

SÚHRNNÁ SPRÁVA

k previerke národného etalónu

Časť 1

Národný etalón: NE 011/98 Národný etalón jednosmerného napätia

**Osoba zodpovedná
za národný etalón:** Ing. Peter Vrabček, CSc.

Správu vypracoval: Ing. Peter Vrabček, CSc.
Ing. Dušan Rudohradský

Bratislava, december 2010

OBSAH

pre primárny etalón na báze Josephsonovho javu

1. Úvod.....	3
2. Technicko-ekonomické zdôvodnenie potreby etalónu.....	3
2.1 Metrologické zabezpečenie jednosmerného napätia v zahraničí.....	3
2.2 Využitie etalónu v SR.....	5
3. Podrobný opis etalónu.....	6
4. Špecifikácia metrologických vlastností etalónu.....	7
4.1 Kalibrácia referenčného etalónu.....	7
4.2 Odovzdávanie jednotky na referenčné etalóny.....	10
4.3 Neistota primárneho etalónu.....	10
5. Prehľad zásadných výsledkov výskumu etalónu	11
6. Inštitúcie, útvary a osoby zodpovedné za etalón.....	18
7. Zoznam publikácií o etalóne v odbornej literatúre.....	18
8. Dokumentácia o etalóne.....	20
9. Literatúra.....	22

Názov etalónu: Národný etalón jednosmerného napätia NE 011/98

Forma a dátum vyhlásenia etalónu: Osvedčenie o národnom etalóne pod číslom 011/98 zo dňa 25.5.1998 vydané ÚNMS SR v Bratislave, certifikovaný Slovenským metrologickým ústavom (certifikát č. 011/02, príloha 1) v súlade s ustanovením §6 a §32 ods. 2 písmeno d) zákona č. 142/2000 Z.z. o netrológii a o zmene a doplnení niektorých zákonov dňa 25.7.2002.

**Osoby zodpovedné za národný etalón: Ing. Peter Vrabček, CSc.,
 Ing. Dušan Rudohradský**

1. ÚVOD

V roku 1997 bol úspešne zavŕšený výskum a vývoj primárneho etalónu jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu [1]. Etalón SMÚ dosiahol metrologické parametre porovnateľné s primárnymi etalónmi Francúzska a Spojeného kráľovstva Veľkej Británie a Severného Írska. Toto je preukázané medzilaboratórnymi porovnaniami s uvedenými etalónmi.

Na základe dosiahnutých výsledkov bolo možné pristúpiť k priamemu porovnaniu primárneho etalónu s primárnym etalónom Medzinárodného úradu pre váhy a miery (BIPM). Rozdiel hodnôt SMU a BIPM na nominálnej úrovni 10 V potvrdil neistotu deklarovanú už predtým pri vyhlásení národného etalónu. Do roku 2003 boli s NE vykonané ďalšie medzinárodné porovnávacie merania, ktoré potvrdili špičkovú úroveň slovenského národného etalónu. Táto súhrnná správa o etalóne sa predkladá ako súčasť procesu revízie národného etalónu jednosmerného napätia 011/98, ktorý je tvorený dvomi relatívne samostatnými časťami – etalónom jednotky na báze Josephsonovho javu a etalónom stupnice do 1 000 V.

2. TECHNICKO-EKONOMICKÉ ZDÔVODNENIE POTREBY ETALÓNU

2.1 Metrologické zabezpečenie jednosmerného napätia v zahraničí

Za základnú fyzikálnu veličinu v sústave jednotiek SI pre oblasť elektriny a magnetizmu bol zvolený elektrický prúd. Jednotka elektrického prúdu, 1 ampér, bola realizovaná podľa definície pomocou prúdových váh t.j. bola priamo odvodená z mechanických jednotiek. Relatívna neistota takto realizovanej jednotky dosiahla rád 10^{-6} . Pri ďalšom vývoji vedeckého poznania a techniky v oblasti elektriny sa ukázalo, že jednotky odvodených veličín v sústave SI - napätia a odporu je možné realizovať na podstatne vyššej

metrologickej úrovni, pretože ich možno odvodiť zo základných fyzikálnych konštánt na základe Josephsonovho a kvantového Hallovoho javu.

V medzinárodnom systéme jednotiek SI je jednotka jednosmerného napätia definovaná ako elektromotorické napätie medzi dvoma bodmi elektrického vedenia s prúdom 1 ampér, medzi ktorými sa prenáša výkon 1W.

Realizácia jednotky elektrického napätia podľa SI definície voltu vyžaduje etalonážne zariadenia, ktoré spájajú v sebe merania elektrických veličín, dĺžky, sily a výkonu. Zhotovenie takýchto zariadení a meranie na nich je technicky a časovo náročné, navyše dosiahnuteľná reprodukovateľnosť a presnosť týchto meraní zaostáva za požiadavkami praxe.

Aplikácia Josephsonovho javu v metrológii js napätia poskytla technický prostriedok na realizáciu jednotky js napätia s reprodukovateľnosťou rádove 10^{-9} . Na základe medzinárodnej dohody, podľa ktorej s účinnosťou od 1. januára 1990 bola prijatá hodnota Josephsonovej konštanty $K_{J-90} = 483597.9 \text{ GHz/V}$ (s neistotou 0,4 ppm) sa meracie zariadenia na základe Josephsonovho javu stali etalónmi na reprezentáciu SI voltu.

V súčasnosti je kvantovými etalónmi napätia vybavených asi 80 laboratórií vo svete. Väčšina z nich má pokrytý rozsah len do hodnoty 1 V. V jedenástich krajinách vrátane SR je k dispozícii chip s približne 20 000 Josephsonovými prechodmi, ktorý zabezpečuje etalonáž až do 10 V.

Sekcia elektriny Medzinárodného úradu pre váhy a miery (BIPM) začala s využívaním josephsonovského etalónu v rozsahu 10 V od roku 1993 [2].

Od roku 1991 BIPM vykonáva porovnávacie merania so špičkovými laboratóriami vo svete. Prehľad o nich je v nasledujúcej tabuľke. Priame porovnanie bolo medzi josephsonovskými etalónmi, čím sa výrazne znižuje neistota porovnania spôsobená elektronickými referenčnými etalónmi používanými pri nepriamych porovnaníach. Pri oboch typoch porovnania je v tabuľke rozdiel medzi hodnotou napätia určenou príslušným laboratóriom U_{LAB} a napätím určeným BIPM U_{BIPM} v relatívnych jednotkách vzhľadom na úroveň 1,018 V a neistota porovnania ako štandardná kombinovaná neistota.

Tabuľka - rozdiely a neistoty porovnaní s BIPM (rel. jednotka 10^{-9})

Laboratórium-krajina	priame porovnanie		nepriame porovnanie	
	rozdiel	neistota	rozdiel	neistota
DFM – Dánsko	-0,7	0,8	3,0	5,0
PTB – Nemecko	-0,1	0,3	20,0	3,0
BNM/LCIE – Francúzsko	-0,1	0,2	-2,0	8,0
NIST – USA	0,1	0,3	1,0	4,0
NRC – Kanada	0,2	0,3		
NPL - Spojené kráľovstvo	-0,1	0,5	3,0	6,0
ETL – Japonsko	0,0	0,2	2,0	7,0
OFM – Švajčiarsko	-0,7	0,3	-4,0	6,0
NMI – Holandsko	0,2	0,2	18,0	1,0
KRISS - Južná Kórea	0,2	0,2	2,0	4,0
MSL - Nový Zéland	-0,2	0,2		
NML – Austrália	0,0	0,2	2,0	4,5
NIM – Čína	0,0	0,1	- 2,0	6,0
SP - Švédsko	0,1	0,3	1,0	1,0
IEN - Taliansko	0,1	0,2	-4,0	2,5

Priame porovnanie etalónov s rozsahom 10 V do r.2004 BIPM vykonal len s BNM/LCIE. Jeho výsledkom bol relatívny rozdiel napätí $+ 1,2 \cdot 10^{-10}$ t.j. 1,2 nV a štandardná neistota porovnania taká istá t.j. $1,2 \cdot 10^{-10}$.

Teda postavenie SR je v porovnaní s vyspelými krajinami vo svete veľmi dobré. V strednej Európe je zatiaľ etalón 10 V len v Rakúsku. Z transformujúcich sa krajín má etalón na báze Josephsonovho javu len Slovensko, v Českej republike a v Poľsku sú etalóny v štádiu oživovania.

2.2. Využitie etalónu v SR

Na Slovenskom metrologickom ústave bol zakúpený v roku 1993 systém vyvinutý v americkom Národnom ústave štandardizácie a technológie (NIST) pre etalonáž jednosmerného napätia do menovitej hodnoty 10 V. Po úpravách tohoto komerčného zariadenia sa dosiahla v roku 1997 taká úroveň kalibrácie referenčných etalónov napätia, založených na Zenerových diódach, ktorá umožnila medzinárodné porovnanie etalónu SMÚ so špičkovými laboratóriami v západnej Európe. Úspešnými porovnaniami sa potvrdila realizácia hodnoty 10 V na úrovni relatívnej neistoty rádu 10^{-9} . Jednotka napätia a jeho stupnica do 10 V je základom pre široko rozvetvenú etalonáž elektrických veličín, ktorej význam v národnom hospodárstve je nesporný.

Výhodou chipu s menovitým napätím 10 V je, že je ním automaticky realizovaná stupnica jednosmerného napätia v tomto rozsahu. Jednotka sa prenáša buď na referenčné etalóny založené na Zenerových diódach, alebo na Westonove etalónové články.

V podmienkach Slovenského metrologického ústavu sa ďalej odvodzuje na tejto báze prevod AC/DC a spolu s etalonážou elektrického odporu sa tak komplexne zabezpečuje veľmi významná oblasť metrológie výkonu a práce elektrického prúdu pre vyspelú slovenskú energetiku. V rámci SMÚ sa jednotka napätia odovzdáva do odboru tlaku, teploty a fyzikálnej chémie.

Jednotka volt je základom kalibrácie obrovskej škály elektrických meracích prístrojov, multikalibrátorov a rôznych prevodníkov neelektrických veličín na napätie. Metrologické výkony v oblasti elektriny tvoria vo finančnom vyjadrení asi štvrtinu výkonov Slovenského metrologického ústavu.

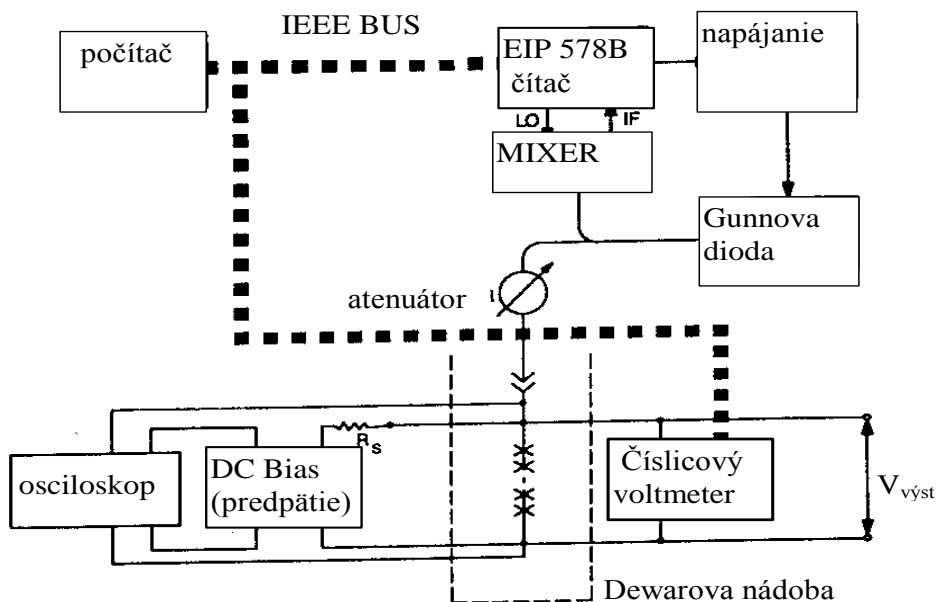
Jednotka je odovzdávaná prostredníctvom Westonových etalónových článkov a referenčných elektronických etalónov aj ďalším organizáciám mimo SMÚ. K nim patria: Slovenská legálna metrológia Banská Bystrica s pracoviskami v Bratislave a Košiciach, Slovnaft, a.s. Bratislava, Letecké opravovne Trenčín, Calex Zlaté Moravce, Slovenské elektrárne, a.s. – Jaslovské Bohunice aj Mochovce, VÚJE a.s. Trnava, Slovenský plynárenský priemysel, US Steel Košice, EVPÚ Dubnica a iné akreditované laboratóriá.

3. Podrobný opis etalónu

V SMÚ na realizáciu SI voltu je v prevádzke etalonážne zariadenie na základe Josephsonovho javu (ďalej EJJ) od roku 1994. EJJ SMÚ vytvára hladiny referenčných js napätí od 0 do 13 V. Hodnoty referenčných napätí sú dané vzťahom

$$V = \frac{nf}{K_{J-90}},$$

kde f je frekvencia v f zdroja, n je číslo kvantového stavu, K_{j-90} je Josephsonova konštanta. Vzhľadom na to, že hodnota K_{j-90} bola definične prijatá, presnosť vytváraných referenčných napätí (kvantových hladín) je určená frekvenciou mikrovln privádzaných na súbor josephsonovských prechodov. Možnosť zabezpečiť v súčasnosti frekvencie s relatívnou neistotou až 10^{-14} znamená, že aj etalonáž js napätia je možná na veľmi vysokej metrologickej úrovni. EJJ SMÚ(obr. 1) pracuje so skupinou josephsonovských prechodov vyrobených technológiou Nb/AlO/Nb v NIST Colorado. Vlastný chip s 20208 josephsonovskými prechodmi je v magneticky tienenej komore kryogénneho závesu. Zdrojom mikrovlnného výkonu približne 40mW je Gunnova dióda GMI-12-5 CM od firmy Millitech. Frekvencia mikrovln od 73 do 76 GHz je stabilizovaná čítačom EIP 578B. Výkon mikrovln sa nastavuje pomocou atenuátora podľa voltampérovej (V-I) charakteristiky josephsonovských prechodov. Pracovný bod je možné sledovať pomocou osciloskopu Tektronix 2225.



Obr.1 Principiálna bloková schéma etalonážneho zariadenia EJJ

Prenos mikrovln od zdroja k reťazcu josephsonovských prechodov je zabezpečený dielektrickým vlnovodom so stratou mikrovlnného výkonu 2dB. Konštrukcia je optimalizovaná aj vzhľadom na minimalizáciu tepelných strát.

Pre obmedzenie preskokov medzi jednotlivými konštantnými hladinami EJJ chip josephsonovských prechodov je tienený od vonkajších rf a magnetických polí (10^{-7} T) a všetky prívody k chipu sú vedené cez RF filtre s minimálnym zoslabením 60 dB nad frekvenciou 100kHz a 100 dB nad frekvenciou 1MHz.

Prívody k referenčnému výstupu sú z čistých medených vodičov (termočlánková meď). Úroveň termonapäťí sa kontroluje spojením studených koncov referenčných prívodov ponorených do kvapalného hélia v kryostate a meraním termonapäťia na druhom konci pri laboratórnej teplote.

Zdroj jednosmerného napätia (offsetu) a nízkofrekvenčných trojuholníkových signálov RMC JBS 106 poskytujú predpäťie (DC Bias) pre generovanie požadovanej referenčnej hladiny EJJ. Osciloskop umožňuje sledovať V-I charakteristiku chipu v rozsahu amplitúdy prúdových trojuholníkových signálov. Keď sa pole prechodov EJJ nachádza na konštantnej hladine, V-I charakteristika na osciloskope predstavuje zvislú čiaru. Takto generované konštantné napätie sa porovnáva s výstupným napätím elektronických referenčných zdrojov (Datron 4910, Fluke 732 A,B) pomocou rozdielového indikátora resp mikrovoltmetra. Ako indikátor rozdielu napätí sa v EJJ SMÚ používa číslicový voltmeter HP 3458A.

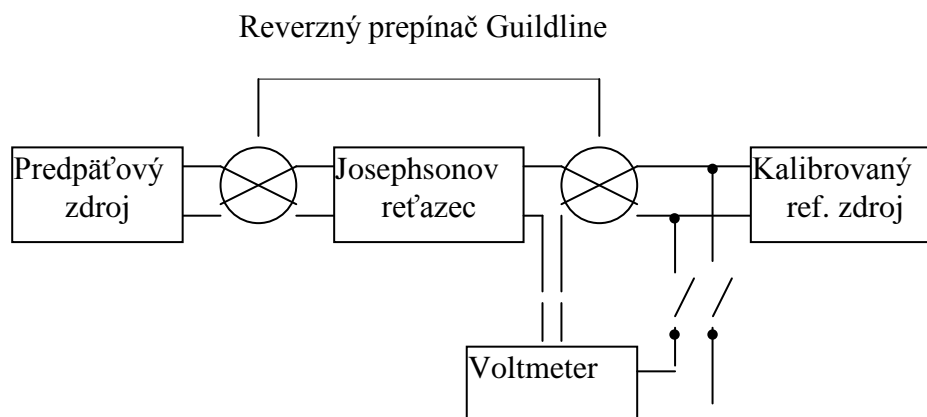
Voltmeter HP 3458A a čítač EIP578/B sú spojené s riadiacím počítačom cez interface IEEE 488

4. ŠPECIFIKÁCIA METROLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ ETALÓNU

4.1 Kalibrácia referenčného etalónu napätia

Pri kalibrácii elektronických referenčných zdrojov offset zdroja predpäťia nastavujeme najprv hrubo tak, aby rozdiel medzi výstupom EJJ a elektronickou referenciou bol menej ako 10 mV.

Jemné nastavenie vynúti stav reťazca prechodov s výstupným napätím blízky k hodnote referencie, obyčajne v rámci šírky niekoľkých stavov (4-5 stavov - <1mV). Rozdiel napätia sa meria číslicovým voltmetrom pri oboch polaritách prúdu, ktorá sa mení pomocou reverzných prepínačov (obr.2).



Obr. 2 Schéma zapojenia pri kalibrácii referenčného zdroja

Algoritmus kalibrácie je založený na počiatočnom zadaní približnej hodnoty kalibrovaného napätia V_e . Prakticky sa to uskutoční odmeraním napätia referenčného zdroja pomocou digitálneho voltmetra. Ak je hodnota známa z predchádzajúcich kalibrácií, možno ju aj číselne zadať z klávesnice riadiaceho počítača na šesť platných miest.

Program vypočíta kvantové číslo hladiny najbližšej k súčtu V_e a údajov voltmetra, ktorý už ďalej meria len diferenčné napätie medzi reťazcom a kalibrovaným zdrojom V_{dvm} . Teda

$$n \text{ je celé číslo najbližšie k } (V_e + V_{dvm})K_j / f \quad (1)$$

Potom napätie reťazca pre vypočítanú hladinu je presne

$$V_a = n \cdot f / K_j \quad (2)$$

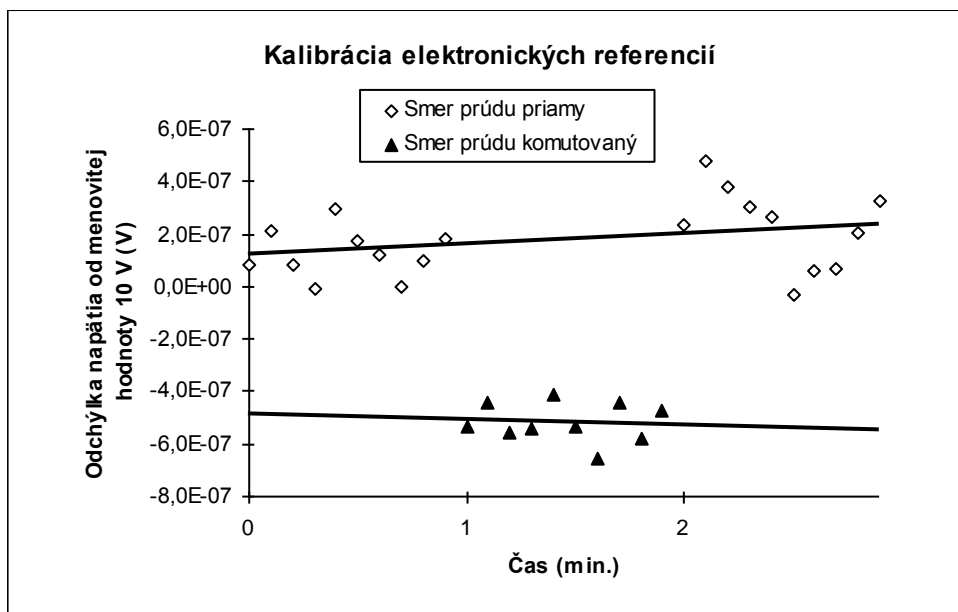
Po ustálení údajov voltmetra v rámci $2 \mu\text{V}$ sa spustí odčítavanie hodnôt V_{dvm} vzhľadom na hladinu s kvantovým číslom n . Sníma sa 12 ráz po päť odčítaní údajov voltmetrom. Ak v priebehu tohoto procesu príde k zmene kvantovej hladiny reťazca, nemusí to byť na závalu, ak preskokov nie je príliš veľa za krátky čas. Program dovoľí načítať hodnoty rozdielového napätia aj vzhľadom na novú kvantovú hladinu, pretože pre danú frekvenciu pozná veľkosť skoku, ktorý musí byť celočíselným násobkom rozdielu susedných hladín. Toto je napríklad pre 75 GHz približne $155 \mu\text{V}$.

Po ustálení novej hodnoty V_{dvm} , ktorá bude približne odlišná od predchádzajúcej o celočíselný násobok $155 \mu\text{V}$, načítavanie hodnôt pokračuje. Séria týchto dvanástich meraní trvá v ideálnom prípade (keď nedôjde k zmene hladiny) asi 40 sekúnd. Pre každý z dvanástich údajov napätia sa zaznamenáva aj čas jeho záznamu. Z týchto 12 údajov sa vylúčia 2 najviac odlišné hodnoty.

V praxi sú tieto údaje zaťažené termonapätiami na spojovacích vodičoch a hlavne ich spojoch. Okrem toho významnú zložku môže hrať aj posun nuly voltmetra, lebo sa merajú veľmi nízke hodnoty napätia (ako bolo spomenuté rádože 1 mV). Preto sa robí ďalšia séria meraní, pri ktorej sa zmení polarita referenčného zdroja aj polarita reťazca Josephsonových spojov. Spriemerovaním tejto druhej série údajov s údajmi z prvého zapojenia sa kompenzujú termonapätia a offset voltmetra.

Aby sa mohla vyčíslieť neistota spôsobená termonapätiami a posuvom nuly voltmetra, ktoré počas snímania uvedených sekvencií obyčajne nie sú konštantné, ale vykazujú drift, vykonáva sa ešte tretia séria meraní s pôvodnými polaritami referenčného zdroja a Josephsonovho reťazca. Kompletnú kalibráciu, ktorou sa získa jedna výsledná hodnota napätia referenčného zdroja znázorňuje obr.3.

V druhej sérii sa zaznamenáva dvojnásobný počet odčítaní voltmetra (znova 12 hodnôt, z ktorých extrémne 2 sa vylúčia, avšak teraz je v jednej hodnote spriemerovaných 10 odčítaní) a v tretej sérii sa znova uskutoční 60 odčítaní, aby obidve polarities zapojenia mali rovnakú váhu.



Obr. 3 Priebeh kalibrácie referenčného zdroja

K hodnote napätia sa vždy zapisuje aj príslušný čas. Lineárnou regresiou hodnôt získaných v prvej a tretej sérii sa získa drift rozdielového napätia, ktorý sa pripisuje nekompenzovanej zložke termonapätí a vyhodnotí sa ako neistota spôsobená termonapätiami. Základná zložka sumy termonapätí sa vyčíslí ako polovičný rozdiel stredných hodnôt napätia pri normálnej a reverzovanej polarite.

Zmena polarity sa vykonáva ručne a vtedy sa pochopiteľne vytvorí rozdielové napätie V_{dvm} podstatne vyššie ako 1 mV, v praxi obyčajne desiatky mV, pretože Josephsonov reťazec dostane šok vo forme opačného predpätia a zdroj tohoto predpätia má určitý posuv nuly, ktorý kompenzujeme podobne ako pred prvou sériou meraní jemným doladením hodnoty diferenčného napätia na cca 1 mV. Ustáľovanie hodnoty rozdielového napätia pri reverzácii trvá asi 20 - 30 sekúnd. Tento čas sa okrem iného využije aj na doznenie prechodového javu, ktorý nastane v dôsledku dielektrického posuvu v izolácii spojovacích vodičov. Výrobca udáva amplitúdu impulzu približne 50 μ V s relaxačným časom rádovo 10 sekúnd [3].

Kalibrácia prebieha v poloautomatickom režime s využitím programu NISTVOLT. Na začiatku merania sa najprv kalibruje digitálny voltmeter. Výrobca doporučuje túto procedúru robiť raz za 24 hodín. Po iniačnom meraní napätia referenčného zdroja voltmetrom sa systém zapojí podľa obr. 2 a vykonajú sa tri sekvencie meraní ako sme popísali. Program spracuje namerané údaje a záznam kompletnej kalibrácie je možné vytlačiť na papier. Do pamäte počítača sa zaznamenajú všetky potrebné údaje. Takto je pri kalibračnom postupe minimalizovaná možnosť subjektívnych zásahov operátora. Kalibračný algoritmus v praxi sám vylučuje, aby sa urobila nesprávna kalibrácia. Ak napríklad referenčný zdroj napätia je príliš nestabilný, prejaví sa to extrémnym predĺžením času merania a pri prekročení hodnoty V_{dvm} nad 10 mV zastavením kalibrácie úplne. Príloha správy [1]. uvádza príklad záznamu jednej kalibrácie.

Odovzdávanie jednotky na referenčné etalóny

Z popisu kalibrácie v predchádzajúcej časti je jasné, že hodnota kalibrovaného zdroja môže mať ľubovoľnú hodnotu od 0 do 13 V, kde horná hranica je daná počtom Josephsonových spojov na reťazci. Odovzdávanie hodnoty napätia na referenčné etalóny sa teda uskutočňuje ich kalibráciou, ako je popísané vyššie. Výhodou tohoto primárneho etalónu je, že automaticky je ním zabezpečená stupnica jednosmerného napätia v intervale (0-13)V. V praxi sú referenčné etalóny vyrábané s nominálnymi výstupmi 1 V, 1,018 V a 10 V. Z nominálneho výstupu 1,018 V referenčného etalónu je potom možné preniesť jednotku meradla na klasické Westonove etalónové články. Podľa ďalších potrieb praxe možno z referenčných elektronických etalónov prenášať potrebné napätie na etalóny nižších rádov a ďalej na ostatné meradlá.

4.3 Neistota primárneho etalónu

Analýza neistôt kalibrácie referenčného etalónu a primárneho etalónu je spracovaná v správe [1]. Neistota kalibrácie závisí silno od stability napätia referenčného etalónu. Typicky sa jej kombinovaná štandardná hodnota nachádza v intervale $(5 - 20) \cdot 10^{-9}$ v relatívnom vyjadrení.

Súhrn všetkých zložiek neistoty etalónu určených postupom B je v tabuľke

Zdroj neistoty	Neistota typu B	
	(nV)	relatívna
Nekompenzované termonapätia	17	$1,7 \cdot 10^{-9}$
Meranie rozdielu napätí (HP 3458 A)	10	$1 \cdot 10^{-9}$
Meranie frekvencie (EIP 578 B)	2	$2 \cdot 10^{-10}$
Zvodový odpor (odhad)	1	$1 \cdot 10^{-10}$
Celková štandardná neistota	20 nV	$2 \cdot 10^{-9}$

Celkovú štandardnú neistotu typu B primárneho etalónu SMÚ jednosmerného napätia 10 V odhadujeme na 20 nV t.j. v relatívnom vyjadrení $2 \cdot 10^{-9}$.

Ako vidíme z popisu kalibrácie referenčného etalónu napätia, kalibrované napätie môže mať akúkoľvek hodnotu v rozsahu od 0 do 13 V, pretože reťazec Josephsonových spojov poskytuje kvantové hladiny napätia pre ľubovoľné prirodzené číslo n až po n_{\max} , zodpovedajúce hodnote kalibrovaného napätia 13 V.

Pravda, relatívna neistota kalibrácie nižších napätí ako 10 V je vyššia, nakoľko jej absolútna hodnota je konštantná. Podobne aj neistota etalónu pre úroveň napätia 1 V sa odhaduje na $2 \cdot 10^{-8}$ v relatívnych jednotkách.

5. PREHĽAD ZÁSADNÝCH VÝSLEDKOV VÝSKUMU ETALÓNU

Výsledky výskumu etalónu sú v správe [1], preto sa v tejto časti obmedzíme len na ich rekapituláciu.

Veľmi dôležitým parametrom pre správnu činnosť etalónu je stabilita pracovného bodu, t.j. schopnosť josephsonovského reťazca zotrvať na nastavenej kvantovej hladine napätia. Boli prešetrené rôzne vplyvy na stabilitu pracovného bodu a na základe toho sa upravil kryogénny záves s vlnovodnou časťou aparatúry.

Analyzoval sa vplyv stability frekvencie na výslednú neistotu etalónu a na základe toho sa navrhla a realizovala úprava spätnoväzobnej slučky fázového závesu Gunnovej diódy.

Preukázalo sa kalibrovaním rôznych referenčných etalónov (Datron 4910, FLUKE 732 A,B), že výsledná neistota kalibrácie je určená najmä šumom voltmetra použitého na meranie diferenčného napätia a nestabilitou kalibrovaného napätia.

V odhadovanej neistote etalónu rozhodujúcimi zdrojmi neistôt sú takisto chyba voltmetra a nekompenzované termonapätia, pričom obidve tieto zložky je ťažko rozlíšiť.

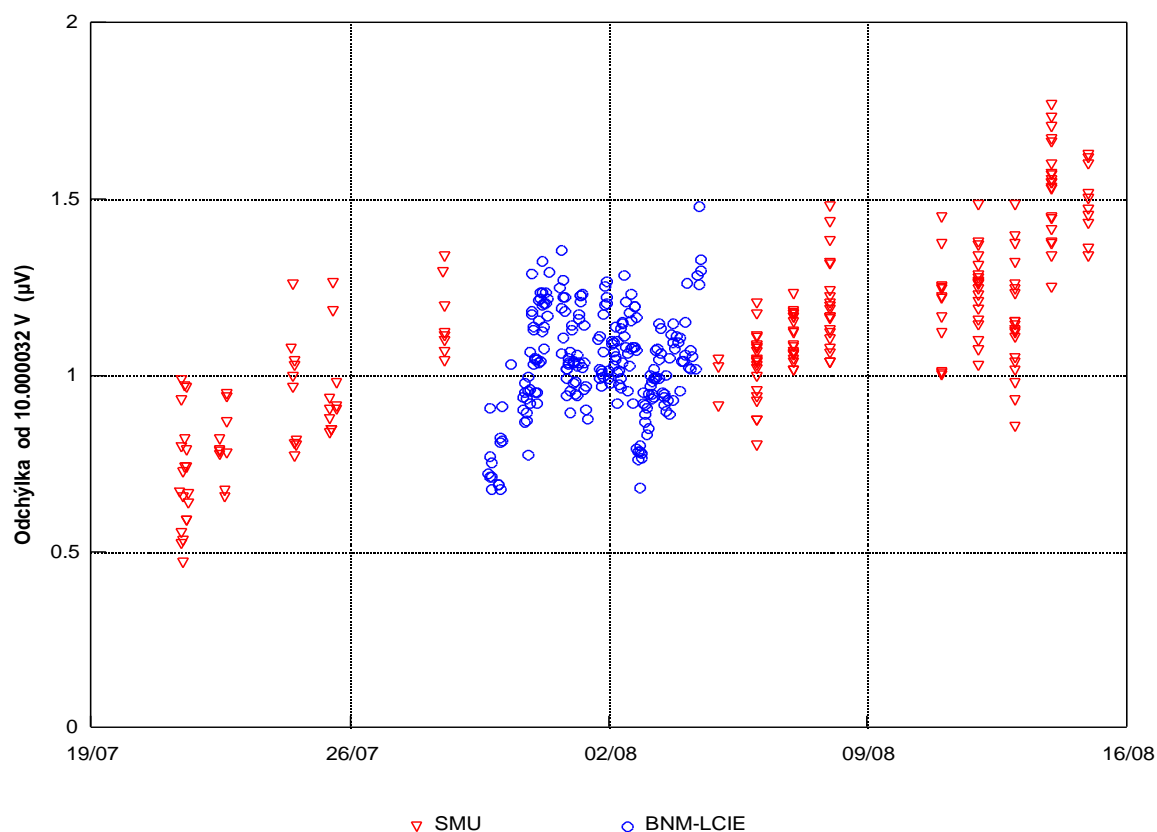
V roku 1997 sa uskutočnili dve medzilaboratórne porovnania s renomovanými metrologickými pracoviskami s BNM/LCIE (Národný úrad metrológie/Centrálne laboratóriá elektronického priemyslu) vo Francúzsku a s NPL (Národné fyzikálne laboratórium) vo Veľkej Británii.

Výsledky porovnaní sú v tabuľke. Obidve porovnania boli nepriame - s BNM/LCIE prostredníctvom referenčného etalónu FLUKE 732 A a s NPL pomocou referencie FLUKE 732 B.

V tabuľke je rozdiel ($U_{LAB}-U_{SMU}$) /10 V a štandardná odchýlka súboru kalibrácií zahrnutých do porovnania v relatívnom vyjadrení.

Laboratórium	Rozdiel hodnôt	σ súboru
BNM/LCIE	$2,35 \cdot 10^{-9}$	$15 \cdot 10^{-9}$
NPL	$-5,5 \cdot 10^{-9}$	$25 \cdot 10^{-9}$

Obrázok 4 ukazuje v grafickej podobe výsledok porovnania s BNM/LCIE.

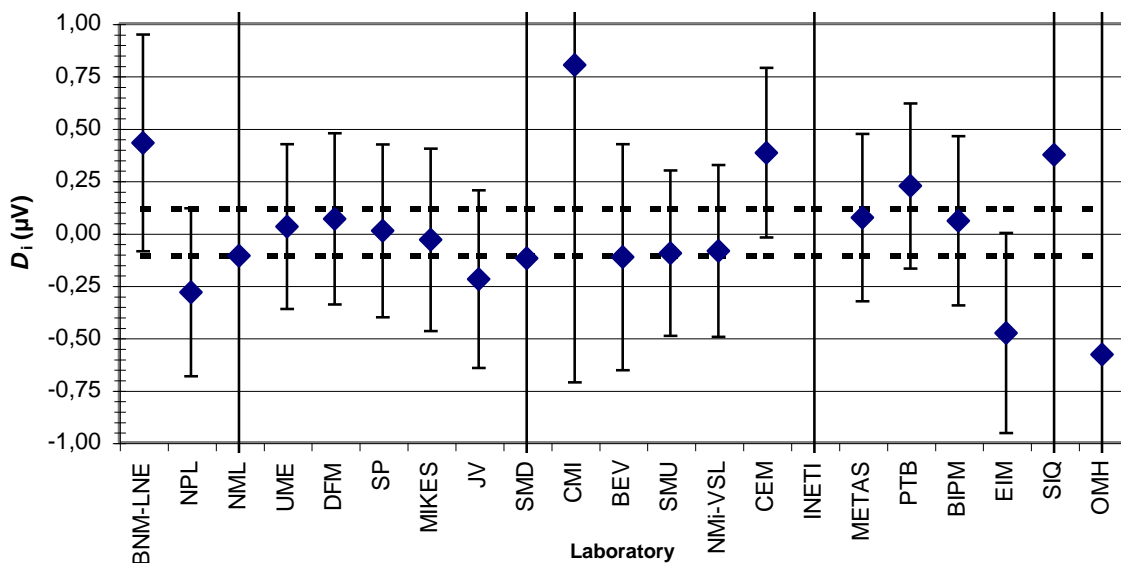


Obr. 4 Porovnanie etalónov SMÚ a BNM-LCIE (Francúzsky národný metrologický ústav pre elektrické veličiny). Neistota porovnania 150 nV, rozdiel medzi laboratóriami 23,5 nV.

Pri porovnávacích meraniach sme nezistili v rámci neistôt kalibrácií žiadne korelácie s teplotou a tlakom v laboratóriách. Boli tiež prešetrené vplyvy spôsobu napájania referenčného etalónu (zo siete alebo z batérií) na výsledky kalibrácie. Ani v tomto prípade sme nezistili pozorovateľnú koreláciu.

Na základe výsledkov týchto nepriamych porovnaní Medzinárodný úrad pre váhy a miery (BIPM) pristúpil na priame porovnanie jeho primárneho etalónu [4] s etalónom SMÚ a toto potvrdilo kvality nášho etalónu, keďže rozdiel medzi referenčnou hodnotou BIPM a SMÚ bol 14 nV pri rozšírenej kombinovanej neistote porovnania 22 nV (koeficient rozšírenia rovný 2). Podrobnosti o tomto porovnaní sú v prácach 9,10, a 13 zo zoznamu publikácií v kapitole 7.

V roku 2003 bolo ukončené záverečnou správou mnohostranné porovnanie etalónov jednosmerného napätia členských krajín európskej metrologickej organizácie EUROMET. Obrázok 5 ilustruje jeho výsledky.

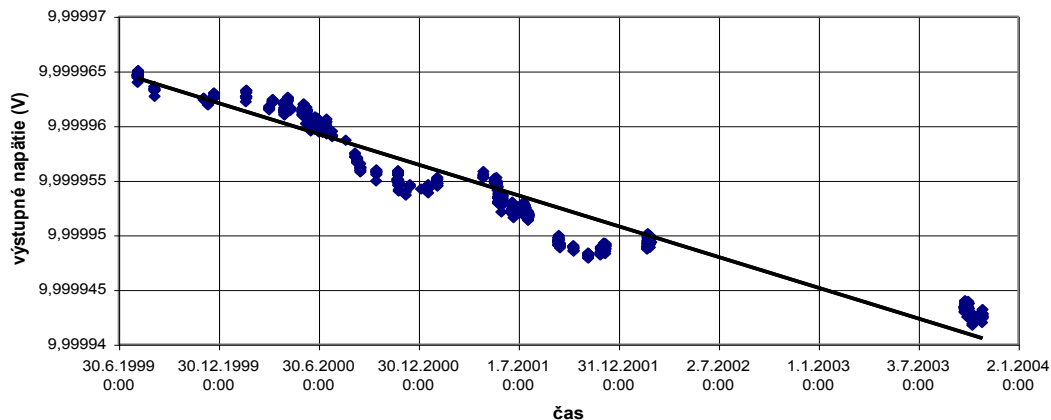


Obr. 5 Výsledky kľúčového porovnania v rámci EUROMETu

Projekt kľúčového porovnania EUROMET.EM-K11 etalónov jednosmerného napätia 10 V bol koordinovaný holandským národným metrologickým ústavom NMi-VSL. V roku 2003 bola ukončená posledná fáza porovnávacích meraní v dvadsiatich krajinách EUROMETU a BIPM. Bola ukončená a v konzultačnom výbore BIPM pre elektrinu a magnetizmus schválená záverečná správa o porovnaní, z ktorej je na obr. 5 najpodstatnejší výsledok. Nulová hodnota na osi y predstavuje referenčnú úroveň kľúčového porovnania. Stupeň ekvivalencie etalónov jednotlivých laboratórií D_i je ich odchýlka od referenčnej úrovne. Vidíme, že stupeň ekvivalencie laboratória SMU je jeden z najlepších. Numerické hodnoty odchýlky aj s rozšírenou neistotou ($k=2$) sú v práci 18, kap. 7. SMU udáva aj jednu z najnižších neistôt a napriek tomu pomer odchýlky k neistote je približne 1:7. Výsledky ďalších medzinárodných porovnaní národného etalónu sú v prácach sústreďených v kapitole 7.

V roku 2003 sme pokračovali v sledovaní dlhodobého driftu záložného referenčného etalónu FLUKE 732B. Výsledky kalibrácií na národnom etalóne od roku 1999 sú zachytené na obr. 6 a 7. Z viacročných pozorovaní môžeme usúdiť na sezónny efekt, ktorý sa prejavuje na nominálnom výstupe 10 V výrazne väčšou hodnotou driftu v letných mesiacoch v porovnaní so zimnými mesiacmi. Na nominálnom výstupe 1,018 V môžeme zase pozorovať vzájomne opačné znamienka driftu – v letných mesiacoch hodnota napätia klesá a v zime stúpa.

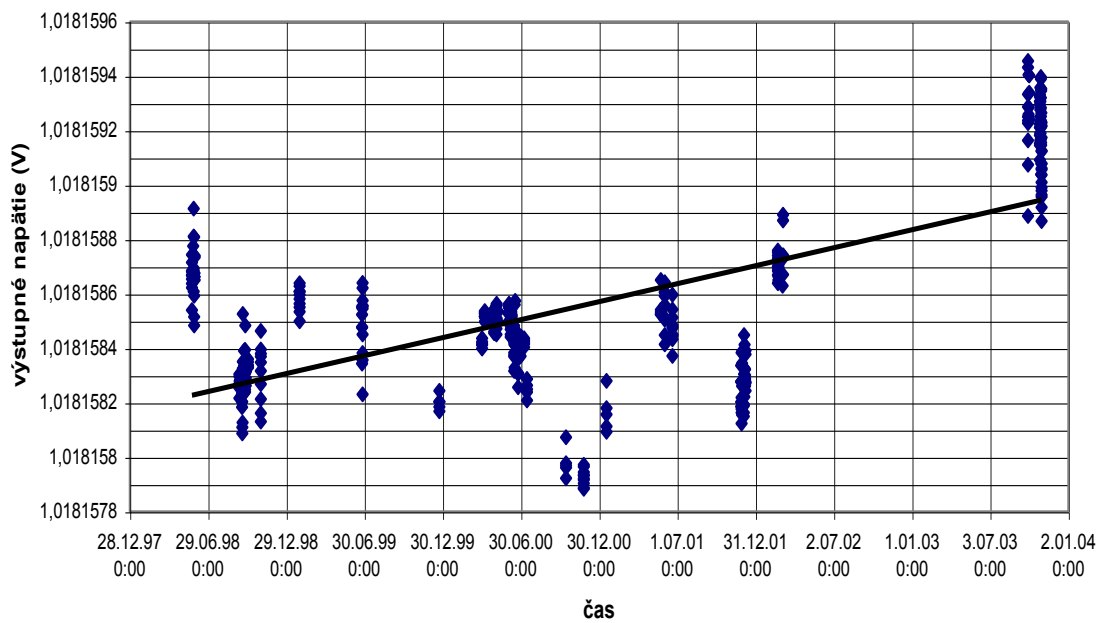
Dlhodobá časová závislosť referenčného etalónu FLUKE 732B - nominálny výstup 10 V



Obr. 6 Dlhodobé sledovanie referenčného zdroja Fluke 732B – nominálna úroveň 10 V

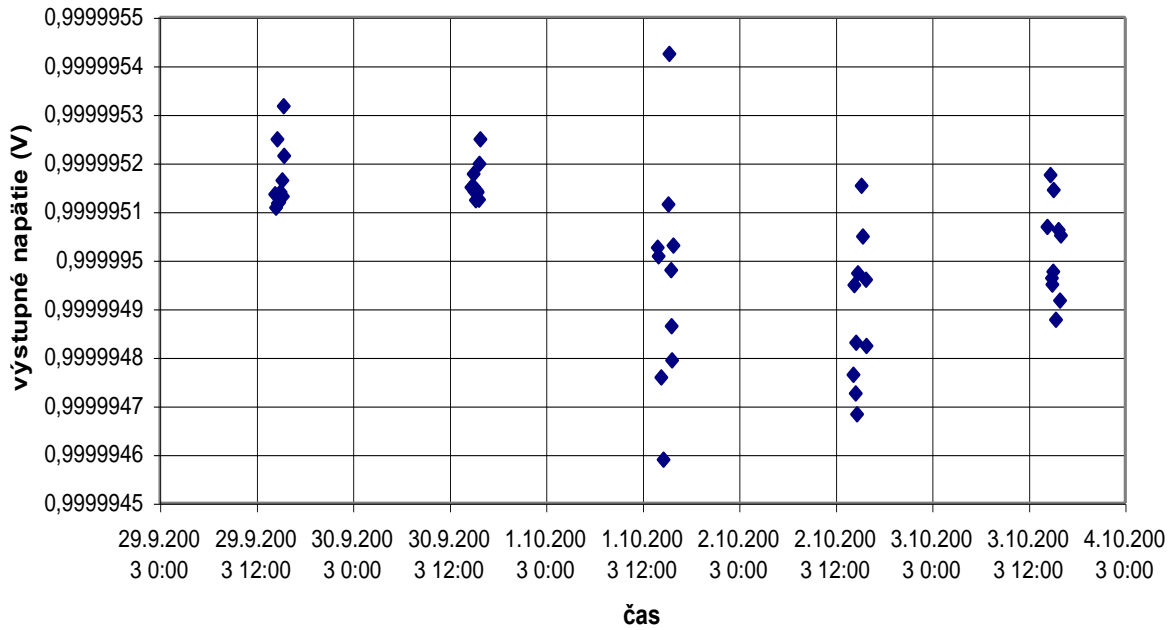
Obráok 8 ukazuje úplné údaje pri kalibrácii nominálneho výstupu 1 V napät'ovej referencie Datron 4910, pomocou ktorej sa prenáša jednotka napätia z primárneho etalónu na etalón stupnice jednosmerného napätia. Analogicky sú vykonávané kalibrácie nominálnych výstupov 10 V a 1,018 V. Vidíme krátkodobú nestabilitu týchto elektronických zdrojov napätia, ktorá spôsobuje relatívne vysokú neistotu typu A v porovnaní s neistotou primárneho etalónu. Neistota kalibrácie je rovnaká ako bola pri kalibráciách pred oteplením čipu reťazca Josephsonových spojov v roku 2002. Tieto výsledky ukazujú, že pri špeciálnom ošetrení sondy po oteplení na izbovú teplotu bolo možné čip znovu oživiť pri zachovaní metrologických parametrov etalónu. Po týchto kalibráciách v roku 2003 bol čip znovu oteplený, aby sa dosiahla vysoká efektívnosť prevádzky primárneho etalónu na báze Josephsonovho javu.

Dlhodobá časová závislosť referenčného etalónu SMU F732B -nominálny výstup
1,018 V



Obr.7 Dlhodobé sledovanie referenčného zdroja Fluke 732B – nominálna úroveň 1,018 V

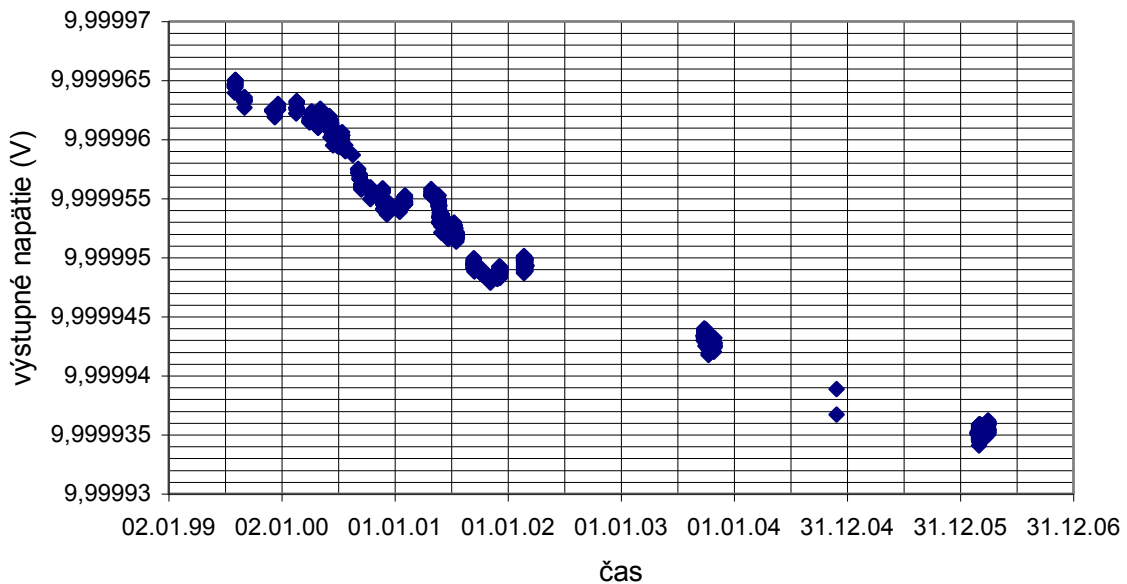
Kalibrácia referenčného etalónu SMU DT 4910



Obr. 8 Kalibrácia referenčného etalónu SMU Datron 4910 v priebehu 1 týždňa.

. V roku 2006 sme pokračovali v sledovaní dlhodobého driftu záložného referenčného etalónu FLUKE 732B. Výsledky kalibrácií na národnom etalóne od roku 1999 sú zachytené na obr. 9 a 10. Z viacročných pozorovaní môžeme usúdiť na sezónny efekt, ktorý sa prejavuje na nominálnom výstupe 10 V výrazne väčšou hodnotou driftu v letných mesiacoch v porovnaní so zimnými mesiacmi.

Dlhodobá časová závislosť referenčného etalónu FLUKE 732B - nominálny výstup 10 V



Obr.9

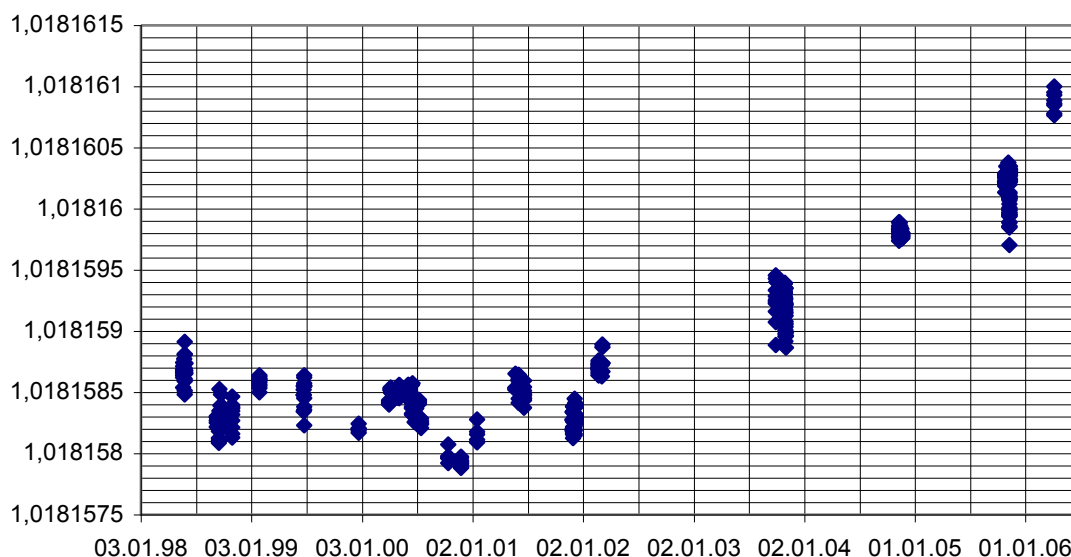
S pôvodným čipom Josephsonovho reťazca nominálneho napätia 10 V sme získali v r. 2004 naposledy len dva kalibračné body, ktoré však majú vysokú neistotu v porovnaní s kalibráciami z minulosti a doba ich merania bola až niekoľko hodín. Na základe toho sme pristúpili k obstaraniu nového čipu a toto úsilie bolo zavŕšené až na začiatku roka 2006.. Pôvodná dodacia lehota firmy HYPRES - 3 mesiace – bola predĺžená na 8 mesiacov a navyiac s procesom obstarávania sa nezačalo dostatočne zavčas, aby sa etalón mohol vybaviť novým čipom skôr.

Ako vidíme z obrázka 2, kalibrácia referenčného etalónu s novým čipom v zostave primárneho etalónu dobre nadväzuje na hodnoty zaznamenané v predchádzajúcich rokoch a to nás vedie k záveru, že výmena čipu bola úspešná. Je teda znova zabezpečená nadväznosť stupnice js napätia na hodnotu 10 V na špičkovej svetovej úrovni. Drift referenčného etalónu v absolútnej hodnote sa postupne znižuje. Z hodnoty $-6,8 \mu\text{V}/\text{rok}$ v prvých rokoch prevádzky sa zrejme v dôsledku starnutia zmenil na $-3,5 \mu\text{V}/\text{rok}$.

Z obrázku 3 vidíme, že sme s čipom nominálnej hodnoty 1 V dosiahli v roku 2004 menší rozptyl nameraných bodov než v minulosti s čipom 10 V. Pri kalibrácii v roku 2005 sa táto priaznivá tendencia nepotvrdila, nakoľko bol použitý znova čip nominálnej hodnoty 1 V.. Napriek tomu rezervný čip je plne funkčný, avšak pre tvorbu stupnice je oveľa výhodnejšia kalibrácia nominálneho napätia 10 V. Kalibrácia westonovského výstupu 1,018 V s novým čipom nominálnej hodnoty 10 V vykonaná v roku 2006 potvrdila výraznú zmenu dlhodobého driftu tohto napäťového výstupu. Z pôvodnej prakticky nulovej hodnoty driftu do roku 2002 táto stúpila na $+0,65 \mu\text{V}/\text{rok}$. Z porovnania obrázkov 2 a 3 vyplýva, že zmena driftu na obidvoch napäťových výstupoch nastala približne v rovnakom čase.

Za účelom overenia parametrov nového čipu sme vykonali medzinárodné porovnanie s primárnym etalónom Českého metrologického inštitútu (ČMI). Obrázok 4 ukazuje úplné údaje pri kalibrácii nominálneho výstupu 10 V referenčného etalónu SMU Fluke 732B v obidvoch laboratóriách. Vidíme krátkodobú nestabilitu tohto elektronického zdroja napätia, ktorá spôsobuje relatívne vysokú neistotu typu A v porovnaní s neistotou primárneho etalónu, ktorá predstavuje 20 nV [21]. Neistota kalibrácie je približne rovnaká v obidvoch laboratóriách a dosahuje 220 nV. S uvážením driftu napäťovej referencie za čas porovnania, ktorý predstavuje 350 nV, kombinovaná štandardná neistota porovnania je 470 nV. Rozdiel hodnôt laboratórií predstavuje 280 nV, takže sa dosiahla veľmi dobrá ekvivalencia tohto bilaterálneho porovnania.

Referenčný etalón SMU F732B - nominálny výstup 1,018 V



Obr. 10

6. INŠTITÚCIE, ÚTVARY A OSOBY ZODPOVEDNÉ ZA ETALÓN

Etalón uchováva Slovenský metrologický ústav, Centrum elektriny, v Laboratóriu kvantových etalónov a jednosmerných veličín. Osoba zodpovedná za etalón je Ing. Peter Vrabček, CSc., technickým pracovníkom, ktorý vykonáva popri osobe zodpovednej za etalón všetky činnosti s etalónom v súlade s pravidlami jeho používania je Pavol Kopček. Etalón je umiestnený v budove H, miestnosť č. 170.

7. ZOZNAM PUBLIKÁCIÍ O ETALÓNE V ODBORNEJ LITERATÚRE

1. VRABČEK,P.: Status of the SMU Josephson voltage standard. In: EUROMET experts meeting 97. Quantum Hall Effect Resistance Standard and Josephson Array Voltage Standard, ITI-LME, Lisbon, 1997
2. VRABČEK,P. a kol.: Primárne kvantové etalóny jednotiek elektrických veličín, Správa o

- riešení úlohy uchovávanía a zdokonalovania etalónov za rok 1996, SMÚ, Bratislava 1996
3. VRABČEK, P.: Primárny etalón jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu. Výsledky výskumu, SMÚ, Bratislava 1997.
 4. VRABČEK, P.: Two International Comparison of SMU 10 V Josephson Array Voltage Standard. CPEM'98. Conference Digest, Washington, 1998.
 5. LIEFRINK, F.: Organisation of measurement intercomparison – Electrical measurements. Final report, NMI Van Swinden Laboratorium, Delft 1998.
 6. VRABČEK, P.: The Quantum Standards of Voltage and Resistance as the Base of Electricity Metrology in Slovakia. In: Proceedings of the 9th International metrology congress. Bordeaux, 1999. s. 32-46.
 7. AVRONS, D. – REYMANN, D. – VRABČEK, P. – WITT, T.J. :Bilateral Comparison of 10 V and 1,018 V Standards between the SMU and the BIPM, May through October 1998. Rapport BIPM-99/01.
 8. VRABČEK, P.: Primárny etalón napätia na báze Josephsonovho javu. In: Vysokofrekvenčná meracia technika. Bratislava : SMS, 1999, 1-15 s.
 9. REYMANN, D. - WITT, T.J. – BARCZI, O. - VRABČEK, P.: Comparison of the Josephson voltage standards of the SMU and the BIPM. Rapport BIPM-99/14
 10. REYMANN, D. - WITT, T.J. – VRABČEK, P. et all: Recent developments in BIPM voltage standard comparisons. In: 2000 Conference on Precision Electromagnetic Measurements Digest, 14 – 19, May 2000, Sydney, Australia, p. 253 – 254.
 11. International Comparison. Final Report. A DC reference standard with 1,018 and 10 V. Organizing bodies EUROMET and the CEN-TCU. Coordinator: Luc Erard, BNM-LCIE. Pilot Laboratory NMI Van Swinden Laboratory. July 2000.
 12. VRABČEK, P.: Národný etalón jednosmerného napätia : Čiastková správa k úlohe 200 041. Bratislava : SMU, december 2001. 17 s.
 13. REYMANN, D., WITT, T. J., VRABČEK, P., YI - Hua Tang, HAMILTON, C. A., KATKOV, A. S, JEANNERET, B. , POWER, O. : Recent Developments in BIPM Voltage Standard Comparisons, IEEE Trans. Instr. Meas. **50** (2001) 206 – 209.
 14. VRABČEK, P. - REYMANN, D. - WITT, T. J.: Bilateral Comparison of 1.018 V and 10 V Standards between the SMU, Slovakia and BIPM, April 2001 : Rapport BIPM-2001/05. BIPM, 2001. s. 1-7.
 15. VRABČEK, P.: kvantové etalóny elektrických veličín. In: 12. konferencia slovenských fyzikov, 3.-5. 9. 2001, Smolenice. Bratislava : SFS, 2002, s. 66-67.
 16. VRABČEK, P.: Kvantové etalóny elektrických veličín : Čiastková správa úlohy 240 040. Bratislava : SMU, december 2002. 16 s. 2 prílohy.

17. VRABČEK, P. - JANSSEN, J.T. - WALDMANN, W. - ŠEBELA, A. - GEDEVICIUS, V.: Euromet Comparisons of the SMU Josephson Array Voltage Standard. In: CPEM 2002 (Conference on Precision Electromagnetic Measurements), 16-21 June 2002, Ottawa, Canada. . s. 491.
18. [F Liefink¹](#), [E F Dierikx¹](#), [J W Heimeriks¹](#), [G Eklund²](#), [I Flouda³](#), [T Funck⁴](#), [P Helistö⁵](#), [A Jakab⁶](#), [J-T Janssen⁷](#), [B Jeanneret⁸](#), [H D Jensen⁹](#), [P O Hetland¹⁰](#), [M Lindic¹¹](#), [J-P Lo-Hive¹²](#), [J Nicolas¹³](#), [M Nunes¹⁴](#), [O Power¹⁵](#), [F I Raso Alonso¹⁶](#), [D Reymann¹⁷](#), [S Selçik¹⁸](#), [J Streit¹⁹](#), [P Vrabcek²⁰](#) and [W Waldmann²¹](#): EUROMET project no 429: Comparison of 10 V electronic voltage standards. Metrologia **40**, No. 1A, 2003
19. VRABČEK, P. a kol.: Kvantové etalóny elektrických veličín : Čiastková správa úlohy 240 040. Bratislava : SMU, december 2003. 19 s.
20. VRABČEK, P.: Národný etalón SR jednosmerného elektrického napätia na báze Josephsonovho javu. Časopis pre elektrotechniku a energetiku, roč. **10**, 2004, č. 1, s. 9 -11.
21. HEINE, G. A kol. : Dunamet project D 43 [Final Report], Comparison of AC/DC transfer standards, BEV 2005, 21 p.
22. VRABČEK, P. a kol.: Národný etalón jednosmerného napätia. [Správa o riešení úlohy v r.2004], SMÚ Bratislava, december 2004
23. VRABČEK, P. a kol.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov jednosmerných elektrických veličín. [Správa o riešení úlohy v r.2005], SMÚ Bratislava, december 2005.
24. VRABČEK, P. a kol.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov jednosmerných elektrických veličín. [Správa o riešení úlohy v r.2006], SMÚ Bratislava, december 2006.
25. VRABČEK, P.-STREIT, J.-KOPČEK, P.: Exchange of the 10 V Josephson Array Chip in the SMU Voltage Standard, , in: CPEM 2008 Conference Digest, Broomfield, USA, June 8-12, 2008, pp 224-225.
26. VRABČEK, P. a kol.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov elektrických veličín. [Správa o riešení úlohy v r.2008], SMÚ Bratislava, december 2008.

8. DOKUMENTÁCIA O ETALÓNE

1. Array Josephson Junction. NCSL Information Manual. National Conference of Standards Laboratories, Boulder, August 1991.

2. VRABČEK, P.: Slovenský národný etalón jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu. Súhrnná správa o etalóne. Garant etalónu: Ing. P.Vrabček, CSc., SMÚ, Bratislava, 1997.
3. Osvedčenie o národnom etalóne č. 011/98 Etalón jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu, vydané ÚNMS SR v Bratislave 25.5.1998.
4. Osvedčenie o národnom etalóne č. 011/99 Etalón jednosmerného napätia v rozsahu 10 mV až 1000 V. vydané ÚNMS SR v Bratislave 15.7.1999.
5. Certifikát národného etalónu č. 011/02 Etalón jednosmerného napätia, vydaný SMU v Bratislave 31.7.2002.
6. Certifikát národného etalónu č. 011/04 Etalón jednosmerného napätia, vydaný SMU v Bratislave 31.7.2004.

9. LITERATÚRA

- [1] VRABČEK,P. a kol.: Primárny etalón jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu. Výsledky výskumu. SMÚ, Bratislava 1997.
- [2] BIPM Comparisons of Josephson Array Voltage Standards. News from the Electricity Section of the BIPM. No. 1, Spring 1997.
- [3] HAMILTON,C.A.-BURROUGHS,C.-CHIEH.K.: Operation of NIST Josephson Array Voltage Standards, Journal of Research of the NIST, 95, No. 3, 1990, p.219.
- [4] REYMANN, D. - AVRONS, D.: A Transfer Device for 10 - V Josephson Array Measurements. IEEE Trans. Instrum. Measur., 44, 1995, p.201.