

SÚHRNNÁ SPRÁVA

k previerke národného etalónu

Národný etalón: NE 020B/99 Národný etalón teploty v rozsahu 962°C až 2200°C

**Osoba zodpovedná
za národný etalón:** RNDr. Peter Nemeček, CSc.

Správu vypracoval: RNDr. Peter Nemeček, CSc.

Bratislava, december 2010

Úvod do problematiky metrologického zabezpečenia optickej pyrometrie.

Teplota je jednou z najvýznamnejších meraných veličín. Jej hodnota priamo prináša kvantitatívnu informáciu o energetike procesov a stavov, a teda je priamo spojená s výrobou, distribúciou a spotrebou energie. Je významnou veličinou vo výrobných procesoch, kde vystupuje ako explicitný parameter, na základe ktorého možno riadiť mnohé kvalitatívne ukazovatele produkcie (metalurgia, strojárstvo, chemický priemysel, poľnohospodárstvo atď.). Prehľbovanie znalostí o procesoch vo výrobe a v prírode, kladie na meranie teploty stále vyššie nároky a to ako z hľadiska presnosti merania teplotných diferencií, tak aj z hľadiska správnosti a jednotnosti merania.

Na fyzikálnej úrovni je teplota určovaná ako parameter základných fyzikálnych zákonov vyjadrujúcich jeho spojenie s ďalšími základnými merateľnými fyzikálnymi veličinami a definovanými konštantami. Príkladom takýchto zákonov pre fyzikálnu realizáciu teplotnej stupnice je stavová rovnica ideálneho plynu, Stefan-Boltzmannov alebo Planckov zákon. Súbor hodnôt teploty pre vybrané materiály vytvára základnú maticu referenčných bodov. Na technickej úrovni je potom stupnica teploty realizovaná ako rad materiálov stelesňujúcich teploty v referenčných bodoch a rad technických prostriedkov, ktoré umožňujú s požadovanou neistotou tieto hodnoty teploty prisúdiť k parametrom teplomerov. Teplomery sú technické prostriedky interpolácie teplotnej stupnice medzi referenčnými bodmi, resp. extrapolácie mimo hodnoty krajných referenčných bodov.

Technické obmedzenia zabraňujú využitie jedného fyzikálneho princípu na realizáciu teplotnej stupnice v celom potrebnom rozsahu. Preto je teplotná stupnica rozdelená do niekoľkých častí vymedzených referenčnými teplotami, pre ktoré sú na úrovni technickej realizácie medzinárodne predpísané metódy interpolácie. Základný medzinárodný dokument, ktorý je od roku 1990 oficiálne používaný pri realizácii teplotnej stupnice bol publikovaný ako časť Proces-verbaux Medzinárodnej komisie pre váhy a miery (CIPM) a v anglickej mutácii, po autorizácii Konzultačným výborom pre teplotu (CCT), bol tento dokument publikovaný v časopise Metrologia (H.Preston-Thomas The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), Metrologia, 27, 1990, p.3-10).

Pre teploty vyššie ako je teplota tuhnutia striebra (961,78 °C) je teplota T_{90} definovaná na základe Planckovho zákona rovnicou:

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}(T_{90}(X))} = \frac{\exp(c_2(\lambda.T_{90}(X))^{-1}) - 1}{\exp(c_2(\lambda.T_{90})^{-1}) - 1} \quad (1)$$

kde $T_{90}(X)$ je teplota v bode tuhnutia niektorého z referenčných materiálov a to striebra $T_{90}(\text{Ag})=1234,93$ K, zlata $T_{90}(\text{Au})=1337,33$ K alebo medi $T_{90}(\text{Cu})=1357,77$ K (tieto body z hľadiska realizácie stupnice sú pokladané za rovnocenné), $L_{\lambda}(T_{90})$ a $L_{\lambda}(T_{90}(X))$ sú spektrálne žiare čierneho telesa vo vákuu na vlnovej dĺžke λ a pri teplotách T_{90} a $T_{90}(X)$, a $c_2=0,014388$ m.K

Táto definícia teda obsahuje konvenčne pravé hodnoty teploty tuhnutia referenčných materiálov, fyzikálnu konštantu $c_2 = h.c.k^{-1}$ obsahujúcu Planckovu konštantu h , rýchlosť svetla c a Boltzmannovu konštantu k (ktorá je daná pomerom molárnej plynovej konštanty R a Avagadrového čísla N_A). Jej aplikácia požaduje meranie pomeru spektrálnych žiar neznámeho zdroja žiarenia s teplotou T_{90} a referenčného žiariča s teplotou $T_{90}(X)$ pre známu vlnovú dĺžku λ . Uvedená definícia neobsahuje pre žiadny z uvedených žiaričov veličinu emisivity. Teda implicitne predpokladá, že oba žiariče sa chovajú ako ideálne čierne teleso resp., že takto

určená hodnota T_{90} je tzv. radiačná teplota, ktorá je menšia ako skutočná (termodynamická) teplota, a zodpovedá teplote ktorá prislúcha čiernemu telesu majúce meranú relatívnu žiaru $L_{\lambda}(T_{90})$.

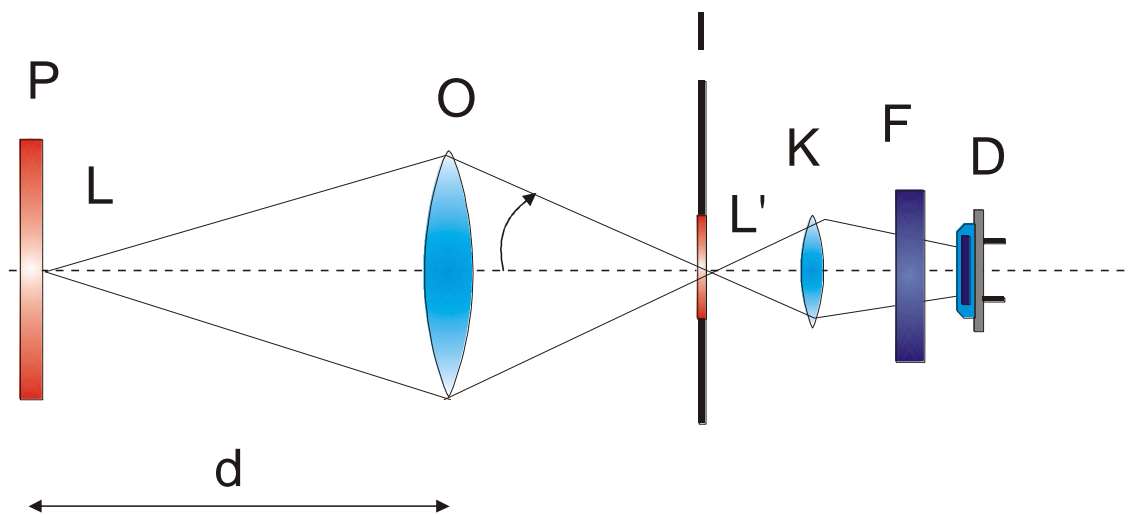
Z definície ideálneho čierneho telesa je zrejmé, že pri technickej realizácii modelu čierneho telesa musíme:

- stanoviť na základe geometrie dutiny a emisivity ε materiálu z ktorého je vyrobená, efektívnu spektrálnu emisivitu $\varepsilon_{T(x)}$,
- zaistiť vhodný ohrev modelu čierneho telesa tak, aby stav ustálenia teploty v bode tuhnutia bol príslušnými technickými prostriedkami jednoznačne identifikovateľný a merateľný,
- zaistiť aby referenčný kov mal dostatočnú čistotu, resp. na základe znalostí o kvantitatívnom chemickom zložení znečistenia stanoviť novú teplotu tuhnutia.

Prostriedky a spôsoby merania spektrálnych žiar, určenia vlnovej dĺžky λ a spôsob identifikácie teploty tuhnutia referenčného kovu definícia neobsahuje. Pre meranie pomeru spektrálnych žiar a súčasne pre identifikáciu teplotného stavu zodpovedajúceho bodu tuhnutia referenčného kovu sa najčastejšie používa fotoelektrický pyrometer. Technický princíp merania je založený na zákonoch geometrickej optiky, a to konkrétne na tzv. zákone zachovania žiare L , t.j. v ideálnom prípade zobrazovacej sústavy pyrometra je žiara v rovine obrazovej L' rovnaká ako žiara L v rovine predmetovej. Teda signál detektora, ktorý meria žiaru v obrazovej rovine je nezávislý od vzdialenosti d meraného objektu od pyrometra, ale len od rozloženia žiare (teploty) v tomto obraze. V technickej realizácii pyrometra tento vzťah je modifikovaný konkrétnou technickou realizáciou a pre pomer žiar platí

$$\frac{L'}{L} = \tau_o \left[1 + \frac{3}{4} \cdot \text{tg}^2 \beta \right] \cdot \left[1 - \frac{3}{4} \cdot m^2 \cdot \text{tg}^2 \beta \right] \quad (2)$$

kde τ_o je transmitancia optickej sústavy (objektívu), m je zväčšenie a β je polovičný uhol zbiehavosti zväzku v obrazovom priestore



obr.1 Schéma pyrometra. P-predmetová rovina, O – objektív pyrometra, I – obrazová rovina s clonou, K – kondenzor, F – optický filter, D – detektor.

Technické riešenie takéto fotoelektrického pyrometra obsahuje tieto základné časti:

1. objektív s vhodnými optickými vlastnosťami;
2. clony vymedzujúce v obraze zdroja vhodnú identifikovateľnú plochu;
3. optické filtre vymedzujúce spektrálne pásmo $\Delta\lambda$ v okolí vlnovej dĺžky λ ;
4. detektor optického žiarenia s vhodnými optickými a elektrickými vlastnosťami;
5. prístroj merajúci signál detektora optického žiarenia s vhodnými elektrickými charakteristikami.

Vhodnosť technického riešenia jednotlivých častí pyrometra všeobecne znamená optimalizáciu všetkých optických a elektronických charakteristík tak, aby model merania s týmto pyrometrom bol čo najtesnejším obrazom definičného vzťahu (1) a rozdiely medzi definičným vzťahom a modelom merania vo forme korekcií boli čo najúplnejšie. Pretože fotoelektrický pyrometer možno považovať za spektrorádiometer, kalibrovaný v relatívnych jednotkách spektrálnej žiare, jeho metrologické charakteristiky sú stanovované rádiometrickými metódami. Základnou rádiometrickou charakteristikou pyrometra je relatívna spektrálna responsivita $r(\lambda)$. Táto je podkladom pre určenie:

- tzv. efektívnej vlnovej dĺžky λ_{ef} ,
- aktivity $K_1(T)$ ktorá predstavuje závislosť efektívnej responsivity na teplote kalibrovaného zdroja,

Rádiometrickými prostriedkami a metódami je možné určiť aj ďalšie parametre modelu merania s fotoelektrickým pyrometrom a to:

- linearitu vo vyjadrení korekčného koeficientu $K_2(S)$ kde S je meraný signál detektora,
- teplotný koeficient $K_3(\Delta T_p)$ zohľadňujúci zmeny responsivity pyrometra v dôsledku zmien teploty optických súčiastok pyrometra (predovšetkým filtrov a detektora),
- korekčný koeficient K_4 zohľadňujúci vplyv rozptýleného žiarenia v optickej sústave pyrometra,

Rádiometrické merania metrologických charakteristík pyrometra predstavujú nadväznosť teplotnej stupnice na stupnicu spektrorádiometrickú a to v hodnotách vlnovej dĺžky a v hodnote relatívnej spektrálnej responsivity.

Fotoelektrický pyrometer, na základe jeho spektrorádiometrických charakteristík a po jeho kalibrácii etalónovým čiernym telesom (signál $S(T_{90}(X))$), slúži ako prostriedok extrapolácie teplotnej stupnice. Pre túto extrapoláciu je používaný modelový vzťah

$$S = M(K_1(T_{90}), K_2(S), K_3(\Delta T_p), K_4, S(T_{90}(X)), T_{90}) \quad (3)$$

umožňujúci predikciu signálu S pyrometra pre teplotu T_{90} . Inverzný model umožňuje stanoviť teplotu na základe meraného signálu fotoelektrického pyrometra.

Teplotná stupnica sa ďalej odovzdáva na referenčné etalóny. Referenčnými etalónmi sú pyrometrické žiarovky. Tieto žiarovky slúžia na dlhodobé uchovávanie a odovzdávanie hodnôt radiačnej teploty v rozsahu 962°C až 2200°C. Teplotná stupnica na týchto žiarovkách sa realizuje vo forme závislosti $T_{90} = f(I)$ kde I je elektrický prúd pretekajúci žiarovkou pri danej polarite napájania. Teplota T_{90} žiarovky sa určí na základe merania s fotoelektrickým pyrometrom. Jeho signál je blízky predikovanej hodnote zodpovedajúcej vhodnému deleniu teplotnej stupnice (napr. po 100 °C). Toto sa dosiahne vhodnou reguláciou napájacieho prúdu žiarovky.

Technicky sú pyrometrické žiarovky riešené ako pásiky volfrámu, ktorý je vhodne umiestnený do sklenenej banky, vákuovej alebo naplnenej plynom. Konštrukcia žiarovky musí umožňovať:

- reprodukovateľné určenie žiariacej plochy pásiku,
- stabilné a reprodukovateľné rozloženie teploty na pásiku,
- minimálne ovplyvňovanie spektrálneho žiarivého toku z pásiku pri prechode sklenenou bankou žiarovky.

Spôsob elektrického napájania žiarovky a meranie napájacieho prúdu musí umožňovať:

- stabilitu, reprodukovateľnosť a presnosť nastavenie napájacieho prúdu,
- správnosť a presnosť určenia hodnoty tohoto elektrického prúdu,

Hodnota elektrického prúdu sa obyčajne určuje ako úbytok napätia na odpore. Tu je stupnica teploty nadviazaná na stupnicu elektrického napätia a elektrického odporu.

Model čierneho telesa s teplotou tuhnutia referenčného kovu, fotoelektrický pyrometer a pyrometrické žiarovky spolu s doplňujúcou technikou tvoria základ metrologického systému pre realizáciu, uchovávanie a odovzdávanie hodnoty teploty v uvedenom rozsahu a v súlade s definíciou v ITS-90. Nevyhnutnou súčasťou tohto systému sú prostriedky a metódy ktoré umožňujú metrologickú charakterizáciu tohto systému vo forme hodnôt a neistôt všetkých veličín vystupujúcich v modeloch tento systém popisujúcich.

Vzhľadom na požiadavky užívateľov bezkontaktných meradiel teploty bola sústava doplnená o model čierneho telesa B2 (Land 1600) a B3 (Isotech Gemini) ktoré sú rádiometricky nadviazané na etalónový pyrometer FEP 1, resp. s použitím odporového snímača teploty RhPt10 sú nadviazané na NE 020/A a umožňujú extrapolovať teplotnú stupnicu na rozsah 50°C až 1000°C, pričom ako referenčná teplota je použitá hodnota regulačného kontaktného teplomeru merajúceho teplotu dutiny.

1. Technicko-ekonomické zdôvodnenie potreby a výberu etalónu

Technické riešenie uvedenej teplotnej stupnice v SMÚ, vyjadrené metrologickými parametrami etalónového zariadenia a s tým spojené ekonomické náklady zodpovedajú:

- požiadavkám odovzdávania veličiny teploty v uvedenom rozsahu 962°C až 2200°C na referenčné etalóny (pyrometrické žiarovky) používané vo všetkých hospodárskych rezortoch SR,
- požiadavkám na kalibráciu referenčných a prevádzkových pyrometrov v uvedenom rozsahu,
- požiadavkám vyplývajúce z podmienok medzinárodnej akceptovateľnosti etalónu,
- vytvoreniu metrologickej bázy pre extrapoláciu teplotnej stupnice vo vyjadrení radiačnej teploty alebo emisivity aj pre oblasť pod teplotou 962°C
- Objem metrologických služieb spojených s odovzdávaním veličiny teploty na referenčné etalóny a meracie prostriedky bol v roku 1998 cca 100 000 Sk a predpokladal sa jeho 20 % až 30 % ročný nárast v nasledujúcich 5 rokoch. V roku 2009 bol objem služieb približne 700 000 Sk.

2. Popis etalónu a s ním spojeného etalónového zariadenia

2.1 Model čierneho telesa (MČT)

V roku 1999 bol model čierneho telesa vyrobeného v SMU v roku 1978, nahradený modelom čierneho telesa typu M380 Au od firmy Mikron Instruments Co., Inc.. MČT je realizovaný ako kónická dutina s vrcholovým uhlom 15°, apertúrou o priemere 6 mm, vyhotovená v grafitovom bloku, ktorý je vnorený do grafitového téglika naplneného zlatom. Čistota zlata deklarová výrobcom je 99,999 %. Na základe literárnych údajov emisivity grafitu $\varepsilon = 0,87$ a $0,90$ bola vypočítaná stredná hodnota efektívnej emisivity dutiny vo vrchole dutiny $0,99943$ s neistotami $-0,0001$ a $+0,00005$.

Ohrev MČT je riadený manuálne v časových sekvenciách: stúpanie teploty - stabilizácia teploty v prehriatom stave - pokles teploty na úroveň predpokladaného podchladenia a následnej fázy tuhnutia.

2.2 Fotoelektrický pyrometer (FEP 1)

Tento je tvorený refrakčným objektívom s ohniskovou vzdialenosťou 250 mm a s numerickou apertúrou $f/10$. V obrazovej rovine je umiestnená clona s kruhovým otvorom o ploche $0,2 \text{ mm}^2$. Optické žiarenie prešlé touto apertúrou je „monochromatizované“ interferenčným filtrom a hranovým filtrom BG 19, ktorý odstraňuje parazitné dlhovlnné žiarenie prepúšťané interferenčným filtrom. Doplnková clona s apertúrou o priemere 3 mm upravuje optický zväzok tak, aby všetko žiarenie, ktoré ňou prejde, dopadlo na detektor. Pre detekciu optického žiarenia je použitá kremíková fotodióda UV 444 BQ s plochou 100 mm^2 , so spektrálnou rezponzivitou na vlnovej dĺžke 650 nm $R(650) \approx 0,45 \text{ A/W}$ a šumovým prúdom $I_n = 4 \cdot 10^{-14} \text{ A}$. Súčasťou FEP je elektrometer Keithly 6517 so šumovou hladinou $7,5 \cdot 10^{-16} \text{ A}$. Elektrometer je doplnený termočlánkom typu K pre meranie zmien teploty pyrometra. Nevyhnutnou časťou pyrometra je aj osobný počítač triedy PC s kartou IEEE 488 a programom pre zber a vyhodnocovanie meraného prúdu pyrometra a jeho teploty.

Pyrometer je nadviazaný v hodnotách relatívnej spektrálnej rezponzivity $r(\lambda)$ na sekundárny etalón spektrálneho žiarivého toku a vlnovej dĺžky na pracovisku optickej rádiometrie. Na základe tejto relatívnej spektrálnej rezponzivity je vypočítaná hodnota korekčného koeficientu $K_1(T_{90})$ a efektívna vlnová dĺžka λ_e . Spektorrádiometrické prostriedky sú použité aj pri stanovení, resp. odhade neistoty ich nominálnych hodnôt, korekčných koeficientov K_2 (nelinearita), K_3 (teplotná závislosť) a K_4 (size of source effect).

Modelový vzťah na určenie teploty T_{90} na základe signálu $S(T_{90})$ FEP1, ktorého signál pri kalibrácii za pomoci etalónového MČT bol $S(T(\text{Au}))$, pri rovnakých podmienkach zobrazovania, má tvar:

$$\frac{1}{K_1(T_{90})} \cdot \exp(c_2 \cdot (n(\lambda) \cdot \lambda_m \cdot T_{90})^{-1}) = \frac{[S(T(\text{Au}))] \cdot K_4(T(\text{Au}))}{[S(T_{90})] \cdot K_2(S) \cdot K_3(\Delta T_0) \cdot K_4(T_{90}) \cdot \varepsilon_{T(\text{Au})}} \cdot \exp(c_2 \cdot (n(\lambda) \cdot \lambda_m \cdot T(\text{Au}))^{-1}) \quad (4)$$

Hodnota teploty T_{90} sa určuje iteratívnym riešením tejto rovnice. Tento vzťah je použitý aj na výpočet signálov pyrometra zodpovedajúcich požadovaným radiačným teplotám pyrometrických žiaroviek.

2.3 Pyrometrické žiarovky

Pre uchovávanie a odovzdávanie hodnoty teplotnej stupnice slúži sada pyrometrických žiaroviek. Sadu tvorí:

1. vákuová žiarovka typu 10/V, vyr.č. C806 pre teplotný rozsah 700°C až 1700°C
2. plynom plnená žiarovka typu 10/G, vyr.č. C 811 pre teplotný rozsah 1600°C až 2200°C

Jedná sa o žiarovky s volframovým páskom o dĺžke 62 mm(C806) resp. 34 mm(C811), šírke 1,5 mm a hrúbke 0,07 mm so zámernou značkou priamo na pásiku (vryp na hrane pásiku)

Žiarovky majú temperovateľnú päťicu. Jej teplota sa vykonáva vodným termostatom. Obe žiarovky majú sklenené banky opatrené planparalelnými okienkami, pričom zadné okienko je opatrené značkou vytvárajúcou spolu so značkou na pásiku zámernú os pre pyrometer. Výrobcom žiaroviek je firma General Electric a boli dodané do SMÚ v roku 1987. Súčasťou dodávky bola taktiež ich kalibrácia v National Physical Laboratory (NPL), Teddington.

Žiarovky sú napájané zdrojom stabilizovaného jednosmerného napätia typu HP 6673A 0-35V /0-60A od firmy HP. Prúd pretekajúci žiarovkou je meraný ako úbytok napätia na odpore s nominálnou hodnotou 0,01 Ω za pomoci multimetra HP 34401 s rozlíšením 6 1/2 digitu.

2.4 Ostatné doplnkové zariadenia

1. Polohovací stolík pre FEP s osovými posuvmi kolmo na optickú os v rozsahu ± 10 mm a so sklápaním optickej osy pyrometra v rozsahu $\pm 1^\circ$ so štandardnou neistotou 0,005°.
2. Optické vedenie pre FEP v smere optickej osy v rozsahu 0 až 2000 mm.
3. Polohovací stolík žiarovky s osovými posuvmi kolmo na optickú os v rozsahu ± 10 mm a so sklápaním optickej osy žiarovky v rozsahu $\pm 1^\circ$ a s otáčaním žiarovky okolo osy kolmej v rozsahu $\pm 10^\circ$.
4. Vodný termostat s možnosťou riadenia teploty s presnosťou 0,1K.
5. Softvér pre vyhodnocovanie meraní.
6. Pec Land 1600B s modelom čierneho telesa s emisivitou 0,998 pre teploty 600°C až 1600°C
7. Model čierneho telesa typu Gemini od firmy Isotech s emisivitou 0,9945 pre teploty +50°C až 550°C.
8. Model čierneho telesa typu Saturn od firmy Isotech s emisivitou 0,999 pre teploty +100°C až 1200°C.

3. Špecifikácia metrologických vlastností etalónu a jeho častí

Hlavné časti etalónového zariadenia a ich parametre sú uvedené v tab.1a a doplnkové zariadenia potrebné pre ich prevádzku sú v tab.1b. Všetky časti sú zamenné, ale ich parametre musia byť rovnaké alebo lepšie ako sú uvedené.

Tab.1a

Súčasť etalónu, Názov, typ	Výrobné číslo Inventárne číslo	Charakteristické parametre a využitie	Rok nadobudnutia /Záloha
Model čierneho telesa M380Au	017867 III-06855	Teplota 1064,18°C, emisivita vo vrchole 0,99943 -0,0001 +0,0005, čistota zlata >99,999%,	2005 / Nie
Fotoelektrický pyrometer FEP 1	FEP1	Nominálna vlnová dĺžka 650 nm,	1991 / Nie
Elektrometer Keithly 6517	065262 III-06511	Prúdový rozsah 20 pA až 20 mA, šum cca 0,7 fA	1997 / Nie
Pyrometrická žiarovka, 10/V,	C 806	Teplotný rozsah 700°C až 1700°C, vákuová	1987 / Ano
Pyrometrická žiarovka, 10/G,	C 811	Teplotný rozsah 1600°C až 2200°C, plynová	1987 / Ano
Multimeter HP 34401	US36074280 III-64268	Multimeter pre meranie napätia v rozsahu 10 mV až 10 V pri meraní prúdu pyrometrických žiaroviek ako úbytku na odporových normáloch	1998/Ano
Odporový snímač teploty PtRh10	147/1981 III-40631	Teplota v rozsahu 0°C až 800°C, meranie teploty v dutine modelu čierneho telesa Land 1600B	1981 /Ano
Odporový normál Norma Wien	757202	0,01Ω	1970 / Nie
Odporový normál Norma Wien	757203	0,1Ω	1970 / Nie

Tab.1b

Model čierneho telesa Gemini Isotech	2719751 III-7629	Teplotný rozsah 50°C až 550°C – rozšírenie teplotnej stupnice	2009/Nie
Model čierneho telesa Land 1600B	12/95/3009 III-6305	Teplotný rozsah 600°C až 1600°C – rozšírenie teplotnej stupnice	1995 /Nie
Model čierneho telesa Saturn Isotech	27248.1	Teplotný rozsah 100°C až 1200°C – výskum v oblasti rádiometrickej realizácie teplotnej stupnice	2009/Nie
Pyrometrická žiarovka, 10/V WCB	II-251433	Teplotný rozsah 700°C až 1700°C, vákuová	2005 / Záloha
Pyrometrická žiarovka, 10/G WCB	II-267080	Teplotný rozsah 1600°C až 2200°C, plynová	2005 / Záloha
Pyroelektrický rádiometer ČSAV Praha RGT18	- III-04283	Komparátor optickej energie v spektrálnom rozsahu 2 μm – 25μm a výkonovom rozsahu 10 nW až 10 mW	1975 / Nie
Polohovacie zariadenie Linos Photonics	30411006 III-07273	Polohovanie v XYZ Q rádiometra pri komparácii zdrojov žiarenia a meraní emisivity. Neistota polohovania v rozsahu XY -50 mm až +50 mm je 0,01mm.	2003 / Nie
Lock –in voltmeter EG&G 5208	BK 8116 III-05254	Meranie striedavých signálov v rozsahu 10 μV až 10 V	1976 / Nie
Softvér Mathcad, Origin	Lic.č. MN1105... G73S5...	Spracovanie výsledkov meraní	2009 / Ano

Nevyhnutnou podmienkou pre realizáciu teplotnej stupnice v rozsahu 900°C až 2700°C je nadväznosť na:

- národný etalón intenzity ožarovania a žiarivého toku NE 005 vo veličinách: vlnová dĺžka λ /nm, spektrálna rezponzivita $r(\lambda)$ ($A.W^{-1}$)
- národný etalón teploty NE 020/A vo veličine: teplota v rozsahu 50°C až 900°C
- národný etalón elektrického odporu NE 001 vo veličine: odpor v hodnote 0,01Ω a 0,1Ω
- národný etalón jednosmerného napätia NE 011 v rozsahu 10 mW až 10 V

Tieto základné časti majú v súčasnosti nasledujúce metrologické parametre so štandardnými neistotami charakterizujúcimi konkrétne merania a zodpovedajúce modelovému vzťahu (4). Výsledná kombinovaná štandardná neistota realizácie teplotnej stupnice na pyrometrických žiarovkách určená na základe modelového vzťahu a uvedených neistôt je na obr.3.

tab.2

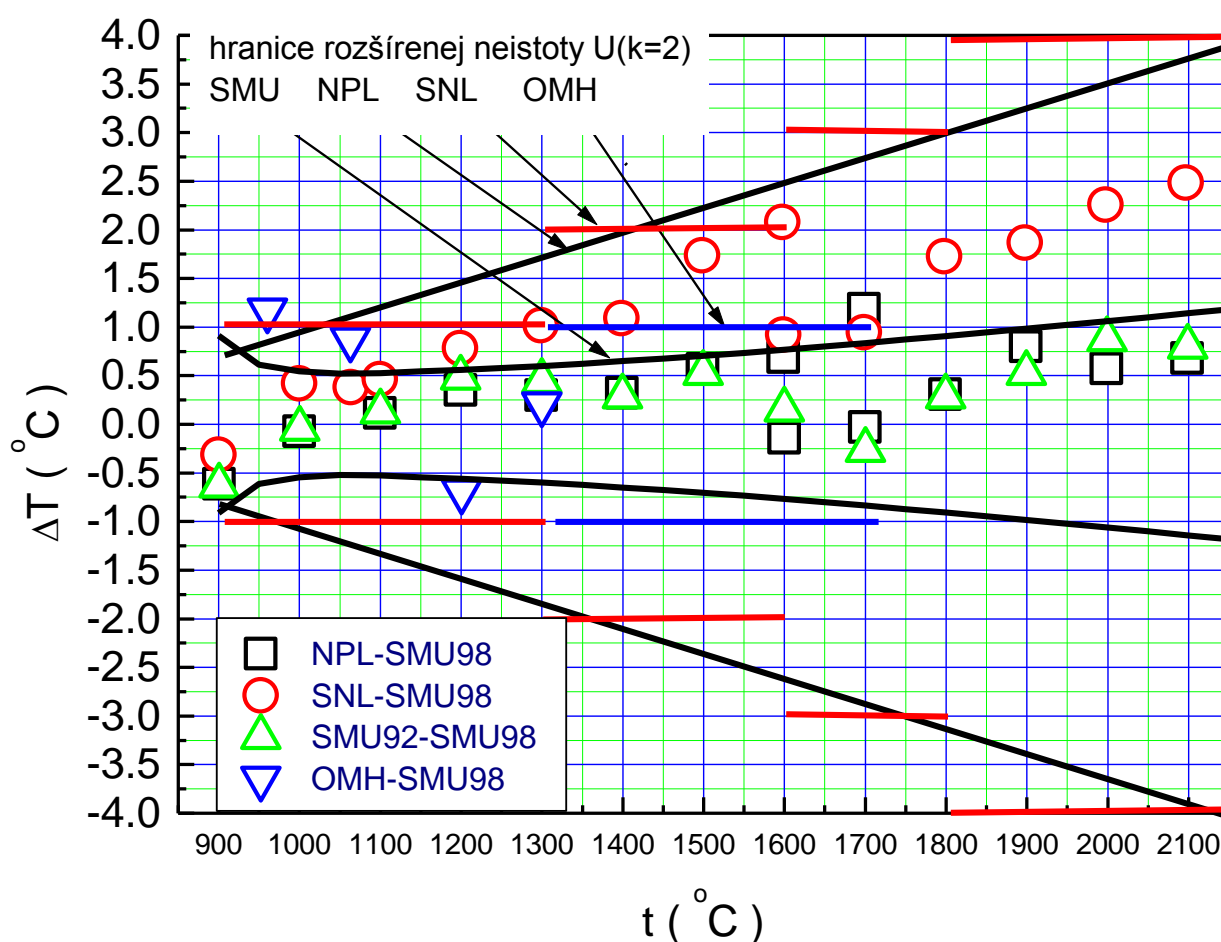
Veličina	Symbol	Hodnota	Rozšírená neistota pre k =2	
			Typ A	Typ B
Teplota zlata	T(Au)	1337.33 K		0,25 K
Emisivita modelu čierneho telesa	ϵ_{Au}	0.99965		0.0001
Index lomu vzduchu	n_{λ}	1,00028		0,00002
Vlnová dĺžka	λ_{ϵ}	0,662278 μm	0,0005 nm	
Referenčný signál pyrometra pri T(Au)	S(Au)	199,8 pA	0,11pA	
Rel.spektr.responzivita (aktivita)	K_1	1.01 – 0,98		0,001
Linearita	K_2	1		0,0014
Teplotný koeficient	K_3	1		0,0016
„Size of source „ efekt	K_4	0.996		0,003
Prúd pretekajúci žiarovkou	I	4 až 22 A	0,0006A	
Orientácia žiarovky	$\cos(\theta)$	1		0,00005
Stabilita uchovávaní veličiny				< 0, 25 K

tab. 3 Rozšírená štandardná neistota teplotnej stupnice na žiarovkách C806 a C811

Teplota (°C)	900	1000	1064	1100	1200	1300	1400	1500
U (°C)	0,9	0,6	0,5	0,7	0,8	0,9	1,1	1,2
Teplota (°C)	1600	1700	1800	1900	2000	2100	2200	
U (°C)	1,4	1,6	1,7	1,8	2,0	2,1	2,2	

3. Výsledky medzinárodných porovnaní a významné výsledky výskumu.

Teplotná stupnica realizovaná v SMÚ na lampách C806 a C811 bola porovnaná v roku 1992 a v roku 1998 so stupnicou NPL z roku 1987 (pre účely porovnania boli hodnoty z NPL korigované vzhľadom na rozdiely medzi IPTS-68 a ITS-90). Žiarovky boli v roku 1998 taktiež okalibrované v švédskom metrologickom ústave (SNL). Oficiálne porovnanie teplotných stupníc bolo vykonané len s OMH Budapešť v rámci programu Dunamet v roku 1997. Výsledky vo forme rozdielov $\Delta T = T_x - T_{SMU98}$, teplotnej stupnice príslušného laboratória x a teplotnej stupnice SMU98 (realizovanej v roku 1998) sú na obr.4. Tu sú taktiež znázornené hranice rozšírenej neistoty $U(k=2)$ jednotlivých laboratórií. Použitie koeficientu pokrytia $k=2$ zodpovedajúce 95 % hladine pravdepodobnosti je v súčasnosti medzinárodným štandardom.

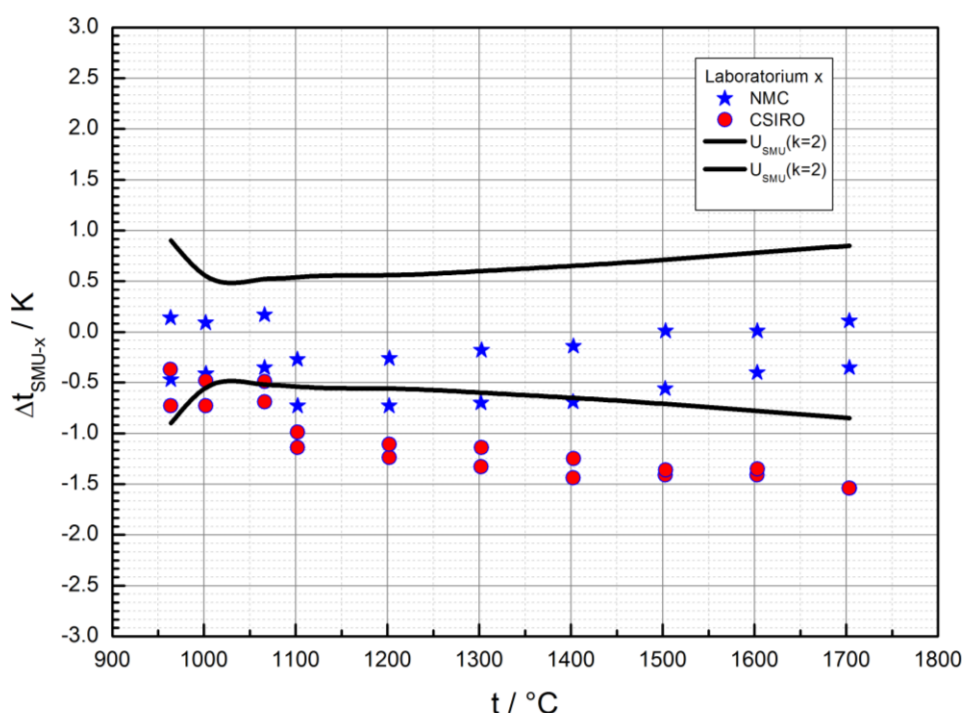


obr.4 Rozdiely teplotných stupníc prenesených na lampy C806 a 811

Z výsledkov je zrejmé, že stupnica teploty realizovaná v SMÚ v roku 1998 je voči všetkým porovnávaným stupniciam posunutá štatisticky významne o približne - 0,5 K až -2,0 K (pre rozsah 900°C až 2100°C). Aj keď táto korekcia leží na hranici neistoty našej stupnice a stupnice realizovanej v OMH a hlboko v hraniciach neistoty realizácie v NPL a SNL, jej systematickosť naznačuje vysokú presnosť merania a

význam experimentálnych prác na stanovení jednotlivých korekcií, hlavne u pyrometra.

V roku 2000 sa laboratórium zúčastnilo porovnávacích meraní teplotných stupníc organizovaných v rámci Euramet, kde pilotným laboratóriom bolo NMI Van Swinden Laboratorium B.V. v Holandsku. Tieto merania neboli dodnes vyhodnotené, ale v roku 2009 sme dostali návrh správy o výsledkoch porovnávacích meraní teplotných stupníc CCT – K5 organizovaných týmto laboratóriom na úrovni BIPM. Pri týchto kľúčových porovnávacích meraniach boli použité rovnaké žiarovky ako pri následných porovnávacích meraniach Euramet. Táto správa nám poskytla ilegálnu možnosť porovnať naše hodnoty s hodnotami popredných svetových laboratórií. Porovnanie s hodnotami laboratória v CSIRO Austrália, ktoré prakticky sú totožné s referenčnými hodnotami a hodnotami laboratória NMC Singapúr, ktoré vykazujú najmenšie odchýlky od našich hodnôt je na obr.5. Predbežná analýza naznačuje, že systematické odchýlky sú pravdepodobne spôsobené chybami vyplývajúcimi z merania spektrálnej rezpozivity v infračervenej oblasti spektra a z merania tzv. size of source efektu.



obr. 5 Odchýlky teplotnej stupnice SMU od teplotnej stupnice NMC a CSIRO s vyznačením odhadu intervalu rozšírenej neistoty stupnice SMU.

V databáze CMC (<http://kcdb.bipm.org>) má laboratórium nasledovné hodnoty:

Slovakia, SMU (Slovensky Metrologicky Ustav)

Complete CMCs in Thermometry for Slovakia (.PDF file)Temperature.

Photoelectric pyrometer, **1064.18 °C** Absolute expanded uncertainty ($k=2$, level of confidence 95%) in K: **0.25** Calibrated by blackbody radiator of GoldWavelength: 650 nm Approved by 18 May 2004 Internal NMI service identifier: SMU/21

Literatúra o NE 020/B:

1. Nemeček, P.: Správa o výsledkoch výskumu a vývoja zameraného na realizáciu etalónu teplotnej stupnice pre bezkontaktné meranie teploty, Bratislava, 1999, 61 str.
2. Supplementary information for the International Temperature Scale of 1990. Pavillon de Breuille, 1990
3. H. Preston-Thomas, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), Metrologia, **27**, 1990, 3-10
4. Ďuriš, S., Objektívizácia a zvýšenie presnosti realizácie teplotnej stupnice bezkontaktnými metódami merania, kandidátska dizertačná práca, Bratislava, 1991, 116 str.
5. Nemeček, P. Meranie základných metrologických parametrov fotoelektrického pyrometra. X. zhromaždenie KZ SR a seminár o kalibrácii meradiel (zborník prednášok), Svit, 1998, s. 1/11 –11/11.
6. Ďuriš, S., Hübner, K.: Realization of the ITS-90 above the freezing point of silver in the conditions of the SMU. In: 12 th IMEKO World Congress. Measurement and Progresss. Peking 1991, s.II-237.
7. Ďuriš, S.: Kalibračný postup pre radiačné pyrometre pre celkové žiarenie. In: Zhromaždenie KZ SR a seminár o kalibrácii meradiel. Považská Bystrica, 1997
8. Nemeček P., Christov I. Meranie efektívnej emisivity kalibračných terčov. Jemná mechanika a optika, **55**, 2010, č.3, 72-76
9. Nemeček P., Christov I. Verification of blackbody emissvity. CAFMET, 3rd International Metrology Conference, Cairo, Egypt, april 2010. (Vyžiadaná publikácia pre International Journal of Metrology and Quality Engineering)
10. Nemeček, P., Dubnička, R.,: Realizácia teplotnej stupnice rádiometrickými prostriedkami. Metrologia a skúšobníctvo, **14**, 2010, č.2, 3-9
11. Správy o uchovávaní a rozvoji etalónov v optickej rádiometrii, fotometrii a pyrometrii v rokoch 1997 až 2009.

**PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU TEPLoty
V ROZSAHU 962°C AŽ 2200°C**

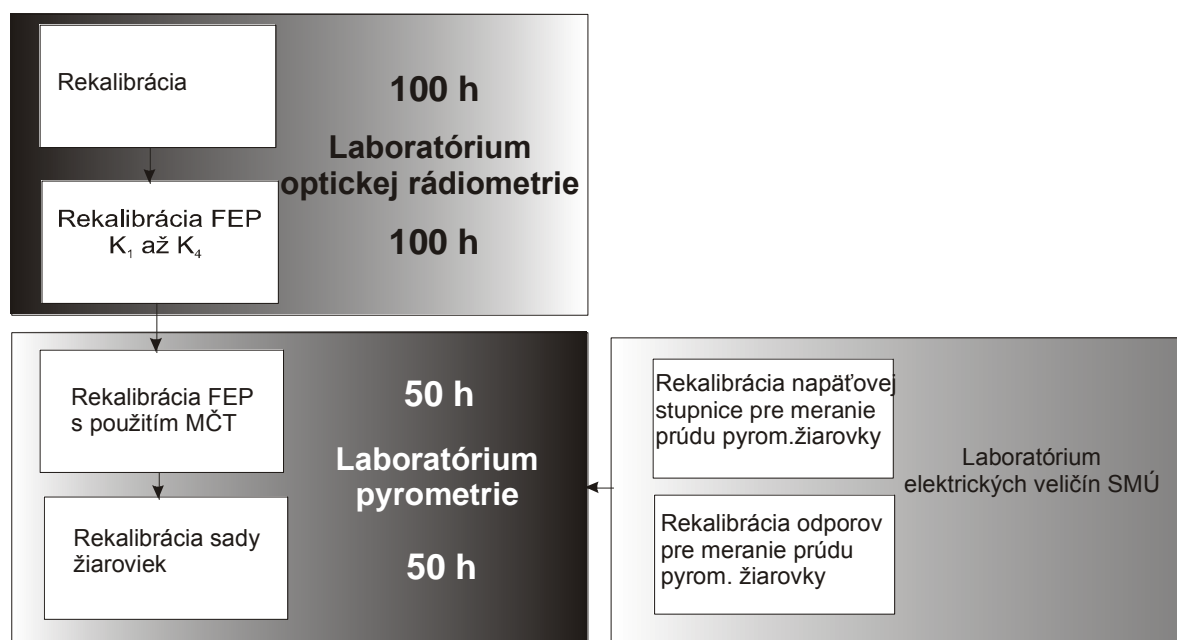
- A. Všeobecné pravidlá pre uchovávanie a používanie etalonážneho zariadenia
- a) Etalónové zariadenie je prevádzkové v laboratóriách vysokých teplôt a optickej rádiometrie, ktoré organizačne prislúchajú Laboratóriu termometrie a rádiometrie Slovenského metrologického ústavu.
 - b) Model čierneho telesa je v dobe jeho nepoužívania uložený v trezore Laboratória termometrie a rádiometrie Slovenského metrologického ústavu. Pre jeho vyňatie a uloženie platia pravidlá práce s drahými kovmi.
 - c) Laboratória v ktorých je model čierneho telesa prevádzkovaný sú opatrené zabezpečujúcim zariadením proti vniknutiu osoby bez oprávnenia vstupu.

B. Prevádzkové pravidlá pre etalonáže zariadenie

S cieľom uchovávanie metrologických parametrov etalonážneho zariadenia sa vykonávajú tieto merania:

1. Merania relatívnej rezponzivity, linearity, teplotného koeficientu a korekcie na veľkosť zdroja u FEP.
2. Kalibrácia FEP etalónovým čiernym telesom.
3. Kalibrácia sady pyrometrických žiaroviek.

Tieto merania sú zviazané s rekalibráciou etalonážneho zariadenia pre realizáciu stupnice spektrálneho žiarivého toku a vykonávajú sa v tesnej časovej následnosti (obr.5)



obr.5. Schéma úplnej rekalibrácie stupnice teploty s odhadom časovej náročnosti

Dôvodom pre úplnú rekalibráciu je:

- zmena v zostave etalonážneho zariadenia, ktorej dôsledkom sa menia parametre modelovej rovnice (4),
- zmena v spôsobe realizácie a/ alebo prenosu veličiny, ktorej dôsledkom je významná zmena v hodnotách veličiny a jej neistoty,
- verifikačné merania vykazujú významné odchýlky (napr. systematické prekročenie intervalu vymedzeného rozšírenými neistotami pre koeficient pokrytia $k=2$).

Verifikačné merania sú založené na porovnaní stupnice uchovávanej na pyrometrických žiarovkách (referenčných etalónoch) a stupnici teploty uchovávanej na fotoelektrickom pyrometry. Verifikačné merania sa vykonávajú vždy pri medzinárodných porovnávacích meraniach. V súvislosti s verifikačnými meraniami sa vykonáva aj kalibrácia odporových normálov a multimetra používaného pre meranie úbytku napätia na týchto žiarovkách.

Pyrometrické žiarovky sú v dobe mimo prevádzky skladované v transportných obaloch. Pri manipulácii so žiarovkami sa používajú vždy bavlnené rukavice. Okienka žiaroviek sa čistia od prachu ofukovaním vzduchom, alebo čistením čistým liehom. Aby sa predišlo poškodeniu, alebo zničeniu žiaroviek pri ich prevádzke, ich napájací zdroj musí byť od siete oddelený ističom tak, že pri prerušení sieťového napájania tento istič odpojí zdroj od siete a zabráni prúdovému nárazu pri opätovnom obnovení sieťového napájania.

Okrem realizácie stupnice teploty, sa pre účely ďalšieho rozvoja metrologie v oblasti teploty a optickej rádiometrie a pre účely externých služieb, používajú tieto časti:

- modely čiernych telies typu Land 1600B, Saturn, pre realizáciu stupnice intenzity ožarovania v rozsahu 600°C až 1550°C s cieľom kalibrácie neselektívnych rádiometrov,
- elektrometer Keithley, pre účely merania prúdov spektrorádiometrov používaných ako primárne alebo sekundárne etalóny v optickej rádiometrii,
- zdroj elektrického napájania pyrometrických žiaroviek, pre napájanie rádiometrických žiaroviek,

Práce spojené s uvedenými účelmi sa plánujú vo forme plánovacieho listu SMÚ na začiatku kalendárneho roka a priebežne sa ich stav monitoruje a upravuje.

Pri všetkých meraniach sa vedú meracie protokoly tak, aby v nich boli všetky údaje, ktoré spätne umožnia identifikovať čas, miesto, účel merania, podmienky merania, experimentátora, proces vlastného merania, výsledky merania, spôsob vyhodnotenia a závery z týchto meraní. Meracie protokoly sa vedú v elektronickej forme a / alebo vo forme rukopisného záznamu v laboratórnom denníku príslušného laboratória. Protokoly v elektronickej forme po ich doplnení záznamami z laboratórnych denníkov sú ukladané do centrálného počítača laboratória a sú zálohované na CD. Významné výsledky meraní, významné zmeny v zostave etalónu, významné poruchy (ich príčiny a dôsledky), spolu s celkovým časom prevádzky jednotlivých častí etalónu sú shrnuté vo výročnej správe o činnosti laboratória. Všetky údaje týkajúce sa prevádzky etalónu, kalibračné certifikáty pre jednotlivé časti etalónového zariadenia a protokoly zákaznických meraní a s nimi spojených kalibračných certifikátov sú v elektronickej forme raz do roka zálohované na CD. Pokiaľ je to dôležité a možné je takto zálohovaný aj softvér pre vyhodnocovanie meraní.

C. Prenášanie a premiestňovanie etalónu.

Pre medzinárodné porovnávacie merania sa používa sada pyrometrických žiaroviek. Tieto sú transportované v špeciálnych obaloch, ktoré sú taktiež používané pre ich skladovanie v laboratóriu. Transport sa vykonáva vždy formou príručnej batožiny. t.j. nesmú byť transportované poštou alebo doručovateľskou službou a nesmú byť dopravované v batožinovom priestore lietadla alebo vlaku.

D. Vymedzenie prístupu, povinností a zodpovednosti osôb k etalónu a prácam s ním spojených.

K etalonážnemu zariadeniu bez súhlasu garanta etalónu majú prístup:

- vedúci laboratória,
- riaditeľ ústavu,

ktorí sú však povinní tento prístup dodatočne hlásiť garantovi etalónu.

So súhlasom garanta k etalonážnemu zariadeniu majú prístup:

- členovia riešiteľského kolektívu úlohy zameranej na údržbu a rozvoj etalónu.

Návštevníci ústavu majú prístup k etalónu len doprovode garanta, vedúceho laboratória alebo riaditeľa ústavu.

Garant etalónu zodpovedá za metrologické charakteristiky etalónu. Vykonáva merania v súlade s plánom uchovávania etalónu, vyhodnocuje ich a stanovuje smery ďalšieho rozvoja etalónu v súlade s požiadavkami užívateľov a smermi rozvoja vo svete.

Vedúci laboratória zaisťuje technické podmienky pre prevádzku etalónu a jeho aplikabilitu podľa požiadaviek jeho užívateľov.