



Szacowanie niepewności przy kalibracji ogniów wzorcowych w Centralnym Wojskowym Ośrodku Metrologii

EMIL WOŹNIAK

Centralny Wojskowy Ośrodek Metrologii, 05-220 Zielonka, ul. Wyszyńskiego 7

Streszczenie. W artykule zaprezentowano procedurę szacowania niepewności wyznaczania wartości siły elektromotorycznej ogniów wzorcowych nietermostatowanych metodą różnicową w laboratorium elektrycznym Centralnego Wojskowego Ośrodka Metrologii. Prezentowany przykład dotyczy szczególnego przypadku szacowania niepewności, w którym składniki niepewności oszacowane metodami statystycznymi (typu A) mają znaczne udziały w złożonej niepewności standardowej.

Słowa kluczowe: ogniwo wzorcowe, metoda różnicowa, kalibracja, niepewność

Symbole UKD: 621.317

Wstęp

Laboratorium elektryczne Zespołu Wzorców Odniesienia Wielkości Elektrycznych Centralnego Wojskowego Ośrodka Metrologii (ZWOWE CWOM) jest laboratorium utrzymującym wojskowe wzorce odniesienia napięcia stałego, rezystancji, pojemności elektrycznej i indukcyjności. Ze względu na umiejscowienie CWOM na szczycie łańcucha spójności pomiarowej w resorcie Obrony Narodowej (ON), laboratorium elektryczne zajmuje kluczowe miejsce w procesie przekazywania jednostek miar wielkości elektrycznych od wzorców państwowych do wzorców wojskowych ośrodków metrologii i innych użytkowników resortu ON. W zakresie pomiarów napięcia stałego od wielu lat stosowanymi w wojskowych ośrodkach metrologii wzorcami napięcia stałego są nasycone ogniwa wzorcowe. Szczególne miejsce w procesie przekazywania jednostki napięcia stałego zajmują ogniwa termostatowane. Ogniwa wzorcowe nietermostatowane stanowią najczęściej

uzupełnienie systemów utrzymania jednostki napięcia stałego, umożliwiają zapewnienie wysokiej niezawodności tych systemów i związanej z tym wiarygodności utrzymywanej jednostki napięcia stałego. Ogniwa wzorcowe nietermostatowane są często stosowane jako wzorce robocze w pomiarach o odpowiednio mniejszej wymaganej dokładności.

Przekazywanie jednostki napięcia stałego w laboratorium elektrycznym ZWO-WE CWOM realizowane jest poprzez kalibrację termostatowanych i nietermostatowanych nasyconych ogniw wzorcowych Westona. Wynikiem kalibracji jest między innymi siła elektromotoryczna (*SEM*) ogniw, parametrem jakościowym wykonywanej kalibracji jest niepewność rozszerzona na przyjętym poziomie ufności.

Niniejsze opracowanie prezentuje schemat szacowania niepewności wyznaczania *SEM* nasyconego ogniwa nietermostatowanego Westona w CWOM na praktycznym przykładzie wyników otrzymanych podczas kalibracji ogniwa wzorcowego D-402.

Stanowisko pomiarowe i metoda pomiarowa

Kalibracja nasyconych ogniw wzorcowych Westona (wzorców elektrochemicznych) w CWOM polega na wyznaczeniu ich siły elektromotorycznej dla przyjętej temperatury odniesienia 20°C. Kalibracja wykonywana jest metodą różnicowego pomiaru napięcia na stanowisku z wzorcowym elektronicznym źródłem napięcia stałego 732B, zwanym dalej wzorcem. Zastosowany wzorec odtwarza napięcia: 10 V i 1,018 V, wykorzystywane podczas kalibracji ogniw. Do pomiaru różnicy *SEM* ogniwa i napięcia wzorca wykorzystywany jest woltmierz cyfrowy 182, zwany dalej woltmierzem. W procesie kalibracji stosowany jest także multimetr cyfrowy 2010 z termometryczną sondą pomiarową RTD 8696, umożliwiającą pomiar temperatury ogniwa kalibrowanego, zwany dalej termometrem. Ze względu na różnicę pomiędzy temperaturą ogniwa w chwili pomiaru i temperaturą odniesienia 20°C, uwzględniana jest poprawka temperaturowa *SEM* ogniwa, umożliwiająca przeliczenie *SEM* ogniwa w danej temperaturze na *SEM* ogniwa w warunkach odniesienia 20°C.

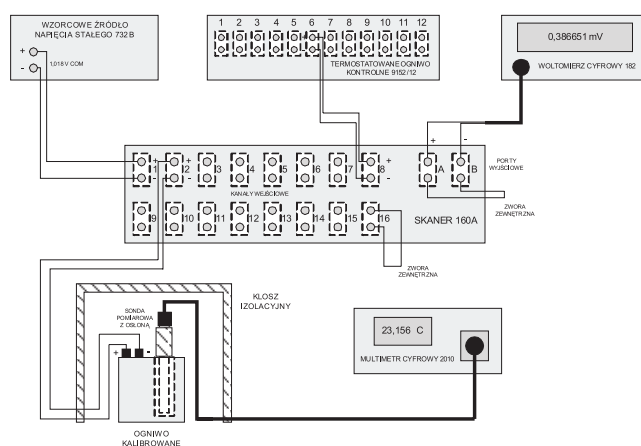
Stanowisko jest wyposażone w skaner 160A, umożliwiający „bezdotykowe” zmiany konfiguracji układu pomiarowego, charakteryzujący się niskim poziomem sił termoelektrycznych połączeń.

W skład stanowiska pomiarowego wchodzi dodatkowo termostatowane ogniwo kontrolne 9152/12, wykorzystywane do wykonywania sprawdzenia bieżącego stanowiska przed przystąpieniem do pomiarów. Sprawdzenie bieżące ma na celu potwierdzenie wiarygodności pomiarów wykonywanych na stanowisku pomiarowym.

Kalibracja ogniwa polega na wykonaniu 100-próbkowych serii pomiarowych różnic *SEM* ogniwa i napięcia wzorca dla dwóch polaryzacji połączenia ogniwa

i wzorca względem zacisków woltomierza. Pomiaru powtarzane są przez pięć kolejnych dni.

W każdym dniu pomiarów wyznaczana jest *SEM* ogniwa w danej temperaturze, następnie obliczana jest wartość *SEM* skorygowana do warunków odniesienia 20°C. Wyznaczona *SEM* ogniwa, stanowiąca wynik kalibracji, jest średnią arytmetyczną z wyników skorygowanych do warunków odniesienia 20°C, otrzymanych w pięciu kolejnych dniach pomiarów.



Rys. 1. Schemat układu pomiarowego do wyznaczania wartości siły elektromotorycznej ogniw wzorcowych metodą różnicową w Centralnym Wojskowym Ośrodku Metrologii

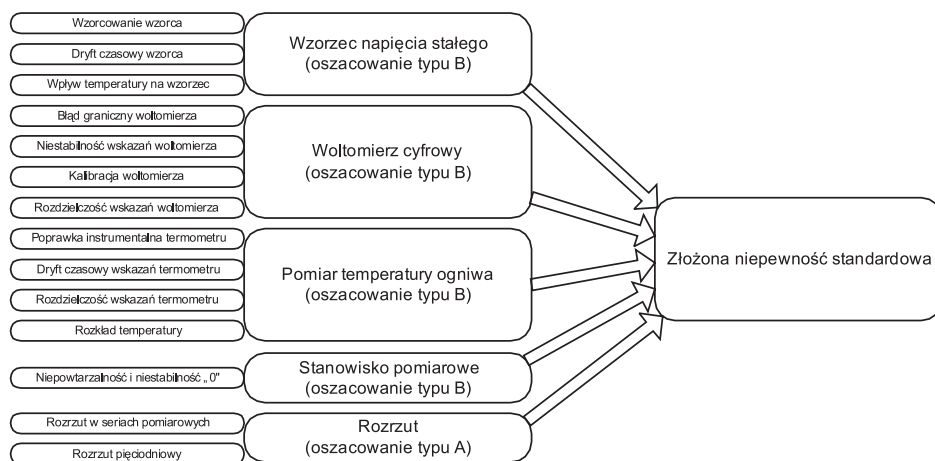
Źródła niepewności pomiaru

Na rysunku 2 przedstawiono pięć głównych grup składników mających wpływ na złożoną niepewność standardową, uwzględnionych w budżecie niepewności.

W grupie składników niepewności, związanych z odtwarzaniem jednostki napięcia stałego, uwzględniono niepewność wzorcowania wzorca, dryft czasowy napięcia wzorca oraz wpływ temperatury otoczenia na napięcie wzorca.

W grupie związanej z pomiarem różnicy napięcia uwzględniono błąd graniczny, niestabilność wskazań, niepewność kalibracji i rozdzielczość wskazań woltomierza.

W grupie związanej z pomiarem temperatury ogniwa uwzględniono niepewność poprawek temperaturowych termometru, dryft czasowy wskazań termometru, rozdzielczość wskazań termometru oraz nierównomierny rozkład temperatury w strukturze ogniwa i nierównomierny rozkład powietrza w obudowie ogniwa.



Rys. 2. Czynniki wpływające na złożoną niepewność standardową

W grupie składników niepewności, oszacowanych metodą typu A, uwzględniono rozrzuty w 10 seriach pomiarowych (5 dni \times 2 serie) oraz rozrzut w pięciu dniach pomiarów.

Ostatni wyróżniony składnik niepewności, dotyczący stanowiska pomiarowego, związany jest z niepowtarzalnością i niestabilnością wskazania „0” woltomierza po jego wyzerowaniu w obwodzie skanera.

Model matematyczny pomiaru (równanie pomiaru)

Równanie pomiaru sformułowano na podstawie zależności temperaturowej SEM nasyconego ogniwa Westona:

$$SEM_t = SEM_{20} + a \cdot (t - 20) + b \cdot (t - 20)^2 + c \cdot (t - 20)^3, \quad (1)$$

gdzie: SEM_t — wartość SEM ogniwa w temperaturze t ;
 SEM_{20} — wartość SEM ogniwa w temperaturze odniesienia 20°C ;
 a, b, c — współczynniki temperaturowe SEM ogniwa

oraz zależności wynikającej z zastosowanej różnicowej metody pomiaru:

$$SEM_{kal20} = U_{wz} + p_{dryft\ wz} + \frac{\sum_{i=1}^5 \overline{\Delta U_{+i}} + \sum_{i=1}^5 \overline{\Delta U_{-i}}}{10}, \quad (2)$$

- gdzie: U_{wz} — wartość poprawna napięcia wzorca ze świadectwa ostatniego wzorcowania w Głównym Urzędzie Miar (GUM);
 $P_{dryft\ wz}$ — poprawka na dryft czasowy napięcia wzorca, określona dla trzeciego z pięciu kolejnych dni pomiarów;
 $\overline{\Delta U_{+i}}$ — średnia z serii pomiarowej zmierzonej różnicy SEM ogniwa i napięcia wzorca dla polaryzacji dodatniej ogniwa względem zacisków woltomierza w i -tym dniu pomiarów;
 $\overline{\Delta U_{-i}}$ — średnia z serii pomiarowej zmierzonej różnicy SEM ogniwa i napięcia wzorca dla polaryzacji ujemnej ogniwa względem zacisków woltomierza w i -tym dniu pomiarów.

Celem kalibracji jest wyznaczenie SEM ogniwa w temperaturze odniesienia 20°C (SEM_{20}). Po uwzględnieniu (1) i (2) oraz włączeniu do równania poprawek addytywnych wnoszących niepewność, równanie pomiaru przyjmuje następującą postać:

$$\begin{aligned}
 SEM_{kal20} = & U_{wz} + P_{niep\ wz} + P_{dryft\ wz} + P_{temp\ wz} + \frac{\sum_{i=1}^5 \overline{\Delta U_{+i}} + \sum_{i=1}^5 \overline{\Delta U_{-i}}}{10} + P_{std\ pol} + \\
 & + P_{12345(20)} + P_{gr\ wolt} + P_{niestab\ wolt} + P_{kal\ wolt} + P_{rozd\ wolt} + P_{niest0} + \\
 & - \frac{a}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 (t_i + P_{temp\ i} + P_{dryft\ temp} + P_{rozd\ temp} + P_{nier\ temp} - 20) + \\
 & - \frac{b}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 (t_i + P_{temp\ i} + P_{dryft\ temp} + P_{rozd\ temp} + P_{nier\ temp} - 20)^2 + \\
 & - \frac{c}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 (t_i + P_{temp\ i} + P_{dryft\ temp} + P_{rozd\ temp} + P_{nier\ temp} - 20)^3,
 \end{aligned} \tag{3}$$

- gdzie: $P_{niep\ wz}$ — poprawka związana z niepewnością wzorcowania wzorca w GUM;
 $P_{dryft\ wz}$ — poprawka na dryft czasowy napięcia wzorca od dnia ostatniego wzorcowania wzorca do trzeciego z pięciu kolejnych dni kalibracji ogniwa;
 $P_{temp\ wz}$ — poprawka na wpływ temperatury otoczenia na napięcie wzorca;
 $P_{std\ pol}$ — poprawka związana z rozrzutem wyznaczonej różnicy SEM ogniwa i napięcia wzorca w seriach pomiarowych;
 $P_{12345(20)}$ — poprawka związana z rozrzutem wyznaczonej SEM ogniwa, skorygowanej do temperatury 20°C, w pięciu dniach pomiarów;
 $P_{gr\ wolt}$ — poprawka związana z błędem granicznym woltomierza;
 $P_{niestab\ wolt}$ — poprawka związana z niestabilnością wskazań woltomierza;

$P_{kal\ wolt}$ — poprawka związana z niepewnością kalibracji woltomierza;
 $P_{rozdz\ wolt}$ — poprawka związana z rozdzielczością wskazań woltomierza;
 $P_{niest\ 0}$ — poprawka związana z niestabilnością i niepewtarzalnością zera woltomierza po jego wyzerowaniu w obwodzie skanera;
 a, b, c — współczynniki temperaturowe SEM ogniwa;
 t_i — temperatura ogniwa zmierzona termometrem w i -tym dniu pomiarów;
 $P_{temp\ i}$ — poprawka temperaturowa termometru dla temperatury t_i w i -tym dniu pomiarów;
 $P_{dryft\ temp}$ — poprawka na dryft czasowy wskazań termometru;
 $P_{rozdz\ temp}$ — poprawka związana z rozdzielczością wskazań termometru;
 $P_{nier\ temp}$ — poprawka związana z nierównomiernym rozkładem temperatury.

Konstruując równanie pomiaru, przyjęto zasadę, że wartości wielkości U_{wz} , ΔU i t_i są wartościami „dokładnymi”, natomiast niepewności z nimi związane przypisane są poprawkom, włączonym do równania pomiaru.

Analiza źródeł niepewności i wyznaczenie niepewności standardowych

1. Niepewność wzorcowania wzorca $u(p_{niep\ wz})$

Wartość poprawna napięcia wzorca U_{wz} ze świadectwa ostatniego wzorcowania w GUM wynosi 1,018134933 V. Niepewność rozszerzona wynosi 0,130 μ V na poziomie ufności 95% przy współczynniku rozszerzenia $k = 2$. Dla nieznaney addytywnej poprawki związanej z niepewnością wzorcowania przyjęto estymatę równą 0. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{niep\ wz}) = \frac{U}{2} = \frac{0,13\ \mu\text{V}}{2} = 65\ \text{nV}. \quad (4)$$

2. Niepewność poprawki na dryft czasowy napięcia wzorca $u(p_{dryft\ wz})$

Na podstawie znanej historii wzorca (wyników kolejnych wzorcowań ze świadectw wzorcowania GUM) wyznaczono parametry prostej regresji charakteryzującej dryft czasowy wzorca. Oszacowana poprawka na dryft czasowy wzorca, uwzględniająca zmianę napięcia wzorca od dnia ostatniego wzorcowania do trzeciego dnia kalibracji ogniwa wynosi $P_{dryft\ wz} = 173\ \text{nV}$ z niepewnością standardową $u(p_{dryft\ wz}) = 411\ \text{nV}$.

3. Niepewność od wpływu temperatury otoczenia na napięcie wzorca $u(p_{temp\ wz})$

Pomieszczenie laboratoryjne, w którym wykonywane są pomiary, wyposażone jest w system klimatyzacji, utrzymujący temperaturę w granicach $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$. Z danych technicznych wzorca wynika, że wartość jego współczynnika temperaturowego nie przekracza $0,1 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ napięcia wyjściowego.

Dla nieznannej addytywnej poprawki na wpływ zmiany temperatury otoczenia na napięcie wyjściowe wzorca przyjęto estymatę równą 0 i założono rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki jest równa:

$$u(p_{temp\ wz}) = \frac{0,1 \frac{\text{ppm}}{^\circ\text{C}} \cdot 1^\circ\text{C} \cdot (U_{wz} + p_{dryft\ wz})}{\sqrt{3}} = 59 \text{ nV}. \quad (5)$$

4. Niepewność od rozrzutu mierzonej różnicy SEM ogniwa i napięcia wzorca w seriach pomiarowych $u(p_{std\ pol})$

Wyznaczenie różnicy SEM ogniwa i napięcia wzorca polega na wykonaniu dwóch serii pomiarowych o liczności 100 w każdym z pięciu dni pomiarów i obliczeniu średniej arytmetycznej. Na podstawie odchyłeń standardowych s_j w 10 seriach pomiarów wyznacza się estymatę połączoną odchylenia standardowego (złożone odchylenie standardowe). Liczba stopni swobody dla $m = 10$ odchyłeń standardowych w seriach pomiarowych $\nu_j = 100 - 1 = 99$.

Estymata połączona odchylenia standardowego:

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{10} \nu_j \cdot s_j^2}{\sum_{j=1}^{10} \nu_j}} = 0,057 \mu\text{V}. \quad (6)$$

Niepewność standardowa:

$$u(p_{std\ pol}) = \frac{s_p}{\sqrt{m}} = \frac{0,057 \mu\text{V}}{\sqrt{10}} = 18 \text{ nV}. \quad (7)$$

Dla nieznannej poprawki addytywnej związanej z rozrzutem w seriach pomiarowych przyjęto estymatę równą 0.

5. Niepewność od rozrzutu wyznaczonych SEM, skorygowanych do warunków 20°C, w pięciu dniach pomiarów $u(p_{12345(20)})$

Dla nieznannej poprawki addytywnej $p_{12345(20)}$, związanej z rozrzutem SEM ogniwa, skorygowanych do warunków odniesienia 20°C w pięciu dniach pomiarów, przyjęto estymatę równą 0.

Odchylenie standardowe wynosi:

$$s(p_{12345(20)}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (SEM_{20 i} - \overline{SEM}_{20 i})^2}{5-1}} = 2,182 \mu\text{V}. \quad (8)$$

Niepewność standardowa wynosi:

$$u(p_{12345(20)}) = s(\overline{p_{12345(20)}}) = \frac{s(p_{12345(20)})}{\sqrt{5}} = 976 \text{ nV}. \quad (9)$$

6. Niepewność od błędu granicznego woltomierza $u(p_{gr \text{ wolt}})$

Błąd graniczny woltomierza składa się z dwóch czynników: 60 ppm punktu pomiarowego i 16 ppm zakresu. Dla nieznannej addytywnej poprawki związanej z błędem granicznym woltomierza przyjęto estymatę równą 0 i rozkład prostokątny. Dla średniej ze zmierzonych różnic SEM ogniwa i napięcia wzorca 351,262 μV na zakresie 3 mV niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{gr \text{ wolt}}) = \frac{60 \text{ ppm} \cdot 351,262 \mu\text{V} + 16 \text{ ppm} \cdot 3 \text{ mV}}{\sqrt{3}} = 40 \text{ nV}. \quad (10)$$

7. Niepewność od niestabilności wskazań woltomierza $u(p_{niestab \text{ wolt}})$

5-minutowa niestabilność wskazań woltomierza składa się z dwóch czynników: 5 ppm punktu pomiarowego i 9 ppm zakresu. Dla nieznannej addytywnej poprawki związanej z niestabilnością wskazań woltomierza przyjęto estymatę równą 0 i rozkład prostokątny. Dla średniej ze zmierzonych różnic SEM ogniwa i napięcia wzorca 351,262 μV na zakresie 3 mV niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{niestab \text{ wolt}}) = \frac{5 \text{ ppm} \cdot 351,262 \mu\text{V} + 9 \text{ ppm} \cdot 3 \text{ mV}}{\sqrt{3}} = 17 \text{ nV}. \quad (11)$$

8. Niepewność kalibracji woltomierza $u(p_{kal\ wolt})$

Woltomierz cyfrowy 182 został skalibrowany w Centralnym Ośrodku Metrologii Wojskowej w punkcie pomiarowym 500 μV . Niepewność kalibracji woltomierza wynosi 0,41 μV przy poziomie ufności 95% i współczynniku rozszerzenia $k = 2$. Dla nieznannej addytywnej poprawki związanej z niepewnością kalibracji przyjęto estymatę równą 0. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{kal\ wolt}) = \frac{U}{2} = \frac{0,41\ \mu\text{V}}{2} = 205\ \text{nV}. \quad (12)$$

9. Niepewność od rozdzielczości wskazań woltomierza $u(p_{rozd\ wolt})$

Rozdzielczość wskazań woltomierza wynosi 0,001 μV . Dla nieznannej addytywnej poprawki związanej z rozdzielczością wskazań woltomierza przyjęto estymatę równą 0 i założono rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{rozd\ wolt}) = \frac{0,001\ \mu\text{V}}{2\sqrt{3}} = 0,289\ \text{nV}. \quad (13)$$

10. Niepewność od niepowtarzalności i niestabilności zerowania $u(p_{niest\ 0})$

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów wyznaczono maksymalny rozrzut pochodzący od niepowtarzalności i niestabilności zerowania wskazań woltomierza w układzie pomiarowym skanera. Zakłada się, że w czasie niezbędnym do wykonania dwóch serii pomiarowych niestabilność i niepowtarzalność zerowania nie przekracza 0,2 μV . Dla nieznannej addytywnej poprawki przyjęto estymatę 0 i rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{niest\ 0}) = \frac{0,2\ \mu\text{V}}{\sqrt{3}} = 115\ \text{nV}. \quad (14)$$

11. Niepewność poprawek instrumentalnych termometru $u(p_{temp\ i})$

Termometr został skalibrowany w Centralnym Wojskowym Ośrodku Metrologii (wyznaczono poprawki temperaturowe co 0,1°C, w punktach co 0,01°C zastosowano interpolację liniową) z niepewnościami rozszerzonymi 0,010°C na poziomie

ufności 95% przy współczynniku rozszerzenia $k = 2$. Niepewność standardowa poprawek wynosi:

$$u(p_{temp\ i}) = \frac{0,010^{\circ}\text{C}}{2} = 0,005^{\circ}\text{C}. \quad (15)$$

12. Niepewność od dryftu czasowego wskazań termometru $u(p_{dryft\ temp})$

Na podstawie znanej historii termometru (wyników kolejnych kalibracji ze świadectw kalibracji CWOM) oszacowano, że roczny dryft czasowy wskazań temperatury nie przekracza $0,005^{\circ}\text{C}$.

Dla nieznaney addytywnej poprawki na dryft czasowy przyjęto estymatę równą 0 i założono rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{dryft\ temp}) = \frac{0,005^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,002\ 9^{\circ}\text{C}. \quad (16)$$

13. Niepewność od rozdzielczości wskazań termometru $u(p_{rozdz\ temp})$

Rozdzielczość wskazań termometru wynosi $0,001^{\circ}\text{C}$. Dla nieznaney addytywnej poprawki związanej z rozdzielczością wskazań termometru przyjęto estymatę równą 0 i rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{rozdz\ temp}) = \frac{0,001^{\circ}\text{C}}{2\sqrt{3}} = 0,000\ 3^{\circ}\text{C}. \quad (17)$$

14. Niepewność od nierównomiernego rozkładu temperatury $u(p_{nier\ temp})$

W związku z nierównomiernym rozkładem temperatury powietrza w obudowie ogniwa i nierównomiernym rozkładem temperatury w strukturze ogniwa, powstaje nieokreślona różnica pomiędzy temperaturą wskazaną przez termometr i faktyczną średnią temperaturą ogniwa. Założono, że różnica między średnią temperaturą struktury ogniwa i temperaturą wskazaną przez termometr nie przekracza $0,05^{\circ}\text{C}$. Dla nieznaney addytywnej poprawki związanej z rozkładem temperatury przyjęto estymatę równą 0 i rozkład prostokątny. Niepewność standardowa poprawki wynosi:

$$u(p_{nier\ temp}) = \frac{0,05^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,028\ 9^{\circ}\text{C}. \quad (18)$$

Wyznaczenie współczynników wrażliwości

Współczynniki wrażliwości c_l ; $l = 1 \dots 14$ obliczone zostają jako pochodne cząstkowe równania pomiaru (3) po kolejnych wielkościach wejściowych.

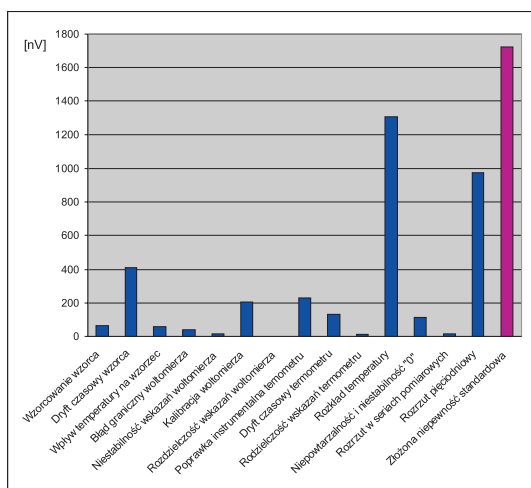
Budżet niepewności i złożona niepewność standardowa

Po obliczeniu niepewności standardowych od kolejnych źródeł niepewności, złożoną niepewność standardową $u_C(SEM_{kal20})$ obliczamy z równania propagacji niepewności, przy założeniu, że wielkości wejściowe nie są ze sobą skorelowane w istotnym stopniu:

$$u_C(SEM_{kal20}) = \sqrt{u^2(p_{niep\ wz})c_1^2 + u^2(p_{dryft\ wz})c_2^2 + u^2(p_{temp\ wz})c_3^2 + u^2(p_{std\ pol})c_4^2 + u^2(p_{12345(20)})c_5^2 + u^2(p_{gr\ wolt})c_6^2 + u^2(p_{niestab\ wolt})c_7^2 + u^2(p_{kal\ wolt})c_8^2 + u^2(p_{rozdz\ wolt})c_9^2 + u^2(p_{niest0})c_{10}^2 + u^2(p_{temp\ i})c_{11}^2 + u^2(p_{dryft\ temp})c_{12}^2 + u^2(p_{rozdz\ temp})c_{13}^2 + u^2(p_{nier\ temp})c_{14}^2} \quad (19)$$

gdzie: $u(\dots)$ — kolejne niepewności standardowe;

$c_{1\dots 14}$ — kolejne współczynniki wrażliwości związane z odpowiednimi niepewnościami standardowymi.



Wykres 1. Składniki złożonej niepewności standardowej i złożona niepewność standardowa

TABELA 1

Budżet niepewności i złożona niepewność standardowa

Wielkość wejściowa X_i	Estymata x_i	Niepewność standardowa $u(x_i)$	Rozkład prawdopodobieństwa	Współczynnik wrażliwości c_i	Składnik niepewności $u_i(SEM_{kal20})$
U_{wz}	1,018 134 933 V	Wartość „dokładna”			
$P_{niep wz}$	0	65 nV	normalny	1 V/V	65 nV
$P_{dryft wz}$	173 nV	411 nV	normalny	1 V/V	411 nV
$P_{temp wz}$	0	59 nV	prostokątny	1 V/V	59 nV
$P_{std pol}$	0	18 nV	normalny	1 V/V	18 nV
$P_{12345(20)}$	0	976 nV	normalny	1 V/V	976 nV
$\overline{\Delta U}$	351,262 μ V	Wartość „dokładna”			
$P_{gr wolt}$	0	40 nV	prostokątny	1 V/V	40 nV
$P_{niestab wolt}$	0	17 nV	prostokątny	1 V/V	17 nV
$P_{kal wolt}$	0	205 nV	prostokątny	1 V/V	205 nV
$P_{rozdz wolt}$	0	0,3 nV	prostokątny	1 V/V	0,3 nV
$P_{niest 0}$	0	115 nV	prostokątny	1 V/V	115 nV
t_i	22,354°C	Wartość „dokładna”			
	22,814°C				
	22,784°C				
	22,710°C				
	22,417°C				
$P_{temp i}$	-0,006°C	0,005 0°C	normalny	45,359 $\frac{\mu V}{^\circ C}$	227 nV
	0,000°C				
	-0,001°C				
	-0,002°C				
	-0,005°C				
$P_{dryft temp}$	0	0,002 9°C	prostokątny	45,359 $\frac{\mu V}{^\circ C}$	131 nV
$P_{rozdz temp}$	0	0,000 3°C	prostokątny	45,359 $\frac{\mu V}{^\circ C}$	13 nV
$P_{nier temp}$	0	0,028 9°C	prostokątny	45,359 $\frac{\mu V}{^\circ C}$	1 309 nV

SEM_{kal20}	1,018 598 797 V
$u_C(SEM_{kal20})$	1,723 μ V

Współczynnik rozszerzenia i niepewność rozszerzona

W związku z dużym udziałem składników niepewności o małej liczbie stopni swobody, współczynnik rozszerzenia wykorzystany do obliczenia niepewności rozszerzonej, przyjęto w oparciu o tabelę wartości krytycznych $t_{\alpha, n}$ rozkładu t -Studenta.

Wypadkową liczbę stopni swobody wyznaczono w oparciu o wzór Welch-Satterthwaite'a:

$$\nu_{eff} = \text{int} \left[\frac{u_C^4(SEM_{kal20})}{\sum_{l=1}^{14} \frac{c_l^4 \cdot u^4(x_l)}{\nu_l}} \right] = 36. \quad (20)$$

Z tablic wartości krytycznych rozkładu t -Studenta dla liczby stopni swobody 35 zostaje przyjęty współczynnik rozszerzenia $k = t_{0,0455; 35} = 2,07$, wyznaczający granice przedziału ufności na poziomie ufności 95,45%.

Niepewność rozszerzona $U(SEM_{kal20})$:

$$U(SEM_{kal20}) = k \cdot u_C(SEM_{kal20}) = 2,07 \cdot 1,723 \mu\text{V} = 3,567 \mu\text{V} \approx 3,6 \mu\text{V}. \quad (21)$$

Zapis wyniku kalibracji

W świadectwie kalibracji i protokole kalibracji w części wyniki kalibracji zamieszcza się między innymi następujące informacje:

Wyznaczona wartość siły elektromotorycznej ogniwa wynosi:

(1,018 598 8 V \pm 0,000 003 6) V w temperaturze (20,00 \pm 0,06)°C,

(1,018 468 7 V \pm 0,000 003 6) V w temperaturze (23,00 \pm 0,06)°C.

Niepewność rozszerzoną pomiaru podano na poziomie ufności 95,45%, przy współczynniku rozszerzenia $k = 2,07$, wypadkowa liczba stopni swobody $\nu_{eff} = 35$. Niepewność pomiaru oszacowano zgodnie z zaleceniami dokumentu EA-4/02 „Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu”.

Udokumentowane wyniki kalibracji ogniwa wzorcowego nietermostatowanego obejmują ponadto średni prąd pomiarowy oraz dryft roczny ogniwa wyznaczony w oparciu o wyniki bieżącej i poprzedniej kalibracji.

Podsumowanie

W zakresie kalibracji większości wzorców i przyrządów pomiarowych wielkości elektrycznych praktyka laboratoryjna wskazuje, że składniki niepewności oszacowane metodą typu A w oparciu o wyniki wykonanych serii pomiarowych, mają najczęściej stosunkowo mały udział w złożonej niepewności standardowej. Decydujący udział mają składniki oszacowane metodą typu B. W tych przypadkach zasadne jest przyjęcie współczynnika rozszerzenia $k = 2$, wyznaczającego granice przedziału ufności na poziomie ufności 95,45%, niezależnie od rozkładów niepewności wielkości wejściowych równania pomiaru (prostokątny, normalny) i ich udziałów w złożonej niepewności standardowej. Przyjęcie takiego założenia jest bezpieczne z punktu widzenia zapewnienia wiarygodności przekazywanych użytkownikom wyników kalibracji.

Niniejsze opracowanie prezentuje metodę określania współczynnika rozszerzenia w szczególnej sytuacji występowania znacznych udziałów niepewności standardowych oszacowanych metodą typu A. W prezentowanym przykładzie szczególnie wyraźny jest udział niepewności pochodzącej od rozrzutu wartości *SEM* ogniwa w 5 dniach pomiarów. Rozrzut ten jest zjawiskiem naturalnym dla ogniwa i w granicach przyjętej tolerancji jest parametrem charakteryzującym jakość metrologiczną ogniwa i jego przydatność w procesie przekazywania jednostki napięcia stałego. W zaprezentowanym przypadku przyjęcie współczynnika $k = 2$ mogłoby spowodować niedoszacowanie niepewności rozszerzonej. W związku z tym zachodzi potrzeba przyjęcia współczynnika rozszerzenia w oparciu o wartość krytyczną rozkładu *t*-Studenta dla wyznaczonej wypadkowej liczby stopni swobody. Podejście to jest tym bardziej uzasadnione, im większy jest udział niepewności oszacowanej metodą typu A w złożonej niepewności standardowej.

Dostępne na rynku elektroniczne wzorcowe źródła napięcia stałego charakteryzują się wieloma zaletami w stosunku do ogniw wzorcowych przy braku ich wad. W związku z tym, w ostatnich latach w laboratoriach wzorcujących obserwuje się tendencja do zastępowania ogniw wzorcowych wzorcami elektronicznymi. Sytuacja ta dotyczy także wojskowych ośrodków metrologii. Należy mieć jednak na względzie, że wysoką niezawodność systemu utrzymania jednostki napięcia stałego i związaną z tym wiarygodność odtwarzanej jednostki można uzyskać tylko w układzie grupowego wzorca napięcia stałego, którego uzupełnieniem są użytkowane w wojskowych ośrodkach metrologii ogniwa wzorcowe, włączając w niektóre przypadkach także ogniwa nietermostatowane.

Na przełomie 2005 i 2006 roku Centralny Wojskowy Ośrodek Metrologii uczestniczył w porównaniach międzylaboratoryjnych w zakresie pomiarów napięcia stałego, zorganizowanych przez Główny Urząd Miar. Obiektem porównań były dwa wzorce napięcia stałego 732B. Celem pomiarów było wyznaczenie napięć wyjściowych wzorców o wartościach nominalnych napięć 10 V i 1,018 V z okre-

śleniem niepewności rozszerzonej na poziomie ufności 95%. Ośrodek potwierdził kompetencje techniczne w zakresie pomiarów napięcia stałego z deklarowaną niepewnością rozszerzoną $0,4 \mu\text{V}$ dla pomiaru napięcia nominalnego $1,018 \text{ V}$ i $2,5 \mu\text{V}$ dla pomiaru napięcia nominalnego 10 V .

Artykuł wpłynął do redakcji 14.04.2008 r. Zweryfikowaną wersję po recenzji otrzymano w kwietniu 2008 r.

LITERATURA

- [1] *Przepisy metrologiczne o wzorcowych źródłach napięcia — ogniwach Westona wprowadzone Zarządzeniem nr 95 Prezesa Głównego Urzędu Miar z dnia 10 czerwca 1996 r.*, Dz. Urz. Miar i Probiernictwa nr 17/96.
- [2] *Instrukcja sprawdzania wzorcowych źródeł napięcia — ogniw Westona wprowadzona Zarządzeniem nr 96 Prezesa Głównego Urzędu Miar z dnia 10 czerwca 1996 r.*, Dz. Urz. Miar i Probiernictwa nr 17/96.
- [3] *Polska norma PN-80 E-06531 Ogniwa wzorcowe. Wymagania ogólne.*
- [4] *Międzynarodowy słownik podstawowych i ogólnych terminów metrologii*, GUM, Warszawa, 1996.
- [5] *Wyrażanie niepewności pomiaru*, Przewodnik, GUM, Warszawa, 1999.
- [6] B. N. TAYLOR, C. E. KUYATT, *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*, NIST Technical Note 1297, NIST, 1994.
- [7] *Dokument EA-4/02. Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu*, GUM, Warszawa, 2001.
- [8] J. PIOTROWSKI, K. KOSTYRKO, *Wzorcowanie aparatury pomiarowej*, PWN, Warszawa, 2000.
- [9] J. JAWORSKI, *Niepewność pomiaru, rozkłady zmiennych losowych modelujących błędy pomiaru*, Materiały XXXVI Międzuczelnianej Konferencji Metrologów, 267-276.
- [10] T. SKUBIS, *Opracowanie wyników pomiarów*, wyd. PŚ, Gliwice, 2003.
- [11] J. ARENDARSKI, *Niepewność pomiarów*, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa, 2003.
- [12] *732B/734A DC Reference Standards. Instruction Manual*, Fluke, 1992.
- [13] *Keithley Model 182, Sensitive Digital Voltmeter. Instruction Manual*, Keithley, 1990.
- [14] E. WOŹNIAK, *Ogniwa wzorcowe. Ogólna instrukcja pomiarowa*, CWOM, 2006.
- [15] E. WOŹNIAK, *Kalibracja ogniw wzorcowych nietermostatowanych. Instrukcja szacowania niepewności*, CWOM, 2006.

E. WOŹNIAK

Uncertainty estimation of standard cells calibration at the Primary Standards Laboratory

Abstract. The procedure for uncertainty evaluation of standard cells calibration at the Primary Standards Laboratory is presented in the article. The example concerns a particular case where uncertainty contributions, evaluated statistically (type A), are quite meaningful in the uncertainty budget.

Keywords: standard cell, differential method, calibration, uncertainty

Universal Decimal Classification: 621.317

