

# МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ И НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ

Н.П. Моисеева  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Термин «метрологическая прослеживаемость» широко употребляется в международных стандартах и в рекомендациях, касающихся требований к калибровочным лабораториям. Прослеживаемость результата измерения к национальному эталону является самым важным условием аккредитации лаборатории на тот или иной вид калибровок. В нашей стране этот термин тоже начал интенсивно использоваться, правда, пока не в стандартах, а в публикациях и общих законодательных документах. Более привычным термином, пришедшим из далеких времен, и в какой-то степени отражающим прослеживаемость, у нас все еще является «поверочная схема».

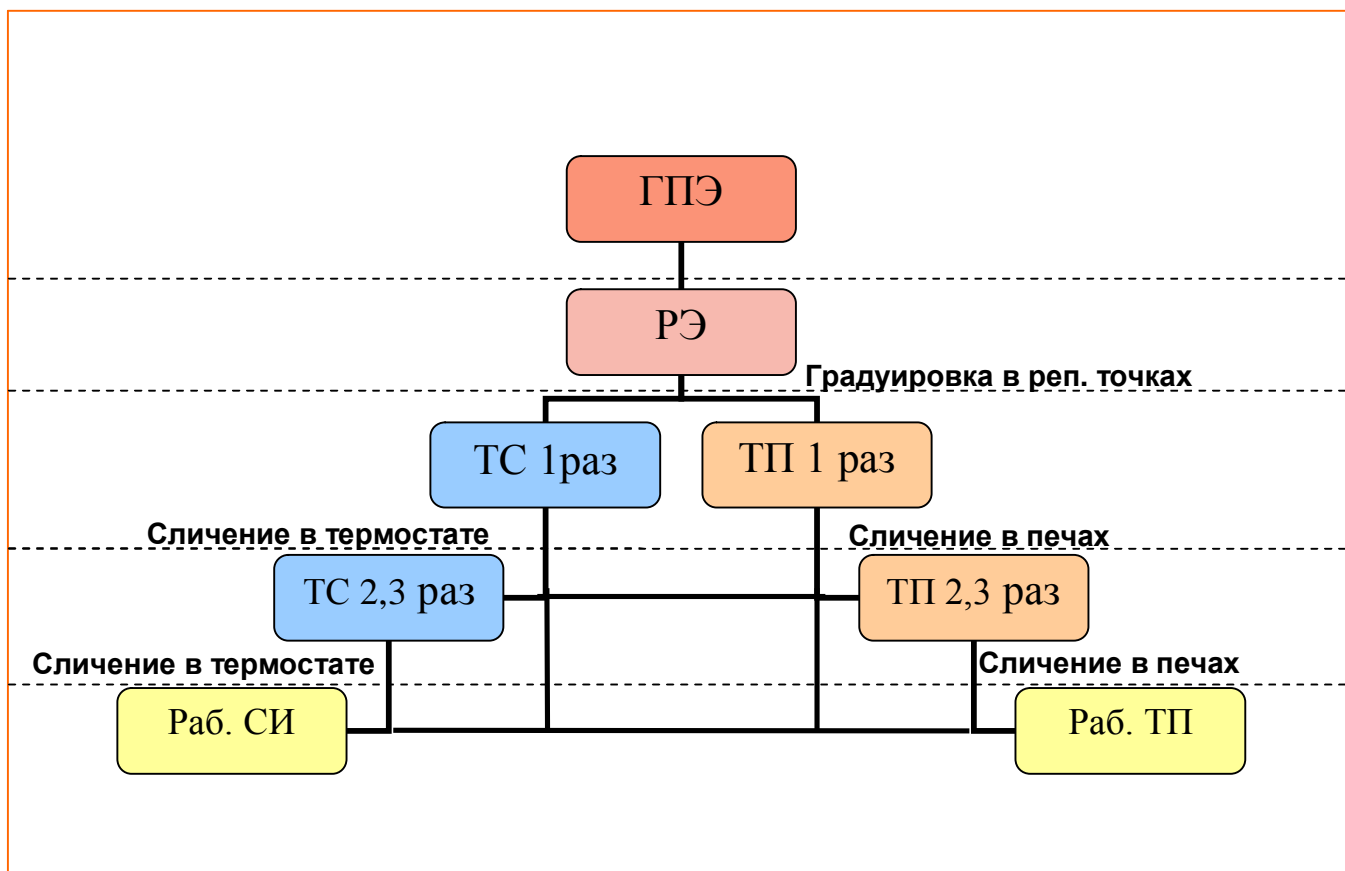
Согласно международному метрологическому словарю VIM (п.2.41) и Руководству международной организации по аккредитации лабораторий ILAC-P10:2002 “ILAC Policy on Traceability of Measurement Results”, метрологическая прослеживаемость характеризуется следующими элементами:

- **неразорванная цепь** калибровок, приводящая к национальному или международному эталону
- **неопределенность** результата калибровки должна быть оценена на каждом этапе цепи в соответствии с утвержденными правилами. Оценка должна позволять рассчитать суммарную неопределенность всей цепи передачи размера единицы.
- методика калибровки на каждом этапе цепи должна опираться на утвержденные **стандарты и методики**. Результаты должны регистрироваться.
- лаборатории должны быть аккредитованы на **техническую компетентность**
- должен быть выдержан **межкалибровочный интервал**. Величина интервала зависит от многих факторов: требуемой точности, частоты использования СИ, способа использования, стабильности приборов.

Отличие поверочной схемы от прослеживаемости заключается в том, что схема отражает фактически только один элемент прослеживаемости – иерархию СИ, демонстрирующую цепь калибровок, приводящую к эталону. В дополнение к иерархии, схема нормирует на каждом этапе передачи размера единицы конкретные интервалы погрешности СИ и метода передачи. Этих требований нет в концепции прослеживаемости, согласно которой важно только документально подтвердить неопределенность калибровки на каждом этапе и рассчитать итоговую неопределенность всей цепочки, ведущей от рабочего СИ к эталону.

Фактически в международной терминологии отсутствует понятие разрядности эталонных термометров. Вводится понятие «первичный эталон» (primary standard) – эталон, непосредственно воспроизводящий единицу физической величины, и «вторичный эталон» (secondary standard) – эталон, получающий размер единицы от первичного. Эталонные СИ классифицируются также по назначению: «опорный эталон» (reference standard) – точный прибор, используемый в данной организации не для повседневной поверки рабочих СИ, а для периодических калибровок местных рабочих эталонов, «рабочий эталон» (working standard) – используется для поверки рабочих СИ. Неопределенность калибровки опорных и рабочих эталонов может быть различной в зависимости от поставленных задач.

Типовая схема передачи размера единицы температуры для контактных датчиков может быть упрощенно представлена в следующем виде:



На диаграмме ТС – обозначение для термометра сопротивления, ТП – обозначение для термопары. Рабочие СИ в нижней части – любые СИ температуры, включающие ртутно-стеклянные термометры, биметаллические, манометрические, полупроводниковые и другие типы термометров. Показана типовая последовательность передачи размера единицы температуры от эталонных к рабочим средствам измерения. Проводя аналогию с международной терминологией, СИ первого разряда играют роль опорных эталонов. СИ второго и третьего разряда – роль рабочих эталонов. Однако, это деление условно, т.к точные рабочие СИ могут поверяться и по термометрам первого разряда и даже в реперных точках РЭ. Деление термометров на термоэлектрические и термометры сопротивления в данной схеме отражает скорее различие в диапазонах температур и принципах поверки. Термопары могут сличаться не только с более точными термопарами, но и с термометрами. Все зависит от требуемой неопределенности измерений.

Попробуем показать для этой типовой последовательности передачи размера единицы температуры как изменяются значения расширенных неопределенностей для каждого уровня СИ, как они «накапливаются» на каждом этапе.

Передача размера единицы начинается от комплекса аппаратуры, который воспроизводит Международную температурную шкалу с наивысшей точностью в данной стране – от Государственного эталона единицы температуры (ГПЭ). В состав эталона входят ампулы реперных точек МТШ-90 и платиновые термометры сопротивления. Фактически носителями шкалы являются реперные точки, которые сравниваются в процессе ключевых международных сличений с точками других стран, и таким образом обеспечивается единство измерений в мире. Для того, чтобы обеспечить единство измерений в стране, реперные точки ГПЭ должны сличаться с точками рабочих эталонов региональных ЦСМ.

Суммарная неопределенность температуры, реализуемой реперной точкой Государственного эталона, складывается из компонентов, определяемых в процессе исследования эталона.

Источники неопределенности:

- случайные эффекты при измерениях,
- погрешности эл. измерительной установки,
- наличие примесей в металле реперной точки,
- нагрев термометра измерительным током,
- эффект гидростатического давления,
- неравномерность температуры на длине ЧЭ термометра,
- отклонение давления газа в ампуле от нормального.

$$U_{\Sigma} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2 \dots}$$

Для каждой точки составляется свой бюджет неопределенности. Приведем итоговые значения расширенных неопределенностей из паспорта ГПЭ.

Реп точка	TtV	Ga	In	Sn	Zn	Al	Ag
Расш. неопр. (к=2), мК	0,08	0,18	0,40	0,60	0,98	2,0	3,4

На этапе передачи размера единицы температуры рабочему эталону ЦСМ определяется расширенная неопределенность температуры реперных точек, состоящая из компонентов, один из которых представляет собой суммарную неопределенность  $U_{\Sigma}$ , определенную на предыдущем этапе. Метод непосредственного сличения ампул реперных точек с помощью эталонного термометра, который переносится из одной ампулы в другую, установленную в идентичной печи, позволяет исключить большинство стандартных неопределенностей, связанных с применяемой аппаратурой. Фактически, в бюджет неопределенности включаются только случайные эффекты и нестабильность термометра, используемого для сличений. В качестве примера приводим расчетную таблицу неопределенностей поверки ампулы с оловом.

ТОЧКА ЗАТВ. ОЛОВА РЭ	исходная информация		ст. неопр.	в темп. эквив.	квадрат
	ско, °C				
Воспроизводимость (случайные эффекты)	ско, °C	2.00E-04	2.00E-04	2.00E-04	4.00E-08
Нестабильность ПТС	ско, °C	5.00E-04	5.00E-04	5.00E-04	2.50E-07
Суммарная ст. неопр. градуировки	°C	5.39E-04			2.90E-07
<b>Расширенная неопр. ГПЭ (<math>U_{\Sigma}</math>)</b>	°C	<b>6.00E-04</b>	3.00E-04	3.00E-04	9.00E-08
Суммарная ст. неопр. РЭ	°C			6.16E-04	
<b>Расширенная неопр. РЭ</b>	°C			<b>1.23E-03</b>	

Несмотря на то, что за счет сличений неопределенность выросла в два раза, она только немного превысила 1 мК. Однако это не означает, что все владельцы рабочих эталонов могут воспроизводить единицу температуры с такой высокой точностью. Поверенная на аппаратуре ГПЭ ампула будет использоваться в совершенно других условиях. Электроизмерительная аппаратура и печи для реализации фазовых переходов реперных точек вносят существенный вклад в суммарную неопределенность поверки эталонных термометров с использованием аппаратуры РЭ. Полный бюджет неопределенностей будет выглядеть примерно так.

ЭТАЛОННЫЙ ПТС	исходная информация		ст. неопр.	в темп. эквив.	квадрат
<b>Тип А</b>					
Воспроизводимость (случайные эффекты)	ско, °С	5.00E-04	5.00E-04	5.00E-04	2.50E-07
<b>Тип В</b>					
Электроизмерения	пред. погр, Ом	1.00E-04	5.77E-05	1.65E-03	2.72E-06
нагрев ПТС изм. током	пред. погр., °С	4.00E-05	2.31E-05	2.31E-05	5.33E-10
неоднор. темп. на длине ЧЭ	разн. темп., °С	1.00E-03	5.77E-04	5.77E-04	3.33E-07
вклад. неопр. ТТВ	станд. неопр. °С	4.73E-04	4.73E-04	4.73E-04	2.24E-07
наклон площадки затв.	разн. темп., °С	3.00E-04	1.73E-04	1.73E-04	3.01E-08
Суммарная ст. неопр. градуировки	°С	1.89E-03			3.56E-06
<b>Расширенная неопр. РЭ</b>	°С	<b>1.23E-03</b>	6.16E-04	6.16E-04	3.80E-07
Суммарная ст. неопр. ЭТС	°С			1.98E-03	
<b>Расширенная неопр. ЭТС</b>	°С			<b>3.97E-03</b>	

Из таблицы заметно, что максимальный вклад в суммарную неопределенность дают погрешности электрических измерений и неоднородность температуры на длине ЧЭ. В данном примере точность электроизмерений довольно высокая, но достижимая для ряда отечественных измерительных мостов. Если использовать установки более низкого класса или не обеспечить равномерность температуры внутри тигля, то появляется опасность выйти в итоге за пределы 5 мК.

Следует обратить внимание на то, что существующая в настоящее время практика утверждения рабочих эталонов не дает возможность оценить реальные точностные характеристики эталона. Как правило, ампулы, входящие в состав РЭ, сличаются с ГПЭ в условиях и на аппаратуре ГПЭ. Таким образом, определяется лишь одна составляющая бюджета неопределенности РЭ, зависящая от качества металла ампулы. Все составляющие, характеризующие оборудование поверочного центра, при аттестации РЭ не проверяются. Вряд ли такой подход можно назвать «аттестацией рабочего эталона».

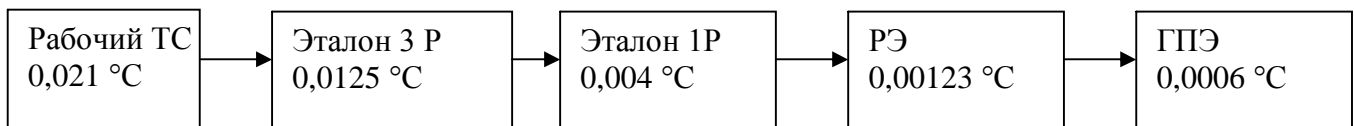
Следующим этапом передачи размера единицы температуры является сличение в термостатах эталонных термометров с термометрами низших разрядов или с рабочими ТС.

ЭТС	исходная информация		ст. неопр.	в темп. эквив.	квадрат
<b>Тип А</b>					
Воспроизводимость (случайные эффекты)	ско, °С	1.00E-03	1.00E-03	1.00E-03	1.00E-06
<b>Тип В</b>					
Электроизмерения	пред. погр, Ом	3.00E-04	1.73E-04	4.95E-03	2.45E-05
неоднор. темп. в термостате	разн. темп., °С	2.00E-03	1.15E-03	1.15E-03	1.33E-06
нестабильность темп. в термостате	разн. темп., °С	5.00E-03	2.89E-03	2.89E-03	8.35E-06
Суммарная ст. неопр. градуировки	°С	5.93E-03			3.52E-05
<b>Расширенная неопр. ЭТС</b>	°С	<b>3.97E-03</b>	1.98E-03	1.98E-03	3.94E-06
Суммарная ст. неопр. ТС	°С			6.25E-03	
<b>Расширенная неопр. ТС</b>	°С			<b>1.25E-02</b>	

Отметим, что в данном бюджете неопределенности не учтена одна существенная составляющая – нестабильность термометра за межповерочный интервал. Именно она делает некоторые термометры непригодными к использованию в качестве эталонов. Если этот термометр на этой же аппаратуре сличать с рабочим и учесть нестабильность примерно в  $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ , то в итоге получим увеличение неопределенности до  **$0,021\text{ }^{\circ}\text{C}$** . Это значение типично для поверочных лабораторий, которые проводят поверку рабочих ТС на соответствие классу допуска, но оно иногда не достаточно для калибровки ТС повышенной точности с индивидуальной градуировкой.

В данном примере мы постарались использовать для расчетов параметры практически самых лучших из доступных на отечественном рынке приборов. Если лаборатория имеет аппаратуру более низкого качества, то она может получить неопределенности поверки больше, чем указанные. Однако полученные значения вполне могут соответствовать требованиям точности поверяемых в лаборатории приборов. В любом случае, подтверждение метрологической прослеживаемости должно состоять из расчетов неопределенности калибровки на каждом этапе поверки.

Приведем цепочку передачи размера единицы снизу вверх с расширенной неопределенностью на каждом этапе:



Вопрос в том, нужно ли нормировать в Государственных стандартах конкретные требования к эталонам на каждом этапе передачи размера единицы? Фактически только на этапе калибровки рабочего ТС мы должны задать требования к точности калибровки, позволяющие получить доказательство того, что термометр находится в допуске определенного класса. В нашем стандарте ГОСТ 8.461-2009 (ГОСТ Р 8.624-2006) в качестве критерия точности калибровки выбрано требование получения расширенной неопределенности поверки не превышающей ? от допуска поверяемого СИ. Критерий соответствия классу допуска – нахождение результата вместе с расширенной неопределенностью в рамках допуска. Выбор критерия точности и критерия соответствия должен спорный вопрос. В некоторых иностранных документах легальной метрологии критерий точности соответствует  $1/3$  от допуска, а для проверки соответствия классу к результату прибавляется ? от расширенной неопределенности. В данной статье мы не будем останавливаться на обсуждении критериев, а подчеркнем то, что требования к точности градуировки определяются только на этапе калибровки рабочих СИ. На остальных этапах критерий один – вся цепочка эталонов должна позволять оценить точность рабочего СИ. Если рабочий термометр не стандартный, то требуемая точность может быть задана как в виде отклонения от НСХ (допуска), так и в виде расширенной неопределенности измерений (аналог задаваемой ранее доверительной погрешности).

Ветвь термопар также начинается с первичного и рабочего эталона температуры. В реперных точках рабочего эталона температуры может быть проведена градуировка эталонных термопар. Приведем пример расчета неопределенности градуировки термопар типа S(III) при температуре реперной точки алюминия  $660,323\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

ЭТАЛОННАЯ ТП	исходная информация		ст. неопр.	В темп. эквив.	квадрат
<b>Тип А</b>				10.4 мкВ/°С	
Воспроизводимость (случайные эффекты)	ско, мкВ	5.00E-01	5.00E-01	4.81E-02	2.31E-03
<b>Тип В</b>					
Электроизмерения	предел погр, мкВ	8.00E-01	4.62E-01	4.44E-02	1.97E-03
неоднор. термоэлект.	разность темп., мкВ	3.00E-01	1.73E-01	1.67E-02	2.77E-04
наклон площадки затв.	разность темп., °С	5.00E-04	2.89E-04	2.89E-04	8.35E-08
термостат. хол. спаев	предел погр, мкВ	1.20E-01	6.93E-02	6.66E-03	4.44E-05
Суммарная ст. неопр. градуировки	°С	6.79E-02			4.61E-03
<b>Расширенная неопр. РЭ</b>	°С	<b>5.24E-03</b>	2.62E-03	2.62E-03	6.87E-06
Суммарная ст. неопр. ТП	°С			6.79E-02	
<b>Расширенная неопр. ТП</b>	°С			<b>1.36E-01</b>	

Максимальный вклад в расширенную неопределенность градуировки термопары в реперной точке дает погрешность электрических измерений, а также составляющая от случайных эффектов, которая также в основном определяется электроизмерительной установкой.

Эталонные термопары используются для последующего сличения с эталонами низших разрядов и рабочими ТП. Процедура сличения приводит к следующему бюджету неопределенности.

РАБОЧАЯ ТП	исходная информация		ст. неопр.	В темп. эквив.	квадрат
<b>Тип А</b>				10.4 мкВ/°С	
Воспроизводимость (случайные эффекты)	ско, мкВ	1.00E-01	1.00E-01	9.62E-03	9.25E-05
<b>Тип В</b>					
Электроизмерения	предел погр, мкВ	8.00E-01	4.62E-01	4.44E-02	1.97E-03
нестабильность темп.	разность темп., °С	4.00E-01	2.31E-01	2.31E-01	5.35E-02
термостат. хол. спаев	предел погр, мкВ	6.00E-01	3.46E-01	3.33E-02	1.11E-03
компенс. провода	предел погр, мкВ	2.00E+00	1.15E+00	1.11E-01	1.23E-02
Суммарная ст. неопр. градуировки	°С	2.38E-01			5.66E-02
<b>Расширенная неопр. ЭТ</b>	°С	<b>1.36E-01</b>	6.79E-02	6.79E-02	4.61E-03
Суммарная ст. неопр. ТП	°С			2.47E-01	
<b>Расширенная неопр. ТП</b>	°С			<b>4.95E-01</b>	

В данной таблице отсутствует один важный источник неопределенности – термоэлектрическая неоднородность термоэлектродов (ТЭН). При производстве термопар ТЭН должна проверяться для каждой бухты проволоки. Известно, однако, что ТЭН, возникающая при длительном использовании хромель-алюмелевых термопар, может привести к смещению результата градуировки в несколько градусов. Поэтому периодическая поверка термопар в калибровочной лаборатории может привести к ошибочному результату. Дискуссия об особенностях поверки термопар выходит за рамки данной статьи.

Приведенные выше таблицы неопределенностей не являются исчерпывающими. Для каждой конкретной лаборатории могут существовать дополнительные источники неопределенности. В то же время, с помощью таблиц был показан общий подход к обоснованию метрологической

прослеживаемости путем расчета неопределенности всей цепи передачи размера единицы температуры, приводящей к первичному эталону.

Для того, чтобы были выполнены все элементы «метрологической прослеживаемости» необходимо разработать стандарты и методики калибровки, устанавливающие порядок калибровки, включающий оценку неопределенности. Пока такой порядок можно найти только в стандарте ГОСТ 8.461 – 2009 (ГОСТ Р 8.624-2006).

Концепция неопределенностей все еще не нашла полного признания в России. Остается очень много противников внедрения этого метода оценки точности, причем, что самое печальное, среди руководителей высшего звена. Главным аргументом против внедрения неопределенностей является положение о том, что якобы существующая теория погрешностей ни чем не хуже справляется с задачей оценивания точности калибровки СИ. Однако, при рассмотрении стандартов на поверку образцовых термометров и термопар, оказывается, что нигде нет подробной оценки характеристик погрешности поверки. Так, в стандарте ГОСТ Р 8.571-98 доверительная погрешность ПТС рассчитывается исходя только из разброса результатов трех измерений в реперной точке, без учета особенностей аппаратуры для реализации фазовых переходов. В стандарте ГОСТ 8.611-2005 на поверку образцовых термопар вообще отсутствует какая либо методика расчета доверительной погрешности эталонных термопар. В то же время стандарт на общие технические требования ГОСТ Р 52314-2005 эту именно характеристику нормирует как основную для отнесения термопары к тому или иному разряду.

Как уже отмечалось в начале статьи, у нас ГОСТы отстают от законов. Напомним, что одним из главных положений «Концепции формирования единой национальной системы аккредитации в Российской Федерации», одобренной в октябре 2010 г., является то, что в целях достижения международного признания, порядок аккредитации органов по подтверждению соответствия должен определяться на основе международных стандартов. Основным стандартом для аккредитации калибровочных лабораторий является ИСО/МЭК 17025:2005 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Поэтому, как бы кому-то не хотелось сохранить национальный аппарат погрешностей, без расчета неопределенности измерений при аккредитации уже не обойтись.

Основной вывод, который хочется сделать из данной работы, состоит в том, что многое предстоит сделать для внедрения и нормативного обеспечения концепции «метрологическая прослеживаемость» в области температурных измерений.

Как главный редактор Информационно-образовательного портала «ТЕМПЕРАТУРА» ([www.temperatures.ru](http://www.temperatures.ru)) я постараюсь обеспечить открытое обсуждение новых стандартов, в том числе методов оценки неопределенности измерений, на страницах портала. Приглашаю к обсуждению, как сторонников, так и противников внедрения новых методик.