

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМЕНИ
Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»**

На правах рукописи

Каменских Юрий Игоревич

**ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДА ПЕРЕДАЧИ ЕДИНИЦЫ МАССЫ ОТ
ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА
ВТОРИЧНЫМ ЭТАЛОНАМ В УСЛОВИЯХ
ВАКУУМА И АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА**

Специальность:

2.2.4. – Приборы и методы измерения

(по видам измерений (механические величины))

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

к.т.н., в.н.с. В.С. Снегов

Санкт-Петербург

2022 г.

Оглавление

ГЛАВА 1. Анализ состояния измерений массы.....	17
1.1 Краткий исторический обзор.....	17
1.2 Современное состояние ГПЭ.....	24
1.3 Система обеспечения единства измерений.....	26
1.4 Анализ методов и технических средств вакуумного взвешивания.....	31
1.5 Развитие вакуумного взвешивания.....	34
1.6 Выводы к главе 1 и постановка задач исследования.....	50
ГЛАВА 2. Теоретические и экспериментальные исследования методов и средств измерений массы в вакууме.....	53
2.1 Основные уравнения с учетом влияющих величин.....	53
2.2 Меры массы влияющих величин.....	55
2.2.1 Описание комплекта специальных мер массы влияющих величин....	56
2.2.2 Результаты измерений метрологических характеристик специальных мер массы влияющих величин.....	57
2.2.3 Косвенный метод измерений плотности воздуха.....	60
2.2.4 Прямой (весовой массовый) метод измерений плотности воздуха.....	65
2.2.5 Градуировка специальных мер массы плавучести и сорбции в вакууме.....	66
2.2.6 Исследование прямого метода измерений плотности воздуха.....	68
2.2.7 Выводы к параграфу 2.2.....	73
2.3 Компаратор массы ССЛ 1007.....	73
2.4 Выводы к главе 2.....	77
ГЛАВА 3. Передача единицы массы от ГПЭ эталонам-копиям сличением при помощи вакуумного компаратора и комплекта специальных мер массы плавучести и сорбции.....	79
3.1 Очистка поверхности эталонных гирь из платино – ирридиевого сплава и нержавеющей стали.....	79

3.1.1	Исследование методов промывки и очистки эталонных гирь из нержавеющей стали	81
3.1.2	Создание системы хранения эталонов в вакууме	84
3.2	Математическая модель компарирования эталонных гирь	89
3.2.1	Метод наименьших квадратов применительно к компарированию гирь	89
3.2.2	Неопределенность измерений	93
3.3	Проведение калибровки эталонов-копий единицы массы. Бюджет неопределенности измерений	97
3.4	Анализ результатов калибровки эталонов-копий	103
3.5	Методы и средства передачи единицы в область дольных и кратных значений килограмма	103
3.6	Выводы к главе 3	107
	Заключение	110
	Список источников	112

ПЕРЕЧЕНЬ
принятых сокращений

БУ	- блок управления
ВТС	- вакуумная транспортная система
ВК	- вакуумный компаратор
ГСИ	- Государственная система обеспечения единства измерений
ГПЭ	- Государственный первичный эталон
ГПС	- Государственная поверочная схема
МБМВ	- Международное бюро мер и весов
МПК	- Международный прототип килограмма
МНК	- метод наименьших квадратов
НПК	- национальный прототип килограмма
НТД	- нормативно-техническая документация
СИ	- средство измерений
ЭК	- эталон-копия
u_A	- неопределенность, оцененная по типу А
u_B	- неопределенность, оцененная по типу В
$U(P)$	- расширенная неопределенность с уровнем доверия P
СКО, s	- стандартное отклонение
u_c	- суммарная стандартная неопределенность

ПЕРЕЧЕНЬ

Обозначения

В настоящем документе применяются следующие обозначения:

Обозначение	Единица	Определение
A	м^2	Площадь
B	Т	Магнитная индукция в среде
B_0	Т	Магнитная индукция в вакууме
C	–	Поправка на действие выталкивающей силы воздуха
C_a	–	Поправка на действие выталкивающей силы воздуха для плотности воздуха во время цикла взвешивания в воздухе
d	кг	Цена деления шкалы
F_g	Н	Сила тяжести
g	м с^{-2}	Ускорение свободного падения
h	м	Высота
H	А м^{-1}	Напряженность намагничивающего поля
H_{EZ}	А м^{-1}	Вертикальная составляющая напряженности магнитного поля земли
hr	%	Относительная влажность
ΔI	кг	Разность между массой испытуемой и образцовой гирей, полученной на компараторе, где $\Delta I = I_t - I_r$
ΔI_a	кг	Разность показаний в воздухе компаратора, где $\Delta I_a = I_{ta} - I_{ra}$
ΔI_l	кг	Разность показаний в жидкости компаратора, где $\Delta I_l = I_{tl} - I_{rl}$
I	кг	Показания взвешивающих устройств (деление шкалы)
j	–	Подстрочный символ для количества испытуемых

		гирь или числа серий измерений
k	–	Коэффициент расширения, обычно используется $k = 2$ ($k = 3$ при доверительной вероятности 0,99) (<i>Руководство по выражению неопределенности измерений (GUM) (1995)</i>) [7]
m	кг	Масса твердого тела (гиря)
M_v	кг моль ⁻¹	Молярная масса воды (Уравнение E.1)
M_a	кг моль ⁻¹	Молярная масса сухого воздуха
m_c	кг	Условная масса гири
m_{cr}	кг	Условная масса образцовой гири
m_{ct}	кг	Условная масса испытуемой гири
$\overline{\Delta m_c}$	кг	Среднее значение результатов измерений разности масс сличаемых гирь
m_0	кг	Масса, номинальное значение массы гири (например, 1 кг)
m_t	кг	Масса испытуемой гири
m_{wa}	кг	Масса гири в воздухе
m_{wl}	кг	Масса гири в жидкости
Δm	кг	Разность масс, обычно между испытуемой и образцовой гирями
$\overline{\Delta m}$	кг	Среднее значение разности массы из серии измерений, составляющих число идентичных циклов взвешивания, или количество серий, имеющих приблизительно одинаковое стандартное отклонение
n	–	Число циклов сличений; $i = 1...n$
p	Па	Давление
p_{sv}	Па	Давление насыщенного пара влажного воздуха
R	Дж/(моль	Молярная газовая постоянная

	К)	
R_a	мкм	Средняя высота профиля шероховатости (параметр шероховатости)
R_z	мкм	Максимальная высота профиля шероховатости (параметр шероховатости)
r	–	Подстрочный символ для образцовой гири
s	кг	Стандартное отклонение
s	–	Подстрочный символ для гири для определения чувствительности
T	К	Термодинамическая температура по Международной температурной шкале 1990 (МТШ-90)
t	°С	Температура в градусах Цельсия, где $t = T - 273,15$ К
U	кг	Расширенная неопределенность
u	кг	Стандартная неопределенность
$u(m_r)$	кг	Стандартная неопределенность эталонной гири
u_b	кг	Стандартная неопределенность определения поправки на действие выталкивающей силы воздуха
u_{ba}	кг	Неопределенность, обусловленная компаратором
$u_{ba}(\overline{\Delta m_c})$	кг	Суммарная стандартная неопределенность работы компаратора
u_c	кг	Суммарная стандартная неопределенность
u_d	кг	Неопределенность, обусловленная дискретностью компаратора
u_E	кг	Неопределенность, обусловленная нецентрированностью
u_{inst}	кг	Неопределенность, обусловленная

		нестабильностью образцовой гири
u_{ma}	кг	Неопределенность, обусловленная магнетизмом
u_s	кг	Неопределенность, обусловленная чувствительностью компаратора
u_w	кг	Неопределенность, обусловленная процессом взвешивания
V	м^3	Объем твердого тела (гири)
V_{rli}	м^3	Объем i -той эталонной гири из комбинации гирь
x_v	–	Молярная доля водяного пара
Z	–	Коэффициент сжимаемости
ρ_a	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность влажного воздуха
ρ_0	$\text{кг}/\text{м}^3$	Нормальная плотность воздуха, равная $1,2 \text{ кг}/\text{м}^3$
ρ_r	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность эталонной гири с массой m_r
ρ_{ra}	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность эталонной гири с массой m_{ra}
ρ_{ref}	$\text{кг}/\text{м}^3$	Стандартная плотность гири ($8\,000 \text{ кг}/\text{м}^3$)
ρ_{rl}	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность эталонной гири с массой m_{rl}
ρ_t	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность испытуемой гири
ρ_x	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность сплава (x)
ρ_y	$\text{кг}/\text{м}^3$	Плотность сплава (y)
$\delta m/m_0$	–	Допустимая относительная погрешность гирь
μ	Н А^{-2}	Магнитная проницаемость
μ_r	–	Относительная магнитная проницаемость (μ/μ_0)
μ_0	Н А^{-2}	Магнитная постоянная (магнитная проницаемость вакуума), $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ Н А}^{-2}$
χ	–	(Объемная) магнитная восприимчивость

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящей работе приняты следующие термины с соответствующими определениями:

Вакуумный компаратор массы	- средство измерений массы, предназначенное для сравнения эталонных гирь в условиях вакуума и в условиях атмосферного воздуха при постоянном давлении
Государственный первичный эталон единицы величины	- государственный эталон единицы величины, обеспечивающий воспроизведение, хранение и передачу единицы величины с наивысшей в Российской Федерации точностью, утверждаемый в этом качестве в установленном порядке и применяемый в качестве исходного на территории Российской Федерации [6]
Метод совокупных измерений	- проводимые одновременно измерения нескольких одноименных величин, при которых искомые значения величин определяют путем решения системы уравнений, получаемых при измерениях этих величин в различных сочетаниях
Меры (физической) величины	- средство измерений, предназначенное для воспроизведения и (или) хранения физической величины одного или нескольких заданных размеров, значения которых выражены в узаконенных единицах и известны с необходимой точностью.
Калибровка средств измерений	- совокупность операций, устанавливающих соотношение между значением величины, полученным с помощью данного средства измерений и соответствующим значением величины, определенным с помощью эталона с

	целью определения метрологических характеристик этого средства измерений.
Неопределенность измерений	<p>- [uncertainty (of measurement)] параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине.</p> <p>Неопределенность измерения, как правило, включает в себя много составляющих. Некоторые из них могут быть оценены из статистического распределения результатов ряда измерений и описаны выборочными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые могут быть описаны стандартными отклонениями, оценивают, исходя из основанных на опыте предположений или иной информации о виде закона распределения. Предполагается, что результат измерения является лучшей оценкой измеряемой величины, а все составляющие неопределенности, включая обусловленные систематическими эффектами (разного рода поправками, используемым эталоном сравнения), вносят вклад в разброс значений измеряемой величины</p>
Плавучесть	- явление потери веса тела, помещенного в жидкость или газ, под действием архимедовой силы
Специальные меры плавучести и сорбции	- гири номинальной массы 1 кг специальной формы, изготовленные из немагнитной нержавеющей стали
Сличение эталонов	- установление соотношения между результатами измерений при воспроизведении и передаче единицы

	измерения данными эталонами одного уровня точности.
Удельная сорбция	- прирост или убыль массы на поверхности тела при переходе от вакуума к воздуху и обратно
Эталон единицы величины	- техническое средство, предназначенное для воспроизведения, хранения и передачи единицы величины

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Актуальность работы обусловлена принятием на 26-й Генеральной конференции по мерам и весам (CGPM) в ноябре 2018 года в Версале (Франция) нового определения килограмма. Участники 26-й CGPM единогласно проголосовали за переопределение килограмма, Кельвина, моля и Ампера [1]. Реализация нового определения килограмма осуществляется следующими основными актуальными положениями:

- фиксация точного числового значения постоянной Планка, а новому килограмму приписывается конечное значение неопределенности ($u_c=1 \cdot 10^{-8}$ кг);
- измерения с указанной неопределенностью возможны только в условиях вакуума.

В связи с этим Консультативным комитетом по массе и связанным величинам (CCM) при Международном бюро мер и весов (BIPM) предписано национальным метрологическим институтам (NMI) стран учесть эту дополнительную неопределенность в своих национальных бюджетах неопределенностей. Чтобы эта приписанная новому Международному килограмму неопределенность не привела к увеличению суммарной неопределенности на уровне вторичных рабочих эталонов единицы массы, актуальным становится уменьшение погрешности передачи от ГПЭ вторичным эталонам-копиям и вторичным рабочим эталонам.

Повышение точности передачи единицы массы от Государственного первичного эталона обуславливает повышение уровня точности измерений массы в стране при научных исследованиях, создания новых технологий и материалов.

ССМ начал первые ключевые сличения по воспроизведению килограмма вскоре после вступления в силу нового определения.

Завершены сличения ССМ.М-К8.2019 в 2021 году. Целью этих сличений было определение уровня согласованности между различными НМИ и расчета первого консенсусного значения килограмма ССМ.

Цель работы

Целью данной диссертационной работы является обеспечение единства измерений массы в стране путем повышения точности передачи Государственного первичного эталона в условиях вакуума и атмосферного воздуха и сохранения существующей иерархической системы передачи единицы массы в Российской Федерации.

Задачи исследования:

Для достижения поставленных целей необходимо решить следующие основные задачи:

- 1) выполнить теоретические и экспериментальные исследования существующих методов передачи единицы массы от Государственного первичного эталона вторичным эталонам в условиях вакуума и атмосферного воздуха;
- 2) исследовать метрологические характеристики специальных мер массы влияющих величин;
- 3) исследовать и оптимизировать методы очистки эталонных гирь из нержавеющей стали;
- 4) исследовать метрологические характеристики вакуумного компаратора массы ССЛ-1007 и комплекса вспомогательной аппаратуры, обеспечивающих воспроизведение и передачу единицы массы с требуемой точностью в вакууме и в воздухе при постоянном давлении;
- 5) выполнить экспериментальные исследования и оценить результаты измерений разностей массы специальных мер плавучести и сорбции в вакууме, с применением вакуумного компаратора массы;
- 6) разработать рациональный метод передачи единицы массы от ГПЭ эталонам – копиям;

7) разработать методы передачи единицы в область килограммовых, граммовых, миллиграммовых и субмиллиграммовых масс в диапазоне номинальных значений от $5 \cdot 10^{-8}$ кг до 20 кг.

Научная новизна

Предложен, изучен и осуществлен в метрологической практике новый метод передачи единицы массы от Государственного первичного эталона эталонам-копиям, реализованный в Государственном эталоне единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020. Новый метод позволил обеспечить сопоставимость результатов сравнения массы эталонных гирь при переходе от вакуума к атмосферному воздуху и обратно, что не было возможно реализовать с использованием существующих методов и средств измерения.

Впервые определены и исследованы метрологические характеристики специальных мер массы влияющих величин (плавучести и сорбции).

Осуществлен метод передачи единицы в область субмиллиграммовых масс в диапазоне номинальных значений от $1 \cdot 10^{-6}$ кг до $5 \cdot 10^{-8}$ кг, метод реализован при расширении диапазона передачи единицы массы ГПЭ единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020.

Впервые ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» участвует в международных сличениях кремниевых шаров Чешского метрологического института в вакууме и воздухе по теме пилотных двухсторонних сличений. Промежуточные результаты сличений подтвердили достойный уровень метрологических характеристик созданного комплекса эталонного оборудования входящего в состав ГПЭ единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020. Сличения временно приостановлены.

Положения, выносимые на защиту

1. Повышение точности за счет исключения влияния воздуха, при измерениях массы в вакууме и уменьшение его влияния, а также при измерениях в условиях постоянного давления окружающего воздуха, позволило разработать методы измерений и обеспечить уменьшение

неопределенности результатов измерений при передаче единицы эталонам-копиям с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг.

2. Разработанная математическая модель компарирования эталонных гирь массой 1 кг в вакууме и в атмосферном воздухе при постоянном давлении, реализованная с использованием прямого метода измерения плотности воздуха, позволила усовершенствовать ГПЭ единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020;

3. Разработанная Государственная поверочная схема для средств измерений массы, учитывающая рекомендации консультативного комитета по массе и связанным величинам, предложенные после переопределения единицы массы, обеспечивает оптимальные метрологические и технико-экономические показатели системы передачи размера единицы массы.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Впервые разработан и внедрен в Правила хранения и применения Государственного первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2020 (после его совершенствования) прямой метод измерений плотности воздуха, т.е. метод с применением только средств измерений массы;

2. Разработан и исследован метод передачи единицы массы в область субмиллиграммового диапазона, обеспечивающий возможность калибровки микровесов, широко применяющихся в медицине, биологии, фармакологии, экологии и создания новых материалов для космических исследований;

3. Разработан, создан, исследован и введен в состав Государственного первичного эталона единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020 высокотехнологичный комплекс аппаратуры, обеспечивающий передачу единицу массы в вакууме и в воздухе с требуемой точностью.

4. Оценен бюджет неопределенности результатов измерения эталонных гирь массой 1 кг из состава эталонов- копий.

5. Разработана математическая модель передачи единицы массы в область дольных и кратных значений килограмма.

б. Впервые выполнены работы по калибровке эталонов-копий килограмма с применением Государственного первичного эталона единицы массы - гири №12, вакуумного компаратора и мер плавучести и сорбции.

Личный вклад автора

Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены соискателем лично, либо при его непосредственном участии. Автором разработан метод передачи единицы массы от государственного первичного эталона эталонам-копиям, реализованный в Государственном эталоне единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020; проведены измерения разности масс специальных мер плавучести и сорбции в вакууме; проведены измерения объемов специальных мер массы методом гидростатического взвешивания с стандартной неопределенностью не более $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$; разработан и исследован прямой метод измерения плотности воздуха; автором проведены работы, по калибровке эталонов-копий килограмма от Государственного первичного эталона единицы массы - гири №12 с применением вакуумного компаратора и специальных мер плавучести и сорбции; разработан и осуществлен метод передачи единицы в область субмиллиграммовых масс в диапазоне номинальных значений от $1 \cdot 10^{-6} \text{ кг}$ до $5 \cdot 10^{-8} \text{ кг}$.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы и отдельные ее результаты докладывались и обсуждались на:

- Ученом Совете ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 03 сентября 2020 года;

- заседании межведомственной Комиссии, проведенной в период с 23 по 25 сентября 2020 г. при государственных испытаниях государственного первичного эталона единицы массы;

- на X-ой конференции метрологов ПАО «Газпром нефть» в период с 26 по 27 апреля 2021 г.;

- на семинарах НИЛ 2301 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»;

- на секции по механическим измерениям ученого совета ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 30 сентября 2021 года.

Публикации

Основные положения диссертационной работы представлены в 7 печатных работах, 5 статей опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК (из них 1 статья в научном издании, индексируемом в базах данных Web of Science и Scopus).

Структура и объём работы

Диссертационная работа состоит из введения, 3-х глав, заключения, списка источников и приложения. Общий объём работы составляет 145 страниц машинописного текста, включая 26 рисунков, 26 таблиц и списка источников из 48 наименований.

В диссертационной работе, выполненной в период с 2016 по 2021 гг., представлены обобщенные результаты работы.

ГЛАВА 1. Анализ состояния измерений массы

1.1 Краткий исторический обзор

Самыми первыми измерениями, которыми занимался человек, были измерения длины, времени и веса. Понятия «масса» тогда не существовало. Однако весы, как измерительный инструмент, уже были известны в древнем Египте и на Среднем Востоке за несколько тысяч лет до нашей эры, о чем свидетельствуют настенные рисунки, найденные при многочисленных археологических раскопках. На них были изображены простейшие коромысловые равноплечие весы с двумя чашками, подвешиваемые за центр коромысла к какой-либо опоре. К разным концам коромысел крепились чаши для размещения сравниваемых предметов. Стрелка, прикрепленная к середине коромысла весов, показывала какой предмет тяжелее другого. Один из найденных при раскопках настенных рисунков с изображением весов показан на рисунке 1.

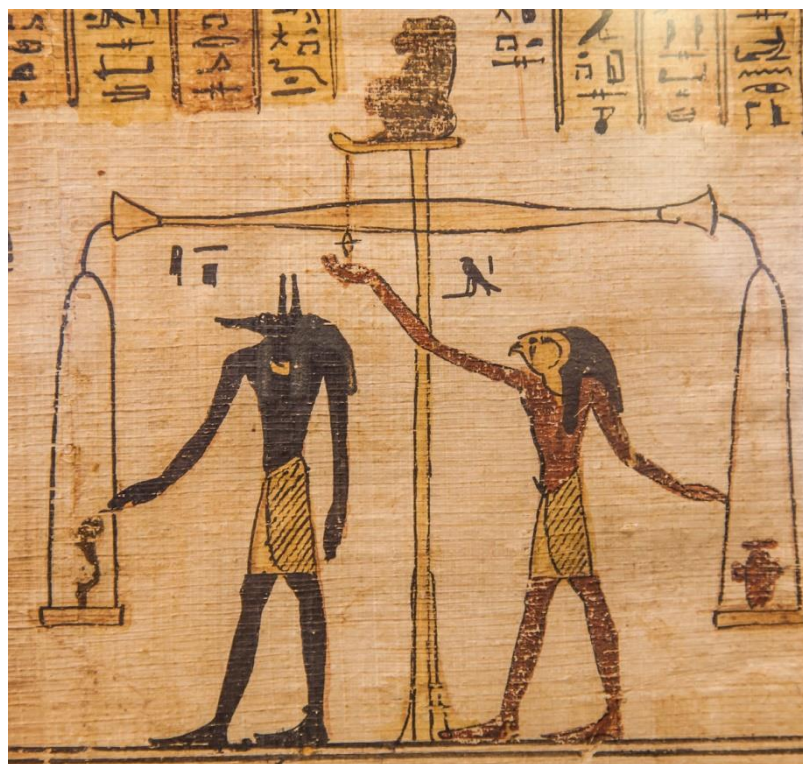


Рисунок 1 – Изображение весов древнего Египта

Кроме этого при раскопках были найдены гири, которыми пользовались древние египтяне и другие народы. Весы и гири были хорошо известны древним грекам, которые впоследствии стали разрабатывать математическую теорию коромысловых весов. Закончил эту классическую работу Леонард Эйлер уже в XIX веке нашей эры.

Дальнейшее развитие техники взвешивания связано с именем Архимеда, который в IV веке до н.э. построил гидростатические весы, предназначенные для взвешивания различных предметов, как в воздухе, так и в жидкости. С их помощью Архимед впервые провел, выражаясь современным языком, количественный химический анализ содержания золота в короне царя Гиерона [2]. Зная вес вытесненной воды килограммом золота и килограммом серебра, Архимед определил, что в корону кроме золота входило серебро, результат оказался не утешительным для мастера. Многочисленные доказательства атомистической природы материи не могли обойтись без применения весов. «Если Вы хотите совершить открытие в

химии, надо обязательно применить весы»: так говорили великие химики того времени.

Понятие массы было введено в физику И. Ньютоном (1643-1727). Под массой тела он понимал количество материи, содержащейся в этом теле. Масса входила в открытые им закон всемирного тяготения и второй закон динамики. В соответствии с этим были введены понятия «тяжелая» и «инертная» масса. Тогда уже И. Ньютон занялся вопросом о соотношении тяжелой и инертной массы. Впоследствии в 70-е годы 20-го столетия опытами В.Б Брагинского была доказана эквивалентность инерционной и гравитационной масс на уровне точности около $1 \cdot 10^{-12}$ [2]. На более высоком уровне вопрос остается открытым. В понимание массы, как физической величины, внесли вклад известные ученые А. Лагранж, Л. Эйлер, А. Эйнштейн и др. Как оказалось, масса не всегда обладает свойством аддитивности, а при скоростях, сравнимых со скоростью света, масса тела становится зависимой от его скорости, особенно вблизи скорости света. Известное уравнение Эйнштейна $E = mc^2$ представляет массу в качестве энергетического эквивалента. С точки зрения современной науки масса является фундаментальной физической величиной, присущей всем видам материи. Она связана с такими характеристиками материи, как пространство и время. Массой обладают и элементарные частицы – масса порядка 10^{-30} кг, и космические объекты, такие как наша Галактика – масса порядка 10^{40} кг. Массу объектов микромира принято выражать в атомных единицах массы (а.е.м.), которую определяют через массу изотопа углерода ^{12}C . Массу объектов макрокосмоса выражают через массу Солнца M_C , ($1,9891 \cdot 10^{30}$ кг). Так, большинство Галактик Вселенной имеет массу порядка $(1 \cdot 10^{10} - 3 \cdot 10^{11}) M_C$. Масса Галактики может быть рассчитана по простой формуле $M_{Gal} = Rv^2 / \gamma$, где R и v - радиус и линейная скорость Галактики, γ - гравитационная постоянная [4]. Это - иллюстрация того, что в области измерений характеристик макрокосмоса и микромира могут применяться только непрямые косвенные методы измерений.

С мая 1875 по ноябрь 2018 г. в Международной системе единиц (SI) за единицу массы была принята масса Международного прототипа килограмма, поверхность которого очищена определенным способом, хранящегося в Международном бюро мер и весов в Севре, предместье Парижа [5], [6]. Он представляет собой прямой цилиндр диаметром и высотой около 39 мм, изготовленный из сплава платины и иридия с весовыми долями 90 % и 10 %, соответственно. На его поверхности путем маркировки нанесено обозначение КІ. Сплав, созданный в результате долгих исследований, обладает высокой химической инертностью, высокой твердостью и сравнительно небольшим коэффициентом температурного расширения. Внешний вид КІ показан на рисунке 2.



Рисунок 2 – Международный прототип килограмма КІ

Почти такую же массу имеет кубический дециметр дистиллированной воды при температуре около 4°C – температуре, при которой вода имеет максимальную плотность. Именно так, с помощью природных констант, через плотность воды, определялся килограмм создателями метрической системы. Однако это определение имело ряд неудобств и недостатков, главным из которых была зависимость от единицы длины – метра, который определялся как одна десятимиллионная четверти Парижского меридиана. Понятно, что каждый раз при уточнении этой величины, придется

корректировать и килограмм. Поэтому, отойдя от принципа естественности, было принято приведенное выше определение килограмма через артефакт.

К 1890 году международный прототип КІ был подогнан по массе точно, в пределах погрешности измерений того времени, к массе Архивного килограмма. Занималась изготовлением и юстировкой платиноиридиевых цилиндрических копий английская фирма «Маттей, Джонсон и К⁰», к тому времени были изготовлены 43 физических копии прототипа КІ. По решению первой Генеральной конференции Международного комитета мер и весов (ГК МКМВ) две копии КІІ и КІІІ были переданы Международному бюро мер и весов (МБМВ) в качестве официальных копий Международного прототипа килограмма. Впоследствии к ним были добавлены еще 4 копии. Остальные 37 копий были распределены между 17 государствами, подписавшими Метрическую конвенцию (1875 г.). В том числе России были переданы две копии - № 12 и № 26, из которых копия № 12 выполняет роль национального прототипа килограмма РФ, а копия № 26 – эталона-свидетеля, который в случае порчи или утраты копии № 12, мог бы ее заменить. В 1892 г. специалистами МБМВ все копии были исследованы и сличены с Международным прототипом килограмма. Были определены поправки копий по отношению к массе Международного прототипа килограмма, масса которого принята точно равной 1 кг, без какой-либо погрешности. Поскольку прототип КІ и его копии могли воспроизводить килограмм в условиях атмосферного воздуха, то для передачи единицы массы вторичным эталонам, изготовленным из других материалов, с другой плотностью материала, необходимо учитывать явление плавучести тел в воздухе [7]. Для этого на гидростатических весах были определены значения их плотности и геометрических объемов [8]. Национальный прототип № 12 имеет объем, равный 46,4082 см³, что соответствует плотности 21,5480 г·см⁻³ при 0 °С и температурном коэффициенте линейного расширения, равным $\alpha = (25,869 + 0,00565t)10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

В обычной жизни, в технике, в большинстве научных исследований, в метрологии выполняются прямые измерения массы [9], т.е. такие измерения, при которых искомое значение величины получают непосредственно от средства измерений. Основными средствами измерений массы являются весы и гири. Диапазон измерений, выполняемых с их помощью, составляет от $1 \cdot 10^{-10}$ кг до $2 \cdot 10^6$ кг. Современные электронные кварцевые ультрамикровесы имеют чувствительность около $1 \cdot 10^{-11}$ кг, что позволяет определить нижнюю границу измерений как $1 \cdot 10^{-10}$ кг. С другой стороны, известны весы для взвешивания расплавленного металла на максимальную нагрузку 2000 т. Для метрологического обеспечения весов различных принципов действия и точности применяют гири девяти классов точности массой от 1 мг до 5 т, требования к которым установлены межгосударственным стандартом ГОСТ OIML R 111-1-2009 [10], представляющим собой идентичный перевод международной рекомендации по законодательной метрологии OIML R 111-1:2004 “Weights of classis E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃. Part 1: Metrological and Technical Requirements”. Пользуясь свойством аддитивности массы в обычной жизни с помощью этих гирь можно составлять практически любую массу для воспроизведения требующихся нагрузок при испытаниях большегрузных весов.

На 26 заседании конференции CGPM в ноябре 2018 г. утверждена резолюция о пересмотре Международной системы единиц СИ. 20 мая 2019 г. прекратило свое действие определение килограмма, введенное в обращение в 1889 г. Определение килограмма осуществлено через фундаментальную константу (постоянную Планка, h).

С принятием нового определения килограмма в основу лег первичный метод воспроизведения килограмма на основе постоянной Планка, который реализован в ряде зарубежных НМИ, создавших необходимые эталонные установки (ватт-весы в Канаде, Новой Зеландии, США, Франции, Швейцарии, Ю. Корею, МБМВ или джоуль-весы в КНР [11]- т.е. установки

для виртуального сравнения электрической и механической мощности, позволяющие измерить постоянную Планка).

Другая методика реализации нового определения килограмма на основе постоянной Авогадро, т.е. реализация методом XRCD - рентгено-оптического определения плотности кристалла, осуществлена только в тех странах, где НМИ имеют кремниевые моноизотопные монокристаллические шары массой 1 кг и средства физико-химического и структурного контроля этих прототипов килограмма, в частности участники международного проекта «Авогадро» (в том числе ПТБ в Германии, NMJJ в Японии, INRIM в Италии, NIST в США) [12], [13].

Метрологическими институтами США, Великобритании, Канады, Швейцарии и др. получена стандартная суммарная неопределенность воспроизведения килограмма, равная $2 \cdot 10^{-8}$ кг. Это позволило осуществить практическую реализацию единицы массы в любом месте, в любое время и на требуемом для практики уровне точности [14].

Кроме того, в ряде НМИ, создающих эталонные установки для реализации нового определения килограмма, и в МБМВ созданы или создаются групповые эталоны килограмма, включающие платино-иридиевые гири, гири наивысшего класса точности из нержавеющей стали, кремниевые шары и специальные меры и эталоны из других материалов. Эти групповые эталоны используются для международного мониторинга стабильности килограмма путем их периодических сличений с участием эталонных установок, реализующих новое определение килограмма. Международные рекомендации по организации такого мониторинга разрабатываются в настоящее время.

Реализация нового определения килограмма осуществляется следующими основными актуальными положениями:

- фиксация точного числового значения постоянной Планка, а новому килограмму приписывается конечное значение неопределенности ($u_c=1 \cdot 10^{-8}$ кг);

- измерения с указанной неопределенностью возможны только в условиях вакуума.

В связи с этим Консультативным комитетом по массе и связанным величинам (ССМ) при Международном бюро мер и весов (BIPM) предписано национальным метрологическим институтам (NMI) стран учесть эту дополнительную неопределенность в своих национальных бюджетах неопределенностей. Приписанная неопределенность приводит к увеличению суммарной неопределенности на уровне вторичных рабочих эталонов единицы массы NMI стран. Чтобы эта приписанная новому Международному килограмму неопределенность не привела к увеличению суммарной неопределенности на уровне вторичных рабочих эталонов единицы массы, актуальным становится обеспечение единства измерений массы в стране путем сохранения, без снижения показателей точности, существующей иерархической системы передачи единицы массы в Российской Федерации после перехода на новое определение килограмма.

1.2 Современное состояние ГПЭ

С 1892 г. национальный прототип килограмма № 12 содержится и применяется в ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева» для воспроизведения, хранения и передачи единицы массы в России.

В 2013-2014 гг. были проведены очередные, шестые по счету, сличения НПК № 12 с МПК. В 2014 г. сличения были завершены и прототип № 12 был доставлен обратно в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» с новым сертификатом калибровки. В результате было получено новое значение массы национального прототипа: $1 \text{ кг} + 0,135 \text{ мг}$ с суммарной стандартной неопределенностью измерений $0,007 \text{ мг}$. В 2015 г. МБМВ сообщило о необходимости коррекции результатов сличений национальных прототипов, проведенных в период с 2003 по 2013 гг. Для российского прототипа коррекция составила величину, равную $\Delta m_{\text{МБМВ}} = - 0,036 \text{ мг}$. В результате масса российского национального прототипа уменьшилась до

значения $1 \text{ кг} + 0,099 \text{ мг}$ с суммарной стандартной неопределенностью измерений $0,003 \text{ мг}$, что вызвало необходимость введения соответствующей коррекции Δm_{kor} в полученные ранее результаты для всех российских вторичных эталонов в соответствии с формулой

$$\Delta m_{kor} = \Delta m_{\text{МБМВ}} \frac{m_t}{m_{12}}, \quad (1)$$

где m_t – номинальное значение массы сличаемого эталона массы;

m_{12} – номинальное значение массы НПК № 12.

Полученные результаты сличений показали, что нестабильность массы прототипа № 12 за 20 лет составила $v_{20} = 0,001 \text{ мг}$ или за год $v_1 = 0,00005 \text{ мг}$. Результаты сличений национального прототипа за всю историю его применения приведены на рис.3.



Рисунок 3 – Результаты сличений

Отсюда видно, что систематическое изменение массы прототипа килограмма № 12 по отношению к Международному прототипу килограмма за сто с лишним лет составило около 30 мкг ($3 \cdot 10^{-8} \text{ кг}$) [15], что соответствует изменению за один год около $0,3 \text{ мкг}$ ($3 \cdot 10^{-10} \text{ кг}$). За последние 20 лет изменение составило 1 мкг ($1 \cdot 10^{-9} \text{ кг}$), что соответствует изменению за один

год около 0,05 мкг ($5 \cdot 10^{-11}$ кг). Это говорит о высокой стабильности национального прототипа № 12, присущей немногим национальным прототипам других стран. Из этого можно сделать вывод, что национальный прототип килограмма № 12 будет сохранять свои метрологические характеристики в установленных пределах еще по крайней мере в течение 20 последующих лет.

В 2020 году состав государственного первичного эталона единицы массы введены:

- вакуумный компаратор массы ССЛ 1007 для компарирования эталонных гирь и других эталонов массой 1 кг в вакууме и в атмосферном воздухе при постоянном давлении;

- комплект специальных мер массы плавучести и сорбции номинальной массой 1 кг.

Дополнительно введенные средства измерений позволяют:

- получать единицу от артефактов массы, откалиброванных по первичной референтной методике в вакууме, и передавать ее вторичным рабочим эталонам по государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2818;

- заметно уменьшить погрешность передачи ГПЭ за счет применения более точного вакуумного компаратора и перехода на прямой метод измерений плотности воздуха.

1.3 Система обеспечения единства измерений

Современная система обеспечения единства измерений массы в настоящее время формируется в связи с ревизией международной системы единиц (СИ). Наиболее радикальным изменением подверглось определение килограмма, основанного на применении артефакта, масса которого была принята точно по соглашению в соответствии с Метрической конвенцией 1875 г. В связи с принятием нового определения килограмма был разработан

проект новой Государственной поверочной схемы для средств измерений массы. Схема должна обеспечить оптимальные метрологические и технико-экономические показатели системы передачи размера единицы массы с учетом требований экономики страны, количества и технических характеристик парка СИ и эталонов единицы массы. Цепочка прослеживаемости эталонов схематично представлена на рисунке 4.

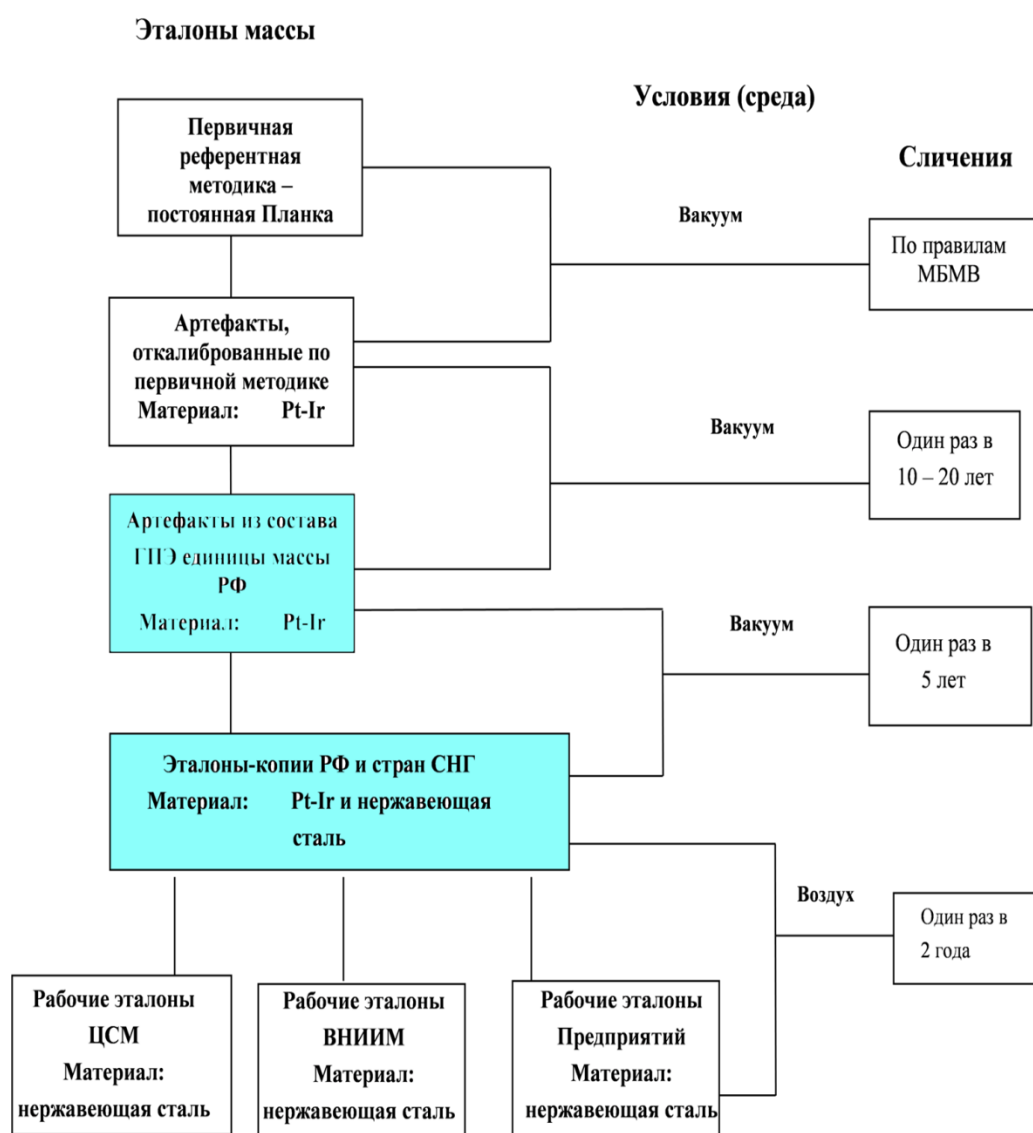


Рисунок 4 – Прослеживаемость вторичных эталонов РФ

Определение килограмма гарантирует, что единица массы постоянна во времени и что определение может быть реализовано любой лабораторией или объединением лабораторий с помощью средств,

предназначенных для этого. Любой Национальный институт метрологии (NMI), Международное бюро мер и весов (BIPM) или сотрудничество между ними, которое реализует определение килограмма, может распространять килограмм СИ из его первичных эталонов массы в любую другую лабораторию или в более общем плане, любому пользователю вторичных эталонов массы .

После перехода на новое определение килограмма и соответствующий способ его реализации методы и средства передачи единицы на уровне рабочих вторичных эталонов по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2818, остались прежними. Изменения каснулись уровня Государственного первичного эталона в части дополнительного включения средств измерений, необходимых для передачи единицы в вакууме.

Для Российской Федерации процедура получения единицы от международного первичного эталона подробно описана в Правилах содержания и применения эталона.

Цепочку прослеживаемости на международном уровне возглавляет первичный метод воспроизведения килограмма на основе зафиксированного значения постоянной Планка. С ее помощью единица измерений массы передается артефактам, откалиброванным на киббл-весах, принадлежащим МБМВ или НМИ, располагающими аппаратурой для независимого воспроизведения килограмма. От этих артефактов единица может передаваться эталонам НМИ, не располагающих аппаратурой аппаратурой для независимого воспроизведения килограмма. Передача единицы должна проводиться в вакууме с помощью вакуумного компаратора, поскольку калибровка первичных эталонов по первичной референтной методике осуществляется в условиях вакуума, иначе не достичь требуемой точности.

В таблице 1 приводится перечень и состав вторичных эталонов единицы массы.

Таблица 1 - Вторичные эталоны единицы массы – эталоны-копии

	Организация	Обозначение (номер)
1	ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»	6(old), 15(old), 1, 4
2	ФГУП «СНИИМ»	8 (old)
3	ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России	2, 3
4	ФБУ «Ростест-Москва»	B407292036
5	ФБУ «Нижегородский ЦСМ»	34525413
6	ФБУ «Тюменский ЦСМ»	B629783032, B635960639
7	ФБУ «Уральский ЦСМ»	z-35525525, z-35525526
8	ФБУ «Ростовский ЦСМ»	z-36125269

Эталон-копии передают размер единицы массы рабочим эталонам в диапазоне от 1 мг до 20 кг. Рабочие вторичные эталоны обеспечивают передачу единицы рабочим эталонам 1-го, 2-го, 3-го и 4-го разрядов в диапазоне от 1 мг до 5 т и СИ массы в диапазоне от 1 мг до 2000 т.

Государственный первичный эталон (ГПЭ) единицы массы ГЭТ 3-2020 лежит в основе измерений массы в РФ. Он постоянно совершенствуется с ростом технического прогресса и в настоящее время инфраструктура эталона включает в себя комплекс следующих технических средств и вспомогательных устройств:

- национальный прототип килограмма – физическая копия № 12 Международного прототипа килограмма – гиря из платиноиридиевого сплава;

- эталон-свидетель национального прототипа килограмма – физическая копия № 26 Международного прототипа килограмма – гиря из платиноиридиевого сплава, служащая для проверки правильности

национального прототипа килограмма или его замены в случае потери им своего метрологического качества или его утраты;

- вакуумный компаратор массы CCL 1007 с вакуумной транспортной системой (ВТС), № 33300001, для передачи единицы эталонам-копиям номинального значения 1 кг в условиях вакуума и атмосферного воздуха при контролируемом постоянном давлении;

- комплект специальных мер массы влияющих величин (плавучести и сорбции) из нержавеющей стали, зав. № 3811116;

- многоканальная автоматическая климатическая станция YCM16C, зав. № 80333771041;

- комплект компараторов массы на максимальные нагрузки от $5 \cdot 10^{-3}$ до 40 кг .

Комплекс технических средств и вспомогательных устройств ГПЭ размещается в двух в специально подготовленных помещениях:

- измерительном зале площадью 55 м² со специальным виброзащитным фундаментом для гашения сейсмических колебаний общей массой около 750 т и высотой около 17 м;

- комнате-сейфе площадью 10 м² для хранения национальных прототипов килограмма № 12 и № 26, изготовленных из платиноиридиевого сплава (Pt90 % Ir10 %).

Помещения оборудовано специальным фундаментом, охранной и пожарной сигнализацией, бесперебойным электропитанием.

В данном составе ГПЭ единицы массы утвержден Приказом Росстандарта № 2180 от 23 декабря 2020 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА

Номинальное значение массы, при котором воспроизводится единица, составляет 1 кг.

Государственный первичный эталон обеспечивает воспроизведение единицы со средним квадратичным отклонением (далее – СКО) суммарной

погрешности S_{Σ} при сличениях с Международным килограммом, не превышающим $10,4 \cdot 10^{-3}$ мг при 10 независимых измерениях. Неисключенная систематическая погрешность θ не превышает $1,0 \cdot 10^{-2}$ мг.

Стандартная неопределенность измерений по типу А (коэффициент охвата $k = 1$) при сличениях с Международным килограммом не превышает $2,9 \cdot 10^{-3}$ мг.

Стандартная неопределенность измерений по типу В (коэффициент охвата $k = 1$) при сличениях с Международным килограммом не превышает $1,0 \cdot 10^{-2}$ мг.

Эталон обеспечивает передачу размера единицы со средним квадратическим отклонением результата измерений при 6 циклах «АВВА», мг, в диапазонах:

от 0,05 мг до 5 г	0,0002
от 10 г до 50 г	0,0020
от 100 г до 1 кг	0,0020

и со средним квадратическим отклонением результата измерений, мг при значениях массы:

2 кг	0,2
5 кг	0,4
10 кг	0,8
20 кг	1,0

Нестабильность эталона за год ν составляет $5 \cdot 10^{-5}$ мг.

1.4 Анализ методов и технических средств вакуумного взвешивания

Основным фактором, мешающим при точных взвешиваниях, является аэростатическая сила, действующая на взвешиваемые объекты. Еще Д.И. Менделеев чтобы повысить точность измерений при восстановлении русских мер массы, применял закупленные им весы венского механика И. Неметца для взвешиваний в безвоздушной среде (1891 г.). При этом им была

достигнута точность более высокая, чем в МБМВ. Д.И. Менделеев отмечал: *«Я вдаюсь во многие подробности лишь для того, чтобы содействовать увеличению точности взвешивания от миллионных частей груза до миллиардных их долей. В Природе мера и вес суть главные орудия познания, и нет столь малого, от которого не зависело бы все крупнейшее»* [16].

При передаче единицы от платино-иридиевых прототипов стальным гилям при атмосферном давлении коррекция на действие аэростатической силы составляет около 100 мг при измеряемой разности масс сличаемых гирь 3 мг, иными словами коррекция на аэростатическую силу более, чем в 30 раз превышает измеряемую величину. Величина коррекции пропорциональна плотности окружающего воздуха, которую измеряют косвенным методом по результатам прямых измерений давления, температуры, относительной влажности окружающего воздуха и содержания в нем углекислого газа, связанных между собой уравнением Клайперона-Менделеева в форме, предложенной ВІРМ (формула для плотности воздуха ВІРМ) [17]. Вклад в неопределенность коррекции, связанный только с формулой составляет около 10 мкг [10], [18]. Это является пределом точности измерений при передаче единицы массы стальным гилям массой 1 кг в условиях атмосферного воздуха.

Реализации нового определения килограмма связаны с необходимостью помещать эталонные меры массы в вакуум. Ватт и Джоуль веса работают с эталонными гилями непосредственно в вакууме. Проект «Авогадро» включает в себя взвешивания кремниевой сферы, которая имеет менее, чем в восемь раз плотность по сравнению с платино-иридиевыми прототипами и менее, чем в три раза по сравнению с гилями из нержавеющей стали. Это приводит к неопределенности коррекции на аэростатическую силу около 100 мкг или $1 \cdot 10^{-7}$ в относительных единицах, что никак не соответствует требованиям действующей ГПС СИ массы.

Очевидно, что невозможно реализовать задачи по воспроизведению килограмма без применения средств и методов вакуумного взвешивания.

С точки зрения практической работы по передаче единицы в соответствии «Государственная поверочная схема для средств измерений массы», утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 № 2818 переход на новое определение килограмма никак не скажется, если относительная погрешность воспроизведения единицы новым эталоном, основанном на новом определении, не превысит $5 \cdot 10^{-8}$, т.к. относительная расширенная неопределенность эталонных гирь составляет не менее $1,5 \cdot 10^{-7}$. Иными словами переход на новое определение килограмма оказал влияние на национальную систему обеспечения единства измерений массы и международную систему эквивалентности национальных эталонов только на уровне Государственного первичного эталона.

Ранее с целью выяснения влияния пересмотра всей СИ МОЗМ разослал опросник техническим комитетам ТК 2, ТК 9, ТК 9/СЦ 3 и ТК 11, а так же членам технического комитета по законодательной метрологии ТКЗМ. В результате был сделан вывод, что переход на новые единицы СИ не окажут никакого влияния на встречающиеся в обычной практике измерения массы, времени, длины, интенсивности излучения, силы электрического тока, температуры, количества вещества и соответствующие производные величины СИ.

Из вышесказанного можно сделать вывод о том, что переход на вакуумное взвешивание необходим для проведения исследований по следующим направлениям:

- осуществление калибровок в вакууме эталонных сфер из обогащенного монокристаллического кремния 28 (проект «Авогадро») и эталонных гирь (проект «ватт-весы»);
- проведения исследований влияния перехода от воздуха к вакууму и обратно на взвешиваемые объекты (гири);
- проведения исследований свойств атмосферного воздуха, чистых газов и их смесей;

- одного из способов контроля состояния поверхности артефактов с целью обеспечения их долговременной стабильности в условиях их хранения в вакууме или в атмосфере инертного газа;

- обеспечения возможности участия в международных сличениях и практической работы по передаче единицы массы на уровне стальных эталонов-копий.

1.5 Развитие вакуумного взвешивания

В самом конце прошлого столетия в МБМВ под руководством доктора Т.Д. Quinn был разработан и изготовлен первый вакуумный компаратор для сличений эталонных гирь массой 1 кг, названный FB-2, с равноплечим коромыслом на специальном упругом шарнире. Разработка была начата в 1992 году. Компаратор был полностью автоматизирован и позволял проводить взвешивания в воздухе, в любом другом газе и в вакууме. Путем последовательных усилий в течение продолжительного времени была достигнута воспроизводимость взвешивания гирь массой 1 кг, по крайней мере, в десять раз лучше получаемых на лучших весах с ножевыми опорами. Весы работают по принципу силовой электромагнитной компенсации с обратной связью [19]. На рис. 5 приведено фото FB-2.

Компаратор состоит из пяти основных механических частей: равноплечего коромысла имеет, механизма смены гирь, механизма включения гири для определения чувствительности, блок упругих подвесов и вакуумная камера. Кроме этого в весах имеется ряд других систем для контроля состояния весов и климата в камере. В частности имеется механизм центрирования грузов на чашке весов так, что стандартная неопределенность из-за их установки не превышает 0,2 мкг в воздухе и в вакууме. Подробное описание, теория весов данного типа, теория специального медно-бериллиевого упругого шарнира и описание отдельных элементов конструкции приведены в [20-24].



Рисунок 5 – Общий вид весов FB-2

Характеристики FB-2 приведены в табл. 2.

Таблица 2 - Метрологические и технические характеристики компаратора FB-2

№ п/п	Наименование	Значение параметра
1	Максимальная нагрузка, не менее, г	101,5
2	Дискретность, не более, мкг	0,1
3	Электрический диапазон взвешивания, не менее, г	1,5
4	Юстировочная гиря, г	1
5	Количество мест на весовом столе	8
6	Диаметр гирь, мм	32 - 68
7	Высота гирь, мм, не более	115
8	Режим работы	Автоматический
9	Конструкция корпуса	Герметичная
10	Рабочее давление в корпусе, мПа	10

Основным результатом является хорошая согласованность при сравнении масс платино-иридиевого прототипа и эталонных гирь из нержавеющей стали в воздухе, атмосфере сухого азота и в вакууме, характеризующаяся суммарной стандартной неопределенностью, не превышающей 3 мкг. Характеристики весов сохраняются при взвешиваниях объектов в воздухе, вакууме и в атмосфере сухого азота.

Другими метрологами, кто осуществил переход на вакуумное взвешивания были S. Mizushima и др. [25]. В марте 1999 г. в НМИ Японии был введен в эксплуатацию компаратор массы AT1007. С помощью этих весов может осуществляться сравнение масс при постоянном атмосферном давлении и в вакууме. Одной из основных задач в создании эталонов массы является определение разности масс между платино-иридиевым прототипом килограмма и гирей из нержавеющей стали с большой разницей в объеме между ними. На рис.6 приведено фото компаратора массы AT1007.



Рисунке 6 - Общий вид компаратора массы AT100

В весах использовалась весовая ячейка компаратора массы фирмы «Mettler-Toledo AG» с силовой электромагнитной компенсацией и упругие шарниры. Характеристики весов приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические и технические характеристики компаратора АТ1007

№ п/п	Наименование	Значение параметра
1	Максимальная нагрузка, не менее, г	1201,5
2	Дискретность, не более, мкг	0,1
3	Электрический диапазон взвешивания, не менее, г	1,5
4	Юстировочная гиря, г	1
5	Количество мест на весовом столе	4
6	Диаметр гирь, мм	22 - 90
7	Высота гирь, мм, не более	100
8	Режим работы	Неавтоматический
9	Конструкция корпуса	Герметичная
10	Рабочее давление в корпусе, мПа	2

На весах измерялась разность масс между платино-иридиевым прототипом № 59 и эталонной гирей из нержавеющей стали S2_2 в вакууме. Стандартное отклонение серии взвешиваний не превысило 0,2 мкг после 24 часов откачивания воздуха. Давление в вакуумной камере достигало $5 \cdot 10^{-4}$ Па после откачки в течение 208 часов. В статье приводится система уравнений взвешивания в воздухе и в вакууме

$$m_{a2} - m_{a1} = (I_2 - I_1)/S + \rho_a(V_2 - V_1), \quad (2)$$

где $(I_2 - I_1)$ – разность показаний весов;

S – чувствительность весов;

ρ_a - плотность воздуха или газа.

Измеряемая разность масс в вакууме

$$m_{a2} - m_{a1} = (mv_2 - mv_1) + (\eta_2 A_2 - \eta_1 A_1), \quad (3)$$

где $(mv_2 - mv_1)$ – достигнутая разность масс между специальными мерами массы после длительного хранения в вакууме;

η_1 и η_2 – изменения массы на единицу площади поверхности между воздухом и вакуумом для мер массы «1» и «2» соответственно.

Далее в статье показано, чтобы измерить плотность воздуха и вариацию массы понадобятся еще две гири «3» и «4» с объемами V_3 и V_4 , площадями поверхности A_1 и A_2 , которые необходимо взвешивать вместе с гирями «1» и «2».

Используя специальные меры массы плавучести (гири № 3 и № 4), была получена разность массы между прототипом килограмма и эталонной гирей из нержавеющей стали путем взвешивания в воздухе и в вакууме. После коррекции результатов на поверхностные эффекты результаты согласовывались в пределах расширенной неопределенности 0,00076 мг. Отсюда видно, что число гирь, размещающихся одновременно на поворотном столе должно быть не менее четырех.

Работы доктора T.J. Quinn из МБМВ и др. не получили коммерческого развития и в настоящее время вакуумные весы изготавливаются по заказам НМИ только двумя фирмами в мире – это «Меттлер-Толедо», Швейцария и «Сарториус», Германия. В этих компараторах воплощены идеи доктора T.J. Quinn, заложенные в весах FB-2, с применением современных достижений материаловедения и электроники, а также с оснащением компараторов системой подачи объектов в вакуумную камеру. Этот аксессуар для CCL1007 компаратора позволяет загружать измеряемые объекты, хранящиеся в среде инертного газа или под вакуумом, в компаратор без контакта с атмосферным воздухом лаборатории.

Общий вид вакуумного компаратора массы на максимальную нагрузку 1 кг модели M One фирмы «Mettler Toledo», Швейцария показан на Рис. 7.



Рисунке 7 - Общий вид компаратора массы M One

В таблице 4 приведены метрологические и технические характеристики компаратора M_One.

Таблица 4 - Метрологические и технические характеристики компаратора M_One

№ п/п	Наименование характеристики	Значение характеристики
1	Максимальная нагрузка, г	1001.5
2	Дискретность отсчета, мкг	0,1
3	Воспроизводимость, мкг	0,5
4	Электронный диапазон, г	1,5
5	Замещающие гири	1 мг – 1 кг
6	Время успокоения показаний, с	30
7	Встроенная юстировка чувствительности	Механизированная с заменяемой гирей
8	Юстировка внешней гирей	1 г
9	Позиции для взвешивания	4 - 6
10	Автоматическое гравиметрическое центрирование гирь	Все позиции
11	Программное обеспечение и контроллер	Windows, stadard

Характеристики вакуумной системы		
12	Диапазон давления, мбар	10 ⁻⁶ - 1000
13	Оптимальная форма вакуумной камеры	Цилиндрический колпак
14	Доступные вакуумные фланцы	15 фланцев
15	Двери быстрой загрузки	Стандартные - круглые
16	Диаметр вакуумной камеры, мм	720 x 1030 x 930
Размеры мер массы		
17	Цилиндры (например, национальные прототипы), мм	22 – 90
18	Гири по МОЗМ формой с утопленным дном, мм	22 – 90
19	Сферы (например проект Авогадро), мм	40 – 100
20	Меры плотности и дисковые гири, мм	22 – 90
21	Максимальная высота объектов, мм	100
Передача единицы массы и применения		
22	Национальные прототипы/национальные стандарты/гири класса E0	1 мг – 1 кг
23	Диапазон передачи единицы	1 мг – 1 кг
24	Определение плотности по мере массы плавучести	Да
25	Измерения кремниевых сфер	Да
26	Анализ поверхностных эффектов с помощью комплекта специальных мер массы	Да
27	Измерения массы в контролируемых условиях или в вакууме	Да
Аксессуары		
28	Эталонные гири с сертификатом	1 г – 1 кг
29	Дисковые гири	Опция
30	Комплект специальных мер массы плавучести	Опция
31	Вакуумная откачная система	Опция
32	Автоматизированная подъемная система	Опция
33	Каменный стол или алюминиевая рама	Опция
34	Система климат-контроля A30V по температуре, давлению, влажности и CO2	Опция

Общий вид вакуумного компаратора массы на максимальную нагрузку 1 кг модели CCL 1007 фирмы «Sartorius», Германия показан на Рис. 8.

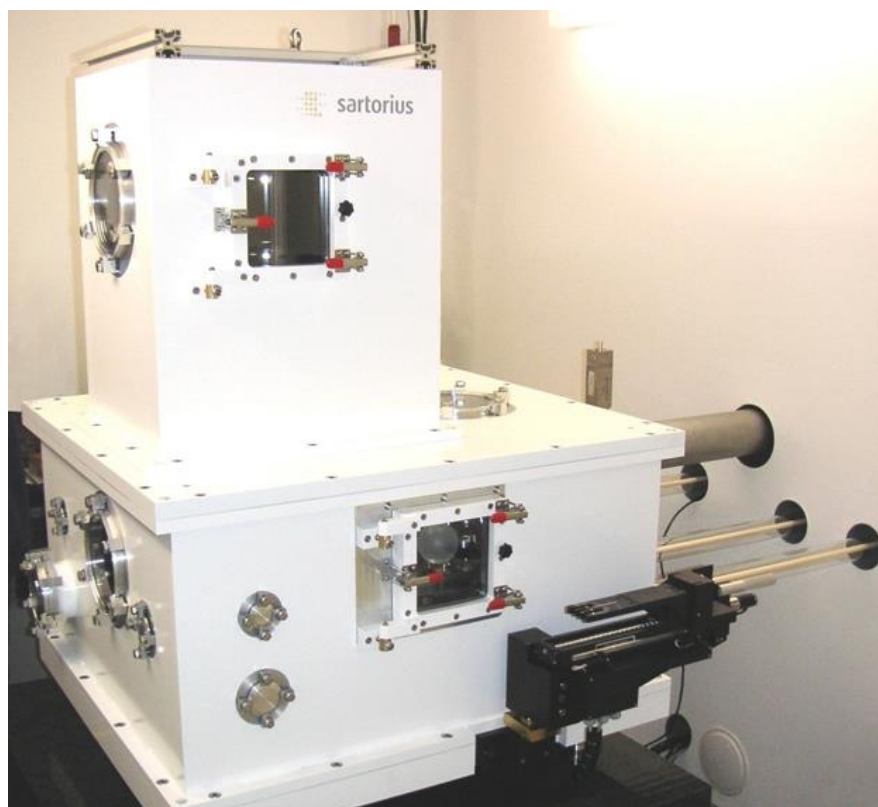


Рисунок 8 - Общий вид компаратора массы CCL 1007

В таблице 5 приведены метрологические и технические характеристики компаратора CCL 1107.

Таблица 5 - Метрологические и технические характеристики компаратора CCL 1107

№ п/п	Наименование характеристики	Значение характеристики
1	Максимальная нагрузка, г	1031
2	Область применения	1 мг – 1 кг
3	Дискретность отсчета, мкг	0,1
4	Воспроизводимость, мкг	0,1
5	Электронный диапазон и диапазон тарирования, г	2
6	Линейность, мкг	1
7	Время цикла «АВВА», с	480
8	Погрешность отнецентрального нагружения, мкг	0
9	Чувствительность в диапазоне	0,2 мкг/500 мг
10	Диапазон давления, мбар	10^{-6} - 1000

Основное оборудование		
11	Генератор нагрузок	8
12	Интерфейсы	LANI/USB/RS232
13	Доступные вакуумные фланцы	15 фланцев
14	Двери быстрой загрузки	Стандартные - круглые
15	Диаметр вакуумной камеры, мм	720 x 1030 x 930
Окружающие условия		
16	Допустимый диапазон температуры эксплуатации, °С	17 - 27
17	Рекомендуемая температура эксплуатации, °С	22
18	Изменения температуры	0,1°С/ч; 0,3°С/12ч
19	Максимальная скорость потока воздуха, м/с, не более	0,1
20	Диапазон влажности, %	40 - 60
21	Изменения влажности	5%/4ч
22	Диапазон передачи единицы	1 мг – 1 кг
23	Электрическое питание	100-240 В переменного тока частотой 50 – 60 Гц
25	Потребляемая мощность	
Размеры		
26	Диаметр взвешивающей чашки, мм	50
27	Размер образцов (DxH), мм	39 – 95x110
29	Диаметр кремниевых сфер, мм	45 - 100
30	Вакуумная камера (WxDxH), мм	960x860x1260
31	Контроллер (WxDxH), мм	600x800x2000
32	Масса нетто, кг	350
33	Общая масса, кг	1797
34	Количество упаковок, шт	3
Применения		
35	OLML R111, классы точности	E0; E1; E2
36	ASTM E617, классы точности	0;1;2;3
Опции аксессуаров		
37	Внешняя юстировочная гиря, г	2E2 YCW322-02
38	Программное обеспечение	YSN03C
39	Климатическая станция для E1	YCM16C
40	Стенд с турбонасосом	YVP01C
41	Вакуумная транспортная система	YVTS01C
42	Вакуумный контейнер	YVC01C

Примечание – Технические данные компараторов M_One и CCL 1107 взяты

из Интернета: Вебсайты www.mt.com и www.sartorius.com

Общий вид вакуумной транспортной системы показан на рис. 9

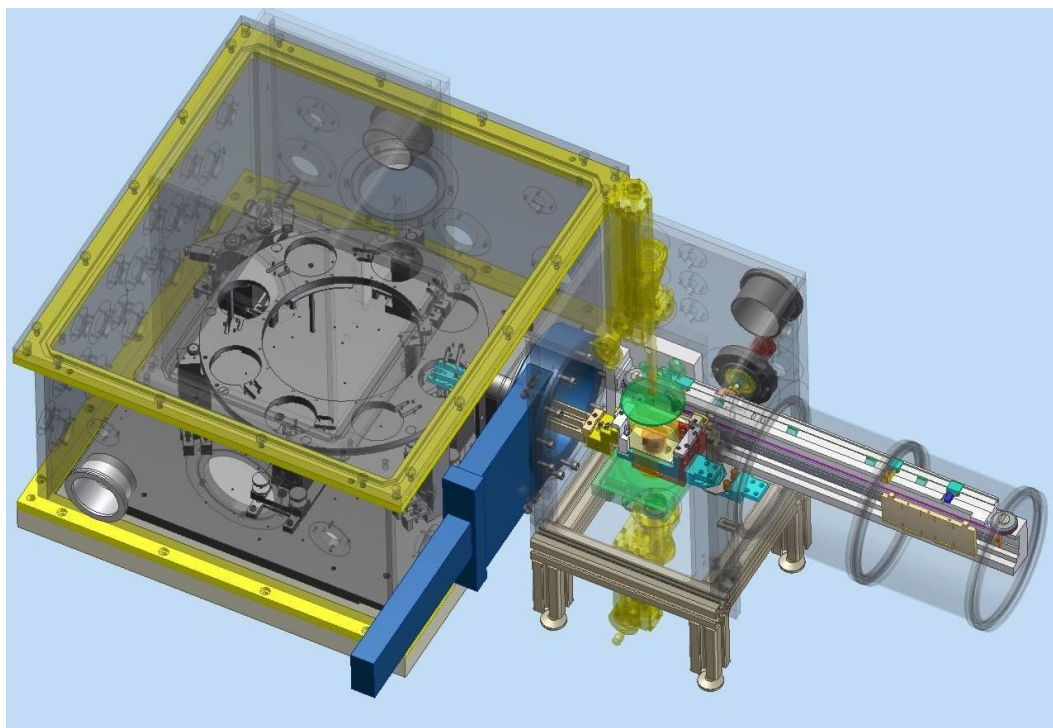


Рисунок 9 - Вакуумная транспортная система компаратора CCL 1007

Вакуумная транспортная система (ВТС) предназначена для полностью автоматической загрузки гирь в компаратор CCL 1007. ВТС позволяет переносить гири из воздуха в воздух/инертный газ, из воздуха в вакуум и обратно, также как из вакуума в вакуум. Кроме этого компаратор совместим с специальным транспортным контейнером. Контейнер предназначен для загрузки точных гирь, национальных прототипов килограмма или кремниевых сфер массой до 1 кг и последующим их хранением в вакууме или в инертном газе. Контейнер может быть загружен в ВТС через широкую прямоугольную дверь и может быть открыт внутри закрытой ВТС.

Основные метрологические характеристики компараторов Mettler Toledo M One и Sartorius CCL 1007 практически идентичны. Сравнительные метрологические и технические характеристики компараторов обеих фирм сопоставлены автором. В основном компараторы отличаются формой

вакуумной камеры, количеством грузов на поворотном столе и особенностями системы вакуумной транспортировки измеряемых объектов в вакуумную камеру.

В статье [26] описан эксперимент, проведенный в МБМВ, по измерению массы 1 кг кремниевой сферы на вакуумных весах FB-2 с применением двух специальных мер массы плавучести с сорбции с целью получения нового значения постоянной Авогадро. В итоге была определена масса сферы из кремния по отношению к массе прототипа 1 kg PtIr No.77, имеющего прослеживание к МПК через его копии No.63 и No.42. На рис.10 проиллюстрированы результаты проведенного эксперимента.

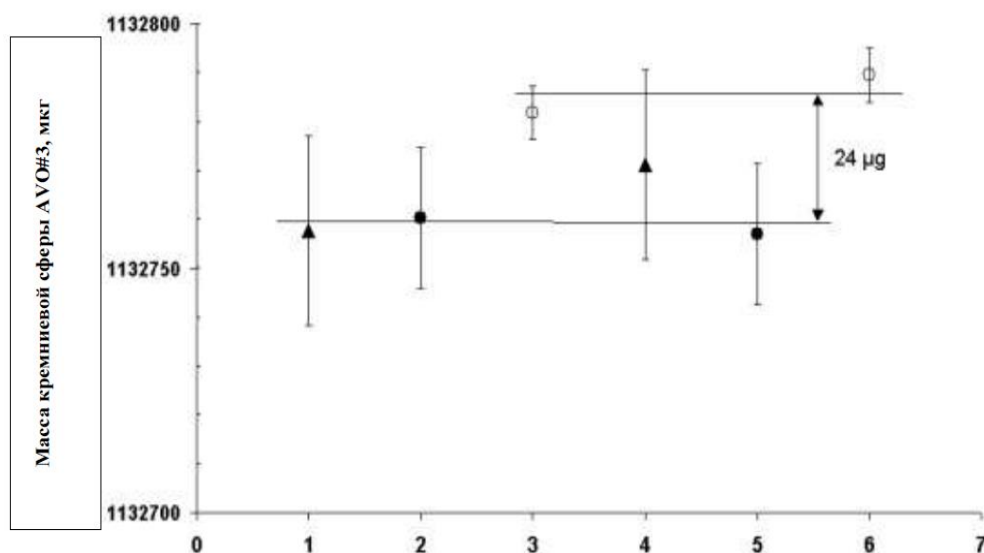


Рисунок 10 - Масса кремниевой сферы AVO#3, определенная в воздухе и в вакууме

Треугольником обозначены значения, скорректированные на плавучесть с применением формулы МБМВ для плотности воздуха. Кружочком обозначены значения, скорректированные на плавучесть с применением меры плавучести плавучести. Полым кружочком обозначены значения, полученные в вакууме с использованием стандарта перехода "воздух - вакуум". Неопределенности измерений массы сферы составили 19,4 мкг и 14,3 мкг с использованием формулы МБМВ и гравиметрического метода соответственно.

Суммарная стандартная неопределенность, полученная этим новым методом сравнения составила 5,5 мкг. Этот метод мог быть легко усовершенствован, имея улучшенные меры массы сорбции и вакуумные весы, лучше адаптированные к принятию 1 кг кремниевых сфер. Тем не менее наблюдалось значительное расхождение около 24 мкг между значением, полученным в вакууме и в воздухе.

В настоящее время МБМВ проводит дозакупку вакуумной транспортной системы подачи в вакуумную камеру для компаратора массы СС 1007 фирмы «Sartorius».

В работе [27] проводились измерения массы кремниевых сфер AVO28-S5c и AVO28-S8c в воздухе и в вакууме. Участниками измерений были ВРМ, NMIJ и РТВ. Все измерения в ВРМ (МБМВ) были выполнены на их компараторе массы Sartorius CCL 1007. Перед измерениями две сферы были трижды очищены, используя процедуру, рекомендованную австралийским институтом метрологии NMIA[28]. Так же использовался комплект специальных мер массы из нержавеющей стали, состоящий из трубки «Ср» и полого цилиндра «Сс» для определения плотности воздуха, необходимой для введения коррекции на плавучесть. Кроме этого использовался набор платино-иридиевых мер сорбции, состоящий из цилиндра «А0» и набора из 8 дисков «А18», необходимого для установления соответствия между массами в воздухе и в вакууме. Сферы были сличены с рабочей копией МПК № 77. Для обеих сфер разность масс в воздухе и в вакууме составила около 8,5 мкг. Это значение соответствует коэффициенту сорбции между вакуумом и воздухом 30 нг/см^2 , что хорошо согласуется со значениями, опубликованными в [29] и [30].

В статье P. Fuchs, K. Marti и S. Russi приводится пример применения компаратора Mettler Toledo M One для контроля загрязнений и эффективности плазменного метода очистки поверхности гирь [31]. Типичные стандартные отклонения достигали 0,1 мкг в вакууме и 0,3 мкг в воздухе. Статистический анализ измерений дал неопределенности для

разностей масс менее, чем 0,5 мкг ($k = 2$). На рис. 11 показаны швейцарский национальный прототип килограмма PtIr № 89 и пакет дисков из платино-иридиевого сплава, использовавшийся в качестве меры сорбции. Платино-иридиевая гиря № 38 использовалась в качестве исходного эталона. Поверхностные эффекты, такие как сорбция и десорбция будут влиять на массу мер массы, по-разному. Предполагая, что коэффициент сорбции одинаков для обеих специальных гирь, разница в изменении массы между ними может быть напрямую связана с разницей в площади поверхности.

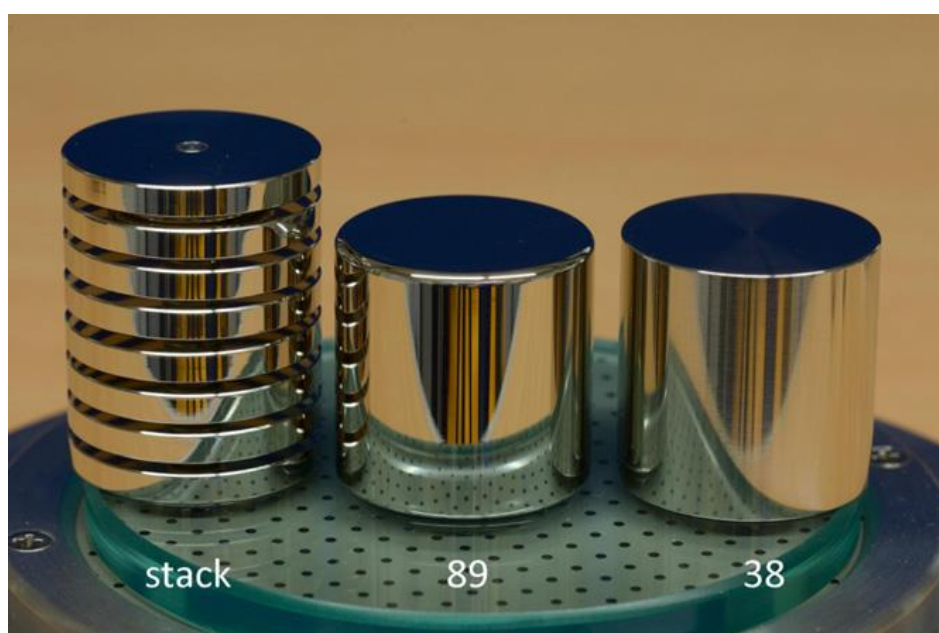


Рисунок 11 - Швейцарский национальный прототип № 89 и пакет дисков

Вначале прототип № 89 и пакет дисков сличались с эталонной гирей № 38 в условиях окружающей среды при постоянном давлении на компараторе M One в калибровочной лаборатории швейцарского института METAS. После откачки воздуха из компаратора было выполнено второе сравнение масс, с последующим анализом их химического состояния поверхности.

На рис. 12 показаны результаты измерений разности масс между пакетом и прототипом № 89.

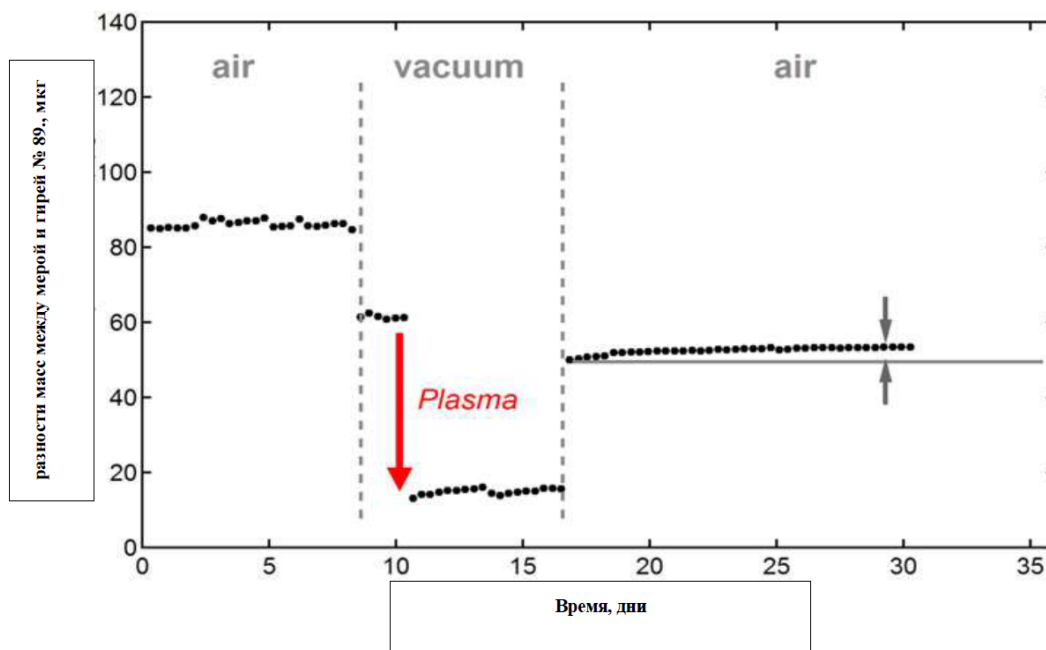


Рисунок 12 - Изменение разности масс между пакетом дисков и специальной мерой сорбции № 89

Разность масс значительно уменьшается после перехода «воздух-вакуум» и еще больше уменьшается после обработки водородной плазмой и значительно возрастает после перехода «вакуум-воздух». С учетом разницы в площади поверхности был определен коэффициент десорбции, равный $0,14 \text{ мкг} \cdot \text{см}^{-2}$.

В работе [32] компаратор Mettler Toledo M One с мерами плавучести применялись во французском метрологическом институте LNE для прямых измерений плотности воздуха и сравнения с результатами косвенных измерений, рассчитанными по формуле МБМВ. Неопределенность измерений плотности воздуха косвенным методом с применением формулы МБМВ, не считая неопределенность самой формулы, составляет $0,31 \cdot 10^{-4} \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$. Измерения выполненные в LNE подтверждают значительные расхождения между плотностью воздуха, измеренным сравнением объектов на вакуумном компараторе (гравиметрический метод) и плотностью воздуха, рассчитанной по формуле МБМВ. В то же время, по результатам последних работ VIPM и KRISS разница наблюдается между измеренной молярной

долей аргона и ее значением, используемом в формуле ВІРМ. Это подтверждается измерениями на газовом хроматографе. Если скорректировать содержание аргона в атмосферном воздухе, то эта разница становится незначительной. На рис. 13 показаны меры плавучести.



Рисунок 13 - Меры измерений плотности воздуха

В статье [33] авторы сообщают, что стабильные измерения массы в вакууме необходимы для нескольких метрологических задач. Определение плотности воздуха гравиметрическим методом с помощью специальных мер, требующих измерений разности масс двух объектов в вакууме, все возможные пути, связанные с пересмотром определения килограмма также требуют взвешивания в вакууме. Любые загрязнения эталонов будут приводить к увеличению неопределенности измерений их массы. Эта статья описывает работу по определению влияния загрязнений в процессе калибровки эталонов в вакууме. Выполнено сравнение массы платино-иридиевой меры с платино-иридиевым прототипом килограмма до и после выдержки меры в вакууме. Никаких значительных изменений разности масс объектов не были обнаружены при давлении 0,024 Па с включенным и выключенным инверторным магнитроном (ИМ), применявшимся для очистки поверхностей, не были обнаружены. При более высоком давлении

0,054 Па изменений разности масс не наблюдалось при выключенном ИМ. По мнению авторов следует подумать об использовании ИМ при давлении выше 0,024 Па в процессе вакуумного взвешивания из-за возможного появления поверхностных загрязнений.

В работе [34] авторы анализируют имеющуюся аппаратуру и методы передачи и хранения эталонных гирь в атмосфере инертных газов. Работа посвящена улучшению стабильности массы при перемещении платино-иридиевых, кремниевых и стальных эталонов между воздухом и вакуумом, используя инертный газ, например аргон, как среду переноса/хранения. Ведущиеся работы по переопределению килограмма на основе фундаментальных констант Природы касаются реализации килограмма в вакууме. Davidson оценивает прирост массы платино-иридиевых эталонов в результате их хранения в условиях окружающего воздуха между 1 и 3,5 мкг в год [35]. Проведены два испытания, чтобы проверить влияние многократного перемещения специальных мер массы с различными площадями поверхности между воздухом/инертным газом и вакуумом. В первом испытании меры массы оставались в весах в то время, как вакуумная камера, содержащая весы и специальные меры массы вакуумировалась или заполнялась сжатым воздухом или инертным газом. Во втором испытании объекты перемещались в/из камеры хранения в воздухе/инертном газе в вакуум и там взвешивались с применением эталонных гирь. Целью второго испытания было оценить эффективность хранения и переноса специальных мер массы в лабораторный воздух в сравнении с хранением в контейнерах с инертным газом и переносом их в инертный газ. Результаты испытаний переходов «воздух-вакуум» показали потерю массы для платино-иридиевых и стальных гирь и небольшой прирост массы для кремниевых объектов. В целом стабильность измеряемых объектов зацикленных между увлажненным аргонном и вакуумом была как минимум не хуже, если не лучше, чем для тех же объектов зацикленных между увлажненным воздухом и вакуумом. Второе испытание включало многократную передачу стальной и кремниевой меры массы между

вакуумом и либо аргоном, либо лабораторным воздухом для хранения. Результаты для хранившихся в воздухе стальных и кремниевых мер массы показали увеличение массы в течение эксперимента.

Рассматриваемым вопросом стабильности массы при перемещении платино-иридиевых, кремниевых и стальных эталонов между воздухом и вакуумом посвящены работы S. Davidson [36,37].

1.6 Выводы к главе 1 и постановка задач исследования

1. Международное метрологическое сообщество приняло новую систему единиц величин СИ, основанную на новых определениях основных единиц, базирующихся на фиксации фундаментальных физических констант. На 26-й ГКМВ в ноябре 2018 г. было принято новое определение килограмма на основе фиксации постоянной Планка. Россия, как и многие другие страны, некоторое время, на переходной период, не смогут самостоятельно воспроизводить килограмм по новому определению. В этот переходной период для получения размера единицы массы Россия должна будет прибегать к услугам МБМВ или Национальных метрологических институтов, которые к настоящему времени могут самостоятельно воспроизводить килограмм с расширенной относительной неопределенностью не превышающей $2 \cdot 10^{-8}$ - целевой показатель точности, достижение которого позволило принять новое определение килограмма на мировом уровне. Несмотря на то, что при переопределении килограмма в российской системе метрологического обеспечения измерений массы пока не произошло критических изменений при калибровке гирь высших классов точности, но в метрологии малых значений массы и связанных с массой величин, например, давления, в особенности при измерениях вакуума, и в определяемых связью постоянной Авогадро и моле физико-химических измерениях, где точность повышается до уровня атомной единицы массы при молекулярных измерениях, неизбежно отставание точности измерений от критических потребностей науки и технологий.

2. Анализ состояния метрологического обеспечения в области измерения массы и его соответствия требованиям, проведенный на стартовом этапе кандидатской работы, показал, что в составе Государственного первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2008 отсутствовали эталонные средства измерений, которые позволяют передавать единицу массы в условиях вакуума, постоянного давления воздуха или атмосфере любого инертного газа, отсутствует система для хранения эталонов массы в слабом потоке инертного газа и в вакууме.

3. Анализ современного состояния средств измерений массы, в том числе и эталонных, и их классификация, показали необходимость разработки государственной поверочной схемы для СИ массы, а также методик измерений разности массы в условиях вакуума и постоянного давления атмосферного воздуха, необходимых для совершенствования ГПЭ.

Были сформулированы и поставлены задачи исследования:

1) выполнить теоретические и экспериментальные исследования существующих методов передачи единицы массы от Государственного первичного эталона вторичным эталонам в условиях вакуума и атмосферного воздуха;

2) исследовать метрологические характеристики специальных мер массы влияющих величин;

3) исследовать и оптимизировать методы очистки эталонных гирь из нержавеющей стали;

4) исследовать метрологические характеристики вакуумного компаратора массы ССЛ-1007 и комплекса вспомогательной аппаратуры, обеспечивающих воспроизведение и передачу единицы массы с требуемой точностью в вакууме и в воздухе при постоянном давлении;

5) выполнить экспериментальные исследования и оценить результаты измерений разностей массы специальных мер плавучести и сорбции в вакууме, с применением вакуумного компаратора массы;

6) разработать рациональный метод передачи единицы массы от ГПЭ эталонам – копиям;

7) разработать методы передачи единицы в область килограммовых, граммовых, миллиграммовых и субмиллиграммовых масс в диапазоне номинальных значений от $5 \cdot 10^{-8}$ кг до 20 кг.

ГЛАВА 2. Теоретические и экспериментальные исследования методов и средств измерений массы в вакууме

2.1 Основные уравнения с учетом влияющих величин

Для получения сопоставимых результатов при передаче единицы массы от национальных прототипов килограмма из платиноиридиевого сплава к эталонным гилям из нержавеющей стали необходимо вводить коррекцию на влияние плавучести эталонов в воздухе. Для введения коррекции на влияние аэростатической силы необходимо знать геометрические объемы гиль и плотность окружающего воздуха. Объемы гиль определялись автором методом гидростатического взвешивания с расширенной неопределенностью около 1 мм^3 [8].

Из-за значительной разности геометрических размеров, объемов, площадей поверхности и плотности материалов эталонных гиль (эталон из платиноиридиевого сплава и нержавеющей стали) необходимо вводить коррекцию на влияние плавучести эталонных гиль в воздухе и на адсорбцию на их поверхности при переносе их из вакуума в воздух. На практике определяют плотность воздуха и контролируют изменение плотности в процессе долговременных измерений разности масс эталонных гиль.

Поправку на действие выталкивающей силы воздуха учитывают при расчете значения массы испытуемой гири m_T по формуле

$$m_T = m_R + \Delta m_{TR} \quad (4)$$

где Δm_{TR} - значение разности масс сличаемых гиль с учетом поправки на действие выталкивающей силы воздуха и других влияющих факторов;

m_R — значение массы эталонной гири, взятое из сертификата ВІРМ по результатам её сличений с Международным килограммом.

Уравнение измерений разности массы эталонных гиль m_T и m_R имеет вид [47] :

$$\Delta m_{TR} = \rho_a \{V_T^{20}[1 + \alpha_T(t - 20)] - V_R^{20}[1 + \alpha_R(t - 20)]\} - g^{-1} \frac{\partial g}{\partial h} (h_T - h_R) + I_0 - m_R^{add} - \zeta(A_T - A_R), \quad (5)$$

где V_R^{20} и V_T^{20} – объемы сравниваемых эталонных гирь при 20 °С;

α_R и α_T – температурные коэффициенты объемного расширения сравниваемых эталонных гирь;

t – температура сравниваемых эталонных гирь;

g – ускорение силы тяжести в месте измерений;

h_T и h_R – высоты центров массы гирь R и T относительно их основания;

ζ – удельная сорбция на поверхности сравниваемых эталонных гирь;

A_T и A_R – площади поверхности сравниваемых эталонных гирь;

I_0 – разность массы сравниваемых эталонных гирь, измеренная на компараторе методом замещения по результатам 6 циклов взвешивания «RTTR» .

m_R^{add} – масса добавочной гири, уравнивающей дополнительную потерю веса в воздухе гири R по сравнению с гирей T .

Для гирь, которые не переносились из вакуума в атмосферный воздух, последнее слагаемое в (5) не учитывают.

В соответствии с правилами содержания и применения ГЭТ 3-2008 (до совершенствования эталона) и практикой метрологических лабораторий НМИ разных стран (ГОСТ OIML R 111-1-2009) плотность воздуха определяли методом косвенных измерений по результатам прямых измерений атмосферного давления, температуры, относительной влажности окружающего воздуха и содержания в нем углекислого газа, связанных между собой уравнением Клайперона-Менделеева в форме, предложенной ВІРМ (формула для плотности воздуха ВІРМ). Стандартную относительную неопределенность измерений (1σ), ее предельно возможное значение по этому методу, оценивают величиной $1.5 \cdot 10^{-4}$ [10]. Данный факт ограничивал точность передачи ГПЭ единицы массы.

2.2 Меры массы влияющих величин

Внешний вид специальных мер плавучести и сорбции показан на рисунке 14.



Рисунок 14 – Комплект специальных мер плавучести и сорбции

Комплект состоит из трех гирь из нержавеющей стали, массой, близкой к 1 кг: гиря в виде сплошного цилиндра, сплошная гиря в форме гантели и гиря в форме цилиндра с внутренней полостью, из которой откачен воздух. Применение в данной работе специальных мер плавучести и сорбции позволило повысить точность измерений плотности воздуха в 3 раза, по сравнению с косвенным методом измерений по результатам прямых измерений атмосферного давления, относительной влажности и температуры [7]. Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха прямым методом представлен в таблице 25.

С применением в данной работе вакуумного компаратора массы на 1 кг стало возможным определение плотности воздуха прямым экспериментальным методом со стандартной относительной неопределенностью около $1 \cdot 10^{-5}$. Термин «прямой метод» применяется в том смысле, что плотность воздуха и удельную сорбцию измеряют с помощью

того же средства измерений, что и для измерений массы, без участия средств измерений других величин. При этом плотность воздуха определяют как разность значений разности массы специальных мер массы, измеренных в вакууме и в исследуемом воздухе, деленной на разность объемов специальных мер плавучести.

Использование еще двух специальных мер массы, названных мерами сорбции, позволяет оценить поверхностные сорбционные эффекты, вызванные изменением условий между вакуумом и атмосферным воздухом. Считаем, что вакуум с остаточным давлением порядка 10^{-4} Па (10^{-6} мб) полностью очищает поверхность металла от переменной поверхностной пленки – в основном молекулы воды, оставляя на поверхности мер остаточную стабильную поверхностную пленку. Величину изменений массы этих пленок оценивают 0.2 мкг/см^2 для разности массы [14].

2.2.1 Описание комплекта специальных мер массы влияющих величин

Комплект гирь специальной формы, называемые специальными мерами массы, предназначен для определения плотности окружающего воздуха и исследований удельной сорбции на поверхности эталонных гирь при помощи вакуумного компаратора массы.

В состав комплекта специальных мер массы плавучести и сорбции входят три гири из нержавеющей стали массой 1 кг разной формы:

- одна гиря № 11А (S) в форме прямого сплошного цилиндра, имеющая наименьший объем и наименьшую из трех гирь площадь поверхности;

- одна гиря № 11В (H) в форме прямого цилиндра с внутренней полостью, из которой откачен воздух (вакуумированная), имеющая наибольший объем и одинаковую площадь поверхности с гирей в форме гантели;

- одна гиря № 11С (*D*) в форме гантели, имеющая наибольшую площадь поверхности и одинаковый объем со сплошной гирей в форме прямого цилиндра.

Комплект гирь (специальных мер массы) необходим для получения согласованных результатов сличений эталонных гирь в условиях вакуума и в условиях окружающего атмосферного воздуха.

Характеристики специальных мер массы (гирь специальной формы):

- масса каждой гири из состава комплекта мер – 1 кг.
- пределы допускаемой абсолютной погрешности массы – $\pm 0,5$ мг.
- значения остаточной намагниченности и магнитной восприимчивости – согласно ГОСТ OIML R 111-1-2009 для гирь класса E_1 .
- шероховатость поверхности каждой меры из состава комплекта – согласно ГОСТ OIML R 111-1-2009 для гирь класса E_1 .
- материал, из которого изготовлены специальные меры массы – специальная нержавеющая сталь (плотность согласно – ГОСТ OIML R 111-1-2009).

2.2.2 Результаты измерений метрологических характеристик специальных мер массы влияющих величин

Измерения разности массы специальных мер массы проводились на вакуумном компараторе по циклу взвешивания «*RTTR*», площадь поверхности рассчитывалась по геометрическим размерам, плотность гирь получена расчетным путем по полученным значениям массы и объема. Объем рассчитан через среднюю плотность гирь измеренных по методу гидростатического взвешивания пункт В.7.5.3 ГОСТ OIML R 111-1-2009. Коэффициент линейного расширения взят из справочника для нержавеющей стали.

Полая гиря (hollow): масса $m_H = 999.998803$ г, объем $V_H = 209,399$ см³, плотность $\rho_{hol} = 4,776$ г/см³, площадь поверхности $S = 198,589$ см², температурный коэффициент линейного расширения $a = 17,3 \cdot 10^{-6}$ °C⁻¹

Фронтальный разрез специальной меры массы «Н» изображен на рисунке 15.

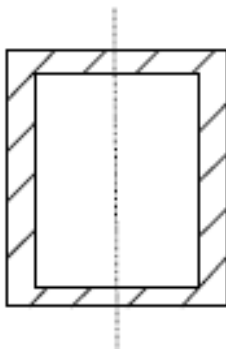


Рисунок 15 – Фронтальный разрез специальной меры массы «Н»

При взвешивании в воздухе на полый цилиндр была добавлена гиря 200 мг-0,65 мг = 199,35 мг объемом 0,0232 см³, с тем чтобы разность массы находилась в пределах диапазона компарирования (электронный диапазон компаратора).

Гантель (dumbbell): масса $m_{dum} = 999,998744$ г, объем $V_{dam} = 124,829$ см³, плотность $\rho_{dam} = 8,011$ г/см³, площадь поверхности $S = 198,589$ см².

Фронтальная проекция специальной меры массы «D» изображена на рисунке 16.

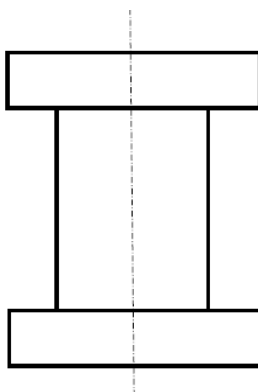


Рисунок 16 – Фронтальная проекция специальной меры массы «D»

Результаты измерений разности массы гири в форме гантели и полой гири в вакууме (июль 2017 г.) составила $m_{DH} = 1,07597$ мг .

Разность объемов $V_H + V_{200} - V_D = 84,5932$ см³.

Погрешность измерений площади поверхностей специальных мер массы составила 0.0001 см^2 .

Сплошной цилиндр (solid): масса $m_s = 999,999883 \text{ г}$, объем $V_s = 124,814 \text{ см}^3$, площадь поверхности $S = 145,153 \text{ см}^2$, плотность $\rho_s = 8,01192 \text{ г/см}^3$.

Фронтальный разрез специальной меры массы «S» изображен на рисунке 17

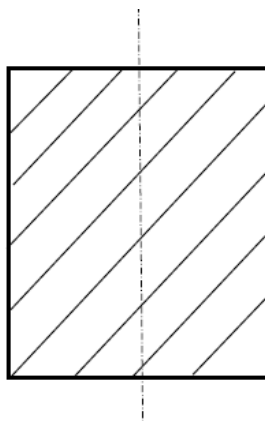


Рисунок 17 – Фронтальный разрез специальной меры массы «S»

Разность массы гири в форме гантели и полый гирей, (D) – (H), значения плотностей воздуха, представлена в таблице 6. Разность объемов этих гирь $\Delta V_{DH} = 84,570 \text{ см}^3$

Таблица 6 – Разность массы специальных мер в разных средах значения плотностей воздуха.

Среда	Разность массы	Численное значение, мг	Плотность воздуха, мг/см ³	
			Косвенные измерения	Прямые измерения
Воздух	Δm_a	102,72379	Косвенные измерения	Прямые измерения
Вакуум	Δm_v	1,07597	-	-
Разность	$\Delta m_v - \Delta m_a$	101,67782	1,20190	1,20196

Здесь Δm_a и Δm_v – разности массы специальных мер плавучести, измеренных на вакуумном компараторе в воздухе и в вакууме.

На основании измерений в состав ГПЭ ввели комплект специальных мер массы плавучести и сорбции, с целью перехода на прямые методы измерений плотности воздуха и удельной сорбции. Метрологические и

технические характеристики специальных мер массы, полученные автором [47], приведены в таблице 7.

Таблица 7 - Метрологические и технические характеристики специальных мер массы.

Обозначение/Форма	Объем, см ³	Поверхность, см ²	Масса, г
11А/ Сплошной цилиндр	124,814±0,001	145,153±0,15	999,999883±0,00017
11В/Цилиндр с внутренней полостью	209,399±0,001	198,589±0,20	999,998803±0,00017
11С/ Гантель	124,829±0,001	198,589±0,20	999,998744±0,00017
Материал - специальная нержавеющая сталь (плотность согласно – OIML R 111 с температурным коэффициентом линейного расширения $\alpha = 17,3 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.			

2.2.3 Косвенный метод измерений плотности воздуха

В 1981 г. Международный комитет мер и весов (МКМВ) в соответствии с [7], [10] рекомендовал следующее уравнение для определения плотности влажного воздуха ρ_a :

$$\rho_a = \frac{pM_a}{ZRT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{M_v}{M_a} \right) \right], \quad (6)$$

где p – давление;

M_a – молярная масса сухого воздуха;

Z – сжимаемость;

R – молярная газовая постоянная;

T – термодинамическая температура по МТШ-90;

x_v – молярная масса водяного пара;

M_v – молярная масса воды.

Эта формула стала известна как уравнение МКМВ-81 или косвенный метод измерения плотности воздуха. С момента ее опубликования в 1981 г. было внесено несколько изменений в рекомендованные значения используемых констант. Формула в настоящее время называется «уравнением для определения плотности влажного воздуха 1981/91» или «уравнением 1981/91», после того как Консультативный комитет по массе (ССМ) на своем заседании в 1991 г. внес несколько поправок в константы, используемые в данной формуле.

Молярная масса сухого воздуха M_a

Молярная масса сухого воздуха M_a может быть рассчитана, с использованием x_{CO_2} как молярной доли оксида углерода, следующим образом [10]:

$$M_a = [28,9635 + 12,011(x_{CO_2} - 0,0004)] < 10^{-3} \text{ кг}\cdot\text{моль}^{-1}. \quad (7)$$

Таблица 8 - Рекомендованное значение для M_a/R при $x_{CO_2} = 0,0004$

Константа	Рекомендованное значение 1991 г.	Единицы
M_a/R	3,48349	$10^{-3} \text{ кг кДж}^{-1}$

Молярная масса водяного пара, x_v

Молярную массу водяного пара x_v как функцию относительной влажности hr или точки росы t_r , коэффициента усиления f и давления насыщенного пара влажного воздуха p_{sv} находят по формуле

$$x_v = (hr) f(p, t) \frac{p_{sv}(t)}{p} = f(p, t_r) \frac{p_{sv}(t_r)}{p}, \quad (8)$$

где hr – относительная влажность, выраженная как доля;

p – давление;

t – температура в градусах Цельсия;

$p_{sv}(t)$ – давление насыщенного пара влажного воздуха;

t_r – точка росы.

Давление насыщенного пара влажного воздуха p_{sv} находят по формуле

$$p_{sv} = 1 \text{ Па} \times \exp\left(AT^2 + BT + C + \frac{D}{T}\right), \text{ Па} \quad (9)$$

где A, B, C и D – константы для расчета давления пара при насыщении.

Коэффициент усиления f

Коэффициент усиления f является функцией трех констант (α, β, γ) и температуры t в градусах Цельсия. Коэффициент находят по формуле

$$f = \alpha + \beta p + \gamma t^2. \quad (10)$$

Таблица 9 - Рекомендованные значения констант (α, β, γ) [7]

Константа	Рекомендованное значение 1991 г.	Единица
α	1,00062	-
β	4,14	10^{-8} Па^{-1}
γ	5,6	10^{-7} К^{-2}

Коэффициент сжимаемости Z

Коэффициент сжимаемости Z находят по формуле

$$Z = 1 - \frac{p}{T} \left[a_0 + a_1 t + a_2 t^2 + (b_0 + b_1 t) x_v + (c_0 + c_1 t) x_v^2 \right] + \frac{p^2}{T^2} (d + e x_v^2). \quad (11)$$

Таблица 10 - Рекомендованные значения констант $\alpha_0, \alpha_1, \alpha_2, b_0, b_1, c_0, c_1, d, e$

Константа	Рекомендованное значение 1991 г.	Единица
α_0	1,581 23	$10^{-6} \text{ К} \cdot \text{Па}^{-1}$
α_1	- 2,933 1	$10^{-8} \cdot \text{Па}^{-1}$
α_2	1,104 3	$10^{-10} \cdot \text{К}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1}$
b_0	5,707	$10^{-6} \cdot \text{К} \cdot \text{Па}^{-1}$
b_1	- 2,051	$10^{-8} \cdot \text{Па}^{-1}$

Продолжение таблицы 10

Константа	Рекомендованное значение 1991 г.	Единица
c_0	1,989 8	$10^{-4} \cdot \text{К} \cdot \text{Па}^{-1}$
c_1	- 2,376	$10^{-6} \cdot \text{Па}^{-1}$
d	1,83	$10^{-11} \cdot \text{К}^2 \cdot \text{Па}^{-2}$
e	- 0,765	$10^{-8} \cdot \text{К}^2 \cdot \text{Па}^{-2}$

Приближенная формула для расчета плотности воздуха

Наиболее точной формулой для расчета плотности воздуха является формула МКМВ (1981/91) по [7], [10].

Значение плотности воздуха, $\text{кг}/\text{м}^3$, во время измерений может быть вычислено также по приближенной формуле

$$\rho_a = \frac{0,34848 \cdot P - 0,009024 \cdot (hr) \cdot e^{0,0612 \cdot t}}{273,15 + t}, \quad (12)$$

где P – атмосферное давление, мбар или гПа;

hr – относительная влажность, %;

t – температура окружающего воздуха, °С.

Если $900 \text{ мбар} \leq P \leq 1100 \text{ мбар}$, $15 \text{ °С} \leq t \leq 25 \text{ °С}$ и $hr \leq 80 \%$, то относительная неопределенность определения плотности воздуха, вычисленная по формуле (12), не превышает $2 \cdot 10^{-4}$.

Для гирь класса точности уровня точности национальных эталонов, вторичных рабочих эталонов и гирь класса точности E_1 плотность воздуха всегда определяют на основе соответствующих измерений.

Неопределенность плотности воздуха измеренная косвенным методом.

Относительную стандартную неопределенность плотности воздуха $u(\rho_a) / \rho_a$ можно рассчитать

$$\frac{u(\rho_a)}{\rho_a} = \sqrt{\left(\frac{u_p(\rho_a)}{\rho_a} \cdot u(p)\right)^2 + \left(\frac{u_T(\rho_a)}{\rho_a} \cdot u(T)\right)^2 + \left(\frac{u_{RH}(\rho_a)}{\rho_a} \cdot u(RH)\right)^2 + \left(\frac{u_{\text{form}}(\rho_a)}{\rho_a}\right)^2} \quad (13)$$

с коэффициентами чувствительности (полученными из формулы СИРМ для плотности воздуха)

$$u_p(\rho_a) / \rho_a = 1 \times 10^{-5} \text{ Па}^{-1} \text{ для атмосферного давления,}$$

$$u_T(\rho_a) / \rho_a = -4 \times 10^{-3} \text{ К}^{-1} \text{ для температуры воздуха,}$$

$u_{RH}(\rho_a) / \rho_a = -9 \times 10^{-3}$ для относительной влажности (безразмерная величина, не проценты).

Эти коэффициенты чувствительности также можно использовать для уравнения (12).

Уравнение (13) можно аппроксимировать в виде (14), исходя из следующих допущений:

стандартная неопределенность для вариаций давления, исходя из метеорологических данных, показывающая, что это нормальное распределение, равна 10 гПа;

максимальная вариация влажности равна 80 %.

максимальную вариацию температуры в этом месте включают в виде ΔT

$$\frac{u(\rho_a)}{\rho_a} = \sqrt{1,07 \times 10^{-4} + 1,33 \times 10^{-6} \text{ К}^{-2} \Delta T^2} \quad (14)$$

Пример стандартной неопределенности плотности воздуха, вычисленной для значений параметров с помощью формулы (12) представлен в таблице 11.

Таблица 11- Пример бюджета стандартной неопределенности плотности воздуха

$u(p)$, гПа	ΔT , К	ΔRH , %	$\frac{u_p(\rho_a)}{\rho_a} u(p)$	$\frac{u_T(\rho_a)}{\rho_a} u(T)$	$\frac{u_{RH}(\rho_a)}{\rho_a} u(RH)$	$\frac{u_{\text{form}}(\rho_a)}{\rho_a}$	$\frac{u(\rho_a)}{\rho_a}$
10	20	20	1×10^{-2}	$-2,31 \times 10^{-2}$	$-5,20 \times 10^{-4}$	$2,4 \times 10^{-4}$	$2,52 \times 10^{-2}$

ΔT - максимальная вариация температуры и ΔRH - максимальная вариация влажности в месте расположения весов.

2.2.4 Прямой (весовой массовый) метод измерений плотности воздуха

Наиболее точным по сравнению с косвенным методом является прямой метод измерений плотности воздуха и удельной сорбции с применением специальных мер плавучести.

Комплект специальных мер массы состоит из трех гирь произведенных из нержавеющей стали, массой, близкой к 1 кг: гиря в виде сплошного цилиндра, сплошная гиря в форме гантели и гиря в форме цилиндра с внутренней полостью, из которой откачен воздух (рисунки раздела 2.2.2).

Плотность воздуха, прямым методом, определяют как разность значений разности массы специальных мер, измеренных в вакууме и в исследуемом воздухе, деленной на разность объемов этих специальных мер массы.

$$\rho_a = \frac{\Delta m_{DH}^a - \Delta m_{DH}^V}{V_H - V_D}, \quad (15)$$

где ρ_a – плотность воздуха;

Δm_{DH}^V и Δm_{DH}^a – разность массы специальных мер плавучести в воздухе и в вакууме, соответственно;

V_H и V_D – значения объемов специальных мер плавучести измеренных при первичной аттестации;

Суммарную неопределенность рассчитывают по формуле

$$u_c(\rho_a) = \sqrt{u_A(\rho_a)^2 + u_B(\rho_a)^2}. \quad (16)$$

Использование еще двух специальных мер, позволяет оценить поверхностные эффекты загрязнения (налипания), вызванные изменением условий между вакуумом и атмосферным воздухом. Считаем, что вакуум с остаточным давлением порядка 10^{-4} Па (10^{-6} мб) полностью очищает поверхность металла от переменной пленки, оставляя на поверхности специальных мер стабильную пленку. Величину этих изменений оценивают величиной около $0,2$ мкг/см² для разности массы.

$$\zeta_a = \frac{\Delta m_{DS}^a - \Delta m_{DS}^V}{A_D - A_S}. \quad (17)$$

где ρ_a – плотность воздуха;

ζ_a – удельная сорбция на поверхности гирь;

Δm_{DS}^a и Δm_{DS}^V - разность массы специальных мер сорбции в воздухе и в вакууме, соответственно;

A_D и A_S площади поверхности специальных мер сорбции.

Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха прямым методом представлен в таблице 24.

2.2.5 Градуировка специальных мер массы плавучести и сорбции в вакууме

Измерения разности массы специальных мер массы плавучести и сорбции в вакууме проводят на вакуумном компараторе ССЛ 1007 в представленном составе, при остаточном давлении около $2 \cdot 10^{-4}$ Па. Предварительно загружают кремниевую сферу и комплект специальных мер массы (меры плавучести и сорбции) в камеру компаратора с помощью вакуумной транспортной системы ВТС, устанавливают их на альтернатор нагрузки. При этом автоматически выполняется центрирование установленных нагрузок.

Проводят подготовительные работы перед измерениями на ГПЭ в соответствии с его Правилами содержания и применения и технической документацией на эталонное и вспомогательное оборудование. Выполняют предварительную откачку воздуха из камеры компаратора с помощью форвакуумного насоса. После достижения необходимого форвакуума включают турбомолекулярный насос и продолжают откачку воздуха до достижения остаточного давления около $2 \cdot 10^{-4}$ Па и стабилизации температуры. Цель - обеспечить минимальное влияние атмосферного воздуха на результат измерений, чтобы можно пренебречь влиянием аэростатической силы, действующей на сличаемые эталоны.

Разность массы мер плавучести и сорбции определяют следующим образом:

После установки объектов включают ВК и на БУ устанавливают необходимую программу, задающую тип и число циклов взвешивания и последовательность сличений между собой. По окончании измерений оформляют протокол с результатами и оценкой неопределенности (СКО).

Разность массы двух специальных мер массы рассчитывалась по формуле [45].

$$\Delta m_{xy} = \frac{1}{2} [(I_{x1} - I_{y1}) + (I_{x2} - I_{y2})] , \quad (18)$$

где Δm_{xy} – разность массы между мерами массы «х» и «у»;

I_{x1} и I_{x2} – последовательные два отсчета показаний компаратора после двух последовательных его нагружениях «исследуемой» гирей «Т»;

I_{y1} и I_{y2} – последовательные два отсчета показаний компаратора после двух последовательных его нагружениях «исследуемой» гирей «R»;

В схему сличений эталонов-копий должны быть включены все три специальных меры массы из комплекта.

Измерения проводят не менее $n = 6$ циклов «RTTR». За результат принимают среднее арифметическое значение $\overline{\Delta m_{xy}}$ разности массы мер плавучести (между полый гирей и гирей в форме гантели) и мер сорбции (между гирей в форме гантели и сплошного цилиндра).

Среднее арифметическое и стандартное отклонение для каждой разности находят по формулам

$$\overline{\Delta m_{xy}} = \frac{1}{6} \sum_{q=1}^6 \Delta m_{xy_{qk}} , \quad k = 1, 2, \dots, n. \quad (19)$$

где k – номер разностного уравнения в системе условных уравнений;

n – число разностных уравнений.

$$s_k = \sqrt{\frac{\sum_{q=1}^6 (\Delta m_{xy_{qk}} - \overline{\Delta m_{xy}})^2}{5 \cdot 6}}, \quad (20)$$

Таким образом каждое сравнение пары эталонных гирь характеризуется средним арифметическим значением разности массы и стандартным отклонением из 6 циклов взвешивания.

2.2.6 Исследование прямого метода измерений плотности воздуха

В 2017 году проводились экспериментальные исследования по определению разности массы мер плавучести в вакууме и в воздухе с применением вакуумного компаратора CCL1007. Значение полученных разностей массы мер плавучести в вакууме и в воздухе позволило определить плотность воздуха в герметичной камере вакуумного компаратора CCL 1007 прямым методом. Одновременно плотность воздуха измерялась общепринятым косвенным методом по результатам прямых измерений атмосферного давления, температуры, относительной влажности и концентрации углекислого газа с применением уравнения для плотности воздуха, рекомендованного МБМВ. Расхождения между двумя методами не превысили 0,04 %. При этом теоретическая оценка неопределенности прямого метода составляет около 0,004 %, в то время оценка для косвенного метода составляет около 0,02 %. Прямой метод измерений плотности воздуха наиболее эффективен при сличениях эталонных гирь с помощью вакуумного компаратора. Заметные расхождения в результатах измерений плотности воздуха связаны с тем, что плотность воздуха косвенным методом измерялась не в самой камере компаратора, а снаружи сразу после ее герметизации, т.к. эталонный барометр БОП-1 не возможно разместить внутри камеры компаратора.

Комплект специальных мер массы использован для прямых измерений плотности воздуха в герметичном корпусе вакуумного компаратора и удельной сорбции, необходимые для внесения соответствующих поправок в

уравнения измерений при сравнениях вторичных эталонов единицы массы в условиях атмосферного воздуха при постоянном давлении. Перед проведением таких измерений необходимо измерить две разности массы между объектами в виде полый гири «Н» и в виде гантели «D», Δm_{DH} , и мерами массы в виде гантели и в виде сплошного цилиндра в условиях вакуума. По результатам измерений разности массы между этими мерами в вакууме и в воздухе можно определить плотность воздуха ρ_a и удельную сорбцию ε_w используя формулы (15) и (17).

Плотность воздуха одновременно измерялась прямым и косвенным методом по результатам прямых измерений атмосферного давления, температуры и влажности воздуха в соответствии с уравнением (12). Измерения параметров воздуха проводились с помощью аппаратуры из состава ГПЭ. Результаты измерений параметров окружающего воздуха приведены в таблице 12.

Таблица 12- Результаты измерений параметров окружающего воздуха

Измеряемая величина	Средство измерений	Погрешность	В начале измерений	В конце измерений
Давление, гПа	Барометр цифровой № R1820312	0,1	1014,07	1014,08
Температура, °С	Платиновый термометр № 328284	0,02	19,96	19,99
Относительная влажность, %	Измеритель влажности № 28052086	1,0	36,0	36,0
Плотность воздуха, г/см ³	Косвенный метод	0,00012	1,20187	1,20175

Средне значение плотности воздуха, измеренное косвенным методом, составило 1,20177 г/см³.

Расхождение плотности воздуха прямым и косвенным методом составило 0,01 %, что не превышает погрешности измерений плотности воздуха косвенным методом [7].

Разность площади поверхностей гирь в форме гантели и в форме сплошного цилиндра составила $\Delta A = 53,436 \text{ см}^3$. Разность массы гири в форме гантели и сплошной гири представлена в таблице 13.

Таблица 13 - Разность массы гири в форме гантели и сплошной гири

Среда	Обозначение	Численное значение, мг
Воздух	Δm_a	-0,00856
Вакуум	Δm_v	0,04069
Разность	$\Delta m_v - \Delta m_a$	0,04925

Удельная сорбция массы при переходе от вакуума к воздуху составила 0,00092 мг/см².

Меры массы (D) и (H) имеют одинаковую массу, близкую к 1 кг, и одинаковую площадь поверхности, но существенно различные геометрические объемы. Меры массы (D) и (S) также имеют одинаковую массу, близкую к 1 кг, и одинаковые геометрические объемы, но существенно различные площади поверхности.

Объемы комплекта мер массы предварительно измерены методом гидростатического взвешивания, с помощью которого обычно измеряют объемы эталонных гирь [14], площади поверхности вычислялись по результатам их геометрических размеров. Результаты измерений разности массы соответствующих мер массы, выполненные на компараторе CCL 1007 в вакууме в феврале 2020 года приведены в таблице 14.

Таблица 14 - Результаты измерений разности массы мер массы

Дата/время	Δm_{DH} , мг	СКО, мг	Δm_{DS} , мг	СКО, мг
04.02.20/ 0537	1,07603	0,00008	0,04135	0,00015
04.02.20 /1425	1,07607	0,00053	0,04094	0,00015
04.02.20 /2316	1,07589	0,00036	0,04085	0,00069
05.02.20 /0806	1,07610	0,00026	0,04077	0,00016
05.02.20 /1656	1,07624	0,00091	0,04063	0,00039
05.02.20 /0145	1,07575	0,00029	0,03996	0,00150
06.02.20 /1035	1,07595	0,00025	0,04064	0,00006
06.02.20 1925	1,07575	0,00040	0,04037	0,00029
Среднее	1,07597	0,00039	0,04069	0,00042

Протоколы измерений приведены в Приложении А.

Одна из возможных схем сличений представлена в таблице 15.

Таблица 15 - Схема сличений

№ п/п	№ 12	№ 4	№ 5	№ 1	№ 2	№ 6	№ 7	№ 8	Δm
1	+1	0	0	0	0	0	0	0	m_{ref}
2	+1	-1	0	0	0	0	0	0	m_{12-4}
3	+1	0	-1	0	0	0	0	0	m_{12-5}
4	+1	0	0	-1	0	0	0	0	m_{12-1}
5	+1	0	0	0	-1	0	0	0	m_{12-2}
6	0	+1	-1	0	0	0	0	0	m_{4-5}
7	0	+1	0	-1	0	0	0	0	m_{4-1}
8	0	+1	0	0	-1	0	0	0	m_{4-2}
9	0	+1	0	0	0	-1	0	0	m_{4-6}
10	0	+1	0	0	0	0	-1	0	m_{4-7}
11	0	+1	0	0	0	0	0	-1	m_{4-8}
12	0	0	0	0	0	+1	-1	0	m_{6-7}
13	0	0	0	0	0	0	+1	-1	m_{7-8}

Здесь № 12 – национальный прототип килограмма № 12 из состава ГПЭ единицы массы;

№ 4 и № 5 – эталоны-копии, принадлежащие ВНИИМ;

№ 1 и № 2 - эталоны-копии, принадлежащие другим территориальным органам Росстандарта;

№ 6, № 7 и № 8 – комплект спец. мер массы плавучести и сорбции.

Первая строка таблицы указывает на опорное значение массы, представляемое массой прототипа килограмма № 12. Остальные строки показывают, какие две эталонные гири сличаются на компараторе между собой. Все указанные гири одновременно устанавливаются на поворотном столе (альтернатор выбора нагрузки) компаратора.

Каждая строка таблицы 15 соответствует результату измерений разности массы соответствующих двух гирь. Проводится 6 измерений по циклу «RTTR» с применением уравнения (18).

На рисунке 18 схематично представлен переход «воздух - вакуум»

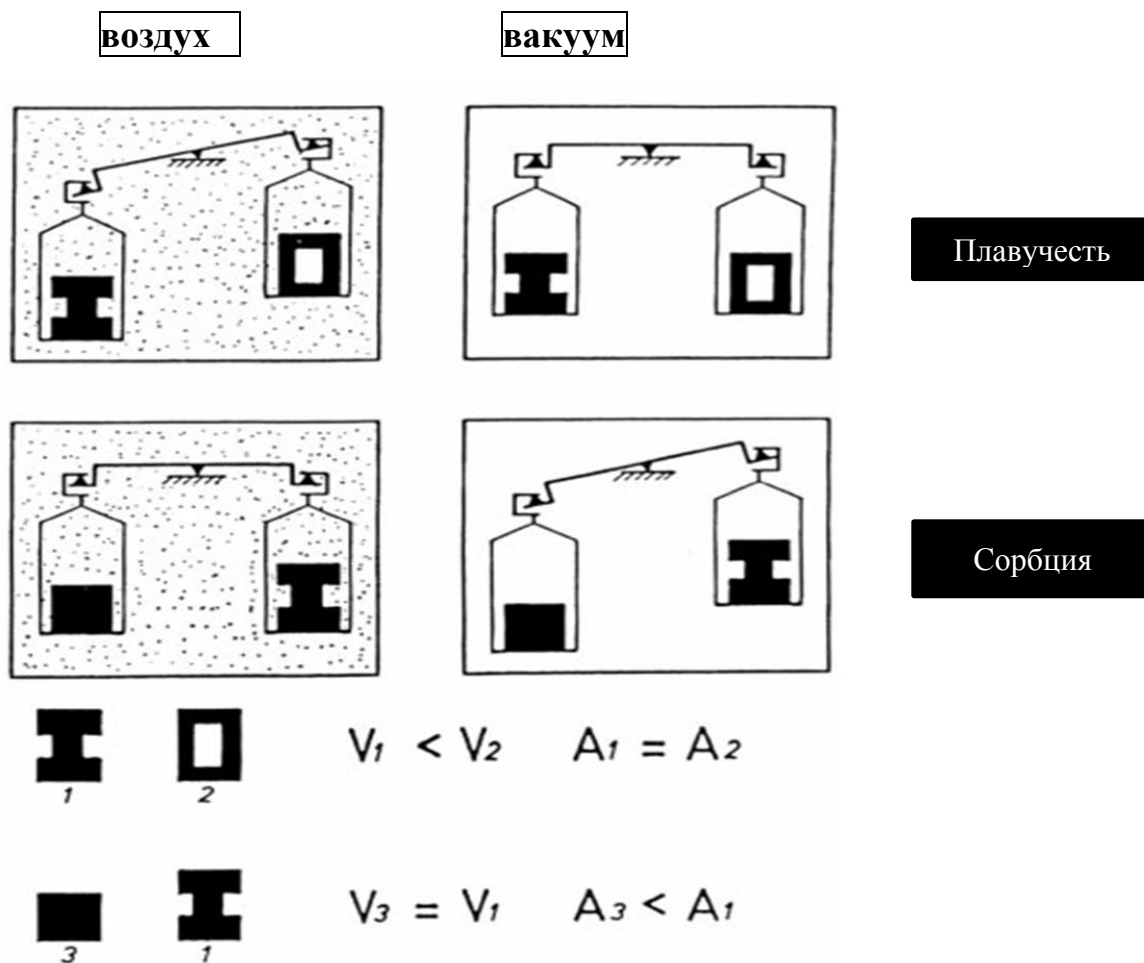


Рисунок 18 - Переход «воздух - вакуум»

2.2.7 Выводы к параграфу 2.2

В результате выполнения исследований были определены разности массы соответствующих специальных мер массы в вакууме в качестве градуировочных констант. СКО результатов измерений не превысило 0,00006 мг (0,06 мкг) для мер плавучести и 0,00014 мг (0,14 мкг) – для мер сорбции.

Многократные результаты калибровки специальных мер плавучести и сорбции подтвердили высокую стабильность их метрологических характеристик и обеспечили повышение точности передачи ГПЭ единицы массы за счет перехода на прямой метод измерений плотности воздуха и учета влияния сорбции при передаче единицы массы вторичным эталонам в условиях атмосферного воздуха.

В алгоритм методики передачи единицы массы Правил содержания и применения ГПЭ единицы массы включен соответствующий раздел.

В состав ГПЭ в процессе совершенствования включен комплект специальных мер массы.

2.3 Компаратор массы CCL 1007

Работа над диссертацией включила в себя работу по совершенствованию Государственного первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2008. Превнесенные совершенствования были обусловлены необходимостью перехода на новое определение килограмма в соответствии с решением 26 –й ГКМВ.

В состав эталона введен современный вакуумный компаратор массы CCL 1007 фирмы «Сарториус» (Германия), приобретенный и испытанный ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" в рамках завершенной НИР "Масса-ФФК". Внешний вид компаратора CCL 1007 с вакуумной транспортной системой показан на рисунке 19 [47], [48] .

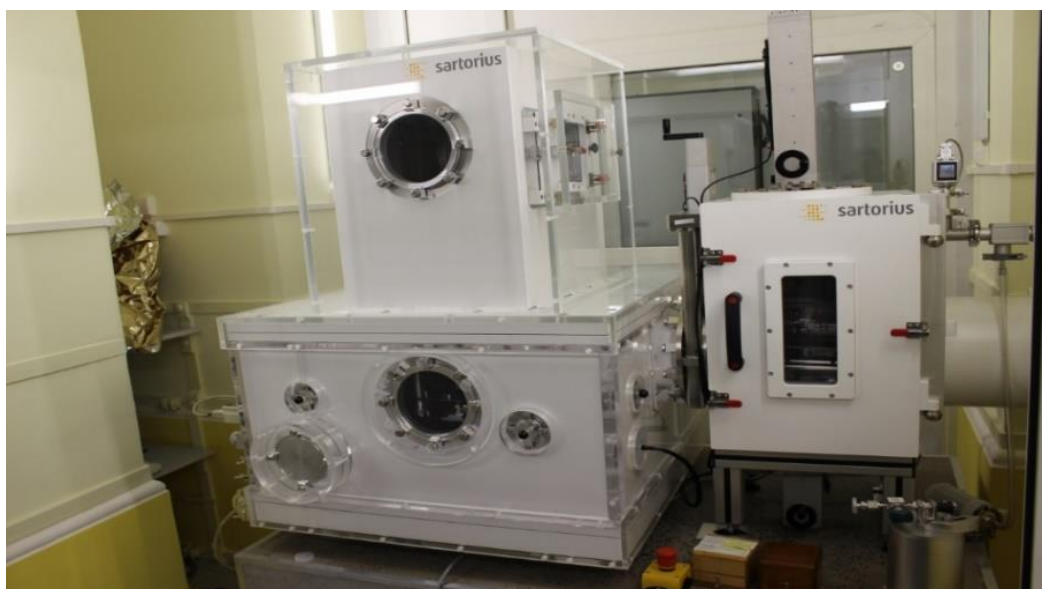


Рисунок 19 – Вакуумный компаратор CCL 1007 с вакуумной транспортной системой VTS

Это первый в РФ вакуумный компаратор массы, обеспечивающий повышение точности измерений массы, необходимые для решения задач метрологического обеспечения в атомной промышленности, в развитии космических технологий, а также в оборонной промышленности и других отраслях народного хозяйства. Метрологические и технические характеристики вакуумного компаратора приведены в таблице 16.

Таблица 16 - Метрологические и технические характеристики вакуумного компаратора массы Sartorius CCL 1007 s/n 33300001

Наименование характеристики	Значение
Максимальная нагрузка, г,	1031
Дискретность, мкг,	0,1
Электрический диапазон взвешивания, г,	31
Воспроизводимость (6 циклов «АВВА»), мкг, не более	0,2
Погрешность нецентрального нагружения	Отсутствует (благодаря специальной конструкции грузоприемного устройства)
Время стабилизации, с, не более	80
Номиналы поверяемых гирь, г	E1: 100 г – 1000 г

Количество позиций на поворотном столе	8
Режим работы	Автоматический
Конструкция корпуса	Герметичная из алюминиевого сплава
Рабочее давление в корпусе, мб	$5 \cdot 10^{-6}$ - 1100

Группа компаний «Сарториус» является ведущим международным поставщиком лабораторных и технологических изделий, охватывающих сегменты биотехнологии и мехатроники.

Точность измерений до 10-х миллионных долей грамма, высочайшие технические характеристики, высокие повторяемость и уровень надежности, принесли компании Sartorius заслуженную репутацию.

В «Сарториус» разработали уникальный масс-компаратор совместно с ВРМ и Институтом технологических измерений и сенсорной техники при Техническом университете Ильменау в Германии. Этот компаратор массы позволяет точно определять различия в массе между эталонами массы 1 кг до 0,1 микрограмма, что соответствует разрешению $1 \cdot 10^{-11}$ в относительных единицах.

Компаратор массы CCL 1007 защищен от колебаний в условиях окружающей среды алюминиевой вакуумной камерой, измерения могут быть выполнены в условиях высокого вакуума до $1 \cdot 10^{-4}$ Па ($1 \cdot 10^{-6}$ миллибара).

В отличие от вакуумных корпусов из нержавеющей стали, алюминиевая камера не создает дополнительного воздействия из-за магнитных эффектов на систему взвешивания. Компаратор CCL 1007 позволяет легко и точно вводить испытуемые гири через загрузочный люк при помощи автоматического загрузочного устройства без открытия вакуумной камеры. Исследуемые объекты и эталонные гири размещаются на поворотном столе компаратора называемом “альтернатор нагрузки”, может быть помещено до восьми измеряемых объектов. Положение гирь на альтернаторе нагрузки устанавливается на рабочем терминале. Там же вводится количество объектов и метод сравнения исследуемых эталонов.

Трехточечный подъемный механизм вакуумной транспортной системы (ВКС) перемещает объект внутрь вакуумной камеры, не нарушая вакуума. Трехточечный держатель позволяет безопасно обращаться как с цилиндрическими грузами, так и с кремниевыми сферами. В процессе загрузки эталонов массы автоматически осуществляется контроль и регулировка их положения. Подъемный механизм определяет центр тяжести гири автоматически, тремя датчиками определяется центрирование гири на грузоприемном устройстве.

С помощью автоматического грузочного устройства гири могут быть занесены в герметичную камеру компаратора, исключая необходимость открывать всю вакуумную камеру. Автоматическая загрузка, позволяет сохранить стабильность температуры компаратора, а так же гарантирует точную и надежную установку и центровку гирь.

Внутри вакуумной камеры все компоненты свободны от масла и смазки и, таким образом, устойчивы к высокому вакууму. Внутри камеры достаточно места для установки дополнительных измерительных приборов. Более 20 вакуумных фланцев позволяют разместить дополнительные датчики в вакуумной камере.

Двигатели для привода альтернатора нагрузки и лифтовых устройств расположены вне вакуумной камеры. Усилие передается через оси вращения и вакуумные муфты внутрь вакуумной камеры. Альтернатор нагрузки приводится в действие проволочной системой.

Весовая ячейка компаратора массы расположена в верхней части вакуумной камеры. Измеряемый объект осторожно нагружается на нижнюю подвесную площадку с помощью специального лифта.

Электроника компаратора массы определяет значение массы и передает его на дисплей, это значение также отображается на ПК. После процедуры взвешивания результат сохраняется и доступен для дальнейшей оценки.

Дискретность компаратора 0,1 микрограмма или 100 нанограмм для нагрузки 1 кг.

Типичная повторяемость результатов измерений при использовании цикла *RTTR* при постоянном атмосферном давлении составляет 0,2 мкг. Под вакуумом достигаются результаты ниже 0,1 мкг.

Компаратор обеспечивает функциональные возможности:

- полностью автоматическую калибровку и настройку функции юстировки;
- хранение данных по калибровке/регулировке/ измерениям в устройстве памяти;
- наличие внешнего контроллера, размещаемого отдельно для уменьшения влияния тепловыделения во время работы;
- наличие встроенных прикладных программ для определения массы (циклы *RTR* и *RTTR*), статистика, поправка на выталкивающую силу воздуха;
- наличие графического сенсорного дисплея с подсветкой для вывода текста.

Вакуумная камера изготовлена из алюминиевого сплава, гарантированно не создающего магнитного поля. Двигатели, которые приводят в действие переключатель нагрузки и устройство замены гири, находятся снаружи вакуумной камеры, что существенно снижает влияние температурных эффектов. Безмасляные винтовые насосы, используемые для создания начального разряжения в вакуумной системе, вынесены за пределы помещения.

2.4 Выводы к главе 2

В рамках работы по совершенствованию Государственного первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2008» была решена задача по повышению уровня метрологического обеспечения единства измерений массы путем совершенствования его высшего звена – ГПЭ ГЭТ 3-2008 (2020).

Включение в состав ГПЭ вакуумного компаратора позволило получать единицу от первичного эталона (эталона, откалиброванного в вакууме по первичной референтной методике на основе фиксации постоянной Планка), и

передавать ее вторичным эталонам (эталонам-копиям) в условиях атмосферного воздуха, при которых осуществляется передача единицы рабочим вторичным, рабочим разрядным эталонам и средствам измерений массы в соответствии с новой Государственной поверочной схемой.

Применение специальных мер плавучести и сорбции позволило повысить точность измерений плотности воздуха в 5 раз по сравнению с косвенным методом измерений по значениям атмосферного давления, относительной влажности и температуры.

Исследования были использованы в целях совершенствования государственного первичного эталона единицы массы и позволили получать единицу от международных первичных референтных методик, принимать участие в международных ключевых сличениях эталонных гирь, прослеживаемых к первичным референтным методикам, и обеспечить признание измерительных возможностей ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в области измерений массы.

ГЛАВА 3. Передача единицы массы от ГПЭ эталонам-копиям сличением при помощи вакуумного компаратора и комплекта специальных мер массы плавучести и сорбции

3.1 Очистка поверхности эталонных гирь из платино – иридиевого сплава и нержавеющей стали

При передаче единицы массы от национальных прототипов килограмма из платиноиридиевого сплава эталонным гирям из нержавеющей стали основным влияющим фактором, является разность их плавучести в воздухе. Для введения коррекции на влияние аэростатической силы необходимо знать по закону Архимеда геометрические объемы гирь и плотность окружающего воздуха. Объемы гирь определяют однократно, методом гидростатического взвешивания с расширенной неопределенностью около 1 мм^3 [8].

После определения объема, гири высушивают и очищают. Для этого гири извлекают из ванны с дисетирированной водой, входящей в состав гидростатической установки. Большая часть воды сразу же стечет с поверхности гири, оставшиеся капли следует собрать с поверхности гирь используя тонкую ткань или промокивая дисками из микрофибры. Для высушивания и стабилизации гири помещают под стеклянный колпак. По истечению периода около 10 дней, приступают к визуальному осмотру перед процедурой очистки поверхностей гирь. Для достижения рекомендуемой нормативными документами относительной неопределенности крайне важным является корректное обращение с эталонными гирями, включая их тщательную очистку.

Перед началом очистки стеклянные подставки, на которых размещаются гири и специальные меры массы, необходимо очистить и вымыть тем же методом, который используется для гирь. Кроме того, необходимо очистить стеклянные емкости для дистиллированной воды, 2% раствором деконекса (ХЧ гексана), применяющегося для очистки

прецизионных оптических деталей, и 96 % этанолом. Наполнение емкостей жидкостями должно быть проведено непосредственно перед очисткой. Все работы проводятся в отдельном помещении сотрудниками в индивидуальных лабораторных халатах, которые должны быть безворсовые и чистые; также должны быть надеты перчатки.

Очистку проводят раствором деконекса (ХЧ гексана), используются диски из микрофибры диаметром не менее 60 мм. Очистку следует проводить легкими круговыми движениями. После этого их несколько раз прополаскивают этанолом. В завершении гири и меры массы поднимают салфеткой из микрофибры и помещают их под стеклянные колпаки для высушивания. Время просушки эталонов-копий килограмма и специальных мер массы после очистки 7 – 10 суток. Время их температурной стабилизации в весовой комнате после просушки составляет не менее 18 ч. (п. В.4.2 ГОСТ OIML R 111-1-2009). После недельной сушки гири окончательно осматривают и помещают в камеру компаратора на поворотный стол для проведения сличений.

Изъятие из хранилища драгоценных металлов и изделий национального прототипа килограмма № 12 и эталона свидетеля № 26 из состава ГЭТ 3-2020 сопровождается первичным осмотром. Очистку поверхности эталонных гирь из платиноиридиевого сплава вначале проводят салфеткой из микрофибры, смоченной 96 % этанолом, а затем проводят очистку парами дважды дистиллированной воды с помощью генератора пара по методике, принятой в МБМВ. Тем самым приводят химическое состояние поверхности платиноиридиевых гирь к такому состоянию, которое они имели при их сличениях с Международным прототипом килограммом в МБМВ. На рисунке 20 представлена очистка национального прототипа № 12 парами бидистиллированной воды.

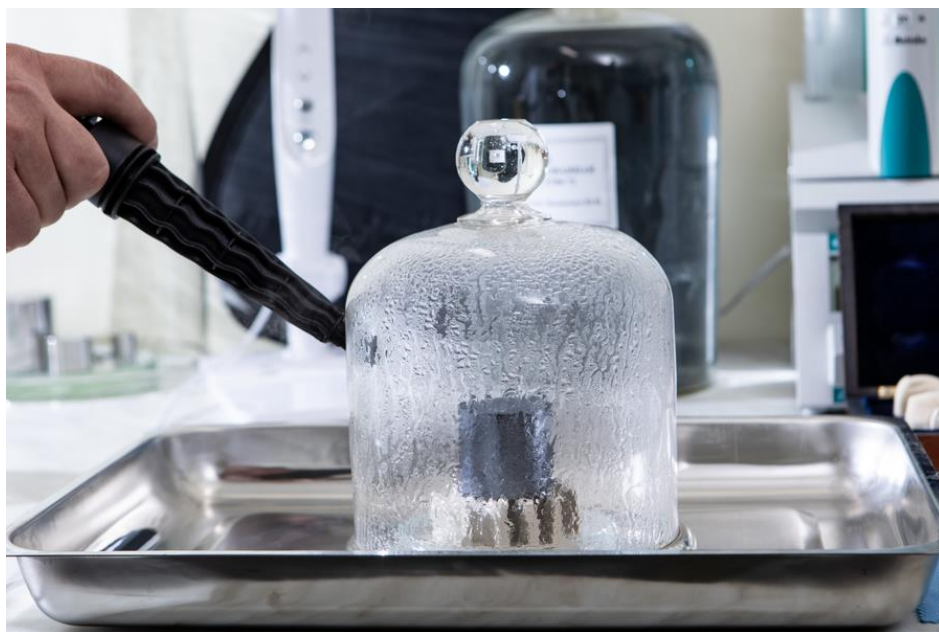


Рисунок 20 - Очистка эталона парами бидистиллированной водой

3.1.1 Исследование методов промывки и очистки эталонных гирь из нержавеющей стали

Исследования влияния способов очистки гирь проводились на трех гирях из нержавеющей стали аустенитного класса (слабо магнитная) массой 200 г с применением компаратора массы СС 1000S-L № 90601171. Марка стали выбрана такой, из какой обычно изготавливают эталонные гири.

Характеристики испытуемой гири приведены в таблице 17.

Таблица 17 - Характеристики испытуемой гири

Номинальное значение массы, г	Площадь поверхности, см ²	Плотность, кг/м ³	Магнитная восприимчивость	Остаточная намагниченность, мкТл
200	32	8000	< 0,02	< 2,5

В качестве промывочной жидкости был выбран гексан. Очистка гексаном проводилась в три этапа. Каждый этап включал в себя промывку-протирку гири тампоном, смоченным в гексане с приложенным усилием порядка 10 Н, и последующую сушку на открытом воздухе в течение 48 часов. Каждый этап промывки приводил к уменьшению массы эталонной гири, численное значение которого уменьшалось от этапа к этапу. После

второго этапа последующие этапы промывки не приводили к существенным изменениям массы. Результаты исследований приведены в таблице 18 и на рисунке 21.

Таблица 18 - Результаты трех этапов механической промывки

№ гири	Этап	Масса, мг	Убыль Δm , мг
1	0	199,319	-
	1	199,174	0,145
	2	199,147	0,027
	3	199,122	0,025
2	0	1377,997	
	1	1377,836	0,161
	2	1377,794	0,042
	3	1377,748	0,046
3	0	1812,389	
	1	1812,228	0,161
	2	1812,18	0,048
	3	1812,144	0,036

Результаты исследований показали эффективность двухступенчатой очистки эталонных гирь химически чистым гексаном от загрязнений, при которой уменьшение массы загрязнений на площади поверхности гири составило от 0,15 до 0,04 мкг.

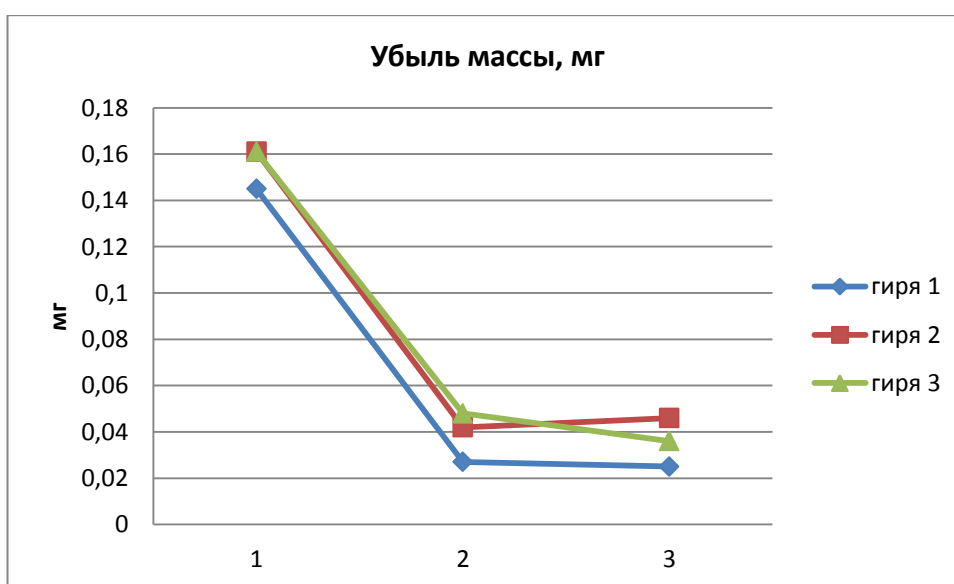


Рисунок 21 - Механическая промывка

На рисунке 21 графиками обозначены изменения масс испытуемых гирь при трех этапах очистки гексаном.

Таблица 19 - Результаты трех этапов ультразвуковой промывки

№ гири	Этап	Масса, мг	Убыль Δm , мг
1	0	199,311	
	1	199,158	0,153
	2	199,141	0,017
	3	199,133	0,008
2	0	1377,997	-
	1	1377,882	0,115
	2	1377,84	0,042
	3	1377,804	0,036
3	0	1812,389	-
	1	1812,236	0,153
	2	1812,188	0,048
	3	1812,152	0,036

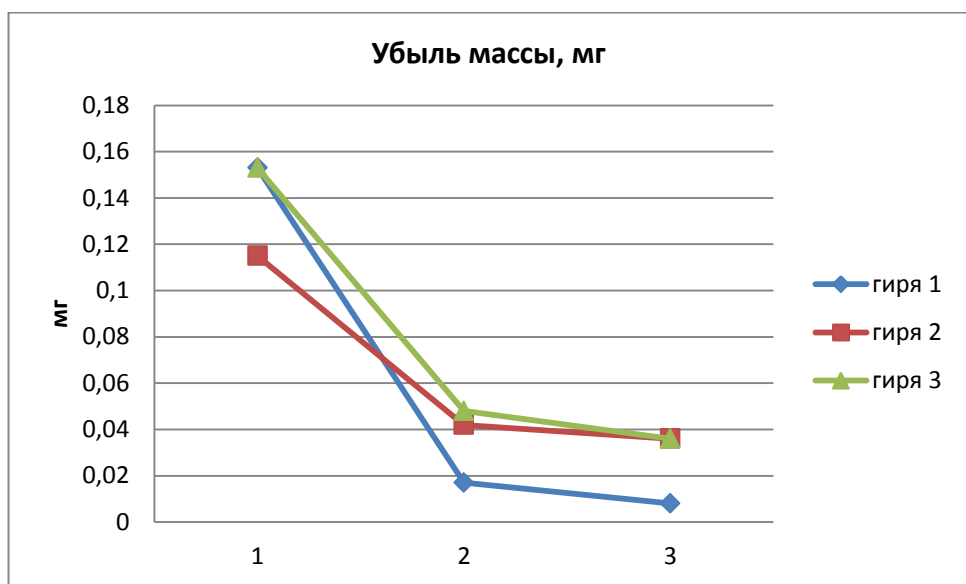


Рисунок 22 - Промывка в ультразвуковой ванне

В таблице 19 и на рисунке 22 графиками обозначены изменения масс испытуемых гирь при трех этапах очистки в ультразвуковой ванне.

В результате анализа, проведенного в параграфе 3.1 настоящей главы, на основании полученных результатов исследования возможно сделать вывод о эффективности двухступенчатой очистки эталонных гирь химически чистым гексаном от загрязнений, при которой уменьшение массы загрязнений на площади поверхности гири составило от 0.15 до 0.04 мкг. Очевидна необходимость продолжить исследования в рамках постоянных работ по содержанию и хранению Государственного первичного эталона единицы массы. Однако следует отметить, что эффективность метода двухступенчатой очистки необходимо подтвердить, измеряя массы очищенных гирь в условиях разреженной среды (в вакууме). При теоретическом анализе вопроса и анализе результатов представленных в научно-технической литературе, подтверждена эффективность предложенных методов очистки поверхностей эталонных гирь из нержавеющей стали, в том числе в условиях разреженной среды (вакуума).

3.1.2 Создание системы хранения эталонов в вакууме

Комплекс технических средств и вспомогательных устройств, входящих в состав Государственного первичного эталона (ГПЭ) единицы массы ГЭТ 3 после совершенствования, позволяет хранить эталоны в условиях разреженной среды. Входящая в современный комплект вакуумного компаратора вакуумная транспортная система (ВТС) предназначена для полностью автоматической загрузки гирь в компаратор ССЛ 1007. Модернизированная ВТС позволяет переносить гири из воздуха в воздух/инертный газ, из воздуха в вакуум и обратно, также как из вакуума в вакуум, а как же хранить эталоны в условиях разреженной среды (вакуума).

Вспомогательными средствами ГЭТ 3-2020 являются транспортные контейнеры, показанным на рисунке 23.



Рисунок 23 - Вакуумный транспортный контейнер

Контейнер предназначен для загрузки точных гирь, национальных прототипов килограмма или кремниевых сфер массой до 1 кг, с последующим их хранением в вакууме или в инертном газе. Контейнер может быть загружен в ВТС через широкую прямоугольную дверь (шлюз) и может быть открыт внутри закрытой ВТС.

Разработка и создание системы хранения эталонов в вакууме осуществлено в соответствии с представленной на рис. 24 принципиальной вакуумной схемой оборудования для хранения эталонов.

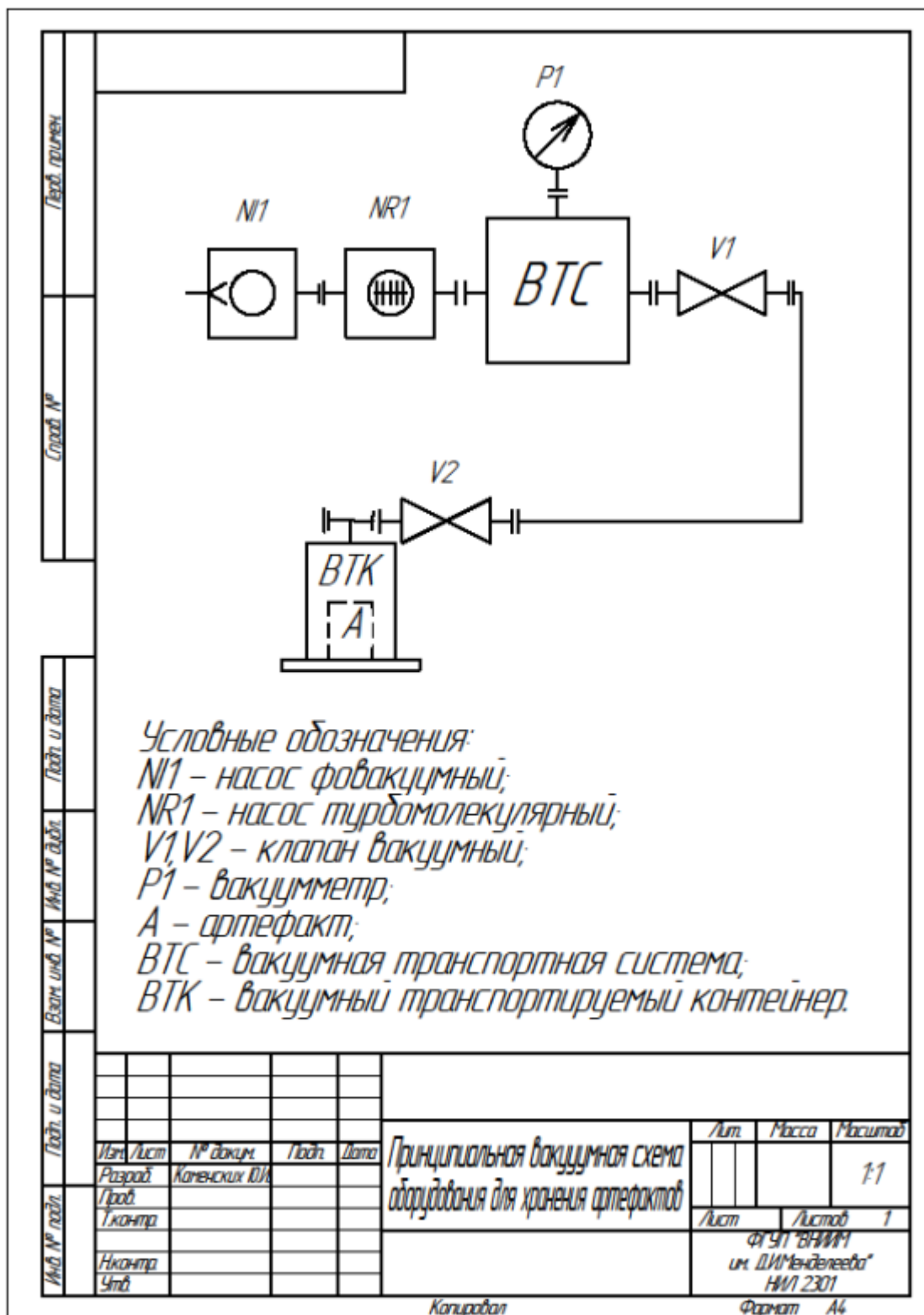


Рисунок 24 - Принципиальная схема вакуумного оборудования для хранения эталонов

В таблице 20 представлены результаты измерений изменения давления внутри контейнера за время с сентября 2020 г. по март 2021 г.

Таблица 20 - Натекание в вакуумный контейнер для хранения эталонов

Дата измерения	Индикация мановакуумметра, мбар
09.09.2020	4,93
10.09.2020	9,46
23.09.2020	10,22
30.09.2020	10,54
15.10.2020	10,98
15.11.2020	12,69
30.11.2020	15,98
30.12.2020	17,54
17.03.2021	17,6

График натекания в вакуумный контейнер для хранения эталонов представлен на рис.25.

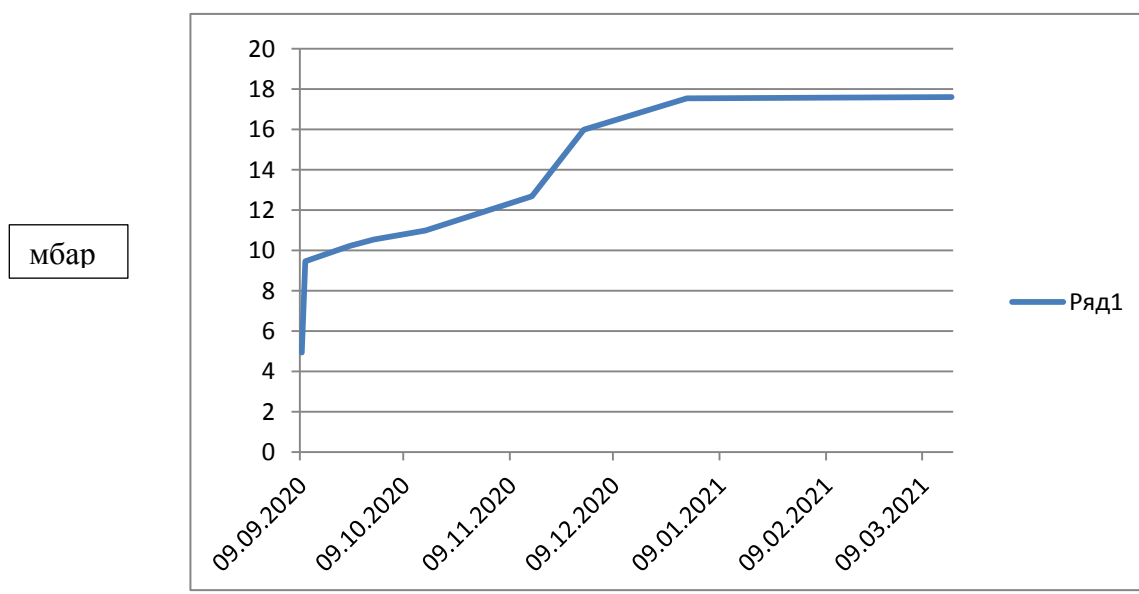


Рисунок 25 - График натекания в вакуумный контейнер для хранения эталонов

Рисунок 25 показывает ход повышения давления после его отключения от системы вакуумирования.

Результаты проведенных исследований можно сформировать в следующие выводы. При применении вакуумных контейнеров, используемых для хранения эталонных гирь, возможны негативные влияние перечисленных ниже факторов:

- вакуумная система всегда имеет побочные потоки натекания извне, обусловленные негерметичностью вакуумной системы;
- на внутренней поверхности вакуумной системы могут протекать процессы газоотделения, обусловленные свойствами газа, материалом и чистотой поверхности вакуумной системы и т.д.

Влияния перечисленных факторов необходимо оценить при долговременных испытаниях стабильности массы хранимых эталонов.

Альтернативой хранению гирь в атмосферном воздухе и в вакууме является хранение их в слабом потоке инертного газа. Преимущества состоят в следующем:

- уменьшение потенциальных источников загрязнений;
- переносная камера и переносной механизм проще и менее дороги т.к. не требуют вакуумного откачного оборудования. Манипуляции с физическими мерами массы выполняют внутри специального ящика (вес сосуда для хранения также снижается, что является особым преимуществом при транспортировке воздушным транспортом);
- положительное давление может быть установлено в переносной камере и в сосуде для хранения с целью предотвращения попадания воздуха, содержащего углеводородные загрязнения;
- увлажнение газа внутри сосуда дает возможность сохранять поверхностный слой воды на эталонной гире при его хранении. Этот поверхностный слой воды будет действовать как буфер, предотвращающий загрязнения из-за адсорбции на его поверхности.

3.2 Математическая модель компарирования эталонных гирь

Математическая модель компарирования эталонных гирь рассмотренная в третьей главе, разработана для обеспечения лучшей сохранности платиноиридиевых прототипов килограмма (минимизация их физического износа). Передачу единицы проводят группе эталонов-копий из нержавеющей стали по методу совокупных измерений [9], образуя избыточную систему разностных уравнений. Каждое разностное уравнение получают сравнением на компараторе пары эталонных гирь. Компарирование (далее - сравнение) эталонов-копий проводят в соответствии с системой условных уравнений, вытекающей из выбранной схемы (плана) эксперимента. В соответствии с выбранной схемой определяют порядок получения разностей масс эталонных и сравниваемых гирь, т.е. разности массы между национальным прототипом и каждой из сравниваемых гирь и между сравниваемых между собой гирь. Уравнение измерений разности массы эталонных гирь m_T и m_R приведено выше (4), (5) .

3.2.1 Метод наименьших квадратов применительно к компарированию гирь

Компарирование (далее - сравнение) эталонов-копий проводят в соответствии с системой условных уравнений, вытекающей из выбранной схемы (плана) эксперимента. В соответствии с выбранной схемой определяют порядок получения разностей масс эталонных и сравниваемых гирь, т.е. разности массы между национальным прототипом и каждой из сравниваемых гирь и между сравниваемых между собой гирями. Каждое разностное уравнение имеет вид

$$\sum_{i=1}^n x_{i,j} m_i = y_j - e_j, \quad i = 1, 2, \dots, n; \quad j = 1, 2, \dots, J \quad (21)$$

где $x_{i,j}$ - коэффициенты при неизвестных, равные +1, -1 или 0, определяющие какие гири сравниваются между собой;

m_i - неизвестные массы гирь;

y_j - измеренные с помощью компараторов разности масс;

e_j - остаточная погрешность;

j – номер уравнения взвешивания;

i - номер калибруемой гири.

В (21) должны быть внесены все необходимые поправки для исключения систематических погрешностей. Введение в (21) остаточных погрешностей (далее - остатки) позволяет поставить в нем знак «равенства». Система условных уравнений (21) в матричной форме имеет вид

$$X \cdot \Delta m = Y - e, \quad (22)$$

где $X = (x_{i,j})$ - конструкционная матрица или матрица системы уравнений взвешиваний;

$\Delta m = (m_i)$ - вектор неизвестных значений погрешности гирь (отклонений массы гирь от номинальных значений);

$Y = (y_j)$ - вектор измеренных разностей масс;

$e = (e_j)$ - вектор остатков (неизвестные погрешности измерений).

Принцип наименьших квадратов ($e^T e = \min$) систему условных уравнений приводит к системе нормальных уравнений вида

$$X^T X \Delta m = X^T Y. \quad (23)$$

Система уравнений (23) не является избыточной и в отличие от системы (25) имеет единственное решение:

$$\langle \Delta m \rangle = Ly. \quad (24)$$

В общем случае измерения являются неравноточными. Точность взвешивания в воздухе зависит от величины разности объемов сличаемых гирь. Чем она больше, тем больше СКО результата измерений.

Для учета неравной точности уравнений взвешиваний необходимо введение весовой матрицы $W = (w_{ii})$. Для некоррелированных измерений W - диагональная матрица с элементами

$$w_{ii} = (\sigma_0 / s_i)^2, \quad i = 1, \dots, n, \quad (25)$$

где s_i - СКО среднего значения разности массы,

σ_0 - нормировочный фактор, определяемый как

$$\sigma_0^2 = \frac{1}{\sum \left(\frac{1}{s_i^2} \right)}, \quad i = 1, \dots, n, \quad (26)$$

который получается из условия нормировки

$$\sum w_{ii} = 1, \quad i = 1, \dots, n. \quad (27)$$

В систему уравнений взвешиваний подставляют следующие взвешенные величины:

$$X^* = W^{1/2} \cdot X \quad \text{и} \quad y^* = W^{1/2} \cdot y \quad (28)$$

Аналогично (20В) систему нормальных уравнений записывают как:

$$X^{*T} \cdot X^* \cdot \Delta m = X^{*T} \cdot y^*. \quad (29)$$

Неизвестные величины (искомые значения массы гирь) рассчитывают как:

$$\langle \Delta m \rangle = L^* \cdot y^*, \quad (30)$$

где

$$L^* = (X^{*T} \cdot X^*)^{-1} \cdot X^{*T}. \quad (31)$$

В соответствии с общей теорией МНК вариационно-ковариационная матрица решения $V_{\Delta m}$ рассчитывается по формуле

$$V_{\Delta m} = L^* V_y L^{*T}, \quad (32)$$

где V_{y^*} - вариационно-ковариационная матрица результатов взвешиваний с учетом их весов.

$$V_{y^*} = \langle e^* \cdot e^{*T} \rangle = \sigma^2 \cdot I, \quad (33)$$

где σ^2 - неизвестная дисперсия взвешенных результатов наблюдений,

I - единичная матрица.

Для оценки σ^2 используется групповая дисперсия s^2 :

$$s^2 = \langle e^{*T} \cdot e^* \rangle = \left[\sum e_i^{*2} \right] / f, \quad i = 1, \dots, n, \quad (34)$$

где $\langle e^* \rangle = (e_i^*)$ - вектор взвешенных остаточных погрешностей, который

является оценкой неизвестных погрешностей e_i^* с f - числом степеней

свободы:

$$f = n - k, \quad (35)$$

где n – число уравнений взвешиваний;

k – число сличаемых гирь, значения массы которых подлежат определению (в конкретном случае принимается $k=1$).

Каждая разность массы y_i определяется из n_i повторений циклов «RTTR» с СКО s_i (стандартное отклонение от среднего значения Y_i).

Лучшая оценка группового СКО s будет вычислена в соответствии с формулой

$$s^2 = \left\{ \sum [s_i^{*2} + e_i^{*2}] \right\} / f, \quad i = 1, \dots, n \quad (36)$$

$$\text{где} \quad s_i^{*2} = s_i^2 \cdot (n_i - 1) \cdot w_{ii} = \sigma_0^2 \cdot (n_i - 1) \quad (37)$$

$$\text{и} \quad f = \left(\sum n_i \right) - k, \quad i = 1, \dots, n \quad (38)$$

Вектор взвешенных остаточных погрешностей $\langle e^* \rangle$ получают из

$$\langle e^* \rangle = y^* - \langle y^* \rangle, \quad (39)$$

$$\text{где} \quad \langle y^* \rangle = X^* \langle \Delta m \rangle \quad (40)$$

$\langle y^* \rangle$ - оценки взвешенных результатов взвешиваний. Чтобы оценить внутреннюю согласованность уравнений взвешиваний, следует рассмотреть не взвешенные остатки:

$$\langle e \rangle = y - \langle y \rangle, \quad (41)$$

$$\text{где} \quad \langle y \rangle = X \langle \Delta m \rangle, \quad (42)$$

$\langle y \rangle$ - вектор согласованных не взвешенных результатов взвешиваний. Если остатки e_i некоторых уравнений взвешиваний больше соответствующего СКО s_i , то вектор измеренных разностей y очевидно затронут погрешностями взвешиваний или их оценками.

Первая оценка внутренней согласованности измеренных результатов взвешиваний есть отношение группового СКО s , вычисленного либо в соответствии с (36) или с (41), и нормировочного фактора σ_0 (27). В идеальном случае отношение $s/\sigma_0 = 1$.

Значения $s/\sigma_0 > 1,2$ следуют из некоторых несогласованностей измеренных результатов взвешиваний, то есть из некоторых остаточных погрешностей, больших соответствующих СКО S_i , тогда, как значения $s/\sigma_0 > 1,5$ в большинстве случаев указывают на наличие грубых погрешностей, например, при неправильном введении коррекции на аэростатическую силу в измеренные разности результатов взвешиваний, или при написании вычисленных разностей масс y_i .

Вариационно-ковариационная матрица вычисляется по формуле

$$V_{\Delta m} = s^2 (X^{*T} X^*)^{-1}, \quad (43)$$

где $V_{\Delta m}$ - квадратичная симметричная матрица с диагональными элементами v_{jj} , $j = 1, \dots, k$, есть дисперсии, а недиагональные элементы v_{ij} , $i \neq j$ (ковариации между массами гирь).

3.2.2 Неопределенность измерений

Суммарная стандартная неопределенность воспроизведения единицы массы при сличениях с Международным килограммом составляет не менее $8 \cdot 10^{-9}$ кг.

Суммарную неопределенность измерений массы эталонов-копий u_c рассчитывают по формуле

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}, \quad (44)$$

где u_A - стандартная неопределенность по типу А;

u_B - стандартная неопределенность по типу В.

Стандартную неопределенность процесса взвешивания (тип А) рассчитывают на основании статистических данных по формуле

$$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m}_i)^2}{n(n-1)}}, \quad (45)$$

Стандартные неопределенности типа А значений масс β_j равны корням диагональных элементов v_{jj} вариационно-ковариационной матрицы V_β :

$$u_A(\beta_j) = v_{jj}, \quad j = 1, \dots, k. \quad (46)$$

Стандартную неопределенность по типу В рассчитывают на основании априорных данных о влияющих факторах, входящих в уравнения измерений (5) и (21), по формуле

$$u_B = \sqrt{u_s^2(m_0) + u_c^2(\rho_a) + u_d^2 + u_{\Delta z}^2}, \quad (47)$$

где $u_s(m_0)$ - неопределенность, обусловленная неопределенностью исходного эталона с учетом неопределенности Международного прототипа килограмма, равного 0,01 мг, приписанного после перехода на новое определение килограмма;

$u_c(\rho_a)$ - суммарная неопределенность, обусловленная влиянием плотности окружающего воздуха;

u_d - неопределенность, обусловленная дискретностью отсчета компаратора;

$u_{\Delta z}$ - неопределенность, обусловленная градиентом силы тяжести, действующей на эталонные гири разной высоты.

а) Стандартную неопределенность, связанную с эталонной гирей $u_s(m_0)$ рассчитывают по формуле

$$u_s(m_0) = \sqrt{\left(\frac{U_0}{k}\right)^2 + u^2(v)}, \quad (48)$$

где U_0 - расширенная неопределенность эталонной гири, взятая из сертификата;

k – коэффициент охвата;

$u(v)$ – неопределенность, обусловленная нестабильностью эталонной гири.

б) Неопределенность, обусловленную влиянием плотности окружающего воздуха рассчитывают по формуле

$$u_A(\rho_a) = \sqrt{\frac{\sigma_a^2 + \sigma_b^2}{n \cdot \Delta V_b^2} + \left(\frac{\Delta m_b \cdot \sigma_V}{\Delta V_b^2}\right)^2}, \quad (49)$$

где σ_a и σ_b – СКО единичных измерений разности массы специальных мер массы в воздухе и в вакууме соответственно;

n – число измерений (количество циклов «RTTR»);

σ_V – СКО результата измерений объема специальных мер массы.

Стандартную неопределенность плотности воздуха по типу В при прямом методе измерений рассчитывают по формуле

$$u_B(\rho_a) = \sqrt{[F_1 \cdot u(\Delta m^a)]^2 + [F_2 \cdot u(\Delta m^v)]^2 + [G_1 \cdot u(V_H)]^2 + [G_2 \cdot u(V_D)]^2}, \quad (50)$$

$$\text{где } F_1 = \frac{-1}{\Delta V_b}; \quad F_2 = \frac{1}{\Delta V_b}; \quad G_1 = \frac{(\Delta m_b)}{\Delta V_b^2}; \quad G_2 = -\frac{(\Delta m_b)}{\Delta V_b^2}; \quad (51)$$

$u(\Delta m^a)$ и $u(\Delta m^v)$ – суммарная стандартная неопределенность измерений разности массы мер плавучести, измеренная в воздухе и в вакууме, соответственно;

$u(V_H)$ и $u(V_D)$ – суммарная стандартная неопределенность измерений объема полый гири и гири в форме гантели соответственно.

Введем следующие обозначения

$$F_1^2 = F_2^2 = F^2; \quad G_1^2 = G_2^2 = G^2 \text{ и} \quad (52)$$

$$u(V_H) = u(V_D) = u(V). \quad (53)$$

Формулу (50) можно записать в следующем виде

$$u_B(\rho_a) = \sqrt{F^2 \cdot [u(\Delta m^a)^2 + u(\Delta m^v)^2] + 2 \cdot [G \cdot u(V)]^2}, \quad (54)$$

$$\text{где } u(\Delta m^a) = \sqrt{u_m^2 + u_d^2 + u_b^2}; \quad u(\Delta m^v) = \sqrt{u_m^2 + u_d^2};$$

$$u_m = \frac{\delta(2 \text{ г})}{2 \cdot 3} = 0,002 \text{ мг} \quad u_d = \sqrt{2} \frac{d/2}{\sqrt{3}},$$

d – дискретность весов, равная 0,00001 мг;

$u_b = \Delta V \cdot \Delta \rho_{anst}$; $\Delta \rho_{anst}$ – нестабильность плотности воздуха в камере компаратора за время серии измерений, 6 циклов «RTTR».

$\Delta \rho_{anst} = 5 \cdot 10^{-5}$ мг/см³ (Из протоколов измерений). Это изменение плотности воздуха соответствует изменению температуры воздуха в камере на 0,012 °С.

Суммарную неопределенность рассчитывают по формуле

$$u_c(\rho_a) = \sqrt{u_A(\rho_a)^2 + u_B(\rho_a)^2}. \quad (55)$$

с) Неопределенность юстировки или чувствительности весов

Перед каждым измерением разности масс гирь проводят регулировку чувствительности компаратора так, что стандартная неопределенность

$$u_s(\beta_j) = 0$$

$$u_s(\beta_j) = 0, \quad j = 1, \dots, k \quad (56)$$

d) Неопределенность, обусловленную дискретностью компаратора рассчитывают по формуле

$$u_d = \sqrt{2} \cdot \left(\frac{d}{2\sqrt{3}} \right). \quad (57)$$

Суммарная стандартная неопределенность типа В рассчитывается по формуле

$$u_B(\beta_j)^2 = u_s(m_0)(\beta_j)^2 + u_c(\rho_a)(\beta_j)^2 + u_d(\beta_j)^2, \quad j = 1, \dots, k. \quad (58)$$

Суммарная стандартная неопределенность с типом А и типом В масс β_j рассчитывается по формуле

$$u_c(\beta_j)^2 = u_A(\beta_j)^2 + u_B(\beta_j)^2, \quad j = 1, \dots, k. \quad (59)$$

Расширенная неопределенность с коэффициентом охвата $k = 2$

Расширенная неопределенность рассчитывается по формуле

$$U(\beta_j) = 2 \cdot u_c(\beta_j), \quad j = 1, \dots, k. \quad (60)$$

3.3 Проведение калибровки эталонов-копий единицы массы. Бюджет неопределенности измерений

В 2020 году проводились работы по передаче единицы массы ЭК от ГПЭ с помощью вакуумного компаратора и комплекта специальных мер массы (мер плавучести и сорбции) в условиях атмосферного воздуха [3]. Сравнения масс эталонных гирь проводились в условиях атмосферного воздуха внутри герметичного корпуса вакуумного компаратора. Тогда давление и плотность воздуха поддерживались постоянными за все время измерений.

Для уменьшения неопределенности обработки результатов измерений применялся метод совокупных измерений с обработкой результатов измерений по методу наименьших квадратов для неравноточных измерений, при котором результат измерений получают решением избыточной системы уравнений, связывающей разности массы гирь в различных их комбинациях. В таблице 21 приведены технические характеристики и организационно-хранители ЭК, участвовавшие в калибровочной кампании 2020 года. В измерениях участвовали следующие эталоны: национальный прототип килограмма № 12, копия МПК № 26 из платиноиридиевого сплава, эталоны-копии из нержавеющей стали, принадлежащие ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» № 1 и № 4, ФБУ «Ростест-Москва» № 37025220, ФГУП «СНИИМ» № 8, ФБУ «Ростовский ЦСМ» № Z-36125269, и меры плавучести и сорбции из нержавеющей стали массой около 1 кг (полая гиря № 11В, гиря в форме гантели № 11С и сплошная гиря в форме цилиндра № 11А), всего 9 гирь [47].

Таблица 21 - Технические характеристики и организации-хранители ЭК и комплекта специальных мер массы

№ п/п	Обозначение эталонной гири	Материал эталонной гири	Объем эталонной гири при 20 °С, см ³	Условное обозначение	Организация-хранитель эталона
1	НП № 12	Платино-иридиевый сплав (90% Pt 10 % Ir)	46,4363	х1	ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
2	НП № 26	Платино-иридиевый сплав (90% Pt 10 % Ir)	46,4398	х2	То же
3	Полая гиря № 11В	Нержавеющая сталь	209,345	х3	То же
4	Гиря в виде гантели № 11В	Нержавеющая сталь	124,851	х4	То же
5	ВНИИМ №1	Нержавеющая сталь	124,836	х5	То же
6	ВНИИМ №4	Нержавеющая сталь	124,859	х6	То же
7	РТМ №20	Нержавеющая сталь	124,890	х7	ФБУ «Ростест-Москва»
8	РЦ №69	Нержавеющая сталь	124,893	х8	ФБУ «Ростовский ЦСМ»
9	СНИИМ №8	Нержавеющая сталь	126,950	х9	СНИИМ, Новосибирск

Комбинации различных пар сравниваемых гирь задаются планом эксперимента, который представлен в таблице 22. Уравнения, соответствующие строкам 15, 16 и 17 таблицы 22 – использовались для измерений плотности воздуха, а уравнения, соответствующие строке 17 таблицы, 22– для измерений удельной сорбции на поверхности гирь.

Таблица 22 – План эксперимента по определению массы ЭК

Эта- лон № п/п	№ 12	№ 26	№ 11А	№ 11 В	№ 11 С	№ 1	№ 4	№ 20	№ 8	№ 69	Раз- ность массы, мг, Δm_{TR}	СКО, s, мг
1	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,099	0
2	+1	-1	0	0	0	0	0	0	0	0	0,101	0,00027
3	+1	0	-1	0	0	0	0	0	0	0	93,373	0,00081
4	+1	0	0	0	0	-1	0	0	0	0	91,465	0,00065
5	+1	0	0	0	0	0	-1	0	0	0	93,406	0,00078
6	+1	0	0	0	0	0	0	-1	0	0	93,090	0,00014
7	1	0	0	0	0	0	0	0	-1	0	91,106	0,00080
8	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	-1	91,416	0,00014
9	0	+1	-1	0	0	0	0	0	0	0	93,272	0,00015
10	0	+1	0	0	0	-1	0	0	0	0	91,367	0,00036
11	0	+1	0	0	0	0	-1	0	0	0	93,305	0,00024
12	0	+1	0	0	0	0	0	-1	0	0	92,987	0,00043
13	0	+1	0	0	0	0	0	0	-1	0	92,029	0,00036
14	0	+1	0	0	0	0	0	0	0	-1	91,319	0,00096
15	0	0	0	+1	-1	0	0	0	0	0	-101,591	0,00010
16	0	0	+1	0	-1	0	0	0	0	0	-0,024	0,024
17	0	0	0	0	+1	0	-1	0	0	0	0,121	0,00140

Поскольку конструкция компаратора позволяет проводить сравнение массы 8 гирь, то пришлось сравнения проводить 2-мя сериями измерений по 14 групп, каждая по 6 циклов «RTTR» [45]. Всего проведено по 168 измерений разностей сравниваемых гирь в каждой серии [47].

В последнем столбце приведены разности Δm_{TR} , рассчитанные по уравнению (5).

Система условных уравнений в матричном виде имеет вид

$$Am = \Delta m - v, \quad (61)$$

где $\Delta m(ix1)$ - вектор n измеренных разностей, $i=1,2,\dots, n$; $n = 17$;

$A(ixj)$ - конструкционная матрица, $j = 1, 2, \dots, k$; $k = 10$;

$m(1xj)$ - вектор k искомых значений массы гирь;

$v(ix1)$ - вектор n остаточных погрешностей или остатков.

Матрица A задает схему сличений, какие гири или их совокупности и в какой последовательности должны быть сравнены между собой.

Систему нормальных уравнений получили, исходя из принципа минимизации суммы квадратов остаточных погрешностей ($v \cdot v^T$). Для случая равноточных измерений система нормальных уравнений рассчитывалась по алгоритму описанному в параграфе 3.3.1

Хотя измерения разностей масс Δm_i гирь выполняются на одном и том же компараторе, их стандартные отклонения отличаются между собой. Тогда для учета неравной точности измерений требуется введение весовой матрицы $W = (w_{ii})$. В случае некоррелированных измерений W - диагональная матрица с элементами уравнение (25)

Для оценки согласованности полученного решения, которая характеризует качество измерений и отсутствие грубых погрешностей, например из-за неправильного учета влияния выталкивающей силы воздуха, служит групповая дисперсия s^2 , формула (36).

Если каждая разность массы Δm_i определяется из n_i повторных циклов взвешивания «RTTR» со стандартным отклонением s_i , лучшая оценка группового стандартного отклонения рассчитывается следующим образом [14]

В рассматриваемом случае каждая разность массы гирь получена по результатам шести циклов взвешивания, т.е $n_i = 6$, тогда число степеней свободы $f = 87$.

В идеальном случае отношение $s/\sigma_0 = 1$. Значения отношения $s/\sigma_0 > 1,5$ в большинстве случаев указывают на грубые ошибки, например, при применении неправильных поправок или при внесении данных в компьютер.

Результаты калибровки гирь из состава ЭК представлены в таблице 23.

Таблица 23 - Результаты калибровки гирь из состава ЭК

Номер эталона	Погрешность эталона, мг	Суммарная неопределенность, мг	Нестабильность за один год, мг	Объем эталонной гири при 20 °С, см ³	Суммарная Неопределенность, см ³
26	0,0022	0,0104	0,00018	46,4358	0,0001
z-35725484/1	-0,1758	0,0109	-	124,817	0,005
z-35725485/4	-0,1202	0,0105	-	124,815	
37025220	-0,4240	0,0105	-	124,295	
36125269	-0,1281	0,0105	0,0035	124,815	
8	3,6646	0,0105	0,028	126,928	

Неопределенности результатов измерений.

Бюджет неопределенности измерений составлялся с учетом ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC [46].

Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха прямым методом представлен в таблице 24.

Таблица 24 - Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха

Входная величина	Неопределенность	Значение стандартной неопределенности	Тип оценивания	Коэффициент Чувствительности	Вклад в суммарную неопределенность, мг/см ³
ρ_a	$u_A(\rho_a)$	$\sqrt{\frac{\sigma_a^2 + \sigma_v^2}{n \cdot (V_H - V_D)^2} + \left(\frac{\Delta m}{\Delta V^2} \sigma_v\right)^2}$	A	1	0,000016
Δm_{HD}^a	$u(\Delta m^a)$	$\sqrt{u_m^2 + u_d^2 + u_b^2}$	B	$\frac{1}{V_H - V_D}$	0,000053
Δm_{HD}^v	$u(\Delta m^v)$	$\sqrt{u_m^2 + u_d^2}$	B	$\frac{1}{V_H - V_D}$	0,000024
V	$u_\Sigma(V)$	$\sqrt{2} \cdot u(V)$	B	$\frac{(\Delta m_{HD}^a - \Delta m_{HD}^v)}{(V_H - V_D)^2}$	0,000014
-	$u_c(\rho_a)$	$\sqrt{u_A^2(\rho_a) + u^2(\Delta m^a) + u^2(\Delta m^v) + u_\Sigma^2}$	-	$u_c(m_j)$	0,000064
k	-	-	-	2	-
-	U	$k \cdot u_c(\rho_a)$	-	-	0,00012

Суммарная стандартная неопределенность измерений плотности воздуха $u_c(\rho_a) = 0,000064 \text{ мг/см}^3$;

Расширенная неопределенность измерений плотности воздуха при коэффициенте охвата $U(k = 2) = 0,00012 \text{ мг/см}^3$.

Бюджет неопределенности измерений эталонов-копий приведен в таблице 25.

Таблица 25 - Бюджет неопределенности измерений массы при сличениях эталонов-копий

Обозначение	Составляющая неопределенности	Закон распределения	Числовое значение, мг
$u_A(m_j)$	$\sqrt{V_{j,j}}$	Нормальный	0,004
$u(m_R)$	$\sqrt{\left(\frac{U}{k}\right)^2 + u_v^2(m_A)}$	Равномерный	0,007
u_b	$\sqrt{\Delta V_{BA}^2 u^2(\rho_a) + \rho_a^2 u^2(V)}$	Равномерный	0,010
u_d	$\frac{d}{2\sqrt{3}} \sqrt{2}$	Равномерный	Пренебрежим
$u_c(m_j)$	$\sqrt{u_A^2(m_j) + u^2(m_R) + u_b^2 + u_d^2}$	Нормальный	0,012
k	-	-	2
U	$k \cdot u_c(m_j)$	Нормальный	0,024

Суммарная стандартная неопределенность измерений массы эталонов-копий соответствует требованиям новой поверочной схемы и равна $u_c(m_j) = 0,012 \text{ мг}$.

Суммарная стандартная неопределенность измерений массы эталонов-копий соответствует требованиям проекту новой поверочной схемы.

3.4 Анализ результатов калибровки эталонов-копий

Результаты калибровки эталонов-копий подтвердили уменьшение точности передачи единицы в 10 раз, с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг за счет применения вакуумного компаратора с ценой деления 0,1 мкг и мер плавучести и сорбции при прямых измерениях плотности воздуха. Это позволило скомпенсировать дополнительную неопределенность, приписанную МПК на основе фиксации числового значения постоянной Планка и тем самым - обеспечить поверку гирь всех классов точности, сохраняя всю сложившуюся иерархическую систему передачи единицы массы в стране.

3.5 Методы и средства передачи единицы в область дольных и кратных значений килограмма

Математическая модель передачи единицы в область дольных и кратных значений килограмма. Передача единицы массы в диапазоне от 0,05 мг до 0,50 мг с оценкой погрешности и неопределенности измерений.

Передачу единицы массы в область меньше 1 кг производят методом деления, в область более 1 кг – методом умножения [10].

Сличения гирь рабочего вторичного эталона проводят отдельно для каждой декады набора. Номинальные массы гирь в каждой декаде имеют соотношение 5:2:2:1. При этом наименьшая гиря старшего (предыдущего) разряда служит исходным эталоном более младшего (последующего) разряда. Исходным эталоном самого старшего разряда служит эталон-копия национального прототипа килограмма. При этом для калибровки наборов гирь рабочего эталона из нержавеющей стали применяют эталон-копию из нержавеющей стали. Типовая схема калибровки одновременно двух наборов гирь массой от 1 г до 500 г для двух старших декад имеет следующий вид:

$$m_A(1000) - m_1(500) - m_2(500) = \Delta I_1 + v_1$$

$$\begin{aligned}
m_1(500) - m_2(500) &= \Delta I_2 + v_2 \\
m_1(500) - m_1(200) - m_1(\hat{200}) - m_1(100) &= \Delta I_3 + v_3 \\
m_1(200) - m_1(100) - m_2(100) &= \Delta I_4 + v_4 \\
m_1(200) - m_1(\hat{200}) &= \Delta I_5 + v_5 \\
m_1(200) - m_2(200) &= \Delta I_6 + v_6 \\
m_1(200) - m_2(\hat{200}) &= \Delta I_7 + v_7 \\
m_1(100) - m_2(100) &= \Delta I_8 + v_8
\end{aligned} \tag{62}$$

Соответствующая системе уравнений (62) структурная матрица \mathbf{A} имеет вид

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} -1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & -1 & -1 & 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & -1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & -1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & -1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & -1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & -1 \end{pmatrix} \tag{63}$$

Система уравнений (62) в матричной форме имеет вид

$$I = AX + V, \tag{64}$$

где I – вектор измеренных параметров;

X – вектор неизвестных параметров;

V – вектор остаточных погрешностей.

Вектор измеренных параметров состоит из правых частей системы уравнений (62). В каждой декаде измерения выполняются на одном компараторе, поэтому измерения являются равноточными с дисперсией S^2 .

Измеренные параметры характеризуются матрицей дисперсий D .

Она имеет вид $D = S^2 E$ (E – единичная матрица).

В этом случае решение уравнения (64) имеет следующий вид

$$X = (A^{*T} A^*)^{-1} A^{*T} I^* \quad (65)$$

где $A^* = D^{-1/2} A$ и $I^* = D^{-1/2} I$.

В результате решения простой системы уравнений находят неизвестные значения массы калибруемых гирь. Аналогично находят массы гирь остальных декад, но в каждой младшей декаде роль исходного эталона выполняет младшая гиря старшей декады.

Схема калибровки набора гирь массой 0,05; 0,1; 0,2; 0,2*; 0,5 мг представлена в таблице 26.

Таблица 26 Схема калибровки набора гирь

Номинальные значения, мг						
1,0	0,5	0,2	0,2*	0,1	0,05	0,05**
1	0	0	0	0	0	0
1	-1	-1	-1	-1	0	0
1	-1	-1	-1	0	-1	-1
0	1	-1	-1	-1	0	0
0	1	-1	-1	0	-1	-1
0	0	1	-1	0	0	0
0	0	1	0	-1	-1	-1
0	0	0	1	-1	-1	-1
0	0	0	0	1	-1	-1
0	0	0	0	0	1	-1
1	-1	-1	-1	-1	1	-1
0	1	-1	-1	-1	1	-1
0	0	1	-1	0	1	-1
0	0	1	-1	0	-1	1

* - обозначение парного экземпляра гири 0,2 мг;

** - обозначение гири 0,05 мг введенной дополнительно для полноты калибровки.

Калибровка набора гирь проводится по эталонной гире массой 1,0 мг из набора гирь фирмы Меттлер Толодо (Швейцария) из состава рабочего вторичного эталона, прослеживаемых к ГПЭ, с помощью компаратора массы МСМ 6.7 из состава ГПЭ. Предварительно исходная гиря массой 1 мг и измеряемый набор гирь в диапазоне субмиллиграммовых значений массы

извлекаются из шкатулок для хранения и очищаются с применением лупы, специальной кисточки и воздушной помпы под дополнительным освещением. Гири стабилизируются в чашке Петри не менее 4 дней для стабилизации в условиях измерений. Компаратор массы МСМ 6.7 юстируется в соответствии с Руководством по эксплуатации. Проводится контроль отсутствия запыления (загрязнения) грузоприемной чаши компаратора и рабочих поверхностей специального пинцета.

Набор субмиллиграммовых гирь представлен на рис. 26



Рисунок 26 - Набор субмиллиграммовых гирь.

В МНК схема калибровки записывается в форме конструкционной матрицы X , каждая строка которой определяет результат сравнения двух гирь или их комбинаций на компараторе со своим значением СКО, 1-я строка таблицы 6 вводит опорное значение массы исходного эталона – гиря 1 мг. Каждой строке соответствует среднее арифметическое показаний компаратора по 3 циклам « $RTTR$ », всего 42 разности. В результате измерений получаем систему четырнадцати условных уравнений с шестью неизвестными, в качестве которых выступают искомые массы гирь. При этом все измерения считаются неравноточными, характеризующиеся своим

значением СКО, все систематические погрешности исключены из условных уравнений. Результаты измерений массы гирь из состава набора субмиллиграммовых гирь представлены в Приложении В, протокол исследований №08/2020 от «_02_» 09 2020г.

3.6 Выводы к главе 3

Результаты калибровки эталонов-копий подтвердили уменьшение точности передачи ГПЭ единицы массы в 10 раз, с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг за счет применения вакуумного компаратора с ценой деления 0,1 мкг, обеспечения постоянного давления воздуха в рабочей камере компаратора и мер плавучести и сорбции при прямых измерениях плотности воздуха. Это позволило скомпенсировать дополнительную неопределенность, приписанную МПК на основе фиксации числового значения постоянной Планка и тем самым - обеспечить поверку гирь всех классов точности, сохраняя всю сложившуюся иерархическую систему передачи единицы массы в стране.

Повышена точность и расширен диапазон передачи единицы в область субмиллиграммовых масс с $1 \cdot 10^{-6}$ кг до $5 \cdot 10^{-8}$ кг;

Определена необходимость расширения диапазона передачи единицы массы в область субмиллиграммовых значений связанной с возрастающими требованиями современной науки к метрологическим характеристикам применяемых средств измерений массы в фармакологической отрасли, медицине, экологии, космосе и многих других ;

Данные выводы и исследования, проведенные в главе 3, ставят ряд исследовательских, инженерных и конструкторских задач:

1. Оценка необходимости оснащения вторичных эталонов ЦСМ и первичных эталонов национальных метрологических организаций стран-членов Таможенного союза микрограммовыми наборами гирь.

2. Разработка и реализация методик и алгоритмов измерений массы в вакууме и в воздухе, позволяющих максимально учесть все, входящие в реальные модели измерений факторы.

Основные выводы

Выполненная работа посвящена исследованию методов передачи единицы массы от государственного первичного эталона вторичным эталонам в условиях вакуума и атмосферного воздуха.

По итогам комплекса теоретических и экспериментальных работ получены следующие основные результаты:

1) уменьшена относительная неопределенность измерений плотности воздуха в три раза с $1,5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ за счет применения метода прямых измерений плотности воздуха с помощью специальных мер плавучести из нержавеющей стали номинальной массой 1 кг;

2) уменьшена неопределенность измерений при передаче единицы эталонам-копиям в 10 раз, с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг, за счет исключения влияния воздуха при измерениях массы в вакууме и его уменьшения при измерениях в условиях постоянного давления окружающего воздуха в герметичной камере вакуумного компаратора;

3) разработаны методы (методики), регламентирующие порядок определения и подтверждения действительных метрологических характеристик вторичных эталонов единицы массы;

4) повышена точность и расширен диапазон передачи единицы в область субмиллиграммовых масс с $1 \cdot 10^{-6}$ кг до $5 \cdot 10^{-8}$ кг;

5) исследованы методы очистки эталонных гирь из нержавеющей стали, обеспечена возможность хранения эталонных мер массы номинальной массой 1 кг в условиях вакуума или при постоянном давлении окружающего воздуха;

6) создана основа для обеспечения единства измерений в области измерений массы в соответствии с новым определением килограмма.

7) усовершенствован Государственный первичный эталон единицы массы с улучшенными метрологическими характеристиками;

8) разработан проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений массы позволяющий повысить качество обеспечения единства измерений массы в Российской Федерации.

Перечисленные выше результаты позволили вывести Государственный первичный эталон единицы массы на уровень ведущих зарубежных держав, сохранить всю существующую систему передачи от рабочих эталонов всему парку рабочих средств измерений массы в стране. Остается еще немало поводов для дальнейшего совершенствования эталона, начиная от оценки и устранения всех эффектов, обусловленных влиянием: окружающей среды, вибрации, радиочастотных помех, механического износа, испарения в вакууме, заканчивая задачами, актуальными для реализации «электронного килограмма».

Таким образом, в диссертации, содержащей решение актуальной задачи повышения точности передачи государственного первичного эталона единицы массы, достигнута поставленная цель.

Заключение

Выполненная работа посвящена проблемам повышению точности передачи единицы массы с учетом перехода на новое определение килограмма при котором МПК приобретает конечную неопределенность равную 10 мкг.

С 20 мая 2019 г. определение килограмма осуществлено через фиксацию постоянной Планка, h с абсолютной точностью.

Основные результаты работы могут быть сформулированы следующим образом:

В результате переопределения единицы массы во всем мире осуществляется значительный скачок в развитии метрологического обеспечения в области измерений массы. Скачек в области измерений массы в РФ очевиден на уровне утвержденного Приказом Росстандарта № 2180 от 23 декабря 2020 г. Государственного первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2020, обеспечивающего единство измерений массы в стране путем сохранения, без снижения показателей точности, существующей иерархической системы передачи единицы массы после перехода на новое определение килограмма. В РФ создана основа для обеспечения единства

измерений в области измерений массы в соответствии с новым определением килограмма.

Разработанные и утвержденные методы измерений в совокупности с высокотехнологичным комплексом аппаратуры, включенным в состав ГПЭ в результате совершенствования, позволили уменьшить неопределенности измерений при передаче единицы массы эталонам-копиям с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг. за счет исключения влияния воздуха при измерениях массы в вакууме и его уменьшения при измерениях в условиях постоянного давления окружающего воздуха. Ярким результатом работы является уменьшение относительной неопределенности измерений плотности воздуха в три раза с $1,5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ за счет применения метода прямых измерений плотности воздуха с помощью специальных мер плавучести из нержавеющей стали номинальной массой 1 кг. Обеспечение возможности хранения эталонов номинальной массой 1 кг в условиях вакуума или при постоянном давлении окружающего воздуха позволят сохранить стабильность измеренных с высокой точностью результатов.

Совершенствование системы метрологического обеспечения в данной области как никогда актуально и имеет одно из ключевых значений для повышения экономической мощи страны и поддержания ее авторитета на международной арене.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Amount of substance and the mole in the SI Bernd Güttler¹, Horst Bettin¹, Richard J C Brown², Richard S Davis³, Zoltan Mester⁴, Martin J T Milton³, Axel Pramann¹, Olaf Rienitz¹, Robert D Vocke⁵ and Robert I Wielgosz. Metrologia 56 (2019) 044002 (14pp) <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab1fae>
2. Ф.С. Завельский. Масса и ее измерения. М. Атомиздат. 1974.
3. Брагинский В.Б., Панов В.И. Проверка принципа эквивалентности инертной и гравитационной масс. Физика. ЖЭТФ 34 1972.
4. Фундаментальные физические константы // Физическая энциклопедия, т. 5. М.: Большая Российская энциклопедия, 1998, с. 381—383.
5. Girard G 1994 The third periodic verification of national prototypes of the kilogram (1988–1992) Metrologia 31 317–36.
6. Gläser M 2000b Mass comparators Comprehensive Mass Metrology ed M Kochsiek and M Gläser (Berlin: Wiley-VCH) pp 441–78 .
7. Giacomo P 1982 Equation for the determination of the density of moist air (1981) Metrologia 18 33–40 Gillies.
8. Измерения массы, плотности и вязкости. Под ред. Ю.В. Тарбеева. М. Изд-во стандартов. 1988.
9. РМГ 29-2013 «Метрология. Основные термины и определения».
10. ГОСТ OIML R 111-1-2009 «ГСИ. Гири классов E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ и M₃. Часть 1. Метрологические и технические требования».
11. В.Р.Kibble, I.A.Robinson, J.H.Bellis, Redefining the kilogram via a moving coil apparatus, CPEM-1990, pp. 178-179.
12. Becker P, Bettin H, Danzebrink H-U, Glaeser M, Kuetsgens U, Nicolaus A, Schiel D, de Bièvre P, Valkiers S and Taylor P 2003 Determination of the Avogadro constant via the silicon route Metrologia 40 271–87.
13. Cladé P, Biraben F, Julien L, Nez F, Guelati-Khelifa S, Precise determination of the ratio h/μ : a way to link microscopic mass to the new kilogram, Metrologia, vol. 53, 2016, pp A75-A82.

14. M Gläser and M Borys. Rep. Prog. Phys. 72 (2009) 126101 (32pp) doi:10.1088/0034-4885/72/12/126101 Precision mass measurements.
15. Ю.И. Каменских, В.С. Снегов, «Современное состояние государственного первичного эталона единицы массы», Измерительная техника. №7, С. 27-29, Москва, 2009.
16. Менделеев Д.И., Сочинения, тт.1-25.Л. — М., 1937-1954.
17. Davis, R.S., “Equation for the determination of the density of moist air” (1981/91), Metrologia 1992, vol.29, 67.
18. M Gläser, R Schwartz and M Mecke. Experimental Determination of Air Density Using a 1 kg Mass Comparator in Vacuum. Metrologia, Volume 28, Number 1.
19. В.Г. Феоктистов. Лабораторные весы.
20. Quinn T J, Speake C C and Davis R S 1986/87 A 1 kg mass comparator using flexure-strip suspensions: preliminary results Metrologia 23 87–100
21. Quinn T J 1992 The beam balance as an instrument for very precise weighing Meas. Sci. Technol. 3 141–159
22. Picard A and Fang H 2002 Three methods of determining the density of moist air during mass comparisons Metrologia 39 31–40
23. Quinn T J, Speake C C, Davis R and Tew W 1995 Stress-dependent damping in Cu–Be torsion and flexure suspensions at stresses up to 1.1 GPa Phys. Lett. A 197–208
24. A Picard. The BIPM flexure-strip balance FB-2. Metrologia 41 (2004) 319–329.
25. S. Mizushima, M. Ueki, Y. Nezu, and A. Ooiwa. Performance of the new prototype balance of the NRLM. IMEKO 2000.
26. A Picard. Mass determinations of a 1 kg silicon sphere for the Avogadro project. Metrologia 43 (2006) 46–52
27. Y Azuma. Improved measurement results for the Avogadro constant using a ²⁸Si-enriched crystal. Metrologia 52 (2015) 360–375

28. Picard A, Barat P, Borys M, Firlus M and Mizushima S 2011 State-of-the art mass determination of ^{28}Si spheres for the Avogadro project *Metrologia* 48 S112–9
29. Picard A and Fang H. 2004 Methods to determine water vapour sorption on mass standards. *Metrologia* 41 333–9
30. Picard A. 2006 Mass determination of a 1 kg silicon sphere for the Avogadro project. *Metrologia* 43 46–52
31. P.Fuchs, K.Marti and S.Russi. New instrument for the study of ‘the kg, mise en pratique’: first results on the correlation between the change in mass and surface chemical state. *Metrologia* 49 (2012) 607–614
32. Tanguy Madec. Determination of the density of air: a comparison of the CIPM thermodynamic formula and the gravimetric method. *Metrologia* 44 (2007) 441–447
33. James Berry and Stuart Davidson. Contamination deposited on mass standards in vacuum from an inverted magnetron gauge. *Meas. Sci. Technol.* 19 (2008) 115102 (4pp)
34. James Berry and Stuart Davidson. Evaluation of equipment and procedures for the transfer and storage of mass standards in inert gas. *Metrologia* 48 (2011) 391–398
35. Davidson S. 2003 A review of surface contamination and the stability of standard masses. *Metrologia* 40 324–38
36. Stuart Davidson. Determination of the effect of transfer between vacuum and air on mass standards of platinum–iridium and stainless steel. *Metrologia* 47 (2010) 487–497
37. Stuart Davidson. Characterization of the long-term stability of mass standards stored in vacuum by weighing and surface analysis. *Metrologia* 49 (2012) 200–208
38. S. Li, M. Stock, F. Biesla, A. Kiss and H. Fang “Field Analysis of a Moving Current-Carrying Coil in OMOP Kibble Balances”. *Bureau international des*

- poids et mesures (BIPM), F-92312 S`evres, France. Conference Paper • March 2018.
39. I. A. Robinson and S. Schlaminger, "The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass," *Metrologia*, vol. 53, no. 5, pp. A46-A74, 2016.
 40. Flowers J L and Petley B W 2005 The kilogram redefinition—an interim solution *Metrologia* 42 L31–4 .
 41. Eichenberger A, Jeckelmann B and Richard P 2003 Tracing Planck's constant to the kilogram by electromechanical methods *Metrologia* 40 356–65.
 42. B.P.Kibble, I.A.Robinson, J.H.Bellis, Redefining the kilogram via a moving coil apparatus, CPEM-1990, pp. 178-179.
 43. Picard A and Fang H 2002 Three methods of determining the density of moist air during mass comparisons *Metrologia* 39 31–40.
 44. ГОСТ OIML R 76 - 2011 «ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».
 45. Снегов В.С., Каменских Ю.И., Сафонов А.В. «О циклах взвешивания массы на компараторах» Автоматизация, телемеханизация и связь в нефтяной промышленности. 7.2018
 46. ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения" от 12.09.2017 г.
 47. Ю.И. Каменских, В.С. Снегов, «Эталоны-копии единицы массы: калибровка 2020 года с применением вакуумного компаратора CCL 1007», Эталоны. Стандартные образцы. №2, С. 60-71, Москва, 2021.
 48. А.А. Чернышенко, Ю.И. Каменских «Вакуумная система Ватт-Весов: Аспекты разработки», Эталоны. Стандартные образцы. №4, С. 5-12, Москва, 2021.

Приложение А

Протоколы измерений разности массы специальных мер массы в вакууме

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 2 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
03-Feb-2020 22:15:42	0.12728064	(2.85)	0.12626021	(2.99)	0.12627002	(2.69)	0.12731241	(2.85)	-0.00103141
03-Feb-2020 22:45:08	0.12731900	(2.77)	0.12628814	(2.83)	0.12629317	(2.80)	0.12733206	(2.58)	-0.00103487

Result: Mean = -0.00103314 g
Std.Dev. = 2.45 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 2 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
03-Feb-2020 23:14:34	0.12733575	(2.33)	0.12737963	(2.52)	0.12738279	(2.36)	0.12734375	(2.92)	0.00004146
03-Feb-2020 23:43:59	0.12734577	(2.69)	0.12738860	(2.84)	0.12739046	(2.68)	0.12735081	(2.74)	0.00004124

Result: Mean = 0.00004135 g
Std.Dev. = 0.15 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 00:13:25	0.12735304	(2.67)	0.12631886	(2.52)	0.12632012	(2.51)	0.12735624	(2.58)	-0.00103515
04-Feb-2020 00:42:51	0.12735801	(2.74)	0.12632342	(2.61)	0.12632434	(2.81)	0.12736027	(2.54)	-0.00103526
04-Feb-2020 01:12:18	0.12736130	(2.56)	0.12632666	(2.61)	0.12632718	(2.55)	0.12736298	(2.54)	-0.00103522
04-Feb-2020 01:41:43	0.12736381	(2.53)	0.12632875	(2.60)	0.12632924	(2.57)	0.12736480	(2.54)	-0.00103531
04-Feb-2020 02:11:09	0.12736553	(2.55)	0.12633025	(2.57)	0.12633050	(2.54)	0.12736595	(2.60)	-0.00103536
04-Feb-2020 02:40:35	0.12736629	(2.60)	0.12633102	(2.55)	0.12633100	(2.61)	0.12736637	(2.59)	-0.00103532

Result: Mean = -0.00103527 g
Std.Dev. = 0.08 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 03:10:02	0.12633174	(2.57)	0.12740771	(2.58)	0.12740758	(2.60)	0.12633133	(2.55)	0.00107611
04-Feb-2020 03:39:28	0.12633176	(2.57)	0.12740760	(2.55)	0.12740763	(2.55)	0.12633148	(2.61)	0.00107599
04-Feb-2020 04:08:53	0.12633179	(2.62)	0.12740779	(2.45)	0.12740762	(2.61)	0.12633139	(2.55)	0.00107612
04-Feb-2020 04:38:19	0.12633174	(2.52)	0.12740763	(2.48)	0.12740728	(2.38)	0.12633104	(2.56)	0.00107607
04-Feb-2020 05:07:45	0.12633127	(2.50)	0.12740702	(2.54)	0.12740662	(2.56)	0.12633051	(2.52)	0.00107592
04-Feb-2020 05:37:11	0.12633069	(2.47)	0.12740601	(2.63)	0.12740604	(2.65)	0.12632945	(2.49)	0.00107596

Result: Mean = 0.00107603 g
Std.Dev. = 0.08 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	A(3) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 06:06:38	0.12736486	(2.50)	0.12740517	(2.54)	0.12740536	(2.46)	0.12736374	(2.50)	0.00004097
04-Feb-2020 06:36:04	0.12736374	(2.50)	0.12740406	(2.50)	0.12740389	(2.58)	0.12736245	(2.60)	0.00004088
04-Feb-2020 07:05:30	0.12736244	(2.65)	0.12740334	(2.28)	0.12740204	(2.38)	0.12736060	(2.34)	0.00004117
04-Feb-2020 07:34:55	0.12736110	(2.53)	0.12740158	(2.65)	0.12740037	(2.45)	0.12735875	(2.51)	0.00004105
04-Feb-2020 08:04:21	0.12735891	(2.45)	0.12739951	(2.21)	0.12739899	(2.61)	0.12735788	(2.80)	0.00004085
04-Feb-2020 08:33:45	0.12735713	(2.61)	0.12739755	(2.65)	0.12739697	(2.50)	0.12735591	(2.27)	0.00004074

Result: Mean = 0.00004094 g
Std.Dev. = 0.15 †g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in †g	B(5) in g	Std.Dev. in †g	B(5) in g	Std.Dev. in †g	A(3) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 09:03:11	0.12735654	(2.51)	0.12632006	(2.64)	0.12631903	(2.51)	0.12735457	(2.35)	-0.00103602
04-Feb-2020 09:32:37	0.12735364	(2.31)	0.12631841	(2.88)	0.12631663	(2.96)	0.12734992	(2.43)	-0.00103426
04-Feb-2020 10:02:02	0.12735248	(2.24)	0.12631697	(2.80)	0.12631574	(2.59)	0.12735104	(2.50)	-0.00103541
04-Feb-2020 10:31:29	0.12735034	(2.40)	0.12631505	(2.42)	0.12631468	(2.30)	0.12734837	(2.36)	-0.00103449
04-Feb-2020 11:00:54	0.12734902	(2.38)	0.12631312	(2.57)	0.12631294	(2.32)	0.12734780	(2.48)	-0.00103538
04-Feb-2020 11:30:20	0.12734762	(2.32)	0.12631174	(2.48)	0.12631198	(2.46)	0.12734613	(2.18)	-0.00103501

Result: Mean = -0.00103509 g
Std.Dev. = 0.65 †g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	A(5) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 11:59:46	0.12631057	(2.81)	0.12738654	(2.44)	0.12738599	(2.64)	0.12630948	(2.31)	0.00107624
04-Feb-2020 12:29:11	0.12630942	(2.32)	0.12738483	(2.54)	0.12738491	(2.67)	0.12630861	(2.67)	0.00107586
04-Feb-2020 12:58:37	0.12630809	(2.58)	0.12738346	(2.84)	0.12738324	(2.64)	0.12630701	(2.55)	0.00107580
04-Feb-2020 13:28:03	0.12630591	(2.45)	0.12738287	(2.46)	0.12738176	(2.70)	0.12630458	(2.32)	0.00107707
04-Feb-2020 13:57:28	0.12630563	(2.37)	0.12738150	(2.52)	0.12738014	(2.65)	0.12630440	(2.56)	0.00107581
04-Feb-2020 14:26:54	0.12630505	(3.55)	0.12737997	(2.32)	0.12737949	(2.65)	0.12630308	(2.49)	0.00107566

Result: Mean = 0.00107607 g
Std.Dev. = 0.53 †g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	A(3) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 14:56:20	0.12733783	(2.23)	0.12737831	(2.55)	0.12737836	(2.28)	0.12733661	(2.71)	0.00004111
04-Feb-2020 15:25:47	0.12733659	(2.66)	0.12737762	(2.74)	0.12737680	(2.81)	0.12733483	(2.60)	0.00004150
04-Feb-2020 15:55:12	0.12733500	(2.67)	0.12737497	(2.79)	0.12737501	(2.56)	0.12733589	(0.91)	0.00003954
04-Feb-2020 16:24:38	0.12733389	(2.59)	0.12737405	(2.17)	0.12737405	(2.91)	0.12733169	(1.48)	0.00004126
04-Feb-2020 16:54:04	0.12733197	(2.18)	0.12737241	(2.26)	0.12737143	(2.61)	0.12733001	(2.52)	0.00004094
04-Feb-2020 17:23:30	0.12733067	(2.58)	0.12737089	(2.25)	0.12736955	(1.76)	0.12732827	(2.42)	0.00004075

Result: Mean = 0.00004085 g

Std.Dev. = 0.69 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 17:52:55	0.12732868	(2.13)	0.12629320	(2.81)	0.12629241	(2.47)	0.12732745	(2.32)	-0.00103526
04-Feb-2020 18:22:21	0.12732667	(2.73)	0.12629090	(2.81)	0.12629136	(2.26)	0.12732562	(2.51)	-0.00103502
04-Feb-2020 18:51:47	0.12732573	(2.41)	0.12628966	(2.59)	0.12628959	(2.51)	0.12732409	(2.91)	-0.00103528
04-Feb-2020 19:21:12	0.12732456	(2.62)	0.12628855	(2.72)	0.12628794	(2.62)	0.12732266	(2.69)	-0.00103536
04-Feb-2020 19:50:37	0.12732297	(2.40)	0.12628706	(2.08)	0.12628734	(2.63)	0.12732176	(2.60)	-0.00103516
04-Feb-2020 20:20:02	0.12732479	(6.21)	0.12628520	(2.73)	0.12628496	(2.65)	0.12731953	(2.46)	-0.00103708

Result: Mean = -0.00103553 g
Std.Dev. = 0.77 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 20:49:28	0.12628393	(2.38)	0.12736018	(2.59)	0.12735966	(2.58)	0.12628372	(2.16)	0.00107609
04-Feb-2020 21:18:53	0.12628345	(2.64)	0.12735902	(2.45)	0.12735846	(2.38)	0.12628208	(2.50)	0.00107597
04-Feb-2020 21:48:18	0.12628240	(2.47)	0.12735795	(2.60)	0.12735746	(2.44)	0.12628070	(2.64)	0.00107615
04-Feb-2020 22:17:44	0.12628119	(2.41)	0.12735726	(2.62)	0.12735666	(2.29)	0.12628068	(2.26)	0.00107603
04-Feb-2020 22:47:09	0.12628235	(3.74)	0.12735629	(2.49)	0.12735616	(2.33)	0.12627976	(2.73)	0.00107517
04-Feb-2020 23:16:35	0.12628002	(2.23)	0.12735549	(2.32)	0.12735500	(2.41)	0.12627868	(2.74)	0.00107589

Result: Mean = 0.00107589 g
Std.Dev. = 0.36 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
04-Feb-2020 23:46	0.12731419	(2.44)	0.12735427	(2.27)	0.12735384	(2.74)	0.12731276	(2.39)	0.00004058
05-Feb-2020 00:15	0.12731287	(2.29)	0.12735280	(2.34)	0.12735221	(2.62)	0.12731105	(2.52)	0.00004054
05-Feb-2020:00:45	0.12731102	(2.43)	0.12735129	(2.64)	0.12735149	(2.54)	0.12730999	(2.45)	0.00004088
05-Feb-2020:01:15	0.12730994	(2.44)	0.12735024	(2.48)	0.12734990	(2.53)	0.12730845	(2.44)	0.00004087
05-Feb-2020:02:48	0.12730860	(2.46)	0.12734889	(2.53)	0.12734865	(2.52)	0.12730720	(2.54)	0.00004087
05-Feb-2020:03:18	0.12730730	(2.40)	0.12734767	(2.44)	0.12734738	(2.57)	0.12730602	(2.42)	0.00004087

Result: Mean = 0.00004077 g
Std.Dev. = 0.16 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
05-Feb-2020 03:42:34	0.12730602	(2.48)	0.12627025	(2.41)	0.12626996	(2.45)	0.12730480	(2.47)	-0.00103530
05-Feb-2020 04:12:00	0.12730483	(2.50)	0.12626906	(2.49)	0.12626875	(2.49)	0.12730367	(2.46)	-0.00103535
05-Feb-2020 04:41:24	0.12730375	(2.42)	0.12626795	(2.40)	0.12626760	(2.55)	0.12730247	(2.53)	-0.00103533
05-Feb-2020 05:10:50	0.12730270	(2.38)	0.12626693	(2.46)	0.12626658	(2.48)	0.12730147	(2.48)	-0.00103533
05-Feb-2020 05:40:16	0.12730156	(2.49)	0.12626565	(2.47)	0.12626554	(2.48)	0.12730034	(2.45)	-0.00103536
05-Feb-2020 06:09:41	0.12730037	(2.50)	0.12626458	(2.48)	0.12626441	(2.50)	0.12729935	(2.45)	-0.00103536

Result: Mean = -0.00103534 g

Std.Dev. = 0.02 g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	A(5) in g	Std.Dev. in g	2nd Diff. in g
05-Feb-2020 06:39:07	0.12626423	(2.48)	0.12733993	(2.43)	0.12733971	(2.49)	0.12626289	(2.47)	0.00107626
05-Feb-2020 07:08:32	0.12626316	(2.38)	0.12733877	(2.56)	0.12733890	(2.39)	0.12626231	(2.19)	0.00107610
05-Feb-2020 07:37:57	0.12626240	(2.71)	0.12733791	(2.54)	0.12733826	(2.37)	0.12626121	(2.38)	0.00107628
05-Feb-2020 08:07:23	0.12626189	(2.01)	0.12733717	(2.45)	0.12733843	(2.44)	0.12626098	(2.57)	0.00107636
05-Feb-2020 08:36:49	0.12626099	(2.52)	0.12733678	(2.55)	0.12733630	(2.56)	0.12626030	(2.71)	0.00107590
05-Feb-2020 09:06:15	0.12626104	(2.69)	0.12733621	(2.60)	0.12733602	(2.29)	0.12625980	(2.45)	0.00107569

Result: Mean = 0.00107610 g
Std.Dev. = 0.26 g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	A(3) in g	Std.Dev. in g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020-08:35:42	0.12729504	(2.62)	0.12733604	(2.09)	0.12733566	(2.62)	0.12729493	(2.67)	0.00004086
06-Feb-2020 09:05:08	0.12730233	(6.29)	0.12733485	(2.38)	0.12733520	(2.60)	0.12729445	(3.17)	0.00003664
06-Feb-2020 09:34:35	0.12729401	(2.31)	0.12733514	(2.94)	0.12733411	(2.21)	0.12729322	(2.13)	0.00004101
06-Feb-2020 10:04:01	0.12729386	(2.67)	0.12733333	(2.48)	0.12733336	(2.35)	0.12729251	(2.61)	0.00004016
06-Feb-2020 10:33:28	0.12729303	(2.66)	0.12733295	(2.53)	0.12733348	(2.24)	0.12729163	(2.50)	0.00004089
06-Feb-2020 11:02:53	0.12729192	(2.47)	0.12733438	(3.79)	0.12733203	(2.69)	0.12729125	(2.85)	0.00004162

Result: Mean = 0.00004020 g
Std.Dev. = 1.80 g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in g	B(5) in g	Std.Dev. in g	B(5) in g	Std.Dev. in g	A(3) in g	Std.Dev. in g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020 11:32:19	0.12729143	(2.68)	0.12625504	(2.55)	0.12625568	(2.53)	0.12729008	(2.35)	-0.00103540
06-Feb-2020 12:01:45	0.12729040	(2.35)	0.12625489	(2.21)	0.12625467	(2.30)	0.12728979	(2.50)	-0.00103531
06-Feb-2020 12:31:11	0.12728970	(2.63)	0.12625411	(2.37)	0.12625389	(2.15)	0.12728885	(2.57)	-0.00103527
06-Feb-2020 13:00:38	0.12728986	(2.40)	0.12625379	(2.36)	0.12625335	(2.58)	0.12728809	(2.65)	-0.00103540
06-Feb-2020 13:30:04	0.12728858	(2.54)	0.12625222	(2.84)	0.12625233	(2.34)	0.12728518	(1.76)	-0.00103461
06-Feb-2020 13:59:30	0.12728831	(2.38)	0.12625215	(2.38)	0.12625205	(2.59)	0.12728681	(2.61)	-0.00103546

Result: Mean = -0.00103524 g
Std.Dev. = 0.32 g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	B(7) in g	Std.Dev. in g	A(5) in g	Std.Dev. in g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020 14:28:56	0.12625194	(2.58)	0.12732736	(2.56)	0.12732670	(3.05)	0.12625108	(2.51)	0.00107552
06-Feb-2020 14:58:21	0.12625106	(2.61)	0.12732715	(2.62)	0.12732658	(2.42)	0.12625067	(2.16)	0.00107600
06-Feb-2020 15:27:46	0.12625088	(2.26)	0.12732650	(2.53)	0.12732615	(1.79)	0.12625042	(2.62)	0.00107568
06-Feb-2020 15:57:12	0.12624983	(2.34)	0.12732584	(2.87)	0.12732602	(2.39)	0.12624955	(2.75)	0.00107624
06-Feb-2020 16:26:38	0.12625019	(2.00)	0.12732585	(2.56)	0.12732569	(2.32)	0.12624938	(2.73)	0.00107599
06-Feb-2020 16:56:04	0.12624996	(2.39)	0.12733023	(2.36)	0.12732509	(2.60)	0.12624930	(2.05)	0.00107803

Result: Mean = 0.00107624 g

Std.Dev. = 0.91 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020 17:25:30	0.12728413	(2.43)	0.12732434	(2.52)	0.12732417	(2.64)	0.12728303	(2.60)	0.00004068
06-Feb-2020 17:54:56	0.12728353	(2.36)	0.12732411	(2.24)	0.12732276	(2.82)	0.12728244	(2.35)	0.00004045
06-Feb-2020 18:24:22	0.12728335	(2.69)	0.12732341	(2.59)	0.12732335	(2.51)	0.12728283	(2.48)	0.00004029
06-Feb-2020 18:53:47	0.12728229	(2.50)	0.12732473	(3.05)	0.12732292	(2.39)	0.12728177	(2.59)	0.00004179
06-Feb-2020 19:23:13	0.12728249	(2.33)	0.12732235	(2.50)	0.12732249	(2.58)	0.12728746	(7.46)	0.00003744
06-Feb-2020 19:52:39	0.12728449	(4.64)	0.12732158	(2.43)	0.12732170	(2.54)	0.12728058	(2.45)	0.00003910

Result: Mean = 0.00003996 g
Std.Dev. = 1.50 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020 20:22:06	0.12728103	(2.23)	0.12624527	(2.60)	0.12624565	(2.85)	0.12728129	(2.50)	-0.00103570
06-Feb-2020 20:51:31	0.12728019	(2.37)	0.12624496	(2.55)	0.12624473	(2.51)	0.12727945	(2.60)	-0.00103497
06-Feb-2020 21:20:57	0.12727983	(2.58)	0.12624452	(2.27)	0.12624468	(2.56)	0.12728229	(3.85)	-0.00103645
06-Feb-2020 21:50:22	0.12727980	(1.87)	0.12624327	(2.59)	0.12624404	(1.93)	0.12727829	(2.31)	-0.00103539
06-Feb-2020 22:19:48	0.12727865	(2.49)	0.12624360	(2.04)	0.12624285	(2.48)	0.12727799	(2.44)	-0.00103510
06-Feb-2020 22:49:13	0.12727853	(2.44)	0.12624259	(2.69)	0.12624234	(2.40)	0.12727746	(2.42)	-0.00103553

Result: Mean = -0.00103552 g
Std.Dev. = 0.53 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
06-Feb-2020 23:18:40	0.12624301	(2.61)	0.12731783	(2.35)	0.12731822	(2.42)	0.12624241	(2.25)	0.00107532
06-Feb-2020 23:48:05	0.12624198	(2.57)	0.12731778	(2.44)	0.12731803	(2.53)	0.12624165	(2.71)	0.00107609
07-Feb-2020 00:17:31	0.12624201	(2.74)	0.12731728	(2.41)	0.12731739	(2.22)	0.12624136	(2.43)	0.00107565
07-Feb-2020 00:46:56	0.12624228	(2.22)	0.12731728	(2.66)	0.12731742	(2.33)	0.12624118	(2.42)	0.00107562
07-Feb-2020 01:16:21	0.12624136	(2.50)	0.12731707	(2.43)	0.12731716	(2.51)	0.12624083	(2.52)	0.00107602
07-Feb-2020 01:45:47	0.12624108	(2.41)	0.12731673	(2.43)	0.12731677	(2.45)	0.12624074	(2.41)	0.00107584

Result: Mean = 0.00107575 g
Std.Dev. = 0.29 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 02:15:13	0.12727620	(2.45)	0.12731648	(2.47)	0.12731639	(2.37)	0.12727555	(2.43)	0.00004056
07-Feb-2020 02:44:39	0.12727591	(2.43)	0.12731625	(2.46)	0.12731611	(2.52)	0.12727504	(2.42)	0.00004071
07-Feb-2020 03:14:05	0.12727540	(2.31)	0.12731573	(2.46)	0.12731559	(2.47)	0.12727464	(2.46)	0.00004064
07-Feb-2020 03:43:32	0.12727493	(2.48)	0.12731512	(2.54)	0.12731524	(2.48)	0.12727408	(2.50)	0.00004068
07-Feb-2020 04:12:57	0.12727447	(2.40)	0.12731481	(2.44)	0.12731481	(2.46)	0.12727385	(2.41)	0.00004065
07-Feb-2020 04:42:23	0.12727412	(2.46)	0.12731442	(2.46)	0.12731441	(2.33)	0.12727354	(2.49)	0.00004058

Result: Mean = 0.00004064 g

Std.Dev. = 0.06 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 05:11:50	0.12727374	(2.43)	0.12623812	(2.42)	0.12623798	(2.39)	0.12727304	(2.41)	-0.00103534
07-Feb-2020 05:41:16	0.12727349	(2.37)	0.12623759	(2.52)	0.12623747	(2.48)	0.12727199	(2.46)	-0.00103521
07-Feb-2020 06:10:42	0.12727308	(2.40)	0.12623713	(2.55)	0.12623689	(2.31)	0.12727257	(2.55)	-0.00103581
07-Feb-2020 06:40:08	0.12727250	(2.36)	0.12623688	(2.57)	0.12623662	(2.53)	0.12727183	(2.34)	-0.00103541
07-Feb-2020 07:09:33	0.12727217	(2.67)	0.12623663	(2.61)	0.12623678	(2.54)	0.12727143	(2.28)	-0.00103509
07-Feb-2020 07:38:59	0.12727180	(2.43)	0.12623633	(2.32)	0.12623578	(2.55)	0.12727121	(2.48)	-0.00103545

Result: Mean = -0.00103539 g
Std.Dev. = 0.25 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(5) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 08:08:25	0.12623647	(2.52)	0.12731191	(2.54)	0.12731154	(2.13)	0.12623575	(2.38)	0.00107561
07-Feb-2020 08:37:51	0.12623626	(2.60)	0.12731154	(2.37)	0.12731131	(2.75)	0.12623492	(2.74)	0.00107584
07-Feb-2020 09:07:17	0.12623516	(2.58)	0.12731045	(2.39)	0.12731126	(2.61)	0.12623469	(2.42)	0.00107593
07-Feb-2020 09:36:43	0.12623538	(2.44)	0.12731114	(2.45)	0.12731140	(2.47)	0.12623452	(2.50)	0.00107632
07-Feb-2020 10:06:09	0.12623494	(2.29)	0.12731035	(2.65)	0.12731070	(2.44)	0.12623437	(2.51)	0.00107587
07-Feb-2020 10:35:35	0.12623479	(2.38)	0.12731093	(2.56)	0.12731011	(2.54)	0.12623399	(2.53)	0.00107613

Result: Mean = 0.00107595 g
Std.Dev. = 0.25 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	B(7) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 11:05:01	0.12727034	(2.05)	0.12731038	(2.28)	0.12731002	(2.33)	0.12726940	(2.15)	0.00004033
07-Feb-2020 11:34:27	0.12727018	(2.49)	0.12730902	(2.37)	0.12730986	(2.38)	0.12726863	(2.56)	0.00004004
07-Feb-2020 12:03:53	0.12726933	(2.53)	0.12730975	(2.65)	0.12730937	(2.33)	0.12726843	(2.29)	0.00004068
07-Feb-2020 12:33:18	0.12726894	(2.47)	0.12730920	(2.23)	0.12730941	(2.21)	0.12726822	(2.35)	0.00004072
07-Feb-2020 13:02:44	0.12726848	(2.44)	0.12730854	(2.67)	0.12730865	(2.44)	0.12726799	(2.20)	0.00004036
07-Feb-2020 13:32:09	0.12726859	(2.53)	0.12730820	(2.51)	0.12730856	(2.70)	0.12726801	(2.78)	0.00004008

Result: Mean = 0.00004037 g
Std.Dev. = 0.29 μ g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 5. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	B(5) in g	Std.Dev. in μ g	A(3) in g	Std.Dev. in μ g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 14:01:34	0.12726793	(2.60)	0.12623243	(2.31)	0.12623208	(2.74)	0.12726748	(2.44)	-0.00103545
07-Feb-2020 14:31:00	0.12726762	(2.50)	0.12623174	(2.51)	0.12623133	(2.26)	0.12726663	(2.42)	-0.00103559
07-Feb-2020 15:00:26	0.12726687	(2.24)	0.12623157	(2.26)	0.12623144	(2.58)	0.12726677	(2.50)	-0.00103531
07-Feb-2020 15:29:51	0.12726740	(2.42)	0.12623124	(2.30)	0.12623114	(2.51)	0.12726655	(2.34)	-0.00103578
07-Feb-2020 15:59:16	0.12726665	(2.44)	0.12623123	(1.69)	0.12623118	(2.60)	0.12726597	(2.45)	-0.00103510
07-Feb-2020 16:28:43	0.12726644	(2.31)	0.12623090	(2.59)	0.12623030	(2.54)	0.12726585	(2.44)	-0.00103555

Result: Mean = -0.00103547 g

Std.Dev. = 0.24 †g

Mass comparison between Position A = Pos 5 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(5) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	A(5) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 16:58:08	0.12623048	(2.44)	0.12730663	(2.13)	0.12730593	(2.15)	0.12623061	(2.36)	0.00107574
07-Feb-2020 17:27:33	0.12623076	(2.51)	0.12730665	(2.24)	0.12730584	(2.40)	0.12623017	(2.58)	0.00107578
07-Feb-2020 17:56:59	0.12623025	(2.72)	0.12730599	(2.29)	0.12730487	(2.52)	0.12623050	(2.10)	0.00107505
07-Feb-2020 18:26:23	0.12622953	(2.89)	0.12730587	(2.40)	0.12730571	(2.51)	0.12622978	(2.83)	0.00107614
07-Feb-2020 18:55:50	0.12622985	(2.58)	0.12730551	(2.31)	0.12730546	(2.47)	0.12622980	(2.55)	0.00107566
07-Feb-2020 19:25:14	0.12622973	(2.60)	0.12730543	(2.28)	0.12730569	(2.24)	0.12622913	(2.27)	0.00107613

Result: Mean = 0.00107575 g
Std.Dev. = 0.40 †g

Mass comparison between Position A = Pos 3 and B = Pos 7. 6 ABBA cycles.

	A(3) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	B(7) in g	Std.Dev. in †g	A(3) in g	Std.Dev. in †g	2nd Diff. in g
07-Feb-2020 19:54:39	0.12726486	(2.27)	0.12730513	(2.29)	0.12730502	(2.40)	0.12726438	(2.47)	0.00004046
07-Feb-2020 20:24:04	0.12726463	(2.29)	0.12730504	(2.62)	0.12730481	(2.58)	0.12726441	(2.62)	0.00004040
07-Feb-2020 20:53:29	0.12726411	(2.61)	0.12730465	(2.49)	0.12730462	(2.26)	0.12726416	(2.51)	0.00004050
07-Feb-2020 21:22:55	0.12726429	(2.32)	0.12730458	(2.02)	0.12730489	(2.36)	0.12726411	(2.63)	0.00004053
07-Feb-2020 21:52:20	0.12726441	(2.49)	0.12730442	(2.45)	0.12730425	(2.53)	0.12726334	(2.59)	0.00004046
07-Feb-2020 22:21:46	0.12726390	(2.65)	0.12730525	(2.34)	0.12730487	(2.60)	0.12726340	(2.55)	0.00004141

Result: Mean = 0.00004063 g
Std.Dev. = 0.39 †g

Приложение В

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

ОТЧЕТ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИССЛЕДОВАНИЙ
ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ МАССЫ -
КИЛОГРАММА

Руководитель лаборатории _____ А. Ф. Остривной

Ученый хранитель ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ В. С. Снегов

Санкт-Петербург

2020

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ
№ 01/2020 от « 15 » 09 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: проверка комплектности ГПЭ единицы массы
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.1 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 24,1 °С;
 - относительная влажность воздуха: 46,8 %;
 - атмосферное давление 101,3 кПа.

5. Состав ГПЭ единицы массы:

№ п/п	Наименование (тип, заводской номер)	Метрологические характеристики	Номер свидетельства о поверке, срок действия
1	Национальный прототип килограмма № 12	Номинальное значение 1 кг. СКО суммарной погрешности 0,0104 мг.	Сертификат МБМВ от 30.03.2015
2	Эталон-свидетель – копия № 26	Номинальное значение 1 кг. СКО суммарной погрешности 0,0104 мг.	Сертификат калибровки
3	Вакуумный компаратор массы ССL 1007 с вакуумной транспортной системой № 33300001, фирмы «Sartorius AG»	Максимальная нагрузка 1031,5 г; дискретность 0,1 мкг, СКО 0,2 мкг; остаточное давление не менее $2 \cdot 10^{-4}$ Па	Сертификат калибровки RU 01 №2301м/898- 2020 От 21.06.2020 г
4	Компаратор СС1000S-L, 90601171	Максимальная нагрузка 1002 г; дискретность 0,001 мг, СКО 0,002 мг	Свидетельство № 2301м/485-2020 от 10.03.2020
5	Компаратор ССЕ 66, № 25603290	Максимальная нагрузка 66 г; дискретность 0,001 мг, СКО 0,002 мг	Свидетельство № 2301м/896-2020 от 10.07.2020

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ (ПРОДОЛЖЕНИЕ)

№ 01/2020 от « 15 » 09 2020 г

6	Компаратор МСМ 6.7, № 34301625	Максимальная нагрузка 6,1 г; дискретность 0,0001 мг, СКО 0,07/0,11 мг	Свидетельство № 2301м/797-2020 от 10.07.2019
7	Компаратор ССЕ 10000 S, № 28102032	Максимальная нагрузка 10 кг; дискретность 0,1 мг, СКО 0,2 мг	Свидетельство № 2301м/897-2020 от 09.07.2020
8	Компаратор ССЕ40К3, № 21906963	Максимальная нагрузка 41 кг; дискретность 1 мг, СКО 0,4/0,5/1 мг	Свидетельство № 2301м/1217-2019 от 05.12.2019
9	Комплект специальных мер массы влияющих величин плавучести и сорбции: гири № 11А; № 11В и № 11С	Номинальное значение 1 кг	Протокол калибровки № 5-2020 от 20.07.2020
10	Многоканальная автоматическая климатическая станция с датчиками температуры, давления и влажности воздуха	Диапазон измерения от 0 до +25 ° С, $\delta_{\max}=0.03$ ° С, $U = 0.021$ ° С. Диапазон измерения от 55 до 110 кПа, $\delta_{\max}=7,5$ Па, $U = 2,9$ Па.	Сертификат калибровки RU01№2411/0754-2020 от 15.05.2020г.

6. Порядок выполнения исследований: проверка комплектности комплекса ГПЭ проводится визуально.

7. Вывод: комплектность ГПЭ единицы массы ГЭТ 3-2020 соответствует требованиям технического задания и паспорту эталона.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301
Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

Всего листов 21 Лист 3

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ
№ 02/2020 от « 15 » 07 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: определение неопределенности измерений разности масс мер плавучести и сорбции в вакууме.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.2 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 24,1 °С;
 - относительная влажность воздуха: 46,8 %;
 - атмосферное давление 101,3 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Вакуумный компаратор массы ССЛ 1007, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мг
Специальные меры массы, гири № 11А, 11В и № 11С	Номинальное значение 1 кг

6. Порядок выполнения исследований: определение разности масс мер плавучести и сорбции номинальной массой 1 кг в условиях вакуума при остаточном давлении не менее $2 \cdot 10^{-4}$ Па.

Дата/время	Разность по 6 циклам 11С-11В, мг	СКО, мкг	Разность по 6 циклам 11С-11А, мг	СКО, мкг
13.07.20/00:30	1,07614	0,33	0,04094	0,15
13.07.20/01:20	1,07603	0,08	0,04077	0,16
13.07.20/02:05	1,07610	0,26	0,04082	0,09
14.07.20/02:35	1,07575	0,29	0,04064	0,06
14.07.20/03:25	1,07595	0,25	0,04037	0,29
14.07.20/04:00	1,07586	0,23	0,04063	0,39
15.07.20/01:10	1,07597	0,41	0,04085	0,37
15.07.20/01:55	1,07592	0,26	0,04082	0,08
15.07.20/02:40	1,07601	0,07	0,04100	0,05
Среднее	1,07597	0,09	0,04076	0,07

7. Вывод: получены значения разностей массы мер плавучести и сорбции в вакууме с соответствующими значениями СКО и СКО их средних значений. Полученные результаты соответствует требованиям технического задания.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301

Всего листов 21 Лист 5

Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ
№ 03/2020 от « 26 » 08 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: определение неопределенности измерений при передаче единицы эталонам-копиям.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.3 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 22,7 °С;
 - относительная влажность воздуха: 40,3 %;
 - атмосферное давление 102,8 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Вакуумный компаратор массы ССЛ 1007, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мг
Национальный прототип килограмма № 12	Номинальное значение 1 кг, суммарная стандартная неопределенность $1,04 \cdot 10^{-8}$ кг

6. Порядок выполнения исследований: определение погрешности эталонов-копий номинальной массой 1 кг при постоянной плотности атмосферного воздуха.

Результаты измерений приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 Схема сличения 1

Этало н.№ п/п	НП 12	Н П 26	Пола я 11А	Гантель 11 В	Цилинд р 11 С	ВНИИ М 4	РТМ 20	СНИИ М8	Разност ь массы, мг, Δm
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	
1	+1	-1	0	0	0	0	0	0	0,100
2	0	0	+1	-1	0	0	0	0	-101,597
3	0	0	0	+1	-1	0	0	0	0,024
4	+1	0	0	0	-1	0	0	0	93,337
5	+1	0	0	0	0	-1	0	0	93,407
6	+1	-1	0	0	0	0	0	0	0,100
7	+1	0	0	0	0	0	-1	0	93,090
8	+1	0	0	0	0	0	0	-1	92,133
9	0	+1	0	0	-1	0	0	0	93,272
10	0	+1	0	0	0	-1	0	0	93,305
11	0	+1	0	0	0	0	-1	0	92,987
12	0	+1	0	0	0	0	0	-1	92,029
13	0	0	+1	-1	0	0	0	0	-101,591
14	0	0	0	+1	-1	0	0	0	0,024

Таблица 2 Схема сличения 2

Эталон № п/п	НП 12	НП 26	Полая 11А	Гантель 11В	ВНИИМ 1	ВНИИМ 4	РЦ 69	СНИИМ 8	Разность массы, мг, Δm
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	
1	1	-1	0	0	0	0	0	0	0,101
2	0	0	1	-1	0	0	0	0	-99,439
3	0	0	0	1	-1	0	0	0	0,123
4	1	0	0	0	-1	0	0	0	91,465
5	1	0	0	0	0	-1	0	0	91,405
6	1	-1	0	0	0	0	0	0	0,101
7	1	0	0	0	0	0	-1	0	91,416
8	1	0	0	0	0	0	0	-1	90,079
9	0	1	0	0	-1	0	0	0	91,367
10	0	1	0	0	0	-1	0	0	91,307
11	0	1	0	0	0	0	-1	0	91,319
12	0	1	0	0	0	0	0	-1	89,979
13	0	0	1	-1	0	0	0	0	-99,439
14	0	0	0	1	-1	0	0	0	0,121

Здесь строки 2, 3, 13 и 14 представляют разности массы специальных мер, гирь 11А - 11В и 11В – 11С, необходимые для определения плотности воздуха в начале и конце каждой серии измерений. В обеих сериях по схемам 1 и 2 плотность воздуха внутри камеры весов за 96 часов измерений уменьшилась на $0,00007 \text{ мг/см}^3$, что соответствует увеличению температуры на $0,02 \text{ }^\circ\text{C}$.

Результаты сличений представлены в таблице 3.

Таблица 3 Результаты сличений

Номер эталона	Погрешность эталона, мг	Неопределенность измерений при передаче единицы, мг	Суммарная неопределенность, мг	Нестабильность за один год, мг
26	0,0022	0,0002	0,0104	0,00018
z-35725484/1	-0,1758	0,0005	0,0109	-
z-35725485/4	-0,1202	0,0004	0,0105	-
37025220	-0,4240	0,0003	0,0105	-
36125269	-0,1281	0,0002	0,0105	0,0035
8	3,6646	0,0004	0,0105	0,028

Примечание: в крайних правых колонках приведены усредненные по 6 циклам значения разностей массы Δm сравниваемых эталонных гирь.

7. Вывод: полученные значения неопределенности измерений при передаче единицы эталонам-копиям не превышают $6 \cdot 10^{-10}$ кг. Полученные результаты соответствуют требованиям технического задания.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301

Всего листов 21 Лист 8

Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ

№ 04/2020 от « 02 » 09 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: определение неопределенности (СКО результата измерений разности масс) для нижней границы расширенного диапазона передачи ГПЭ.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.4 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 23,9 °С;
 - относительная влажность воздуха: 46,4 %;
 - атмосферное давление 102,7 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Компаратор массы МСМ 6, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мкг

6. Порядок выполнения исследований: определение СКО результата измерений разности масс для нижней границы диапазона передачи ГПЭ.

№ цикла <i>RTR</i>	Показания компаратора при нагрузке, 0,05 мг				*Первая разность $T_i - R_i (i = 1 \dots 10)$, мг	*Вторая разность x_n , мг
	2	3	4	5	6	7
1	R_1	0,0000	T_1	0,0002	0,0002	0,00005
	R_2	0,0004	T_2	0,0003	-0,0001	
2	R_3	0,0004	T_3	0,0007	0,0003	0,00005
	R_4	0,0008	T_4	0,0006	-0,0002	
3	R_5	0,0010	T_5	0,0011	0,0001	-0,00005
	R_6	0,0013	T_6	0,0011	-0,0002	
4	R_7	0,0014	T_7	0,0016	0,0002	-0,00005
	R_8	0,0020	T_8	0,0017	-0,0003	
5	R_9	0,0020	T_9	0,0023	0,0003	0,00000
	R_{10}	0,0027	T_{10}	0,0024	-0,0003	
6	R_{11}	0,0027	T_{11}	0,0028	0,0001	-0,00010
	R_{12}	0,0033	T_{12}	0,0030	-0,0003	
$\bar{x}_n = \frac{\sum_{n=1}^6 x_n}{6}$ $S = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^6 (x_n - \bar{x}_n)^2}{5}}$						$\bar{x} = 0,00002$ мг
						$S = 0,00006$ мг

7. Вывод: СКО компаратора составляет $S = 0,05$ мкг и соответствует требованиям технической документации компаратора и государственной поверочной схемы для средств измерений массы.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301

Всего листов 21 Лист 10

Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ

№ 05/2020 от « 07 » 09 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020

2. Цель исследований: определение неопределенности (СКО результата измерений разности масс для нагрузки 1 кг.

3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.4 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.

4. Условия проведения исследований:

- температура окружающего воздуха: 24,2 °С;
- относительная влажность воздуха: 47,9 %;
- атмосферное давление 101,4 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Вакуумный компаратор массы ССЛ 1007, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мг
Специальные меры массы, гири № 11А, 11В и № 11С	Номинальное значение 1 кг

6. Порядок выполнения исследований: определение СКО результата измерений разности масс для нагрузки 1 кг при остаточном давлении $2 \cdot 10^{-4}$ Па.

№ цикла <i>RTR</i>	Показания компаратора при нагрузке, 0,05 мг				*Первая разность $T_i - R_i (i = 1, \dots, 10)$, мг	*Вторая разность x_n , мг	
	2	3	4	5	6	7	
1	R_1	-0,00040414	T_1	-0,00036338	0,00004076	0,00004095	
	R_2	-0,00040465	T_2	-0,00036350	0,00004115		
2	R_3	-0,00040456	T_3	-0,00036382	0,00004074	0,00004099	
	R_4	-0,00040500	T_4	-0,00036376	0,00004124		
3	R_5	-0,00040495	T_5	-0,00036403	0,00004092	0,00004109	
	R_6	-0,00040541	T_6	-0,00036415	0,00004126		
4	R_7	-0,00040536	T_7	-0,00036462	0,00004074	0,00004100	
	R_8	-0,00040604	T_8	-0,00036478	0,00004126		
5	R_9	-0,00040588	T_9	-0,00036503	0,00004085	0,00004101	
	R_{10}	-0,00040641	T_{10}	-0,00036523	0,00004118		
6	R_{11}	-0,00040609	T_{11}	-0,00036548	0,00004061	0,00004095	
	R_{12}	-0,00040667	T_{12}	-0,00036540	0,00004127		
$\bar{x}_n = \frac{\sum_{n=1}^6 x_n}{6}$					$S = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^6 (x_n - \bar{x}_n)^2}{5}}$		$\bar{x} = 0,04100 \quad \text{мг}$
							$S = 0,00005 \quad \text{мг}$

7. Вывод: СКО компаратора составляет $S = 0,05$ мкг и соответствует требованиям технической документации компаратора и государственной поверочной схемы для средств измерений массы.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301
Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

Всего листов 21 Лист 12

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ
№ 06/2020 от «26» 08 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: определение неопределенности измерений плотности воздуха прямым методом с помощью мер плавучести.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.5 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 24,1 °С;
 - относительная влажность воздуха: 46,8 %;
 - атмосферное давление 101,3 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Вакуумный компаратор массы ССЛ 1007, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мг
Специальные меры массы, гири № 11В и № 11С	Номинальное значение 1 кг

6. Порядок выполнения исследований: определение неопределенности измерений плотности воздуха с помощью мер плавучести номинальной массой 1 кг. Разность массы гирь в форме гантели и полой гирей, №11С – №11В.

Среда	Обозначение	Численное значение, мг	Плотность воздуха, мг/см ³	
			Расчет.	Измер.
Воздух	Δm_a	102,72379	Расчет.	Измер.
Вакуум	Δm_v	1,07597	-	-
-	$\Delta m_v - \Delta m_a$	101,67782	1,20190	1,20196

Разность объемов этих гирь, равная $\Delta V_{DH} = 84,570 \text{ см}^3$, измерена методом гидростатического взвешивания по ГОСТ OIML R 111-1-2009.

Результаты измерений плотности воздуха косвенным методом

Измеряемая величина	Средство измерений	Погрешность	В начале	В конце
Давление, гПа	Барометр	0,02	1014,07	1014,08
Температура, °C	Термометр	0,01	19,96	19,99
Относительная Влажность, %	Измеритель влажности	1,0	36,0	36,0
Плотность воздуха, г/см ³	Косвенный метод	0,00012	1,20187	1,20175

Средне значение плотности воздуха составило 1,20190 мг/см³. Расхождение плотности воздуха прямым и косвенным методом составило 0,01 %, что не превышает погрешности измерений плотности воздуха косвенным методом.

Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха представлен в таблице.

Таблица

Входная величина	Неопределённость	Значение стандартной неопределенности	Тип оценивания	Коэффициент чувствительности	Вклад в суммарную неопределенность, г/см ³
ρ_a	$u_A(\rho_a)$	$\sqrt{\frac{\sigma_a^2 + \sigma_v^2}{n \cdot (V_H - V_D)^2} + \left(\frac{\Delta m}{\Delta V^2} \sigma_v\right)^2}$	A	1	0,000016
Δm_{HD}^a	$u(\Delta m^a)$	$\sqrt{u_m^2 + u_d^2 + u_b^2}$	B	$\frac{1}{V_H - V_D}$	0,000053
Δm_{HD}^v	$u(\Delta m^v)$	$\sqrt{u_m^2 + u_d^2}$	B	$\frac{1}{V_H - V_D}$	0,000024
V	$u_\Sigma(V)$	$\sqrt{2} \cdot u(V)$	B	$\frac{(\Delta m_{HD}^a - \Delta m_{HD}^v)}{(V_H - V_D)^2}$	0,000014

Суммарная стандартная неопределенность измерений плотности воздуха $u_c(\rho_a) = 0,000064 \text{ мг/см}^3$ или в относительных единицах $5 \cdot 10^{-5}$.

Расширенная неопределенность измерений плотности воздуха при коэффициенте охвата $U(k = 2) = 0,00012 \text{ мг/см}^3$.

7. Вывод: Расхождения прямого и косвенного метода находятся в пределах 0,01 % - погрешности менее точного косвенного метода. Относительная неопределенность измерений плотности воздуха составляет $5 \cdot 10^{-5}$, что соответствует требованиям технического задания.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301

Всего листов 21 Лист 15

Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ
№ 07/2020 от « 10 » 09 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: работоспособности контейнеров для хранения эталонов в вакууме.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.7 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний».
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 23,4 °С;
 - относительная влажность воздуха: 42,7 %;
 - атмосферное давление 99,4 кПа;
 - остаточное давление $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Вакуумная транспортная система компаратор массы ССL 1007, № 36801150	Номинальная масса для хранения 1 кг
Метеостанция Sartorius YCM16С, зав. №80333771041 с комплектом термопреобразователей сопротивления	Диапазон измерения от 0 до +25 °С, $\delta_{\max}=0.03$ °С, $U = 0.021$ °С.
Специальные меры массы, гири № 11А, 11В и № 11С	Номинальное значение 1 кг

6. Порядок выполнения исследований: определение разности масс мер плавучести и сорбции номинальной массой 1 кг в условиях вакуума при остаточном давлении не менее

Результаты внешнего осмотра:	без замечаний
Подготовка к проведению измерений:	
Подготовка, включение и настройка средств измерений и вспомогательного оборудования	выполнены

$2 \cdot 10^{-4}$ Па.

Время регистрации показаний, час	Остаточное давление при испытаниях, мбар	Допускаемое остаточное давление, мбар
1	4.93	15
3	6.11	
6	9.46	
24	10.00	

7. Вывод: результаты исследования работоспособности контейнеров для хранения эталонов в вакууме соответствуют требованиям технического задания.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских



ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

НИЛ № 2301
Московский пр. 19, корпус 1 пом. 119

Всего листов 21 Лист 17

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ

№ 08/2020 от « 02 » 09 2020 г.

1. Объект исследований: ГЭТ 3-2020
2. Цель исследований: Передача единицы массы в диапазоне от 0,05 мг до 0,5 мг с прослеживаемостью к ГПЭ с оценкой погрешности и неопределенности измерений.
3. Методика исследований: в соответствии с разделом 8.6 документа «Государственный первичный эталон единицы массы ГЭТ 3-2020. Программа государственных испытаний.
4. Условия проведения исследований:
 - температура окружающего воздуха: 23,9 °С;
 - относительная влажность воздуха: 46,4 %;
 - атмосферное давление 102,7 кПа.

5. Используемые средства измерений:

Наименование, тип, заводской номер	Метрологические характеристики
Термометр сопротивления «ТЕРКОН», № 328284	Диапазон от 0,01 до 40 °С с суммарной стандартной неопределенностью 0,0097 °С
Измеритель влажности «Rotronic», № 28052086	Диапазон от 0 до 100 % с абсолютной погрешностью 0,8 %
Барометр цифровой РТВ 330, № 1820312	Диапазон от 50 до 119 кПа с пределом допускаемой погрешности 10 Па
Компаратор массы МСМ 6.7, № 36801150	Максимальная нагрузка 6,1 г с дискретностью отсчета 0,0001 мг и СКО 0,07 мкг

6. Порядок выполнения исследований: Передача единицы массы в диапазоне от 0,05 мг до 0,5 мг с прослеживаемостью к ГПЭ с оценкой погрешности и неопределенности измерений.

Схема калибровки набора гирь массой 0,05; 0,1; 0,2; 0,2*; 0,5 мг представлена в таблице 1.

Таблица 1– Схема калибровки набора гирь

Номинальные значения, мг						
1,0	0,5	0,2	0,2*	0,1	0,05	0,05**
1	0	0	0	0	0	0
1	-1	-1	-1	-1	0	0
1	-1	-1	-1	0	-1	-1
0	1	-1	-1	-1	0	0
0	1	-1	-1	0	-1	-1
0	0	1	-1	0	0	0
0	0	1	0	-1	-1	-1
0	0	0	1	-1	-1	-1
0	0	0	0	1	-1	-1
0	0	0	0	0	1	-1
1	-1	-1	-1	-1	1	-1
0	1	-1	-1	-1	1	-1
0	0	1	-1	0	1	-1
0	0	1	-1	0	-1	1

* - обозначение парного экземпляра гири 0,2 мг;

** - обозначение гири 0,05 мг введенной дополнительно для полноты калибровки.

В МНК схема калибровки записывается в форме конструкционной матрицы X , каждая строка которой определяет результат сравнения двух гирь или их комбинаций на компараторе со своим значением СКО, 1-я строка таблицы 1 вводит опорное значение массы исходного эталона – гиря 1 мг. Каждой строке соответствует среднее арифметическое показаний компаратора по 3 циклам «*RTR*», каждое из которых регистрируется в таблице 2, всего 42 разности. В результате измерений получаем систему четырнадцати условных уравнений с шестью неизвестными, в качестве которых выступают искомые массы гирь. При этом все измерения считаются неравноточными, характеризующиеся своим значением СКО, все систематические погрешности исключены из условных уравнений. Таблица 1 определяет порядок, в котором в различных сочетаниях измеряют разности масс. В схеме «1» означает эталон, с которым сличают эталон, «-1» означает эталон, который сличают, «0» означает эталоны, не участвующие в единичных сравнениях, показанных в строках таблицы .

Таблица 2 . Показания компаратора при измерении гирь или их комбинаций на компараторе

к, номер строк и схем ы сличе ния	Показания компаратора при измерении				1-ая разность	2-ая разность	Δm	$a_k = -\Delta m$
	эталон, R		поверяемая гиря, T					
1	3	4	5	6	7	8	9	10
1	R_{11}	0,0002	T_{11}	-0,0026	-0,0028	-0,00325	-0,00325	0,00325
	R_{21}	0,0011	T_{21}	-0,0026	-0,0037			
	R_{12}	0,0013	T_{12}	-0,0014	-0,0027	-0,00330		
	R_{22}	0,0026	T_{22}	-0,0013	-0,0039			
	R_{13}	0,0027	T_{13}	0,0000	-0,0027	-0,00320		
	R_{23}	0,0038	T_{23}	0,0001	-0,0037			
2	R_{11}	0,0002	T_{11}	-0,0022	-0,0024	-0,00305	-0,00340	0,00340
	R_{21}	0,0018	T_{21}	-0,0019	-0,0037			
	R_{12}	0,0020	T_{12}	-0,0011	-0,0031	-0,00350		
	R_{22}	0,0031	T_{22}	-0,0008	-0,0039			
	R_{13}	0,0031	T_{13}	-0,0001	-0,0032	-0,00365		
	R_{23}	0,0041	T_{23}	0,0000	-0,0041			
3	R_{11}	0,0001	T_{11}	0,0001	0,0000	-0,00040	-0,00033	0,00033

	R _{2 1}	0,0009	T _{2 1}	0,0001	-0,0008			
	R _{1 2}	0,0012	T _{1 2}	0,0009	-0,0003	-0,00030		
	R _{2 2}	0,0014	T _{2 2}	0,0011	-0,0003			
	R _{1 3}	0,0016	T _{1 3}	0,0015	-0,0001	-0,00030		
	R _{2 3}	0,0022	T _{2 3}	0,0017	-0,0005			
4	R _{1 1}	0,0005	T _{1 1}	0,0000	-0,0005	-0,00060		
	R _{2 1}	0,0010	T _{2 1}	0,0003	-0,0007			
	R _{1 2}	0,0011	T _{1 2}	0,0007	-0,0004	-0,00070	-0,00063	
	R _{2 2}	0,0018	T _{2 2}	0,0008	-0,0010			
	R _{1 3}	0,0021	T _{1 3}	0,0014	-0,0007	-0,00060		0,0006 3
	R _{2 3}	0,0022	T _{2 3}	0,0017	-0,0005			

5	A ₁₁	0,0000	B ₁₁	0,0010	0,0010	0,00085	0,00068	-0,00068
	A ₂₁	0,0004	B ₂₁	0,0011	0,0007			
	A ₁₂	0,0008	B ₁₂	0,0014	0,0006	0,00060		
	A ₂₂	0,0010	B ₂₂	0,0016	0,0006			
	A ₁₃	0,0011	B ₁₃	0,0018	0,0007	0,00060		
	A ₂₃	0,0014	B ₂₃	0,0019	0,0005			
6	A ₁₁	0,0001	B ₁₁	-0,0002	-0,0003	-0,00040	-0,00042	0,00042
	A ₂₁	0,0004	B ₂₁	-0,0001	-0,0005			
	A ₁₂	0,0007	B ₁₂	0,0002	-0,0005	-0,00045		
	A ₂₂	0,0009	B ₂₂	0,0005	-0,0004			
	A ₁₃	0,0010	B ₁₃	0,0006	-0,0004	-0,00040		
	A ₂₃	0,0013	B ₂₃	0,0009	-0,0004			
7	A ₁₁	0,0000	B ₁₁	-0,0007	-0,0007	-0,00090	-0,00093	0,00093
	A ₂₁	0,0005	B ₂₁	-0,0006	-0,0011			
	A ₁₂	0,0006	B ₁₂	-0,0003	-0,0009	-0,00095		
	A ₂₂	0,0009	B ₂₂	-0,0001	-0,0010			
	A ₁₃	0,0010	B ₁₃	0,0002	-0,0008	-0,00095		
	A ₂₃	0,0013	B ₂₃	0,0002	-0,0011			
8	A ₁₁	0,0003	B ₁₁	0,0001	-0,0002	-0,00020	-0,00020	0,00020
	A ₂₁	0,0003	B ₂₁	0,0001	-0,0002			
	A ₁₂	0,0004	B ₁₂	0,0003	-0,0001	-0,00020		
	A ₂₂	0,0007	B ₂₂	0,0004	-0,0003			
	A ₁₃	0,0008	B ₁₃	0,0006	-0,0002	-0,00020		
	A ₂₃	0,0010	B ₂₃	0,0008	-0,0002			
9	A ₁₁	0,0002	B ₁₁	-0,0002	-0,0004	-0,00045	-0,00040	0,00040
	A ₂₁	0,0004	B ₂₁	-0,0001	-0,0005			
	A ₁₂	0,0005	B ₁₂	0,0002	-0,0003	-0,00040		
	A ₂₂	0,0008	B ₂₂	0,0003	-0,0005			
	A ₁₃	0,0008	B ₁₃	0,0006	-0,0002	-0,00035		
	A ₂₃	0,0010	B ₂₃	0,0005	-0,0005			
10	A ₁₁	0,0001	B ₁₁	-0,0032	-0,0033	-0,00350	-0,00352	0,00352
	A ₂₁	0,0006	B ₂₁	-0,0031	-0,0037			
	A ₁₂	0,0006	B ₁₂	-0,0029	-0,0035	-0,00355		
	A ₂₂	0,0008	B ₂₂	-0,0028	-0,0036			
	A ₁₃	0,0007	B ₁₃	-0,0026	-0,0033	-0,00350		
	A ₂₃	0,0012	B ₂₃	-0,0025	-0,0037			
11	A ₁₁	0,0000	B ₁₁	-0,0004	-0,0004	-0,00060	-0,00057	0,00057
	A ₂₁	0,0004	B ₂₁	-0,0004	-0,0008			
	A ₁₂	0,0004	B ₁₂	-0,0001	-0,0005	-0,00055		
	A ₂₂	0,0006	B ₂₂	0,0000	-0,0006			
	A ₁₃	0,0005	B ₁₃	0,0001	-0,0004	-0,00055		
	A ₂₃	0,0010	B ₂₃	0,0003	-0,0007			
12	A ₁₁	-0,0001	B ₁₁	0,0003	0,0004	0,00040	0,00037	-0,00037
	A ₂₁	0,0000	B ₂₁	0,0004	0,0004			
	A ₁₂	0,0002	B ₁₂	0,0004	0,0002	0,00035		
	A ₂₂	0,0002	B ₂₂	0,0007	0,0005			
	A ₁₃	0,0004	B ₁₃	0,0006	0,0002	0,00035		
	A ₂₃	0,0003	B ₂₃	0,0008	0,0005			
13	A ₁₁	0,0001	B ₁₁	0,0012	0,0011	0,00110	0,00098	-0,00098
	A ₂₁	0,0001	B ₂₁	0,0012	0,0011			
	A ₁₂	0,0001	B ₁₂	0,0011	0,0010	0,00095		
	A ₂₂	0,0001	B ₂₂	0,0010	0,0009			
	A ₁₃	0,0003	B ₁₃	0,0013	0,0010	0,00090		
	A ₂₃	0,0005	B ₂₃	0,0013	0,0008			

Результаты измерений, выполненные по схеме сличений представленной в таблице 1, и зарегистрированные в таблице 2, обработаны с применением метода наименьших квадратов (МНК). Результаты обработки данных представлены в приложении №1 к протоколу.

Результаты, включая неопределенность

Номинальное значение массы гири, мг	Масса гири m, мг	Расширенная неопределенность измерения массы U_m , мг (k=2)
0,500	0,49951	0,00048
0,200	0,199943	0,00042
0,200*	0,20009	0,00042
0,100	0,09966	0,00050
0,050	0,04987	0,00039
0,050*	0,04956	0,00042

7. Вывод: Передача единицы массы в диапазоне от 0,05 мг до 0,5 мг с прослеживаемостью к ГПЭ с оценкой погрешности и неопределенности измерений соответствует требованиям технического задания.

Помощник ученого хранителя ГПЭ

единицы массы ГЭТ 3-2008 _____ Ю. И. Каменских