

INTERCOMPARĂRI ÎN PUNCTUL TRIPLU AL APEI A ETALOANELOR NAȚIONALE A UNITĂȚII DE TEMPERATURĂ

Constantin BORDIANU

Institutul Național de Standardizare și Metrologie
Universitatea Tehnică a Moldovei

Abstract. Republic of Moldova is a member of the regional metrology organization COOMET, make great efforts in developing and updating the national standards and active participation in regional comparisons. In the last years has been made the major investment in modernizing the national standards that led to the creation the national standard unit of temperature ETN 02 - 12, it was possible participation National Institute of Standardization and Metrology to the key comparison COOMET.T-K7 (COOMET theme Nr. 395/BY/07) "Regional key comparison of water triple point cells".

Cuvinte cheie: punctul triplu al apei, incertitudine de măsurare, comparație cheie, capabilitate de măsurare.

1. Introducere

Necesitatea oricărui stat independent de a crea un Sistem Național de Metrologie modern care să satisfacă atât cerințele economiei naționale cât și să corespundă criteriilor internaționale, nu poate fi realizată fără crearea și dezvoltarea unui Sistem Național de Etaloane adecvat. Recunoașterea la nivel internațional a etaloanelor poate fi realizată doar prin intermediul participării active la intercomparări atât regionale cât și bilaterale. Rezultatele pozitive ale intercomparărilor conduc inevitabil la o recunoaștere pe plan internațional a măsurărilor efectuate precum și la eliminarea multor bariere, inclusiv în calea comerțului.

Temperatura este una dintre mărimile cele mai des măsurate în industrie, medicină, meteorologie precum și în viața de zi cu zi. Precizia și trasabilitatea măsurărilor efectuate afectează nemijlocit multe aspecte ale businessului, cum ar fi procesarea și prelucrarea materialelor, eficiența energetică, diagnostica medicală și siguranța alimentelor. Drept unitate de măsură a mărimii fizice fundamentale, care este temperatura termodinamică, în Sistema Internațională de unități (SI) servește Kelvin (K), care se definește ca $1/273,16$ din temperatura punctului triplu al apei (PTA). PTA reprezintă de asemenea principalul punct fix al scării internaționale de temperatură ($SIT - 90$), în care îi este atribuită valoarea exactă de $273,16 K$.

În $SIT - 90$ mărimea principală, utilizată pentru calculul temperaturii, măsurată cu ajutorul termometrului cu rezistență din platină etalon ($SPRT$), în intervalul de temperaturi de la $13,8033 K$ până la $1234,93 K$, servește $W(t)$, ce reprezintă relația dintre valoarea rezistenței $SPRT$ la temperatura măsurată și valoarea rezistenței $SPRT$ la temperatura PTA . Reieșind din aceasta corectitudinea realizării temperaturii și a scalei de temperatură, în linii generale se caracterizează prin corectitudinea și precizia realizării temperaturii PTA .

Semnarea acordului internațional de recunoaștere reciprocă a etaloanelor naționale, a măsurărilor efectuate și a certificatelor de etalonare eliberate de către institutele naționale de metrologie (INM), a servit drept impuls pentru inițierea lucrărilor de comparări internaționale în cadrul organizațiilor regionale. Decizia de a efectua comparări în PTA a fost primită de către Comitetul tehnic TK 1.10 „Temperatura și termofizica” în anul 2007, sub denumirea №395/ BY/07 „Comparări regionale a celulelor punctului triplu al apei a etaloanelor naționale a unității de temperatură”, înregistrată la KCDB „COOMET.T-K-7”. Scopul comparărilor regionale reprezintă desiminarea și asigurarea echivalenței metrologice a etaloanelor naționale, cu cele ce participă la comparările cheie BIPM. Gradul de echivalență se determină în relație cu rezultatele intercomparărilor cheie BIPM, prin intermediul măsurărilor, primite de la INM-urile de legătură, care au participat în ambele tipuri de intercomparări. Drept INM ce a asigurat relația de echivalentă a intercomparărilor COOMET cu intercomparările cheie BIPM, a servit institutul deținător a etalonului primar al unității de temperatură a Federației Ruse – VNIIM, care a participat la intercomparările cheie BIPM K7. Laboratorul pilot și coordonatorul intercomparărilor a fost selectat laboratorul BELGIM (Belarus). În cadrul intercomparării respective au participat șapte institute naționale de metrologie, deținătoare a referințelor naționale.

Selectarea schemei de efectuare a intercomparării în cadrul COOMET, s-a efectuat în baza analizei minuțioase a schemelor de intercomparări cheie petrecute anterior. Luând în considerație specificul măsurărilor în punctul triplu al apei, precum și practica obținută la ultimele intercomparări cheie *BIPM K7*, în care celulele de *PTA* transportabile a tuturor participanților la intercomparare, au fost transmise către laboratorul *BIPM* și comparate în condiții identice cu două celule de *PTA* ce aparțineau laboratorului, fără luarea în considerație a specificului metodelor de realizare a punctului triplu, deci primindu-se diferențele de temperaturi, realizate de celule în aceleași condiții. Ținând cont că diferențele în metodele de realizare a punctului triplu al apei, de la un institut la altul, sunt nesemnificative și că diferențele dintre temperaturile realizate, se datorează în principiu compoziției izotopice și purității apei din celulă, este evident că rezultatele primite corespund diferenței realizării în institutele naționale de metrologie. Pe baza acestor principii a fost primită decizia de a organiza intercomparările COOMET conform schemei intercomparărilor cheie *BIPM K7* (figura 1).

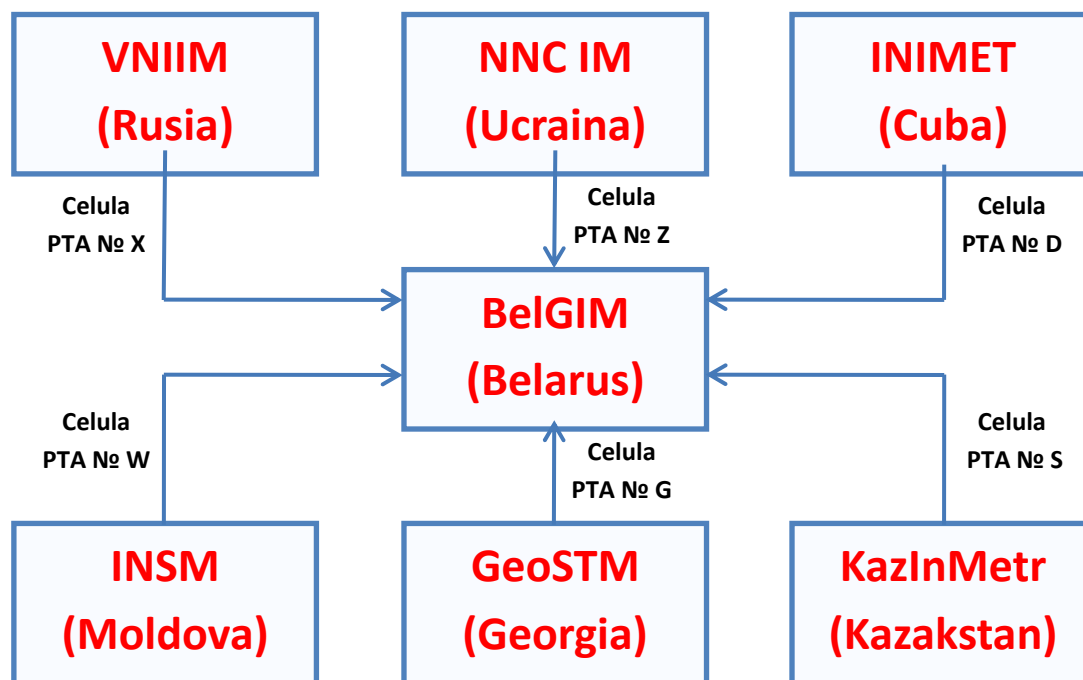


Figura 1. Schema intercomparării

Comparările au fost efectuate în câteva etape: la prima etapă (martie 2008 – decembrie 2009) fiecare laborator participant a efectuat compararea celulei de transfer cu referința națională. La această etapă au fost efectuate măsurări în scopul selectării celulei de transfer în conformitate cu cerințele impuse, comparării ei cu referința națională, precum și determinării caracteristicilor metrologice. La a doua etapă (ianuarie 2010 – octombrie 2010) celulele de transfer, împreună cu rezultatele măsurărilor, au fost transmise laboratorului pilot (BelGIM), unde au fost comparate cu *PTA* etalon a laboratorului pilot. Ulterior (noiembrie 2010 – noiembrie 2011) celulele de transfer au fost restituite la INM-uri, unde din nou au fost comparate cu referințele naționale în scopul determinării posibilelor abateri în timp.

2. Măsurări efectuate de INSM

În scopul îndeplinirii criteriilor înaintate celulelor de transfer, au fost efectuate mai multe operații pregătitoare cum ar fi aprecierea instabilității și neuniformității spațiale a incintei termostatare, determinării caracteristicilor metrologice ale punții de c.c. utilizate, precum și a rezistoarelor etalon $R_{nom} = 100 \Omega$.

Realizarea temperaturii PTA a fost efectuată în conformitate cu procedura 3.9/PL – 05 „Etalonarea celulelor punctului triplu al apei” elaborată și dezvoltată de INSM, utilizând gheață carbonizată (CO_2), cu luarea în considerație a practicii internaționale în domeniu. Achiziționarea datelor a fost efectuată atât manual, cât și prin intermediul unui SOFT specializat. Determinarea diferenței dintre celulele PTA de transfer și cea de referință, a fost efectuată prin intermediul realizării separate a trei cicluri de măsurări. Pentru fiecare realizare timp de cinci zile au fost efectuate comparări cu referința națională, câte o măsurare pe zi (la fiecare măsurare au fost efectuate câteva zeci de înregistrări). Calculul diferenței de temperaturi a fost efectuat conform relației:

$$(T_T - T_{INM})_i = (R_{Ti} - R_{INMi}) / (dR/dT)_T \quad (1)$$

unde: T_T – temperatura celulei de transfer; R_{Ti} , R_{INMi} – valoarea rezistenței SPRT, măsurată în celule;
 $(dR/dT)_T$ – coeficientul de sensibilitate a SPRT în punctul triplu al apei, Ω/K .

Estimarea incertitudinii, la măsurarea diferenței de temperatură dintre celulele PTA de transfer și cea de referință, s-a efectuat cu luarea în considerație atât a componentelor datorate ETN 02 - 12 cât și celor datorate comparării dintre celula de transfer și referința națională (3).

3. Măsurări efectuate de laboratorul pilot

Etapele a doua a constat în compararea celulelor de transfer ale INM-urilor cu celula de referință a BelGIM. Prelucrarea rezultatelor celor trei cicluri de măsurări, efectuate la $I = 1$ mA și respectiv $I = 1,414$ mA, au fost efectuate identic ca la INM, valoarea medie a temperaturii fiind:

$$T_T - T_{BelGIM} = \sum_{i=1}^n (T_T - T_{BelGIM})_i / n \quad (2)$$

Incetitudinea standard compusă a diferenței de temperatură dintre PTA de transfer și PTA etalon, pentru fiecare INM, s-a determinat cu relația:

$$u^2(T_T - T_{BelGIM}) = u^2_A + 2 \cdot u^2_B \quad (3)$$

unde: u_A – incetitudinea standard de tip A; u_B – suma pătratică a componentelor incetitudinii standard de tip B.

Rezultatele comparării celulelor PTA, valoarea medie a diferenței de temperatură și incetitudinea standard compusă sunt prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1

INM	$(T_T - T_{BelGIM})_i$, mK	u_A , mK	u_B , mK	$u(T_T - T_{BelGIM})$, mK	$T_T - T_{med}$, mK	$u(T_T - T_{med})$, mK
GeoSTM	-0,145	0,005	0,030	0,043	-0,104	0,193
INSM	-0,030	0,002	0,030	0,043	0,012	0,081
INIMET	-0,038	0,003	0,030	0,042	0,004	0,062
VNIM	-0,032	0,003	0,030	0,043	0,010	0,056
NNC IM	-0,033	0,003	0,030	0,043	0,009	0,084
KazInMetr	-0,013	0,002	0,030	0,043	0,028	0,071

Valorile medii ale diferențelor primite, s-au determinat cu relația:

$$\Delta T_{med} = \sum_{i=1}^n (T_T - T_{BelGIM})_i / n \quad (4)$$

Abaterile rezultatelor măsurării pentru fiecare INM de la ΔT_{med} au fost determinate cu relația:

$$T_T - T_{med} = (T_T - T_{BelGIM}) - \Delta T_{med} \quad (5)$$

Incetitudinea standard compusă a diferențelor de temperatură primite fiind:

$$u^2(T_T - T_{med}) = u^2(T_T - T_{BelGIM}) + u^2(T_T - T_{INM}) \quad (6)$$

4. Determinarea stabilității celulelor de transfer

După preluarea celulelor de transfer de la BelGIM, a fost determinată stabilitatea celulei, prin intermediul repetării primului ciclu de măsurări (compararea repetată a celulei de transfer cu referința națională). Instabilitatea celulei PTA de transfer a fost determinată cu relația:

$$\Delta T_{stab} = (T_T - T_{INM})_1 - (T_T - T_{INM})_2 \quad (7)$$

5. Rezultatele comparărilor cheie regionale COOMET

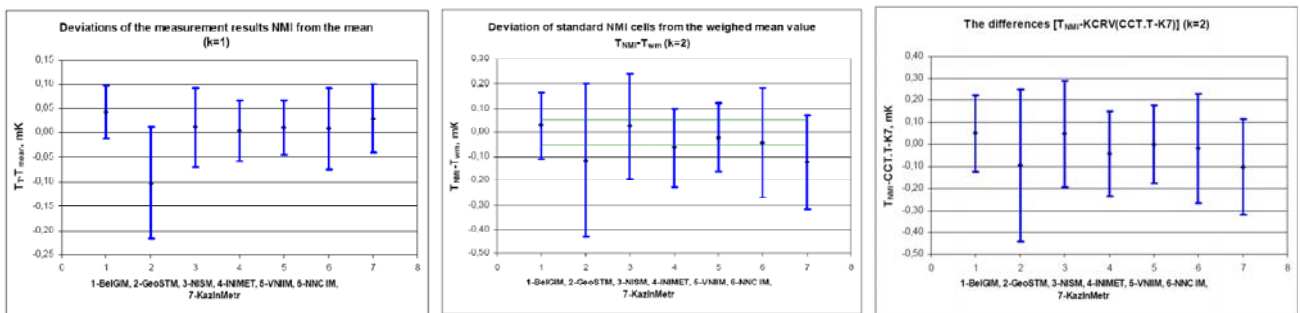
Evaluarea rezultatelor comparării a fost efectuată în conformitate cu *Guide on evaluation of the COOMET key comparison data, COOMET.R/GM/14:2006*. Acest document permite efectuarea legăturii dintre rezultatele comparărilor regionale COOMET și rezultatele comparărilor cheie BIPM, în cazul de față cu rezultatele comitetului consultativ pe termometrie BIPM K7. Valoarea medie a diferenței $\Delta T_{wm} = T_{wm} - T_{BelGIM}$ și incertitudinea asociată $u_{wm}(\Delta T_{wm})$, prezentate în tabelul 7 au fost determinate cu relațiile:

$$\Delta T_{wm} = (T_{wm} - T_{BelGIM}) = \frac{\sum_1^n (T_T - T_{BelGIM})}{\sum_1^n u^2(T_T - T_{BelGIM})} \quad u_{wm}^2 = \frac{1}{\sum_1^n \frac{1}{u^2(T_T - T_{BelGIM})}} \quad (8)$$

Abaterea temperaturii etaloanelor naționale de la valoarea medie, ΔT_{wm} , și incertitudinea asociată (tabelul 2 și figura 2) se determină cu ajutorul relațiilor:

$$T_{INM} - T_{wm} = (T_T - T_{BelGIM}) - (T_{wm} - T_{BelGIM}) - (T_T - T_{INM}) \quad (9)$$

$$u^2(T_{INM} - T_{wm}) = [u^2(T_T - T_{BelGIM}) + u^2(T_T - T_{INM}) + u^2_{wm}]$$



Tabelul 2

INM	$u(T_T - T_{BelGIM})$, mK	$T_{INM} - T_{wm}$, mK	$u(T_{INM} - T_{wm})$, mK
BelGIM	0,055	0,025	0,070
GeoSTM	0,193	-0,120	0,271
INM	0,081	0,022	0,110
INIMET	0,062	-0,068	0,081
VNIIM	0,056	-0,025	0,071
NNC IM	0,084	-0,044	0,113
KazInMetr	0,071	-0,127	0,095

6. Concluzie

Incertitudinile declarate de laboratoarele participante la intercomparare sunt considerate drept rezultate pozitive dacă gradul de echivalență „ d ” a rezultatului INM-ului este de două ori mai mic decât incertitudinea ei $|d| < 2u(d)$. Aceasta servește drept criteriu pentru recunoașterea incertitudinilor CMC, indicate în raportul *Grupului de lucru WG8 CCT „Inter-RMO CMC review committee 3-26-03”*.

În rezultatul analizei intercomparării COOMET pot fi evidențiate următoarele concluzii:

1. Incertitudinile rezultatelor măsurărilor în punctul triplu al apei, declarate de către INM-urile participante, au fost confirmate de rezultatele comparării primite.

2. Rezultatele intercomparării, reprezintă confirmarea poziției corespunzătoare a capacităților de măsurare (tabelelor CMC) a Republicii Moldova.

3. Laboratorul Mărimi Termice din cadrul INSM și-a confirmat capacitățile de măsurare și în urma analizei rezultatului intercomparării, v-a fi posibilă publicarea tabelelor CMC, ceea ce v-a duce la recunoașterea internațională a măsurărilor efectuate, respectiv v-a fi atinsă una dintre principalele priorități în dezvoltarea etalonului național al unității de temperatură.

7. Bibliografie

1. COOMET.R/GM/14:2006 *Guide on evaluation of the COOMET key comparison data*
2. 3.9/PL – 05 *Etalonarea celulelor punctului triplu al apei*
3. BIPM, Final Report of COOMET.T-K7: *Regional key comparison of water triple point cells*
4. BIPM, WG8 CCT *Inter-RMO CMC review committee 3-26-03*
5. BIPM, CCT/08 – 09/rev *Uncertainties in the realisation of the SPRT subranges of the ITS-90*
6. Bureau International des Poids et Mesures, (1997), *Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990*.