

DOI: 10.33955/2307-2180(5)2019.8-13

УДК 621.317.1

ДРУГИЙ РАУНД МІЖЛАБОРАТОРНИХ ПОРІВНЯНЬ РЕЗУЛЬТАТІВ КАЛІБРУВАННЯ МІР ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ ПОСТІЙНОМУ СТРУМУ

Interlaboratory Comparisons of Calibration Results of the Measures of Electrical Resistance of Direct Current



О. Величко, доктор технічних наук,
директор науково-виробничого інституту,
В. Довгань, заступник начальника
науково-виробничого відділу,
Д. Нікітенко, начальник
науково-виробничого відділу,
Я. Брезицький, інженер 1 категорії,
ДП «Укрметрестстандарт», м. Київ, Україна,
e-mail: velychko@ukrcsm.kiev.ua

O. Velychko, doctor of engineering,
dyrector of the research and production institute,
V. Dovgan, deputy head of research
and production department,
D. Nikitenko, head of research and production
department,
J. Brezitskiy, 1st category engineer,
SE «Ukrmetrteststandart», Kyiv, Ukraine,
e-mail: velychko@ukrcsm.kiev.ua

Представлено результати другого раунду міжлабораторних порівнянь результатів калібрування мір електричного опору номіналів 1, 10 та 100 Ом на постійному струмі. Референтною лабораторією здійснено дослідження мір електричного опору як засобу порівняння, визначено опорні значення порівняння з розрахунком їх розширених невизначеностей. Порівняння результатів вимірювань, отриманих під час калібрування мір електричного опору п'ятьма лабораторіями відбувалося за радіальною схемою протягом 2018—2019 років. Визначені відхилення отриманих результатів кожною лабораторією та оцінені їх коректності з урахуванням невизначеності вимірювань за допомогою одного із критеріїв за статистикою функціонування для обраних номіналів електричних опорів. Проведено аналіз міжлабораторних порівнянь результатів калібрування мір електричного опору лабораторій, які брали участь у першому та другому раундах.

For the accredited calibration laboratories in Ukraine, a second round of inter-laboratory comparisons (ILC) of the results of calibration of electrical resistance measures of direct current was conducted. It is important to conduct such rounds of ILC of results with the involvement of an increasing number of calibration laboratories. This

will, accordingly, establish the competence of an increasing number of calibration laboratories, which is quite relevant today. The article presents the results of the first round of ILC of the measures of electrical resistance 1 Ohm, 10 Ohm and 100 Ohm on a direct current. As an comparison examples by reference laboratory measurement of electrical resistance of direct current P321 and P331, which were already used in the first round of ILC, were selected. The reference laboratory has research the measures of electrical resistance as a means of comparison, defined the reference values of comparison with the calculation of their extended uncertainties according to the measurement model. The comparison of the results of measurements obtained during the calibration of the measures of electrical resistance of eight laboratories took place according to the radial scheme from 2018 to 2019. The deviations of the results obtained by each laboratory were determined and their correctness was evaluated taking into account the uncertainty of measurements by one of the criteria for performance statistics for the selected electrical resistance ratings. The obtained En values show that for all laboratories participating satisfy the set criterion, except for the result of one laboratory for electrical resistance of 10 Ohms. A comparative analysis of the results of the calibration of resistance measures for laboratories that took part in the first and second rounds was carried out.

Ключові слова: міра електричного опору, міжлабораторні порівняння, національний метрологічний інститут, невизначеність вимірювань, сила постійного струму.

Keywords: measure of electrical resistance, inter-laboratory comparisons, national metrology institute, measurement uncertainty, direct current.

Стратегічною метою розвитку системи технічного регулювання є забезпечення конкурентоспроможності вітчизняної продукції з поступовою інтеграцією економіки країни до ринку Європейського Союзу (ЄС). Це сприятиме подоланню технічних бар'єрів у торгівлі між Україною та ЄС і зміцненню її позицій на світовому ринку в результаті визнан-

ня національної системи технічного регулювання на європейському та міжнародному рівнях.

Важливим напрямом реалізації «Стратегії розвитку системи технічного регулювання на період до 2020 р.» (Стратегії), прийнятої розпорядженням Кабінету Міністрів України № 844-р, від 19.08.2015 є забезпечення визнання виданих Національним

агентством України з акредитації (НААУ) атестатів про акредитацію на європейському та міжнародному рівнях, що неможливо без адаптації законодавства України у сфері технічного регулювання до законодавства ЄС. Окрім того, Стратегією визначено завдання щодо підготовки до запровадження в Україні систем міжлабораторних порівнянь (МПП) і професійного тестування та акредитації провайдерів таких систем.

Відповідно до стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025 [1], з метою підтвердження компетентності калібрувальних та випробувальних лабораторій у сфері акредитації, періодично необхідно проводити МПП. Програму МПП розробляють з урахуванням вимог національних стандартів ДСТУ ISO/IEC 17025 [1], ДСТУ EN ISO/IEC 17043 [2] та ДСТУ ISO 13528 [3]. Питання організації та проведення МПП є достатньо актуальним для акредитованих НААУ калібрувальних та випробувальних лабораторій.

В Україні ще з 1998 року функціонує Державний первинний еталон одиниці електричного опору (ДЕТУ 08-02-98), який відтворює та зберігає одиниці електричного опору 1 Ом і 100 Ом. Еталон має середньоквадратичний відхил результату вимірювань, менший від $3 \cdot 10^{-8}$, невилучену систематичну похибку, меншу від $3 \cdot 10^{-7}$. За допомогою цього еталона калібруються міри електричного опору постійному струму найвищої точності.

Для акредитованих НААУ калібрувальних лабораторій в Україні вже проведено перший раунд МПП калібрування мір електричного опору постійному струму [4]. Важливим є проведення інших раундів аналогічних МПП із залученням все більшої кількості калібрувальних лабораторій і, відповідно, встановлення компетентності все більшої кількості калібрувальних лабораторій, що на сьогодні є достатньо актуальним.

Мета дослідження — перевірка якості калібрування засобів вимірювальної техніки у калібрувальних лабораторіях-учасницях МПП під час виконання вимірювань одиниці електричного опору постійному струму відповідно до вимог стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025 [1].

За ініціативою Національного метрологічного інституту України ДП «Укрметртестстандарт» як референтної лабораторії було організовано й проведено другий раунд МПП калібрування мір електричного опору постійному струму для калібрувальних лабораторій, які відбулися за радіальною схемою з 2018 по 2019 рік. У цьому раунді МПП взяли участь п'ять калібрувальних лабораторій (у тому числі референтна лабораторія), а координувальні функції виконувало ДП «Укрметртестстандарт».

Усі лабораторії мали дотримуватися правил роботи з мірами електричного опору відповідно до експлуатаційної документації під час проведення вимірювань. Програму МПП реалізовано відповідно до вимог стандартів ДСТУ EN ISO/IEC 17043 [2] і ДСТУ ISO 13528 [3]. Калібрувальним лабораторіям-учасницям МПП пропонувалося за п'ять календарних днів провести всі необхідні дослідження зразків порівняння згідно з власними методиками та надати ДП «Укрметртестстандарт» відповідні протоколи калібрування.

За результатами проведеного МПП калібрування мір електричного опору постійному струму необхідне опрацювання референтною лабораторією отриманих первинних даних від лабораторій-учасниць МПП з урахуванням опорних значень з їх розширеними невизначеностями, оцінювання нею отриманих лабораторіями-учасницями МПП результатів за допомогою одного із критеріїв за статистичною функціонування для обраних номіналів електричних опорів.

ВИКЛАД ОСНОВНОГО МАТЕРІАЛУ

1. Методи дослідження

Як зразок порівняння референтною лабораторією — ДП «Укрметртестстандарт» — обрано міри електричного опору постійному струму: P321 номіналом 1 Ом, P321 номіналом 10 Ом і P331 номіналом 100 Ом, які вже використовувалися у першому раунді МПП. Зовнішній вид мір електричного опору — зразків порівняння в МПП наведено на рис. 1.

Міри електричного опору P321 і P331 мають класи точності 0,01 і призначені для калібрування чи періодичної повірки робочих мір електричного



Рис. 1. Зовнішній вид мір електричного опору P321 (1 Ом), P321 (10 Ом) і P331 (100 Ом)
Fig. 1. The general view of the measures of electrical resistance P321 (1 Ом), P321 (10 Ом) and P331 (100 Ом)

опору в колах постійного струму, а також робочих засобів вимірювальної техніки.

Основні характеристики мір електричного опору Р321 і Р331:

- номінальне значення опору: 1, 10 і 100 Ом;
- значення номінальної потужності: 0,1 Вт;
- значення максимальної потужності: 1 Вт;
- робочий діапазон температур: від 15 до 30 °С;
- діапазон температур зберігання: від 10 до 40 °С;
- робочий діапазон відносної вологості повітря:

від 0 до 80 %;

• лінійні розміри корпусу: 170 мм (висота) і 110 мм (діаметр);

- маса: 1 кг.

Калібрування виконувалися у точках 1, 10 і 100 Ом (не менше 22 вимірювань у кожній точці) за таких умов навколишнього середовища та параметрів мережі живлення:

■ температура навколишнього повітря: (20,0 ± 0,1) °С;

■ відносна вологість повітря: (55 ± 25) %;

■ атмосферний тиск: (100 ± 6) кПа;

■ напруга мережі живлення: (220 ± 10) В;

■ частота мережі живлення: (50 ± 0,2) Гц.

Відхилення результатів вимірювання лабораторій визначалося за формулою:

$$D_{lab} = x_{lab} - X_{ref}, \quad (1)$$

де x_{lab} — значення виміреного учасником відносного відхилення електричного опору постійному струму;

X_{ref} — дійсне значення електричного опору постійного струму, визначене як середнє арифметичне значення із значень вимірювань, виконаних референтною лабораторією.

Оцінка результатів кожного учасника проводилася за допомогою критерію за статистикою функціонування — числового показника E_n , який визначався за формулою:

$$E_n = \frac{x_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \quad (2)$$

де U_{lab} — розширена невизначеність вимірювань за визначення значення електричного опору постійному струму учасником;

U_{ref} — розширена невизначеність вимірювань за визначення дійсного значення електричного опору постійному струму, яка визначається як

$$U_{ref} = 2 \cdot \sqrt{u^2(X_{ref}) + u^2(X_{stab})}, \quad (3)$$

де $u(X_{ref})$ — стандартна невизначеність, отримана під час калібрування мір електричного опору Р321 і Р331 референтною лабораторією для відповідного номіналу (1, 10 і 100 Ом);

$u(X_{stab})$ — стандартна невизначеність від нестабільності мір електричного опору Р321 і Р331 як зразків порівняння за час проведення порівнянь:

$$u(X_{stab}) = \Delta X_{max} / \sqrt{3}. \quad (4)$$

При цьому, якщо:

$|E_n| \leq 1$ — результат не потребує заходів коригування або реагування;

$|E_n| > 1$ — результат потребує заходи коригування або реагування.

2. Дослідження зразка порівняння, визначення опорного значення та його розширеної невизначеності

Референтна лабораторія визначала характеристики нестабільності зразка порівняння до і після проведення його досліджень у лабораторіях-учасниках МПР.

Модель вимірювання під час калібрування мір електричного опору в абсолютній формі (Ом) як відхилення вимірюваної величини від опорного значення має такий вид:

$$R_x = R_{nom} + \Delta R_x + \Delta R_c + \Delta R_{res} + \Delta_s + \Delta_{dr}, \quad (5)$$

де: R_x — середнє значення результату вимірювання електричного опору;

R_{nom} — номінальне значення електричного опору;

ΔR_x — відхилення виміреного значення електричного опору від номінального;

ΔR_c — складова невизначеності, яка виникає за вимірювання електричного опору;

ΔR_{res} — складова невизначеності яка виникає за вимірювання електричного опору через кінцеву роздільну здатність;

Δ_s — невизначеність еталонної міри;

Δ_{dr} — невизначеність, зумовлена дрейфом міри (річна нестабільність).

Бюджети невизначеностей для опорних значень МПР калібрування мір електричного опору 1, 10 і 100 Ом наведено у табл. 1.

Референтною лабораторією встановлені такі опорні значення з відповідними розширеними невизначеностями ($k = 2$) для електричних опорів, що регламентуються Програмою проведення МПР:

$X_{ref1-R} = (1,000029 \pm 0,00000097)$ Ом — для електричного опору 1 Ом;

$X_{ref2-R} = (9,99942 \pm 0,0000187)$ Ом — для електричного опору 10 Ом;

$X_{ref3-R} = (99,9983 \pm 0,000364)$ Ом — для електричного опору 100 Ом.

3. Дослідження зразка порівняння лабораторіями-учасницями

У табл. 2 і на рис. 2 наведено результати калібрування мір електричного опору (мір опору

Таблиця 1. Бюджети невизначеностей для опорних значень МПР калібрування мір електричного опору
 Table 1. Budget of uncertainty for references values inter-laboratory comparison of results of the calibration of measures of electrical resistance

Вхідна величина, X_i	Оцінка вхідної величини, x_i , Ом	Стандартна невизначеність, $u(x_i)$, Ом	Закон розподілу	Коефіцієнт чутливості, c_i	Внесок у невизначеність, $u_i(y)$, Ом
Електричний опір 1 Ом					
R_x	1,000000				
ΔR_x	0,000029				
ΔRc	0	0,000000221	рівномірний	1,0	0,000000221
$\Delta Rres$	0	0,00000029	рівномірний	1,0	0,00000029
Δs	0	0,00000015	нормальний	1,0	0,00000015
Δdr	0	0,00000087	рівномірний	1,0	0,00000087
R_x	1,000029				0,00000097
Електричний опір 10					
R_x	10,00000				
ΔR_x	-0,00058				
ΔRc	0	0,000000256	рівномірний	1,0	0,000000256
$\Delta Rres$	0	0,000000289	рівномірний	1,0	0,000000289
Δs	0	0,000000450	нормальний	1,0	0,000000450
Δdr	0	0,00001730	рівномірний	1,0	0,0000173
R_x	9,99942				0,0000187
Електричний опір 100					
R_x	100,0000				
ΔR_x	-0,0017				
ΔRc	0	0,000000238	рівномірний	1,0	0,000000238
$\Delta Rres$	0	0,000000289	рівномірний	1,0	0,000000289
Δs	0	0,000000400	нормальний	1,0	0,000000400
Δdr	0	0,00003464	рівномірний	1,0	0,00003464
R_x	99,9983				0,00003640

P321 і P331) для електричного опору 1, 10 і 100 Ом лабораторіями-учасницями МПР (отримане значення електричного опору R_x , відхилення результатів вимірювання лабораторій D_{lab} , їх розширені невизначеності U_{lab} і значення показника E_n), які позначені відповідно Ref і Lab i ($i = 1..4$).

Для аналізу отриманих результатів МПР і формування висновків щодо лабораторій-учасниць МПР калібрування мір електричного опору всіх визначених номіналів використано показник E_n (рис. 3), який визначався за виразом (2). Отримані значення свідчать, що для всіх лабораторій-учасниць МПР вони задовольняють установленому критерію, окрім результату лабораторії Lab 1 для електричного опору 10 Ом ($E_n = -1,51 < 1,0$).

Дослідження референтної лабораторії засвідчили, що лабораторії-учасниці МПР застосовували власні методи вимірювання та власні робочі еталони. Лабораторії Ref, Lab 1, використовували однакові робочі еталони і метод порівняння з мірою за допо-

могою компаратора. Лабораторія Lab 2 використовувала як робочий еталон високоточний мультиметр, лабораторія Lab 3 — як робочі еталони калібратор і вольтметр і лабораторія Lab 4 використовувала як робочі еталони міри електричного опору і міст постійного струму.

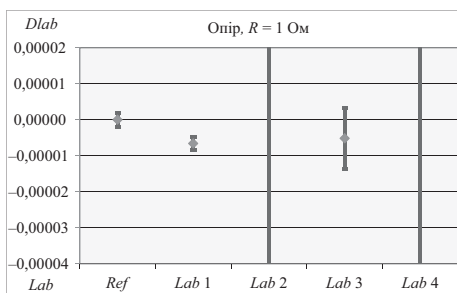
Аналіз порівняння результатів лабораторій Lab 3 і Lab 4, які брали участь як у першому [4], так і другому раундах МПР, засвідчив таке:

* лабораторія Lab 3 отримала задовільні результати під час калібрування мір електричного опору для номіналів 10 і 100 Ом, однак їй необхідно застосувати більш точні методи вимірювань і робочі еталони, які мають меншу невизначеність вимірювань;

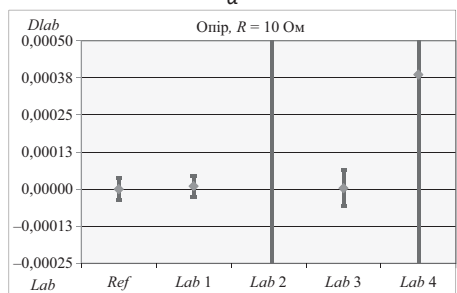
* лабораторія Lab 4 показала більш точні результати вимірювань у другому раунді МПР, порівняно з першим раундом, під час калібрування мір електричного опору для всіх номіналів, однак для отримання меншої невизначеності вимірювань їй необхідно застосувати більш точні методи вимірювань і робочі еталони.

Таблиця 2. Результати калібрування мір електричного опору
Table 2. Results of the calibration measures of electrical resistance

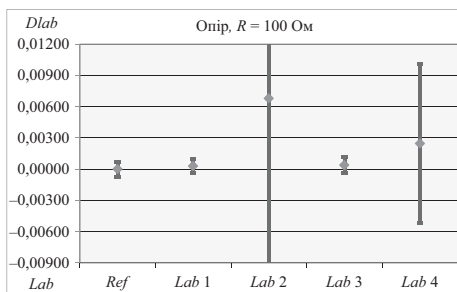
Лабораторія	Ref	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4
Електричний опір 1 Ом					
R_x	1,000029	1,000022	1,001500	1,000024	1,000265
D_{lab}	0,000000	-0,000007	0,001471	-0,000005	0,000236
U_{lab}	0,000002	0,000002	0,027500	0,000009	0,007440
E_n		-1,51	0,05	-0,55	0,03
Електричний опір 10 Ом					
R_x	9,999420	9,999430	10,001600	9,999423	9,999806
D_{lab}	0,000000	0,000010	0,002180	0,000003	0,000386
U_{lab}	0,000037	0,000036	0,033500	0,000061	0,007583
E_n		0,12	0,07	0,03	0,05
Електричний опір 100 Ом					
R_x	99,99830	99,99860	100,00510	99,99869	100,00076
D_{lab}	0,00000	0,00030	0,00680	0,00039	0,00246
U_{lab}	0,00071	0,00070	0,05100	0,00079	0,00760
E_n		0,22	0,13	0,37	0,32



а

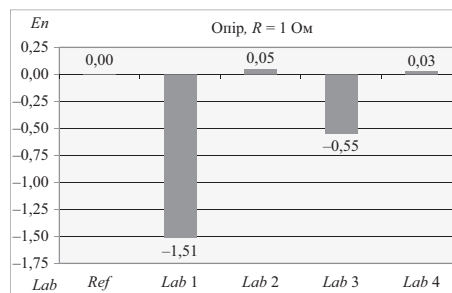


б

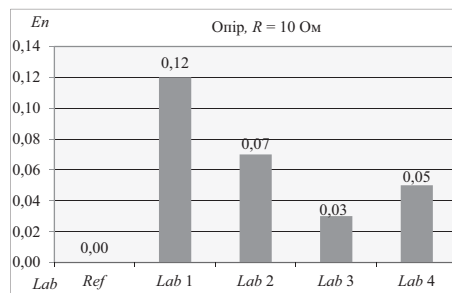


в

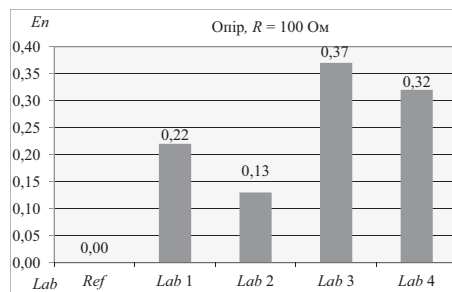
Рис. 2 Результати калібрування зразка порівняння лабораторіями-учасницями МІПР для електричного опору: а) 1 Ом; б) 10 Ом; в) 100 Ом
Fig. 2. Calibration results of sample comparison for participating laboratories of inter-laboratory comparison of results for electrical resistance: а) 1 Ом; б) 10 Ом; в) 100 Ом



а



б



в

Рис. 3. Значення показника E_n для лабораторій-учасниць МІПР для електричного опору: а) 1 Ом; б) 10 Ом; в) 100 Ом
Figure 3. Values of E_n -index for participating laboratories of inter-laboratory comparison of results for electrical resistance: а) 1 Ом; б) 10 Ом; в) 100 Ом

ВИСНОВКИ

У цілому, результати другого раунду МПР засвідчили достатній рівень компетентності калібрувальних лабораторій і підтвердили кваліфікацію лабораторій-учасниць під час виконання ними калібрування відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025, за деякими винятками.

Лабораторії Lab 2, Lab 3 і Lab 4 задовольняють встановленим вимогам для критерію E_n для всіх номіналів електричного опору, що підтверджує їх кваліфікацію під час виконання калібрування відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025. Однак рекомендовано лабораторіям Lab 2 і Lab 4 застосовувати більш точні методи калібрування зазначених мір електричного опору.

Результати калібрування лабораторії Lab 1 задовольняють встановленим вимогам для критерію

E_n для номіналів опору у 10 і 100 Ом, однак не задовольняють вимогам цього критерію для номіналу 1 Ом. При цьому розширена невизначеність калібрування не відповідає результату вимірювання, тому цій лабораторії рекомендовано внести корективи до методики калібрування у частині обчислення необхідних поправок під час вимірювання електричного опору.

Порівняння результатів лабораторій Lab 3 і Lab 4, які брали участь як у першому, так і другому раундах МПР, засвідчив задовільні результати для цих двох раундів. Однак цим лабораторіям рекомендовано референтною лабораторією для отримання меншої невизначеності вимірювань застосовувати більш точні методи вимірювань і робочі еталони.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT) [Текст]. — Київ: Держспоживстандарт України (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories [Text]. — К.: Derjspoivstandart of Ukraine) — 2007.
2. ДСТУ EN ISO/IEC 17043:2014 Оцінка відповідності. Загальні вимоги до перевірки кваліфікації лабораторій (EN ISO/IEC 17043:2010, IDT) [Текст]. — Київ: Мінекономрозвитку України (Conformity assessment. General requirements for testing laboratory qualifications [Text]. — К.: Ministry of economic development and consumer policy of Ukraine) — 2014.
3. ДСТУ ISO 13528:2014 Статистичні методи, що застосовуються при перевірці кваліфікації лабораторії шляхом міжлабораторних порівнянь (ISO 13528:2005, IDT) [Текст]. — Київ: Мінекономрозвитку України (Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons [Text]. — К.: Ministry of economic development and consumer policy of Ukraine) — 2014.
4. Величко О., Довгань В., Нікітенко Д., Брежицький Я. Міжлабораторні порівняння результатів калібрування мір електричного опору постійному струму // Метрологія та прилади. (Velychko O., Dovgan V., Nikitenko D., Brezhitskiy Y. Interlaboratory comparisons of calibration results of the measures of electrical resistance of direct current // Metrology and instruments). — 2018. — № 2. — С. 25—30. ✎

Отримано / received: 15.08.2019.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. Л.В. Коломійцем (Україна).
Prof. L.V. Kolomiets, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.