых в микроэлектронной, ракетной, химической и других отраслях промышленности;

для измерений молярной доли компонентов в углеводородных газовых смесях в целях контроля состава углеводородного сырья и продуктов его переработки;

для верификации и аттестации эталонных газовых смесей на основе химически активных газов.

Разработаны и созданы эталонные комплексы для измерений следующих величин:

молярной доли, массовой доли и массовой концентрации этанола в водных растворах и газовых смесях в целях метрологического обеспечения анализаторов паров этанола в выдыхаемом воздухе; указанные анализаторы применяют для освидетельствования водителей на состояние алкогольного опьянения;

молярной доли изотопов диоксида углерода $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ и отношения изотопов углерода в газовых смесях на основе диоксида углерода; данный эталонный комплекс создан для идентификации происхождения углеродсодержащих компонентов, в том числе при фоновом мониторинге состава атмосферного воздуха, и обеспечивает эффективный контроль содержания парниковых газов в рамках исследований по изменению климата;

массовой концентрации компонентов дозврывоопасных концентраций паров горючих и взрывоопасных жидкостей в диапазоне 5–50 % нижнего концентрационного предела распространения пламени.

В процессе совершенствования эталона впервые создана единая информационная система обеспечения функционирования эталонных комплексов и установок первичного эталона, задачей которой стала автоматизация и контроль качества полного технологического цикла изготовления газовых смесей – эталонов сравнения, предназначенных для передачи единиц содержания компонентов в газовых средах от ГЭТ 154-2019 вторичным и рабочим эталонам и высокоточным средствам измерений.

По метрологическим характеристикам ГЭТ 154-2019 сопоставим с аналогичными эталонами ведущих национальных метрологических институтов (НМИ) мира (табл. 1, где U_p – относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата $k=2$) [1], что подтверждено результатами международных сличений.

С конца прошлого века эталон единицы молярной доли компонентов в газовых средах разного поколения регулярно участвует в международных ключевых сличениях Консультативного комитета по количеству вещества: метрология в химии и биологии Международного бюро мер и весов (МБМВ). К настоящему времени с участием описываемого эталона проведено более 60 сличений, по результатам которых в международную базу данных калибровочных и измерительных возможностей (calibration and measurement

Таблица 1

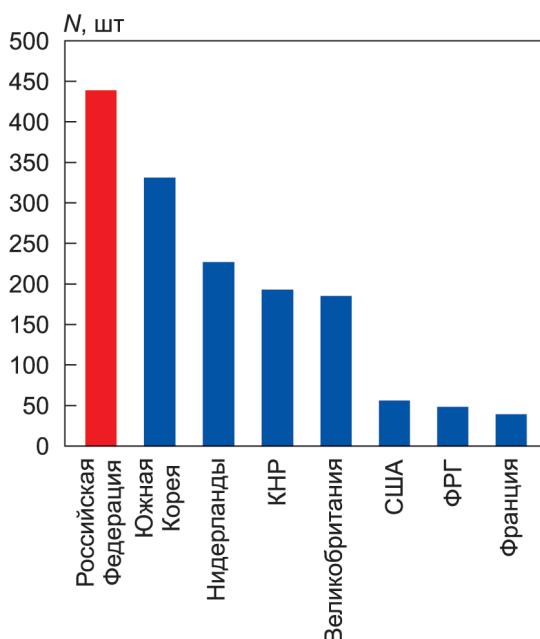
Основные метрологические характеристики национальных эталонов в области газового анализа

НМИ	Молярная доля, %	U_p , %
ВНИИМ им. Д.И. Менделеева (Российская Федерация)	$1,5 \cdot 10^{-8}$ –99,99999	6,60–0,05
NIST (США)	$1,0 \cdot 10^{-8}$ –99,99999	10,0–0,2
ВМ (ФРГ)	$3,0 \cdot 10^{-7}$ –99,99999	8,00–0,25
NPL (Великобритания)	$1,0 \cdot 10^{-7}$ –99,99999	10,00–0,04

Таблица 2

ЭС-СО состава газовых смесей в баллонах под давлением

Тип	Виды газовых смесей
ГСО 10767-2016	Искусственная газовая смесь на основе бензола, метил-, этил- и винилбензола, диметилбензолов
ГСО 10768-2016	Искусственная газовая смесь на основе инертных, постоянных газов
ГСО 10769-2016	Искусственная газовая смесь на основе кислородсодержащих и азотсодержащих газов
ГСО 10770-2016	Искусственная газожижкостная смесь на основе углеводородов
ГСО 10771-2016	Искусственная газовая смесь на основе серосодержащих газов
ГСО 10772-2016, ГСО 10773-2016	Искусственная газовая смесь на основе углеводородов
ГСО 10774-2016	Искусственная газовая смесь на основе химически активных газов
ГСО 10775-2016	Искусственная газовая смесь на основе хладонов



Количество N CMC-строк по измерительной категории «Газы» (по данным базы данных KCDB <https://www.bipm.org/kcdb/> на май 2022 г.)

The number N of CMC according to the measurement category "Gases" (according to the KCDB database <https://www.bipm.org/kcdb/> on May 2022)

capabilities (CMC)) МБМВ по состоянию на май 2022 года внесено 439 CMC-строк¹. Этот факт – объективное свидетельство того, что Российская Федерация в области газового анализа занимает ведущую позицию в мире (рисунок). Результаты международных сличений опубликованы в ведущем международном журнале по фундаментальной и прикладной метрологии "Metrologia", выпускаемом МБМВ [2–11].

В 2020 г. выполнена актуализация государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов

в газовых и газоконденсатных средах². Основными средствами передачи единиц содержания компонентов от ГЭТ 154-2019 стали эталоны сравнения – стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением (ЭС-СО). С помощью ЭС-СО обеспечен выпуск утвержденного типа стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением 0-го, 1-го и 2-го разрядов (стандартных образцов поверочных газовых смесей (ГСО-ПГС)), являющихся основными средствами поверки газоаналитических средств измерений. ГСО-ПГС производят с помощью эталонных

комплексов аппаратуры – вторичных, разрядных рабочих эталонов, которые в свою очередь получают единицу от ЭС-СО. В настоящее время в Российской Федерации действует 28 предприятий, включая 9 предприятий ПАО «Газпром», выпускающих ГСО-ПГС общим количеством около 120000 баллонов в год (по данным на 2021 г.). Эти предприятия оснащены вторичными и рабочими эталонами (в количестве 8 и 30 штук, соответственно), на которых с помощью ЭС-СО измеряют содержание газовых компонентов в ГСО-ПГС. При этом на предприятиях ПАО «Газпром» постоянно функционируют рабочие эталоны, обеспечивающие выпуск стандартных образцов состава магистрального природного газа, которые применяют для контроля его качества.

Все типы ЭС-СО, с помощью которых передается единица молярной доли от ГЭТ 154-2019, – многокомпонентные газовые смеси в баллонах под давлением с возможностью выпуска внутри одного типа ЭС-СО множества видов газовых смесей различных реализаций во всех указанных диапазонах измерений с указанной расширенной неопределенностью по каждому компоненту. Разработанные типы ЭС-СО приведены в табл. 2.

Кроме ЭС-СО в баллонах под давлением в качестве средства передачи единицы от ГЭТ 154-2019 используются эталоны сравнения – источники микропотока газов и паров, которые представляют собой меру, хранящую и воспроизводящую единицу массовой концентрации компонента в газовых смесях при использовании в составе генераторов газовых смесей. Источник микропотока газов и паров – сосуд с проницаемыми стенками, заполненный чистым веществом (жидкостью, твердым веществом или сжиженным газом) для создания микропотока целевого компонента при установленном значении объемного расхода [12].

В стратегии развития работ МБМВ до 2025 г. в области газового анализа планируется проведение сличений по таким измерительным объектам, как парниковые газы, озон

¹ KCDB [Электрон. ресурс]: URL: <https://www.bipm.org/kcdb/> (дата обращения: 28.06.2022).

² Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 декабря 2020 года № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах».

и химически активные газы на атмосферном уровне, природный газ, нефтезаводские газы, летучие органические компоненты в азоте и воздухе, судебно-медицинские газы и медицинские газы, бинарные и многокомпонентные газовые смеси, соответствующие составу промышленных выбросов, чистые газы с анализом примесей, гравиметрические газовые смеси, полученные различными способами. Метрологические характеристики ГЭТ 154-2019 позволяют продолжить практику активного участия ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в сличениях по перечисленным выше измерительным объектам.

Актуальные измерительные задачи в области анализа газовых сред. Согласно законодательству по обеспечению единства измерений в Российской Федерации совершенствование эталонной базы – одна из основных задач деятельности государственных научных метрологических институтов. При этом совершенствование эталонов представляет собой непрерывный процесс, что определяется социально-экономическим и промышленным развитием страны.

В области анализа газовых сред можно выделить несколько актуальных измерительных задач:

определение содержания загрязняющих веществ в промышленных выбросах в непрерывном режиме с помощью автоматических измерительных систем (АИС) в соответствии с проводимой в стране реформой управления природоохранной деятельности промышленных предприятий [13];

определение выбросов парниковых газов при реализации стратегии социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 г.³;

углубленный контроль состава добываемого газообразного углеводородного сырья с целью оценки его качества как товарного продукта и создания новых эффективных технологий его переработки, включая увеличение производства сжиженного природного газа и газомоторных топлив, в соответствии с Энергетической стратегией России до 2035 г.⁴;

контроль содержания паров этанола в выдыхаемом воздухе водителей транспортных средств при обеспечении безопасности дорожного движения.

К проблемам метрологического обеспечения контроля содержания загрязняющих веществ в промышленных выбросах с помощью АИС относится разработка методик и средств испытаний и проверок, обеспечивающих достоверность результатов измерений в условиях сложной многокомпонентной газовой среды, параметры которой (повышенная температура и влажность, наличие химически активных компонентов) в ряде случаев крайне негативно влияют на процесс измерений. В таких условиях оценка качества измерений требует создания специальных технических средств,

моделирующих условия и состав реальной среды, чтобы гарантировать определение метрологических характеристик АИС в реальных условиях эксплуатации, как это предусмотрено нормативными правовыми документами.

Поэтому для испытаний АИС в целях утверждения типа во ВНИИМ разработан комплекс газосмесительного аналитического оборудования, с помощью которого создаётся газовая среда с параметрами, аналогичными параметрам реальных сред промышленных выбросов, и воспроизводится содержание газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице. Разработанный комплекс аттестован в качестве государственного вторичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице [14].

Задача определения содержания в атмосферном воздухе так называемых парниковых газов также относится к приоритетным измерительным задачам в области газового анализа. Считается, что именно увеличение выбросов парниковых газов антропогенного происхождения обуславливает тренд увеличения среднегодовой температуры на планете, ведущий к глобальным негативным климатическим изменениям⁵. Новые возможности фоновых мониторингов атмосферы открываются при измерениях отношения изотопов углерода-12 и углерода-13. Для решения поставленной задачи разработана эталонная установка, методика измерений и соответствующие стандартные образцы утверждённого типа, по характеристикам соответствующие составу и диапазонам измерений парниковых газов в атмосферном воздухе. Так, в состав ГЭТ 154-2019 включена эталонная установка на базе анализатора отношения стабильных изотопов углерода ($\delta^{13}\text{C}$) в CO_2 Picarro G2131i для метрологического обеспечения изотопных газоанализаторов CO_2 в атмосферном воздухе. Разработаны стандартные образцы ГСО 11037-2018 изотопного состава углерода в газовых смесях на основе CO_2 .

В обширной области контроля газообразных сред товарных продуктов газо- и нефтепереработки можно выделить как традиционные задачи, такие как контроль качества товарной продукции и сырья для последующей переработки, так и относительно новые задачи, связанные с необходимостью контроля качества продуктов, полученных по новым, перспективным, в частности, криогенным технологиям.

Следует отметить, что традиционные задачи в последние годы претерпели значительные изменения, обусловленные уточнением и, частично, ужесточением требований к параметрам товарной продукции в связи с гармонизацией международных и отечественных нормативных документов в этой области и увеличением объёмов нефтяного попутного газа, вовлекаемого в качестве добавок в транспортируемый природный газ. В связи с этим ужесточены

³ Стратегия социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 года. URL: <http://static.government.ru/media/files/ADKkCzp3fWO32e2yA0BhtlpzWfHaiUa.pdf> (дата обращения: 21.06.2022).

⁴ Энергетическая стратегия России на период до 2035 года. URL: <http://static.government.ru/media/files/w4sigFOiDjGVDYT4lgsApssm6mZRb7wx.pdf> (дата обращения: 21.06.2022).

⁵ Рамочная конвенция Организации Объединённых Наций об изменении климата (ООН, 1992). URL: https://www.un.org/ru/documents/decl_conv/conventions/climate_framework_conv.shtml (дата обращения: 21.06.2022).

требования к составу товарного природного газа, которые предусматривают определение содержания углеводородов C_{6+} , а в некоторых случаях вплоть до количественного определения углеводородов с числом атомов углерода до 40, расширение номенклатуры контролируемых серосодержащих соединений (включающей помимо сероводорода и метилмеркаптана тяжелые тиолы и сульфиды), инертных газов (гелия, аргона), тяжелых металлов (в частности, ртути). Ещё большим количеством контролируемых компонентов, разнообразием номенклатуры и широтой диапазонов их содержания характеризуются газообразные продукты нефтепереработки и нефтехимии. Анализ заявок от предприятий этой отрасли показывает, что существует потребность в выпуске ГСО-ПГС, которые могут содержать до 50 индивидуальных компонентов.

Для контроля качества измерений состава природного газа с помощью рабочих лабораторных и потоковых хроматографов разработаны ГСО двух типов, а именно стандартные образцы – имитаторы природного газа (ГСО-ИПГ) и магистрального природного газа (ГСО-ПГМ) [16].

ГСО-ИПГ являются имитаторами состава природного газа и представляют собой многокомпонентные искусственные газовые смеси, изготавливаемые в баллонах под давлением с использованием специальной газосмесительной аппаратуры и чистых веществ и аттестуемые на комплексах аналитической аппаратуры рабочих эталонов 1-го разряда методом компарирования с ЭС-СО.

В отличие от ГСО-ИПГ ГСО-ПГМ создают на основе проб магистрального природного газа путём их аттестации на комплексах хроматографической аппаратуры рабочих эталонов 1-го разряда методом компарирования с использованием ЭС-СО.

Возможность создания ГСО-ПГМ на основе проб магистрального природного газа, отобранных в баллоны-пробоотборники, подтверждена положительными результатами многолетних исследований стабильности состава таких проб, проведённых ВНИИМ им. Д. И. Менделеева совместно с ПАО «Газпром». Основные условия, обеспечивающие стабильность компонентного состава ГСО-ПГМ: правильный выбор пробоотборников, соблюдение режимов пробоотбора, допустимое содержание водяного пара и сернистых соединений. Требования к процедурам отбора проб магистрального природного газа и их аттестации в качестве ГСО-ПГМ установлены в разработанных технических условиях⁶.

Создание ГСО-ПГМ, выпуск которых реализован на 9 предприятиях ПАО «Газпром», позволило упростить и удешевить технологический процесс изготовления в результате исключения стадии приготовления газовой смеси заданного состава и повышения оперативности реагирования в случае изменения состава газа. Выпуск ГСО-ПГМ в непосредственной близости к химико-аналитическим лабораториям, обеспечивающим контроль качества природного газа, приводит к снижению затрат на транспортирование ГСО-ПГМ.

Развитие технологий добычи углеводородного сырья и интенсификация процессов глубокой переработки закономерно ведут к расширению номенклатуры как видов углеводородного сырья, так и продуктов его переработки. В последние годы на рынке появились относительно новые виды сырья, транспортировка и переработка по традиционным технологиям которых затруднена. В первую очередь это газовые конденсаты – продукты газо- и нефтедобычи, представляющие собой сложные смеси жидких углеводородов (от пентанов и выше), и растворенные в них низкомолекулярные углеводородные и так называемые «постоянные» газы (азот, кислород, аргон, диоксид углерода и пр.). Газоконденсатный флюид – газожидкостная метастабильная в нормальных термобарических условиях смесь. Поэтому перед транспортировкой на переработку сырой газовый конденсат непосредственно на промысле разделяют на газовую фазу (метан или метан и этан при более глубокой сепарации) и нестабильный газовый конденсат. Далее транспортируют нестабильный газовый конденсат по конденсатопроводу на завод, где происходит его дальнейшая стабилизация и фракционирование на продукты первичной переработки, которые, в свою очередь, перерабатывают в товарные продукты.

Для метрологического обеспечения потоковых хроматографов, контролирующих состав газовых конденсатов, требуется применение стандартных образцов нестабильного газового конденсата, соответствующих характеристикам реальной среды. Это достигается применением специализированных баллонов, поддерживающих необходимые термобарические условия для постоянства фазового равновесия многокомпонентной газо-жидкостной смеси.

Воспроизведение и передача единиц содержания компонентов нестабильного газового конденсата, а также продуктов его переработки осуществляется с помощью ГСО-ПГС, приготовленных гравиметрическим методом из чистых газов, жидких и твёрдых веществ. Аттестацию ГСО-ПГС проводят без предварительного разгазирования пробы, что обеспечивает исключение составляющих неопределённости, обусловленных процедурами разгазирования, сбора и измерения объёма газа дегазации, сбора и измерения объёма дегазированного конденсата. Для приготовления используют специализированные баллоны постоянного давления поршневого типа, выпускаемые отечественной промышленностью по техническим условиям⁷. Такие баллоны обеспечивают постоянство фазового равновесия газожидкостных смесей. В ходе приготовления используют специальные программы расчёта фазового равновесия многокомпонентных газовых и газожидкостных смесей.

При реализации программы гармонизации отечественных стандартов с международными стандартами ИСО ВНИИМ совместно с ПАО «Газпром» разработал ГОСТ Р 53367⁸. Этот стандарт распространяется на газы горючие природные, транспортируемые по магистральным газопроводами

⁶ ТУ 0271-045-02566450-2008 «Государственный стандартный образец состава – природный газ магистральный. Технические условия».

⁷ ТУ 25.29.12-001-20810646-2020 «Баллон поршневой – постоянного давления. Технические условия».

⁸ ГОСТ Р 53367 «Газ горючий природный. Определение серосодержащих компонентов хроматографическим методом».

и предназначенные для промышленного и коммунально-бытового применения. ГОСТ Р 53367 применяют для определения серосодержащих соединений в метане, горючем природном газе и имитаторах природного газа. Для обеспечения единства измерений при контроле качества природного газа необходимо создание стандартных образцов и эталонов сравнения состава углеводородных смесей с серосодержащими компонентами. С этой целью была разработана методика измерений для аттестации стандартных образцов и эталонов сравнения состава углеводородных смесей с серосодержащими компонентами (сероводородом, карбонилсульфидом, метил-, этил-, пропил-, изопропил-, бутил-, втор-бутил-, изобутил-, трет-бутил-меркаптанами), которая обеспечивает неопределённость измерений содержания серосодержащих компонентов в 2–3 раза меньше, чем предусмотрено требованиями ГОСТ Р 53367. На основе полученных результатов разработаны требования к новому поколению стандартных образцов состава углеводородных смесей с серосодержащими компонентами. Эти исследования получили дальнейшее развитие при разработке стандарта организации СТО Газпром 5.69-2016⁹.

Одним из актуальных социальных направлений в газоаналитических измерениях является измерение массовой концентрации паров этанола в выдыхаемом воздухе. В соответствии с действующими нормативными правовыми актами для установления факта алкогольного опьянения водителя транспортного средства выполняется анализ выдыхаемого воздуха с помощью анализаторов паров этанола утверждённого типа. Заключение об алкогольном опьянении водителя выносится на основании полученных показаний анализаторов.

В состав ГЭТ 154-2019 включены комплексы эталонной аппаратуры для измерений содержания этанола в чистом этаноле, водных растворах и в газовых и парогазовых смесях. Участие ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в нескольких международных ключевых сличениях подтвердило высокие точностные характеристики ГЭТ 154-2019 и позволило включить 3 СМС-строки в базу данных МБМВ в части измерений этанола в водных растворах и газовых смесях. В целях передачи единиц содержания этанола вторичным и рабочим эталонам ВНИИМ им. Д. И. Менделеева разработаны и выпускаются эталоны сравнения – газовые смеси состава этанола в баллонах под давлением и стандартные образцы состава водных растворов этанола.

За многолетний период работы в данном направлении исследованы и разработаны методы и средства передачи единиц содержания этанола от ГЭТ 154-2019 вторичным и рабочим эталонам и анализаторам паров этанола, разработано две рекомендации на методики поверки и три национальных стандарта, в том числе ГОСТ Р 54794¹⁰. Логичным завершением построенной системы метрологического обеспечения

анализаторов паров этанола стало создание в 2019 г. отдельной государственной поверочной схемы для средств измерений содержания этанола в газовых средах¹¹.

Заключение. Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 – надёжный фундамент газоаналитических измерений в Российской Федерации, прослеживаемость к которому гарантирует достоверность и точность результатов измерений практически во всех областях анализа газовых сред, относящихся как к традиционным направлениям, так и к перспективным измерительным задачам, продиктованным развитием промышленности и социального комплекса. ГЭТ 154-2019 является одним из самых востребованных государственных первичных эталонов Российской Федерации. Количество обращений к нему для обеспечения прослеживаемости вторичных и рабочих эталонов, проведения испытаний средств измерений в целях утверждения типа, контроля качества газоаналитических измерений составляет более 3000 в год. Представленная информация – результат многолетней, плодотворной работы большого коллектива специалистов научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ВНИИМ им. Д. И. Менделеева.

Список источников

1. Колобова А. В., Конопелько Л. А., Попов О. Г. Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. № 16(3). С. 23–35.
<https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-23-35>
2. Guenther F. R., Rhoderick G. C., Marschal A., et al, *Metrologia*, 2002, vol. 39, no. 1A, 08006.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/39/1A/25>
3. Konopelko L. A., Kustikov Y. A., Vishnyakov I. M., et al, *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/08004>
4. Lee Jinbok, Lee Jeongsoon, Moon Dongmin, et al, *Metrologia*, 2011, vol. 48, no 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/08004>
5. Guenther Franklin R., Kelley Michael E., Mitchell Gerald D., et al, *Metrologia*, 2011, vol. 48, no. 1A, 08015.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/08015>
6. Lee Jeongsoon, Moon Dongmin, Lee Jinbok, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08016.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08016>
7. Lim Jeong Sik, Lee Jinbok, Moon Dongmin, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08017.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08017>

⁹ СТО Газпром 5.69-2016 «Методика измерений массовой концентрации сернистых компонентов при их высоком содержании (более 50 мг/м³) в природном газе хроматографическим методом».

¹⁰ ГОСТ Р 54794 «Анализаторы паров этанола. Общие технические условия».

¹¹ Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 декабря 2019 года № 3452 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания этанола в газовых средах».

8. le Viallon, Flores Edgar, Idrees Faraz, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08029.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08029>
9. Brewer P. J., Downey M. L., Atkins E., et al, *Metrologia*, 2018, vol. 55, no. 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08004>
10. Flores Edgar, Viallon Joële, Choteau Tiphaine, et al, *Metrologia*, 2019, vol. 56, no. 1A, 08001.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08001>
11. van der Veen Adriaan M. H., Zalewska Ewelina T., van Osselen Deborah R., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 08011.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/08011>
12. Гуревич В. Г., Павлов А. В., Павлова И. В. Термогравиметрическая установка с многокамерным термостатом для калибровки источников микропотока газа. Стабилизация производительности проницаемых источников микропотока газа // Научное приборостроение. 2018, том 28, № 1, С. 69–78.
13. Контроль промышленных выбросов автоматическими измерительными системами / Под ред. Конопелько Л. А. и Попова О. Г. СПб.:Издательство «Триумф», 2021. 286 с.
<https://doi.org/10.32986/978-5-907052-288-02-02-2021>
14. Мальгинов А. В., Попов О. Г., Колобова А. В., Конопелько Л. А., Кустиков Ю. А. Обеспечение прослеживаемости результатов измерений содержания загрязняющих веществ в промышленных выбросах автоматическими измерительными системами // Эталоны. Стандартные образцы. 2020, № 16(4). С. 17–26.
<https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-4-17-26>
15. Бахметьев П. И., Князев О. В., Конопелько Л. А., Попова Т. А., Пивоварова Н. О. Разработка и внедрение комплекса новых межгосударственных стандартов по качеству газа, гармонизированных с международными стандартами // Газовая промышленность. 2012. № S(680). С. 67–71.
16. Конопелько Л. А., Сарваров Л. В., Замахин С. В., Колобова А. В., Попова Т. А., Мешков А. В., Пивоварова Н. О. Метрологическое обеспечение контроля качества углеводородного сырья и продуктов его переработки // Газовая промышленность. 2019. № S2(786). С. 18–27.
3. Konopelko L. A., Kustikov Y. A., Vishnyakov I. M., et al, *Metrologia*, 2010, vol. 47, no. 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/08004>
4. Lee Jinbok, Lee Jeongsoon, Moon Dongmin, et al, *Metrologia*, 2011, vol. 48, no. 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/08004>
5. Guenther Franklin R., Kelley Michael E., Mitchell Gerald D., et al *Metrologia*, 2011, vol. 48, no. 1A, 08015.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/08015>
6. Lee Jeongsoon, Moon Dongmin, Lee Jinbok, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08016.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08016>
7. Lim Jeong Sik, Lee Jinbok, Moon Dongmin, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08017.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08017>
8. le Viallon, Flores Edgar, Idrees Faraz, et al, *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, 08029.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08029>
9. Brewer P. J., Downey M. L., Atkins E., et al, *Metrologia*, 2018, vol. 55, no. 1A, 08004.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08004>
10. Flores Edgar, Viallon Joële, Choteau Tiphaine, et al, *Metrologia*, 2019, vol. 56, no. 1A, 08001.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08001>
11. van der Veen Adriaan M. H., Zalewska Ewelina T., van Osselen Deborah R., *Metrologia*, 2020, vol. 57, no. 1A, 08011.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/08011>
12. Gurevich V. G., Pavlov A. V., Pavlova I. V., Thermo gravimetric device with multicamera thermostat for calibration of gas microstream sources. Productivity stabilization of permeable gas microstream sources, *Nauchnoe Priborostroenie*, 2018, vol. 28, no. 1, pp. 69–78 (in Russ.)
13. *Control of industrial emissions by automated measuring system*, ed. L. Konopelko, O. Popov, St. Petersburg, Triumph publ., 2021, 286 p. (In Russ.)
14. Malginov A. V., Popov O. G., Kolobova A. V., Konopelko L. A., Kustikov Y. A., *Measurement standards. Reference materials*, 2020, no. 16(4), pp. 17–26. (In Russ.)
<https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-4-17-26>
15. Bakhmetyev P. I., Knyazev O. V., Konopelko L. A., Popova T. A., Pivovarova N. O., Development and implementation of a set of new interstate gas quality standards harmonized with international standards, *Gas industry*, 2012, no. S(680), pp. 67–71(in Russ.)
16. Konopelko L. A., Sarvarov L. V., Samokhin S. V., Kolobova A. V., Popova T. A., Meshkov A. V., Pivovarova N. O., Metrological assurance of quality control of hydrocarbon raw materials and products of its processing, *Gas industry*, 2019, no. S2(786), pp. 18–27(in Russ.)

References

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Метрологическая аттестация алгоритма оценивания несогласованных данных ключевых сличений национальных эталонов

Наталья Александровна Бурмистрова^{1✉}, Иван Викторович Виктор², Анна Гурьевна Чуновкина³

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

¹N.A.Burmistrova@vniim.ru✉

²I.V.Viktorov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9702-1224>

³A.G.Chunovkina@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6222-5884>

Аннотация. Рассмотрен важный этап подготовки отчёта по ключевым сличениям национальных эталонов – обработка данных с использованием различных алгоритмов. Исследованы свойства оценок алгоритма обработки несогласованных данных сличений, основанного на модели случайных эффектов (random effects models, REM). Данная модель использована для описания так называемой dark uncertainty (невявленной неопределённости). При оценке свойств алгоритма применена методология метрологической аттестации алгоритмов, в основе которой лежит исследование алгоритма на типовых моделях данных, отвечающих практическим ситуациям. Методом статистического моделирования получены следующие характеристики оценок dark uncertainty: условная плотность распределения оценки, среднее квадратическое отклонение и смещение. По результатам исследований сформулированы практические рекомендации по применению алгоритма REM.

Ключевые слова: несогласованные данные, метрологическая совместимость, неопределённость измерения, алгоритм REM, dark uncertainty

Для цитирования: Бурмистрова Н. А., Виктор И. В., Чуновкина А. Г. Метрологическая аттестация алгоритма оценивания несогласованных данных ключевых сличений национальных эталонов // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 43–48. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-43-48>

Metrological certification of the algorithm for estimating inconsistent data of key comparisons of national standards

Natalia A. Burmistrova^{1✉}, Ivan V. Viktorov², Anna G. Chunovkina³

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

¹N.A.Burmistrova@vniim.ru✉

²I.V.Viktorov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9702-1224>

³A.G.Chunovkina@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6222-5884>

Abstract. Key comparisons of national measurement standard are used for establishing equivalence of measurement standards and confirmation of calibration capabilities declared by National metrology institutes. Key comparison data evaluation is an important part of comparison report. The Random Effects Model (REM) algorithm using for evaluation of inconsistent data obtained in interlaboratory comparison is investigated. Methodology of metrological attestation/validation of algorithms is applied, which implies testing the algorithms on typical data models corresponding to some practical cases. Estimates of the following performance characteristics of REM algorithms are obtained by statistical simulation: conditional probability function of the estimator of dark uncertainty as well as its bias and standard deviation. Some practical application of the algorithm, based on results obtained is discussed.

Keywords: inconsistent data, metrological compatibility, measurement uncertainty, REM algorithm, dark uncertainty

Введение. Целью ключевых сличений национальных эталонов является установление степеней эквивалентности эталонов и подтверждение заявленных участниками сличений неопределённостей измерений, что является необходимым условием признания калибровочных и измерительных возможностей (СМС) национальных метрологических институтов. Степень эквивалентности эталона

определяется как отклонение результата участника от опорного значения ключевого сличения и неопределённость этого отклонения, поэтому алгоритм определения опорного значения оказывает существенное влияние как на установление эквивалентности эталонов, так и на подтверждение заявленных неопределённостей. При обсуждении результатов сличений и при разработке алгоритмов

оценивания данных акцент делается именно на оценивание опорного значения.

Существует большое число алгоритмов обработки несогласованных данных сличений эталонов, при этом отсутствуют строгие критерии выбора того или иного алгоритма. В настоящей статье исследуется алгоритм обработки, основанный на применении модели случайных эффектов (REM). Случайные эффекты описывают некоторый дополнительный источник неопределённости (dark uncertainty), не учтённый участниками сличений и оцениваемый на основе представленных результатов измерений. В целом добавление dark uncertainty позволяет добиться согласованности данных сличений, но ставит вопросы обоснованности расширения неопределённостей всем участникам и подтверждения неопределённостей измерений.

Цель статьи – исследовать характеристики оценок dark uncertainty с применением методологии метрологической аттестации алгоритмов обработки данных и на основе полученных оценок дать рекомендации по применению алгоритма REM.

Оценивание данных ключевых сличений. В основе оценивания данных сличений лежит базовая модель $X_i = X$, где X – измеряемая величина; X_i – измеряемая величина в i -й лаборатории, $i = 1, \dots, n$; n – количество лабораторий, участвующих в сличениях. При этом предполагается, что все участники измеряют одну и ту же величину и представляют измеренное значение и соответствующую (стандартную) неопределённость (x_i , u_i). Средневзвешенное значение x_w результатов участников сличений с весами, обратно пропорциональными квадратам соответствующих стандартных неопределённостей, и неопределённость $u(x_w)$ этого значения вычисляются по формулам

$$\left. \begin{aligned} x_w &= \sum [x_i u^{-2}(x_i)] / \sum u^{-2}(x_i); \\ u(x_w) &= \sqrt{\sum u^{-2}(x_i)}, \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

где x_i – результаты участников сличений; $u(x_i)$ – стандартные неопределённости результатов.

Оценку (1) можно использовать в качестве опорного значения, если результаты всех участников согласуются с принятой моделью, т. е. принадлежат одному и тому же распределению.

В математической статистике разработано большое количество критериев совместимости/согласованности данных. При ключевых сличениях традиционно используют критерий χ^2 . Вычисляется наблюдаемое значение статистики χ^2 :

$$\chi_n^2 = \sum_{i=1}^n (x_i - x_w)^2 u^{-2}(x_i).$$

Если вероятность $P\{\chi^2(n-1) > \chi_{n-1}^2\} < 0,05$, то согласованность данных не подтверждается. Несогласованность результатов сличений означает, что результаты участников отличаются друг от друга существенно, чем это может быть объяснено заявленными неопределённостями измерений. Причины несогласованности результатов измерений могут

быть разными: нестабильность транспортируемого эталона, занижение неопределённости измерений отдельными участниками, существенное отклонение одного или нескольких результатов, обусловленное невыявленной систематической погрешностью измерения, и др. Часто простой графический анализ представленных данных позволяет выявить так называемые «выбросы», т. е. данные, которые значительно отличаются от большинства. Хотя существуют статистические критерии выявления выбросов, но с учётом важности и ответственности анализа данных ключевых сличений при принятии решений об исключении того или иного результата требуется установить возможные причины появления выброса.

Если не удаётся добиться согласованности данных путём предметного анализа бюджета неопределённостей участников, свойств транспортируемого эталона и протокола измерений, а также другой доступной информации, то необходимо применять «искусственные» алгоритмы обработки таких (несогласованных) данных. Все указанные алгоритмы основаны либо на расширении заявленных неопределённостей участников сличений, либо на исключении результатов отдельных участников. Но при расширении неопределённостей участников сличений возникает много вопросов: насколько можно считать сличения удачными, если они показали, что исходные неопределённости участников не подтверждаются, согласны ли все участники с расширением неопределённостей, есть ли предел в допустимом расширении неопределённостей участников, какие неопределённости указывать в калибровочных и измерительных возможностях и др. При использовании алгоритмов, связанных с расширением неопределённостей измерений участников сличений, ответы на эти вопросы должны содержаться в отчёте о сличениях.

Модель случайных эффектов. За более чем два десятилетия, прошедших с момента подписания CIPM MRA [1], для несогласованных данных предложены разнообразные алгоритмы оценивания опорного значения сличений [2–10], разработано разветвлённое программное обеспечение [11]. Однако анализ алгоритмов, встречающихся в отчётах о результатах ключевых сличений, показывает, что наиболее часто используются простые, «прозрачные» алгоритмы обработки данных, например, алгоритм наибольшего согласованного подмножества (largest consistent subset, LCS) [2].

Алгоритм REM пока не получил широкого практического применения, но активно обсуждается в публикациях и имеет много модификаций [3–7], поэтому представляется важным рассмотреть возможности и ограничения его использования на практике. Этот алгоритм основан на статистической модели (модели случайных эффектов) $X_i = X + B$, где B – случайный эффект (dark uncertainty), который описывает неучтённые компоненты неопределённости измерений. Дополнительно предполагается, что B принадлежит нормальному распределению N и имеет нулевое математическое ожидание: $B \in N(0, \sigma)$, причём дисперсия σ оценивается численными методами по экспериментальным данным, представленным участниками. Соответственно, неопределённость измерений увеличивается одинаково для всех участников: $\hat{u}_i^2 = u_i^2 + \sigma^2$.

Оценки опорного значения μ и дисперсии σ можно получить путём максимизации функции правдоподобия $L(\mu, \sigma^2)$ [3]:

$$\max_{\mu, \sigma^2} L(\mu, \sigma^2) = \max_{\mu, \sigma^2} \prod_{i=1}^n [2\pi(u_i^2 + \sigma^2)]^{-1/2} e^{-\frac{1}{2} \frac{(x_i - \mu)^2}{(u_i^2 + \sigma^2)}}.$$

Оценка REM имеет вид $x_{\text{REM}} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i (u_i^2 + \hat{\sigma}^2)^{-1}}{\sum_{i=1}^n (u_i^2 + \hat{\sigma}^2)^{-1}}$, где $\hat{\sigma}$ – неотрицательная оценка параметра, определяемая численно из уравнения

$$\sum_{j=1}^n \left[x_j - \frac{\sum_{i=1}^n x_i (u_i^2 + \hat{\sigma}^2)^{-1}}{\sum_{i=1}^n (u_i^2 + \hat{\sigma}^2)^{-1}} \right]^2 (u_j^2 + \hat{\sigma}^2)^{-2} = \sum_{j=1}^n (u_j^2 + \hat{\sigma}^2)^{-1}. \quad (2)$$

При отсутствии вещественных решений (2) $\hat{\sigma} = 0$.

Свойства алгоритмов и критериев в настоящей работе исследованы методами статистического моделирования с применением методологии метрологической аттестации алгоритмов обработки данных [12]: на вход алгоритма подаются смоделированные статистические данные с известными параметрами моделирования; данные обрабатываются в соответствии с исследуемым алгоритмом; результат применения алгоритма сопоставляется с заданным параметром моделирования, что позволяет оценить определённые характеристики алгоритма. Оценивали следующие характеристики алгоритма REM:

условную функцию распределения оценки dark uncertainty при заданном значении σ : $P(\hat{\sigma} < x | \sigma)$;

относительное смещение оценки dark uncertainty $[E(\hat{\sigma}) - \sigma] / \sigma$;

относительное стандартное отклонение оценки dark uncertainty $S(\hat{\sigma}) / \sigma$.

Рассмотрим статистическую модель для моделирования исходных данных сличений: предположим, что все результаты измерений нормально распределены с нулевым математическим ожиданием и дисперсией $u_i^2 + \sigma^2$, т. е.

$$x_i = N(0, u_i^2 + \sigma^2). \quad (3)$$

Также предположим, что участников сличений $n=10$ и они заявляют близкие неопределённости измерений $u_i \approx u$, кроме специально оговоренных случаев. Для удобства при моделировании зададим параметр σ , характеризующий dark uncertainty, пропорционально неопределённости измерений в лабораториях: $0 \leq \sigma \leq 2u$. Неопределённость u при расчётах зададим равной 1, что не является ограничением, так как оцениваемые далее характеристики алгоритмов зависят от отношения σ/u . Далее для модели (3) при фиксированном значении σ из приведённого интервала с шагом дискретизации $0,05u$ с использованием генератора случайных величин зададим 10^5 наборов результатов сличений. На основе полученных данных вычислим вероятностные характеристики алгоритма REM.

Оценка согласованности данных ключевых сличений.

Так как применение критерия χ^2 для проверки согласованности

данных является важной «развилкой» при обосновании выбора алгоритма оценивания опорного значения ключевых сличений, то оценим свойства этого критерия для различного количества участников сличений.

Определим величину, «обратную» мощности критерия χ^2 , т. е. вероятность того, что критерий подтверждает согласованность данных при условии, что в результатах участников присутствует dark uncertainty.

На рис. 1 приведена вероятность выполнения критерия χ^2 для $n=5, 10, 20$ и 30 участников сличений. С увеличением dark uncertainty вероятность выполнения критерия χ^2 логично уменьшается. Чем меньше количество участников сличения, тем с меньшей вероятностью критерий выявляет избыточную дисперсию (dark uncertainty). При этом для $\sigma < 0,2u$ вероятности выполнения критерия χ^2 для всех n мало изменяются и мало различаются. Таким образом, вероятность обнаружения dark uncertainty существенна при $\sigma > 0,2u$, а учитывая цели сличения, рассматривать значения $\sigma > u$ не имеет смысла. Полученный результат говорит о том, что, возможно, алгоритм REM следует непосредственно применять к анализу данных без предварительной проверки их согласованности.

Алгоритм REM имеет разные модификации, отличающиеся в том числе методами оценки избыточной дисперсии. Кроме приведённой выше сложной в реализации оценки, которая основана на максимуме функции правдоподобия и обеспечивает минимально смещённые оценки, можно перечислить оценки Менделя и Пауля (Mandel and Paule), Вангеля и Рухина (Vangel and Rukhin), Дер-Симонян и Лейрда (DerSimonian and Laird). Последняя из указанных оценок наиболее проста в применении и задаёт оценку избыточной дисперсии в явном виде: $\hat{\sigma}_{D-L} = \sqrt{\hat{\sigma}_{D-L}^2}$, где

$$\hat{\sigma}_{D-L}^2 = \left[\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x}_w)^2}{u_i^2} - (n-1) \right] \left[\sum_{i=1}^n \frac{1}{u_i^2} - \frac{\sum_{i=1}^n u_i^{-4}}{\sum_{i=1}^n u_i^{-2}} \right]^{-1}.$$

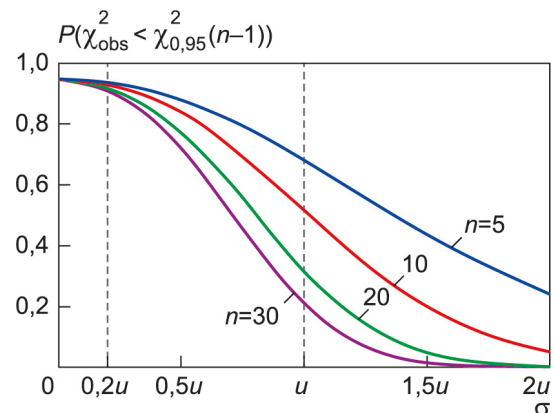


Рис. 1. Вероятность выполнения критерия χ^2 для $n=5, 10, 20$ и 30 участников сличений

Fig. 1. Probability of meeting the criterion χ^2 for $n=5, 10, 20$ and 30 participants of comparisons

На рис. 2 показаны вероятности получения нулевой оценки dark uncertainty при сличении десяти лабораторий в зависимости от значений σ (2) и оценки по Дер-Симонян и Лейрду (3). С одной стороны, даже при отсутствии dark uncertainty вероятность получения её ненулевой оценки при использовании алгоритма REM составляет более 35 % (а для оценки по Дер-Симонян и Лейрду ещё больше). С другой стороны, даже при избыточной дисперсии, равной заявленной неопределённости участников сличений ($\sigma=u$) существует довольно высокая вероятность получить

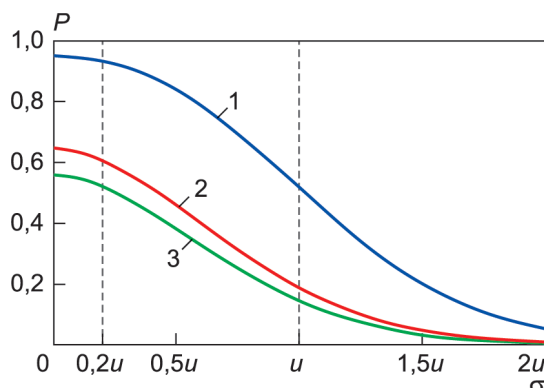


Рис. 2. Вероятности получения нулевой оценки dark uncertainty для сличения десяти лабораторий в зависимости от значений σ (2) и оценки по Дер-Симонян и Лейрду (3) и вероятность выполнения критерия χ^2 (1)

Fig. 2. Probability of equality to zero of the dark uncertainty estimate to compare ten laboratories depending on the values of σ (2) and the DerSimonyan and Laird estimates (3) and probability of meeting the criterion χ^2 (1)

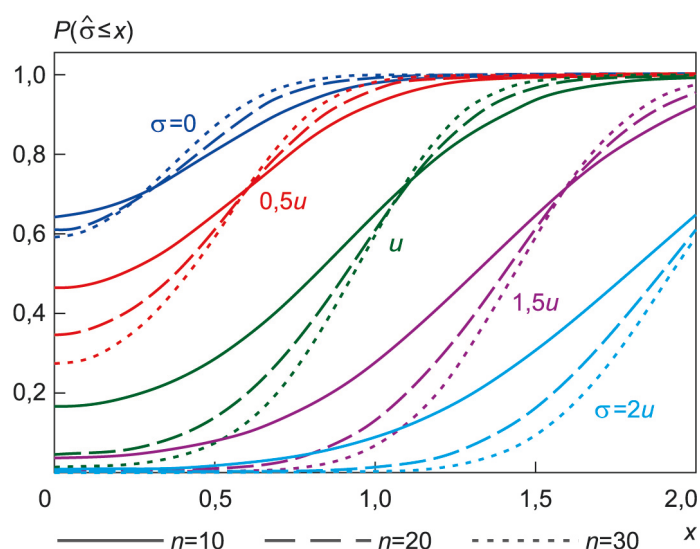


Рис. 3. Функция распределения вероятности $P(\hat{\sigma} < x|\sigma)$ для разного количества n участников сличений и различной дисперсии σ

Fig. 3. Probability distribution function $P(\hat{\sigma} < x|\sigma)$ for different n and σ

оценку $\sigma=0$. Также на рис. 2 (кривая 1) приведена вероятность выполнения критерия χ^2 .

Функция распределения вероятности оценки dark uncertainty. Применяемый в настоящей работе метод статистического моделирования позволяет построить функцию распределения вероятности для оценки избыточной дисперсии при некоторых фиксированных значениях σ и проанализировать влияние различных факторов модели. На рис. 3 показано влияние количества участников сличений для пяти возможных значений dark uncertainty, а на рис. 4 – влияние выбора оценки избыточной дисперсии для этих пяти значений (сплошная линия – оценка из максимума функции правдоподобия; пунктирная – оценка по Дер-Симонян и Лейрду). С увеличением числа участников сличений уменьшается влияние выбора оценки.

Относительное смещение оценки dark uncertainty. Методология метрологической аттестации алгоритмов позволяет определить характеристики оценок REM. На рис. 5, а приведено относительное смещение оценки избыточной дисперсии $[E(\hat{\sigma}) - \sigma]/\sigma$ для разного количества участников сличений. Независимо от количества лабораторий систематическая погрешность меньше всего при значениях σ , близких к $0,2u$. При $\sigma < 0,2u$ оценка σ завышена, а при $\sigma > 0,2u$ занижена, что особенно заметно при малом числе лабораторий. Таким образом, при $\sigma < 0,2u$ существенное положительное смещение оценки σ в итоге приводит к необоснованному завышению заявленных неопределённостей участников сличений при использовании алгоритма REM.

Относительное СКО оценки dark uncertainty. На рис. 5, б представлено относительное стандартное отклонение dark

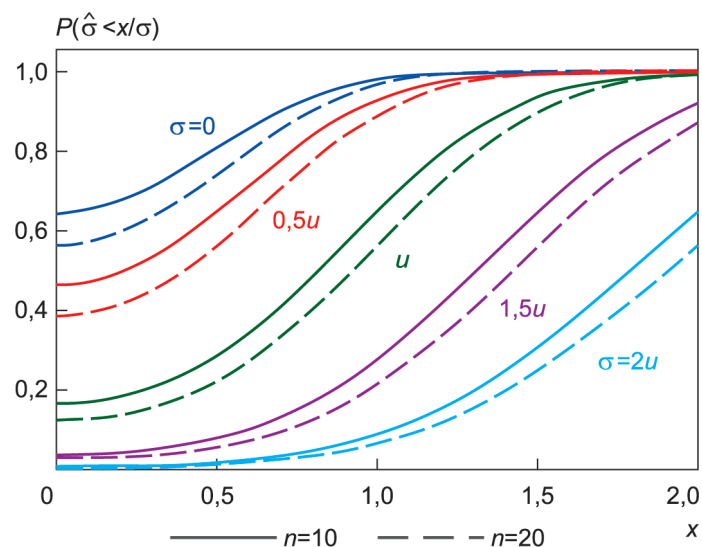


Рис. 4. Сравнение функций распределения вероятности $P(\hat{\sigma} < x|\sigma)$ для разного количества n участников сличений и различной дисперсии σ

Fig. 4. Comparison of probability distribution functions $P(\hat{\sigma} < x|\sigma)$ depending on the choice of estimates for n participants of comparisons and for different σ

uncertainty $S(\hat{\sigma})/\sigma$ для разного количества участников сличений. При $\sigma < 0,2u$ относительное стандартное отклонение значительно, а при $\sigma > 0,2u$ оно стремится к нулю.

Заключение. При метрологической аттестации алгоритма REM, в котором для обработки несогласованных данных ключевых сличений используется dark uncertainty, получены следующие результаты:

при малых значениях $\sigma < 0,2u$ вероятность обнаружения dark uncertainty с использованием критерия χ^2 мала (менее 10 %) для количества n участников сличений меньше 30. В то же время оценка σ завышена и имеет значительное стандартное отклонение, что на практике может приводить к необоснованному расширению заявленных неопределённостей участниками сличения;

при значениях $\sigma > 0,2u$ точность оценки σ увеличивается, но необходимо убедиться в практической обоснованности применения алгоритма, поскольку результатом является увеличение неопределённостей участников сличений в среднем на 20 % (и более).

Обнаружение dark uncertainty является основанием для предметного анализа результатов сличений с целью выяснения причин несогласованности данных, представленных участниками сличений. На взгляд авторов настоящей статьи, основными причинами несогласованности данных могут быть: занижение неопределённости измерений отдельными участниками; присутствие в результатах участников невыявленных (неучтённых в бюджете неопределённости) систематических погрешностей; нестабильность транспортируемого эталона. Именно незначительная нестабильность транспортируемого эталона может приводить к эффекту, который проявляется в измерениях всех участников и может быть описан с применением алгоритма REM. Для первых двух причин, которые проявляются только для отдельных результатов сличений, использование dark uncertainty может приводить к необоснованному увеличению неопределённостей всех участников.

Таким образом, важно ещё раз обратиться к целям сличений, а именно установлению эквивалентности эталонов и подтверждению заявленных неопределённостей. Эквивалентность эталонов устанавливается для конкретной группы эталонов, степень эквивалентности определена внутри этой группы. Строго говоря, если изменяется состав этой группы, то изменяются и опорное значение, и степень эквивалентности. В этом смысле применение dark uncertainty по сути является констатацией того уровня согласованности, который существует внутри конкретной группы эталонов. В то же время заявленные неопределённости участников сличений являются основой для калибровочных и измерительных возможностей, которые, в свою очередь, являются исключительной характеристикой соответствующего национального метрологического института. Поэтому вопрос подтверждения заявленных неопределённостей измерений в случае применения dark uncertainty требует обсуждения и отражения в отчёте по ключевым сличениям.

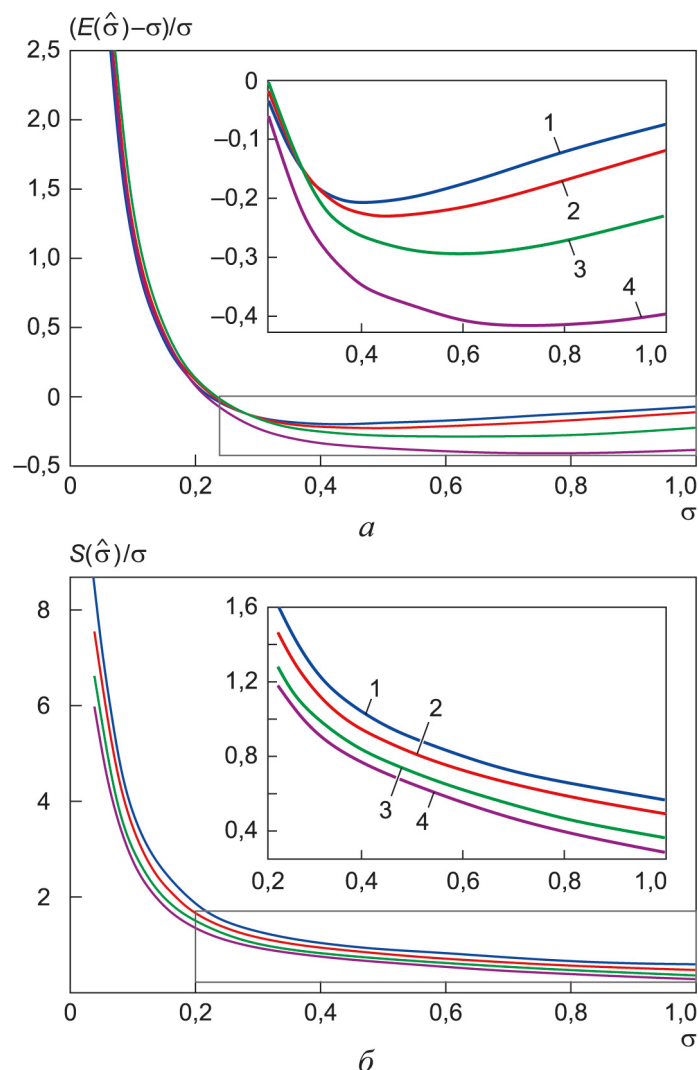


Рис. 5. Относительные смещение $[E(\hat{\sigma}) - \sigma]/\sigma$ (а) и стандартное отклонение $S(\hat{\sigma})/\sigma$ (б) оценки dark uncertainty при количестве участников сличений $n = 5, 10, 20, 30$ – кривые 1–4 соответственно

Fig. 5. Relative bias of the dark uncertainty estimate and relative standard deviation of the dark uncertainty standard deviation estimate for $n = 5, 10, 20$ and 30 participants of comparisons – curves 1–4, respectively

Список источников/References

1. CIPM MRA, Bureau International des Poids et Mesures, 1999.
2. Cox M. G., *Metrologia*, 2007, vol. 44, no. 3, pp. 187–200. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/44/3/005>
3. Willink R., *Metrologia*, 2002, vol. 39, no. 4, pp. 343–354. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/39/4/3>
4. Birge R. T., *Phys. Rev.*, 1932, vol. 40, pp. 207–227. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.40.207>
5. DerSimonian R., Laird N., *Controlled Clinical Trials*, 1986, no. 7, pp. 177–188. [https://doi.org/10.1016/0197-2456\(86\)90046-2](https://doi.org/10.1016/0197-2456(86)90046-2)
6. John Mandel and Robert C. Paule, *Anal. Chemistry*, 1970, vol. 42, no. 11, pp. 1194–1197. <https://doi.org/10.1021/ac60293a019>

7. Robert C. Paul, John Mandel, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, 1982, vol. 87, no. 5, pp. 377–385.

<https://doi.org/10.6028/jres.087.022>

8. Бурмистрова Н. А. Разработка и исследования алгоритмов обработки несогласованных данных ключевых сличений эталонов // Измерительная техника. 2014. № 10. С. 7–12 [Burmistrova N., *Measurement Techniques*, 2015, vol. 57, no. 10, pp. 1103–1112.

<https://doi.org/10.1007/s11018-015-0587-4>.

9. Burmistrova N., Viktorov I., Chunovkina A., *Proceedings of the International Conference IEEE 2019 XXIX International Scientific Symposium “Metrology and Metrology Assurance” (MMA)*, Sozopol, Bulgaria, September 06, 2019, pp. 14–18.

10. Rukhin A. L., Possolo A., *Computational Statistics and Data Analysis*, vol. 55, iss. 4, pp. 1815–1827.

<https://doi.org/10.1016/j.csda.2010.11.016>

11. Koepe A., Lafarge T., Toman B., Possolo A., *NIST Consensus Builder – User’s Manual*, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, 2020, available at: <https://consensus.nist.gov/> (accessed: 01.06.2022).

12. Тарбеев Ю. В., Челпанов И. Б., Сирая Т. Н. Аттестация алгоритмов обработки данных при измерениях // Измерения, контроль, автоматизация. 1991. №. 3. С. 3–13 [Tarbeev Ju. V., Chelpanov I. B., Siraja T. N., *Attestaciya algoritmov obrabotki dannyh pri izmereniyah, Izmerenija, kontrol’, avtomatizacija*, 1991, no. 3, pp. 3–13. (In Russ.)].

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022.

Научная статья

УДК 53.089.6

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-49-53>

Интервалы между поверками средств измерений: методические и нормативно-правовые аспекты определения

Сергей Викторович Медведевских¹, Роман Анатольевич Тетерук²✉

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

¹s.v.medvedevskikh@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

²r.a.teteruk@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0002-8057-5220>

Аннотация. Рассмотрены вопросы определения интервалов между поверками средств измерений, возникающие с ростом конкуренции на рынке средств измерений и появлением новых нормативных документов, регламентирующих порядок назначения и изменения интервалов между поверками. Проанализированы основные подходы к определению интервалов между поверками и задачи, стоящие в настоящее время при определении интервалов между поверками. Выделены нормативно-правовые, технические и методические проблемы определения интервалов между поверками и калибровками. Экспериментально определены интервалы между поверками для 12 датчиков давления на основе испытаний на метрологический отказ. Проведено сравнение результатов экспериментального и теоретического методов определения интервалов между поверками. Сделан вывод о необходимости развития современных подходов в теории метрологической надёжности. Для расширения возможностей по определению метрологической надёжности средств измерений сформулированы научные подходы к определению интервалов между поверками. Полученные результаты могут быть применены при испытаниях в целях утверждения типа средств измерений.

Ключевые слова: интервал между поверками, интервал между калибровками, испытания на метрологический отказ, ресурсные испытания

Для цитирования: Медведевских С. В., Тетерук Р. А. Интервалы между поверками средств измерений: методические и нормативно-правовые аспекты определения // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 49–53. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-49-53>

Intervals between verification of measuring instruments: methodological and regulatory aspects of the definition

Sergey V. Medvedevskikh¹, Roman A. Teteruk²✉

^{1, 2} D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia

¹s.v.medvedevskikh@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

²r.a.teteruk@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0002-8057-5220>

Abstract. The urgency of the problem of determining the intervals between verification of measuring instruments has grown significantly over the past few years. This is mainly due to the emergence of new regulatory documents, as well as increased competition in the market for measuring instruments. This article discusses the main approaches to determining the intervals between verifications. The tasks currently facing in determining the intervals between verifications are analyzed. The normative documents regulating the procedure for assigning and changing the intervals between verifications are considered. The regulatory, technical and methodological problems in determining the intervals between verifications and calibrations are highlighted. The intervals between verifications for 12 pressure sensors were experimentally determined based on metrological failure tests. The comparison of the results of experimental and theoretical methods for determining the determination of the intervals between verifications is carried out. It is concluded that it is necessary to develop modern approaches in the theory of metrological reliability. To expand the possibilities for determining the metrological reliability of measuring instruments, scientific approaches to determining the intervals between verifications are formulated. The results obtained can be applied during testing to approve the type of measuring instruments.

Keywords: interval between verifications, calibration interval, tests for metrological failure, life tests

Введение. В настоящее время одной из наиболее актуальных задач российской метрологии является задача определения интервалов между поверками (МПИ) средств измерений (СИ). На протяжении более 150 лет эту задачу решали разные учёные. В течение этого времени подходы

к определению МПИ существенно изменялись в связи с развитием научно-методического аппарата и спецификой изготовления и эксплуатации СИ, характерных для конкретных исторических периодов. Например, в 1903 г. Д. И. Менделеев в записке в Министерство финансов указывал на

необходимость уменьшения интервала между поверками весов и гирь с трёх лет до одного года [1]. Д. И. Менделеев обосновал предложение и описал не только научно-технические факторы, влияющие на работоспособность весов и гирь и связанные с различными условиями применения таких СИ (в мясной лавке или научной лаборатории), но также отметил, что уменьшение интервала между поверками весов и гирь будет способствовать развитию метрологической инфраструктуры в России на условиях самокупаемости и поддержки малых (кустарных) предприятий по производству и ремонту гирь в случае уменьшения цены за первичную и периодическую поверку. Такой комплексный подход к проблеме установления МПИ СИ остаётся актуальным и в настоящее время.

Наиболее полно описал проблемы определения МПИ и интервалов между калибровками (МКИ) СИ А. Э. Фридман. В работах [2–5] он впервые сформулировал определения таких понятий как *метрологическая надёжность* и *метрологический отказ*. Идеи А. Э. Фридмана воплощены в главном нормативном документе в области определения МПИ и МКИ настоящего времени РМГ 74-2004 «ГСИ. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений». Проблеме определения МПИ посвящён ряд публикаций в основном авторов Содружества Независимых Государств, так как понятие *поверка* используется только в этих странах [7, 8].

Цель статьи – проанализировать подходы к определению МПИ и МКИ и экспериментально определить пути дальнейшего развития научно-методического аппарата в области определения МПИ.

Анализ проблемы определения МПИ и МКИ. При определении МПИ и МКИ решают разные задачи.

Задача, решаемая при расчёте МПИ: определить такой интервал между поверками, при котором метрологические характеристики СИ не превысят нормированные значения с заданной доверительной вероятностью. Основная цель – гарантировать метрологическую исправность СИ на временном промежутке, равном МПИ.

Задача, решаемая при расчёте МКИ: найти такой интервал между калибровками, чтобы минимизировать суммарную функцию финансовых рисков и иных потерь из-за выхода метрологических характеристик СИ за заданные пределы и избыточных работ по калибровке СИ. Основная цель – оптимизация затрат. Основным критерий оптимизации – экономический.

Проблеме определения МКИ посвящён ряд публикаций, например [9, 10]. В настоящее время единого подхода к определению МКИ не существует. Стандарт OIML D 10¹ описывает лишь общие подходы и методы, однако механизмы реализации подходов отданы на откуп пользователям стандарта, что подтверждено цитатой из данного стандарта: «Не существует универсальной лучшей и

единственной методики установления и корректировки калибровочных интервалов».

Условно можно выделить три основных подхода к установлению МПИ в различных странах: административный, научно-технический и комбинированный.

К административному подходу можно отнести жёсткое регламентирование на уровне государственных нормативных актов и законов величин МПИ для различных групп однотипных СИ. Например, Приказ Росстандарта от 02.07.2019 г. № 1502 «Об утверждении рекомендуемых предельных значений интервалов между поверками средств измерений» и Постановление Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь². К научно-техническому подходу можно отнести РМГ 74-2004, который описывает основные статистические методы расчёта МПИ и МКИ. К комбинированному подходу можно отнести, например, набирающие популярность в настоящее время методы расчёта МПИ на основе риск-ориентированных подходов.

Приказ Росстандарта № 1502 от 02.07.2019 г. определяет максимальные рекомендуемые МПИ СИ. Основной предпосылкой для появления этого приказа стало множество аккредитованных организаций, необоснованно устанавливающих завышенный МПИ для различных СИ при испытаниях в целях утверждения типа.

В настоящее время в Российской Федерации актуальны следующие нормативные документы, регламентирующие порядок назначения и изменения МПИ.

1. Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008 № 102-ФЗ.

2. Приказ Минпромторга России № 2907 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств измерений».

3. Приказ Минпромторга России № 2905 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».

4. Приказ Росстандарта от 02.07.2019 № 1502 «Об утверждении рекомендуемых предельных значений интервалов между поверками средств измерений».

5. РМГ 74-2004. ГСИ. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений.

Тем не менее, существуют нормативно-правовые, технические и методические проблемы, которые не решены этими документами.

¹ OIML D 10 Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments.

² Постановление Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь от 20 апреля 2021 г. № 39 «О перечне категорий средств измерений».

Нормативно-правовые проблемы. Утвержденные ранее типы СИ имеют МПИ существенно больше, чем утверждаемые после появления приказа Росстандарта № 1502. Это приводит к тому, что отечественные разработчики новых перспективных СИ заведомо проигрывают конкурентную борьбу иностранным производителям, так как МПИ на новые типы СИ существенно меньше уже утвержденных.

Расчёты по РМГ 74-2004 могут противоречить Приказу Росстандарта № 1502. В этом случае расчёт МПИ по РМГ 74-2004 не является основанием для определения МПИ.

При определении МПИ СИ, используемых в необслуживаемых системах, возникает противоречие: датчики, используемые на опасных промышленных объектах, в обязательном порядке относятся к сфере государственного регулирования, должны быть утвержденного типа и иметь свидетельство о поверке, но поверить их в период эксплуатации зачастую невозможно.

Отсутствие нормативных документов по порядку проведения ресурсных испытаний на метрологическую надёжность (за исключением интеллектуальных датчиков) приводит к тому, что производители проводят ресурсные испытания в соответствии только с внутренними документами. Как следствие, органам госрегулирования сложно объективно рассматривать данные, предоставляемые производителями и импортерами СИ.

Приказ Минпромторга России № 2907 устанавливает порядок изменения МПИ, но не уточняет, какими критериями, кроме точности СИ, должны руководствоваться государственные научные метрологические центры и центры стандартизации и метрологии при установлении МПИ. В то же время отсутствие рекомендаций, разъясняющих применение РМГ 74-2004 и Приказа Росстандарта № 1502 в рамках порядка, предусмотренного в Приказе Минпромторга России № 2907, приводит к существенному ограничению применения РМГ 74-2004.

Методические проблемы. Данные, используемые для расчёта МПИ с применением РМГ 74-2004, могут не соответствовать реальным и часто являются необъективными. Статистические данные о прохождении поверки каким-либо типом СИ также не являются объективными исходными данными для расчёта МПИ ввиду того, что зачастую перед периодической поверкой владелец СИ или аккредитованная лаборатория проводят сервисное обслуживание, в которое входят юстировка и подготовка к поверке этого СИ. В результате информация о том, что СИ данного типа успешно проходят периодическую поверку, не может быть использована для объективного уточняющего расчёта МПИ по РМГ 74-2004.

Приказа Росстандарта № 1502 не учитывает никакой предыстории типа СИ. Проверенные годами конструктивные решения находятся в одном ряду с непроверенными временем. Производители практически никогда не проводят ресурсные испытания на метрологический отказ, только общие ресурсные испытания и испытания на надёжность.

Методики расчёта МПИ и МКИ, приведённые в РМГ 74-2004, невозможно применить к сложным и дорогостоящим СИ (таким, как калибраторы давления). Установлено, что количество образцов СИ для испытаний на метрологическую надёжность должно быть не менее 30. Когда речь идёт о высокоточных СИ, количество продаж в год которых исчисляется единицами, а стоимость составляет несколько миллионов рублей, ни один производитель не сможет представить на испытания такое количество образцов.

При ресурсных испытаниях на метрологическую надёжность достаточно большие значения МПИ можно получить только в результате использования эталонов наивысшей точности (государственных первичных эталонов или сравнимых с ними) ввиду того, что вклад неопределённости измерений в расчёт неопределённости измерений СИ при использовании менее точных эталонов оказывается значительным.

Основной проблемой технического характера является отличие испытаний на метрологический отказ от классических испытаний на отказ. Согласно ГОСТ 27.002-2015³ отказ – событие, заключающееся в нарушении работоспособного состояния объекта. Согласно РМГ 74-2004 метрологический отказ – выход метрологических характеристик СИ за установленные пределы. Таким образом, основное отличие ресурсных испытаний на отказ от ресурсных испытаний на метрологический отказ – разные критерии отказа.

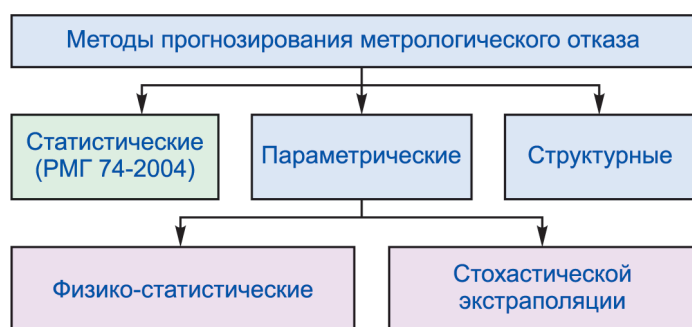
Для решения проблемы определения МПИ и МКИ, а также для повышения обоснованности принятия решений о назначении МПИ в ходе испытаний в целях утверждения типа авторы предлагают новые подходы, основанные на более широком ряде прогнозирования метрологического отказа. В основе всех предложенных подходов лежат испытания СИ на метрологический отказ и последующий анализ полученных в ходе испытаний данных с целью прогнозирования метрологического ресурса и срока службы СИ.

В настоящее время при расчётах МПИ и МКИ используются только статистические методы прогнозирования метрологического отказа, описанные в РМГ 74-2004. Применение статистических методов имеет как преимущества, так и недостатки. Из преимуществ следует выделить в первую очередь простоту сбора исходных данных и развитый математический аппарат. Среди недостатков необходимо отметить следующие: точность статистических методов в значительной мере зависит от объёма выборки; статистическая выборка должна быть однородной, т. е. объекты лидирующей группы должны эксплуатироваться в идентичных условиях эксплуатации и режимах применения (на практике это требование соблюдается редко); статистические методы неприменимы для малосерийных и уникальных СИ.

Для нивелирования недостатков статистических методов при прогнозировании метрологического отказа авторы предлагают использовать ряд других методов (рисунок):

параметрические методы, подразумевающие отказ от представления СИ как «чёрного ящика», и прогнозирование на основе измерений и анализа характерных для этого СИ параметров;

³ ГОСТ 27.002-2015. Надёжность в технике (ССНТ). Термины и определения.



Методы прогнозирования метрологического отказа

Metrological failure prediction methods

МПИ датчиков давления на основе испытаний на метрологический отказ

Номер датчика	ВПИ p , кПа	МПИ1	МПИ2
1	6,3	0,7	1
2		0,9	1
3		1,1	1
4		1,3	1
5	$1,6 \cdot 10^3$	5,1	5
6		4,6	5
7		7,3	5
8		4,8	5
9	$70 \cdot 10^3$	9,5	7
10		15,9	7
11		12,3	7
12		7,1	7

структурные методы с использованием структурной схемы надёжности СИ.

В свою очередь, из параметрических методов можно выделить физико-статистические и методы стохастической экстраполяции. В ходе применения физико-статистических методов анализируются физические процессы, приводящие к изменению каких-либо значимых параметров СИ.

Применение указанных методов при прогнозировании метрологического отказа даёт следующие возможности:

уменьшение выборки испытаний за счёт «виртуальных испытаний» (создания и использования цифровых двойников);

моделирование функционирования и расчёта МПИ и МКИ для разрабатываемых СИ;

постоянное оценивание метрологической исправности неизвлекаемых СИ в результате экстраполяции результатов испытаний контрольной выборки из партии СИ и использования цифровых двойников.

Экспериментальные результаты. В настоящее время во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева ведутся работы по созданию нового методического аппарата для ресурсных испытаний на метрологическую надёжность и анализа полученных данных. Планируется апробирование новых методик при анализе данных как статистическими, так и параметрическими методами.

Необходимо отметить, что в настоящее время при определении МПИ в процессе испытаний в целях утверждения типа используется алгоритм расчёта, предложенный в РМГ 74-2004. Во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева проведён эксперимент по определению МПИ группы датчиков давления

на основе испытаний на метрологический отказ. В ходе эксперимента 12 датчиков давления одного типа, но с разными верхними пределами измерений давления p (ВПИ), подвергались циклической нагрузке давлением в течение восьми месяцев. Каждые две недели показания датчиков сравнивали с показаниями первичных и вторичных эталонов давления. После обработки результатов определяли дрейф метрологических характеристик каждого датчика, а затем – МПИ каждого датчика и групп датчиков. МПИ, установленный при утверждении типа с применением алгоритма из РМГ 74-2004, составляет 5 лет для всех экспериментальных датчиков. Результаты определения МПИ датчиков давления представлены в таблице, где МПИ1, МПИ2 – интервал между поверками соответственно индивидуально для каждого датчика и группы датчиков в зависимости от ВПИ.

Заключение. Эксперимент по определению МПИ показал, что реальные значения показателей метрологической надёжности существенно отличаются от установленных в ходе испытаний в целях утверждения типа. Это свидетельствует о необходимости пересмотра регламентированных в настоящее время подходов к определению МПИ. Для расширения возможностей по определению метрологической надёжности СИ необходимо рассмотреть и оценить следующие научные подходы:

планирование и проведение испытаний на метрологический отказ, анализ результатов таких испытаний;

комбинация статистических и физических методов при анализе истории эксплуатации СИ (данные о поверках, калибровках, ремонтах, рекламациях);

динамические интервалы между поверками или калибровками: корректировка МПИ или МКИ в ходе эксплуатации на основе наблюдения за единичными экземплярами СИ; уменьшение МПИ и МКИ в процессе выработки ресурса (срока службы);

анализ культуры производства и системы качества предприятия-изготовителя СИ с целью определения его соответствия нормативным документам, предусматривающим выборочный контроль партии продукции;

применение параметрических и структурных методов теории надёжности при определении вероятности безотказной работы СИ;

применение контрольных выборок (свидетелей) для анализа надёжности СИ;

применение методов, основанных на экспертных оценках, таких как риск-ориентированные методы и методы, основанные на анализе безопасности применения СИ;

применение умных датчиков и измерительных систем, систем самоконтроля;

повышение метрологической надёжности СИ и измерительных систем введением избыточных измерительных каналов.

Список источников

1. Менделеев Д. И. Сочинения. Т. 22. Метрологические работы. Ленинград – Москва: Издательство Академии наук СССР, 1950.

2. Фридман А. Э. Основы метрологии. Современный курс. СПб.: НПО «Профессионал», 2008. 284 с.

3. Фридман А. Э. Теория метрологической надежности средств измерений. Коллективная монография «Фундаментальные проблемы теории точности». СПб.: Наука, 2001. С. 382–413.

4. Фридман А. Э. Теория метрологической надежности средств измерений // Измерительная техника. 1991. № 11. С. 3–11.

5. Фридман А. Э. Метрологическая надежность средств измерений и определение межповерочных интервалов // Метрология. 1991. № 9. С. 52–61.

6. Кострикина И. А., Галкина Е. Н. Методика определения межповерочных интервалов по результатам ускоренных испытаний // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2013. № 3 (5). С. 19–24.

7. Шабанов М. В., Разумный А. И. Установление интервалов между поверками средств измерений, применяемых в сфере законодательной метрологии в Республике Беларусь: проблемы и решения // Метрология и приборостроение. 2021. № 4. С. 38–43.

8. Carvajal S. A., Medina A. F., Bohorques A. J., Sanchez G. A., *Measurement*, 2022, vol. 187, 110316. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.110316>

9. Bobbio A., Tavella P., Montefusco A., Costamagna S., *IEEE Transactions of Instrumentation and Measurement*, 1997, vol. 46, no. 4, pp. 747–751. <https://doi.org/10.1109/19.650766>

10. Тетерук Р. А. Новый подход к определению межповерочных и межкалибровочных интервалов для средств измерений абсолютного давления // Вакуумная наука и техника: Материалы XXVIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, Судак, Россия, 16–21 сентября 2021, 2021. С. 76–79.

11. Тетерук Р. А. Новые подходы к определению интервалов между поверками // Метрология-2022: Материалы международной научно-технической конференции, Минск, Республика Беларусь, 5–6 апреля 2022, 2022. С. 99–103.

References

1. Mendeleev D. I., *Sochineniya. T. 22. Metrologicheskie raboty [Essays. Vol. 22. Metrological works]*, Leningrad – Moscow, Izdatel'stvo Akademii nauk SSSR Publ., 1950. (In Russ.)

2. Fridman A. Je., *Osnovy metrologii. Sovremennyy kurs [Basics of metrology. Modern course]*, St. Petersburg, NPO "Professional" Publ., 2008. 284 p. (In Russ.)

3. Fridman A. Je., *Teoriya metrologicheskoy nadezhnosti sredstv izmerenij.: monografiya*, St. Petersburg, Nauka Publ., 2001, p. 382–413. (In Russ.)

4. Fridman A. É., *Measurement Techniques*, 1991, vol. 34, no. 11, pp. 1075–1091. <https://doi.org/10.1007/BF00979675>

5. Fridman A. Je., *Metrologicheskaya nadezhnost' sredstv izmerenij i opredelenie mezhpoverochnykh intervalov*, *Metrologiya*, 1991, vol. 9, pp. 52–61. (In Russ.)

6. Kostrikina I. A., Galkina E. N., *Methods of determining calibration intervals based on the results of tests of forced, Measurement. Monitoring. Management. Control*, 2013, vol. 3, no. 5, pp. 19–24. (In Russ.)

7. Shabanov M. V., Razumnyy A. I., *Establishing verification intervals for measuring instruments used in the field of legal metrology in the Republic of Belarus: problems and solutions*, *Metrology and Instrument-making*, 2021, vol. 4, pp. 38–43. (In Russ.)

8. Carvajal S. A., Medina A. F., Bohorques A. J., Sanchez G. A., *Measurement*, 2022, vol. 187, 110316. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.110316>

9. Bobbio A., Tavella P., Montefusco A., Costamagna S., *IEEE Transactions of Instrumentation and Measurement*, 1997, vol. 46, no. 4, pp. 747–751. <https://doi.org/10.1109/19.650766>

10. Teteruk R. A., *Materials of the XXVIII scientific and technical conference with the participation of foreign specialists "Vacuum science and technology"*, Sudak, Russia, September 16–21, 2021, pp. 76–79.

11. Teteruk R. A., *Novye podkhody k opredeleniyu intervalov mezhdu poverkami*, *Materials of the International Scientific and Technical Conference "Metrology-2022"*, Minsk, Republic of Belarus, April 5–6, 2022, pp. 99–103.

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Модернизация Международной температурной шкалы МТШ-90: тройная точка диоксида углерода вместо тройной точки ртути

Виталий Михайлович Окладников¹, Сергей Петрович Полунин², Николай Александрович Бекетов^{3✉}, Анатолий Иванович Походун⁴

^{1, 2} Научно-производственное предприятие «Элемер», Москва, Россия

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

¹elemer@elemer.ru, ²polunin@elemer.ru, ³n.a.beketov@vniim.ru ✉, ⁴a.i.pokhodun@vniim.ru

Аннотация. Исследовано одно из направлений совершенствования МТШ-90 – поиск фиксированной температурной точки, альтернативной тройной точке ртути, например тройной точки диоксида углерода. Необходимость данного направления совершенствования обусловлена подписанием в 2013 г. под эгидой ООН Минаматской конвенции о ртути и отказом от производства новых средств измерений на основе ртути (жидкостных ртутных термометров и пр.). Разработана конструкция ампулы для реализации тройной точки диоксида углерода. Приведены методы реализации и результаты исследований воспроизводимости температуры тройной точки диоксида углерода. Результаты исследований показывают перспективность использования температуры тройной точки диоксида углерода в качестве реперной точки МТШ-90 вместо температуры тройной точки ртути, а также возможность применения тройной точки диоксида углерода для калибровки как капсульных, так и стержневых эталонных платиновых термометров сопротивления.

Ключевые слова: температура, реперная точка, МТШ-90, ртуть, диоксид углерода, тройная точка

Для цитирования: Окладников В. М., Полунин С. П., Бекетов Н. А., Походун А. И. Модернизация Международной температурной шкалы МТШ-90: тройная точка диоксида углерода вместо тройной точки ртути // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 54–57. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-54-57>

Modernization of the International Temperature Scale ITS-90: triple point of carbon dioxide instead of triple point of mercury

Vitaly M. Okladnikov, Sergei P. Polunin², Nikolay A. Beketov^{3✉}, Anatolii I. Pokhodun⁴

^{1, 2} Elemer, Moscow, Russia

^{3, 4} D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia

¹elemer@elemer.ru, ²polunin@elemer.ru, ³n.a.beketov@vniim.ru ✉, ⁴a.i.pokhodun@vniim.ru

Abstract. One of the directions for improving the ITS-90 is investigated – the search for a fixed temperature point, an alternative to the triple point of mercury, for example, the triple point of carbon dioxide. The need for this direction of improvement is due to the signing in 2013 under the auspices of the UN of the Minamata Convention on Mercury and the refusal to produce new measuring instruments based on mercury (liquid mercury thermometers, etc.). The design of the cell for the implementation of the triple point of carbon dioxide has been developed. Implementation methods and results of studies of the carbon dioxide triple point temperature reproducibility are presented. The research results show that it is promising to use the carbon dioxide triple point temperature as the ITS-90 reference point instead of the mercury triple point temperature, as well as the possibility of using it to calibrate both capsule and long-stem standard platinum resistance thermometers.

Keywords: temperature, fixed point, ITS-90, mercury, carbon dioxide, triple point

Введение. Новое определение единицы температуры – кельвин – принято решением Генеральной конференции по мерам и весам в мае 2019 г. [1]. По оценкам рабочей группы TG-SI [2] Консультативного комитета по термометрии новое определение кельвина не влияет непосредственно на статус действующих международных температурных шкал МТШ-90 и ВНТШ-2000. Однако в долгосрочной перспективе предполагается постепенное совершенствование температурной шкалы, например с целью замены тройной точки

ртути. Это связано с тем, что в 2013 г. под эгидой ООН подписана Минаматская конвенция о ртути [3], ставшая причиной отказа от производства новых средств измерений на основе ртути (например, жидкостных ртутных термометров).

В МТШ-90 реперной точке ртути присвоено значение $-38,8344$ °C. Основные кандидаты на замену реперной точки ртути – температуры тройных точек следующих веществ: диоксида углерода CO_2 ($-56,558$ °C); гексафторида серы SF_6 ($-49,593$ °C); ксенона Xe ($-111,745$ °C) [4]. В [5–9] опубликованы

результаты исследований тройных точек перечисленных веществ, согласно полученным результатам данные вещества можно использовать для предполагаемой замены тройной точки ртути. Однако все опубликованные результаты получены для эталонных капсульных платиновых термометров сопротивления, что является значительным ограничением, так как почти все коммерческие калибровки предназначены для стержневых термометров.

Цель настоящей работы – разработка конструкции ампулы, предназначенной для реализации температуры тройной точки диоксида углерода. Конструкция ампулы должна обеспечивать калибровку как капсульных, так и стержневых эталонных платиновых термометров сопротивления.

Экспериментальные исследования.

Конструкция ампулы. На рис. 1 показана конструкция ампулы с CO_2 , разработанная специалистами НПП «Элемер» и ВНИИМ им. Д. И. Менделеева и обеспечивающая калибровку и поверку стержневых эталонных платиновых термометров. Габаритные размеры ампулы: высота 437 мм, внешний диаметр корпуса 64 мм. Корпус (оболочка) ампулы и термометровый канал изготовлены из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т. Ампула заполнена CO_2 чистой 99,9995 % под давлением $7,599 \cdot 10^6$ Па. Всего изготовлены две идентичные ампулы.

Тройная точка CO_2 реализована в переливном криостате ТПП 1-3 (ООО «ИзТех», Россия). Криостат позволяет регулировать температуру теплоносителя в диапазоне $-70 \dots -50$ °C и поддерживать установленную температуру с нестабильностью не более $\pm 0,01$ °C. В качестве теплоносителя в термостате использован этанол.

Ампула с CO_2 размещена в рабочем объеме криостата. В термометровом канале ампулы находится стержневой эталонный платиновый термометр сопротивления ЭТС-25, изготовленный во ВНИИМ. Термометровый канал заполнен спиртом на высоту чувствительного элемента термометра. Сопротивление термометра измерено мостом переменного тока ASLF900 и внешним термостатированным эталонным резистором номиналом 25 Ом. Измерительные токи 1 и 1,414 мА.

Методика реализации тройной точки CO_2 . Данная методика схожа с методикой реализации тройной точки воды [10]. Ампулу предварительно выдерживали в течение часа в криостате при температуре на $0,2$ °C выше температуры тройной точки CO_2 . Намораживание выполняли с помощью двух латунных стержней, по очереди погружаемых в термометровый канал ампулы и в сосуд Дьюара с жидким азотом. Для обеспечения лучшего теплового контакта термометровый канал заполняли спиртом. Стержни выдерживали в канале ампулы по 50 с. Ввиду отсутствия визуального контроля формирования мантии контролировали время намораживания. Время всего процесса намораживания 45 мин. Сразу после наморозки в ампулу поочередно погружали два латунных стержня температурой 23 °C. Каждый стержень выдерживали в канале в течение 1 мин. После этого в канал ампулы вводили контрольный термометр и регистрировали температуру CO_2

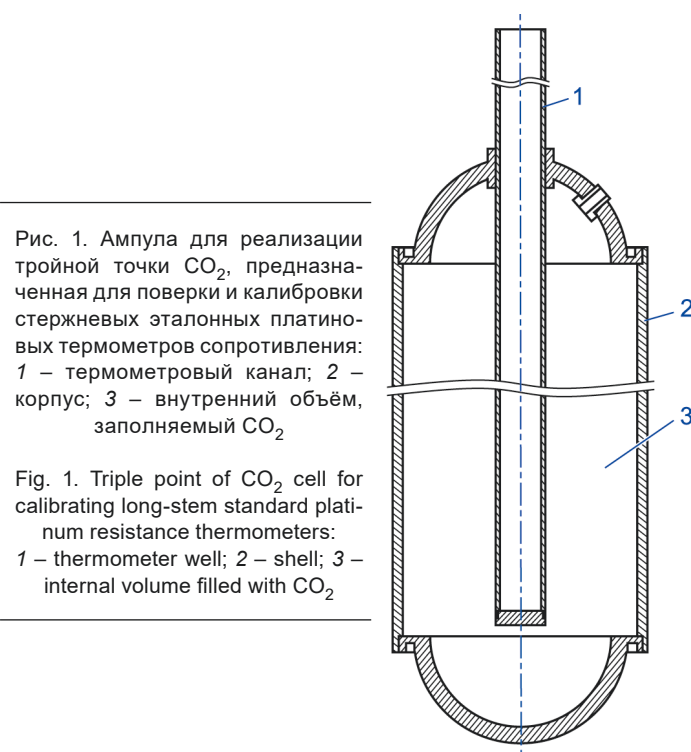


Рис. 1. Ампула для реализации тройной точки CO_2 , предназначенная для поверки и калибровки стержневых эталонных платиновых термометров сопротивления: 1 – термометровый канал; 2 – корпус; 3 – внутренний объем, заполняемый CO_2

Fig. 1. Triple point of CO_2 cell for calibrating long-stem standard platinum resistance thermometers: 1 – thermometer well; 2 – shell; 3 – internal volume filled with CO_2

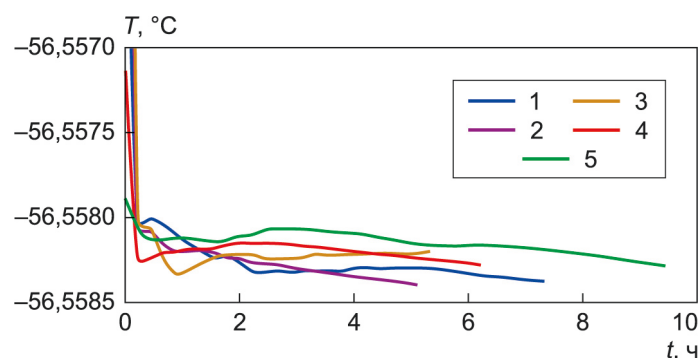


Рис. 2. Воспроизводимость значения температуры тройной точки CO_2 с использованием ампулы 1 при четырех независимо замороженных мантиях (кривые 1–4) и ампулы 2 (кривая 5)

Fig. 2. Reproducibility of the triple point temperature of CO_2 using cell 1 with four separately frozen mantles (curves 1–4) and cell 2 (curve 5)

в ампуле. После стабилизации температуры CO_2 в ампуле контрольный термометр извлекали из термометрового канала и туда снова на 1 мин погружали латунный стержень (температура стержня 23 °C). Затем вводили стержневой эталонный платиновый термометр сопротивления, измеряли и записывали температуру в канале ампулы. Для исследования воспроизводимости значения температуры тройной точки CO_2 использовали результаты пяти реализаций – четырех (при четырех независимо замороженных мантиях) реализаций ампулой 1 и одной реализации ампулой 2 (рис. 2). В ходе исследований проводилось большое количество измерений, в том числе для разработки методики реализации тройной точки CO_2 , описанной выше, поэтому для оценки воспроизводимости значения температуры

Бюджет составляющих суммарной неопределённости

Источник неопределённости	u_i , мК
Химические примеси	0,130
Изотопный состав	0,043
Гидростатическое давление	0,027
Нестабильность эталонного опорного резистора	0,002
Нелинейность прецизионного моста сопротивления	0,020
Поправка на самонагрев термометра	0,016
Влияние измерения тройной точки воды	0,033
Калибровка ЭТС-25	0,241
Воспроизводимость	0,093
Суммарная стандартная неопределённость ($k=1$) $u_\Sigma=0,296$ мК	

тройной точки CO_2 были выбраны наиболее характерные записи реализаций. Значение температуры тройной точки CO_2 , определённое по пяти реализациям двумя ампулами, лежит в пределах $-56,55807\dots-56,55832^\circ\text{C}$, среднее значение составляет $-56,55818^\circ\text{C}$.

Расчёт неопределённости измерений температуры тройной точки CO_2 . В таблице приведён бюджет составляющих суммарной неопределённости измерений (коэффициент охвата $k=1$) двумя эталонными платиновыми термометрами сопротивления, где u_i – стандартная неопределённость.

Влияние химических примесей рассчитывали методом максимальной общей оценки (overall maximum estimated, OME) [11]:

$$u_{\text{пр}} = C_{\text{пр}} R T_{\text{т.т}} / (\Delta H_{\text{пл}} \sqrt{3}),$$

где $u_{\text{пр}}$ – стандартная неопределённость влияния химических примесей; $C_{\text{пр}} = 5 \cdot 10^{-6}$ мкмоль/моль – концентрация примесей; $R = 8,3144463 \cdot 10^{-3}$ Дж/К·моль – универсальная газовая постоянная; $T_{\text{т.т}} = 216,592$ К – температура тройной точки; $\Delta H_{\text{пл}} = 8,65$ кДж/моль – молярная теплота плавления при температуре тройной точки.

Составляющая неопределённости $u_{\text{из}}$, обусловленная влиянием изотопного состава CO_2 , находится в пределах $-0,023\dots+0,051$ мК [12]. При равномерном законе распределения плотности вероятности этой составляющей в указанных пределах стандартную неопределённость рассчитывали по формуле

$$u_{\text{из}} = (|-0,023| + 0,051) / \sqrt{3}.$$

Отклонение температуры из-за гидростатического эффекта на дне термометрового канала ампулы – неопределённость $u_{\text{г.д}}$, обусловленную гидростатическим давлением, вычисляли по формуле

$$u_{\text{г.д}} = (\rho g h d T / d p) / \sqrt{3},$$

где ρ – плотность жидкого вещества (CO_2), $\rho = 1,178$ кг/м³; $g = 9,81$ м/с² – ускорение свободного падения; $h = 140$ мм – высота гидростатического столба.

Временную нестабильность эталонного опорного резистора находили как

$$u_{\text{в.н}} = \Delta T \alpha / (S \sqrt{3}),$$

где $\Delta T = 3 \cdot 10^{-3}$ К – максимальное отклонение температуры в термостате, в котором находится опорный резистор; $\alpha = 3 \cdot 10^{-9}$ К⁻¹ – температурный коэффициент сопротивления опорного резистора; S – чувствительность термометра при измеряемой температуре.

Нелинейность моста сопротивления ASLF900 указана в технических характеристиках прибора и выражена в температурном эквиваленте.

Заключение. В процессе исследований положительно оценены возможности использования тройной точки CO_2 в качестве реперной точки температурной шкалы и калибровки как капсульных, так и стержневых эталонных платиновых термометров сопротивления. Измерение точного значения термодинамической температуры тройной точки CO_2 не было целью настоящей статьи, эта задача должна решаться с применением первичного термометра, в частности акустического термометра. Однако измеренное при исследованиях ампул значение температуры тройной точки CO_2 близко к значениям температуры, которые получены при исследованиях ячеек для калибровки капсульных термометров [9].

По результатам исследований установлена высокая воспроизводимость температуры тройной точки CO_2 разработанными ампулами. Конструкция ампул позволяет применять их для поверки и калибровки и капсульных, и стержневых эталонных платиновых термометров сопротивления, а также обеспечивает стабильное воспроизведение температуры тройной точки CO_2 в течение длительного времени. Таким образом, температура тройной точки CO_2 может стать альтернативой тройной точки ртути в МТШ-90.

Список источников/References

1. Mise en pratique for the definition of the kelvin in the SI. Consultative Committee for Thermometry, SI Brochure, 9th ed., 2019, Appendix 2.
2. Consultative Committee for Photometry and Radiometry (CCPR). Report of the 24th meeting (19–20 September 2019) to the International Committee for Weights and Measures.
3. Минаматская конвенция по ртути от 29 августа 2017, ЮНЕП, ООН, 2017 [Minamata convention on mercury. Text and annexes, UNNP, UN, 2017].
4. Bedford R. E., et al., *Metrologia*, 1996, no. 33, pp. 133–154. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/33/2/3>
5. Steur P. P. M., Giraudi D., *Int. J. Thermophys.*, 2014, vol. 35, pp. 604–610. <https://doi.org/10.1007/s10765-014-1580-x>
6. Steur P. P. M., Rourke P. M. C., Giraudi D., *Metrologia*, 2019, vol. 56, no. 1, 015008. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/AAEE3A>
7. Tew W. L., Quelhas K. N., *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 2018, vol. 123, 12013. <https://doi.org/10.6028/jres.123.013>

8. Ting Li, et al., *Metrologia*, 2021, vol. 58, 035008.
<https://doi.org/10.1088/1681-7575/abee2c>

9. Yasuki Kawamura, Nobuhiro Matsumoto, Tohru Nakan,
Metrologia, 2020, vol. 57, no. 1, 015004.
<https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab451e>

10. Furukawa G. T., Mangum B. W., Strouse G. F., *Metrologia*, 1997,
vol. 34, no. 3, pp. 215–233.<https://doi.org/10.1088/0026-1394/34/3/3>

11. Guide to the Realization of the ITS-90. Fixed Points:
Influence of Impurities, Consultative Committee for Thermometry
under the auspices of the International Committee for Weights
and Measures, 2018, 33 p.

12. Liang Y., Zhang J. T., Feng X. J., *Int. J. Thermophys.*,
2021, vol. 42, 142.
<https://doi.org/10.1007/s10765-021-02882-1>

Статья поступила в редакцию 01.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022.
The article was submitted 01.06.2022; approved after 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022

Научная статья

УДК 536.413.2:536.631

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-58-62>

Результаты исследования теплофизических свойств перспективных материалов

Татьяна Андреевна Компан^{1✉}, Валентин Иванович Кулагин², Виктория Владимировна Власова³,
Сергей Валерьевич Кондратьев⁴, Николай Федорович Пухов⁵

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

¹T.A.Kompan@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-2072-3997>

²V.I.Kulagin@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0530-7154>

³V.V.Vlasova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9160-0826>

⁴S.V.Kondratiev@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7020-889X>

⁵N.F.Pukhov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6618-6819>

Аннотация. Представлены результаты измерений температурного коэффициента линейного расширения и удельной теплоёмкости вольфрама, меди, серебра, молибдена, бериллия, лейкосапфира, углерод-углеродного композитного материала марки ТЕРМАР ДФ КО. Исследования всех материалов проведены на государственных первичных эталонах ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в последние годы. Проанализирована стабильность свойств материалов и установлена целесообразность применения данных материалов для изготовления средств воспроизведения и передачи теплофизических единиц в целях обеспечения достоверности измерений.

Ключевые слова: теплофизические свойства, тепловое расширение, температурный коэффициент линейного расширения, теплоёмкость, вольфрам, молибден, медь, серебро, бериллий, лейкосапфир

Для цитирования: Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф. Результаты исследований теплофизических свойств перспективных материалов // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 58–62. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-58-62>

Results of studies of thermophysical properties of promising materials

Tatiana A. Kompan^{1✉}, Valentin I. Kulagin², Viktoriya V. Vlasova³, Sergei V. Kondratiev⁴, Nikolay F. Pukhov⁵

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

¹T.A.Kompan@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-2072-3997>

²V.I.Kulagin@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0530-7154>

³V.V.Vlasova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9160-0826>

⁴S.V.Kondratiev@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7020-889X>

⁵N.F.Pukhov@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6618-6819>

Abstract. The article presents the results of measurements of the temperature coefficient of linear expansion and the proportion of heat capacity of tungsten, copper, silver, molybdenum, beryllium, sapphire, carbon-carbon composite material of the TERMAR DF KO brand. Studies of all materials were carried out on the state primary standards of D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM) in recent years. The authors analyzed the stability of the reproduction of properties by materials. The authors analyzed the stability of the properties of materials and established the feasibility of using these materials for the manufacture of means for reproducing and transmitting thermophysical units.

Keywords: thermophysical properties, thermal expansion, heat capacity, tungsten, molybdenum, copper, silver, beryllium, sapphire

Введение. Информация о теплофизических свойствах материалов позволяет инженерам и научным сотрудникам прогнозировать режимы и условия работы машин и механизмов, рассчитывать и проектировать конструкции сложных систем, приборов и узлов. В настоящее время не существует

однозначных теорий для расчёта или прогнозирования значений тех или иных свойств материалов, веществ и сложных смесей либо систем, поэтому исследователи, инженеры, специалисты лабораторий и технических институтов экспериментально определяют теплофизические свойства. Точность

определения значений теплофизических характеристик влияет на точность расчётов или конструктивных построений. Многообразие методов и аппаратуры для определения теплофизических свойств делает актуальным обеспечение единства измерений в данной области. Важным фактором достижения единства измерений является обеспечение средствами передачи единицы – в большинстве случаев – мерами сравнения (эталонными материалами).

Практика показала, что часть факторов, влияющих на точность измерений, не входит в явном виде в уравнение измерений и не учитывается при расчёте погрешности. Поэтому чем ближе по теплофизическим свойствам будет выбран материал для калибровки, градуировки или отладки средства измерений (СИ), тем точнее будут измерены свойства исследуемого вещества. Для этого необходим широкий набор эталонных материалов.

Цель данной статьи – представить результаты исследований теплового расширения и удельной теплоёмкости материалов, наиболее перспективных по совокупности теплофизических свойств для применения в качестве мер удельной теплоёмкости и температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР).

Результаты исследований удельной теплоёмкости материалов. Исследования проведены на Государственном первичном эталоне единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-2019 [1, 2].

Для оценки возможности применения в качестве мер удельной теплоёмкости в целях обеспечения единства измерений выбраны вольфрам, медь, серебро, молибден, бериллий, лейкосапфир. Из указанных материалов были изготовлены образцы в форме цилиндра длиной $(50,00 \pm 0,05)$ мм и диаметром $(5,00 \pm 0,01)$ мм. Большинство образцов, используемых для определения ТКЛР, имели такие же форму и размер, за счёт чего мера могла передавать единицы нескольких физических величин.

Вольфрам выбран как представитель высокоплотных материалов с высокой

теплопроводностью, достаточно низкими температуропроводностью и теплоёмкостью. Образцы для измерения удельной теплоёмкости изготовлены из вольфрама чистотой 99,87 %. В табл. 1 представлены результаты измерений удельной теплоёмкости C_p вольфрама в диапазоне температуры $T=260...870$ К на ГЭТ 60-2019 и значения удельной теплоёмкости вольфрама чистотой 99,9 % [3], используемые Американским институтом стандартов и технологий (NIST) для метрологического обеспечения данной области измерений. Расширенная неопределённость U_p измерений удельной теплоёмкости на ГЭТ 60-2019 не превысила 0,35 %. Максимальное отклонение обобщённых данных [3] от среднего значения, полученного по полиному, составило 1,1 %. Отклонение результатов измерений, полученных во ВНИИМ, от данных [3] не превышает 0,5 %.

В табл. 2 приведены данные по удельной теплоёмкости меди в диапазоне температуры $T=260...500$ К, полученные во ВНИИМ и описанные в [3–6]. Медь выбрана как представитель материалов с высокой теплопроводностью, сравнительно низкой теплоёмкостью и относительно высокой температуропроводностью. Для изготовления мер использована медь чистотой 99,67 %. Расширенная неопределённость измерения удельной теплоёмкости указанных мер не превысила 0,35 %. Максимальное количество примесей образцов, исследованных в [3], не превышало 0,1 %. В статьях [4–6] представлены результаты измерений мер из меди чистотой не менее 98,5 %. Отклонение результатов, полученных во ВНИИМ на ГЭТ 60-2019, от значений, приведенных в [3–6], не превысило 0,8 %.

В качестве представителя хорошо проводящих материалов, имеющих низкую теплоёмкость и высокую температуропроводность, выбрано серебро марки Ag999,9. Результаты измерений удельной теплоёмкости мер из серебра и их сравнение с данными из [5, 7], приведены в табл. 3. Расширенная неопределённость измерений удельной теплоёмкости на ГЭТ 60-2019 не превысила 0,23 %. Максимальные отклонения от данных из [5, 7] не превышают 0,60 и 0,25 % соответственно.

Молибден выбран как наиболее стабильный тугоплавкий металл, обеспечивающий воспроизведение удельной

Таблица 1

Удельная теплоёмкость,
Дж/(кг·К), вольфрама

T, K	ГЭТ 60-2019	Данные [3]
260	130,861	129,515
300	132,599	132,452
350	134,505	134,302
400	136,156	135,770
500	138,862	138,381
600	141,065	140,720
700	143,114	142,896
800	145,357	144,909
870	147,228	–

Таблица 2

Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К), меди

T, K	ГЭТ 60-2019	Данные [3]	Данные [4]	Данные [5]	Данные [6]
260	379,012	376,735	–	377,000	376,573
280	381,828	381,141	–	381,349	380,759
300	385,150	384,761	385,390	385,104	384,672
350	391,637	391,527	–	–	393,356
400	397,867	397,350	397,979	–	400,656
450	403,693	403,015	–	–	406,807
500	409,023	407,736	408,995	–	412,039

Таблица 3

Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К), серебра

T, K	ГЭТ 60-2019	Данные [7]	Данные [5]
260	231,268	230,856	231,672
280	232,548	232,636	233,526
300	233,823	234,175	235,194
350	236,990	237,243	–
400	240,127	240,303	–
450	243,234	243,362	–
500	246,311	246,430	–
550	249,358	249,490	–
600	252,375	252,549	–
650	255,362	255,618	–
700	258,319	258,677	–
800	264,142	264,805	–
870	268,148	268,457	–

Таблица 4

Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К), молибдена

T, К	ГЭТ 60-2019	Данные [4]	Данные [8]	Данные [9]
260	243,246	—	—	—
280	246,578	—	—	246,613
300	249,625	249,719	249,302	249,635
400	261,434	261,413	261,393	261,413
500	269,449	269,439	269,690	269,439
600	275,627	275,797	275,902	275,797
700	281,107	281,217	281,009	281,217
800	286,211	286,012	285,929	286,012
870	289,330	—	—	—

Таблица 5

Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К), бериллия

T, К	ГЭТ 60-2019	Данные [10]	Данные [11]	Данные [12]
260	1592,042	1594,508	—	—
270	1652,690	1661,085	—	—
280	1710,318	1722,113	—	—
290	1765,050	1778,704	—	—
300	1817,009	1835,294	—	—
400	2209,144	2200,355	2212,374	—
500	2439,462	2415,619	2433,705	—
600	2587,885	2577,622	2602,768	2601,030
700	2708,592	2710,775	2733,302	2693,101
800	2830,020	2823,955	2839,046	2809,672
870	2917,926	—	2905,676	2911,673

теплоёмкости в интервале температуры $T=260\ldots 870$ К в диапазоне удельной теплоёмкости $C_p=243,2\ldots 289,3$ Дж/(кг·К). Результаты измерений удельной теплоёмкости мер из молибдена чистотой 99,985 % на ГЭТ 60-2019 приведены в табл. 4. По результатам сравнения с данными [4, 8, 9] отклонение не превышает 0,13 %, что меньше расширенной неопределённости измерений на ГЭТ 60-2019, составляющей 0,36 %.

Для расширения диапазона измерений удельной теплоёмкости в качестве материала мер для ГЭТ 60-2019 выбран бериллий, имеющий максимальное (из стабильных металлов) значение удельной теплоёмкости в диапазоне температуры $T=260\ldots 870$ К. Результаты измерений удельной теплоёмкости мер из бериллия на ГЭТ 60-2019 приведены в табл. 5. Значения расширенной неопределённости измерений не превысили 0,3 %.

По результатам исследования удельной теплоёмкости бериллия построен полином, который можно использовать для оценки значений удельной теплоёмкости для промежуточных температур, и установлена возможность применения меры из бериллия в качестве эталонной меры [13]. Для сравнения в табл. 5 представлены данные для бериллия различной чистоты. Наиболее близкий по чистоте материал описан в [11], для которого отклонение от значений удельной теплоёмкости, полученных во ВНИИМ, не превышает 1 %.

В табл. 6 приведены уточнённые значения удельной теплоёмкости монокристаллического оксида алюминия (лейкосапфира), измеренные на ГЭТ 60-2019. Лейкосапфир является

Таблица 6

Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К), лейкосапфира

T, К	ГЭТ 60-2019	Данные [14]
260	686,966	684,778
310	799,702	799,431
360	887,394	887,113
410	955,272	954,492
460	1007,864	1007,062
510	1049,001	1048,450
560	1081,812	1081,699
610	1108,728	1108,866
660	1131,481	1131,326
760	1167,919	1166,732
870	1192,213	1196,106

наиболее стабильным по теплофизическим свойствам материалом.

Отклонение результатов измерений удельной теплоёмкости лейкосапфира, полученных на ГЭТ 60-2019, от данных [14] имеет наибольшие значения в крайних точках диапазона и не превышает 0,3 %. Расширенная неопределённость результатов измерений на ГЭТ 60-2019 не превышает 0,27 %.

Выбранные материалы показали стабильность значений удельной теплоёмкости при многократных циклах нагревания и во времени, хорошую сходимости результатов измерений образцов материалов из одной партии, а также с учётом литературных данных достаточную воспроизводимость результатов измерений. Таким образом, исследованные материалы можно использовать в качестве средств передачи единицы удельной теплоёмкости от ГЭТ 60-2019 подчинённым СИ согласной поверочной схеме.

Результаты исследований температурного коэффициента линейного расширения. Не менее важной теплофизической характеристикой материалов является ТКЛР, описывающий явление теплового расширения тел – способность изменять линейные размеры тела с изменением его температуры. В общем случае определяют объёмный коэффициент линейного расширения $\beta = \Delta V / (V_0 \Delta T)$, где ΔV – относительное изменение объёма исследуемого образца при изменении температуры на ΔT ; V_0 – начальный объём образца.

Однако в случае изотропного материала ТКЛР определяют как $\alpha = \Delta L / (L_0 \Delta T)$, где ΔL – относительное удлинение образца исследуемого образца при изменении температуры на ΔT ; L_0 – начальная длина образца.

Во ВНИИМ функционирует Государственный первичный эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твёрдых тел ГЭТ 24-2018 [15]. Для обеспечения единства измерений в области измерений ТКЛР созданы и исследованы меры ТКЛР из различных материалов. Прослеживаемость должна обеспечиваться вплоть до рабочих СИ – дилатометров.

Одним из наиболее стабильных и хорошо изученных материалов для мер ТКЛР является лейкосапфир. Высокая точность аппаратуры из состава ГЭТ 24-2018 позволяет использовать лейкосапфир с различной ориентацией кристаллической оси «С» и измерять его ТКЛР. Результаты измерений ТКЛР (средние значения) образцов лейкосапфира с ориентацией 59; 90; 180° приведены в табл. 7.

Приведённые данные получены на установках из состава ГЭТ 24-2018 – интерференционных дилатометрах ДИС-7 (для температурного диапазона $-180\ldots +300$ °С) и ДИВ-6

Таблица 7

ТКЛР $\alpha \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$, лейкосапфира с различной ориентацией оси «С»

$\Delta T, ^\circ\text{C}$	59°	90°	180°
–180...+20	3,11	2,80	3,35
–100...+20	4,07	3,93	4,42
20...100	5,86	5,62	6,42
20...200	6,39	6,14	6,99
20...300	6,81	6,56	7,39
20...400	7,13	6,87	7,72
20...500	7,38	7,12	7,98
20...800	7,94	7,71	8,58
20...1000	8,25	8,06	8,91
20...1200	8,5	8,39	9,24
20...1500	8,95	8,87	9,65

Таблица 8

Средний ТКЛР и расширенная неопределённость высокотемпературных материалов

$\Delta T, ^\circ\text{C}$	Вольфрам		Молибден		УУКМ	
	$\alpha \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$	$U_p \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$	$\alpha \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$	$U_p \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$	$\alpha \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$	$U_p \cdot 10^{-6}, \text{K}^{-1}$
20–800	7,36	0,077	6,05	0,075	0,297	0,091
20–1000	7,64	0,077	6,23	0,074	0,472	0,073
20–1200	7,91	0,080	6,41	0,077	0,637	0,093
20–1400	8,17	0,080	6,60	0,078	0,810	0,059
20–1600	8,43	0,079	6,80	0,079	0,930	0,051
20–1800	8,68	0,082	7,02	0,078	1,016	0,044
20–2000	8,93	0,083	7,27	0,082	1,104	0,060
20–2200	9,18	0,084	7,54	0,081	1,136	0,058
20–2400	9,43	0,080	–	–	1,236	0,092
20–2600	9,69	0,086	–	–	–	–

(для температурного диапазона 20–1500 $^\circ\text{C}$) [15]. Расширенная неопределённость измерений (при коэффициенте охвата $k=2$) составила $(0,02–0,84) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ в зависимости от температурного диапазона.

В последние десятилетия возникла потребность в обеспечении единства измерений ТКЛР в высокотемпературной области вплоть до 3000 К. Для решения этого вопроса разработан и изготовлен высокотемпературный оптический dilatометр ДОВ-1 [16], вошедший в состав ГЭТ 24-2018. Для промышленности в высокотемпературном диапазоне представляют интерес тугоплавкие и композиционные материалы, в частности углерод-углеродные композиционные материалы (УУКМ) – новый класс конструкционных материалов, предназначенных для создания теплонагруженных деталей планера воздушно-космических и гиперзвуковых самолётов, оснастки для металлургической промышленности и др. Они обладают уникальной способностью сохранять высокую прочность и жёсткость при температурах не выше 2700 $^\circ\text{C}$.

В связи с этим в качестве мер ТКЛР выбраны стабильные тугоплавкие материалы с высокой температурой плавления – поликристаллические вольфрам и молибден, а также УУКМ марки ТЕРМАР ДФ КО.

Меры из этих материалов исследованы на ДОВ-1 во всём возможном температурном диапазоне 1000–3000 К. Приведённые в табл. 8 данные рассчитаны на основе серии из 10 измерений. Расширенная неопределённость измерений ТКЛР на dilatометре ДОВ-1 существенно превышает значения неопределённости, полученные на интерференционных dilatометрах, ввиду различия методов измерений как температуры, так и удлинения исследуемых образцов.

Данный набор мер перекрывает потребности передачи единицы ТКЛР в высокотемпературном диапазоне.

Заключение. Полученные результаты позволяют обеспечить единство измерений теплофизических свойств в области теплового расширения и теплоёмкости. Особенностью данного комплекса работ является multifunctionality предложенных мер – одна мера может передавать единицы нескольких физических величин: ТКЛР и теплоёмкости.

Список источников

1. Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Лукин А. Я., Пухов Н. Ф. Государственный первичный эталон единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-2019 // Измерительная техника. 2020. № 6. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-6-3-8>
2. Андреева Т. А., Быков Н. Ю., Власова В. В., Компан Т. А., Кулагин В. И., Лукин А. Я. Эталонный адиабатический калориметр: аппаратная реализация и алгоритмы управления // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 38–45. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-38-45>
3. White G. K., Collocott S. J., *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1994, vol. 13, no. 4, pp. 1251–1257. <https://doi.org/10.1063/1.555728>
4. Chase M. W. J., NIST-JANAF, Thermochemical Tables, 4th Edition, Monograph No. 9, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1998, 1951 p.
5. Furukawa G. T., Saba W. G., Reilly M. L., *Critical analysis of the heat-capacity data of the literature and evaluation of thermodynamic properties of copper, silver, and gold, from 0 to 300 °K*, Washington, USA, NIST, 1968, 64 p. <https://doi.org/10.6028/NBS.NSRDS.18>
6. Pawel R. E., Stansbury E., *J. Phys. Chem. Sol.*, 1965, vol. 26, no. 3, pp. 607–613. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(65\)90136-8](https://doi.org/10.1016/0022-3697(65)90136-8)
7. Arblaster J. W., *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 2015, vol. 36, pp. 573–591. <https://doi.org/10.1007/s11669-015-0411-5>
8. Desai P. D., *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1987, vol. 16, no. 1, pp. 91–108. <https://doi.org/10.1063/1.555794>
9. Dimitras D. A., Cezarliyan A., Ishihara S., *SRM 781 Enthalpy and heat capacity standard reference material: molybdenum, from 273 to 2800 K*, National Bureau of Standard, NBS special publication, Washington, USA, 1977, pp. 260–355.
10. Bodryakov V. Yu., *High Temperature*, 2018, vol. 56(2), pp. 177–183. <https://doi.org/10.1134/S0018151X18020049>
11. Ginnings D. C., Douglas T. B., Ball A. F., *Journal of the American Chemical Society*, 1951, vol. 73, no. 3, pp. 1236–1240. <https://doi.org/10.1021/ja01147a107>

12. Кантор П. Б., Красовицкая Р. М., Кисель А. Н. Определение энтальпии и удельной теплоёмкости бериллия в интервале 600–2200 К // Физика металлов и металловедение. 1960. Т. 10. № 6. С. 835–837.

13. Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф. Измерение удельной теплоёмкости бериллия в диапазоне температур 260–870 К // Измерительная техника. 2021. № 3. С. 29–32.

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-3-29-32>

14. Donald G. Archer, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1993, vol. 22, no. 8, pp. 1441–1453.

<https://doi.org/10.1063/1.555931>

15. Компан Т. А., Кондратьев С. В., Коренев А. С., Пухов Н. Ф., Иночкин Ф. М., Круглов С. К., Бронштейн И. Г. Расширение температурного диапазона государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твёрдых тел // Измерительная техника. 2015. № 12. С. 34–38.

16. Kompan T. A., Kondratiev S. V., Korenev A. S., Pukhov N. F., Inochkin F. M., Kruglov S. K., Bronshtein I. G., *Int. Journal of Thermophysics*, 2018, vol. 39, no. 3 (40), pp. 1–9.

<https://doi.org/10.1007/s10765-017-2353-0>

References

1. Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., Kondratiev S. V., Lukin A. Ya., Pukhov N. F., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 6, pp. 407–413. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01802-3>

2. Andreeva T. A., Bykov N. Y., Vlasova V. V., Kompan T. A., Kulagin V. I., Lukin A. Ya., *Measurement Techniques*, 2022, vol. 64, no. 11, pp. 903–911. <https://doi.org/10.1007/s11018-022-02023-6>

3. White G. K., Collocott S. J., *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1994, vol. 13, no. 4, pp. 1251–1257. <https://doi.org/10.1063/1.555728>

4. Chase M. W. J., NIST-JANAF, Thermochemical Tables, 4th Edition, Monograph No. 9, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1998, 1951 p.

5. Furukawa G. T., Saba W. G., Reilly M. L., *Critical analysis of the heat-capacity data of the literature and evaluation of*

thermodynamic properties of copper, silver, and gold, from 0 to 300 °K, Washington, USA, NIST, 1968, 64 p.

<https://doi.org/10.6028/NBS.NSRDS.18>

6. Pawel R. E., Stansbury E., *J. Phys. Chem. Sol.*, 1965, vol. 26, no. 3, pp. 607–613.

[https://doi.org/10.1016/0022-3697\(65\)90136-8](https://doi.org/10.1016/0022-3697(65)90136-8)

7. Arblaster J. W., *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 2015, vol. 36, pp. 573–591. <https://doi.org/10.1007/s11669-015-0411-5>

8. Desai P. D., *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1987, vol. 16, no. 1, pp. 91–108.

<https://doi.org/10.1063/1.555794>

9. Dimitras D. A., Cezarliyan A., Ishihara S., *SRM 781 Enthalpy and heat capacity standard reference material: molybdenum, from 273 to 2800 K*, National Bureau of Standard, NBS special publication, Washington, USA, 1977, pp. 260–355.

10. Bodryakov V. Yu., *High Temperature*, 2018, vol. 56(2), pp. 177–183. <https://doi.org/10.1134/S0018151X18020049>

11. Ginnings D. C., Douglas T. B., Ball A. F., *Journal of the American Chemical Society*, 1951, vol. 73, no. 3, pp. 1236–1240. <https://doi.org/10.1021/ja01147a107>

12. Kantor P. B., Krasovitskaya R. M., Kisel A. N., Determining the enthalpy and specific heat capacity of beryllium in the interval 600–2200 degrees K, *Physics of Metals and Metallography*, 1961, vol. 10, pp. 42–44.

13. Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., Kondratiev S. V., Pukhov N. F., *Measurement Techniques*, 2021, vol. 64, no. 3, pp. 205–209. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01919-z>

14. Donald G. Archer, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1993, vol. 22, no. 8, pp. 1441–1453. <https://doi.org/10.1063/1.555931>

15. Kompan T. A., Kondratiev S. V., Korenev A. S., Pukhov N. F., Inochkin F. M., Kruglov S. K., Bronshtein I. G., *Measurement Techniques*, 2016, vol. 58, no. 12, pp. 1341–1346. <https://doi.org/10.1007/s11018-016-0896-2>

16. Kompan T. A., Kondratiev S. V., Korenev A. S., Pukhov N. F., Inochkin F. M., Kruglov S. K., Bronshtein I. G., *Int. Journal of Thermophysics*, 2018, vol. 39, no. 3 (40), pp. 1–9.

<https://doi.org/10.1007/s10765-017-2353-0>

Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022. The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022.

Единица активности ^{68}Ga : прослеживаемость к государственному первичному эталону

Григорий Васильевич Жуков^{1✉}, Илья Владимирович Алексеев², Сергей Владимирович Коростин³, Николай Андреевич Токарев⁴, Кирилл Владимирович Белугин⁵, Анастасия Витальевна Озерская⁶, Регина Маратовна Ганиева⁷

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

³ ООО «НТЦ Амплитуда», Зеленоград, Москва, Россия, s.korostin@amplituda.ru

^{4, 5, 6} Федеральный Сибирский научно-клинический центр Федерального медико-биологического агентства, г. Красноярск, Россия

⁶ Красноярский государственный медицинский университет им. профессора В. Ф. Войно-Ясенецкого, г. Красноярск, Россия, Ozerskaya_av@skc-fmba.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3988-7414>

⁷ ООО «РадиоМедСинтез», Уфа, Россия, r.ganieva@rmsintez.ru

¹ zgv@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0001-8539-8668>

² i.v.alekseev@vniim.ru

⁴ tokarev_na@skc-fmba.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3335-0547>

⁵ Belugin_kv@skc-fmba.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3465-104X>

Аннотация. Исследованы вопросы применения радионуклида ^{68}Ga в медицинских учреждениях Российской Федерации для диагностики злокачественных новообразований. Актуальной является задача точного измерения активности ^{68}Ga для снижения дозовых нагрузок на пациентов и повышения эффективности диагностики. Рассмотрена калибровка транспортируемого эталонного дозкалибратора РИС-ЗА по активности ^{68}Ga . Описаны различные методы калибровки с обеспечением прослеживаемости к Государственному первичному эталону единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016: метод непосредственного сличения с установкой УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 с использованием образца раствора ^{68}Ga ; с использованием гамма-спектрометра и источников на основе других радионуклидов, имеющих прослеживаемость единицы активности радионуклидов к ГЭТ 6-2016. Представлены бюджеты неопределённости калибровочного коэффициента при калибровках с помощью установки УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 и гамма-спектрометра и ^{18}F . Оценена сходимость результатов измерений активности ^{68}Ga на эталонном дозкалибраторе с полученными разными методами калибровочными коэффициентами. Полученные результаты подтверждают применимость различных методов калибровки. Результаты исследования могут найти применение при обеспечении прослеживаемости к ГЭТ 6-2016 единиц активности других перспективных радионуклидов, внедряемых в медицинскую практику.

Ключевые слова: активность радионуклида, первичный эталон, калибровка

Для цитирования: Жуков Г. В., Алексеев И. В., Коростин С. В., Токарев Н. А., Белугин К. В., Озерская А. В., Ганиева Р. М. Единица активности ^{68}Ga : прослеживаемость к государственному первичному эталону // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 63–68. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-63-68>

^{68}Ga activity unit traceability to the Russian national primary radionuclide activity standard

Grigoriy V. Zhukov^{1✉}, Ilya V. Alexeev², Sergey V. Korostin³, Nikolay A. Tokarev⁴, Kirill V. Belugin⁵, Anastasia V. Ozerskaya⁶, Regina M. Ganiyeva⁷

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

³ STC Amplituda LLC, Zelenograd, Moscow, Russia, s.korostin@amplituda.ru

^{4, 5, 6} Federal Siberian Research Clinical Centre of the Federal Medical-Biological Agency of Russia, Krasnoyarsk, Russia

⁶ Prof. V. F. Voyno-Yasenetsky KrasSMU MOH Russia, Krasnoyarsk, Russia, Ozerskaya_av@skc-fmba.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3988-7414>

⁷ RMS LLC, Ufa, Russia, r.ganieva@rmsintez.ru

¹ zgv@vniim.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0001-8539-8668>

² i.v.alekseev@vniim.ru

⁴ tokarev_na@skc-fmba.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3335-0547>

⁵ Belugin_kv@skc-fmba.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3465-104X>

Abstract. Russian hospitals widely use ^{68}Ga radionuclide for malignant tumors diagnostics. Therefore accurate ^{68}Ga activity measurements are important for optimizing patient's dose load and providing the diagnostic procedure efficiency. In this paper we consider the moveable standard dosecalibrator RIS-3A traceable by ^{68}Ga activity unit calibration. Two different traceability path implementations are considered: the direct comparison with the national primary radionuclide activity unit standard and calibration utilizing a gamma spectrometer and standard radioactive sources based on different beta-plus radionuclides. We present expanded uncertainty budgets for both calibration procedures, with direct usage of the national primary standard and via gamma spectrometer and ^{18}F standard source. The ^{68}Ga activity measurements results convergence for both calibration procedures is demonstrated using calibrated standard dosecalibrator. The validity of both procedures is demonstrated. The presented results have practical value and can be used in future work for traceable calibration of instruments for other newly used in radiopharmaceuticals radionuclides.

Keywords: radionuclide activity, primary standard, calibration

Введение. Галлий – лёгкий металл, элемент 13-й группы периодической таблицы с атомным номером 31. Галлий обладает 31 известным изотопом, из которых наибольший интерес для медицины имеет радиоактивный изотоп ^{68}Ga . С большой вероятностью (87,68 % [1]) ^{68}Ga претерпевает β^+ распад с излучением позитрона. В результате относительно небольшого периода полураспада (67,83 мин [1]) этот радионуклид пригоден для позитронно-эмиссионной томографии. В процессе развития позитронно-эмиссионной томографии наибольшую популярность в медицинских применениях получили короткоживущие ^{11}C и ^{18}F , легко встраивающиеся в органические молекулы. В настоящее время возрастающий интерес к ^{68}Ga связан с широким терапевтическим применением радиоактивных металлов. ^{68}Ga прекрасно подходит на роль сопутствующего диагностического радионуклида в паре с радиоактивным терапевтическим металлом ^{177}Lu . Радиоактивным изотопом ^{68}Ga можно пометить в процессе реакции хелатирования транспортные молекулы или антитела, которые применяют при диагностике онкологических заболеваний. Радиофармацевтические лекарственные препараты на основе ^{68}Ga используют для диагностики нейроэндокринных опухолей и онкологических заболеваний простаты [2–4].

Актуальность радионуклида ^{68}Ga подкреплена относительно высокой степенью доступности. На рынке присутствуют коммерческие генераторы на основе ^{68}Ge . Методика получения ^{68}Ge на циклотронах стандартизована Международным агентством по атомной энергии (МАГАТЭ) [5] и широко и успешно применяется. В России доступны отечественные генераторы ^{68}Ga (ЗАО «Циклотрон», г. Обнинск) и специализированные радиохимические боксы для работы с ними (ООО «НТЦ Амплитуда», г. Зеленоград).

В соответствии с требованиями законодательства в области обеспечения единства измерений средства измерений активности радиофармацевтических лекарственных препаратов должны иметь прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016. Основным средством измерений активности радиофармацевтических лекарственных препаратов является радиометр активности радионуклидов (дозкалибратор), представляющий из себя ионизационную камеру колодезного типа, внутри которой размещён флакон или шприц с радиофармпрепаратом. Транспортируемый

эталонный дозкалибратор используется для поверки и калибровки дозкалибраторов медицинских учреждений.

Особенностью измерений единицы активности радионуклидов является её специфичность для каждого радионуклида. Это обусловлено тем, что количество распадов в секунду в образце, т. е. активность образца в беккерелях, измеряется регистрацией возникающего в процессе распада излучения, а характеристики излучения специфичны для каждого радионуклида. В настоящее время известно несколько сотен различных радионуклидов, и только меньшая их часть наиболее востребована в промышленности и науке и измерена на ГЭТ 6-2016. Бурное развитие радиофармакологии в последние десятилетия создаёт вызовы для радионуклидной метрологии. Регулярно внедряются в клиническую практику новые короткоживущие радионуклиды с периодом полураспада от нескольких минут до нескольких дней. Измерение активности этих короткоживущих радионуклидов на ГЭТ 6-2016 и последующая калибровка эталонного дозкалибратора вызывает трудности вследствие необходимости быстрой доставки радионуклида от места производства до места измерений. В особых случаях можно применить сложные схемы калибровки эталонного дозкалибратора для обеспечения прослеживаемости к ГЭТ 6-2016. Таким особым случаем являются радионуклиды, претерпевающие β^+ распад с излучением позитрона, в гамма-спектре которых присутствует аннигиляционная линия 511 кэВ. Возможно передать единицу активности от одного β^+ -распадающегося радионуклида, единица активности которого прослеживается непосредственно к ГЭТ 6-2016, к другому β^+ -распадающемуся радионуклиду, для единицы активности которого такой прослеживаемости нет.

Рассмотрим следующие методы калибровки эталонного дозкалибратора [6]: метод непосредственного сличения с установкой из состава ГЭТ 6-2016 с использованием образца раствора ^{68}Ga ; с использованием гамма-спектрометра и источников на основе других радионуклидов, имеющих прослеживаемость единицы активности радионуклидов к ГЭТ 6-2016.

На рисунке представлены цепи метрологической прослеживаемости к ГЭТ 6-2016 результатов измерений активности ^{68}Ga на эталонном дозкалибраторе: 1 – калибровка с помощью установки УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016; 2, 3 – калибровка с использованием гамма-спектрометра и соответственно ^{22}Na и ^{18}F .

Цель статьи – представить результаты различных методов калибровки эталонного дозкалибратора РИС-3А по активности ^{68}Ga и сравнить результаты измерений активности ^{68}Ga на эталонном дозкалибраторе с калибровочными коэффициентами, полученными разными способами.

Калибровка с помощью установки УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016. Сложностью калибровки эталонного дозкалибратора по активности ^{68}Ga с помощью установки из состава ГЭТ 6-2016 является малый период полураспада (67,83 мин [1]) и большое время транспортировки радиофармпрепарата от места производства до места измерений. После появления генератора ^{68}Ga в Санкт-Петербурге и, соответственно, сокращения времени транспортировки проведены работы по калибровке эталонного дозкалибратора с помощью установки из состава ГЭТ 6-2016.

Для калибровки применяли герметично закрытый флакон объёмом 10 мл, содержащий 4,83 г раствора ^{68}Ga . Удельную активность ^{68}Ga в растворе измеряли на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 [7], реализующей абсолютный метод 4 π -счёта, предназначенный для измерения активности гамма-излучающих радионуклидов.

Устройство детектирования установки выполнено из двух сцинтилляционных детекторов NaI(Tl) диаметром 200 мм и высотой 100 мм. Для реализации 4 π -геометрии измеряемый радионуклидный источник помещали в колодец диаметром 42 мм и глубиной 10 мм, сделанный в одном из детекторов. Для снижения фона детекторы защищены корпусом из меди. При измерении активности радионуклида энергия фотонов источника практически полностью поглощается в материале кристаллов и преобразуется в энергию сцинтилляций – световых вспышек, которые регистрируют фотоэлектронными умножителями. Размер кристаллов подобран таким образом, чтобы обеспечить высокую эффективность регистрации фотонов с энергией до 2 МэВ.

Измерительный канал установки состоит из крейта NIM с модулями, компьютера и источника бесперебойного питания. Сигналы с блоков детектирования поступают в измерительный канал, усиливаются и оцифровываются с помощью диджитайзера (digitizer) N6720B производства CAEN (Costruzioni Apparecchiature Elettroniche Nucleari S.p.A., Италия). Оцифрованный сигнал по оптической магистрали передачи данных поступает на компьютер для последующей обработки.

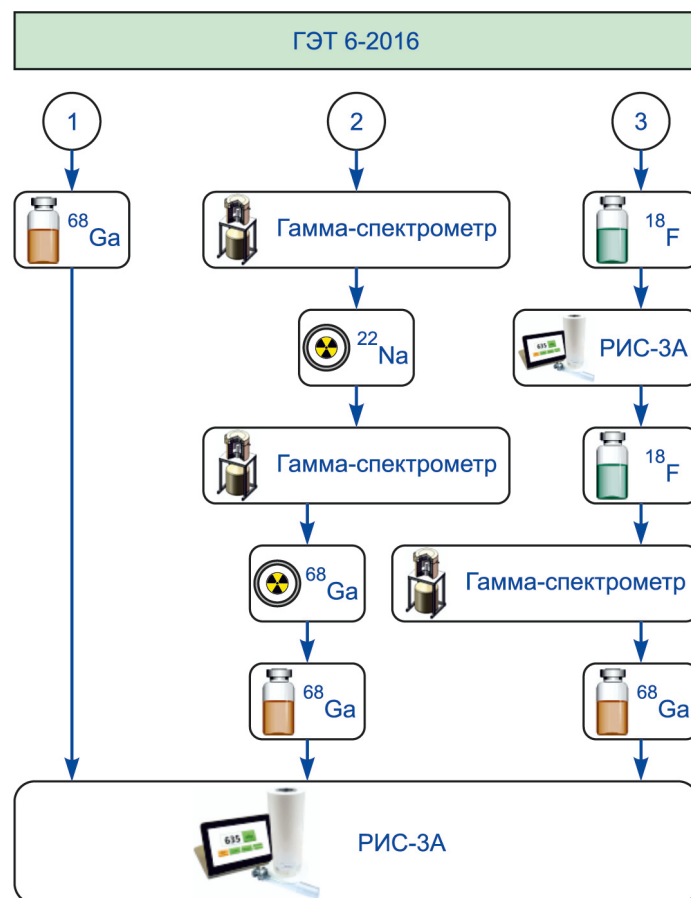
Для измерений применяли счётный образец в виде пробирки Эппендорфа объёмом 0,2 мл с аликвотой раствора ^{68}Ga массой 0,098 г. Единица удельной активности радионуклида (беккерель, Бк) на установке воспроизведена согласно формуле

$$A_{\text{уд}} = (n - n_{\text{ф}}) / (m \eta),$$

где n – скорость счёта импульсов от радионуклидного источника; $n_{\text{ф}}$ – скорость счёта импульсов фона; m – масса аликвоты; η – чувствительность установки, определённая для фотонного излучения ^{68}Ga методами численного моделирования (метод Монте-Карло).

В табл. 1 приведён бюджет неопределённости при калибровке с помощью установки УЭА-7 и весов из состава ГЭТ 6-2016,

где $u(x_i)$ – относительная стандартная неопределённость, u_c – суммарная относительная стандартная неопределённость (корень из суммы квадратов всех составляющих), U_p –



Прослеживаемость единицы активности радионуклидов к ГЭТ 6-2016:

1 – калибровка с помощью установки УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016; 2, 3 – калибровка с использованием гамма-спектрометра и соответственно ^{22}Na и ^{18}F

Traceability of the radionuclide activity unit to GET 6-2016:

1 – calibration using the UEA-7 from GET 6-2016; 2, 3 – calibration using a gamma spectrometer and, respectively, ^{22}Na and ^{18}F

Таблица 1

Бюджет неопределённости при калибровке с помощью установки УЭА-7

Источник неопределённости	Тип оценивания	$u(x_i)$, %
Скорость счёта:		
импульсов от счётного образца	A	0,01
импульсов фона	A	0,01
Чувствительность установки УЭА-7	B	0,7
Масса аликвоты и раствора во флаконе	B	0,12
Период полураспада ^{68}Ga [1]	B	0,36
u_c		0,8
U_p ($k = 2$)		1,6

относительная расширенная неопределённость с коэффициентом охвата k .

Калибровка с использованием гамма-спектрометра и ^{22}Na . Активность образца ^{68}Ga можно определить компарированием с радионуклидным источником известной активности, изготовленным из другого радионуклида – позитронного излучателя с использованием гамма-спектрометра в качестве компаратора по аннигиляционным фотонам с энергией 511 кэВ. Для реперного источника подходит источник фотонного излучения типа ОСГИ-А (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ) 58304-14) с радионуклидом ^{22}Na (квантовый выход позитронов 90,30 % [8]), поверенный в качестве рабочего эталона 1-го разряда.

При изготовлении из раствора ^{68}Ga счётных образцов в виде герметизированных скотчем дисков из фильтровальной бумаги, идентичных по форме источникам ОСГИ-А, наблюдается большой разброс значений активности ^{68}Ga (среднее квадратическое отклонение более 15 %). Разброс значений активности ^{68}Ga в счётных образцах может быть вызван сорбцией многозарядных ионов галлия на стенках флакона. Подобные эффекты наблюдались при высокoeffективной жидкостной хроматографии [9]. По этой причине калибровку эталонного дозкалибратора описанным методом не проводили.

Калибровка с использованием гамма-спектрометра и ^{18}F . Для измерений применяли образец, представляющий собой герметично закрытый флакон объёмом 10 мл с раствором элюата ^{68}Ga (далее – образец). В качестве реперного источника использовали образец раствора ^{18}F (квантовый выход позитронов 96,86 % [10]) в идентичном флаконе.

Таблица 2

Активность ^{68}Ga при
 $A_{F18} = 451 \text{ МБк}$

$r, \text{ м}$	$A_{\text{Ga68}}, \text{ МБк}$	K
2	741	1,44
3	595	1,37

Активность реперного источника ^{18}F измеряли эталонным дозкалибратором РИС-3А с калибровочным коэффициентом для ^{18}F , определённым во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева с помощью установок из состава ГЭТ 6-2016. Измерительные

Таблица 3

Бюджет неопределённости (по типу В) при калибровке
с использованием гамма-спектрометра и ^{18}F

Источник неопределённости	$u(x_i), \%$
Активность реперного источника ^{18}F	1,2
Времена накопления спектров ^{18}F и ^{68}Ga	0,3
Квантовый выход фотонов с энергией 511 кэВ ^{18}F [10]	0,2
Квантовый выход фотонов с энергией 511 кэВ ^{68}Ga [1]	0,5
Периоды полураспада ^{18}F [10] и ^{68}Ga [1]	<0,05
Скорости счёта в пике полного поглощения ^{18}F и ^{68}Ga	<0,05
Измерение тока	0,2
u_c	1,3
$U_p (k=2)$	2,6

возможности ВНИИМ им. Д.И. Менделеева подтверждены участием в ключевых международных сличениях BIPM. RI(II)-K1.F-18 [11].

В качестве компаратора использовали комплекс спектрометрический МУЛЬТИРАД-гамма (регистрационный номер в ФИФОЕИ 68925-17). Образец ^{68}Ga и реперный источник ^{18}F последовательно размещали в одних и тех же позициях на расстояниях 2 и 3 м от блока детектирования спектрометрического комплекса для оптимизации его частотной загрузки и минимизации различий в геометрии измерений. Для обеспечения полной аннигиляции позитронов в месте излучения образцы помещали в стальной контейнер со стенкой толщиной 3 мм.

Время всех измерений фиксировали таймером, синхронизированным с тайм-сервером ВНИИФТРИ. Время набора спектра устанавливалось не менее 60 с и фиксировалось с точностью 1 с, что обеспечивало вклад стандартной неопределённости, возникающей за счёт распада радионуклида в процессе измерения, не более 0,2 %.

Активность образца ^{68}Ga рассчитывали для каждого расстояния до блока детектирования по следующей формуле:

$$A_{\text{Ga68}} = A_{\text{F18}} \exp(-\lambda_{\text{F18}} t_1) \frac{\lambda_{\text{Ga68}} t_{\text{Ga68}}}{1 - \exp(\lambda_{\text{Ga68}} t_{\text{Ga68}})} \times \frac{\lambda_{\text{F18}} t_{\text{F18}}}{1 - \exp(\lambda_{\text{F18}} t_{\text{F18}})} \frac{s_{\text{Ga68}} \eta_{\text{F18}}}{s_{\text{F18}} \eta_{\text{Ga68}}},$$

где A_{F18} – активность реперного источника ^{18}F , измеренная дозкалибратором РИС-3А; λ_{Ga68} , λ_{F18} – постоянные распада соответственно ^{68}Ga , ^{18}F ; t_1 – время, прошедшее с момента измерения активности реперного источника ^{18}F дозкалибратором РИС-3А до момента начала набора спектра фотонного излучения ^{18}F ; t_{Ga68} , t_{F18} – время набора спектров фотонного излучения радионуклидов соответственно ^{68}Ga , ^{18}F ; s_{Ga68} , s_{F18} – скорости счёта импульсов в пиках полного поглощения фотонов 511 кэВ в спектрах соответственно ^{68}Ga и ^{18}F ; η_{Ga68} , η_{F18} – квантовые выходы фотонов с энергией 511 кэВ, испускаемых радионуклидами ^{68}Ga и ^{18}F соответственно.

По определённым с учётом периода полураспада значениям A_{Ga68} рассчитывали калибровочный коэффициент дозкалибратора по формуле

$$K = A_{\text{Ga68}} / (I - I_{\text{ф}}),$$

где I – ток ионизационной камеры, создаваемый образцом с ^{68}Ga ; $I_{\text{ф}}$ – фоновый ток ионизационной камеры.

Таблица 4

Результаты измерений активности ^{68}Ga

Метод калибровки	$A_{\text{Ga68}}, \text{ МБк}$	$U_p (k=2), \%$
Калибровка с прямой прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016 (прямой метод)	75,2	1,6
Калибровка с использованием гамма-спектрометра и ^{18}F (косвенный метод)	74,0	2,6

Значение калибровочного коэффициента ^{68}Ga приняли равным 1,41, что является средним значением по результатам, полученным при расстоянии $r=2$; 3 м до блока детектирования спектрометрического комплекса. Результаты измерений активности ^{68}Ga представлены в табл. 2.

Основной вклад в суммарную неопределённость калибровочного коэффициента вносит неопределённость измерений активности образца ^{68}Ga и неопределённость измерений тока ионизационной камеры. Вклады неопределённостей периода полураспада ^{68}Ga и измерений времени пренебрежимо малы.

Неопределённость измерений тока определяется нелинейностью аналого-цифровых преобразователей электрометра радиометра РИС-3А в диапазоне измеряемых активностей образца ^{68}Ga и реперного источника ^{18}F . Для определения нелинейности измерена зависимость тока ионизационной камеры от времени при распаде ^{18}F и проведено сравнение с уравнением радиоактивного распада. Нелинейность определена как максимальное отклонение результатов измерений от расчётных.

Бюджет неопределённости при калибровке с использованием гамма-спектрометра и ^{18}F представлен в табл. 3.

Сличение различных методов калибровки. Для сравнения калибровочных коэффициентов эталонного дозкалибратора РИС-3А, полученных различными методами, использовали флакон объёмом 10 мл, содержащий раствор ^{68}Ga . Результаты измерений активности радионуклида во флаконе с соответствующими неопределённостями представлены в табл. 4.

Сходимость результатов измерений определяли по формуле

$$E = |A_{\text{пр}} - A_{\text{к}}| / \sqrt{U_{A_{\text{пр}}}^2 + U_{A_{\text{к}}}^2},$$

где $A_{\text{пр}}$, $U_{A_{\text{пр}}}$ – активность раствора ^{68}Ga , измеренная с полученным прямым методом калибровочным коэффициентом, и расширенная неопределённость ($k=2$) соответственно; $A_{\text{к}}$, $U_{A_{\text{к}}}$ – активность раствора ^{68}Ga , измеренная с полученным косвенным методом калибровочным коэффициентом, и расширенная неопределённость ($k=2$) соответственно.

Значение критерия E составляет $0,53 < 1$, что свидетельствует о хорошей согласованности результатов измерений активности ^{68}Ga и применимости различных методов калибровки.

Заключение. Представлено описание различных методов калибровки эталонного дозкалибратора РИС-3А по активности ^{68}Ga . Проведено сравнение результатов измерений активности ^{68}Ga на эталонном дозкалибраторе с калибровочными коэффициентами, полученными разными методами. Подтверждена возможность калибровки эталонного дозкалибратора по активности ^{68}Ga с использованием гамма-спектрометра и ^{18}F . Результаты исследования могут найти применение при калибровке дозкалибраторов по активности других радионуклидов, имеющих короткий период полураспада.

Список источников

1. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc., *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2013, vol. 7, 246 p.

2. Ларенков А. А., Кодина Г. Е., Брускин А. Б. Радионуклиды галлия в ядерной медицине: радиофармацевтические препараты на основе изотопа ^{68}Ga // Медицинская радиология и радиационная безопасность. 2011. Т. 56. № 5. С. 56–73.

3. Наркевич Б. Я., Долгушин М. Б., Крылов В. В., Мещерякова Н. А., Кочетова Т. Ю. Радиационно-гигиеническое обеспечение радионуклидной тераностики рака предстательной железы // Медицинская физика. 2020. № 1(85). С. 97–113.

4. Meisenheimer M., Saenko Yu., Eppard E., Gallium-68: Radiolabeling of Radiopharmaceuticals for PET Imaging – A Lot to Consider, *Medical Isotopes*, 2019. <https://doi.org/10.5772/intechopen.90615>

5. Gallium-68 cyclotron production, IAEA-TECDOC-1863, International Atomic Energy Agency, 2019, 68 p.

6. Коростин С. В., Божко Н. С., Сэлман С. В. Обеспечение прослеживаемости измерений активности радионуклидов в ядерной медицине // АНРИ. 2016. № 1(84). С. 44–48.

7. Алексеев И. В., Заневский А. В., Жуков Г. В., Мусеев Н. Н., Сэлман С. В., Терещенко Е. Е., Трофимчук С. Г., Харитонов И. А., Шильникова Т. И. Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016 // Измерительная техника. 2019. № 8. С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-8-3-7>

8. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc. *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2010, vol. 5, 256 p.

9. Ларенков А. А., Марук А. Я., Кодина Г. Е. Особенности определения радиохимической чистоты препаратов ^{68}Ga : возможность сорбции ионных форм ^{68}Ga при использовании метода ВЭЖХ // Радиохимия. 2018. Т. 60. С. 535–542. <https://doi.org/10.1134/S0033831118060102>

10. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc. *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2004, vol. 1, 311 p.

11. Michotte C., Nonis M., Alekseev I. V., Kharitonov I. A., Tereshchenko E. E., Zanevskiy A. V., Keightley J. D., Fenwick A., Ferreira K., Johansson L., Capogni M., Carconi P., Fazio A., De Felice P., *Applied Radiation and Isotopes*, 2016, vol. 109, pp. 17–23. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2015.11.087>

References

1. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc. *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2013, vol. 7, 246 p.
2. Larenkov A. A., Kodina G. E., Bruskin A. B., Gallium Radionuclides in Nuclear Medicine: Radiopharmaceuticals Based on ^{68}Ga , *Medical Radiology and Radiation Safety*, 2011, vol. 56, no. 5, pp. 56–73. (In Russ.)
3. Narkevich B. Ya., Dolgushin M. B., Krylov V. V., Meshcheryakova N. A., Kochetova T. Yu., Radiation-Hygienic Provision Of Radionuclide Theranostics Of Prostate Cancer, *Medical Physics*, 2020, no. 1(85), pp. 97–113. (In Russ.)

4. Meisenheimer M., Saenko Yu., Eppard E., Gallium-68: Radiolabeling of Radiopharmaceuticals for PET Imaging – A Lot to Consider, *Medical Isotopes*, 2019.

<https://doi.org/10.5772/intechopen.90615>

5. Gallium-68 cyclotron production, IAEA-TECDOC-1863, International Atomic Energy Agency, 2019, 68 p.

6. Korostin S., Bozhko N., Sepman S., Traceability support of activity measurements of the radionuclides in the nuclear medicine, *ANRI*, 2016, no. 1(84), pp. 45–48. (In Russ.)

7. Alekseev I. V., Zanevskii A. V., Zhukov G. V., Moiseev N. N., Sepman S. V., Tereshchenko E. E., Trofimchuk S. G., Kharitonov I. A., Shil'nikova T. I., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, pp. 659–664.

<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01675-1>

8. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc. *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2010. vol. 5, 256 p.

9. Larenkov A. A., Maruk A. Y., Kodina G. E., *Radiochemistry*, 2018, vol. 60, pp. 535–542. (In Russ.)

<https://doi.org/10.1134/S0033831118060102>

10. Bé M.-M., Chisté V., Dulieu C., etc. *Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides*, Bureau International des Poids et Mesures, 2004. vol. 1, 311 p.

11. Michotte C., Nonis M., Alekseev I. V., Kharitonov I. A., Tereshchenko E. E., Zanevskiy A. V., Keightley J. D., Fenwick A., Ferreira K., Johansson L., Capogni M., Carconi P., Fazio A., De Felice P., *Applied Radiation and Isotopes*, 2016, vol. 109, pp. 17–23. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2015.11.087>

Статья поступила в редакцию 17.05.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 17.06.2022.
The article was submitted 17.05.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 17.06.2022.

Оценивание неопределённости измерений в лабораторной медицине

Анна Гурьевна Чуновкина¹, Анастасия Андреевна Тумилович^{2✉}, Александр Владимирович Степанов³, Максим Сергеевич Вонский⁴, Надежда Алексеевна Ковязина⁵, Наталья Александровна Алхутова⁶, Владимир Леонидович Эмануэль⁷

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

^{5, 6} Всероссийский центр экстренной и радиационной медицины им. А. М. Никифорова, Санкт-Петербург, Россия

⁷ Первый Санкт-Петербургский государственный медицинский университет им. акад. И. П. Павлова, Санкт-Петербург, Россия

¹A.G.Chunovkina@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6222-5884>

²A.A.Koroleva@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-2111-2488>

³stepanov17@yandex.ru

⁴m.s.vonsky@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

⁵nakovzn@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-0482-0802>

⁶nalhutova@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6268-8969>

⁷vladimirem1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2079-0439>

Аннотация. Рассмотрены вопросы достоверности результатов измерений при лабораторной диагностике, на основании которых принимают медицинские решения. Для корректной постановки диагноза, особенно если результаты измерений близки к референтным значениям определяемых параметров, необходимо оценивать точность и/или неопределённость результатов измерений. Рассмотрено применение на практике документа ISO/TS 20914:2019 «Медицинские лаборатории. Практическое руководство по оценке неопределённости измерения», в котором использована методология «Руководства по выражению неопределённости измерения» и изложен практический подход к оцениванию неопределённости на основе всей доступной информации в лаборатории. Представлен пример оценивания неопределённости измерений, проведённых в медицинской лаборатории. Особое внимание уделено оцениванию прецизионности измерения, неопределённости по типу А. Проанализированы данные, которыми располагает лаборатория, и оценено соответствие полученных результатов измерений актуальным требованиям. Внедрение в деятельность медицинских лабораторий документа ISO/TS 20914:2019 позволяет оценить неопределённость измерений, проведённых в лаборатории, а также факторы, которые вносят максимальный вклад в неопределённость измерений.

Ключевые слова: лабораторная медицина, клинично-диагностическая лаборатория, неопределённость измерений, точность, внешняя проверка качества, прецизионность измерений

Для цитирования: Чуновкина А. Г., Тумилович А. А., Степанов А. В., Вонский М. С., Ковязина Н. А., Алхутова Н. А., Эмануэль В. Л. Оценивание неопределённости измерений в медицинской лаборатории // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 69–74. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-69-74>

Uncertainty of measurement results in laboratory medicine

Anna G. Chunovkina¹, Anastasiya A. Tumilovich^{2✉}, Aleksandr V. Stepanov³, Maxim S. Vonsky⁴, Nadezhda A. Kovязина⁵, Natalya A. Alkhutova⁶, Vladimir L. Emanuel⁷

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

^{5, 6} The Nikiforov Russian Center of Emergency and Radiation Medicine (NRCERM, EMERCOM of Russia), St. Petersburg, Russia

⁷ Pavlov First Saint Petersburg State Medical University, St. Petersburg, Russia

¹A.G.Chunovkina@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6222-5884>

²A.A.Koroleva@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-2111-2488>

³stepanov17@yandex.ru

⁴m.s.vonsky@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

⁵nakovzn@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-0482-0802>

⁶nalhutova@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6268-8969>

⁷vladimirem1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2079-0439>

Abstract. The issues of reliability of measurement results in laboratory diagnostics, on the basis of which medical decisions are made, are considered. For a correct diagnosis, especially if the measurement results are close to the reference values

of the parameters being determined, it is necessary to evaluate the accuracy and/or uncertainty of the measurement results. Therefore, the document ISO/TS 20914:2019 "Medical laboratories – Practical guidance for the estimation of measurement uncertainty" was developed, which follows the GUM methodology, but at the same time sets out a practical approach to estimating uncertainty based on all information available in a laboratory. This article presents an example of estimating measurement uncertainty based on data available in a medical laboratory. Particular attention was paid to the assessment of measurement precision, type A uncertainty. The purpose of the study was to analyze data available for the laboratory and assess the compliance of the obtained measurement results with current requirements. Thanks to the implementation of the ISO/TS 20914:2019 in activities of medical laboratories, it is possible to evaluate the uncertainty of measurement results based on the data available in the laboratory, as well as to evaluate the factors that make maximum contribution to the measurement uncertainty.

Keywords: laboratory medicine, clinical diagnostic laboratory, measurement uncertainty, accuracy, external quality control, measurement precision

Введение. Медицинские лаборатории несут большую ответственность за качество проводимых исследований в рамках оказания помощи пациентам. Значительная доля (по разным оценкам до 80 %) исследований биологических образцов может быть отнесена к измерениям, поэтому актуальным является вопрос обеспечения точности получаемых результатов для постановки корректных диагнозов. ГОСТ Р ИСО 15189-2015 «Лаборатории медицинские. Частные требования к качеству и компетентности» и конкретизирующий его ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» содержат требования к медицинским лабораториям, направленные на обеспечение достоверности результатов проводимых измерений. Поэтому факторы, влияющие на точность результата, должны быть учтены в полной мере. Для этого необходимо оценивать неопределённость измерения. Однако медицинские лаборатории зачастую затрудняются в предоставлении неопределённости результатов измерений, поскольку стандарт ISO/TS 20914:2019 «Медицинские лаборатории. Практическое руководство по оценке неопределённости измерения» является достаточно новым.

До настоящего времени наиболее известными показателями точности измерений в клинично-диагностических лабораториях являлся коэффициент вариации CV (в процентах) и общая аналитическая ошибка TE . ISO/TS 20914:2019 описывает два основных источника неопределённости, обусловленных прецизионностью и правильностью измерений. Оценка прецизионности измерений широко применяется в медицинских лабораториях: межсерийные коэффициенты вариации предоставляются производителем аналитических систем, коэффициент вариации (среднее квадратическое отклонение (СКО) прецизионности в условиях долгосрочной промежуточной прецизионности) используется в системе внутрилабораторного контроля качества, оценки коэффициента вариации осуществляются в ходе внешней оценки качества/точности измерений в лабораториях. В аспекте внедрения ISO/TS 20914:2019 ключевой проблемой является оценивание правильности измерений и соответствующей неопределённости. Решение этой проблемы обеспечивается через реализацию метрологической прослеживаемости результатов измерений до наивысшего метрологического уровня через калибровочные/референтные лаборатории,

применяющие референтные методики измерений. Подобная схема реализации метрологической прослеживаемости предполагает значимую долю участия производителя аналитических систем и систем реагентов [1–3]. В составе медицинского изделия для диагностики *in vitro* медицинская лаборатория получает калибратор, необходимый для регулярной калибровки аналитической системы и прослеживаемый к рабочему калибратору производителя. Производитель показывает прослеживаемость рабочего калибратора до соответствующего сертифицированного стандартного образца (СО) или международно-признанного материала (признанного Всемирной организацией здравоохранения), но с указанием соответствующей неопределённости возникают сложности. Различные схемы метрологической прослеживаемости описаны в ISO 17511:2020 «Изделия медицинские для диагностики *in vitro*. Требования к установлению метрологической прослеживаемости значений, приписанных калибраторам, контрольным материалам правильности и образцам биологического материала человека».

Также для оценки правильности измерений медицинская лаборатория в ходе внутреннего контроля качества может пользоваться аттестованными контрольными материалами с приписанными значениями измеряемой величины [4–7]. На практике проблема состоит в отсутствии чёткой и ясной цепочки прослеживаемости контрольных материалов правильности, СО и сертифицированных СО к эталонам или референтным методикам измерений наивысшего доступного метрологического уровня.

Цель данной работы – анализ результатов измерений одной лаборатории в условиях промежуточной долгосрочной прецизионности измерений, полученной при смене лотов реагентов и контрольных материалов; оценивание расширенной неопределённости результатов измерений и описание процедуры её подтверждения по результатам участия в межлабораторных сличениях и внешней оценке качества (external quality assessment, EQA).

Источники неопределённости в медицинской лаборатории и оценки вкладов в суммарную неопределённость. Основные источники неопределённости измерений в медицинской лаборатории – неопределённости значений калибратора и построения или верификации калибровочной (градуировочной) зависимости, а также изменчивость результатов измерений в зависимости от внутрилабораторных условий и межлотовой вариации систем реагентов.

Уравнения суммарной неопределённости измерений

Источник информации	Доступные данные	Уравнения
Межлабораторные сличения, EQA	Bias	(1), (2)
IQC data	u_{Rw}	(1)–(3)
Данные IVD	u_{cal}	(1)–(3)
CRM's	Bias+ u_{bias}	(1)–(3)

Перечисленные источники неопределённости не учитывают следующие факторы, которые могут оказывать существенное влияние на результат измерений: неполнота описания измеряемой величины (дефинициальная неопределённость); принятый метод измерений; индивидуальная биологическая вариация и др. Эти факторы не относят к аналитическому этапу. Информацию об источниках неопределённости получают из данных внутреннего контроля качества (internal quality control data, IQC data), результатов участия в системах межлабораторных сличений и внешней оценки качества (EQA) и от производителя аналитических систем. Подробнее различные источники неопределённости в медицинской лаборатории и способы их оценивания описаны в МИ 3664-2022 «Медицинские лаборатории. Оценивание неопределённости измерения при количественном иммунохемилюминесцентном анализе. Практическое руководство».

Таким образом, уравнение суммарной стандартной неопределённости $u(y)$, представленное в документе ISO/TS 20914:2019, объединяет три указанных основных источника неопределённости:

$$u(y) = \sqrt{u_{cal}^2 + u_{Rw}^2 + u_{bias}^2}, \quad (1)$$

где u_{cal} – неопределённость значения, приписанного калибратору; u_{Rw} – неопределённость измерения в условиях долговременной прецизионности; u_{bias} – неопределённость, обусловленная правильностью измерений или введённой поправкой на значимое смещение результатов измерений.

Неопределённость калибратора содержит все накапливаемые неопределённости калибровочной иерархии. Соответствующее значение неопределённости должно предоставляться производителем вместе с калибратором. Для оценивания правильности измерений – определения значимости смещения результатов измерений – лаборатория сопоставляет результаты измерений СО с приписанным значением этого материала. Если смещение значимо (превышает соответствующую неопределённость), то вносят поправку в результат измерений или учитывают её при расчёте неопределённости. Неопределённость смещения представляет собой сумму дисперсий двух составляющих неопределённости, обусловленных СО и прецизионностью измерений:

$$u_{bias} = \sqrt{u_{ref}^2 + SD_{mean}^2},$$

где u_{ref} – неопределённость опорного значения, полученная из сертификата/паспорта на СО; $SD_{mean} = SD/\sqrt{n}$ – СКО среднего значения результатов измерений; $SD = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 / (n-1)}$; n – количество измерений; $\bar{x}$ – среднее значение выборки; x_i – индивидуальное значение x в множестве данных.

При отсутствии информации о какой-либо из составляющих неопределённости формула суммарной неопределённости сокращается и, соответственно, суммарная

неопределённость становится недооценённой. В ISO/TS 20914:2019 представлены три алгоритма вычисления неопределённости. Варианты вычисления суммарной неопределённости измерений по (1) и формулам

$$u(y) = \sqrt{u_{Rw}^2}; \quad (2)$$

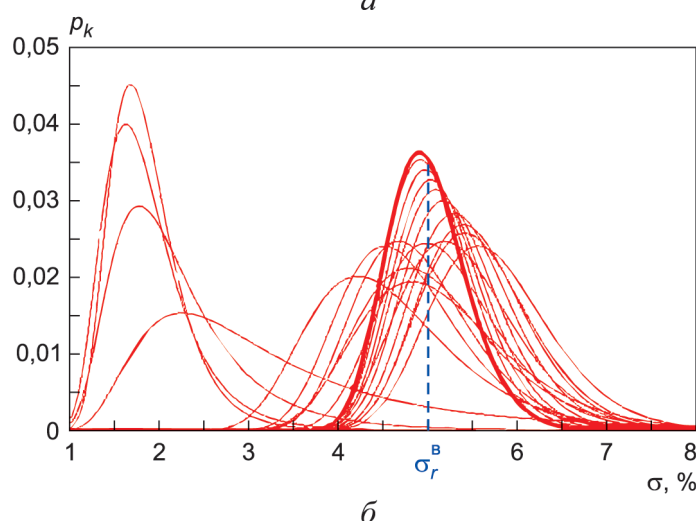
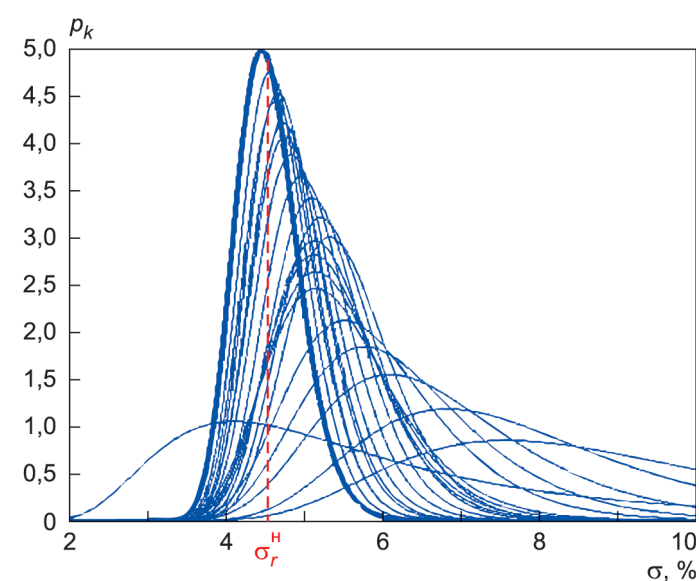
$$u(y) = \sqrt{u_{cal}^2 + u_{Rw}^2} \quad (3)$$

в зависимости от доступной лаборатории информации (данных) представлены в табл. 1, где bias – оценённое смещение; IVD – производитель медицинского оборудования для диагностики инвитро (in vitro diagnostical); CRM's – certified reference materials (сертифицированные СО).

Представляется целесообразным более полно учитывать информацию, полученную в результате регулярного участия лаборатории во внешних оценках качества (сличениях EQA). При отсутствии у лаборатории возможности оценить правильность измерений с применением СО и/или сертифицированных СО или оценить неопределённость, обусловленную используемым калибратором, результаты межлабораторных сличений EQA позволяют судить о лабораторной составляющей систематической погрешности. Регулярное участие лаборатории в сличениях EQA позволяет выявлять лабораторную составляющую систематической погрешности и оценивать лабораторию по отношению к остальным участникам сличений. Однако внешняя оценка качества EQA является наиболее эффективной при условии, что в сличениях используют коммутативные контрольные материалы, имеющие метрологическую прослеживаемость. Сличения EQA также могут быть использованы для подтверждения заявляемой лабораторией неопределённости измерений.

Пример оценивания неопределённости измерений. Тиреотропный гормон (ТТГ), вырабатываемый передней долей гипофиза, отвечает за продукцию и поддержание необходимой концентрации в крови гормонов щитовидной железы, регулирующих энергетический баланс организма и крайне важных для его нормального функционирования.

Молекула ТТГ представляет собой гликопротеин с молекулярной массой около 30 кДа и состоящий из субъединиц α , β . Специфическая биологическая активность ТТГ опосредована β -субъединицей, α -субъединица, состоящая из 92 аминокислот, во многом идентична α -субъединице ряда других гормонов (хорионического гонадотропина человека,



Апостериорные плотности вероятности $p_k(\sigma)$, $k \leq 21$, для нижнего (а) и верхнего (б) уровней диапазона; **полужирные линии** – итоговые графики; σ_r^H , σ_r^B – итоговые математические ожидания для нижнего и верхнего уровней диапазона

Posterior probability density $p_k(\sigma)$ for the lower level (a) and upper level (b) of the range; **bold lines** are final graphs; σ_r^H , σ_r^B – final mathematical expectations for the lower and upper levels of the range

лютеинизирующего гормона и фолликул-стимулирующего гормона). «Созревание» молекулы ТТГ – приобретение соответствующей биологической активности – сопровождается специфическим отщеплением сигнальных пептидов от α - и β -субъединиц, формированием дисульфидных связей и последующим N -гликозилированием остатками фуктозы, галактозы и сиаловых кислот. Зрелая молекула ТТГ обладает сложной карбогидратной структурой, причем биологическую активность ТТГ определяет баланс в олигосахаридной части гормона определенных типов гликозильных остатков, составляющих не более 15–25 % массы молекулы. Показано, что изменения в профиле гликозилирования ТТГ могут изменять его антигенную структуру, на определении которой основаны рутинные методы иммуноферментного анализа в медицинской

лаборатории [8]. При этом профиль гликозилирования ТТГ связан с гормональным статусом человека и состоянием его здоровья [9, 10], что может вносить значительный и неконтролируемый вклад в неопределённость результатов измерений содержания ТТГ в сыворотке или плазме крови.

Подобная неопределённость называется дефиниционной и требует отдельного рассмотрения. Авторы настоящей работы оценивали неопределённость измерений на аналитическом этапе измерений. При оценивании неопределённости использовали данные, полученные при регулярных верификациях калибровки и при измерениях ТТГ контрольных материалов в медицинской лаборатории с января 2020 г. по август 2021 г. Повторные измерения при калибровках применяли при оценивании СКО повторяемости, а данные измерений на контрольных материалах – для оценивания СКО промежуточной прецизионности/коэффициента вариации CV в условиях долгосрочной промежуточной прецизионности.

Оценивание повторяемости. При калибровке/верификации калибровочной зависимости выполняли по четыре измерения на нижнем и верхнем уровнях диапазона измерений в условиях повторяемости. СКО повторяемости оценивали по результатам 21 серии измерений по четыре измерения в каждой серии, общий объём данных – 84 значения. Для каждой серии вычисляли СКО повторяемости:

$$S_r(x) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 (n-1)^{-1}}; \quad \bar{x} = \sum_{i=1}^n x_i n^{-1},$$

где x_i – i -е показания, полученные при калибровке в условиях повторяемости; n – объём выборки.

В результате обработки данных 84 измерений СКО повторяемости измерений $S_r(x)$ составила 4,4 и 4,5 % для нижнего и верхнего уровней соответственно. Следовательно, можно констатировать, что СКО повторяемости измерений составляет 4,5 %.

СКО повторяемости также оценивали с применением байесовского подхода, который позволяет последовательно обновлять оценки по мере добавления новых результатов. При этом предполагали, что каждая выборка распределена по нормальному закону

$$x_{i,k} \in N(\alpha_k, \sigma), \quad i = 1, \dots, n_k,$$

где k , n_k – номер и длина выборки соответственно.

Значения оцениваемого параметра σ считали одинаковыми (общими) для всех исходных распределений, значения параметра α_k могут быть различными, так как они соответствуют нескольким разным значениям уровня для каждого лота. Совокупную оценку СКО на k -м шаге с учётом всех имеющихся данных вычисляли как математическое ожидание апостериорной плотности её распределения:

$$p_k(\sigma) = \int_{-\infty}^{+\infty} p_{k-1}(\sigma) L(\alpha_k, \sigma | x_{i,k}) d\alpha_k,$$

где L – функция правдоподобия, построенная с учётом данных $x_{i,k}$, полученных на k -м шаге, т. е.

Таблица 2

$$p_k(\sigma) \sim \int_{-\infty}^{+\infty} p_{k-1}(\sigma) \prod_{i=1}^{n_k} \sigma^{-1} \exp\left[-(x_{i,k} - \alpha_k)^2 (2\sigma^2)^{-1}\right] d\alpha_k;$$

$$p_0(\sigma) := \sigma^{-1},$$

$p_0(\sigma)$ – неинформативная априорная функция распределения параметра σ .

На рисунке приведены графики апостериорных плотностей вероятностей $p_k(\sigma)$, $k \leq 21$, построенные для набора выборок из четырёх результатов измерений ($n_k=4$), полужирными линиями показаны итоговые графики, при построении которых использовались все данные из соответствующих совокупностей. Апостериорное распределение несимметрично, и математическое ожидание смещено вправо относительно моды распределения.

Относительные оценки параметра σ – математические ожидания σ_r апостериорной плотности распределения (для нижнего σ_r^H и верхнего σ_r^B уровней диапазона) – представлены в табл. 2. Итоговое значение СКО повторяемости составило 5 %, что хорошо согласуется с предыдущей оценкой.

Оценивание промежуточной прецизионности/коэффициента вариации. Использовали результаты двух серий измерений контрольного материала для трёх уровней, в каждой серии от 34 до 89 измерений. Для каждого уровня оценивали СКО промежуточной прецизионности: сначала находили СКО для каждой серии определённого уровня, далее проверяли равнозначность данных с применением двухстороннего F -критерия проверки равенства дисперсий. Однородность данных подтверждали для всех уровней. После чего для каждого уровня вычисляли объединённые оценки СКО по двум сериям измерений. Для уровней 0,4; 5,0 и 31,0 мКМЕ/мл эти оценки составили 7; 6; 9 % соответственно.

В качестве оценки прецизионности принимали максимальное значение относительного СКО 9 %, далее на его основе рассчитывали неопределённости по типу А ($u_{Rw}^2=9\%$).

Неопределённость калибратора. Неопределённость первичного калибратора, к которому производитель указал прослеживаемость, составляет 0,38 %, информация о неопределённости рабочего калибратора отсутствует. Поэтому обусловленную неопределённостью калибратора неопределённость по типу В оценивали снизу, она составила не менее 0,38 % ($u_{cal} \geq 0,38\%$).

Суммарная неопределённость. В связи с отсутствием контрольного материала/СО, предназначенного для оценки правильности, суммарную неопределённость измерений согласно рисунку рассчитывали по уравнению (3) и получили $u(y) = \sqrt{0,38^2 + 9^2} = 9\%$, следовательно, расширенная неопределённость измерений для вероятности 0,95 составляет $U(y) = 2 \cdot 9 = 18\%$.

Внешняя проверка качества (сличения EQA). Межлабораторные сличения относятся к процедуре EQA деятельности медицинской лаборатории, в частности к оценке точности выполняемых измерений. Отчёты участия медицинской лаборатории в сличениях EQA за первые семь месяцев 2021 г. позволяют оценить близость результатов измерений данной лаборатории и результатов других медицинских лабораторий-участниц.

Оценки параметра σ

n	$\sigma_r^H, \%$	$\sigma_r^B, \%$	n	$\sigma_r^H, \%$	$\sigma_r^B, \%$
4	6,5	3,6	48	5,4	5,7
8	9,4	2,2	52	5,3	5,6
12	7,9	1,9	56	5,1	5,5
16	6,8	1,9	60	5,0	5,4
20	6,3	4,6	64	4,9	5,3
24	5,9	5,2	68	4,8	5,2
28	5,5	5,1	72	4,7	5,1
32	5,4	4,8	76	4,8	5,1
36	5,4	4,9	80	4,7	5,0
40	5,3	5,2	84	4,5	5,0
44	5,5	5,4	–	–	–

Критерием соответствия предъявляемым требованиям является z-score, который не должен превышать 2, в противном случае результат измерения может быть рассмотрен как «выброс»:

$$z\text{-score} = (x - \bar{x})/SD,$$

где x – результат рассматриваемой медицинской лаборатории; $\bar{x}$, SD – соответственно среднее значение и стандартное отклонение результатов по всем лабораториям, участвующим в сличениях EQA.

Участие в сличениях EQA позволяет медицинской лаборатории не только сличить полученные результаты с результатами других лабораторий, но и подтвердить соответствие полученных результатов установленной ранее расширенной неопределённости измерения $U(x)=18\%$. Критерием для подобной проверки является критерий E_n , вычисляемый для каждого результата измерения. Для подтверждения соответствия точности измерений установленной ранее расширенной неопределённости этот критерий не должен превышать единицу:

$$E_n = \frac{x - \bar{x}}{U(x)\bar{x}} \cdot 100.$$

Результаты вычисления критериев z-score и E_n для шести отчётных результатов измерений в рамках сличений EQA, проведённых в 2021 г., представлены в табл. 3.

Из табл. 3 следует, что при сличениях EQA данная лаборатория демонстрирует хороший уровень по сравнению с результатами других участников (критерий z-score) и подтверждает заявленную неопределённость.

Закключение. Решение задач, связанных с оцениванием неопределённости измерений в медицинских лабораториях,

Таблица 3

Проверка соответствия результатов критериям z-score и E_n

Дата	z-score ≤ 2	$E_n \leq 1$
20.01.21	1,23	0,67
08.03.21	0,48	0,50
12.04.21	0,27	0,27
10.05.21	0,34	0,25
14.06.21	0,62	0,53
12.07.21	0,30	0,19

требует совместных усилий метрологов и специалистов лабораторной медицины. Анализ информации, доступной лаборатории при оценке неопределённости измерений, показывает, что наиболее сложной задачей является оценивание правильности измерений и учёт соответствующей составляющей в бюджете неопределённости. Для этого необходимы метрологическая прослеживаемость калибраторов конечного пользователя, что обеспечивается производителями аналитических систем, и доступность для лабораторий, сертифицированных (прослеживаемых) СО, что в целом позволит оценивать и контролировать правильность измерений. Таким образом, первоочередной задачей, которая требует совместных усилий метрологов, специалистов лабораторной медицины и производителей аналитических систем, является реализация схем метрологической прослеживаемости, установление приоритетности в создании СО и разработке референтных методик измерений для наиболее важных аналитов.

В лабораторной медицине для внешней оценки качества EQA широко используют межлабораторные сличения, при этом сличения могут быть инструментом подтверждения заявляемых лабораторией неопределённостей измерений, что требуется тем лабораториям, которые аккредитованы или планируют аккредитоваться на соответствие ГОСТ Р ИСО 15189-2015 и ГОСТ Р ИСО 15195-2006 «Лабораторная медицина. Требования к лабораториям референтных измерений».

Актуальным является установление требований к точности измерений в медицинских лабораториях для наиболее важных аналитов и установление допустимых расхождений при выполнении исследований различными методами/аналитическими системами. В этом контексте важно корректно оценивать объективно достижимую точность (неопределённость) аналитических измерений и анализировать её соответствие требованиям, которые устанавливают специалисты лабораторной медицины, а также совместно

искать пути повышения точности, когда это критически важно в медицинских целях.

Список источников/References

1. Theodorsson E., Magnusson B., *Accreditation and Quality Assurance*, 2017, vol. 22, pp. 235–246. <https://doi.org/10.1007/s00769-017-1275-7>
2. Braga F., Panteghini M., *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine (CCLM)*, 2020, vol. 58(9), no. 3, pp. 1407–1413. <https://doi.org/10.1515/cclm-2019-1336>
3. Callum G. Fraser, *Biological Variation Data for setting Quality Specifications*, available at: <https://www.westgard.com/guest12.htm> (accessed 02.06.2022).
4. Braga F., Pasqualetti S., Aloisio E., Panteghini M., *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 2020, vol. 59, no. 2, pp. 1–10. <https://doi.org/10.1515/cclm-2020-0371>
5. Ceriotti F., Fernandez-Calle P., Klee G. G., Nordin G., Sandberg S., Streichert T., Vives-Corrons J.-L., Panteghini M., *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 2017, vol. 55, no. 2, pp. 189–194. <https://doi.org/10.1515/cclm-2016-0091>
6. Sandberg S., Fraser F. G., Horvath A. R., Jansen R., Jones G., Oosterhuis W., et al., *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 2015, vol. 53, no. 6, pp. 833–835. <https://doi.org/10.1515/cclm-2015-0067>
7. Braga F., Pasqualetti S., Panteghini M., *Clinical Biochemistry*, 2018, vol. 57, pp. 23–28. <https://doi.org/10.1016/j.clinbiochem.2018.02.004>
8. Donadio S., Morelle W., Pascual A., Romi-Lebrun R., Michalski J. C., Ronin C., *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 2005, vol. 43, pp. 519–530. <https://doi.org/10.1515/CCLM.2005.091>
9. Wide L., Eriksson K., *Journal of the Endocrine Society*, 2021, vol. 5, no. 4, pp. 1–11. <https://doi.org/10.1210/jendso/bvab006>
10. Zabczynska M., Kozłowska K., Pochec E., *Int. J. Mol. Sci.*, 2018, no. 19, 2792. <https://doi.org/10.3390/ijms19092792>

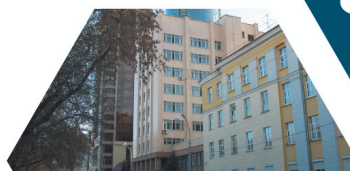
Статья поступила в редакцию 02.06.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022; принята к публикации 16.06.2022.
The article was submitted 02.06.2022; approved after reviewing 15.06.2022; accepted for publication 16.06.2022.



V МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

13–16 СЕНТЯБРЯ 2022 ГОДА
ЕКАТЕРИНБУРГ, РОССИЯ



80 | РСТ |

УНИИМ
филиал ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева

180 | РСТ |

ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» приглашает принять участие в работе V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Мероприятие приурочено к 80-летию Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Тематика мероприятия охватывает все направления, в которых стандартные образцы играют определённую роль. В ходе конференции планируется обсудить:

- теории и практики создания, производства, распространения и применения стандартных образцов;
- метрологическое обеспечение измерений в различных областях экономики;
- первичные референтные методики измерений и референтные методики измерений;
- метрологическую прослеживаемость измерений;
- межлабораторные сличительные испытания;
- международное сотрудничество в области стандартных образцов;
- вопросы общеметрологического характера.

Формат проведения: очный, онлайн.

ВЕБ-СТРАНИЦА
КОНФЕРЕНЦИИ:
conference.gssso.ru



Конференция предполагает проведение пленарных и стендовых секций, а также возможность организации тематических дискуссий в формате круглого стола, посвящённых актуальным проблемам в области стандартных образцов. К участию в конференции приглашаются все, кто заинтересован в развитии и определении направлений научных и прикладных исследований по вопросам стандартных образцов, а также их популяризации как технической и нормативно-методической основы, необходимой для обеспечения единства и точности измерений.

Сборник тезисов докладов готовится на русском и английском языках и войдёт в комплект участника конференции. Прошедшие рецензию материалы конференции в формате статей планируются к публикации: в электронном виде на английском языке в книге “Reference materials in measurement and technology 2022” (издательство Springer); на русском языке в журнале «Эталоны. Стандартные образцы» (входит в перечень ВАК).



АКТУАЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ РАСХОДА И КОЛИЧЕСТВА ЖИДКОСТЕЙ И ГАЗОВ. КАЧЕСТВО УГЛЕВОДОРОДНОГО СЫРЬЯ | НЕФТИ И ПРИРОДНОГО ГАЗА |



Организатор конференции – ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» при поддержке Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии и Кабинета министров Республики Татарстан.

В ходе пленарного заседания запланированы доклады представителей Росстандарта, Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, Министерства энергетики Российской Федерации, Федеральной службы по аккредитации, РСПП, ведущих институтов системы Росстандарта, предприятий и организаций ТЭК, производителей средств измерений и оборудования.

В ходе конференции планируется обсуждение вопросов состояния и перспектив развития метрологии, аттестации эталонов, поверки средств измерений и технических устройств с измерительными

функциями с учётом действующего законодательства и потребностей нефтегазодобывающих компаний, измерений расхода и количества жидкостей и газов.

Особенность метрологической конференции – проведение в рамках Татарстанского нефтегазохимического форума, успешно зарекомендовавшего себя в качестве консолидирующей площадки для обмена опытом между специалистами различных отраслей топливно-энергетического комплекса.

Форма участия очная и заочная.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ:

www.vniir.org

e-mail: conf-vniir@mail.ru



Юбилейная международная торжественная сессия, посвящённая 180-летию ВНИИМ им. Д. И. Менделеева и 30-летию Метрологической академии, прошла 16 июня 2022 г. в стенах старейшего метрологического учреждения страны. В главном юбилейном мероприятии приняли участие заместитель министра промышленности и торговли Российской Федерации Алексей Ученков, заместитель директора департамента оборонно-промышленного комплекса Аппарата Правительства РФ Геннадий Палагин, заместитель руководителя Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Евгений Лазаренко, председатель Комитета по науке и высшей школе Правительства Санкт-Петербурга Андрей Максимов, руководители институтов Росстандарта (ВНИИФТРИ, ВНИИМС, ВНИИОФИ) и центров стандартизации и метрологии.

Зарубежный блок участников представили Вайнанд Лоу – президент Международного комитета по мерам и весам, Фень Сян – директор Национального метрологического института КНР (NIM), Одэй Аль Бухамад – директор Организации по стандартизации и метрологии стран Персидского региона (GSO), Мехди Эслам – глава Иранской национальной организации по стандартизации (INSO).

Поздравляя ВНИИМ, Алексей Ученков отметил, что 180 лет назад в России началась целенаправленная научно обоснованная работа по созданию государственной службы мер и весов – прототипа современной системы обеспечения единства измерений, в которую по сей день вносит весомый вклад ВНИИМ им. Д. И. Менделеева.

В поздравлении от имени заместителя Председателя Правительства Российской Федерации Юрия Борисова отмечен высокий потенциал ВНИИМ как Государственного научного центра.

Обращаясь к коллегам, заместитель руководителя Росстандарта Евгений Лазаренко обозначил современный вектор развития ВНИИМ и отечественной науки об измерениях, назвав её гарантом метрологического суверенитета и торгово-промышленной независимости.

В рамках Плана юбилейных мероприятий, посвящённых 180-летию ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, также состоялись: I Всероссийская научно-практическая конференция молодых учёных и специалистов «За нами будущее», 10-я научно-техническая конференция «Энергия белых ночей», Международная научно-техническая конференция «Метрологическое обеспечение, разработка, производство и применение средств измерений давления», круглый стол, посвящённый становлению и развитию во ВНИИМ научной школы «Теоретико-вероятностные методы в оценивании результатов измерений».



ПОДПИСКА – 2023

на ежемесячный научно-технический журнал
«Измерительная техника»

(печатное издание и электронная копия)

- ▶ онлайн на сайтах подписных агентств
- ▶ в редакции

ГК «Урал-Пресс»

«Измерительная техника»

38168 (печатное издание)

013315 (электронная копия)

www.ural-press.ru

☎ +7 (495) 789-86-36; +7 (499) 700-05-07

Агентство по распространению зарубежных изданий

www.arzi.ru

☎ +7 (495) 680-89-87; +7 (495) 631-62-55

✉ secret@arzi.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 2016–2021 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, ФГБУ «ВНИИМС»

☎ +7 (495) 781-48-70

✉ izmt@vniims.ru

www.izmt.ru