

Slovenský metrologický ústav, Bratislava
Karľoveská 63, Bratislava

***Pravidlá používania a uchovávania národného etalónu
jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu***

Spracoval: Ing. Peter Vrabček, CSc.

Bratislava, novemberr 2010

Úvod

Cieľom činnosti laboratória národného etalónu jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu je zabezpečiť, aby národný etalón spĺňal požiadavky medzinárodných odporúčaní a aby všetky činnosti spojené

- s realizáciou hodnoty jednosmerného napätia 10 V a stupnice do 10 V,
- používaním a uchovávaním etalónu na požadovanej metrologickej úrovni,
- prenosom reprodukovateľných hodnôt na referenčné etalóny

boli vykonávané v súlade so všeobecnými kritériami na činnosť skúšobných a kalibračných laboratórií, ktoré sú stanovené v STN EN 45 001 a ISO/IEC GUIDE 25.

Za organizáciu činnosti *laboratória národného etalónu jednosmerného napätia 10 V na báze Josephsonovho javu* (ďalej LNE) v súlade s týmito pravidlami, implementáciu základných prvkov systému kvality a udržiavanie schváleného systému tak, aby bola zaručená jeho stála vhodnosť a účinnosť, je zodpovedný **garant etalónu**.

Základné pojmy

Laboratórium národného etalónu - organizačná jednotka v rámci Slovenského metrologického ústavu, ktorá zabezpečuje uchovávanie, zdokonaľovanie, medzinárodné porovnávanie a používanie (prenos reprodukovateľných hodnôt na referenčné etalóny) v súlade s požiadavkami medzinárodných odporúčaní, tak aby etalón slúžil za základ určovania hodnôt referenčných etalónov v Slovenskej republike.

Garant etalónu - osoba zodpovedná za uchovávanie, používanie, medzinárodné porovnávanie a zdokonaľovanie etalónu.

Národný etalón - etalón, prijatý na základe rozhodnutia predsedu Úradu pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo SR za základ určovania hodnôt ostatných etalónov (referenčných etalónov) a meradiel príslušnej veličiny na Slovensku.

V tejto súvislosti NE:

- na najvyššej metrologickej úrovni reprodukuje a uchováva na Slovensku hodnotu jednotky (resp. stupnicu) danej fyzikálnej, resp. technickej veličiny,
- na Slovensku je najvyšším členom hierarchických schém nadväznosti meradiel príslušnej veličiny,
- slúži na zabezpečenie jednotnosti hodnôt všetkých ostatných etalónov na Slovensku.

Primárny etalón – etalón, ktorý je určený alebo všeobecne uznávaný ako etalón s najvyššími metrologickými kvalitami a ktorého hodnota je akceptovaná bez vzťahu k iným etalónom tej istej veličiny.

Uchovávanie etalónu – všetky operácie potrebné na zachovanie metrologických charakteristík etalónu vo vhodných medziach.

Poznámka: Uchovávanie národného etalónu zahŕňa všetky činnosti potrebné na zachovanie, alebo zlepšenie požadovanej metrologickej úrovne etalónu z hľadiska zachovania alebo dosiahnutia jeho medzinárodnej ekvivalencie (rekalibrácia etalónov a súvisiacich etalónových zariadení, medzinárodné porovnávanie etalónu, preventívna údržba etalónu, zdokonaľovanie etalónu potrebné na dosiahnutie požadovanej metrologickej úrovne, obnova technického zariadenia a pod.). Metrologická úroveň etalónu je zdôvodnená technicko-ekonomickou potrebou príslušného etalónu na Slovensku.

Vyhlásenie NE - akt oficiálneho uznania a potvrdenia, že predmetný etalón spĺňa všetky požiadavky kladené na NE a že hodnoty ním reprodukované sú na Slovensku záväzným základom meraní príslušnej veličiny.

Poznámka: Všeobecné požiadavky, zásady a postup schvaľovania národných etalónov obsahuje Pokyn predsedu Úradu č. 1/95. Špecifikuje najmä všeobecné predpoklady vyhlásenia NE, požiadavky na spracovanie návrhu na vyhlásenie NE a postup schvaľovania a vyhlásenia NE.

Ekonomické zabezpečenie

Požiadavky na ekonomické zabezpečenie sa vzťahujú najmä na:

1. Uchovávanie etalónu z hľadiska uchovania jeho metrologických parametrov na požadovanej úrovni.

Etalón si zachová svoje metrologické parametre pri súčasnej zostave, t. j. s chipom reťazca Josephsonových prechodov typu 61T- 13 len za podmienky trvalého ponorenia chipu v kvapalnom hélíu.. Takáto prevádzka si vyžaduje ročnú spotrebu hélia približne 1 200 l . Pri súčasnej priemernej cene hélia 300 Sk/l to predstavuje náklady 360 tis. Sk ročne. Tieto náklady predstavujú podstatnú časť prevádzkových nákladov. Náklady na medzinárodné porovnávanie odhadujeme na približne 30 tis. Sk ročne.

2. Zabezpečenie prenosu reprodukováných hodnôt na referenčné etalóny.

Náklady spojené s touto činnosťou sú dané nákladmi na ľudské zdroje a na spotrebovanú energiu - elektrický príkon prístrojov, klimatizácia, vykurovanie.

3. Nároky na priestory.

Etalón vyžaduje miestnosť s minimálnou podlahovou plochou 30 m² a výškou 320 cm. Miestnosť musí byť vybavená zberným systémom pre odparené hélium.

4. Požiadavky na počet a kvalifikáciu obsluhy.

Obsluha etalónu si vyžaduje jedného pracovníka s VŠ vzdelaním a jedného pracovníka so stredoškolským odborným vzdelaním. Odborné zameranie – kryogénna technika, elektrické meracie prístroje, metrológia.

Činnosť laboratória národného etalónu sa riadi rozpočtom ústavu na príslušný kalendárny rok a plánom záväzných úloh ústavu.

Optimálne finančné prostriedky na zabezpečenie danej činnosti (vrátane nevyhnutného zdokonaľovania etalónu z hľadiska požiadavky zabezpečenia jeho metrologických parametrov na požadovanej úrovni) sú na príslušný kalendárny rok stanovené plánom záväzných úloh ústavu (Rozhodnutie riaditeľa č. 2/príslušný kalendárny rok).

Za spracovanie vecného obsahu (*popis operácií potrebných na zachovanie metrologických charakteristík etalónu, ich harmonogram*) a finančného zabezpečenia návrhu úlohy uchovávaní a zdokonaľovania etalónu zodpovedá garant etalónu.

Technické požiadavky

Laboratórium národného etalónu je vybavené v súlade so súhrnnou správou o etalóne všetkými technickými prostriedkami na realizáciu hodnoty jednosmerného napätia

10 V a stupnice v rozsahu (0 –10) V , jej uchovávanie a prenos hodnôt napätia na referenčné etalóny.

Etalón ako celok je umiestnený v miestnosti č. 170 budovy H Slovenského metrologického ústavu. Do miestnosti môže samostatne vstúpiť len garant etalónu, zástupca garanta a ďalšia osoba zaškolená garantom na práce s etalónom. Iné osoby môžu vstúpiť do miestnosti a zdržiavať sa v nej len v prítomnosti aspoň jednej vyššie uvedenej osoby. Premiestňovanie etalónu mimo budovy H je vylúčené. Mimoriadne ho možno premiestniť do inej miestnosti so zabezpečeným zberom plynného hélia. V prípade mimoriadnej udalosti garant etalónu rozhodne o novom umiestnení etalónu a o spôsobe premiestňovania. Premiestňovanie zariadení etalónu vykonávajú najmenej dve osoby.

S etalónom môžu pracovať len nasledujúce štyri osoby : garant etalónu, jeho zástupca a dvaja ďalší pracovníci Odboru elektriny a času. Skupina 4 pracovníkov je nutná vzhľadom na komplexné zabezpečenie činnosti etalónu. V prípade zmeny v zložení skupiny treba zabezpečiť okamžité vyškolenie nového povereného pracovníka. Za vyškolenie zodpovedá garant etalónu, počas jeho neprítomnosti zástupca garanta.

Metódy merania a prenos jednotky na referenčné etalóny sú popísané vo výskumnej správe [1]. Pred kalibračnými meraniami s etalónom sa zdroj predpätia, osciloskop, voltmeter a čítač frekvencie zapnú minimálne v dvojhodinovom predstihu.

Pracovný bod reťazca Josephsonových spojov sa nastavuje najskôr 1 hodinu po zapnutí zdroja Gunnovej diódy. Procedúra je podrobne popísaná v časti 4.3 správy [1].

Etalóny, súvisiace etalónové zariadenie

Nadväznosť na základné jednotky SI a prirodzené konštanty

V sústave SI je základnou jednotkou pre oblasť elektrických veličín ampér. Jednotka volt je odvodená, avšak vývojom vedy a techniky po ustanovení ampéra za základnú jednotku sa ukázalo, že praktická realizácia voltu je možná na vyššej metrologickej úrovni ako praktická realizácia ampéra. Keďže aj jednotka elektrického odporu – ohm sa na princípe kvantového Hallovoho javu realizuje dokonalejšie ako ampér, v elektrických veličinách je v súčasnosti paradoxná situácia, že etalóny základnej jednotky ampér sa metrologicky nadväzujú na primárne etalóny napätia a odporu. Definícia hodnôt napätia, ktoré sú funkciou frekvencie a prirodzenej fyzikálnej konštanty – Josephsonovej konštanty, je uvedená v časti 4.2 správy [1].

Kalibrácia súčastí etalónu

Na začiatku každého pracovného dňa pri kalibračných meraniach s etalónom sa vykoná kalibrácia voltmetra v dialógovom režime programu NISTVOLT. Od zapnutia voltmetra do začiatku jeho kalibrácie musí uplynúť časový interval najmenej 2 hodiny.

V laboratóriu v čase kalibrácie referenčných etalónov napätia je teplota v intervale 19 až 24 °C. V čase, keď nie je etalón v činnosti, teplota sa môže meniť v rozsahu od 15 do 26 °C. Teplomer je kalibrovaný 1 raz do roka v príslušnom laboratóriu teploty SMÚ.

Kalibrácia referenčných etalónov SMÚ, ktoré slúžia na odovzdávanie jednotky v rámci Odboru elektriny a času, sa vykonáva v intervale najviac pol roka, pričom séria kalibrácií jednej referencie trvá najmenej jeden týždeň. Kalibračný postup je popísaný v častiach 4.3 až 4.5 správy [1].

Medzinárodná ekvivalenbcia primárneho etalónu na báze Josephsonovho javu sa preukazuje medzinárodnými medzilaboratórnymi porovnaniami. Etalón je pravidelne porovnávaný s inými primárnymi etalónmi na princípe Josephsonovho javu s časovým intervalom najviac dva roky. Medzilaboratórne porovnanie sa musí čo najskôr uskutočniť v prípade, že by nastala skoková zmena hodnoty napätia viacerých kalibrovaných referenčných etalónov. Porovnanie s iným primárnym etalónom sa vykonáva nepriamo pomocou referenčného etalónu Fluke 732B prípadne Datron 4910 podľa postupu popísaného v časti 5.4 správy [1]. Kontrola primárneho etalónu medzi termínmi porovnaní sa vykonáva kalibráciou referenčných etalónov podľa predchádzajúceho odseku týchto pravidiel.

Program kalibrácie (kontroly) meradiel a zariadení NE.

Program a postup kalibrácie (kontrol) etalónu a jeho častí spracúva garant NE na určité obdobie (jeden až tri roky a jeho príslušná časť je súčasťou plánu záväzných úloh ústavu na príslušný kalendárny rok). Kalibrácia a kontrola etalónov a zariadení sa vykonáva podľa

schválených postupov (pracovné postupy OS č. 4/98) a v súlade so stanoveným programom (interval kontrol).

O každej kalibrácii, kontrole, medzilaboratórnom porovnaní je spracovaný príslušný doklad (certifikát o kalibrácii, správa o medz. porovnaní, interný protokol o kontrole, a pod.). Všetky záznamy a príslušné doklady musia obsahovať všetky údaje a informácie postačujúce na to, aby bolo možné zopakovať merania a skúšky, za rovnakých podmienok a zistiť faktory ovplyvňujúce neistotu výsledku merania (OS č. /98).

Doklady sú archivované v laboratóriu a tvoria súčasť dokumentácie NE. Za ich uloženie a primeraný spôsob ochrany je zodpovedný garant etalónu.

Údržba zariadení (preventívna)

Súčasťou starostlivosti o etalón a súvisiace etalónové zariadenia je ich preventívna údržba. Údržbu vykonávajú pracovníci LNE podľa schválených pracovných postupov alebo je vykonávaná externe. Pri výbere organizácie, ktorá údržbu vykonáva, treba preveriť „kvalitu služieb“ dodávateľa.

Pracovníci LNE vykonávajú údržbu kontaktov na prístrojoch etalónu, prepojovacích elektrických vodičoch a pomocných zariadeniach kryogénneho zabezpečenia činnosti etalónu.

Časový interval údržby vykonávanej pracovníkmi LNE je jeden rok. O každej údržbe sú vedené záznamy v denníku etalónu.

Opravy zariadení

Pracovníci laboratória vykonávajú opravy súčastí etalónu podľa pokynov garanta etalónu. V prípade, keď nie je možné vykonať opravu svojpomocne, garant etalónu zabezpečí opravu externe v súlade s inštrukciami výrobcu etalónového zariadenia.

Garant etalónu je splnomocnený vykonávať také zmeny v zostave etalónu, ktoré nespôsobia zmenu metrologických parametrov etalónu. O zmenách v zložení etalónu, jeho poruchách a opravách sa povinne vedú záznamy v denníku etalónu. Výmena častí etalónu sa uskutočňuje v súlade s inštrukciami výrobcu etalónového zariadenia.

Vedecká rada SMÚ posudzuje návrhy garanta etalónu na jeho úpravy, ktoré vyvolajú zmeny metrologických parametrov etalónu. Po schválení návrhu garant zabezpečí realizáciu úpravy a predloží doplnok súhrnnej správy o etalóne vedeckej rade.

Po každej poruche etalónu alebo výmene niektorej jeho časti je nutné overiť metrologické parametre etalónu.

Evidencia

Základné informácie o meradle, a jeho používaní sú uvedené v evidenčnej karte meradla. Evidenčné karty jednotlivých meradiel môžu byť písomné alebo elektronickou formou. Garant NE určí pracovníka zodpovedného za ich aktualizáciu a primeranú ochranu a miesto ich uloženia.

Pri nákupe, opravách, údržbe a vyradovaní meradiel a zariadení LNE postupuje v zmysle schválených Organizačných smerníc ústavu. Návrhy na vybavenie laboratória novou

meracou technikou spracúva garant etalónu, zodpovedá za výber vhodných meradiel a zariadení z hľadiska ich technických a metrologických parametrov.

Kryogénne zabezpečenie funkcie etalónu

Dewarova nádoba s chipom Josephsonových prechodov je pravidelne zalievaná kvapalným héliom tak, že objem v nádobe neklesne pod 30 l. Operáciu zalievania vykonávajú najmenej dve osoby. Zdroj kvapalného héliu je zabezpečený garantom etalónu u dvoch nezávislých dodávateľov písomnou objednávkou alebo zmluvou. Zaškolený pracovník je povinný pravidelne kontrolovať hladinu kvapalného héliu v kryostate a v závislosti od nej aktualizovať objednávky a zabezpečovať dodávky kvapalného héliu. Za dodávky héliu zodpovedá garant etalónu, v čase jeho neprítomnosti zástupca garanta.

V prípade, že kvapalné hélium nebude k dispozícii pri poklese objemu v kryostate pod 30 l, treba kryogénnu sondu s chipom Josephsonových prechodov po odparení všetkého kvapalného héliu vytiahnuť z kryostatu a ak má nižšiu teplotu ako je okolitá teplota, chip je nutné ihneď vysušiť tak, aby na ňom nezostali žiadne stopy vlhkosti.

Pred zalievaním kvapalným héliom sa odpoja vodiče z príruby Dewarovej nádoby pri vypnutom stave všetkých prístrojov v zostave etalónu. Vodiče sa zapájajú vo vypnutom stave po ukončení dolievania až po dokonalom vysušení celej príruby Dewarovej nádoby (spravidla až nasledujúci deň po zalievaní).

Dewarova nádoba je trvale pripojená hadicou na systém zberného potrubia plynného héliu, ktorého pretlak je kontrolovaný tlakomerom. Tlakomer je raz do roka kalibrovaný v príslušnom laboratóriu SMÚ.

Pracovníci

Garant etalónu zodpovedá za to, že všetci pracovníci, ktorí vykonávajú činnosti súvisiace s uchovávaním, zdokonaľovaním, medzinárodným porovnávaním a používaním NE sú na danú činnosť odborne spôsobilí. Zodpovedá za vhodné vymedzenie prístupu, povinností a zodpovednosti osôb k etalónu a prácam s ním spojeným.

V prípade, ak tieto práce vykonávajú novoprijatí pracovníci (aj v prípadoch ak majú požadovanú kvalifikáciu), zabezpečí garant etalónu primeranú kontrolu nimi vykonávanej práce.

Všetci pracovníci v LNE majú jednoznačne definovaný rozsah svojej práce a sú s ním oboznámení. V LNE sú definované kvalifikačné požiadavky na vykonávanie jednotlivých činností

Garant etalónu zodpovedá za vzdelávanie a rozvíjanie odborných schopností pracovníkov LNE.

Pracovnú náplň všetkých pracovníkov v LNE a ich mieru zodpovednosti za vykonávanie určitej činnosti stanovuje garant etalónu.

Pracovníci laboratória národného etalónu:

- *garant etalónu: Ing. Peter Vrabček, CSc.*
- *zástupca garanta etalónu: Ing. Štefan Gašparík*
- *ostatní technickí pracovníci: Pavol Kopček*

Zodpovednosť

Garant etalónu zodpovedá za:

- *technický stav a funkčnosť etalónu, kontrolu technického stavu a podmienok uchovávania etalónu*
- *periodickú kontrolu a vyhodnocovanie metrologických parametrov etalónu, resp. jeho častí*
- *stanovenie programu kalibrácie a kontrol etalónu (a jeho častí) v súlade s ich časovou stabilitou*
- *medzinárodné porovnávanie etalónu*
- *prenos reprodukováných hodnôt na referenčné talóny*
- *používanie etalónu pri všetkých formách a účeloch z hľadiska zachovania jeho metrologických vlastností*
- *údržbu etalónu*
- *používanie etalónu len na účely kalibrácie referenčných etalónov a medzinárodné porovnávacie merania*
- *aktualizáciu zásad a pracovných postupov pre uchovávanie etalónu, metódy prenosu hodnôt na referenčné talóny*
- *kompletnosť a správnosť dokumentácie etalónu*
- *odstránenie nekvalitnej práce pri všetkých skúšobných a kalibračných činnostiach*
- *zabezpečenie systému kvality v LNE*

Zástupca garanta etalónu: v rozsahu kompetencií garanta etalónu v prípade jeho neprítomnosti.

Ostatní technickí pracovníci

- *vykonávajú merania spojené s periodickou kontrolou metrologických parametrov etalónu*
- *kalibráciu referenčných etalónov (prenos reprodukováných hodnôt)*
- *spolupracujú pri údržbe a opravách etalónu a jeho častí, zabezpečujú etalón kvapalným héliom*

Záznamy

Každé kalibračné meranie je ukončené záznamom o kalibrácii, ktorý sa uloží do pamäte počítača a vytlačí sa hneď po získaní kalibračného bodu na papier. Papierové záznamy kalibrácie sa archivujú. Po ukončení série kalibračných meraní tvoriacich určitý súbor sa záznamy z pamäte počítača zálohujú kopírovaním na disketu. Ak je táto séria rozsiahlejšia ako 100 kalibračných bodov, kopírovanie sa uskutoční po každej stovke kalibračných záznamov.

O práci s etalónom sa vedú záznamy v denníku etalónu. Tu sa zapisujú zvláštne udalosti, ktoré sa odohrali počas kalibrácie, určité špecifické podmienky, ktoré nie sú uvedené v komentári, ktorým je možné doplniť záznam o kalibrácii vytvorený počítačom. Do denníka je povinná obsluhujúca osoba zapísať výskyt poruchy etalónu.

Technické záznamy, týkajúce sa meraní vykonaných v laboratóriu NE, musia obsahovať všetky údaje a informácie postačujúce na to, aby bolo možné zopakovať merania, pokiaľ je to možné, za rovnakých podmienok a zistiť faktory ovplyvňujúce neistotu výsledku merania.

Základné náležitosti a spôsob vedenia interných protokolov a technických záznamov, uchovávanie, ochrana a archivovanie sú definované v Organizačnej smernici č. x/98.

Technických záznamy obsahujú:

- *úplný názov organizácie a laboratória,*
- *názov a jednoznačné označenie záznamu (dokumentu),*
- *predmet a účel merania*
- *začiatok a koniec meraní (dátum meraní, záznamu)*
- *použité etalóny a etalónové zariadenia, meradlá*
- *použitá metóda,*
- *charakteristika podmienok merania,*
- *namerané hodnoty, vyhodnotenie meraní,*
- *meno a podpis merajúceho, meno a podpis zodpovedného pracovníka za meranie (garanta etalónu),*
- *ostatné údaje a informácie špecifické pre meranú veličinu, resp. predmet merania,*
- *celkový počet strán, resp. označenie konca dokumentu.*

Interné protokoly a všetky technické záznamy sú predmetom ochrany, primeraný stupeň ochrany je povinný zabezpečiť garant etalónu. Všetky záznamy, ktoré obsahujú informácie o predmete a výsledkoch merania musia byť uložené tak, aby neboli prístupné nepovolaným osobám. Zodpovednosť za ich uloženie má garant etalónu.

Interné protokoly a technické záznamy musia byť vedené trvalým spôsobom. Môžu byť písomné, na voľných jednoznačne identifikovateľných listoch, viazaných očíslovaných listoch (formou zošitov s očíslovanými stranami) alebo elektronickou formou.

Interné protokoly a technické záznamy musia byť vedené takým spôsobom, aby zaznamenávané údaje boli vždy jednoznačne a správne interpretované.

Opravy v interných protokoloch a technických záznamoch sa vykonávajú tak, aby bol zachovaný pôvodný údaj (napríklad prečiarknutím pôvodného údaj a napísaním nového tak, aby boli oba čitateľné). Pracovník, ktorý opravu vykonal, potvrdí opravu podpisom pri opravenom údají.

Za bezchybný prenos údajov zistených pri meraniach a uvedených v interných protokoloch a technických záznamoch do dokladov o kalibrácii referenčných etalónov je zodpovedný garant etalónu.

Všetky záznamy sa archivujú v LNE v súlade s organizačnou smernicou ústavu č. x/98 po dobu z rokov.

Dokumentácia etalónu

Dokumentácia etalónu poskytuje relevantné informácie o základných technických a metrologických charakteristikách etalónu (vrátane zariadení patriacich k etalónu), používaní a uchovávaní etalónu a o oficiálnom uznaní etalónu.

Za kompletnosť a správnosť údajov v dokumentácii zodpovedá garant etalónu.

Základnú dokumentáciu NE tvorí:

- doklad o oficiálnom uznaní etalónu,
- správa o etalóne,
- interné protokoly a technické záznamy o vykonaných kontrolách meradiel a zariadení,
- správy o medzinárodných (medzilaboratórnych) porovnaníach etalónu,
- pracovné postupy ,
- evidenčné karty meradiel, záznamy o údržbe etalónu,
- záznamy o používaní etalónu (denník etalónu),
- ostatné dokumenty a informácie o spôsobe a rozsahu používania etalónu (prehľad o vykonaných kalibráciách referenčných etalónov, výsledky experimentálnych meraní a pod.).