



Komparacja odważników  
i wzorców masy  
w cyklu automatycznym

# KOMPARACJA ODWAŻNIKÓW I WZORCÓW MASY W CYKLU AUTOMATYCZNYM

Sławomir Janas<sup>1</sup>, Michał Solecki<sup>1</sup>, Tadeusz Szumiata<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Radwag Wagi Elektroniczne

<sup>2</sup> Uniwersytet Technologiczno – Humanistyczny im. K. Pułaskiego w Radomiu

Copyright by RADWAG Wagi Elektroniczne  
Radom 2017  
Wydanie I  
RADWAG Wagi Elektroniczne  
26-600 Radom, ul. Bracka 28  
Tel. 48 3848800, fax 48 3850010  
e-mail: radom@radwag.pl  
<http://www.radwag.pl>

## SPIS TREŚCI

<b>1. Wstęp</b> .....	<b>6</b>
<b>2. Wzorzec masy i odważnik</b> .....	<b>10</b>
<b>3. Pomiary masy</b> .....	<b>13</b>
3.1. Siła wyporu w pomiarach masy .....	14
3.2. Wpływ wyporu powietrza na wzorcowanie wzorców masy i odważników.....	18
<b>4. Wzorcowanie wzorców masy i odważników</b> .....	<b>20</b>
<b>5. Masa konwencjonalna w procesach komparacji</b> .....	<b>21</b>
<b>6. Spójność pomiaru</b> .....	<b>22</b>
<b>7. Niepewność przy wzorcowaniu wzorców masy</b> .....	<b>23</b>
7.1. Standardowa niepewność procesu ważenia( typu A).....	25
7.2. Niepewność wzorca referencyjnego.....	27
7.3. Niepewność związana z wyporem powietrza .....	28
7.4. Niepewność związana z komparatorem masy.....	29
7.5. Całkowita niepewność standardowa komparatora masy.....	31
7.6. Rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej odważnika badanego .....	31
<b>8. Redefinicja jednostki kilograma</b> .....	<b>32</b>
8.1. Waga Watta .....	33
8.2. Kula krzemowa - projekt Avogadro.....	37
<b>9. Komparatory masy</b> .....	<b>41</b>
9.1. Klasyfikacja komparatorów masy .....	41
9.2. Komparatory z pełnym zakresem równoważenia elektrycznego .....	42
9.3. Komparatory z ograniczonym zakresem równoważenia elektrycznego.....	45
9.4. Komparatory automatyczne .....	47
9.5. Komparatory do wyznaczania gęstości wzorców .....	50
9.6. Komparatory próżniowe .....	53
<b>10. Dobór odpowiedniego komparatora do dokładności wzorców masy i odważników</b> .....	<b>55</b>
10.1. Podstawowe charakterystyki metrologiczne komparatorów.....	55
<b>11. Susceptometr - pomiar magnetyzmu odważników</b> .....	<b>58</b>
<b>12. Wpływ automatyzacji procesu wzorcowania na dokładność pomiarów</b> .....	<b>62</b>
<b>13. Normatywne warunki pracy dla procesów komparacji</b> .....	<b>66</b>
<b>14. Warunki środowiskowe i lokalowe dla komparatorów masy</b> .....	<b>68</b>
14.1. Optymalne miejsce instalacji komparatora .....	69
14.2. Temperatura komparacji .....	71
14.3. Wilgotność .....	75
14.4. Ruch powietrza .....	76
14.5. Drgania podłoża .....	78
14.6. Magnetyzm .....	80
<b>15. Systemy informatyczne RMCS w procesach komparacji</b> .....	<b>81</b>

<b>16. Komparatory RADWAG na świecie .....</b>	<b>82</b>
S.C. METROMAT S.R.L. Calibration laboratory .....	83
NMI - Moldova .....	84
Metricon S.A. - Grecja .....	85
Laboratory for Mass Vage Ltd.....	86
HAEFNER - MASSCAL.....	87
GŁÓWNY URZĄD MIAR .....	89
LCGC Trucal Lab.....	91
HANSUNG INSTRUMENT CO. LTD.....	93
<b>17. Centrum Metrologii RADWAG .....</b>	<b>95</b>
17.1. Laboratorium Pomiarowe w Centrum Metrologii RADWAG .....	96
17.2. Automatyzacja pomiarów w Laboratorium Pomiarowym.....	97
17.3. Komputeryzacja procesu wzorcowania w Laboratorium Pomiarowym CM RADWAG .....	100
17.4. System RMCS w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG .....	100
17.5. System monitoringu THB .....	103
17.6. Wyposażenie laboratorium pomiarowego centrum metrologii RADWAG.....	104
17.7. Korzyści dla laboratorium dzięki automatyzacji i informatyzacji procesu .....	105
<b>18. Nauka i RADWAG .....</b>	<b>105</b>

## **Streszczenie**

W publikacji przedstawiono zagadnienia związane z pomiarem masy oraz z zależnościami jakie dotyczą tego procesu. Szczególną uwagę zwrócono na proces komparacji odważników ze wskazaniem podstawowych źródeł niepewności pomiaru. Dokonano podziału komparatorów masy ze względu na ich konstrukcję opisując ich główne zalety oraz wady. W ramach badań wykazano jaka jest zależność komparacji automatycznej w porównaniu do komparacji manualnej. Omówiono również znaczenie warunków środowiskowych dla procesów komparacji wskazując potencjalne obszary zwiększonego ryzyka. Przedstawiono kilka miejsc instalacji komparatorów oraz opinie użytkowników dotyczące działania tych urządzeń. Opisano dwa projekty dotyczące redefinicji kilograma: waga Watta oraz projekt Avogadro (kula krzemowa).

Słowa kluczowe: pomiar masy, komparatory, ważenie, waga Watta, stała Plancka, Radwag

## 1. Wstęp

Pomiary masy, obok pomiarów długości, należą do najstarszych pomiarów na świecie. Według zapisów historycznych pierwsze wzmianki dotyczące urządzeń przeznaczonych do określenia masy, sięgają roku 4000 przed naszą erą, związane to było z rozwojem handlu w dorzeczu rzek Eufkrat, Tygrys i Indus. Pierwsze odkrycia urządzeń ważących wykonanych z wapienia i powrozów lnianych oraz drewna były na terenach dawnej Mezopotamii. Podobne wagi, o prostej budowie składającej się z belki z zawieszonymi na końcach powrozami, można obejrzeć w niektórych europejskich muzeach wag. Tego typu urządzenie było przodkiem dla wag prostodźwigniowych, których konstrukcja na przestrzeni 6000 lat uległa nieznacznym modyfikacjom, zachowując tą samą własność fizyczną związaną z przyspieszeniem ziemskim.

Konstrukcja wag od czasów starożytnych do drugiej połowy XX wieku przetrwała praktycznie bez istotnych zmian. Dopiero dynamiczny rozwój elektroniki spowodował rewolucyjne zmiany w budowie i zasadzie działania wag. W konsekwencji tego tradycyjną dźwignię pomiarową można dziś oglądać w muzeum. Druga połowa minionego wieku to era coraz tańszych i wygodniejszych dla użytkownika wag oraz systemów pomiarowych wykorzystujących nowe technologie. W obecnych czasach powszechnie stosowanymi przyrządami do pomiaru masy są wagi elektroniczne, które charakteryzują się tym, że ciężar ważonego ładunku jest równoważony przez przetwornik magnetoelektryczny. W tym przypadku wykorzystuje się sprzężenie zwrotne jakie występuje między siłą grawitacyjną działającą na ładunek a siłą generowaną przez przetwornik magnetoelektryczny. Układ wagowy dąży do położenia równowagi, więc siły wzajemnie się znoszą poprzez co szalka wagi pozostaje w położeniu równowagi.



Przykład różnych konstrukcji mechanicznych stosowanych w wagach produkcji Radwag Wagi Elektroniczne wykorzystujących sprzężenie zwrotne. Opracowanie własne.

Podczas pomiaru masy zachodzą dwa zjawiska fizyczne, pierwsze wynika z siły grawitacji [ $F_G$ ] - mierzymy siłę, z jaką masa próbki jest przyciągana przez Ziemię. Drugie jest efektem działania siły wyporu [ $F_W$ ], która ma kierunek przeciwny do siły grawitacji. Można zatem powiedzieć, że pomiar dotyczy pewnej siły wypadkowej [6]. Ta siła jest przetwarzana na sygnał elektryczny poprzez układy przetwornika i pokazywana jako wynik pomiaru. Przetwornik jako element pomiarowy posiada własną charakterystykę pod względem stabilności w czasie, odporności na zmiany temperatury itp.

Zestawiając wszystkie czynniki związane z ważeniem, można uzyskać dość skomplikowaną zależność, która jest prezentowana w wielu publikacjach.

$$R_D = F_{CAL} [f(1 + CZT)(1 + \Delta m_{cz}t)] \times g \times \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho}\right) \times m + [\delta_D + \delta_R + \delta_L + \delta_{ECC}] + [F_{ZERO}T + CZ_{ZERO}t]$$

|                    A                    | B | C | D | E                    | F                    |

gdzie:

$R_D$  - wskazany wynik ważenia

**Sekcja A\*:**  $F_{CAL}$  - współczynnik kalibracji wagi  
 $f$  - współczynnik przetwornika siły na wielkość elektryczną  
 $CZ$  - temperaturowy współczynnik czułości przetwornika siły  
 $T$  - zmiana temperatury od ostatniej adiustacji czułości  
 $\Delta m_{cz}$  - wskaźnik dryftu czułości przetwornika siły w funkcji czasu  
 $t$  - przedział czasu od ostatniej adjustacji czułości

\* Sekcja A ma wartość stałą, wynika z konstrukcji komparatora masy.

**Sekcja B:**  $g$  - grawitacja w miejscu ważenia (wartość stała)

**Sekcja C:**  $\rho_a$  - gęstość powietrza w miejscu ważenia  
 $\rho$  - gęstość ważonego ładunku

W tradycyjnym ważeniu wpływ wyporu powietrza na wynik pomiaru jest praktycznie bardzo mały. Jednakże dla procesów komparacji, gdzie rozdzielczości są bardzo duże może być już znaczący. Niektóre wagi jak np. seria XA.4Y produkcji RADWAG Wagi Elektroniczne, Polska posiadają funkcję korekcji masy względem gęstości powietrza oraz gęstości próbki. Ten problem został nieco przybliżony w dalszej części opracowania.

**Sekcja D:**  $m$  - masa ważonego ładunku (cecha specyficzna próbki, zazwyczaj stała)

**Sekcja E:**  $\delta_D$  - składowa dokładności odczytu (wartość stała)  
 $\delta_R$  - składowa powtarzalności wagi (wartość zależna od próbki i środowiska)  
 $\delta_L$  - składowa nieliniowości wagi (wartość stała)  
 $\delta_{ECC}$  - składowa niecentryczności (wartość stała)

**Sekcja F:**  $F_{ZERO}$  - współczynnik punktu zerowego przetwornika siły  
 $CZ_{ZERO}$  - współczynnik dryftu punktu zerowego przetwornika siły w funkcji czasu

Dla tradycyjnych wag większość powyższych zmiennych można zaniedbać, ale dla komparacji szczególne znaczenie ma sekcja C (wpływ gęstości powietrza) oraz sekcja F, która pokazuje jak duży jest wpływ warunków środowiskowych na stabilność komparatora masy.



Do budowy wag analitycznych (w tym ultra i mikroanalitycznych) oraz precyzyjnych stosowane są przetworniki magnetoelektryczne. Równanie pomiaru masy dla tych przetworników przedstawiono powyżej. Pracują one w pętli sprzężenia zwrotnego, co umożliwia uzyskiwanie wysokich rozdzielczości. Jest bardzo istotne w zastosowaniach np. chemii analitycznej, biotechnologii oraz wszelkich pomiarach mas małych obciążeń z dużą dokładnością.

Drugim rozwiązaniem są wagi wykorzystujące przetwornik tensometryczny w którym położenie ładunku na szalce powoduje powstanie proporcjonalnego do ciężaru sygnału elektrycznego. Produkowane są one na skalę masową, toteż ich cena jest dość niska. Zasada ich działania polega na pomiarze odkształcenia elementu pomiarowego (tensometru). Zmiana rezystancji  $\Delta R$  tensometru jest proporcjonalna do naprężenia mechanicznego.

$$\Delta R = kR\Delta e = kR \frac{\Delta\sigma}{E}$$

gdzie:  $R$  - rezystancja tensometru bez naprężeń;  
 $k$  - stała tensometryczna czujnika;  
 $e$  - wydłużenie względne;  
 $\sigma$  - naprężenie;  
 $E$  - moduł sprężystości Younga.

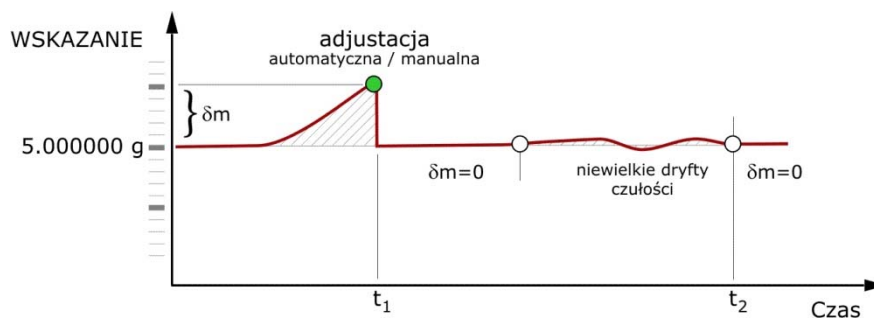
Zaletą tego rozwiązania (poza ceną) jest możliwość tworzenia wag o znacznych obciążeniach maksymalnych. Wadą (choć niekoniecznie), dość mała dokładność pomiarowa. Typowa rozdzielczość takich przetworników tensometrycznych zawiera się w zakresie od 3 000 ÷ 6000 działek.



Przetwornik zamocowany do podłoża ze wspornikiem szalki

Poprzez selekcję oraz optymalizację parametrów sygnału pomiarowego można uzyskiwać duże rozdzielczości pomiarowe rzędu 60 000 działek.

Niezależnie od zastosowanego rozwiązania w zakresie przetworników, sygnał pomiarowy jest odpowiednio skalowany w jednostkach masy poprzez porównanie go z odpowiednim wzorcem masy [6]. Jest to tak zwana adjustacja, która jest realizowana również okresowo podczas normalnego użytkowania wagi.



Rysunek 1. Zasada działania adjustacji

W pierwszej połowie XX wieku powszechnym rozwiązaniem były wagi mechaniczne. Pomiar masy odbywał się za pomocą równoważenia masy próbki odważnikiem o znanej masie wyznaczonej z odpowiednią dokładnością. W drugiej połowie XX wieku wagi elektroniczne wyparły ten sposób pomiaru. Wielu użytkowników wag uznało, że czasy zastosowania odważników dobiegły końca.

Pozostało jednak jedno zasadnicze pytanie: jaką mamy gwarancję, że waga elektroniczna wskazuje poprawną wartość masy ważonego ładunku? To pytanie jest kluczowe dla nie tylko dla metrologii prawnej ale także dla użytkowników nie podlegających tym wymaganiom. Metrologia prawna jest obowiązkowa w określonych zastosowaniach dla konkretnych przyrządów pomiarowych obowiązkowa. Definiują to stosowne akty prawne. Czynnością metrologii prawnej potwierdzającą spełnienie określonych wymagań w odniesieniu do przyrządu pomiarowego jest ocena zgodności oraz legalizacja ponowna.

Wykorzystywanie przyrządu pomiarowego poza systemem prawnym wymaga zastosowania innych kryteriów oceny, najczęściej poprzez wzorcowanie lub inną uznaną procedurę. Te rozwiązania są stosowane w metrologii przemysłowej, przy czym należy wspomnieć, że w znacznej mierze wykorzystuje ona metodykę jaką opisuje metrologia prawna. Czynnością metrologiczną jest w tym przypadku wzorcowanie przyrządu pomiarowego czyli odniesienie do wzorca międzynarodowego z podaniem niepewności pomiaru. Zalecenia oraz wskazówek odnośnie czynności metrologicznych należy poszukiwać w aktach normatywnych, zarówno krajowych jak i międzynarodowych. Oczywiście zarówno metody badania jak i wymagania należy optymalizować z uwzględnieniem własnych, specyficznych wymagań. Poza tymi dwoma obszarami znajduje się Metrologia naukowa, która zajmuje się utrzymywaniem i rozwojem wzorów miar oraz wielkości z nimi związanych.

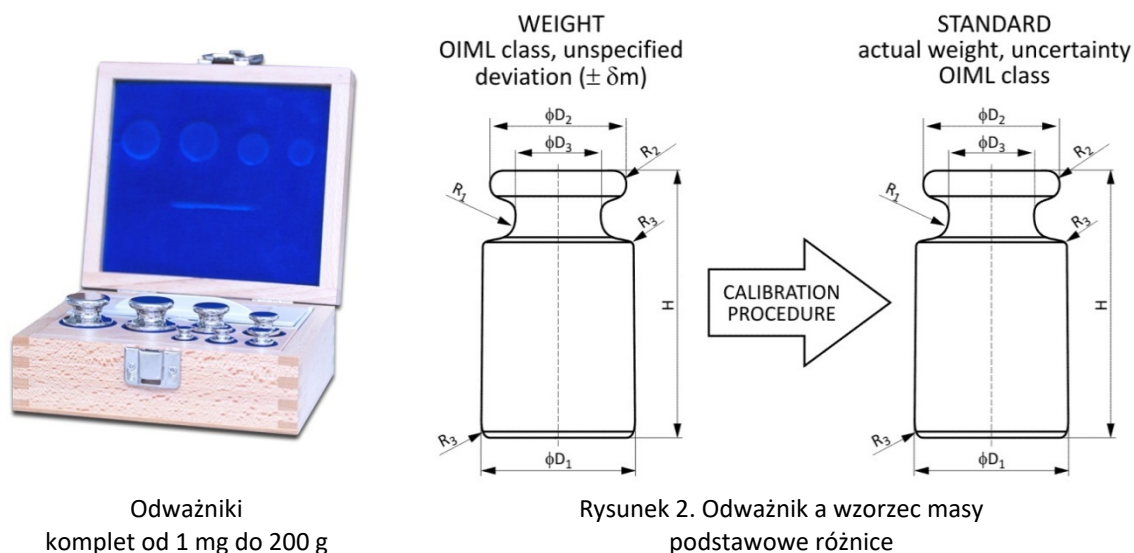
## 2. Wzorzec masy i odważnik

Podczas sprawdzania charakterystyk metrologicznych wag oraz komparatorów masy wykorzystuje się wzorce masy lub odważniki. Wzorce masy mają określoną masę, niepewność pomiaru, oraz spójność pomiarową, natomiast odważniki posiadają odpowiednią klasę dokładności. Zgodnie z punktem 3.7 Wzorce stosowane podczas legalizacji, normy EN 45501 „Zagadnienia metrologiczne wag nieautomatycznych, stosowane wzorce powinny spełnić wymagania zawarte w rekomendacjach OIML R 111-1. Zasadnicze wymagania zawiera tu punkt 5.2. Niepewność rozszerzona:





Dla każdego odważnika niepewność rozszerzona,  $U$ , dla  $k=2$ , masy konwencjonalnej powinna być równa lub mniejsza niż jedna trzecia maksymalnego dopuszczalnego błędów w tabeli 1 [15].

$$U = \frac{1}{3} Mpe$$

Oczywiście proces doboru odważników użytych do testowania wag powinien w pierwszej kolejności uwzględniać, to jaka jest działka elementarna testowanego urządzenia. Odważnik jest zdefiniowany poprzez wymiary gabarytowe, kształt, materiał, gładkość powierzchni, maksymalną możliwą dopuszczalną odchyłkę. Wynika to z wymagań prawnych. Jeżeli znana jest klasa dokładności odważnika, to wiadomo, że jego maksymalna odchyłka nie jest większa niż podaje tabela 1, OIML R111-1. Niestety nie jest znana jego masa konwencjonalna, co w przypadku bardzo dokładnych pomiarów komplikuje możliwość jego stosowania.



W momencie, gdy odważnik zostanie poddany procedurze wzorcowania, czyli określeniu jaka jest jego rzeczywista masa wraz z podaniem niepewności dla tej wartości, staje się wzorcem masy. Tym samym w użytkowaniu mogą znajdować się dwa przyrządy pomiarowe o takiej samej budowie i wyglądzie. Przykład świadectwa wzorcowania pokazano poniżej.

<b>RADWAG Wagi Elektroniczne Witold Lewandowski</b> 26-600 Radom, ul. Bracka 28 <b>CENTRUM METROLOGII - LABORATORIUM POMIAROWE</b> 26-600 Radom, ul. Starowiejska 17A tel. /48/ 384 64 35; 384 64 36; fax.: /48/ 385 00 11		 Polskie Centrum Akredytacji WZORCOWANIE AP 069 	
	Laboratorium wzorcujące akredytowane przez Polskie Centrum Akredytacji, sygnatariusza porozumień EA MLA i ILAC MRA dotyczących wzajemnego uznawania świadectw wzorcowania. Numer Akredytacji AP 069.		
<b>ŚWIADECTWO WZORCOWANIA</b>			
Data wydania:	19 czerwca 2015 r.	Nr świadectwa: 4457/1273/15	Strona: 1 / 2
<b>PRZEDMIOT WZORCOWANIA</b>	Komplet wzorców masy Numer fabryczny: KW 2/3 Producent: ZMP RADWAG Masa nominalna: 1 g-200 g Klasa (wg R111 OIML): F1 Rok produkcji: brak <u>charakterystyka przedmiotu wzorcowania:</u> kształt: cylindryczny z główką 1 g - 5 g monoblok bez jamy adiustacyjnej 10 g - 200 g jama adiustacyjna w cylindrze/główce material: stal nierdzewna gęstość: 8000 kg/m <sup>3</sup>		
<b>ZGŁASZAJĄCY</b>	RADWAG Wagi Elektroniczne ul. Bracka 28, 26-600 Radom		
<b>METODA WZORCOWANIA</b>	Procedura wzorcowania: PW-03 wydanie VII z dnia 1 kwietnia 2014 r.		
<b>WARUNKI ŚRODOWISKOWE</b>	Temperatura powietrza: (21,6 ÷ 21,7) °C Wilgotność względna powietrza: (47,6 ÷ 48,6) % Ciśnienie atmosferyczne: (993,5 ÷ 993,9) hPa		
<b>DATA WZORCOWANIA</b>	18 czerwca 2015 r.		
<b>SPÓJNOŚĆ POMIAROWA</b>	Wyniki wzorcowania zachowują spójność pomiarową z jednostkami miar Międzynarodowego Układu Jednostek Miar (SI). Do wzorcowania zastosowano wzorzec pomiarowy masy o numerze fabrycznym G0607359		
<b>WYNIKI WZORCOWANIA</b>	Podano na stronie 2 niniejszego świadectwa wraz z wartościami niepewności pomiaru.		
<b>NIEPEWNOŚĆ POMIARU</b>	Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02 M:2013. Podane wartości niepewności stanowią niepewności rozszerzone przy prawdopodobieństwie rozszerzenia około 95 % i współczynnika rozszerzenia $k = 2$ .		
	<b>KIEROWNIK</b> Laboratorium Pomiarowego <i>Tomasz Jędrzejewski</i>		
Niniejsze świadectwo może być okazywane lub kopiowane tylko w całości.			

## PODSUMOWANIE

Wzorce masy to przyrządy pomiarowe przeznaczone do zdefiniowania, zrealizowania, zachowania lub odtwarzania jednostki miary masy. Mogą być dowolnego kształtu oraz materiału, który zapewnia stałość masy w czasie, muszą posiadać identyfikację oraz świadectwo wzorcowania wraz z informacją o zachowaniu spójności pomiarowej i oszacowanej niepewności pomiaru. Dla wzorców masy podstawową klasyfikacją jest niepewność pomiaru oszacowana podczas ich wzorcowania. Wzorce masy nie mogą być stosowane, jako odważniki w rozumieniu metrologii prawnej

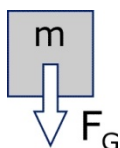
Odważniki są to przyrządy pomiarowe, będące wzorcami miary. Ich specyfikację określają takie dokumenty jak OIML R111-1 czy ASTM E617. W przeszłości odważniki były również wykorzystywane do adjustacji wag klasy dokładności I oraz II. Międzynarodowa Organizacja Metrologii Prawnej dokładnie zdefiniowała wymagania metrologiczne dla odważników w obszarze obowiązkowej legalizacji na całym świecie. Dokument R111 OIML (edycja 2004) odnosi się do odważników o rozmiarach od 1 mg do 50 kg. Wymagania są określone odnośnie, klas dokładności, materiału, kształtu, identyfikacji i ochrony. Klasy dokładności od  $E_1$  do  $M_3$  są określone w ściśle hierarchicznym w stosunku 1:3, gdzie  $E_1$  jest najwyższą klasą a  $M_3$  najniższą. Tabela z wartościami maksymalnych błędów granicznych dopuszczalnych dla odważników znajduje się na końcu opracowania. Należy zauważyć, że użytkownik wyposażenia pomiarowego, tak więc również wzorców masy i odważników, posiadający wdrożony system zarządzania jakością zgodny z ISO 9001 obligatoryjnie wprowadza nadzór nad wyposażeniem pomiarowym (punkt 7.1.5.2 normy ISO 9001). Jest on realizowany w postaci okresowego sprawdzania i/lub wzorcowania. Wyniki takich sprawdzeń muszą być udokumentowane.

### 3. Pomiary masy

Pomiar masy z wykorzystaniem wąg elektronicznych oraz komparatorów masy polega na określeniu siły, z jaką ważony obiekt jest przyciągany przez Ziemię, można to wyrazić poprzez poniższą zależność.

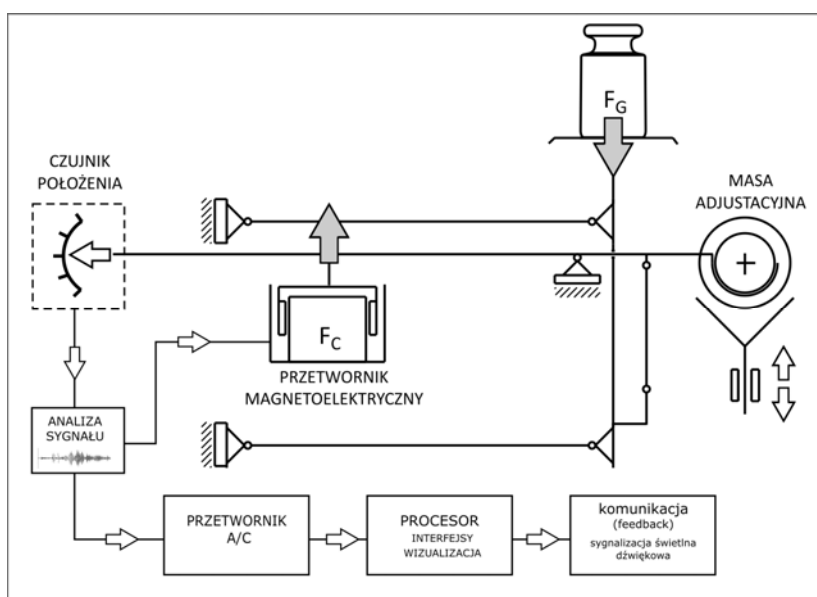
$$F_G = m \cdot g$$

gdzie:  $F_G$  siła grawitacyjna [N]  
 $m$  masa ciała [g]  
 $g$  przyspieszenie ziemskie [ok.  $9,81 \text{ m/s}^2$ ]



Rysunek 3. Siła grawitacyjna w procesie ważenia

Żeby otrzymać wynik ważenia należy zrównoważyć siłę [ $F_G$ ] z jaką ładunek jest przyciągany przez Ziemię a następnie zmierzyć sygnał równoważący [ $F_C$ ] i powiązać go z konkretną masą [6]. Sygnałem który jest mierzony w wadze może być napięcie, rezystancja, poziom wypełnienia sygnału lub inna wartość zależnie od konstrukcji wagi. Wszystkie te czynności realizowane są przez producenta w czasie tzw. adiustacji fabrycznej. Użytkownik otrzymuje wagę już wyskalowaną, jej wskazania są poprawne.



Rysunek 4. Schemat działania wagi magnetoektrycznej

Z zasady pomiaru jaki jest wykorzystywany przez wagi elektroniczne oraz komparatory masy wynika, że:

- istnieje dość silna zależność wyniku pomiaru od zmian przyspieszenia ziemskiego
- podczas dokonywanych pomiarów nie uwzględnia się wpływu siły wyporu

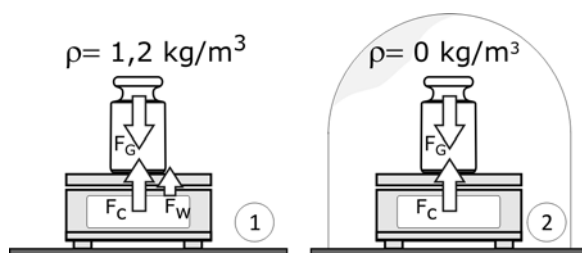
### 3.1. Siła wyporu w pomiarach masy

Siła wyporu jest to siła działająca na ciało zanurzone w płynie czyli w cieczy lub gazie w obecności ciężenia. Jest skierowana pionowo do góry, przeciwnie do ciężaru. Wartość siły wyporu jest równa ciężarowi płynu wypartego przez to ciało, zgodnie z zależnością:

$$F_w = \rho \cdot g \cdot V$$

gdzie:

- $\rho$  gęstość ośrodka, w którym znajduje się ciało (cieczy lub gazu)
- $g$  przyspieszenie ziemskie
- $V$  objętość wypieranego płynu równa objętości części ciała zanurzonego w płynie.



Rysunek 5. Układ sił w procesie ważenia

Uwzględniając powyższe zależności w procesie ważenia występuje poniższy układ sił.

- $F_G$  siła grawitacyjna
- $F_C$  siła równoważąca siłę grawitacyjną
- $F_W$  siła wyporu

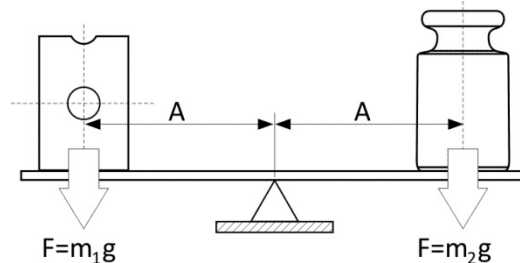
Na rysunku 5 pokazano dwa warianty ważenia. W przypadku 1 pomiar realizowany jest w warunkach otoczenia z udziałem siły wyporu. Przypadek nr 2 to ważenie w warunkach próżni, bez udziału siły wyporu. Z oczywistych względów ważenie w próżni jest niedostępne dla większości użytkowników ze względu na skomplikowaną aparaturę. Analizując ten układ sił można stwierdzić, że siła grawitacyjna [ $F_G$ ] jest wartością stałą w danym miejscu pracy. Siła równoważąca [ $F_C$ ] jest odpowiedzią wagi (komparatora masy) na siłę grawitacyjną więc również jest wartością stałą. Jedyną zmienną w tym układzie sił jest siła wyporu [ $F_W$ ]. Jest ona zależna od gęstości powietrza atmosferycznego. Gęstość jest natomiast zależna od:

- ciśnienia
- temperatury
- wilgotności, a te wartości są dynamicznie zmienne.

Korygując uzyskany wynik ważenia o siłę wyporu uzyskamy prawdziwą masę próbki (masa fizyczna), podobnie jak podczas ważenia obiektu w próżni. Można wówczas analizować dryfty masy próbki w czasie np. ważenie różnicowe eliminując błąd pochodzący od zmiennej siły wyporu. Jest to istotne gdy pomiar odbywa się z dużą rozdzielczością np.  $200 \text{ g} \times 10 \text{ } \mu\text{g} \div 5 \text{ g} \times 0,01 \text{ } \mu\text{g}$ . Problem ten ma znaczenie dla tzw. jednostek notyfikowanych, które zajmują się przekazywaniem jednostek miary poprzez ich komparację.

Konsekwencją występowania siły wyporu w pomiarach masy jest zdefiniowanie dwóch pojęć. Pierwsze z nich to masa konwencjonalna ( $m_c$ ) czyli umowna masa ciała. Jest to wartość masy ciała RÓWNOWAŻNA masie wzorca, z zachowaniem poniższych warunków mierzenia:

- gęstość wzorca  $\rho_c = 8000 \text{ kg/m}^3$ ,
- temperatura referencyjna w czasie pomiaru  $T_{\text{REF}} = 20^\circ\text{C}$ ,
- gęstość powietrza w czasie pomiaru  $\rho_0 = 1,2 \text{ kg/m}^3$ .



Rysunek 6. Masa konwencjonalna

Drugie to masa fizyczna, która jest definiowana jako ilością materii jaką posiada dane ciało. Jeżeli masa fizyczna ciała jest znana np. z certyfikatu, to wartość masy umownej (konwencjonalnej) można wyliczyć zgodnie z wytycznymi [14] OIML D 28 „Conventional value of the result of weighing in air” z poniżej zależności:

$$m_c = \frac{(1 - \rho_0)/\rho}{(1 - \rho_0)/\rho_c}$$

gdzie:  $m_c$  - masa umowna (konwencjonalna)

$\rho$  - gęstość ważonego ciała

$\rho_0$  - gęstość powietrza

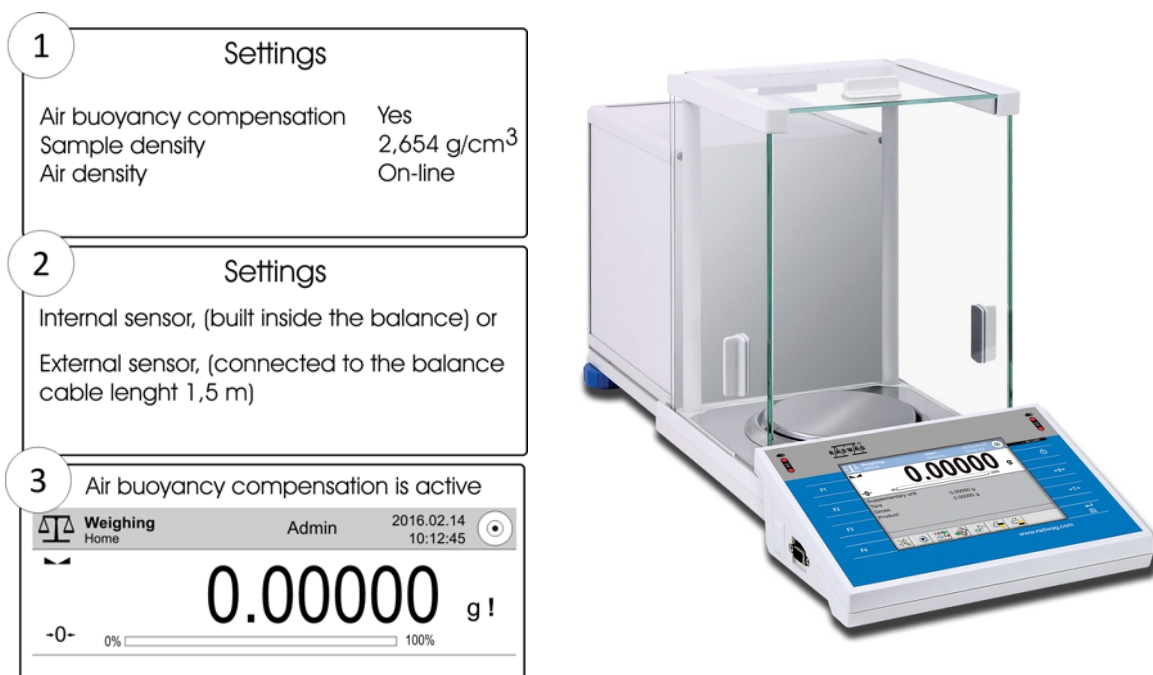
$\rho_c$  - referencyjna gęstość wzorca,  $8000 \text{ kg/m}^3$

Dla ciał o gęstości około  $8000 \text{ kg/m}^3$ , różnica między masą konwencjonalną  $m_c$  a masą fizyczną ciała  $m$  jest niewielka. Natomiast w przypadku ważenia ciał o innych gęstościach występują między nimi znaczące różnice. Względne odchylenie masy konwencjonalnej względem masy fizycznej ciała wynosi około  $-3 \times 10^{-4}$  dla aluminium, a dla platyny wynosi około  $+10^{-4}$ . W normalnym zastosowaniu przewidziano że wskazanie wagi będzie odpowiadać wartości masy umownej ciała, nie odpowiadającej rzeczywistej wartości masy. Jest to konsekwencją tego, że:

- adjustacja wag wykonywana jest wzorcami stalowymi o gęstości  $8000 \text{ kg/m}^3$ , a
- gęstość ważonego obiektu może być znacząco różna od gęstości wzorca.

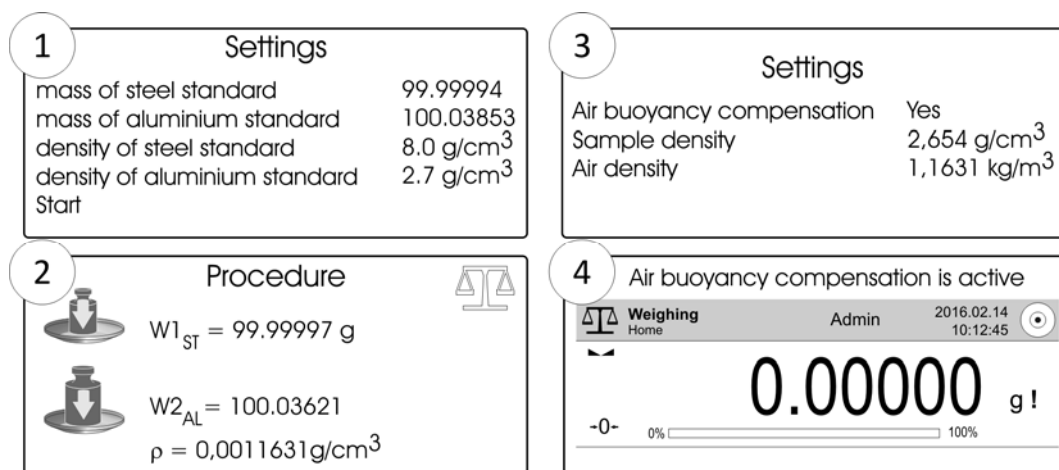
Tu warto zaznaczyć, że „defekt” ten można zminimalizować wykorzystując aplikacje wagowe, które korygują wskazanie dla mierzonej masy uwzględniając siłę wyporu oraz gęstość ważonego obiektu [6]. Takie aplikacje dostępne są np. w wagach serii 4Y produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Polska, np. waga półmikroanalityczna XA 52.4Y. W tym przypadku gęstość powietrza jest obliczana na podstawie odczytu z automatycznego czujnika ciśnienia. Jest on zainstalowany w konstrukcji wagi. Schemat działania takiej aplikacji oraz wizerunek produktu (wagi) pokazuje rysunek 7.





Rysunek 7. Zasada działania automatycznej funkcji korygującej siłę wyporu powietrza.

Możliwa jest również korekta siły wyporu na podstawie zmierzenia wzorca stalowego oraz innego np. aluminiowego o znanej gęstości. Obydwa wzorce muszą mieć dokładnie określoną masę poprzez procedurę wzorcowania z zachowaniem spójności pomiarowej. Na podstawie otrzymanych wyników waga/komparator wylicza aktualną gęstość powietrza. Wadą tego rozwiązania jest to, że otrzymana wartość gęstości jest prawdziwa w momencie pomiaru.



Rysunek 8. Zasada działania funkcji korygującej siłę wyporu powietrza z wykorzystaniem wzorców

W każdym przypadku dla wprowadzenia korekty wyniku ważenia wymagana jest informacja o gęstości jaka posiada ważony obiekt.

Z powyższych informacji wynika, że podczas ważenia występuje pewna siła wypadkowa, która w wyniku skalowania i analizy jest pokazywana jako wynik pomiaru. Tym samym zależność między obciążeniem (układem sił wypadkowych) a wskazaniem wagi można przedstawić poniższym równaniem [5].

$$I = \sim m \cdot g \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right)$$

Source: Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments EURAMET/cg-18/v.02

gdzie:  $I$  - wskazanie wagi  
 $g$  - przyspieszenie ziemskie  
 $m$  - masa ciała  
 $\rho_0$  - gęstość powietrza  
 $\rho$  - gęstość ważonego ciała

Na wynik pomiaru poza zależnościami fizycznymi będącymi efektem obecności środowiska wpływ ma również charakterystyka zastosowanego przetwornika pomiarowego. Posiada on własną charakterystykę metrologiczną, której analiza jest dość skomplikowanym procesem. Kompleksowa ocena precyzji ważenia wymaga tym samym uwzględnienia wszystkich czynników, w efekcie uzyskuje się dość skomplikowaną zależność, którą można znaleźć w wielu publikacjach.

## PODSUMOWANIE

Podczas rutynowych pomiarów nie uwzględnia się efektu działania siły wyporu. Jej udział w procesie pomiaru jest bardzo mały. Dla zdecydowanej większości użytkowników jest on nieistotny. Należy zauważyć, że o skali tego zjawiska decyduje działka elementarna wagi / komparatora masy. Drugim elementem jest wielkość ważonego obiektu. W skali laboratoryjnej są to zazwyczaj małe masy. Trzecim i najważniejszym elementem jest wymagana tolerancja ważenia. Pod tym pojęciem należy rozumieć maksymalną odchyłkę obserwowanego wyniku względem wartości „prawdziwej”. Z wieloletniej praktyki wynika, że kompensacja odchyłeń wynikających z różnych gęstości ważonych próbek oraz zmienności siły wyporu nie jest powszechną praktyką. Powyższe zależności są natomiast uwzględniane podczas porównywania mas odważników. Wymagają tego zalecenia dotyczące tych procesów. Komparatory masy używane w trakcie komparacji zdecydowanie różnią się od typowych wag. Różnice dotyczą konstrukcji, zasady działania oraz wielkości działki elementarnej. Więcej informacji dotyczącej tych konstrukcji znajduje się w dalszej części publikacji.

### 3.2. Wpływ wyporu powietrza na wzorcowanie wzorców masy i odważników

Podczas wzorcowania wzorców masy i odważników wysokiej klasy dokładności, konieczne jest wprowadzenie poprawki wynikającej z działania sił aerostatycznych tzn. poprawki na różnicę wyporu powietrza. Wynika to z faktu, że podczas pomiaru w powietrzu uzyskuje się tylko masę pozorną – umowną. Nie jest ona taka sama, gdy porównuje się odważniki o jednakowej masie nominalnej ale o różnej gęstości. Procedura wymaga obliczenia rzeczywistej masy odważników, tzn. masy w próżni poprzez wprowadzenie poprawki wynikającej z różnicy wyporu powietrza w wyznaczonej według poniższego równania:

$$W = W_B - W_K = (V_B - V_K) \cdot \rho$$

lub

$$W = W_B - W_K = m_n \left( \frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_K} \right) \cdot \rho$$

gdzie:

- $W_B$  masa powietrza wypartego przez wzorcowany odważnik
- $W_K$  masa powietrza wypartego przez wzorec odniesienia
- $V_B$  objętość wzorcowanego odważnika
- $V_K$  objętość wzorca odniesienia
- $\rho$  gęstość powietrza
- $\rho_B$  gęstość wzorcowanego odważnika
- $\rho_K$  gęstość wzorca odniesienia
- $m_n$  masa nominalna wzorcowanego odważnika

W praktyce dla wzorców masy i odważników klas E<sub>2</sub>, F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>2</sub> i M<sub>3</sub> objętość nie jest wyznaczana. Jest obliczana na podstawie znanej gęstości materiału z jakiego są wykonane wzorce masy lub odważniki. Gęstość odważników nie jest na ogół dokładnie znana dla poszczególnych nominałów. Jest to podyktowane faktem, iż materiał z reguły nie jest jednorodny, odważniki posiadają jamę adiustacyjną oraz różne wykonania.

Jak zauważono wcześniej poprawka wynikająca z różnicy wyporu powietrza ulega zmianie w zależności od gęstości powietrza. Z tego też powodu należy utrzymywać stałe warunki środowiskowe w pomieszczeniu, gdzie wykonywane są pomiary. Przyjęto, że normalne warunki środowiskowe to:

- temperatura powietrza 20 °C,
- wilgotność względna powietrza 50 %
- ciśnienie atmosferyczne 1013,25 hPa

przy takich parametrach gęstość powietrza wynosi około 1,2 kg/m<sup>3</sup>.

Aby ujednoczyć pomiary masy oraz zachować spójność przy porównywaniu wskazań, przyjęto, że umowna gęstość odważników równa jest  $8000 \text{ kg/m}^3$  a średnia gęstość powietrza wynosi  $1,2 \text{ kg/m}^3$ . Przyjęcie umownej gęstości wzorców masy i odważników eliminuje konieczność obliczenia poprawki wynikającej z różnicy wyporu powietrza. Upraszcza to procedurę wzorcowania. Odważniki wykonane z materiałów o różnej gęstości, których masę wyznaczono przy przyjęciu umownej gęstości  $8000 \text{ kg/m}^3$ , równoważą się w powietrzu.

W celu zapewnienia określonej dokładności pomiarów masy jest wymagane, aby rzeczywista gęstość odważników zawierała się w ściśle ustalonych granicach w stosunku do gęstości umownej. Gęstość wzorców masy i odważników powinna być dobierana w taki sposób, aby zmiana gęstości powietrza o 10 % w stosunku do wartości średniej gęstości powietrza czyli  $1,2 \text{ kg/m}^3$  nie wprowadzała błędu większego niż 0,25 wartości błędu granicznego dopuszczalnego (MPE) dla danego wzorca masy czy odważnika (Tabela 1 Dokumentu R111-1 OIML).

Wartość nominalna	$\rho_{\min} \div \rho_{\max} (10^3 \text{ kg/m}^3)$							
	Klasa odważników							
	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	F <sub>2</sub>	M <sub>1</sub>	M <sub>1-2</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>2-3</sub>
≥ 100 g	7,934 ÷ 8,067	7,81 ÷ 8,21	7,39 ÷ 8,73	6,4 ÷ 10,7	≥ 4,4	≥ 3,0	≥ 2,3	≥ 1,5
50 g	7,92 ÷ 8,08	7,74 ÷ 8,28	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	≥ 4,0			
20 g	7,84 ÷ 8,17	7,50 ÷ 8,57	6,6 ÷ 10,1	4,8 ÷ 24,0	≥ 2,6			
10 g	7,74 ÷ 8,28	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	≥ 4,0	≥ 2,0			
5 g	7,62 ÷ 8,42	6,9 ÷ 9,6	5,3 ÷ 16,0	≥ 3,0				
2 g	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	≥ 4,0	≥ 2,0				
1 g	6,9 ÷ 9,6	5,3 ÷ 16,0	≥ 3,0					
500 mg	6,3 ÷ 10,9	≥ 4,4	≥ 2,2					
200 mg	5,3 ÷ 16,0	≥ 3,0						
100 mg	≥ 4,4							
50 mg	≥ 3,4							
20 mg	≥ 2,4							

Tabela 2. Minimalne i maksymalne granice gęstości dla odważników oraz wzorców masy

#### 4. Wzorcowanie wzorców masy i odważników

Procedura wzorcowania wzorców masy i odważników polega na wyznaczeniu różnicy mas pomiędzy wzorcem odniesienia (A) , którego masa jest znana, a wzorcem badanym (B). Klasa wzorca odniesienia powinna być co najmniej o jeden stopień wyższa od wzorca lub odważnika badanego. Masę wyznacza się za pomocą komparatorów w cyklach ważeń ABBA, ABA lub  $AB_1\dots B_nA$ . Minimalna ilość cykli dla poszczególnych klas jest określona w Dokumencie OIML R111:

Rodzaj cyklu	Klasa odważników				
	$E_1$	$E_2$	$F_1$	$F_2$	$M_1, M_2, M_3$
ABBA	3	2	1	1	1
ABA	5	3	2	1	1
$AB_1\dots B_nA$	5	3	2	1	1

Tabela 3. Minimalna ilość cykli ważenia

Metoda ABA oraz ABBA jest wykorzystywana dla odważników klasy E oraz F. Metodę  $AB_1\dots B_nA$  stosuje się dla odważników klasy M, nie jest zalecana dla odważników wyższych klas. Rodzaj i liczba cykli, dokładność komparatorów lub wag stosowanych do wzorcowania wzorców masy lub odważników oraz dokładność wzorców odniesienia powinny być dobrane w taki sposób, aby złożona niepewność rozszerzona U przy współczynniku rozszerzenia  $k=2$  przy wzorcowaniu nie przekraczała  $1/3$  wartości błędów granicznych dopuszczalnych określonych w OIML R111-1, tabela w załączniku 1.

## 5. Masa konwencjonalna w procesach komparacji

Komparacja to porównywanie dwóch obiektów celem wyznaczenia różnicy mas jaka między nimi występuje. Jak wiadomo nie ma pomiarów idealnych jak i idealnie stałych obiektów, co dotyczy również wzorców masy i odważników. Z tego też powodu wyznacza się średnią różnicę masy konwencjonalnej [15] odważnika oraz wzorca referencyjnego dla cyklu lub cykli ( $i$ ) z poniższej zależności:

$$\Delta m_c = m_{ct} - m_{cr}$$
$$\Delta m_{ci} = \Delta I_i + m_{cr} C_i$$

gdzie:  $\Delta m_c$  różnica masy konwencjonalnej  
 $m_{ct}$  masa konwencjonalna odważnika (B)  
 $m_{cr}$  masa konwencjonalna wzorca (A)  
 $\Delta I_i$  różnica wskazań komparatora,  $\Delta I = I_t - I_r$ , t - odważnik, r - wzorec referencyjny)  
C współczynnik korygujący siłę wyporu

$$C_i = (\rho_{ai} - \rho_o) \cdot \left( \frac{1}{\rho_t} - \frac{1}{\rho_r} \right)$$

gdzie:  $\rho_{ai}$  gęstość wilgotnego powietrza  
 $\rho_o$  gęstość referencyjna powietrza, równa 1,2 kg/m<sup>3</sup>  
 $\rho_t$  gęstość odważnika badanego  
 $\rho_r$  gęstość wzorca o masie m

Średnia różnica mas konwencjonalnych biorących udział w komparacji dla dowolnej ilości cykli  $n$  jest wyliczana jako:

$$\overline{\Delta m_c} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m_{ci}$$

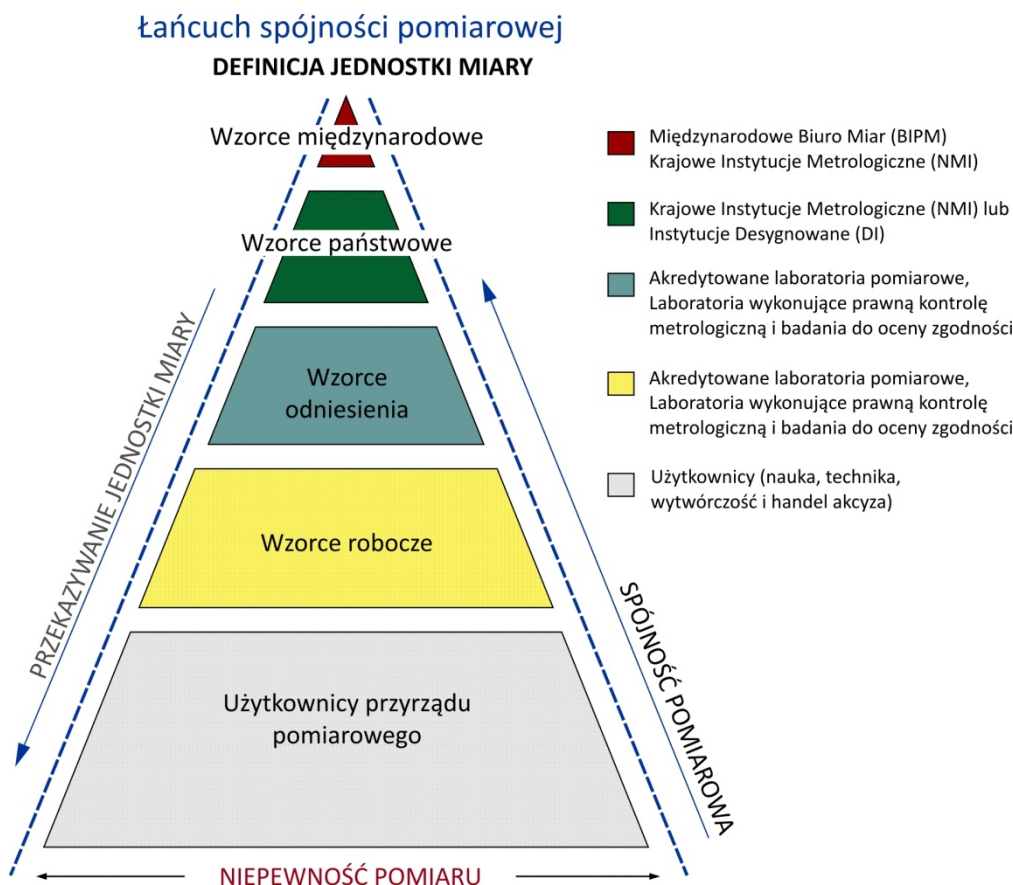
Czynnikiem mającym wpływ na różnicę masy konwencjonalnej może być zmienna gęstość powietrza. Drugim elementem mającym wpływ na obserwowaną zmienność tej masy konwencjonalnej jest powtarzalność komparatora. Ten parametr jest stały, pod warunkiem, że czynniki środowiskowe są również stałe. Pojęcie stałości należy tu rozumieć jako niewielkie dryfty mierzonych wartości, które nie powodują zmienności charakterystyki metrologicznej komparatora. Czynniki środowiskowe to głównie temperatura oraz wilgotność, ale również drgania podłoża, których wartość należy odnosić do wartości mas komparowanych. Prawdziwa jest tu zależność:

*Wraz ze zwiększaniem wartości mas komparowanych oraz zmniejszaniem działki elementarnej komparatora wymagana jest coraz większa masa postumentu na którym stoi stanowisko badawcze.*

Podczas testów referencyjna masa konwencjonalna nie zawsze jest znana, w tych przypadkach należy stosować wartość nominalną masy.

## 6. Spójność pomiaru

Spójność jest to właściwość pomiaru lub wzorca jednostki miary polegająca na tym, że można go powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostki miary, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności. Zachowanie spójności pomiarowej jest warunkiem jednoznaczności wyników pomiarów, umożliwiającym ich wzajemne porównanie.



Rysunek 9. Schemat spójności pomiarowej

Dla użytkowników wag i wzorców roboczych najlepszym sposobem zapewnienia spójności pomiarowej jest ich wzorcowanie w akredytowanych laboratoriach wzorcujących. Dodatkową, bardzo ważną czynnością szczególnie dla wag oraz komparatorów masy jest sprawdzanie okresowe zgodnie z przyjętym harmonogramem. Szczegółowy sposób zapewnienia spójności pomiarowej z reguły określają wewnętrzne harmonogramy wzorcowań i sprawdzeń wyposażenia pomiarowego.

## 7. Niepewność przy wzorcowaniu wzorców masy

Podając wynik pomiaru wielkości fizycznej, należy podać również informację ilościową o jej dokładności. Jest to niezbędne dla każdego, kto wykorzystuje dane pomiary w swojej pracy, aby oszacować ich wiarygodność. Bez takiej informacji porównywanie wyników pomiarów z wartościami odniesienia podawanymi w specyfikacjach lub normach nie daje pewności co do ich poprawności.

Pojęcie niepewności jako pewnej liczbowo wyrażonej cechy jest stosunkowo nowa w historii pomiarów. Po obliczeniu wszystkich znanych lub oczekiwanych składowych błędów i po wprowadzeniu odpowiednich poprawek, pozostaje jeszcze niepewność co do poprawności tak otrzymanego wyniku. Konieczna jest ocena na ile wynik pomiaru dobrze reprezentuje wartość wielkości mierzonej. Idealna metoda szacowania i wyrażania niepewności pomiaru powinna być uniwersalna, tak aby mogła być stosowana do wszystkich rodzajów pomiarów i do wszystkich typów danych wejściowych używanych w pomiarach. Na niepewność pomiaru składa się z szeregu składników, które można zgrupować w dwie kategorie, zgodnie ze sposobem obliczania ich wartości liczbowych:

- niepewność typu A, to taka, która została obliczona metodami statystycznymi na podstawie serii pojedynczych obserwacji (pomiarów),
- niepewność typu B, to taka, która została obliczona innymi sposobami.

Oczywiście w wielu pomiarach przy szacowaniu niepewności pomiaru mamy do czynienia z sytuacjami, gdzie występują zarówno składniki niepewności typu A oraz B. Wówczas podawana jest wartość niepewności standardowej złożonej, która równa jest pierwiastkowi kwadratowemu z sumy wszystkich niepewności.

$$u = \sqrt{(u_A)^2 + (u_B)^2}$$

Ostateczną wartość niepewności podaje się jako niepewność rozszerzoną, która jest wielkością określającą przedział wokół wyniku pomiaru, od którego to przedziału oczekuje się, że obejmuje dużą część rozkładu wartości mierzonych. Powszechnie stosowanym współczynnikiem rozszerzenia  $k$  jest wartość liczbowo 2 odpowiadająca poziomowi ufności 95 %.

$$U = k \cdot u$$

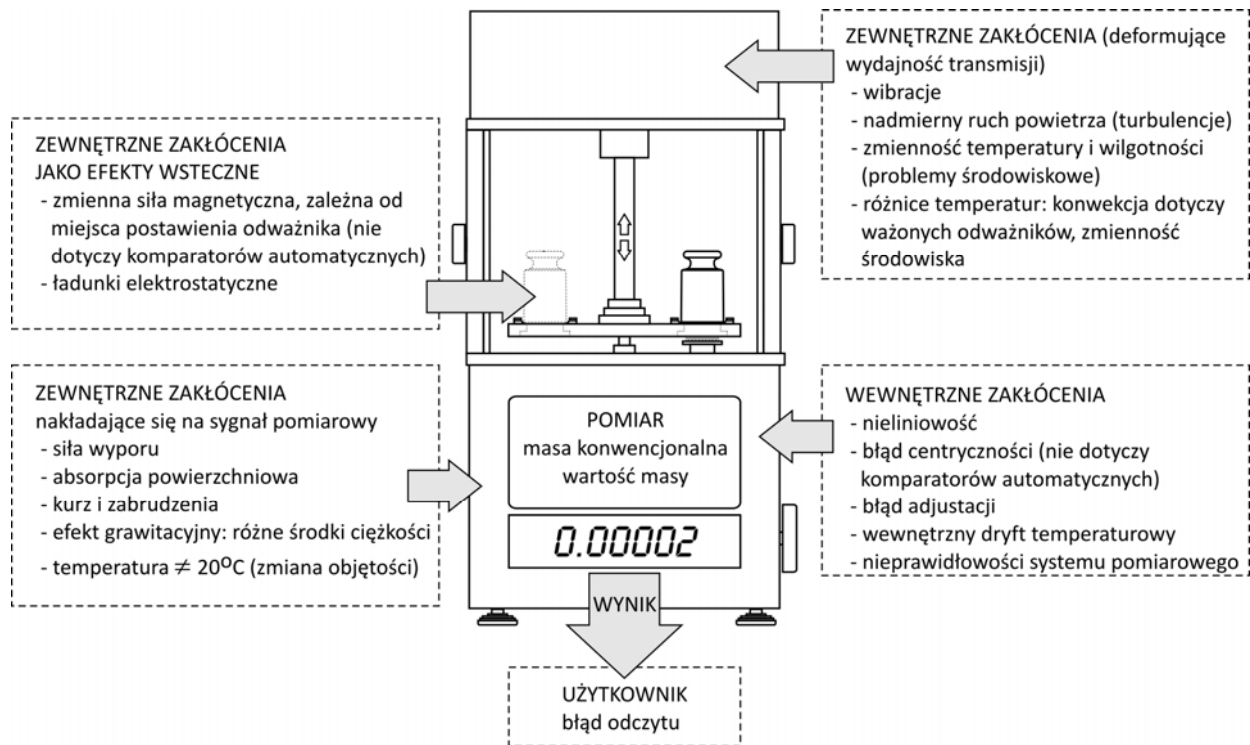
gdzie:  $U$  – niepewność rozszerzona  
 $k$  – współczynnik rozszerzenia  
 $u$  – niepewność standardowa

Jak wspomniano wcześniej, zasadniczą kwestią jest poprawne określenie wszystkich źródeł niepewności, czyli tych wszystkich obszarów związanych z pomiarem, które są potencjalnie odpowiedzialne za błąd pomiaru. Wyróżnić można trzy główne obszary:

- środowisko
- urządzenie (komparator)
- wzorzec



W każdym z tych obszarów znajdują się pojedyncze elementy, które należy ocenić, zdiagnozować, celem ustalenia wielkości ich wpływu na wynik pomiaru. Schematycznie pokazano to na rysunku 10.



Rysunek 10. Czynniki wpływające na niepewność pomiaru masy

Negatywny wpływ na dokładność pomiaru większości tych czynników można minimalizować poprzez optymalizację środowiska pracy. Parametry metrologiczne komparatora masy są stałe w stałych warunkach pracy. Mogą wykazywać zmienność, gdy wystąpi dynamiczna zmiana zewnętrznych warunków pracy, np. drgania podłoża.

Analizując sposób obliczania niepewności pomiaru przy wzorcowaniu wzorców masy i odważników według Dokumentu OIML R111-1, możemy wyodrębnić następujące składowe niepewności:

- niepewność standardowa procesu ważenia, (typ A)
- niepewność zastosowanego wzorca odniesienia, (typ B)
- niepewność związana z wyporem powietrza (typ B)
- niepewność związana z zastosowaną wagą, komparatorem masy (typ B)

W ogólnym budżecie niepewności wzorcowania wzorców masy i odważników istotny wpływ mają niepewności związane z wzorcem odniesienia. W czasie wzorcowania należy stosować odpowiedni wzorec odniesienia w zależności od oczekiwanej niepewności pomiaru. Drugi ważny czynnik to zastosowany komparator. W komparatorach istotnymi czynnikami wpływającymi na wartość liczbową niepewności pomiaru jest działka elementarna  $d$  oraz powtarzalność, której miernikiem jest odchylenie standardowe. W dalszej części omówiono składowe niepewności.

## 7.1. Standardowa niepewność procesu ważenia( typu A)

Standardowa niepewność procesu ważenia  $u_W$  jest określona poprzez odchylenie standardowe z różnicy ważonych mas. Dla pewnej ilości cykli  $n$ , przedstawia to poniższa zależność [15].

$$u_W(\Delta m_c) = \frac{s(\Delta m_{ci})}{\sqrt{n}}$$

gdzie:  $s(\Delta m_{ci})$  - odchylenie standardowe różnicy mas konwencjonalnych odważnika oraz wzorca  
 $n$  - ilość pomiarów

Jeżeli nie jest znane odchylenie standardowe z poprzednich pomiarów (historycznie), to może ono być kalkulowane z zależności:

$$s(\Delta m_c) = \frac{\max(\Delta m_{ci}) - \min(\Delta m_{ci})}{2 \cdot \sqrt{3}}$$

Powyższa zależność dotyczy odważników klasy  $F_2$ ,  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $M_3$  oraz metod ABA, ABBA lub  $AB_1 \dots B_n A$ . Dla klas dokładności  $E_1$ ,  $E_2$  i  $F_1$ , wariancja różnicy masy  $\Delta m_c$  procesu ważenia,  $s^2(\Delta m_c)$ , dla  $n$  cykli pomiarów, przy  $n-1$  stopni swobody jest szacowana:

$$s^2(\Delta m_c) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\Delta m_{ci} - \Delta m_c)^2$$

gdzie:  $s^2(\Delta m_c)$  - wariancja różnicy mas  
 $n$  - ilość cykli  
 $\Delta m_{ci}$  - różnica mas konwencjonalnych odważnika oraz wzorca  
 $\Delta m_c$  - różnica mas konwencjonalnych

Dla zbyt małej ilości pomiarów oszacowanie wartości odchylenia standardowego może być obarczone zbyt dużym błędem. Z tego też powodu ilość cykli powinna być większa niż 5. Nie jest to problemem w przypadku komparatorów automatycznych np. seria AKM lub UMA produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Polska.



Komparatory automatyczne serii UMA,  $d=0,1 \mu\text{g}$  lub  $d=1 \mu\text{g}$

W czasie komparacji wykonuje się wiele serii pomiarowych, więc wariancję różnicy masy  $\Delta m_c$  należy obliczyć poprzez połączenie serii pomiarowych. Uwzględnia się odchylenia standardowe każdej serii (J).

$$s^2(\Delta m_c) = \frac{1}{j} \sum_{j=1}^J s_j^2(\Delta m_{ci})$$

*przy J (n-1) stopni swobody*

## 7.2. Niepewność wzorca referencyjnego

Zgodnie z dokumentem Europejskiej Współpracy w dziedzinie Akredytacji EA-4/02 „Wyznaczanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu”, procedura wyznaczenia niepewności pomiaru przy wzorcowaniu wzorców masy rozpoczyna się od zapisania równania pomiaru:

$$m = m_0 + \delta m_1 + \delta m_2 + \delta m_3 + \delta m_4$$

gdzie:  $m_0$  masa umowna wzorca odniesienia

$\delta m_1$  dryft wartości wzorca odniesienia od jego ostatniego wzorcowania

$\delta m_2$  zaobserwowana różnica mas wzorca odniesienia i wzorcowanego odważnika

$\delta m_3$  poprawka na niecentryczność i wpływy magnetyczne

$\delta m_4$  poprawka na wypór powietrza

Po uwzględnieniu współczynnika wrażliwości ( $c$ ) równanie niepewności przybierze postać:

$$u^2(m) = c_1 u^2(\delta m_1) + c_2 u^2(\delta m_2) + c_3 u^2(\delta m_3) + c_4 u^2(\delta m_4)$$

Współczynnik wrażliwości mówi o tym jak zmiana wielkości wejściowej wpływa na wartość wielkości wyjściowej. Pomiar masy jest pomiarem bezpośrednim, stąd współczynnik wrażliwości w tym przypadku wynosi 1.

Zgodnie z zaleceniami OIML R 111-1, niepewność standardowa masy referencyjnej  $u(m_{cr})$ , masy powinna być obliczona na podstawie informacji jakie zawiera certyfikat wzorcowania. Należy niepewność rozszerzoną  $U$ , podzielić przez współczynnik rozszerzenia  $k$ , a otrzymana wartość powinna być sumowana z niepewnością wynikającą z niestabilności wzorca odniesienia,  $u_{inst}(m_{cr})$ .

$$u(m_{cr}) = \sqrt{\left(\frac{U}{k}\right)^2 + u_{inst}^2(m_{cr})}$$

gdzie:  $u(m_{cr})$  - niepewność standardowa masy referencyjnej

$U$  - niepewność rozszerzona

$k$  - współczynnik rozszerzenia

$u_{inst}(m_{cr})$  - niepewność dotycząca niestabilności wzorca odniesienia

Niepewność będące efektem braku stabilności masy referencyjnej  $u_{inst}(m_{cr})$ , może być określona na podstawie obserwowanych zmian masy po kilkukrotnym jej wzorcowaniu. W przypadku braku tych informacji należy bazować na własnym doświadczeniu. Jeżeli jako wzorca odniesienia używa się sprawdzonego wg. OIML R 111-1 odważnika klasy  $F_1$  lub niższej, to do wyznaczenia niepewności pomiaru można użyć wartości maksymalnego błędu  $\delta m$  dla tej konkretnej masy.

$$u(m_{cr}) = \sqrt{\frac{\delta m^2}{3} + u_{inst}^2(m_{cr})}$$

### 7.3. Niepewność związana z wyporem powietrza

Wartość wyporu powietrza jest zależna od aktualnej gęstości powietrza oraz gęstości ważonych obiektów. Z tego powodu gęstość odważników klasy  $F_1$  oraz  $F_2$ , musi być znana z wystarczającą dokładnością. Natomiast dokładna informacja o gęstości odważników klasy  $M_1, M_2, M_3$  nie jest wymagana. Niepewność związana z wyporem powietrza dla tych wzorców jest nieistotna i może być pominięta. Jeżeli gęstość powietrza w Laboratorium nie jest mierzona to niepewność związaną z tą wartością wyznacza się z zależności:

$$u(\rho_a) = \frac{0,12}{\sqrt{3}} [\text{kgm}^{-3}]$$

W przypadku komparacji odważników klasy E, gęstość powietrza powinna być wyliczona. Niepewność wyznaczenia tej wartości jest określana na podstawie niepewności dotyczących temperatury, ciśnienia i wilgotności powietrza. Dla odważników klasy  $E_1$ , dla wyliczenia gęstości powietrza może być użyta formuła CIPM (1981/91).

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

gdzie:  $p$  - ciśnienie

$M_a$  - masa molowa wilgotnego powietrza

$Z$  - ściśliwość

$R$  - uniwersalna stała gazowa

$T$  - temperatura w skali bezwzględnej

$x_v$  - ułamek molowy pary wodnej

$M_v$  - masa molowa wody

Wariancja dla gęstości powietrza jest zapisana równaniem:

$$u^2(\rho_a) = u_F^2 + \left( \frac{\partial \rho_a}{\partial p} u_p \right)^2 + \left( \frac{\partial \rho_a}{\partial t} u_t \right)^2 + \left( \frac{\partial \rho_a}{\partial hr} u_{hr} \right)^2$$

Przy założeniu, że wilgotność względna powietrza  $h = 50 \%$ , temperatura otoczenia  $t = 20^\circ\text{C}$ , ciśnienie  $p = 101325 \text{ Pa}$ , to przedstawione powyżej wartości wynoszą w przybliżeniu:

$$u_F^2 = 10^{-4} \rho_a$$

$$\left( \frac{\partial \rho_a}{\partial p} \right) = 10^{-5} \rho_a \text{ Pa}^{-1}$$

$$\left( \frac{\partial \rho_a}{\partial t} \right) = -3,4 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1} \rho_a$$

$$\left( \frac{\partial \rho_a}{\partial hr} \right) = -10^{-2} \rho_a$$

gdzie:  $hr$  - wilgotność względna jako ułamek

## 7.4. Niepewność związana z komparatorem masy

Określenie niepewności dla komparatora masy wymaga szeregu testów. Powinny one uwzględniać różnorodność mas oraz odpowiednie odstępy czasu testów. Pozwoli to na uzyskanie obiektywnej a zarazem kompletnej informacji. Podczas szacowania niepewności można wykorzystać zapisy z wcześniejszych procedur wzorcowania, pod warunkiem, że wykazywano zmiany czułości. Udział zmian czułości komparatora masy w budżecie niepewności jest podany równaniem.

$$u_s^2 = (\overline{\Delta m_c})^2 \left( \frac{u^2(m_s)}{m_s^2} + \frac{u^2(\Delta I_s)}{\Delta I_s^2} \right)$$

gdzie:  $\Delta I_s$  - zmiana wskazania komparatora ze względu na zmianę czułości  
 $u(\Delta I_s)$  - niepewność związana z wyznaczeniem zmian czułości  
 $(\overline{\Delta m_c})$  - średnia różnica pomiędzy masą odważnika a masą referencyjną  
 $m_s$  - masa odważnika w wyniku zmian czułości

Prostszą metodą szacowania niepewności komparatora masy jest odniesienie się do jego działki elementarnej ( $d$ ), niepewność jest wówczas kalkulowana jako:

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

Czynnik  $\sqrt{2}$  wynika z metodyki testu, mamy dwa ważenia: masa referencyjna oraz odważnik badany.

Zasadniczym problemem, zwłaszcza dla komparacji manualnej jest problem centryczności. Oczywiście każdy wzorzec jest stawiany centrycznie na tyle na ile jest to możliwe. Problem ten rośnie wraz wielkością komparowanej masy oraz malejącą działką elementarną komparatora. Z tego też względu udział błędu centryczności w budżecie niepewności musi być oszacowany [15]. Wykorzystuje się do tego celu zależność:

$$u_E = \frac{\frac{d_1}{d_2} \times D}{2 \cdot \sqrt{3}}$$

gdzie:  $D$  – różnica między wartością maksymalną i minimalną, test wykonany wg. OIML R 76-2  
 $d_1$  - wyliczony dystans pomiędzy środkami mas  
 $d_2$  - odległość od środka szalki do jednego z narożników

W przypadku komparatorów wyposażonych w mechanizm automatycznej zmiany dociążeń, niepewność  $u_E$  jest kalkulowana na podstawie różnicy wskazań odważnika przed i po zmianie obciążenia.

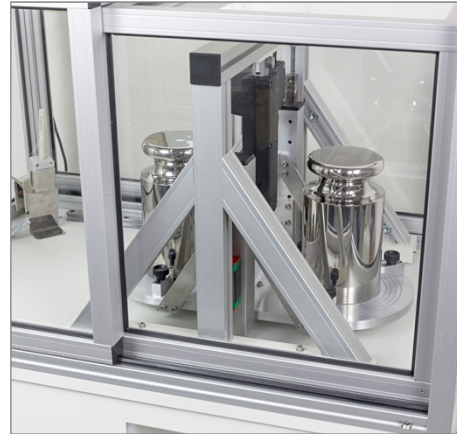
$$u_E = \frac{|\Delta I_1 - \Delta I_2|}{2}$$

Zakłada się przy tym, że wskazanie  $\Delta I_1$  nie jest równe  $\Delta I_2$ , co może być interpretowane jako błąd centryczności.

W większości przypadków niepewność związana z odchyłką centryczności jest uwzględniona w niepewności związanej z procesem ważenia. Z drugiej strony powszechność komparatorów automatycznych pozwala nie uwzględniać niepewności związanej z odchyłką centryczności, ponieważ wzorec jest stawiany zawsze „dokładnie” w tym samym miejscu. Dotyczy to komparacji mas do 50 kg. Dla większych obciążeń stosuje się tzw. szalki samocentrujące, które znacznie ograniczają potencjalną odchyłkę centryczności. Takie rozwiązania są z powodzeniem stosowane w wielu Laboratoriach Pomiarowych np. firmy Radwag.



*Komparacja wzorca 200 kg z wykorzystaniem szalki samocentrującej*



*Komparacja automatyczna wzorca 20 kg*

Dodatkowym źródłem niepewności może być podatność magnetyczna odważnika  $u_{MA}$ . Jej wpływ na wskazania komparatora zmniejsza się stosując przekładki niemagnetyczne umieszczone pomiędzy odważnikiem a szalką. Niepewność pochodząca od magnetyzmu odważników można pominąć, gdy nie jest ona większa niż wartości podane w OIML R111-1. Przyjmuje się, wpływ magnetyzmu podczas pomiaru masy konwencjonalnej nie powinien powodować błędu pomiaru tej masy większego niż 1/10 dopuszczalnego błędu dla danej masy

$$\delta = 1/10 M_{pe}$$

W takim przypadku niepewność powiązaną z magnetyzmem można uznać za mało znaczącą. W przeciwnym przypadku należy ją uwzględnić w budżecie niepewności. Magnetyzm należy postrzegać jako zjawisko wzajemnego oddziaływania szalki komparatora oraz ważonego odważnika. Zarówno jeden jak i drugi element może wykazywać nadmierny poziom namagnesowania. Pomiar magnetyzmu odważników jest wykonywany za pomocą tzw. susceptometrów. Budowę tego przyrządu pomiarowego oraz zasadę jego działania omówiono w dalszej części publikacji.

## 7.5. Całkowita niepewność standardowa komparatora masy

Całkowita niepewność standardowa komparatora masy zawiera wszystkie wymienione niepewności jak sumę kwadratów.

$$u_{ba} = \sqrt{u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2}$$

gdzie:  $u_s$  – niepewność związana z czułością komparatora  
 $u_d$  – niepewność związana z rozdzielczością komparatora (wartością działki elementarnej)  
 $u_E$  – niepewność związana z centrycznością  
 $u_{ma}$  – niepewność związana z magnetyzmem odważnika

## 7.6. Rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej odważnika badanego

Złożona standardowa niepewność masy konwencjonalnej odważnika badanego jest zapisana poniższym równaniem.

$$u_c(m_{ct}) = \sqrt{u_w^2(\Delta m_c) + u^2(m_{cr}) + u_b^2 + u_{ba}^2}$$

gdzie:  $u_w(\Delta m_c)$  – niepewność związana z procesem ważenia dotycząca średniej obserwowanej różnicy mas odważnika badanego oraz referencyjnego  
 $u(m_{cr})$  – niepewność wyznaczenia masy konwencjonalnej odważnika referencyjnego  
 $u_b$  – niepewność dotycząca poprawki związanej z wyporem powietrza  
 $u_{ba}$  – niepewność związana z komparatorem masy

Rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej odważnika badanego zawiera w sobie wszystkie niepewności dotyczące procesu ważenia, zastosowanego wzorca odniesienia, wyporu powietrza oraz komparatora masy. Jest ona wynikiem pomnożenia złożonej niepewności przez współczynnik rozszerzenia  $k$ , którego wartość wynosi zazwyczaj 2.

$$U(m_{ct}) = k \cdot u_c(m_{ct})$$



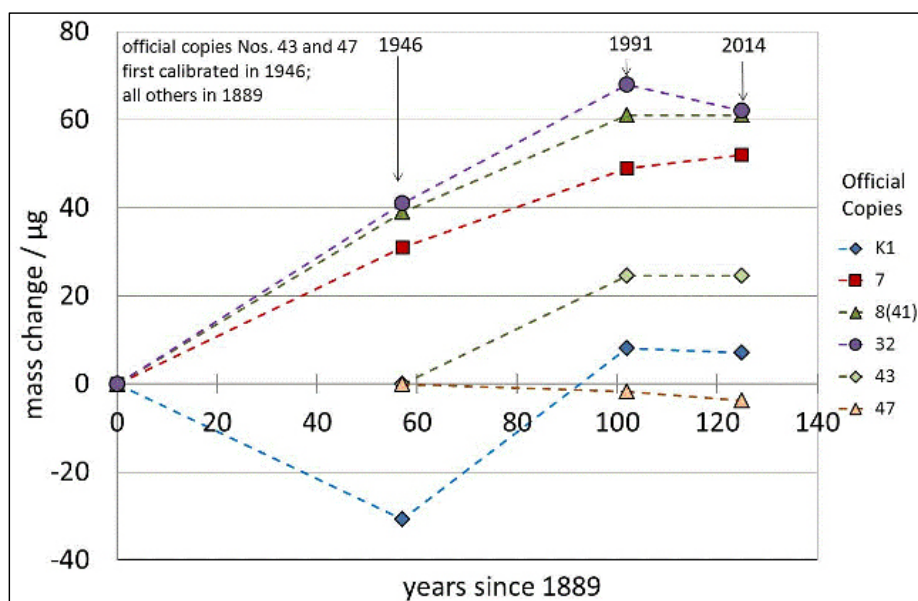
## 8. Redefinicja jednostki kilograma

Zgodnie z celami, jakie sobie postawiła Generalna Konferencja Miar w zakresie redefinicji podstawowych jednostek miar, naukowcy zapowiadają, że są coraz bliżej osiągnięcia założonego celu w zakresie kilograma. Obecny wzorzec kilograma nie zmienił się od 1889 roku. Jest to najdłużej utrzymywany wzorzec jednostki w postaci fizycznej. [18] Jest nim walec wykonany ze stopu platyny (90 %) i irydu (10 %). Ma on średnicę równą wysokości równą 39 mm. Dla lepszej ochrony przechowuje się go pod potrójnym, szklanym kloszem, ale pomimo tego od czasu stworzenia nieustannie traci na wadze. W ciągu 100 lat kilogram stał się lżejszy o około 50 mikrogramów, czyli wagę ziarenka piasku.



Wzorzec masy 1 kg

Obecnie jest około 100 kopii wzorca masy, które są stosowane na całym świecie. Niestabilność kopii sugeruje, że podobne zjawiska zachodzą w odniesieniu do wzorca 1 kg. Brak stabilności wzorca 1 kg skłoniła naukowców do poszukiwania alternatywnego rozwiązania w tym zakresie.



Source: <http://www.bipm.org/en/bipm/mass/ipk/#verifications>

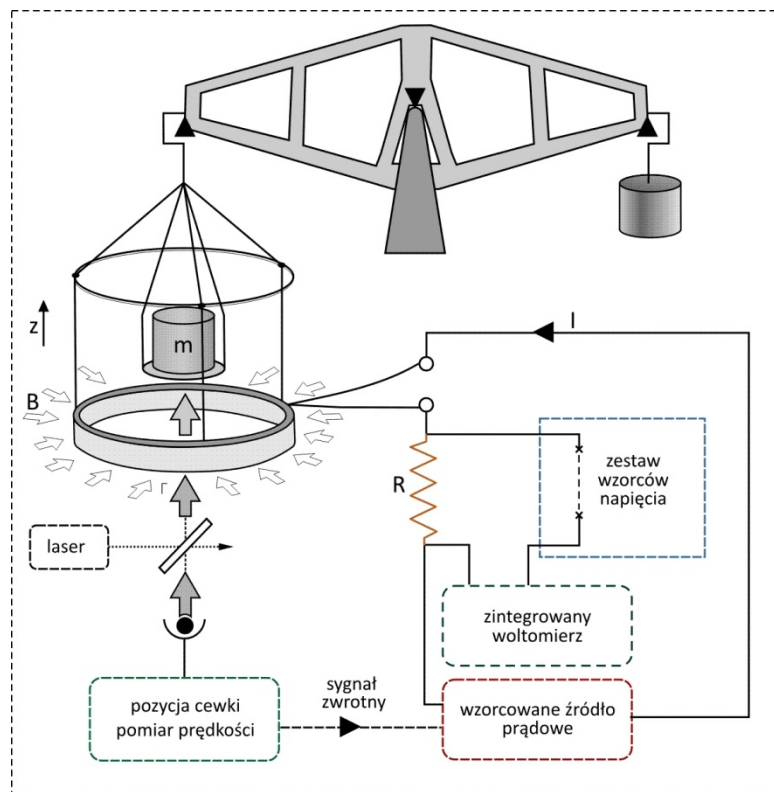
Jak wiadomo wszystkie inne jednostki miar są już oparte na stałych fizycznych. Teraz naukowcy twierdzą, że udało im się znaleźć rozwiązanie i kilogram nie będzie już robił się coraz lżejszy. Obecnie są realizowane dwa projekty:

- redefinicja kilograma poprzez określenie stałej Avogadro dla kuli krzemowej
- redefinicja kilograma z wykorzystaniem tzw. wagi Watta.

Redefinicja kilograma niezależnie od wybranej metody obecnie daje niestety znacznie większą wartość niepewności niż wariat obecnie stosowany (artefakt Pt/Ir). Niepewność dla wzorca masy 1 kg (Pt/Ir) wynosi dokładnie zero, po redefinicji, niepewność będzie zależeć od indywidualnych składowych eksperymentu z wagą Watta czy też eksperymentu z kulą krzemową – stała Avogadro. Obecnie najlepsza osiągnięta niepewność związana z tradycyjnym wzorcem wynosi około  $2 \times 10^8$  ( $20 \mu\text{g}$  na 1 kg) i jest mało prawdopodobne żeby dało się uzyskać jej wartość mniejszą po redefinicji za pomocą wagi Watta czy kuli krzemowej.

## 8.1. Waga Watta

Jak wspomniano wcześniej jeden z aktualnie prowadzonych projektów zakłada, że wzorec masy ma zostać oparty na "stałej Plancka". Realizacja ma nastąpić z wykorzystaniem tzw. prądowej wagi, której pomysłodawcą był dr Bryan Kibble [19], a która potocznie nazywana jest wagą Watta. Jej schemat pokazuje rysunek.



Rysunek 11. Schemat wagi Watta, tryb ważenia

Source: Ian A Robinson, Stephan Schlamminger „The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass" Metrologia 53 (2016) A46–A74

Zasada pomiaru: wykonywane są dwa eksperymenty. Eksperyment statyczny (rysunek 11), poprzez nieruchomą cewką płynie prąd  $I$ . Siła elektrodynamiczna jaka występuje pomiędzy dwoma cewkami z nawiniętym drutem jest mierzona a następnie wykorzystywana do obliczenia natężenia prądu. Mierzony jest prąd płynący w cewkach jaki jest potrzebny do utrzymania wagi w położeniu równowagi, gdy waga jest obciążona masą. W ten sposób wzorec masy może być odwzorowany za pomocą siły pola magnetycznego. Jednostki prądu i napięcia są zdefiniowane poprzez podstawowe

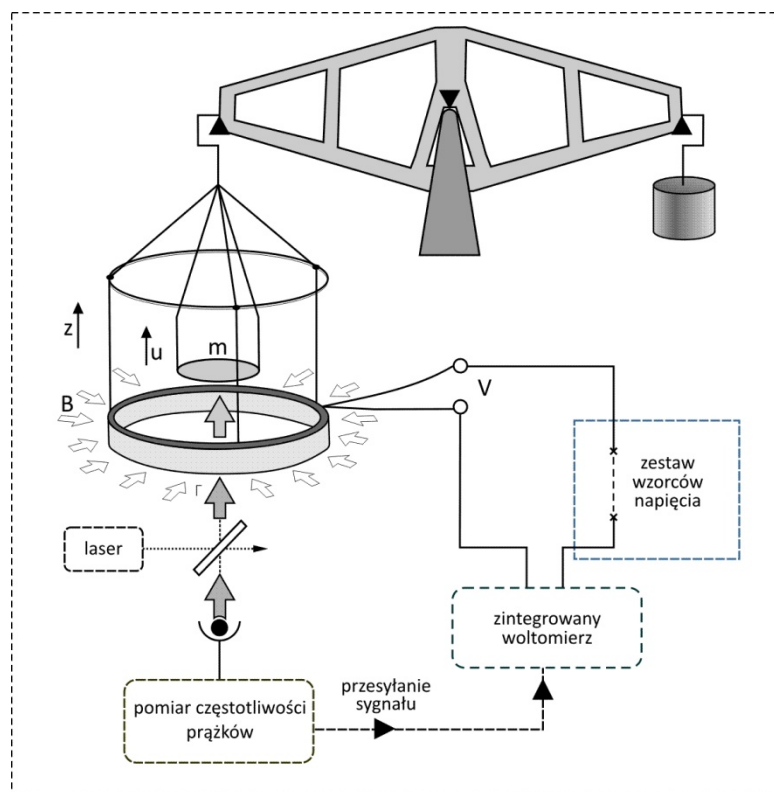
stałe fizyczne, takie jak prędkość światła i stała Plancka. Dzięki temu można kg zdefiniować w zależności od bezwzględnych stałych fizycznych.

Na drut o długości  $L$  w którym płynie prąd elektryczny prostopadłe do pola magnetycznego  $B$  działa siła Laplace'a równa  $BLI$ . W wadze Watta prąd jest tak dobrany, że siła ta dokładnie przeciwdziała sile jaka działa na masę odważnika o standardowej masie  $m$ . Jest to podobnie jak w wadze ampera, więc zasadę równowagi, można zapisać w postaci:

$$w = m \cdot g = B \cdot L \cdot I$$

- gdzie:  $m$  - masa  
 $g$  - przyspieszenie ziemskie  
 $B$  - indukcja magnetyczna  
 $L$  - długość drutu cewki  
 $I$  - prąd

Eksperyment dynamiczny polega na tym, że ta sama cewka porusza się w tym samym polu magnetycznym ze znaną prędkością  $v$ , przy czym prąd przez cewkę nie płynie. Zastosowanie drugiego etapu mierzenia w wadze Watta tzw. *moving mode* pozwala na wyeliminowanie problemów podczas pomiaru indukcji  $B$  oraz długości zwojów drutu  $L$ .



Rysunek 11-1. Schemat wagi Watta, tryb ruchu

Source: Ian A Robinson, Stephan Schlamminger „The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass" Metrologia 53 (2016) A46–A74

Wówczas, gdy zwój drutu cewki przemieszcza się ze znaną prędkością  $v$  w polu magnetycznym  $w$ , to zgodnie z prawem indukcji elektromagnetycznej Faradaya, napięcie  $U$  wytwarzane na końcach drutu jest równe:

$$U = B \cdot L \cdot v$$

gdzie:  $U$  - napięcie  
 $B$  - indukcja magnetyczna  
 $L$  - długość drutu cewki  
 $v$  - prędkość przemieszczania się

Można teraz wyznaczyć iloczyn  $BL$  z jednego z równań i podstawić do drugiego. Otrzymuje się podstawowe równanie wagi Watta

$$UI = mgv$$

Lewa strona równania to wyrażenie na moc elektryczną, prawa, moc mechaniczną. Obydwie wyrażane są w watach stąd nazwa przyrządu – waga Wata. Przy założeniu, że wartości napięcia ( $U$ ), prądu ( $I$ ), przyspieszenie ziemskiego ( $g$ ) oraz prędkości ( $v$ ) są dokładnie zmierzone, to możliwe jest otrzymanie dokładnej wartości dla masy ( $m$ ). Źródłem wysokiej dokładności wagi Watta jest to, że wynik jest niezależny od długości drutu cewki  $L$  i wartości pola magnetycznego  $B$ , co można uogólnić na niezależność tego równania zarówno od geometrii cewki, oraz wartości i rozkładu pola magnetycznego [17]. Iloczyn prądu i napięcia jest wyznaczony, zgodnie z równaniem na podstawie pomiarów masy, prędkości i przyspieszenia ziemskiego. Wystarczająco dokładny pomiar dwóch ostatnich wielkości ( $m$  i  $g$ ) jest możliwy przy wykorzystaniu zautomatyzowanych interferometrów. Równanie pomiaru masy dla wagi Watta przedstawia się więc następująco.

$$m = \frac{UI}{gv}$$

gdzie:  $U$  - napięcie  
 $I$  - prąd  
 $g$  - przyspieszenie ziemskie  
 $v$  - prędkość przemieszczania się

## PODSUMOWANIE

Poprzez wagę Watta uzyskuje się powiązanie między masą makroskopową  $m$  wzorca 1 kg a stałą Plancka  $h$ . Masa  $m$  jest masą obiektu makroskopowego, stała Plancka jest podstawową stałą fizyki kwantowej, która opisuje zachowanie się świata mikroskopijnego [19]. Należy zatem ustalić związek między różnymi domenami makroskopowymi i mikroskopowymi. Otrzymuje się to wykorzystując dwa makroskopowe efekty kwantowe: efekt Josephsona i efekt kwantowy Halla. Efekt Josephsona pozwala na określenie napięcia  $U$  w zakresie mierzonej częstotliwości mikrofalowej  $f$  jako:

$$U = \frac{h \cdot f}{2e} = \frac{h \cdot f}{K_J}$$

gdzie:  $h$  – stała Plancka  
 $f$  – częstotliwość  
 $e$  – ładunek elementarny  
 $K_J$  – stała Josephsona

Efekt Kwantowy (QHE) generuje opór opisany zależnością:

$$R = \frac{h}{ne^2}$$

gdzie:  $h$  – stała Plancka  
 $n$  – liczba kwantowa  
 $e$  – ładunek elementarny

Wspólną własnością obu efektów jest to, że tworzą związek między makroskopowym miernikiem, napięcia i oporu, a stałymi podstawowymi: podstawowym ładunkiem i stałą Plancka. Oba efekty są obecnie powszechnie stosowane jako normy dla metrologii oporności i napięcia. Prąd  $I$  jest mierzony jako spadek napięcia  $U_2$  względem rezystancji  $R$ . Wartość rezystancji może być określona w odniesieniu do skwantowanej rezystancji Halla. Napięcie można zmierzyć w odniesieniu do standardu napięcia Josephsona. Tym samym energia elektryczna może być wyrażona jako:

$$P_{EL} = C_{EL} \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot h$$

gdzie  $C_{EL}$  - stała kalibracji elektrycznej,  
 $f_{1-2}$  - częstotliwości mikrofalowe dwóch pomiarów napięcia Josephsona  
 $h$  – stała Plancka

Poprzez powyższe równanie energia elektryczna jest połączona ze stałą Plancka. Moc mechaniczna i elektryczna są tego samego rodzaju, mają tę samą jednostkę, mogą być porównywane ze sobą i mogą być przekształcane względem siebie. Równanie dla wagi Watta można zatem zapisać zależnością [19]:

$$mgv = C_{EL} \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot h$$

Zakłada się, że każde laboratorium za pomocą wagi Watta będzie w stanie zmierzyć masę z taką samą dokładnością, jak obecnie mierzy się stałą Plancka. Oprócz mierzenia napięcia ( $U$ ) oraz prądu ( $I$ ), należy mierzyć prędkość ( $v$ ) oraz przyspieszenie ziemskie ( $g$ ). Całkowita dokładność zależy od dokładności pomiarów  $U$ ,  $I$ ,  $v$  i  $g$ . Ponieważ istnieją już bardzo dokładne metody pomiaru prędkości ( $v$ ) oraz przyspieszenia ziemskiego ( $g$ ) to niepewność pomiaru masy jest zdominowany przez pomiar  $UI$ , czyli pomiar wagą Watta. Nowa definicja kilograma może mieć postać:

KILOGRAM jest masą spoczywającego ciała które w eksperymentach porównujących moc mechaniczną i moc elektryczną daje wartość stałej Plancka równą  $6,626\ 06891 \times 10^{-34}$  Js. (source: Gluza J. „Towards a redefinition of the kilogram”, Postępy Fizyki, tom58, zeszyt 3, 2007.)

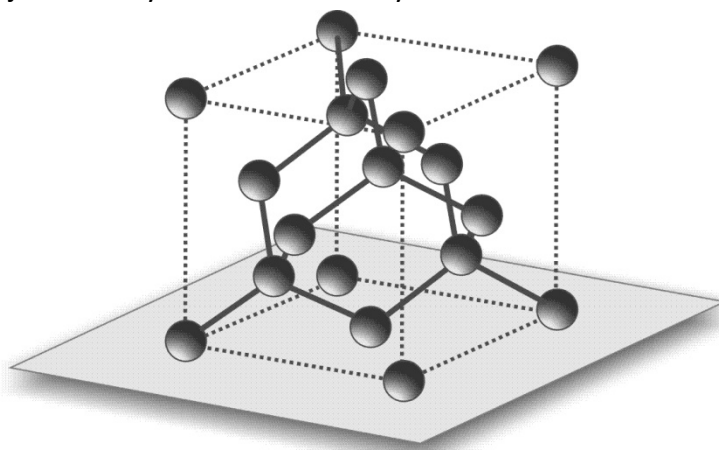
## 8.2. Kula krzemowa - projekt Avogadro

Drugi projekt badawczy w zakresie redefinicji kilograma opiera swoje tezy badawcze na liczbie atomów wybranego pierwiastka (krzemu) oraz stałej Avogadro. Stała Avogadro ( $N_A$ ) określa liczbę cząstek elementarnych zawartych w jednym molu materii.

$$N_A = 6,022140 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Jeden mol jest to liczność materii układu zawierającego liczbę cząstek równą liczbie atomów zawartych w dokładnie w 12 g izotopu węgla  $^{12}\text{C}$  (przy założeniu, że węgiel jest w stanie niezwiązanym chemicznie, w spoczynku, a jego atomy nie znajdują się w stanie wzbudzenia). W jednym molu znajduje się  $6,022140857 \times 10^{23}$  cząstek (stała Avogadro). Jeżeli znamy z dużą pewnością ilość cząstek obiektu (kuli) to znamy również masę co pozwala na redefinicję kilograma.

W tym przypadku przyszły wzorzec kilograma będzie miał kształt kuli z izotopu krzemu, której średnica będzie tak dobrana, aby liczba atomów krzemu odpowiadała stałej Avogadro. Dla naturalnie występujących izotopów krzemu występują trudności z dokładnym policzeniem liczby atomów w związku z pewnymi wadami w sieci krystalicznej [8]. Konieczne jest wzbogacenie izotopowe krzemu celem uzyskania lepszej struktury krystalicznej. Zliczanie kryształów wzbogaconego krzemu za pomocą metody XRCD (X-Ray-Crystal-Density) pozwala osiągnąć względną niepewność standardową około  $1.8 \times 10^{-8}$ . Jest to wartość zbliżona do tego co uzyskuje się wówczas, gdy stosowana jest waga Watta. Metoda XRCD wykorzystuje relacje jakie zachodzą pomiędzy długością promieniowania rentgenowskiego a strukturą krystaliczną sieci. Z tego też względu dla kuli krzemowej wymagana jest sieć krystaliczna bez żadnych defektów.



Rysunek 12. Sieć krystaliczna krzemu

Sieć krystaliczną krzemu można zmierzyć zachowując spójność z jednostką długości jaką jest metr [SI] poprzez połączenie pomiarów rentgenowskich oraz interferometrii optycznej. Jednostkowa komórka krzemu to sześcian o długości krawędzi  $a$ , zawierający średnio osiem atomów. Jeśli objętość  $V$  makroskopowa kryształu krzemu jest zmierzona, to ilość atomów w kryształce (komórce jednostkowej) można wyliczyć z zależności:

$$N = \frac{8V}{a^3}$$

gdzie:  $N$  - ilość atomów krzemu  
 $V$  - objętość kryształu krzemu  
 $a$  - długość krawędzi kryształu

Analiza z wykorzystaniem metody XRCD dotyczy kuli krzemowej o masie około 1 kg. Objętość kuli  $V$  jest mierzona na podstawie pomiarów jej średnicy  $D$ . W kalkulacji uwzględnia się fakt, że kryształy krzemu są zwykle pokryte cienką warstwą tlenu o grubości całkowitej około 2 nm. Tym samym objętość kuli jest oceniana bez warstw powierzchniowych. Pozwala to na dokładne policzenie ilości jej atomów. Objętość rdzenia kuli można oszacować na podstawie pomiarów jej średnicy jako:

$$D_{core} \text{ jako } V_{core} = \left(\frac{\pi}{6}\right)D_{core}^3$$

Po określeniu masy kuli  $m_{sphere}$  oraz masy warstwy powierzchniowej  $m_{SL}$ , można wyznaczyć masę rdzenia kuli  $m_{core}$  z zależności:

$$m_{core} = m_{sphere} - m_{SL}$$

Tym samym masa atomów krzemu wynosi

$$m(Si) = \frac{m_{core}}{N} = \frac{m_{core}a^3}{8V_{core}}$$

Przy założeniu, że wpływ defektów sieci krystalicznej jest pomijalny, to zależność między gęstością w skali mikro ( $\rho_\mu$ ) i gęstością makroskopową ( $\rho_m$ ) opisuje zależność [8].

$$\rho_\mu = \frac{8m(Si)}{a^3} = \frac{m_{core}}{V_{core}} = \rho_m$$

W rzeczywistej sieci krystalicznej krzemu wpływ zanieczyszczeń i wad punktowych na masę rdzenia może być jednak znaczący. Naturalny krzem składa się z trzech stabilnych izotopów,  $^{28}\text{Si}$ ,  $^{29}\text{Si}$  i  $^{30}\text{Si}$ . Dlatego też ilość frakcji substancji  $x(^i\text{Si})$ , każdego izotopu  $^i\text{Si}$  w sieci musi być zmierzona w celu określenia średniej masy cząsteczkowej krzemu.

$$M = M_u \sum_i x(^i\text{Si})A_r(^i\text{Si})$$

gdzie:  $M_u$  - masa molowa,  $Const = 0,001 \text{ kg mol}^{-1}$   
 $\sum_i x(^i\text{Si}) = 1$   
 $A_r(^i\text{Si}) = 1$  względna masa atomowa każdego izotopu

W związku z powyższym ilość substancji  $n$  wynosi  $n = m_{core} / M$ , a stała Avogadro jest wyrażona poprzez równanie:

$$N_A = \frac{N}{n} = \frac{8M}{\rho_m a^3}$$

gdzie:  $n$  - ilość substancji  
 $N$  - ilość atomów krzemu  
 $M$  - średnia masa cząsteczkowa krzemu  
 $\rho_m$  - gęstość  
 $a$  - odległość atomów w sieci krystalicznej

To równanie pozwala na określenie stałej Avogadro i powiązać ją z definicją mola. Uwzględniając zależności pomiędzy stałymi fizycznymi, masę elektronu można wyrazić poprzez równanie:

$$m_e = 2hR_\infty / (c\alpha^2)$$

gdzie:  $h$  - stała Plancka  
 $R_\infty$  - stała Rydberga  
 $c$  - prędkość światła w próżni  
 $\alpha$  - stała związana z dokładną strukturą

Uwzględniając powyższe, stała Plancka jest powiązana ze stałą Avogadro poprzez:

$$N_A = \frac{M_e}{m_e} = \frac{M_u A_r(e)}{m_e} = \frac{c M_u A_r(e) \alpha^2}{2 R_\infty h}$$

gdzie:  $M_e$  - masa molowa elektronu  
 $m_e$  - masa elektronu

Największy udział do budżetu niepewności wnosi stała  $\alpha$  związana ze strukturą kuli krzemowej [8]. Masę kuli krzemowej można wyznaczyć z poniższej zależności:

$$m_{sphere} = \frac{2hR_\infty}{c\alpha^2} \frac{\sum_i x(^iSi) A_r(^iSi)}{A_r(e)} \frac{8V_{core}}{a^3} - m_{deficit} + m_{SL}$$

$\frac{2hR_\infty}{c\alpha^2}$  - masa elektronu

$\frac{\sum_i x(^iSi) A_r(^iSi)}{A_r(e)}$  - jest średnim stosunkiem masy krzemu do elektronu,

$\frac{8V_{core}}{a^3}$  - to ilość atomów krzemu w kuli

$m_{deficit}$  - wpływ defektów punktowych (kryształów) na masę rdzenia

$m_{SL}$  - masa warstwy wierzchniej kuli



## PODSUMOWANIE

Dla przeciętnego użytkownika redefinicja jednostki kilograma nie ma większego znaczenia, ponieważ co do wartości kilogram pozostanie kilogramem. Problemy pojawiają się jednak na najwyższych stopniach spójności pomiarowej. Do realizacji spójności pomiarowym na takim samym poziomie dokładności jak dzisiaj wiele laboratoriów wzorcujących szczególnie laboratoria NMI będą stały przed koniecznością zrewidowani swoich wartości CMCs (Calibration and Measurement Capabilities). Dla zapewnienia spójności pomiarowej na najwyższym poziomie (dla wzorców narodowych 1 kg), laboratoria NMI będą potrzebować komparatorów, które pozwolą wykonać pomiar z dokładnością odczytu 0,1 µg oraz odpowiednim poziomem powtarzalności rzędu 0,5 ÷ 0,8 µg. Drugim problemem nurtującym wielu metrologów masy jest poprawka (wraz z niepewnością) związana z wyporem powietrza. Ten problem można zminimalizować poprzez umieszczenie komparatora w próżni. RADWAG opracował koncepcję takiego urządzenia, które jest w fazie realizacji.

W przypadku redefinicji 1 kg poprzez projekt kuli krzemowej definicja kilograma może mieć brzmienie:

KILOGRAM jest masą  $5,0184458 \times 10^{-25}$  ( $=10^3 N_A/12$ ) niezwiązanych, pozostających w spoczynku atomów  $^{12}\text{C}$  w stanie podstawowym, (source: Gluza J. „Towards a redefinition of the kilogram”, Postepy Fizyki, tom58, zeszyt 3, 2007.)

## 9. Komparatory masy

Komparacja jest procesem porównywania między sobą dwóch obiektów lub tego samego obiektu, który został poddany pewnym procesom np. wygrzewania czy też napyłania warstwą ochronną. Już sama definicja wskazuje który z parametrów jest istotny dla tego typu urządzeń. Jest nim powtarzalność wskazań przy założeniu, że czułość komparatora jest stała. W kontekście odważników oraz wzorców masy, komparatory pozwalają na wyznaczania różnicy pomiędzy masą odważnika badanego ( $B$ ), a znaną masą wzorca odniesienia ( $A$ ). Tu należy zauważyć, że dokładność jaka zachodzi pomiędzy badanymi wzorcami jest silnie zależna od aktualnych warunków pracy komparatora masy. Świadomość tej zależności jest kluczowa nie tylko podczas użytkowania, ale przede wszystkim na etapie projektowania laboratorium czy stanowiska pracy. W tej materii nie ma opracowań naukowych, więc wiedza jest wynikiem doświadczeń, które z kolei są efektem licznych wdrożeń (instalacji), tak jak w przypadku firmy Radwag Wagi Elektroniczne, Polska.

### 9.1. Klasyfikacja komparatorów masy

Zasada działania komparatora masy w zasadzie niczym specjalnie nie różni się zasady działania typowej wagi o takim samym systemie przetwarzania. Komparatory masy można dzielić z uwzględnieniem kilku kategorii. Uwzględniając zakres ważenia wyróżnia się komparatory:

- z pełnym zakresem równoważenia
- z ograniczonym zakresem równoważenia

Podział ze względu na tryb pracy wyróżnia komparatory:

- manualne (ręczne)
- automatyczne

Ze względu na ilość możliwych operacji automatycznych, wyróżniamy komparatory:

- dwupozycyjne
- czteropozycyjne
- wielopozycyjne

Ze względu na konstrukcję mechaniczną związaną z dociążeniami, wyróżniamy komparatory:

- bez dociążeń balastowych
- z dociążeniami balastowymi (regulowane manualnie lub automatycznie)

Ze względu na przeznaczenie wyróżniamy komparatory:

- do wyznaczania różnicy mas badanych obiektów
- do wyznaczania różnicy gęstości mas badanych obiektów

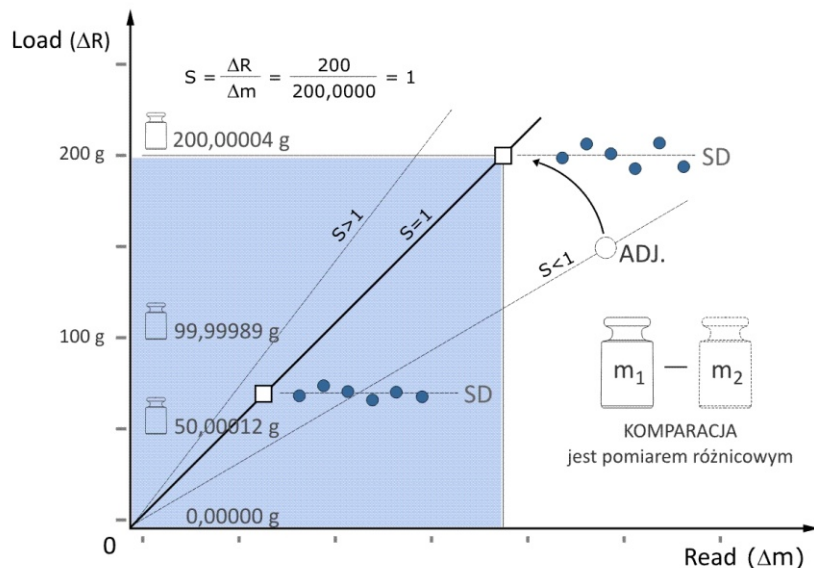
Ze względu na środowisko pracy wyróżniamy komparatory:

- pracujące w naturalnym ciśnieniu atmosferycznym
- pracujące w próżni

Wszystkie wyżej wymienione typu komparatorów znajdują się w ciągłym użytkowaniu w Centrum Metrologii firmy Radwag. Wiele z nich zostało zainstalowanych w narodowych Instytutach metrologicznych na całym świecie.

## 9.2. Komparatory z pełnym zakresem równoważenia elektrycznego

Różnice pomiędzy komparatorem z pełnym zakresem równoważenia a komparatorem z ograniczonym zakresem równoważenia pokazano na poniższych rysunkach (13-14).



Rysunek 13. Komparator z pełnym zakresem równoważenia elektrycznego

Komparatory z tzw. pełnym zakresem równoważenia elektrycznego pozwalają na pomiar masy wzorca w taki sam sposób jak tradycyjna waga. Dla szalki nieobciążonej komparator wskazuje stan zera (0,00000 g) a dla postawionej masy wskazuje jej wartość np. 200,00004 g. Jest to najprostsza forma komparatora, która posiada niestety kilka wad. W zasadzie niemożliwe jest uzyskanie dla tych konstrukcji znacznych rozdzielczości przy zachowaniu zakładanej powtarzalności wskazań. Wynika to głównie z zależności:

$$R = Max / d$$

gdzie:  $R$  - rozrzut wskazań  
 $Max$  - obciążenie maksymalne komparatora  
 $d$  - działka elementarna komparatora

Przy założeniu, że działka elementarna komparatora wynosi 0,01 mg to uzyskuje się następujące rozdzielczości w zależności od obciążenia maksymalnego:

1. 50 g / 0,01 mg = 5 000 000
2. 200 g / 0,01 mg = 20 000 000
3. 1000 g / 0,01 mg = 100 000 000

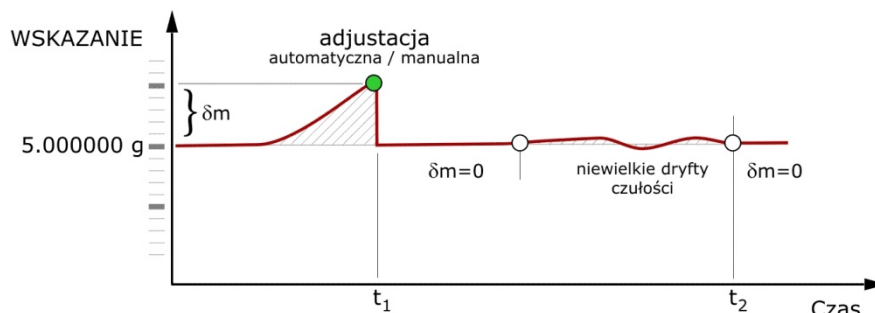
O ile opcje nr 1 , 2 są możliwe do realizacji, to opcja nr 3 już nie. Oczywiście można zbudować taką konstrukcję, ale jej powtarzalność nie będzie zadowalająca. To ograniczy zakres jej stosowania do komparacji wzorców niższych klas. Z tego wynika, że o doborze komparatora do własnych aplikacji w znacznej mierze decyduje jego powtarzalność wskazań. Testy praktyczne pokazują, że wartość parametru powtarzalności jest zależna od wielkości testowanego obciążenia, co również powinno się uwzględnić projektując stanowisko dla komparacji wzorców masy.

Jak stwierdzono komparacja jest pomiarem różnicowym, z tego też względu adjustacja czułości nie jest w zasadzie wymagana - wyznacza się różnicę mas. Jednakże zmienność warunków pracy oraz upływ czasu (dryfty elementów elektronicznych oraz mechanicznych) może powodować pewne „przesunięcia” czułości. Z tego też względu wszystkie komparatory masy z pełnym zakresem równoważenia posiadają układ tzw. adjustacji. Zazwyczaj posiada on tzw. masę adjustacyjną zabudowaną wewnątrz konstrukcji.



Komparator UYA 5.4Y.KO  $d=0,1 \mu\text{g}$   
 Obciążenie maksymalne 5 g, zakres równoważenia elektrycznego od 0 do 5,1 g  
 Adjustacja automatyczna wewnętrzna, zakres komparacji 1 mg – 5 g

Zasada działania adjustacji polega na wprowadzaniu okresowych korekt czułości [7]. Poprzez takie działania uzyskuje się zawsze zakładaną dokładność wskazań. Na rysunku 13 pokazano 3 warianty dla czułości. Pierwszy to czułość idealna ( $S=1$ ), drugi to zmniejszenie czułości, trzeci to zwiększenie czułości. W przypadku drugim i trzecim wykonanie procedury adjustacji eliminuje błąd. Schemat działania adjustacji pokazano na rysunku 14.



Rysunek 14. Zasada działania adjustacji

Komparatory z pełnym zakresem równoważenia podobnie jak wagi posiadają zazwyczaj tradycyjną szalkę. W związku z tym samym możliwy jest negatywny wpływ warunków środowiskowych jakim jest nadmierny ruch powietrza. Duża powierzchnia szalki to również potencjalny problem z odchyłką centryczności, choć jej wartość jest uwzględniana w budżecie niepewności. Pewną alternatywą w tym zakresie są tzw. szalki samocentrujące, które „sprowadzają” środek ciężkości wzorca do środka geometrycznego konstrukcji komparatora. Dotyczy to komparatorów o większych udźwigach, rzędu 20 kg lub więcej.



Przykład szalki samocentrującej, komparatory serii HRP

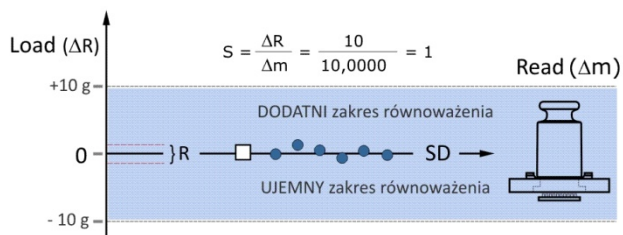
Takie rozwiązania oferowane są jako wyposażenie dodatkowe komparatorów manualnych serii APP.4Y lub HRP produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Polska.

## PODSUMOWANIE

Komparatory z pełnym zakresem równoważenia są dość powszechne, zwłaszcza dla procesów komparacji dużych mas. Można je postrzegać jako bardzo uniwersalne konstrukcje. Pozwalają komparować odważniki, których masa nie jest większa niż obciążenie maksymalne komparatora. Powtarzalność takich konstrukcji jest zależna od obciążenia jakie jest testowane, co powinno się uwzględnić. Koszt zakupu komparatora z pełnym zakresem równoważenia jest nieco niższy niż w przypadku komparatora z ograniczonym zakresem równoważenia.

### 9.3. Komparatory z ograniczonym zakresem równoważenia elektrycznego

Komparatory z ograniczonym zakresem równoważenia elektrycznego posiadają nieco inną konstrukcję w której masa wzorca stanowi tzw. obciążenie wstępne. W konsekwencji tego komparator jest uruchamiany z wzorcem na szalce. Wskazanie komparatora po uruchomieniu wynosi zero. Nie jest możliwa praca komparatora po zdjęciu wzorca masy. Tym samym komparacja dwóch wzorców odbywa się w pobliżu wskazania zerowego komparatora, a nie w pewnym miejscu dość szerokiego zakresu jak w przypadku komparatorów z pełnym zakresem równoważenia. Zakres równoważenia elektrycznego zazwyczaj jest niewielki, rzędu od - 10 g do + 10 g względem położenia zerowego, czyli względem masy wzorca.



Rysunek 15. Komparator z ograniczonym zakresem równoważenia elektrycznego

Na rysunku nr 15 symbolem R oznaczono rzeczywisty zakres ważenia wzorców masy (odważników) jakie jest wykorzystywany. Wynika on z odchyłek jakie występują między masą referencyjną A (wzorec) a masą badaną B (odważnik). Zakres równoważenia od + 10 g do - 10 g jest w zupełności wystarczający dla wykonania adjustacji czułości komparatora. Z drugiej strony pozwala bezpiecznie wykonywać ewentualną adjustację masy odważników. Komparacja wzorców o innym nominale jest możliwa dzięki zmiennym wewnętrznym dociążeniom jakie zawiera komparator. Zmiana dociążeń odbywa się ręcznie wskutek ingerencji operatora przy zachowaniu stałej rozdzielczości komparatora. To pozwala na komparację wzorców o masie 100 g, 200 g, 500 g oraz 1000 g dla komparatora WAY 1000.4Y.KO. Tym samym jedno urządzenie posiada dość szeroką funkcjonalność czego oczekują potencjalni użytkownicy. Podobne rozwiązania stosowane są w komparatorach o większych udźwigach.



Komparator APP 30.4Y.KO,  $d=1$  mg, odważniki balastowe wewnętrzne, adjustacja masą zewnętrzną

Komparatory z ograniczonym zakresem równoważenia występują zarówno w wersji manualnej jak i automatycznej. Z oczywistych względów automatyzacja zapewnia dokładniejsze pomiary, choćby ze względu na wyeliminowanie ingerencji operatora. Dotyczy to zwłaszcza wzorców o znacznych masach, gdzie decydujące znaczenie może mieć uderzenie podczas stawiania wzorca na pomoście komparatora.



Komparator AKM 20-2/20.1,  $d = 0,1 \text{ mg}$

Obciążenie maksymalne 20,5 kg, zakres równoważenia elektrycznego - 500g do + 500 g

Odważniki balastowe wewnętrzne, sterowanie półautomatyczne,  
Zakres komparacji od 1 kg – 20 kg (zależnie od klasy dokładności)



WAY 500.4Y.KO - komparator manualny,  $d = 10 \text{ }\mu\text{g}$

Obciążenie maksymalne 520 g, zakres równoważenia elektrycznego - 10 g do + 20 g

Odważniki balastowe wewnętrzne lub zewnętrzne, sterowanie półautomatyczne,  
Zakres komparacji od 1 g – 500 g (zależnie od klasy dokładności)

## 9.4. Komparatory automatyczne

Zupełnie odmienną grupą są komparatory automatyczne w których zadaniem operatora JEST TYLKO UMIESZCZENIE WZORCÓW na odpowiednich miejscach. Konstrukcyjnie są to zawsze komparatory z ograniczonym zakresem równoważenia elektrycznego. Proces komparacji odbywa się zgodnie z wybraną metodą oraz cyklem, dla dwóch lub całego zestawu wzorców. Takie podejście zapewnia szybkość, niezawodność oraz znaczną wydajność komparacji co jest parametrem decydującym w bardzo wielu przypadkach. Dla wzorców masy od 10 g do 20 kg, komparacja dotyczy zazwyczaj dwóch wzorców, choć nie wyklucza się modyfikacji tego rozwiązania.

W przypadku mas znacznie mniejszych od 0,5 kg do 5 kg porównuje się ze wzorcem trzy odważniki badane, tak jak w przypadku komparatora AK-4/5000 produkcji Radwag Wagi Elektroniczne.



Komparator AK-5000,  $d= 0,01$  mg

Obciążenie maksymalne 5,05 kg, zakres równoważenia elektrycznego - 10 g do + 50 g

Odważniki balastowe wewnętrzne, sterowanie półautomatyczne,

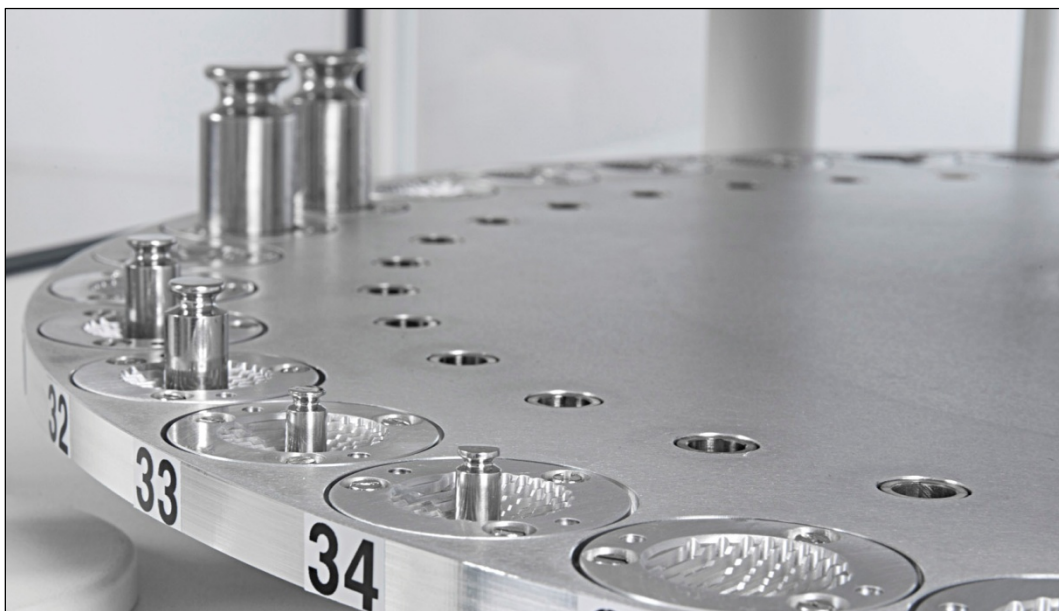
Zakres komparacji od 1 kg – 5 kg

Najbardziej zaawansowanym rozwiązaniem jest automatyczny komparator 36 pozycyjny serii UMA 100 o dokładności odczytu 1  $\mu$ g. Posiada on wewnętrzne dociążenia, które są automatycznie nakładane oraz zdejmowane zależnie od tego jaka masa jest aktualnie komparowana. Uniwersalność tego urządzenia pozwala na automatyczne porównywanie:

- 35 badanych odważników z wzorcem lub
- 18 par wzorców (wzorzec / badany) lub
- dwóch kompletów wzorców od 1 mg do 100 g lub
- dowolnej kombinacji wzorców

Konstrukcyjnie jest to komparator z ograniczonym zakresem równoważenia w zakresie od – 1 g do + 10 g. Zakres komparacji wzorców masy od 1 mg do 100 g wymusza pełną automatyzację dociążeń balastowych, która jest sprzężona z interfejsem programowym czyli aktualnie wykonywaną metodą komparacji (zakresie obciążenia jak i ilości cykli ABA czy ABBA).

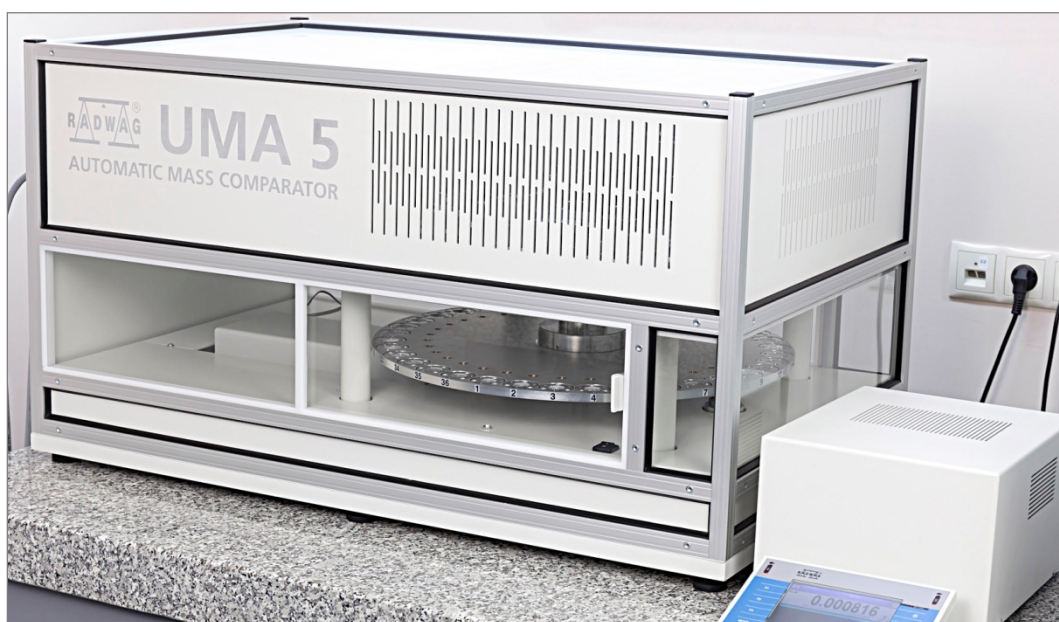




Komparator UMA 100,  $d=0,001$  mg

Obciążenie maksymalne 110 g, zakres równoważenia elektrycznego od - 1 g do + 10 g  
Adjustacja zewnętrzna, odważniki balastowe automatyczne - wewnętrzne, sterowanie automatyczne,  
Zakres komparacji od 1 g – 100 g

Podobnym rozwiązaniem jest komparator UMA 1000 o dokładności odczytu 0,005 mg, z tym że ilość komparowanych wzorców jest ograniczona do 16 sztuk. Zakres komparacji UMA 1000 obejmuje wzorce od 10 g do 1000 g wszystkich klas dokładności. Trzecim rozwiązaniem w zakresie komparacji automatycznej jest komparator UMA 5, który jest komparatorem automatycznym z pełnym zakresem równoważenia. Przeznaczony jest on do porównywania wzorców od 1 mg do 5 g w dowolnych konfiguracjach w zakresie masy jak i stosowanych metod.



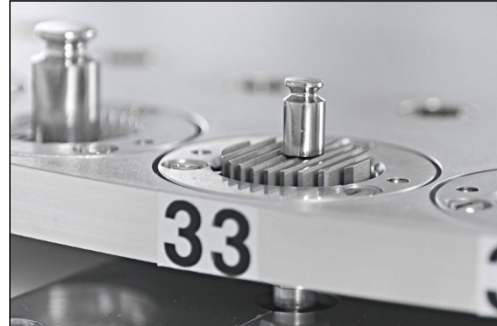
Komparator UMA 5,  $d=0,0001$  mg

Obciążenie maksymalne 5 g, zakres równoważenia elektrycznego od 0 g do + 5,1 g  
Adjustacja wewnętrzna, sterowanie automatyczne, zakres komparacji od 1 mg – 5 g

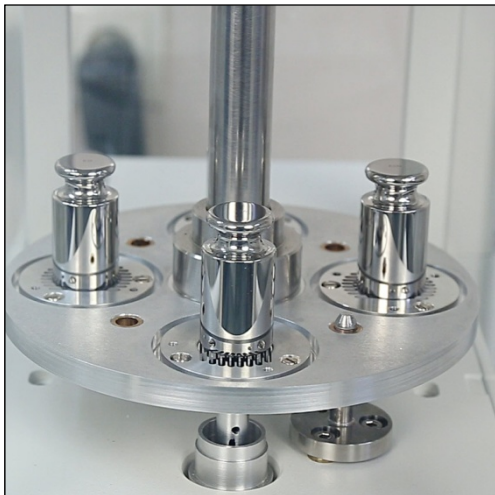
W każdym przypadku metoda oraz cykl komparacji jest definiowana poprzez panel operatora tego urządzenia lub poprzez aplikację komputerową. Szalki w komparatorach automatycznych są zawsze dopasowane do średnicy badanych wzorców, a automatyzacja zapewnia zawsze taką samą pozycję wzorca na szalce. Odchyłka centryczności komparatora jest więc nieistotna.



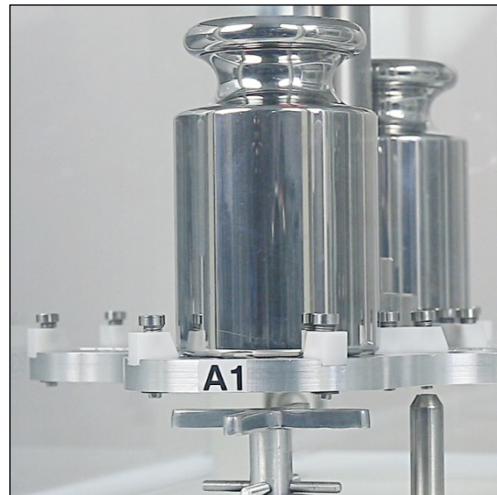
Szalka z tzw. ażurowaniem  
Komparatory serii UMA



Pomiar masy wzorca  
Komparatory serii UMA



Szalka z tzw. ażurowaniem  
Komparatory serii AK-4/100



Szalka z tzw. ażurowaniem  
Komparatory serii AK-4/1000

Dokumentacja procesu komparacji jest realizowana poprzez wydruk, zapis do bazy danych urządzenia oraz w wersji uproszczonej jako wartość liczbowa pokazana na wyświetlaczu komparatora.

### PODSUMOWANIE

Główną zaletą komparatorów automatycznych jest wyeliminowanie operatora z cyklu pomiarowego. Błąd pochodzący od tzw. czynnika ludzkiego (udary, pomyłka, niecentryczne postawienie wzorca) nie występuje. Poprzez to uzyskuje się mniejszą niepewność dla procesu komparacji. Drugi istotny czynnik to zwiększenie wydajności pracy. To przekłada się na efekt ekonomiczne – możliwość wykonania większej ilości pomiarów. Dla działań komercyjnych to zwiększone przychody, które można zainwestować.

## 9.5. Komparatory do wyznaczania gęstości wzorców

Jak wspomniano gęstość odważników (wzorców) nie jest wartością stałą, ale zawiera się w ściśle zdefiniowanych granicach, które są zależne od ich klasy dokładności [15]. OIML R 111-1 wskazuje kilka metod za pomocą których można określić rzeczywistą gęstość odważników. Poniżej jest krótki opis tych metod.

### Metoda A

Najbardziej dokładna metoda polegająca na ważeniu odważnika w „powietrzu” a następnie w cieczy (wodzie) o znanej gęstości.

### Metoda B

Uznawana za najszybszą a zarazem najbardziej odpowiednią jest metoda ważenia odważnika w wodzie. Sprawdza się czy wskazanie wagi znajduje się w tabelarycznych wartościach granicznych lub oblicza gęstość wykorzystując wskazanie wagi oraz znaną rzeczywistą masę odważnika.

### Metoda C

Polega na oddzielnym oznaczaniu masy odważnika i jego objętości. Masę wyznacza się poprzez ważenie a objętość jest określana na podstawie wzrostu wskazania wagi. W tym procesie odważnik jest zawieszony w łaźni wodnej umieszczonej na szalce wagi.

### Metoda D

Ta metoda jest zalecana dla odważników o masie większej niż 1 kg. Pomiar polega na wykorzystaniu specjalnego pojemnika z znanej pojemności objętościowej wypełnionego cieczą. Wykonuje się dwa pomiary: dla pojemnika oraz dla pojemnika z umieszczonym wewnątrz odważnikiem.

### Metoda E

Gęstość odważnika jest obliczana na podstawie jego wymiarów. Ta technika jest odpowiednia w przypadku odważników posiadających wnęki, które uniemożliwiają wykonanie pomiaru w wodzie.

### Metoda F

Polega na szacowaniu gęstości odważnika w oparciu o znaną kompozycję stopu, z którego jest on wykonany.

Metody badania A, B, C i D stosują wodę lub inną odpowiednią ciecz testową jako odniesienie gęstości. Metody E i F są odpowiednie dla niższej klasy wag, lub jeśli zanurzenie odważnika w cieczy jest nie dopuszczalne. Wyznaczenie rzeczywistej gęstości odważnika powinno uwzględniać niepewność wyznaczenie tej wielkości zależnie od wybranej metody.

$$\rho_{min} + U \leq \rho \leq \rho_{max} - U$$

### 9.5.1. Pomiar gęstości odważników

Wyznaczenie gęstości odważników wymaga określenia jego masy podczas ważenia w powietrzu oraz zazwyczaj podczas ważenia w cieczy. Podczas kalkulacji korzysta się z zależności:

$$W_{air} = M - \rho_{air} \cdot V \qquad W_{water} = M - \rho_{water} \cdot V$$

$$\rho = \frac{W_{air} \cdot \rho_{water} - W_{water} \cdot \rho_{air}}{W_{air} - W_{water}}$$

gdzie:  $W_{air, water}$  - masa pozorna odważnika podczas ważenia w powietrzu, wodzie  
 $M$  - masa  
 $V$  - objętość odważnika w temperaturze referencyjnej  
 $\rho$  - gęstość odważnika w temperaturze referencyjnej  
 $\rho_{air, water}$  - gęstość powietrza, gęstość wody

### 9.5.2. Temperatura odniesienia

Istotnym elementem w czasie wyznaczania gęstości odważników (wzorców) jest temperatura. Ma ona wpływ na rozszerzalność obiektów, więc powinna być kontrolowana. Przyjmuje się, że temperaturą referencyjną jest 20°C. Praktycznie jednakże większość laboratoriów pracuje w temperaturze od 23 °C do 27 °C. W przypadku, gdy pomiary wykonywane są w innej temperaturze niż referencyjna, to gęstość powinna być przeliczona według poniższej zależności:

$$\rho(t_{ref}) = \rho(t_{meas}) \times [1 + \gamma(t_{meas} - t_{ref})]$$

gdzie:  $\gamma$  - współczynnik rozszerzalności cieplnej materiału (objętości)  
 $t_{ref}$  - temperatura referencyjna (20°C)  
 $t_{meas}$  - temperatura rzeczywista w czasie badania

Ciecz w której bada się odważniki nie ma praktycznie wpływu na wynik oznaczenia. Należy znać zależność jej gęstości względem zmian temperatury. Dla wody destylowanej gęstość wody podano w tabeli poniżej.

$t_1$ [°C]	$\rho_1$ [kg m <sup>-3</sup> ]	$\Delta\rho_1/\Delta t_1$ [kg m <sup>-3</sup> °C <sup>-1</sup> ]
18,0	998,593	
18,5	998,499	- 0,190
19,0	998,402	
19,5	998,303	- 0,201
20,0	998,201	
20,5	998,096	- 0,212
21,0	997,989	
21,5	997,879	- 0,222
22,0	997,767	
22,5	997,652	- 0,232
23,0	997,535	
23,5	997,414	- 0,242
24,0	997,293	

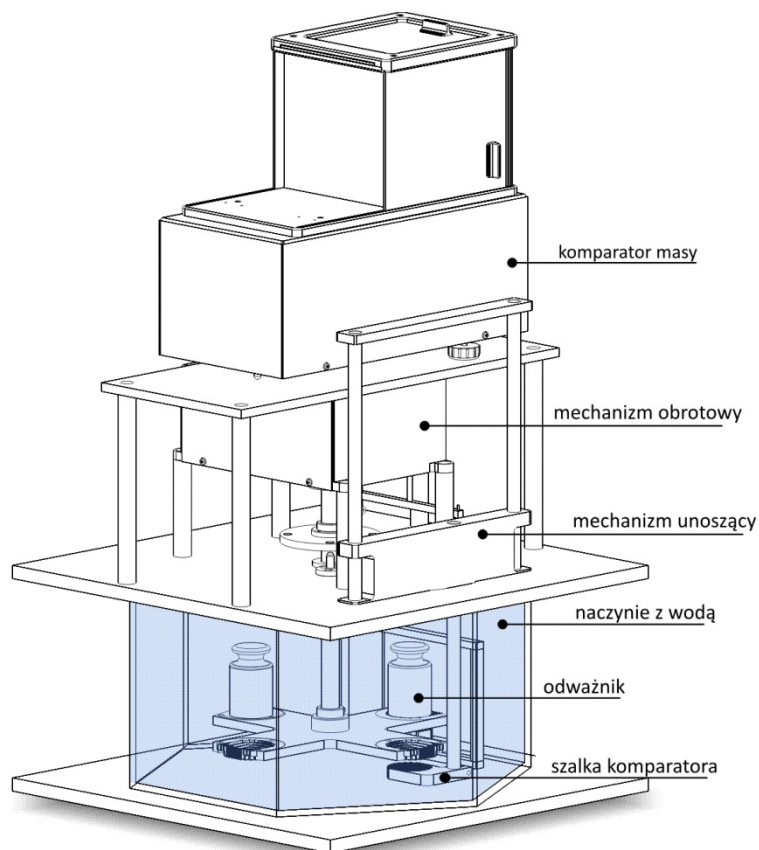
Gęstość powietrza może być wyliczona z zależności[15]:

$$\rho_a = \frac{0,34848 p - 0,009(hr) \times \exp(0,061 t)}{273,15 t} \text{ [kgm}^{-3}\text{]}$$

gdzie:  $p$  - ciśnienie atmosferyczne [mbar] lub [hPa]  
 $hr$  - wilgotność względna [%]  
 $t$  - temperatura [°C]

Pewnym problem są odważniki z jamą adjustacyjną. Nie powinny one być badane w cieczy. W przypadku takich wzorców w pierwszej kolejności należy wyznaczyć ich objętość. Czynnikiem zniekształcającym wynik pomiaru mogą być pęcherze powietrza. Przyczepiają się one do ważonego odważnika oraz uchwytu. Ich usunięcie jest konieczne.

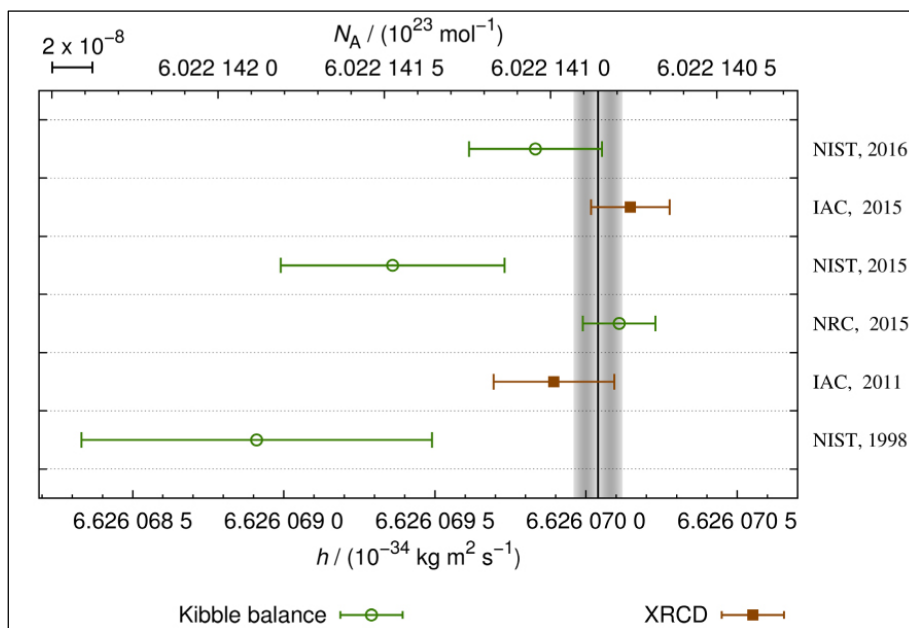
Radwag Wagi Elektroniczne, Polska opracował własną konstrukcję komparatora, który może być stosowany dla wyznaczania gęstości odważników metodą A. Jest to komparator automatyczny 4 pozycyjny (wzorzec + 3 odważniki badane). Jego schemat funkcjonalny pokazano na rysunku 16.



Rysunek 16. Schemat komparatora masy przeznaczonego do badania gęstości wzorców

## 9.6. Komparatory próżniowe

W 2018 roku zostanie wprowadzona nowa definicja kilograma, i nie zależnie od jakiej stałej będzie ona uzależniona (stała Plancka, liczba Avogadro) niepewność pomiaru wzrośnie. Obecnie trwają badania, których efektem ma być uzyskanie niepewności w akceptowanych granicach [1].



Rysunek 17. Niepewność pomiaru dla redefinicji kilograma, ocena wartości stałej Plancka

Source: H Bettin, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), S Schlamminger, National Institute of Standards and Technology (NIST) „Realization, maintenance and dissemination of the kilogram in the revised SI” Metrologia 53 (2016) A1–A5

Na rysunku 17 pokazano wyniki dla oznaczenia stałej Plancka lub stałej Avogadro przy najmniejszych niepewnościach. Dla wagi Kibble’a (waga Watta) wyniki oznaczono kolorem zielonym. Punkty pomiarowe oznaczono poprzez okręgi. Dane pokazane jako kwadraty stałe uzyskano stosując metodę XRCD (kula krzemowa). Słupki błędów oznaczają standardowe niepewności zgłoszone przez zespół prowadzący eksperyment. Pionowa czarna linia oznacza zalecaną wartość stałej Plancka w oparciu o dostosowanie stałych według Komitetu ds. Danych Naukowych i Technologicznych (CODATA, 2014) [10]. Szara strefa wokół czarnej linii pokazuje standardową niepewność związaną z zalecaną wartością. Z wykresu można zaobserwować, że z upływem lat maleje niepewność pomiaru.

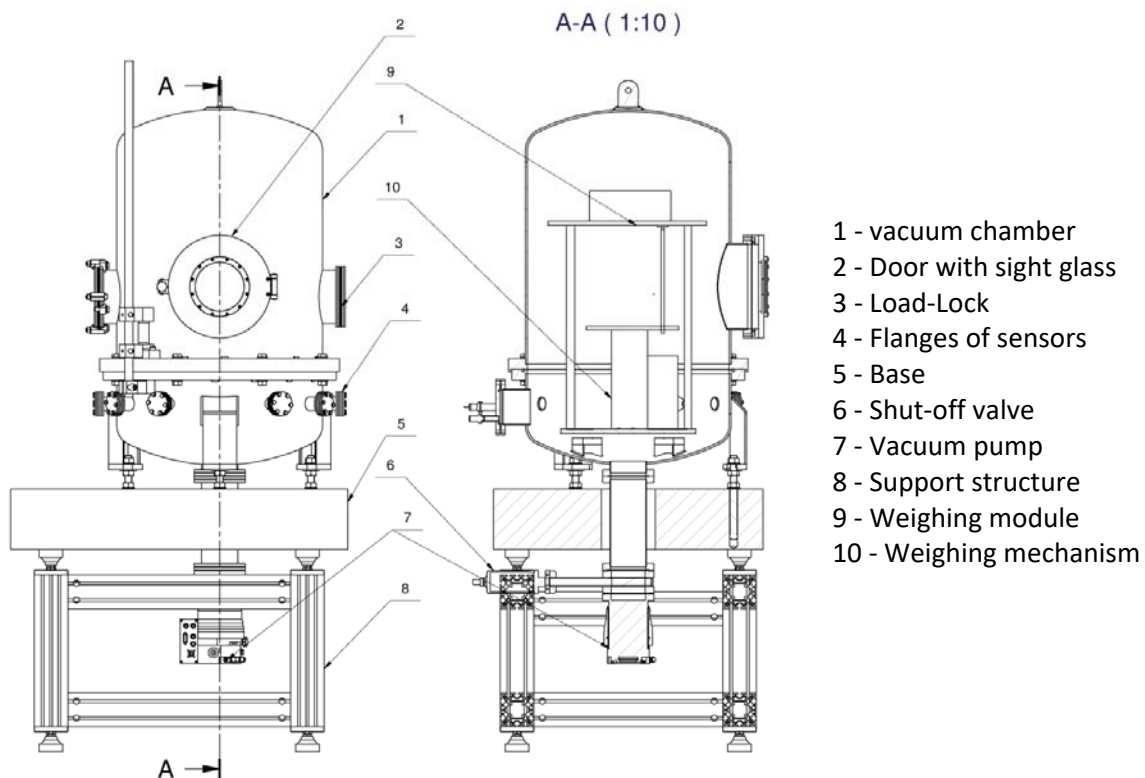
### CODATA - Committee on Data for Science and Technology.

CODATA zajmuje się wszystkimi typami danych ilościowych, uzyskiwanych w wyniku eksperymentalnych pomiarów i obserwacji w naukach fizycznych, chemicznych, biologicznych, geologicznych i astronomicznych. Szczególną uwagę zwraca się przy tym na problem zarządzania danymi, wspólnymi dla różnych dyscyplin, a także na dane wykorzystywane w innych dziedzinach niż te, w których były one generowane. Podstawowym celem działań podejmowanych przez CODATA jest doskonalenie jakości danych i dostępności do nich. CODATA zajmuje się także metodami, przy pomocy których dane są pozyskiwane, zarządzane i analizowane.

Zwiększeniu niepewności pomiaru w wyniku nowej definicji kilograma można przeciwdziałać. Jednym ze sposobów jest zmniejszenie niepewności innych urządzeń (komparatorów masy) stosowanych do przekazywania jednostki. Najprostszym rozwiązaniem jest wymiana komparatorów masy na takie, które posiadają 10 krotnie mniejszą działkę odczytową ( $0,1\mu\text{g}$ ) niż obecnie stosowane ( $1\mu\text{g}$ ). Poza zmniejszeniem działki elementarnej zaleca się użytkować komparatory w komorze pozwalającej na wtłoczenie gazu szlachetnego jak i osiągnięcie próżni na poziomie  $10^{-6}$  mbara. Takie rozwiązanie (pomiar w próżni) eliminuje składową niepewności pomiaru związaną z wyporem powietrza.

$$u(\rho_a) = \frac{0,12}{\sqrt{3}} [\text{kgm}^{-3}]$$

Nieistotny jest również wpływ zmian wilgotności powietrza na ważony obiekt. Niestety gdy eliminujemy jedne składowe błędy pomiaru poprzez testy w próżni pojawia się nowa składowa a dokładnie desorpcja pary wodnej z powierzchni wzorca. Trwają nadal badania zmierzające do wyznaczenia tej wielkości. Powyższe rozwiązania dotyczą oczywiście procesu komparacji wzorców najwyższych klas dokładności. Dla typowych komparacji w klasie  $F_2$  nie mają one znaczenia.



Rysunek 18. Przykład komparatora próżniowego produkcji RADWAG

Radwag jest w trakcie opracowania i wykonania komparatora próżniowego. Jego wizerunek przedstawiono powyżej.

## 10. Dobór odpowiedniego komparatora do dokładności wzorców masy i odważników

Określenie minimalnych wymagań dla komparatorów masy stosowanych do wzorcowania wzorców masy i odważników wymaga:

- informacji dotyczących charakterystyk metrologicznych komparatora,
- znajomości zaleceń OIML R111-1,
- obliczeń symulacyjnych w zakresie niepewności pomiaru wzorcowania

W przypadku, gdy takie informacje są niedostępne lub wymagają weryfikacji (proces kwalifikacji), parametry komparatora można wyznaczyć doświadczalnie. Ten proces jest częścią kwalifikacji, która jest realizowana zawsze w czasie instalacji komparatora w miejscu użytkowania. Takie działania prowadzi również Radwag.

### 10.1. Podstawowe charakterystyki metrologiczne komparatorów

Charakterystykę metrologiczną komparatora masy stanowią poniższe parametry:

- działka elementarna  $d$ ,
- maksymalne obciążenie Max (maksymalna masa jaka może być wzorcowana)
- zakres równoważenia elektrycznego
- odchylenie standardowe serii ABBA lub ABA, odchylenie standardowe wyznaczone dla wyników wyznaczonych różnic cykli ważeń ABBA lub ABA dla określonej liczby serii.
- odchylenie standardowe  $s$  charakteryzujący rozrzut wyników serii  $n$  pomiarów tej samej wielkości mierzonej

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

gdzie:  $x_i$  - wyniki  $i$ -tego pomiaru  
 $\bar{x}$  - średnia arytmetyczna  $n$  wyników

przy zachowaniu warunków:

- stałe (w granicach dopuszczalnych zmian) warunki środowiskowe
- ta sama procedura pomiarowa i ten sam wykonawca
- ten sam wzorzec odniesienia,
- krótki okres czasu.

Poniżej przedstawiono przykładową kalkulację dla powtarzalności komparatora WAY 5.4Y.KO

- maksymalne obciążenie Max 5 kg,
- działka elementarna  $d = 0,1$  mg,
- wzorcowanie wzorców 1 kg, 2 kg i 5 kg



Wykonano 6 serii pomiarów ABBA dla obciążenia 1 kg stosując dwa wzorce masy kontrolny (A) oraz badany (B).

Lp.	A - kontrolny	B - badany	B - badany	A - kontrolny
	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000	1,0001	0,9998	-0,0003
2	-0,0003	0,9999	0,9999	-0,0004
3	-0,0006	0,9995	0,9996	-0,0005
4	-0,0004	0,9998	0,9996	-0,0004
5	-0,0002	1,0000	0,9999	-0,0002
6	-0,0005	0,9997	0,9999	-0,0005

Następnie obliczono różnice pomiędzy wzorcem badanym i kontrolnym dla poszczególnych serii dla średnich wskaźń  $B$  i  $A$

Lp.	$r_i = \bar{B}_i - \bar{A}_i$
1	1,00010
2	1,00025
3	1,00010
4	1,00010
5	1,00015
6	1,00030

Obliczono wartość średnią  $r_i$  wg zależności:

$$\bar{r} = \frac{1}{6} \times \sum_{i=1}^6 r_i$$

Otrzymano wynik 1,000167 g. Obliczono odchylenie standardowe dla 6-ciu różnic  $r_i$  wg zależności:

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (r_i - \bar{r})^2}{5}}$$

Otrzymano wynik  $s = 0,09$  mg, który jest miarą parametru powtarzalności komparatora.

Na podstawie symulacji wykonanych przez RADWAG dla różnych typów komparatorów oszacowano minimalne wymagania w zależności od wzorcowanych wzorców masy. Zawiera je tabela 4.

Obciążenie	Klasa odważnika / wzorca					
	E1	E2	F1	F2	M1	M2
1mg	$d = 0,0001\text{mg}$ $s = 0,0003\text{mg}$	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,018\text{mg}$	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,004\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,02\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,2\text{mg}$	
2mg						
5mg						
10mg		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0036\text{mg}$	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,006\text{mg}$			
20mg						
50mg		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0044\text{mg}$	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,008\text{mg}$			
100mg		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0052\text{mg}$				
200mg	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,003\text{mg}$	$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0069\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$ $S = 0,02\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,04\text{mg}$		$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$
500mg		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0086\text{mg}$				
1g		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0105\text{mg}$				
2g		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0130\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,04\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,1\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,4\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 2\text{mg}$
5g		$d = 0,001\text{mg}$ $s = 0,0165\text{mg}$				
10g		$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,021\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,1\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,2\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 10\text{mg}$
20g		$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,024\text{mg}$				
50g	$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,040\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,1\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 100\text{mg}$ $s = 100\text{mg}$	
100g	$d = 0,01\text{mg}$ $s = 0,080\text{mg}$					
200g	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,07\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,03\text{mg}$	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,2\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 10\text{mg}$
500g	$d = 0,1\text{mg}$ $s = 0,1\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $S = 1\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 10\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 20\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 20\text{mg}$	$d = 100\text{mg}$ $s = 200\text{mg}$
1kg		$d = 1\text{mg}$ $S = 1\text{mg}$				
2kg	$d = 1\text{mg}$ $s = 0,8\text{mg}$	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 10\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 20\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 20\text{mg}$	$d = 100\text{mg}$ $s = 100\text{mg}$
5kg	$d = 1\text{mg}$ $s = 1\text{mg}$	$d = 2\text{mg}$ $s = 6\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 10\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 30\text{mg}$	$d = 10\text{mg}$ $s = 30\text{mg}$	$d = 100\text{mg}$ $s = 200\text{mg}$
10kg	$d = 1\text{mg}$ $s = 4\text{mg}$					
20kg						

$d$  – działka elementarna komparatora/wagi

$S$  – odchylenie standardowe wyznaczone z serii 6 powtórzeń ABBA

Tabela 4. Minimalne wymagania dla komparatorów masy

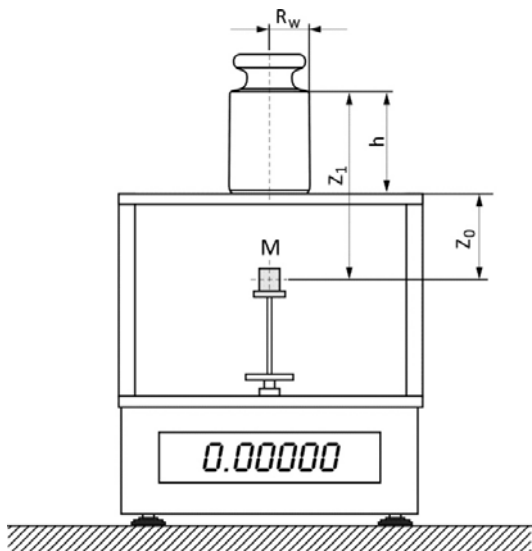
## 11. Susceptometr - pomiar magnetyzmu odważników

Prof. dr hab. Tadeusz Szumiata, profesor nadzwyczajny na Wydziale Mechanicznym Uniwersytetu Technologiczno-Humanistycznego w Radomiu

Magnetyzm materiałów używanych do wytwarzania wzorców masy i odważników kalibracyjnych jest często zaniechanym czynnikiem. Może on być źródłem błędów podczas procedury komparacji czy adjustacji, zwłaszcza w przypadku ultra-mikrowag i komparatorów masy. Niezerowa podatność magnetyczna, jak i pozostałość polaryzacji magnetycznej (remanencja) odważnika powodują pojawienie się dodatkowej siły w zewnętrznym polu magnetycznym otoczenia (wytwarzanym naturalnie przez Ziemię, a także przez ferromagnetyczne elementy budynków i samej wagi).

Kluczową kwestią jest zminimalizowanie wpływu wszelkich efektów magnetycznych na precyzję pomiaru. Jednym ze sposobów osiągnięcia tego celu jest redukcja natężenia zewnętrznego pola magnetycznego przez odpowiedni dobór usytuowania wagi (komparatora) lub ewentualnie zastosowanie ekranowania magnetycznego. W praktyce jednak lepiej jest zadbać o właściwy wybór materiału do wykonania odważników. Powinien się on charakteryzować jak najmniejszą podatnością (przenikalnością) magnetyczną i remanencją magnetyczną. Właściwości te mogą jednak zmieniać się niekorzystnie podczas procesu obróbki mechanicznej. Z tego powodu istotna jest kontrola ostateczna parametrów magnetycznych odważnika.

Do pomiarów podatności magnetycznej oraz remanencyjnej polaryzacji magnetycznej odważników Radwag wykonał magnetometr (susceptometr) zgodnie z punktem B.6.4 normy OIML R 111-1 opublikowanej w 2004 r. przez *Organisation Internationale de Métrologie Légale* (Międzynarodową Organizację Metrologii Prawnej). Norma ta zarówno sugeruje konstrukcję urządzenia, jak i opisuje metodę pomiaru wraz z procedurą obliczania parametrów magnetycznych. Projekt przyjęty w normie opracowany został przez Davisa [3,4] w *Bureau International des Poids et Mesures* BIPM (Międzynarodowym Biurze Wag i Miar) w Sèvres na początku lat 90-tych XX w., a następnie rozwijany i udoskonalany przez grupę Pan, Lu i Changa [9,16]. Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rysunku 19. Układ składa się z magnesu stałego i cokołu (na szalce wagi) oraz blatu o regulowanej wysokości, na którym umieszcza się badane odważniki.



Rysunek 19. Schemat susceptometru

$h$  – wysokość odważnika

$Z_1$  – odległość od wierzchołka odważnika do połowy wysokości magnesu

$Z_0$  – odległość od połowy wysokości magnesu do podstawy odważnika

$R_w$  – promień odważnika

$M$  - magnes

Magnes stały w układzie susceptometru jest źródłem pola magnetycznego, w którym znajdują się badane odważniki. Ze względu na niewielkie rozmiary magnes może być traktowany jak punktowy dipol magnetyczny, dla którego natężenie pola magnetycznego  $H$  na osi pionowej u podstawy odważnika może być obliczone z prostej formuły:

$$H = \frac{m_d}{2 \cdot \pi \cdot Z_0^3} ,$$

gdzie:  $m_d$  – to magnetyczny moment dipolowy magnesu (mierzony w  $A \cdot m^2$ ),

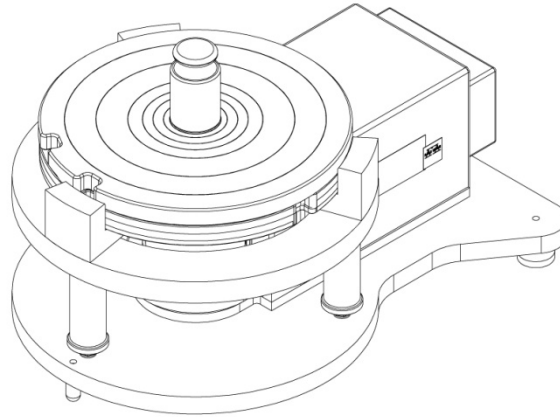
$Z_0$  – odległość od połowy wysokości magnesu do podstawy odważnika.

Zgodnie z normą OIML R 111-1 pkt. B.6.4 typowe wartości natężenia pola magnetycznego  $H$  nie powinny przekraczać 2000 A/m, w celu uniknięcia wygenerowania dodatkowego, remanencyjnego namagnesowania w odważniku, które nie zanika po wyjęciu obiektu z obszaru pola. Natężenie pola  $H$  jest regulowane poprzez zmianę odległości. Odważnik umieszczony w polu magnetycznym magnesu ulega namagnesowaniu, którego wartość  $M$  (mierzona w A/m) wynosi:

$$M = \chi \cdot H$$

Jest ona wprost proporcjonalna do natężenia pola magnetycznego  $H$  w zakresie słabych pól. Współczynnik proporcjonalności  $\chi$  to podatność magnetyczna materiału odważnika, której wartość dla słabego ferromagnetyka lub paramagnetyka jest tylko nieznacznie większa od zera. Oznacza to, że, stowarzyszona z podatnością wielkość  $\mu_r = 1 + \chi$ , zwana względną przenikalnością magnetyczną ośrodka, jest w takim przypadku niewiele większa od jedności.

Namagnesowany odważnik w polu magnetycznym sam staje się źródłem wtórnego pola magnetycznego, które jest źródłem siły działającej na magnes znajdujący się wraz z cokołem na szalce susceptometru. Zatem zmiany wskazań wagi stanowią reakcję na stan namagnesowania odważnika i są tym większe, im większa jest podatność magnetyczna  $\chi$  odważnika. Siła działająca na magnes, traktowany jako punktowy dipol magnetyczny, jest w rzeczywistości proporcjonalna do gradientu niejednorodnego pola magnetycznego, wytwarzanego przez odważnik.



Rysunek 19-1. Susceptometr – widok ogólny

Sam odważnik w pierwszym przybliżeniu również może być uznany za punktowy dipol magnetyczny, dzięki czemu obliczenia reakcji odważnika na pole magnesu oraz wtórnego pola pochodzącego od odważnika znacznie się upraszczają. Jednakże norma OIML R 111-1 pkt. B.6.4 uznaje takie uproszczenie za zbyt daleko idące i zaleca stosowanie geometrycznych współczynników korygujących, które zależą od wysokości i promienia odważników.

Zgodnie z podaną normą, procedura wyznaczania podatności magnetycznej  $\chi$  odważnika wymaga dwukrotnego odczytu wskazania wagi, dla dwóch przeciwnych ustawień biegunowości magnesu oraz ich uśrednienia. Dzięki temu skompensowany zostaje efekt ewentualnego stałego namagnesowania remanencyjnego odważnika. Właśnie różnica wspomnianych dwóch wskazań wagi niesie informację o remanencji magnetycznej odważnika, której polaryzacja (mierzona w teslach) oznaczana jest w normie symbolami  $\mu_0 M_z$ .

Należy podkreślić, że metoda wyznaczania polaryzacji remanencyjnego namagnesowania odważnika przy pomocy susceptometru wymaga znajomości natężenia składowej pionowej lokalnego pola magnetycznego. W tym celu konieczne jest posiadanie miernika natężenia pola magnetycznego o zakresie około 100 A/m (co w przybliżeniu odpowiada zakresowi 100  $\mu$ T indukcji pola magnetycznego). Używanie takiego miernika jest zalecane nie tylko podczas badań właściwości magnetycznych odważników, ale również podczas ich używania w procedurze kalibracyjnej. Dzięki temu uzyskuje się informację czy zewnętrzne pole magnetyczne jest dostatecznie słabe, by móc zaniedbać jego działanie na odważniki o danej podatności magnetycznej  $\chi$ , która wyznaczona była uprzednio za pomocą susceptometru.

Podpunkt B.6.4.7 normy OIML R 111-1 podaje oszacowanie niepewności pomiarowej wyznaczania podatności magnetycznej metodą susceptometru wagowego. Dla dużych odważników typową wartością całkowitego błędu względnego jest 10 %, a dla mniejszych odważników – około 20 % [11,12,2]. Zatem, proponowana w normie metoda susceptometryczna nie oferuje metrologicznej precyzji wyznaczania magnetycznych właściwości materiałowych, ale jest praktyczna i wystarczająco dokładna do przewidywania poprawek magnetycznych w procesie ważenia.

Zasadniczymi źródłami niepewności pomiarowej są:

- niedokładności w ustaleniu faktycznej odległości podstawy odważnika od środka magnesu,
- niecentryczność ustawienia odważnika oraz niecylicydrzność kształtu odważnika,
- przestrzenna i czasowa zmienność zewnętrznego pola magnetycznego oraz
- jego niejednorodność.

Istotnym elementem określania budżetu niepewności pomiarowych docelowej procedury kalibracji wag przy użyciu odważników jest posiadanie rzetelnej informacji na temat ich parametrów magnetycznych (podatności i remanencji) oraz parametrów zewnętrznego pola magnetycznego. Powołując się na artykuł [13] opublikowany w biuletynie *Organisation Internationale de Métrologie Légale* (Międzynarodową Organizację Metrologii Prawnej) można obliczyć dodatkową siłę pionową działającą na odważnik w polu magnetycznym, wg. następującej formuły (traktując odważnik jako punktowy dipol magnetyczny):

$$F_Z = \chi \cdot \mu_0 \cdot V_w \cdot H \cdot \frac{\partial H}{\partial Z} + V_w \cdot \mu_0 M_z \cdot \frac{\partial H}{\partial Z},$$

gdzie  $V_w$  – objętość odważnika,  
 $\chi$  – współczynnik proporcjonalności  
 $\mu_0$  – przenikalność magnetyczna  
 $H$  – natężenie pola magnetycznego  
 $\mu_0 M_z$  – remanencja magnetyczna odważnika  
 $\partial H / \partial Z$  – gradient pionowy zewnętrznego pola magnetycznego.

Przykładowo dla odważników klasy  $F_2$  dopuszczalne wartości podatności magnetycznej i stałej, remanencyjnej polaryzacji magnetycznej wynoszą odpowiednio:  $\chi = 0.05$  i  $\mu_0 M_z = 6 \mu\text{T}$  [9]. Załóżmy, że parametry otaczającego pola magnetycznego przyjmują następujące, typowe wartości:  $H = 100 \text{ A/m}$ ,  $\partial H / \partial Z = 5000 \text{ A/m}^2$ . Wówczas dla stalowego odważnika o masie  $m_w = 100 \text{ g}$  i objętości  $V_w \approx 12 \text{ cm}^3$  dodatkowa, pionowa siła magnetyczna będzie wynosić  $F_Z \approx 0.77 \mu\text{N}$ .

Zatem wskazanie wagi lub komparatora zmieni się o  $\Delta m = F_Z / g \approx 79 \mu\text{g}$  (gdzie  $g \approx 9.81 \text{ m/s}^2$  – lokalne przyśpieszenie ziemskie), co oznacza błąd względny o wartości  $\Delta m / m_w \approx 7.9 \cdot 10^{-7}$ . Zatem skoro produkowane przez firmę RADWAG manualne i automatyczne komparatory o maksymalnym obciążeniu 100 g (WAY 100.4Y.KO i UMA 100) oferują rozdzielczość odczytu rzędu 1  $\mu\text{g}$ , to żeby nie popełnić znacznie większego błędu systematycznego, konieczne staje się uwzględnienie poprawki związanej z oddziaływaniem magnetycznym.

## **12. Wpływ automatyzacji procesu wzorcowania na dokładność pomiarów**

Automatyzacja procesów pomiarowych w laboratoriach staje się coraz bardziej powszechna jak również z metrologicznego punktu widzenia, coraz bardziej niezbędna. Analizując wyniki badań, jakie były i są przeprowadzane w Laboratoriach RADWAG można zauważyć, że wartość parametru powtarzalności komparatorów, które wyrażane jest odchyleniem standardowym jest znacząco mniejsze dla komparatorów automatycznych. Wynika to z faktu, że komparatory automatyczne posiadają odpowiednio zoptymalizowaną konstrukcję oraz odpowiedni algorytm układu pomiarowego. Zapewnia on praktycznie jednakowe czasy pomiaru między postawieniami.

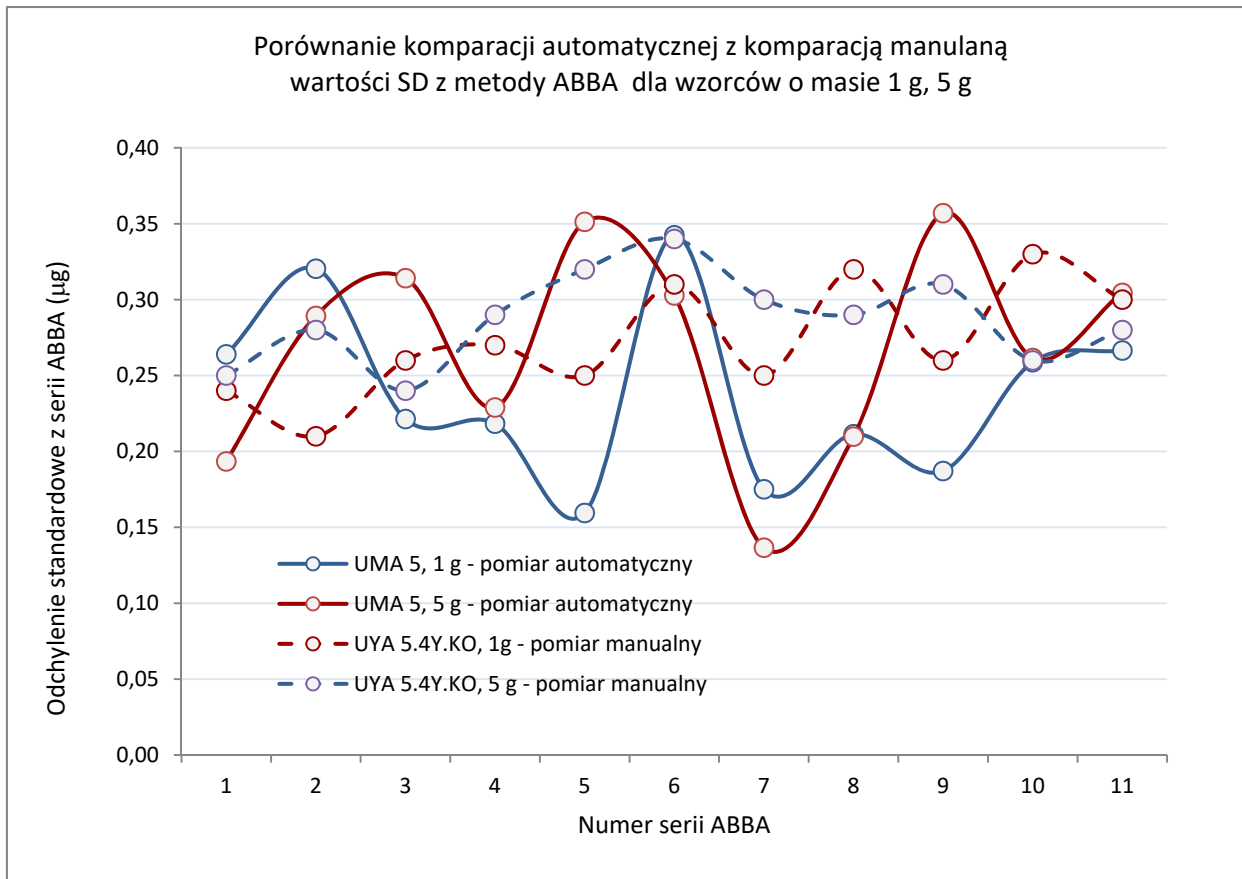
Zastosowanie tych samych parametrów dla komparatorów manualnych jest możliwe. Obserwacje w użytkowaniu dowodzą, że zmniejszenie dokładności (pogorszenie parametru powtarzalności) jest powodowane wpływem czynnika ludzkiego. Celem wykazania różnic jakie zachodzą między komparacją automatyczną a manualną wykonano badania porównawcze. W badaniach użyto komparatory manualne oraz automatyczne o takich samych lub podobnych działkach elementarnych.

Dla każdego badania zastosowano taką samą metodykę testu:

1. Metoda ABBA
2. Ilość powtórzeń w pojedynczym cyklu ABBA = 10
3. Ilość cykli ABBA w całym badaniu = 10

Porównanie dokładności komparacji automatycznej oraz manualnej

**Masa wzorca 1 g oraz 5 g**  
Komparator UYA.4Y. KO oraz UMA 5

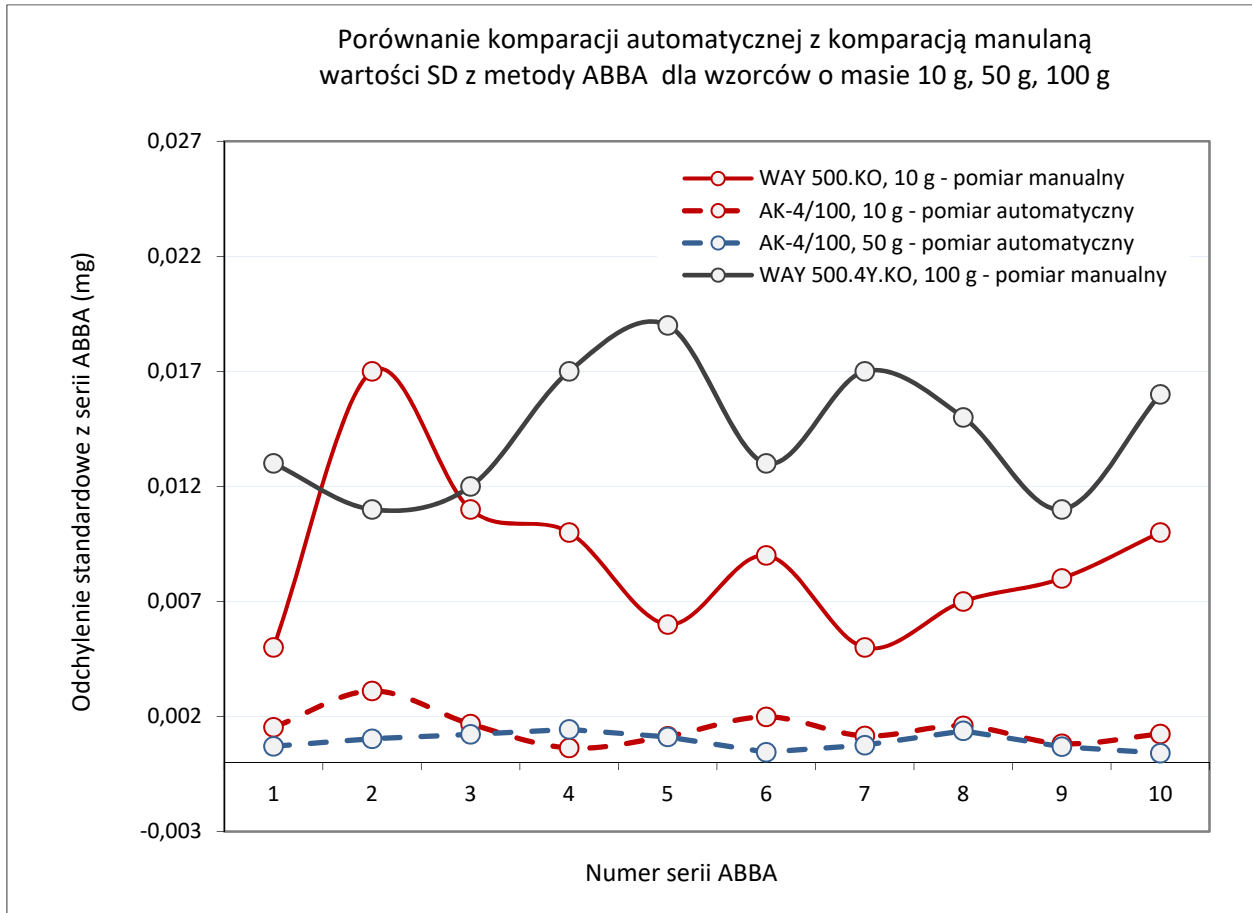


Typ komparatora	UMA 5		UYA 5.4Y.KO	
Rodzaj komparacji	Komparacja automatyczna		Komparacja manualna	
Masa wzorca	1 g	5 g	1 g	5 g
<b>Mediana (SD)</b>	0,2 µg	0,3 µg	0,3	0,3

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że nie występuje istotna statystycznie różnica dotycząca odchylenia standardowego w cyklach ABBA dla komparacji automatycznej i manualnej. Jednakże zasadnicze korzyści w kontekście zastosowania automatyzacji dotyczą czasu badania oraz pracochołności. Czas trwania testów manualnych to około kilkadziesiąt godzin. Testy automatyczne wykonano w czasie około 9 godzin. Otrzymywanie poprawnych wyników dla komparacji manualnej jest zależne od umiejętności operatora. Dotyczą one powtarzalnego umieszczania wzorca na szalce bez uderzeń. Spory wpływ na wynik końcowy ma również dynamika zmian warunków środowiskowych.



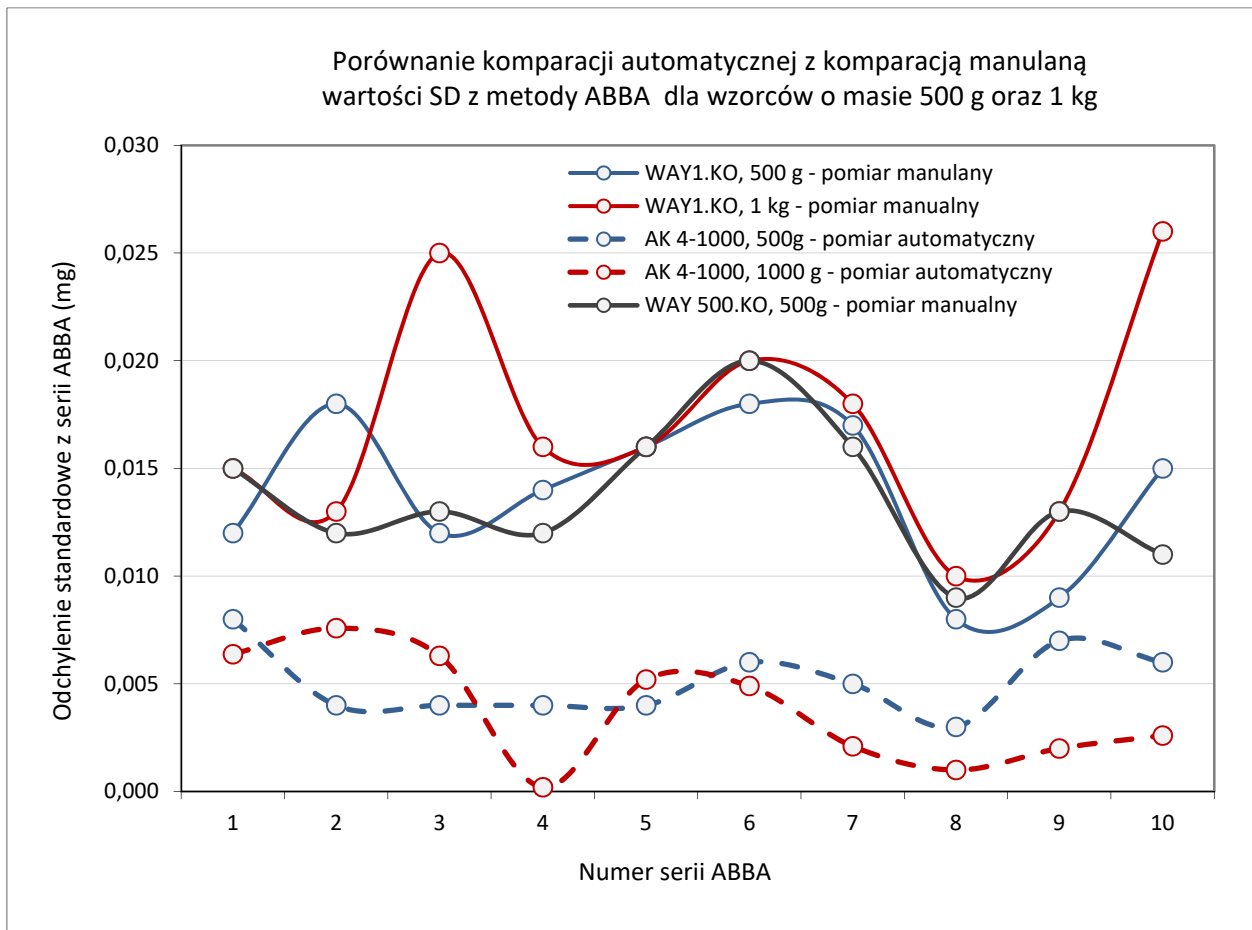
Porównanie dokładności komparacji automatycznej oraz manualnej  
**Masa wzorca 10 g, 50 g, oraz 100 g**  
 Komparator WAY 500.KO i AK 4-100



Typ komparatora	WAY 500.4Y.KO				AK-4/100	
Rodzaj komparacji	Komparacja manualna				Komparacja automatyczna	
Masa wzorca	10 g	100 g	200 g	500 g	50 g	10 g
<b>Mediana (SD)</b>	0,009	0,014	0,011	0,013	0,001	0,0014

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że dla komparacji automatycznej uzyskuje się odchylenie standardowe mniejsze niż w przypadku komparacji manualnej. Wartość odchylenia standardowego jest odważnika o masie 10 g 6 – krotnie mniejsza. Dla odważników o innych nominałach można oczekiwać zmniejszenia wartości SD nawet o rząd wielkości.

Porównanie dokładności komparacji automatycznej oraz manualnej  
**Masa wzorca 500 g oraz 1000 g**  
 Komparator WAY 1.KO oraz WAY 500.KO i AK 4-1000



Typ komparatora	WAY 1.4Y.KO		WAY 500.4Y.KO	AK-4/1000	
Rodzaj komparacji	Komparacja manualna			Komparacja automatyczna	
Masa wzorca	500 g	1 kg	500 g	1kg	500 g
<b>Mediana (SD)</b>	0,015	0,016	0,013	0,004	0,005

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że dla komparacji automatycznej uzyskuje się odchylenie standardowe mniejsze niż w przypadku komparacji manualnej. Wartość odchylenia standardowego jest:

- a. 3 – krotnie mniejsza, dla komparacji masy 500 g
- b. 4 – krotnie mniejsza, dla komparacji masy 1000 g

### 13. Normatywne warunki pracy dla procesów komparacji

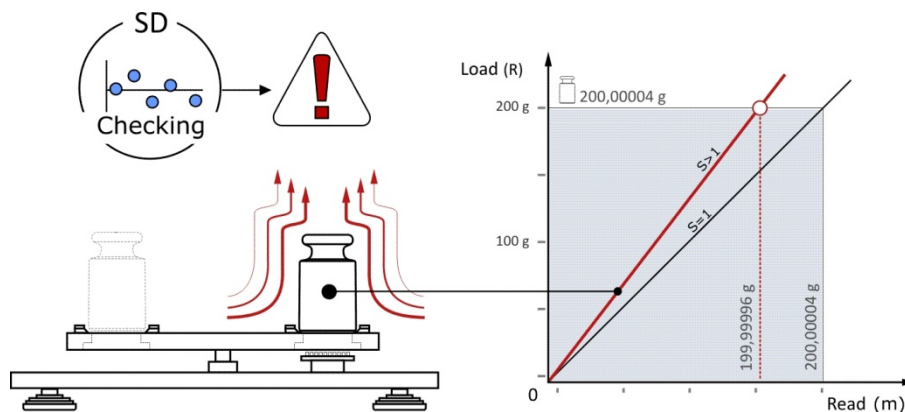
Normatywne warunki pracy dotyczące procesów komparacji zdefiniowane są w dokumencie OIML R 111-1. Określają one maksymalne dopuszczalne wartości dla zmian temperatury i zmian wilgotności w zależności od klasy wzorcowanych wzorców masy i/lub odważników. Ich zestawienie pokazano poniżej.

Tabela xxxxx Warunki środowiskowe podczas wzorcowania odważników (wartości rekomendowane)

Klasa odważnika	Zmiana temperatury podczas wzorcowania	
	w czasie 1 godziny	w czasie 12 godzin
E1	$\pm 0,3 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$
E2	$\pm 0,7 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 1,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$
F1	$\pm 1,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 2,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$
F2	$\pm 2,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 3,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$
M1	$\pm 3,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 5,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Klasa odważnika	Zmiana wilgotności podczas wzorcowania	
	zakres wilgotności	max. na 4 godziny
E1	od 40 % do 60 %	$\pm 5 \%$
E2		$\pm 10 \%$
F		$\pm 15 \%$

Podane powyżej wartości dotyczą parametrów powietrza w laboratorium. Innym aspektem dość istotnym jest temperatura odważników, które muszą być stabilizowane termicznie. Okres stabilizacji jest zależny od klasy oraz nominału odważnika. Różnica między temperaturą powietrza a temperaturą badanego odważnika powinna być jak najmniejsza. Ma to na celu wyeliminowanie dryftów termicznych powietrza jakie zachodzą wówczas, gdy temperatura odważnika jest znacząco różna od temperatury powietrza.

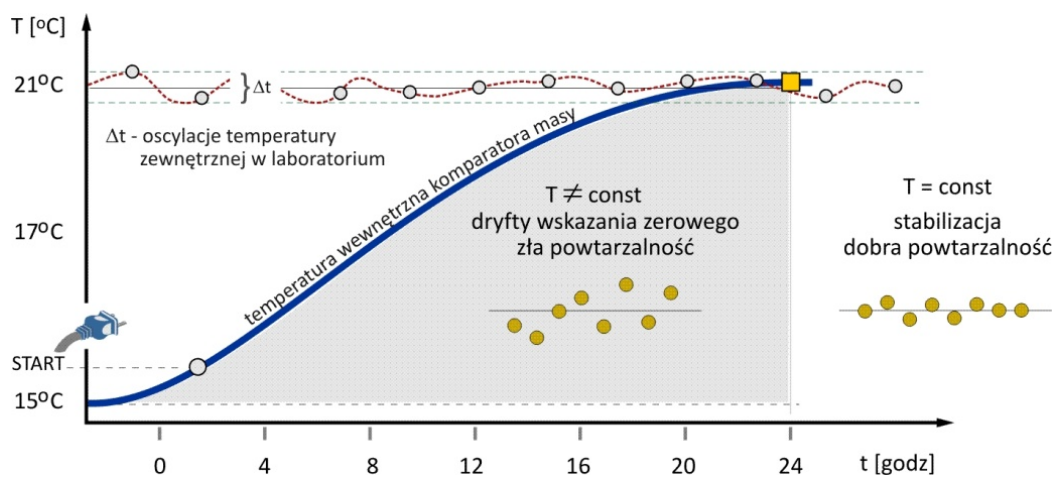


Rysunek 20. Temperatura wzorca w czasie komparacji. Opracowanie własne.

Na rysunku 20 pokazano schematycznie wpływ zbyt wysokiej temperatury odważnika (brak aklimatyzacji) na wynik komparacji.

Wyznaczone odchylenie standardowe w takim procesie będzie zbyt duże względem wartości oczekiwanej. Za ten stan odpowiadają wznoszące dryfty powietrza. Powoduje je zbyt wysoka temperatura powierzchni badanego odważnika względem temperatury powietrza. Prawdopodobnie wynik ważenia takiego odważnika będzie też nieco mniejszy względem jego wartości prawdziwej. Powyższe zjawiska będą widoczne tylko wówczas, gdy podczas komparacji wykorzystuje się urządzenia o bardzo małych działkach elementarnych a badanie obejmuje odważniki (wzorce) o dużych nominałach.

W procesie wzorcowania zasadniczym elementem jest komparator masy. Wymaga on również okresu stabilizacji termicznej. Po zainstalowaniu komparatora masy w miejscu jego pracy osiąga on pełną stabilizację elementów mechanicznych oraz elektronicznych po okresie 24 godzin. Jest to tzw. czas aklimatyzacji. Natomiast w czasie normalnego użytkowania należy przestrzegać zaleceń producenta dotyczących zakresu temperatur stosowania oraz dynamiki zmian czynników środowiskowych.



Rysunek 21. Czas aklimatyzacji komparatora masy. Opracowanie własne.

Na rysunku 21 przedstawiono schematycznie przebieg zjawisk jakie zachodzą w czasie aklimatyzacji komparatora masy. W pierwszym okresie tuż po załączeniu do sieci następuje proces w którym temperatura komparatora zwiększa się dość dynamicznie. Istotnym elementem jest różnica temperatur jaka występuje między urządzeniem a środowiskiem w którym ono się znajduje.

W tym okresie czasu wszelkie testy metrologiczne nie są obiektywne. Wynika to głównie ze zjawisk rozszerzalności liniowej elementów jakie zachodzą we wnętrzu komparatora masy. Zazwyczaj powodują one ciągłą zmianę wskazania zerowego. To zjawisko jest widoczne wówczas, gdy występuje dość znaczna różnica temperatur oraz komparator posiada odpowiednio małą wartość działki elementarnej. Dopiero po uzyskaniu pełnej stabilizacji (24 h) należy sprawdzać poprawność działania komparatora. Większość użytkowników postrzega ten problem w taki właśnie sposób. Symbolem  $\Delta t$  oznaczono naturalną oscylację temperatury pomieszczenia, która może wynikać z technicznych aspektów np. klimatyzacja.

Wielkość tych oscylacji jest bardzo ważnym czynnikiem, który może wpływać na powtarzalność wskazań podczas komparacji. Ocena tego parametru (oscylacji) powinna uwzględniać obserwację zmian termicznych zachodzących wewnątrz komparatora. Praktycznie w każdym komparatorze produkcji Radwag, taka obserwacja jest możliwa. Wykonuje się ją poprzez moduł warunków środowiskowych. Jego wskazania są widoczne w polu wyświetlacza głównego. Poza tym raport z wykonanej komparacji zawsze zawiera informację o temperaturze oraz wilgotności.

Analiza wpływu zmienności temperatury na metrologiczne możliwości komparatora powinna uwzględniać, że ma on kilka osłon mechanicznych. Znacznie zmniejszają one oddziaływanie termiczne środowiska na jego przetwornik pomiarowy. W rzeczywistości temperatura pracy powinna być stabilna z niewielkimi zmianami w zakresie około  $0,5^{\circ}\text{C}/12$  godzin względem wartości ustalonej. Te wymagania zależą oczywiście od typu komparatora, jego działki elementarnej oraz klasy dokładności odważników, które są komparowane.

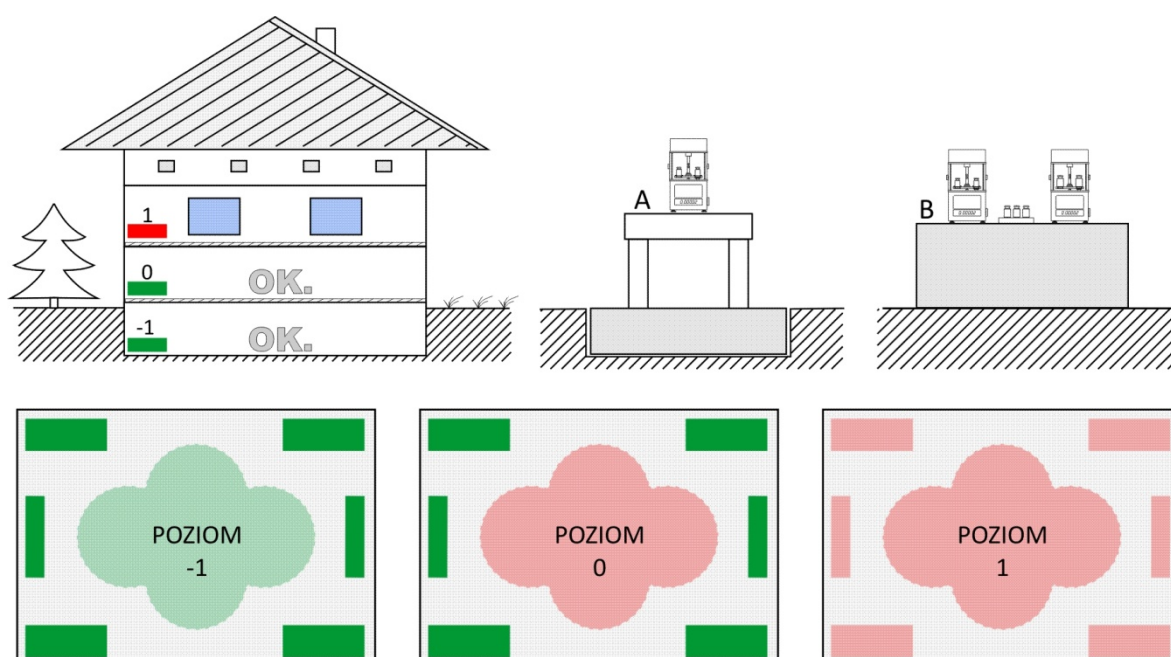
## **14. Warunki środowiskowe i lokalowe dla komparatorów masy**

Proces komparacji jak wspomniano wcześniej polega na porównaniu różnicy mas dwóch odważników (wzorców masy). Miarą dokładności tak wykonanej procedury jest niepewność całego procesu, która jest zależna w znacznej mierze od warunków środowiskowych. Tu trzeba zauważyć, że warunki realizacji komparacji mają wpływ na ważone obiekty oraz na zdolność komparatora do realizacji powtarzalnych pomiarów. W aktach normatywnych (OIML R 111-1) podano zakres wymaganej temperatury oraz wilgotności, który powinien być przyjęty jako wymaganie minimalne. Z oczywistych względów wymagania z OIML R 111-1 nie opisują zależności jaka zachodzi między warunkami środowiskowymi a powtarzalnością komparatora. Obiektywna ocena nie jest możliwa, choćby ze względu na dość zróżnicowane konstrukcje mechaniczno – elektryczne. Poza tym akty normatywne nie uwzględniają takich czynników jak nadmierny ruch powietrza oraz drgania. Zakładają że ich wpływ na niepewność całego procesu jest pomijalnie mały. Z drugiej strony techniczne aspekty laboratorium powinny być tak zorganizowane, że ograniczają oddziaływanie tych czynników do minimum. Pomimo tego specyfika procesu komparacji wymaga uwzględnienia również tych czynników lub przynajmniej próby oszacowania ich wpływu na realizowany proces. Poniżej przedstawiona jest analiza wszystkich czynników środowiskowych w kontekście komparatora masy. Jak wiadomo największy udział w budżecie niepewności ma pomiar masy, tak więc poniższe informacje mają znaczenie praktyczne.

## 14.1. Optymalne miejsce instalacji komparatora

Miejsce instalacji komparatora powinno się cechować stabilnością warunków zewnętrznych. W przypadku temperatury oraz wilgotności czy ruchu powietrza, można poprzez własne działania zminimalizować wpływ tych czynników na proces ważenia. Pozostaje jednakże jeden z ważniejszych elementów jakim są drgania podłoża. Z praktyki wiadomo, że użytkowanie wag czy komparatorów o dużych rozdzielczościach w miejscu gdzie występują drgania jest niemożliwe. Stąd w większości przypadków zaleca się użytkowanie tych urządzeń na poziomie zero lub -1 (poniżej poziomu gruntu).

Najlepszym rozwiązaniem jest umieszczenie komparatora na specjalnej konsoli antywibracyjnej lub betonowym postumencie (rysunek 22, szczegół oznaczony jako A i B). Przyjmuje się, że im większa masa tego postumentu tym lepsze tłumienie ewentualnych drgań podłoża. Takie miejsce pełni również rolę stabilizatora termicznego, który skutecznie ogranicza zmiany temperaturowe. Należy unikać miejsc pośrodku pokoju, ale raczej sytuować stanowiska wagowe w pobliżu ścian. Dotyczy to zwłaszcza laboratoriów zlokalizowanych na wyższych kondygnacjach. W tych miejscach można się spodziewać ugięć, wibracji, odkształceń będących efektem pracy stropu pomieszczenia. Oczywiście miejsce pracy nie powinno znajdować się w pobliżu drzwi przejść lub innych miejsc komunikacyjnych. Przedstawione zalecenia mają charakter ogólny. Są prawdziwe dla bardzo dokładnych komparatorów masy. W rzeczywistości zakres wykorzystywanych komparatorów masy a w zasadzie ich pobudliwość, działka elementarna decyduje o ich optymalnym miejscu instalacji.



Rysunek 22. Optymalna lokalizacja komparatora masy. Opracowanie własne.

Na rysunku 22 pokazano zasady jakimi należy się kierować wybierając miejsce instalacji komparatora. Najlepszym rozwiązaniem jest miejsce poniżej poziomu gruntu. Unika się tu potencjalnych drgań konstrukcji budynku. Samo miejsce postawienia komparatora powinno być wyizolowane od podłoża, tak jak pokazano na rysunku (szczegół A).

Innym akceptowanym rozwiązaniem (tańszym) jest umieszczenie komparatora na betonowym postumencie o znacznej masie. Podczas komparacji na wyższych piętrach budynku wyniki mogą odbiegać od wartości referencyjnych. Może to być efektem swobodnych drgań budynku, które przenoszą się na urządzenia pomiarowe. Oczywiście każdy przypadek jest indywidualny, więc wymaga nieco innego podejścia w czasie uruchomienia i testów początkowych.

Powierzchnia (a w zasadzie kubatura) pomieszczenia laboratoryjnego, w którym instalowane są komparatory, powinna być projektowana w taki sposób, aby minimalizować skutki wpływu czynników środowiskowych. Rozpatrując pomieszczenie laboratorium wyposażone w jeden komparator, wykorzystując doświadczenia Laboratoriów RADWAG można przyjąć poniższe wytyczne:

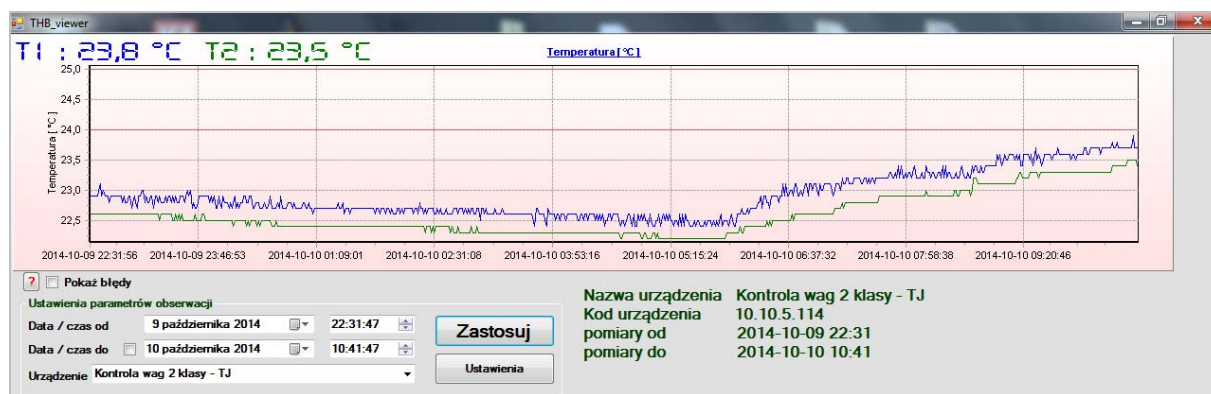
- pomieszczenie laboratorium powinno mieć minimalne wymiary 3 m x 2,5 m (ok. 7,5 m<sup>2</sup>),
- w pomieszczeniu stale może przebywać nie więcej niż 1 osoba na 8 m<sup>2</sup> powierzchni,
- odległość od okien i drzwi do usytuowania komparatora powinna wynosić minimum 1 m,
- blat (stołu laboratoryjnego, na którym jest zainstalowany komparator, nie może być połączony ze ścianami,
- komparator powinien być zainstalowany na stabilnym stole pomiarowym wyposażonym w odpowiednio dobrany do wzorcowanych mas blat kamienny,
- pomieszczenie powinno być wolne od drgań, brak wyczuwalnych drgań podłoża,
- pomieszczenie powinno być wolne od wyczuwalnych podmuchów powietrza,
- pomieszczenie powinno nie posiadać okien, a jeśli jest wyposażone w okna, stół laboratoryjny powinien być usytuowany w taki sposób, aby uniemożliwić bezpośrednie padanie promieni słonecznych na komparator, w takim przypadku dodatkowo zaleca się również stosowanie rozwiązań zaciemniających okna,
- w otoczeniu komparatora nie powinny znajdować się urządzenia generujące ciepło, drgania, podmuchy powietrza oraz zakłócenia EMC,
- w przypadku konieczności zastosowania urządzeń klimatyzacyjnych nie jest zalecane stosowanie typowej klimatyzacji ściiennej,
- pomieszczenie powinno być usytuowane na najniższej kondygnacji - najlepiej w piwnicy lub na parterze.

## 14.2. Temperatura komparacji

Jak stwierdzono wcześniej stabilność temperatury definiuje się jako pewne niewielkie zmiany wartości mierzonej wokół wartości referencyjnej. Tym samym nie można mówić tylko o jednej wartości temperatury, raczej o jej zmianach w jednostce czasu. Na tym etapie nie rozważa się stabilności termicznej komparatora masy. Uznaje się, że ten warunek jest zachowany poprzez tzw. aklimatyzację. Wymagania dotyczące aklimatyzacji zazwyczaj zawiera dokumentacja komparatora, gdzie podano graniczne zmiany temperatury oraz przewidywane czasy stabilizacji.

Z tego jednoznacznie wynika, że nie każde miejsce instalacji będzie poprawne. O jego poprawności dla danego typu komparatora decydować będą okresowe zmiany temperatury pomieszczenia. Wymagany jest więc monitoring tego zjawiska. W większości laboratoriów, takie informacje są na ogół dostępne. Jak wspomniano w rozdziale poprzednim, istotną informacją jest temperaturowa stabilność wewnętrzna komparatora masy. W rozwiązaniach oferowanych przez Radwag Wagi Elektroniczne, komparatory masy posiadają moduł warunków środowiskowych. Rejestruje on w trybie ciągłym zmiany temperatury i wilgotności wewnątrz konstrukcji urządzenia. Po podłączeniu czujnika zewnętrznego monitoring dotyczyć będzie również warunków zewnętrznych. Jest to idealne rozwiązanie dzięki któremu uzyskuje się pełną informację o stanie termicznym środowiska oraz urządzenia, które w nim pracuje.

Temperaturę w procesie komparacji należy postrzegać również w kontekście pracy operatorów. Ich obecność może zwiększać temperaturę ośrodka, co pokazano na poniższym rysunku.



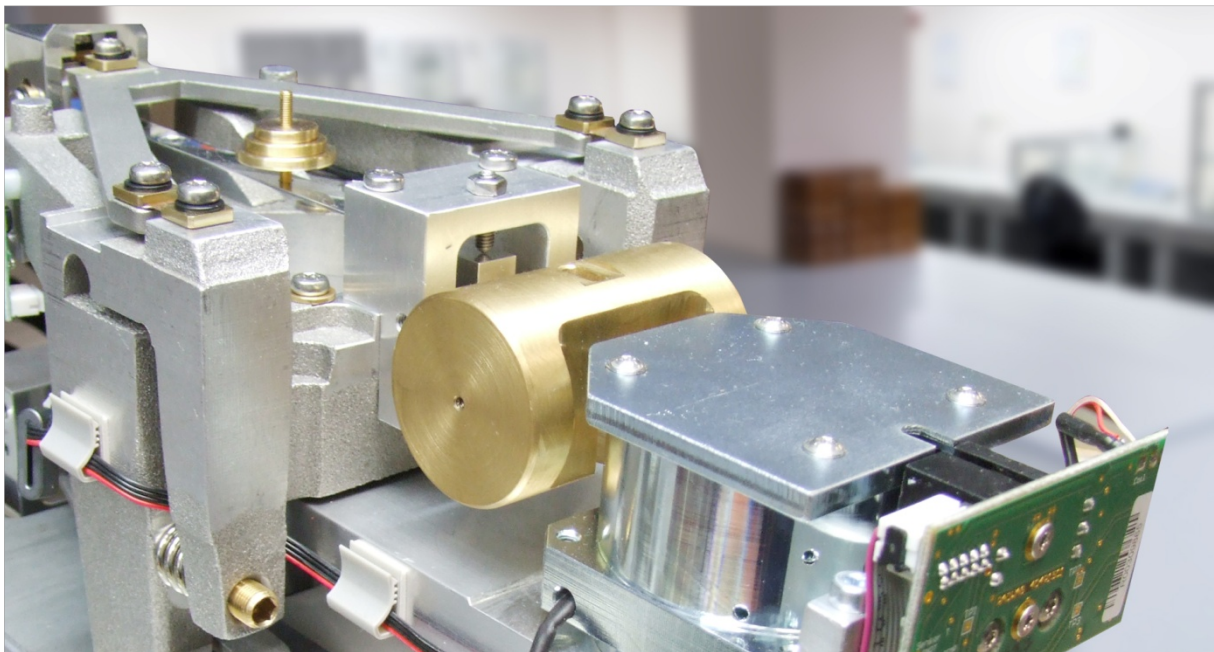
Rysunek 23. Zmiany temperatury laboratorium w trybie nocnym i dziennym. Opracowanie własne.

Na rysunku 23 pokazano, że temperatura w trybie nocnym stabilizuje się w zakresie ok. 0,2°C względem temperatury zadanej tj. 22,5°C. Obecność pracowników od godziny 06:00 powoduje zwiększenie temperatury do wartości 23,5°C. Powyższe zjawisko może wpływać niekorzystnie na pracę komparatorów masy, których działka elementarna jest bardzo mała (1 µg lub mniej). Jednym z rozwiązań pozwalających uniknąć takich zjawisk jest komparacja w cyklu automatycznym, tak jak preferuje to firma Radwag Wagi Elektroniczne, Polska.



Komparator masy jako urządzenie pomiarowe składa się z części mechanicznej oraz elektronicznej. Zmienna temperatura otoczenia tak jak w przypadku innych obiektów fizycznych powoduje zmiany liniowe co prowadzi do zmian geometrycznych układu mechanicznego. To z kolei powoduje zazwyczaj pogorszenie się ogólnie pojmowanej metrologii urządzenia (zmiana czułości, pogorszenie powtarzalności). Opisany defekt wynika z niezachowania czasu stabilizacji termicznej.

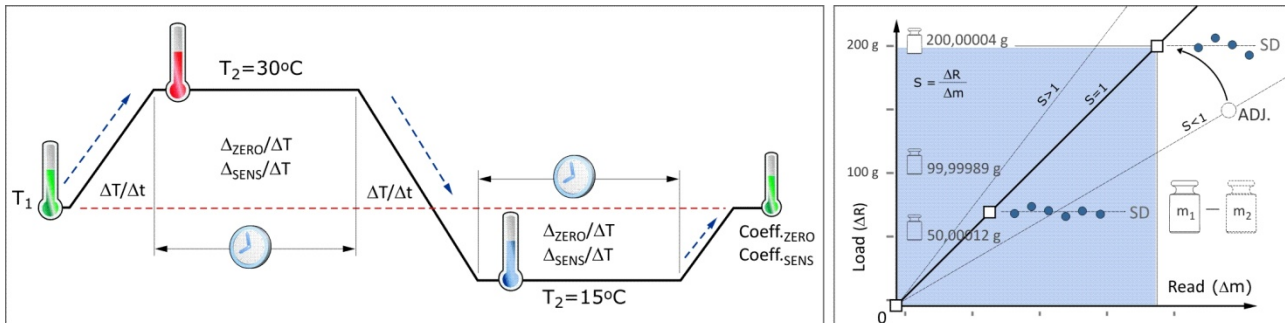
Poza aspektem czysto mechanicznym istnieje druga sfera, która dotyczy układów elektronicznych. Jak wiadomo posiadają one własne charakterystyki techniczne zależne od zmian temperatury. Można przyjąć, że stabilność układów elektronicznych wynosi ok. 1 ppm/°C. Praktycznie oznacza to, że dla wagi-komparatora masy o rozdzielczości 20 mln działek elementarnych, zmiana temperatury wewnętrznej urządzenia o 1°C spowoduje błąd pomiaru w wielkości 20 działek elementarnych. Dla niektórych procesów wykorzystujących jednokrotny pomiar masy może to być odchylenie znaczące. W przypadku pomiarów różnicowych wykonywanych w krótkich odstępach czasu takich jak komparacja ten defekt nie ma większego znaczenia. Pomimo tego zaleca się utrzymywać stabilną temperaturę otoczenia, ponieważ wpływa ona również na obiekty porównywane.



Komparator manualny – widok konstrukcji. Opracowanie własne.

O tym na ile zmienna temperatura wpływa negatywnie na proces komparacji decyduje głównie rozdzielczość komparatora oraz jego konstrukcja. Pod pojęciem konstrukcja należy tu rozumieć zintegrowanie układu mechanicznego oraz elektronicznego w jedną całość. W niektórych rozwiązaniach stosuje się tzw. **KOMPENSACJĘ** błędu pochodzącego od zmian temperatury. Taki proces jest realizowany przez firmę Radwag Wagi Elektroniczne, Polska w odniesieniu do większości modułów wagowych wysokich rozdzielczości, w tym również komparatorów masy.

Badanie wpływu zmian temperatury realizuje się w cyklu automatycznym lub półautomatycznym a ocenie podlega zmiana czułości oraz zmiana punktu zerowego będąca efektem temperaturowej zmienności środowiska. Efektem końcowym tego procesu jest współczynnik korygujący odchylenia wskazania komparatora w funkcji zmian temperatury.

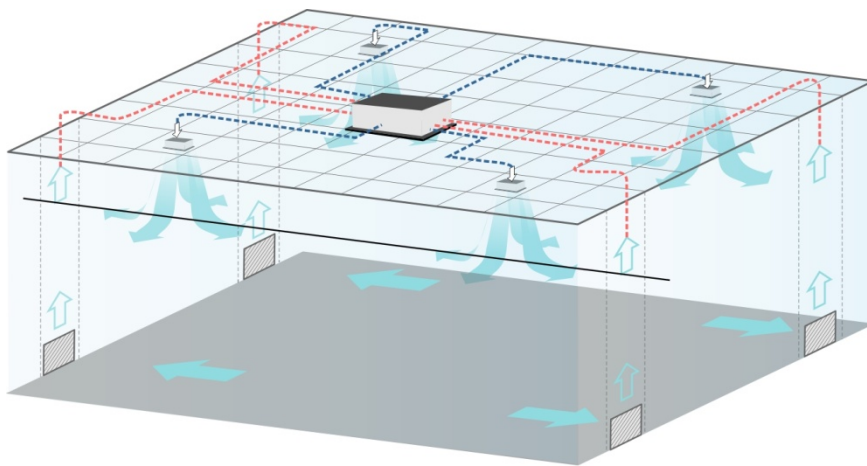


Rysunek 24. Schemat kompensacji temperaturowej. Opracowanie własne.

Na rysunku 24 pokazano ogólną zasadę badania oraz kompensacji zmian wskazania przyrządu pomiarowego dla wymuszonych zmian temperatury. Kluczowymi elementami są wskazania przyrządu w skrajnych temperaturach oraz okresy stabilizacji. Na podstawie różnicy wskazań masy oraz różnicy wskazań temperatury automatycznie wyznaczany jest współczynnik korygujący. Po etapie wyznaczania jego wartości następuje etap weryfikacji. Sprawdza się skuteczność działania współczynnika w cyklu automatycznym lub półautomatycznym. Powyższe badanie jest jednym ze wskaźników jakości przyrządu pomiarowego oraz adekwatności zastosowanego procesu technologicznego. Jest też punktem wyjścia dla doskonalenia zgodnie z wdrożonym systemem jakości ISO 9001.

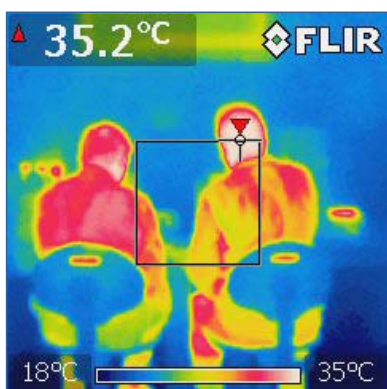
Działania zmierzające do uzyskiwania stabilności termicznej środowiska pracy nie powinny odbywać kosztem zwiększenia ruchu powietrza. Jest to poważny problem, zwłaszcza w gorącej strefie klimatycznej, gdzie typowa temperatura otoczenia wynosi ponad 30°C. Oczekiwana wartość 20°C jest trudno osiągnąć, jeżeli próbuje się udoskonalać istniejącą infrastrukturę. Dobór systemu klimatyzacji jest tu najważniejszym elementem. Powinien on dostarczać powietrze o określonych parametrach termicznych w sposób laminarny. Praktycznie gdy pomieszczenie nie jest dobrze izolowane od środowiska zewnętrznego, utrzymanie stabilnej temperatury dla systemu laminarnego jest niemożliwe. Zwiększenie intensywności wymiany powietrza wpływa negatywnie na proces komparacji, więc działania są w efekcie nieskuteczne.

Doświadczenie w projektowaniu tego typu systemów ma firma Radwag Wagi Elektroniczne, Polska. Taki system został zaprojektowany i uruchomiony w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii. Na rysunku 25 pokazano model systemu dostarczającego powietrze w sposób rozproszony. Posiada on oddzielne moduły dla pobierania powietrza oraz jego dostarczania. Sterując ilością tych elementów można uzyskiwać powolne przepływy powietrza uzyskując jednocześnie jednorodną temperaturę w całej objętości laboratorium.

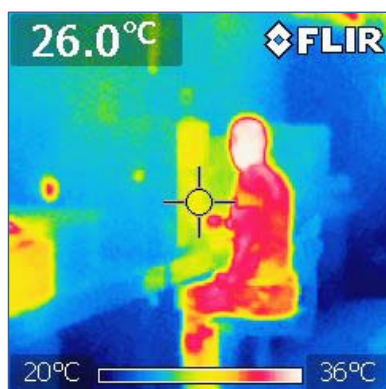


Rysunek 25. Schemat klimatyzacji z rozproszonym układem wymiany powietrza. Opracowanie własne.

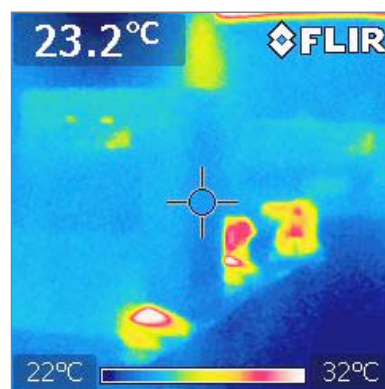
Innym aspektem związanym z temperaturą pracy jest kubatura pomieszczenia oraz ilość jednocześnie pracujących operatorów. Jak wiadomo, im mniejsze pomieszczenie tym trudniej utrzymać w nim stabilną temperaturę. Nawet niewielka ingerencja zaburza stabilność. To nasuwa wniosek, że preferowane są pomieszczenia o większej kubaturze. Oczywiście obecność personelu można znacznie ograniczyć poprzez zastosowanie komparatorów zautomatyzowanych. Takie rozwiązanie obecnie jest stosowane w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii. Poza wyeliminowaniem potencjalnych efektów cieplnych uzyskano znaczne zwiększenie wydajności pracy.



Emisja ciepła podczas pracy dwóch operatorów



Emisja ciepła podczas pracy jednego operatora



Praca zautomatyzowana (brak operatorów)

Zdjęcie wykonane za pomocą kamery termowizyjnej w Centrum Metrologii RADWAG.

## PODSUMOWANIE

Jak stwierdzono wcześniej duża zmienność temperatury otoczenia powoduje dryft wskazania zerowego komparatora. Stosowana w komparacji metoda ABA czy ABBA eliminuje wprawdzie wpływ zmian wskazania zerowego na wynik pomiaru, jednakże przy dużej zmienności tego czynnika założenie to nie jest w pełni prawdziwe. Opisane powyżej zależności są podstawą do definiowania przez producentów własnych rygorów dla zmian temperatury otoczenia, niezależnie od informacji przedstawionej w OIML R 111-1. Należy przy tym stwierdzić, że każdy komparator można zainstalować w każdym miejscu, ale nie w każdym przypadku powtarzalność będzie zadowalająca. Warto o tej zależności pamiętać.

### **14.3. Wilgotność**

Wilgotność jest naturalnym zjawiskiem, które zawsze towarzyszy procesom pomiaru masy. Pozornie niezauważalny czynnik może wpływać zarówno na obiekt ważony jak i na urządzenie pomiarowe (komparator masy). W przypadku komparacji obiekt ważony jest wykonany ze stali nierdzewnej, więc zmianę wilgotności należy wiązać ze zmianą wyporności powietrza. Dla większości odważników oraz wzorców masy o znacznych nominałach wpływ ten jest pomijalny. Jednakże dla odważników klasy E<sub>1</sub> może mieć znaczenie.

Optymalne warunki pracy komparatora masy wymagają, tego żeby wilgotność otoczenia była na stałym stabilnym poziomie. Badania pokazują, że nie jest istotna wartość wilgotności, ale raczej dynamika jej zmian. Dynamicznie zwiększająca się wilgotność powoduje osadzanie się dodatkowych molekuł wody na konstrukcji mechanicznej komparatora. Gdy te elementy są elementami, które podlegają ważeniu, następuje zaburzenie układu równowagi. To zjawisko jest bardzo subtelne, więc nie należy oczekiwać dynamicznej zmiany wyniku ważenia. Raczej będzie to stopniowe pogarszanie się powtarzalności wskazań. Taka zmienność może być widoczna w przypadku, gdy komparator ma bardzo małą wartość działki elementarnej oraz posiada on odpowiednią czułość dla detekcji tak subtelnej zmienności układu równowagi. W przypadku wystąpienia opisanych powyżej zjawisk istotna staje się interpretacja uzyskanych wyników. Umiejętność ich selektywnej diagnozy jest znacznym problemem nawet dla zaawansowanych użytkowników.

Producenci poprzez własne badania dążą do ograniczenia wpływu tych zjawisk poprzez innowacyjne konstrukcje. Jednym z tych rozwiązań jest szczelna osłona cewki umieszczonej w polu magnetycznym siłownika. Badania jakie wykonano w Radwag Wagi Elektroniczne, Polska pokazały, że alternatywne rozwiązanie wykorzystujące impregnację zwojów cewki nie jest wystarczająco skuteczne.

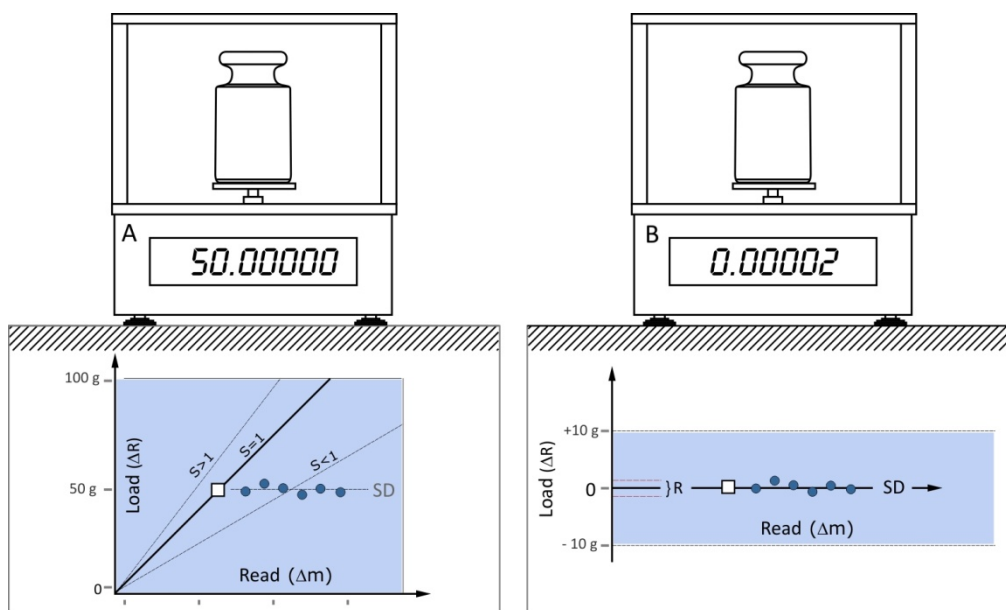
Analizując znaczenie zmian wilgotności dla procesów komparacji należy zauważyć, że ewentualna zmienność wskazania punktu zerowego będzie występować z pewnym opóźnieniem. To przesunięcie wynika z tego, że bardzo szybko można uzyskać zwiększenie poziomu wilgotności, ale znacznie wolniej jest to absorbowane przez konstrukcję komparatora.

#### **PODSUMOWANIE**

Problem wpływu wilgotności na proces komparacji jest rozwiązany poprzez zastosowanie komparatorów próżniowych. Są to specjalne, szczelne konstrukcje mechaniczne w których umieszcza się komparator masy a układ pomp usuwa powietrze z ich wnętrza. Poprzez to eliminuje się wpływ osadzania się wilgoci na powierzchni odważnika.

## 14.4. Ruch powietrza

W przypadku komparacji zakłada się, że warunki realizacji tego procesu są poprawne. Nie występują czynniki zakłócające na tyle istotne, że muszą one być uwzględnione w budżecie niepewności. Teoria niestety nie zawsze pokrywa się z praktyką. Każdy pomiar masy cechuje się dwoma stanami, pierwszy to pomiar gdy szalka jest nieobciążona, a drugi wówczas, gdy na szalce jest postawiony obiekt, którego masa ma być wyznaczona. W taki sposób działają wszystkie komparatory z tzw. pełnym zakresem równoważenia – rysunek 26 (A). Dla pozostałych komparatorów masa odważnika jest traktowana jako tzw. obciążenie wstępne, wskazanie dla niej wynosi zero (B).



Rysunek 26. Komparatory masy z różnym systemem równoważenia. Opracowanie własne.

Niezależnie od przyjętego rozwiązania oczekuje się, że dla szalki obciążonej masą uzyska się wynik stabilny. Pojęcie stabilności w tym przypadku należy traktować dość umownie. Wynika to z definicji stabilności. Za pomiar stabilny uznaje się pomiar, który wykazuje stabilność pewnej ilości działek odczytowych (lub z przetwornika A/D) komparatora w założonym czasie.

Mając na uwadze potencjalne zakłócenia wyniku ważenia ruchem powietrza można zastosować dwa mechanizmy definiowania wyniku ważenia:

- przy wykorzystaniu kryterium stabilności
- przy wykorzystaniu stałego czasu pomiaru

W przypadku niekorzystnych warunków pracy można oczekiwać zwiększonego rozrzutu wskazań niezależnie od przyjętej metody komparacji oraz znacznie dłuższego czasu całej procedury. Powyższe zjawiska są natury fizycznej, więc możliwe jest tylko ich ograniczenie tylko poprzez specjalne rozwiązania konstrukcyjne. W przypadku komparatorów produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Polska stosuje się ażurowane szalki dostosowane do średnicy wzorców oraz zewnętrzne osłony przeciwprzewiewne.

Jak nie trudno zauważyć im większa rozdzielczość i mniejsza działka elementarna komparatora tym szczelniejsza (lepsz) zabudowa pomostu wagowego. Wynika to głównie z bardzo dużej czułości, czyli zdolności do reakcji na bardzo małe zmiany masy.

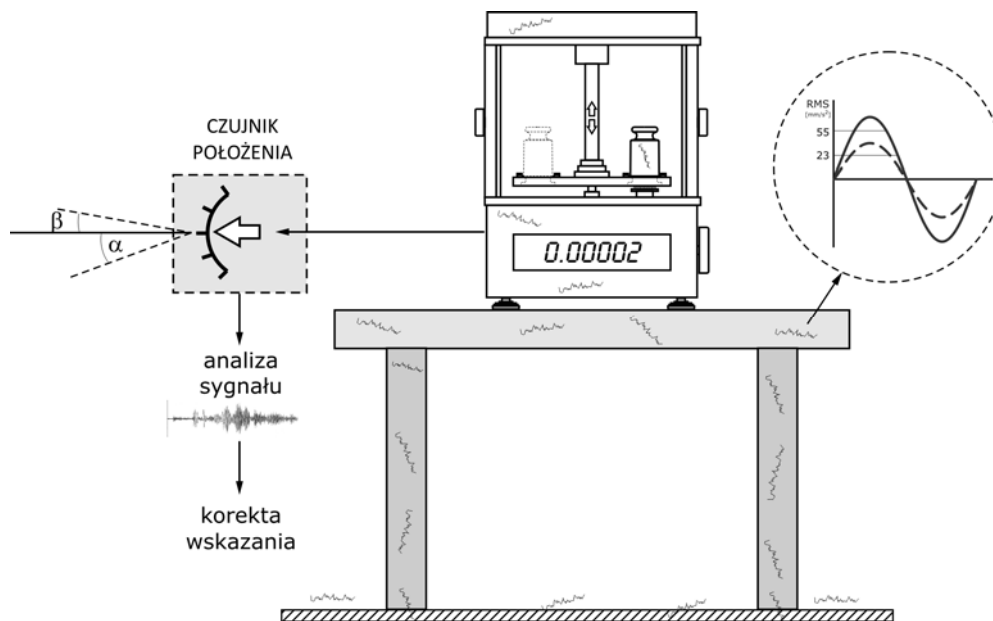


Proces komparacji manualnej – komparator z szafką przeciwpodmuchową

Praktycznie problem z nadmiernym ruchem powietrza należy zawsze odnosić do działki elementarnej komparatora. Z oczywistych względów znacznie lepszym rozwiązaniem w kontekście tego problemu są komparatory automatyczne. Posiadają one dość szczelną konstrukcję osłony przeciwpodmuchowej. Natomiast komparator manualny wymaga ciągłego otwierania i zamykania szafki przeciwpodmuchowej. To sprzyja wymianie powietrza wewnątrz konstrukcji, co przy sporym ruchu powietrza w pobliżu jest niekorzystne. Odrębną kwestią jest odporność komparatora na dynamiczne zmiany powietrza. Jest to indywidualna cecha dość trudna do uzyskania.

## 14.5. Drgania podłoża

Drganiami nazywa się zmiany wielkości fizycznej występujące w funkcji czasu i polegające na tym, że jej wartości są na przemian rosnące i malejące względem pewnego poziomu odniesienia. Tak opisane zjawisko ma zazwyczaj negatywny wpływ na proces ważenia. Wynika to z zasady jaką wykorzystuje w tym procesie. Niezależnie od typu komparatora, zawsze dąży on do położenia równowagi, rysunek 27. Uzyskuje się ją poprzez wygenerowanie sygnału, którego wartość jest w stanie zrównoważyć wartość masy aktualnie postawionego odważnika. Sprzężenie zwrotne pozwala w dynamiczny sposób reagować na wszelkie zmiany masy, nawet te najmniejsze (pobudliwość przyrządu pomiarowego).



Rysunek 27. Drgania w procesach komparacji. Opracowanie własne.

Na rysunku 27 przedstawiono schematycznie wpływ drgań na proces ważenia odważnika. Gdy podłoże jest wolne od drgań komparator uzyskuje swoje położenie równowagi. Wynik z procesu komparacji jest zależny tylko od powtarzalności komparatora, przy założeniu stabilności innych czynników. Gdy pomiar jest zakłócany poprzez drgania następuje wytrącenie czujnika położenia ze stanu równowagi o kąt  $\alpha$  lub  $\beta$ . Wielkość tych kątów jest zależna od wielkości występujących drgań podłoża oraz od skuteczności ich tłumienia przez stanowisko wagowe. Zmienność drgań będzie odpowiedzialna za czasowe korekty jakie układ wagowy wygeneruje dążąc do nowego punktu równowagi. Użytkownik obserwuje to zazwyczaj jako okresowe uzyskiwanie wyniku stabilnego. Konsekwencją takiego działania jest zwiększony rozrzut wskazań oraz znacznie dłuższy czas pomiaru.

Ocena wpływu drgań na proces komparacji jest skomplikowana. Głównie ze względu na zmienność drgań oraz zróżnicowane konstrukcje komparatorów masy. Dążąc do wnikliwej analizy należy uwzględnić również wielkość komparowanej masy.

Źródłami drgań zazwyczaj są:

1. maszyny i urządzenia wibrujące i pneumatyczne
2. środki transportu (kolej, tramwaj, metro itp.)
3. duże natężenia ruchu (lokalizacja w bardzo bliskim sąsiedztwie dużych węzłów komunikacyjnych)
4. ruchu personelu w ciągach komunikacyjnych laboratorium,
5. swobodne drgania budynku

Jednym ze sposobów eliminacji drgań jest odpowiedni dobór miejsca instalacji komparatora. Jak wspomniano wcześniej rozkład drgań zmienia się w budynku w zależności od kondygnacji. Najmniejsze drgania będą zawsze na najniższej kondygnacji. Każda kolejna kondygnacja może generować coraz większe drgania. W pomieszczeniu laboratorium komparatory (szczególnie te o największej rozdzielczości) powinny być zainstalowane w narożnikach. Komparatory mniej wrażliwe na drgania (niższe rozdzielczości) mogą być zainstalowane w centralnych częściach ścian. Nie należy instalować komparatorów w centralnej części laboratorium. Najprostszym sposobem dla eliminacji drgań są specjalne stoły antywibracyjne o konstrukcji opartej na masywnym kamieniu. Stoły mogą mieć konstrukcję całkowicie kamienną lub stalową. Białym roboczym jest zawsze płyta kamienna o masie grawitacyjnej odpowiednio dobranej do instalowanego komparatora.



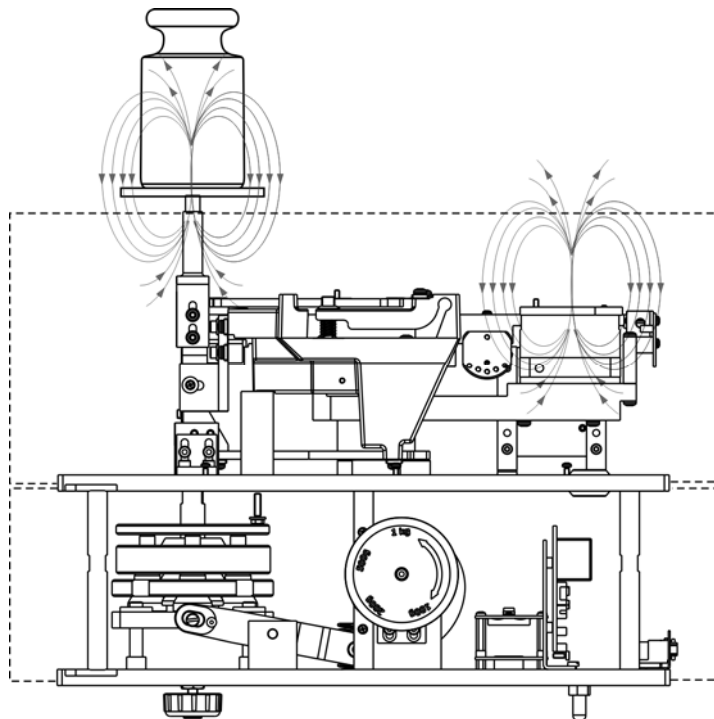
Betonowa konsola o masie własnej ponad 3 tony – komparacja z  $d=0,1 \mu\text{g}$

Innym rozwiązaniem są betonowe postumenty na których umieszcza się komparatory. Im większa masa takiej podstawy, tym lepsze tłumienie drgań podłoża.



## 14.6. Magnetyzm

Większość przetworników pomiarowych stosowanych w budowie komparatorów o dużych dokładnościach wykorzystuje się przetworniki magnetoelektryczne, których główną częścią jest siłownik z magnesem. Podczas pomiaru odważników wykazujących cechy magnetyczne, istnieje niebezpieczeństwo zakłócenia pola magnetycznego siłownika lub oddziaływania siłownika zainstalowanego w komparatorze na odważnik. Efektem tego wynik pomiaru może być obarczony błędem.



Rysunek 28. Magnetyzm w czasie komparacji odważników. Opracowanie własne.

W klasycznym ważeniu, problem ten rozwiązuje się poprzez usunięcie próbki magnetycznej z obszaru wagi np. poprzez podwieszenie lub zwiększenie odległości próbki od szalki. Służą do tego celu różnego rodzaju stelaże, uchwyty np. z aluminium. W przypadku odważników, międzynarodowe regulacje określają dopuszczalne wartości parametrów takich jak trwałość magnetyzacji /polaryzation/ oraz podatność magnetyczna /magnetic susceptibility/. Odpowiednie maksymalne wartości obu parametrów, w zależności od klasy i masy odważnika, zostały określone w Dokumencie OIML R111-1

## 15. Systemy informatyczne RMCS w procesach komparacji

Wspomaganie komputerowe wszelkich procesów zdefiniowanych w organizacjach staje się coraz bardziej powszechne, a w niektórych przypadkach nawet konieczne. W laboratorium wzorcującym występuje wiele obszarów ryzyka, których analiza sugeruje odpowiednią optymalizację procesów w celu ich eliminacji lub minimalizacji. System RMCS (Radwag Multiple Comparator Software) oferowany przez RADWAG przeznaczony jest do realizacji procedur wzorcowania w laboratorium od momentu przyjęcia zlecenia, poprzez realizację procedury, aż do wydania świadectwa wzorcowania. Program zarządza całym procesem wzorcowania od momentu przyjęcia zlecenia, poprzez realizację procedury, aż do wydania świadectwa wzorcowania. Realizacja procesu wzorcowania, wspomagana komputerowym oprogramowaniem RMCS, daje większą wydajność, wiarygodne wyniki pomiarów, kompleksową dokumentację oraz niższe koszty pracy. Program RMCS przeznaczony jest do współpracy z komparatorami masy RADWAG. Umożliwia przeprowadzanie procesów wzorcowania metodami ABBA i ABA. Główne cechy programu RMCS:

- kompleksowa obsługa laboratorium metrologicznego wzorcującego wzorce masy i odważniki
- wzorcowanie metodami ABB, ABA
- obsługa wielu stanowisk komputerowych poprzez sieć Ethernet (bazy danych ms sql)
- pełna obsługa zleceń dotyczących realizacji wzorcowań
- obsługa bazy danych:
  - o obiektów wzorcowanych i wzorców odniesienia
  - o kontrahentów,
  - o operatorów,
  - o użytkowników
  - o komparatorów manualnych i automatycznych
  - o bazy zleceń wzorcowania
- zarządzanie zadaniami do wykonania na podstawie wystawionych zleceń wzorcowania
- planowanie realizacji zleceń i zadań
- możliwość realizacji sprawdzenia odważników bez zlecenia
- możliwość realizacji wzorcowania obiektów ręcznie oraz automatycznie
- współpraca z komparatorami automatycznymi produkcji RADWAG
- synchronizacja dwustronna danych z komparatorami produkcji RADWAG
- raportowanie procesu wzorcowania
- możliwość wystawiania deklaracji, świadectwa wzorcowania wg ustalonego wzoru
- eksport wyników raportów do różnych formatów plików: pdf, ms word, excel
- rejestr zdarzeń w programie
- rejestr zleceń oraz świadectw wzorcowania
- archiwum protokołów wzorcowania, zleceń, świadectw wzorcowania oraz wyników pomiarów środowiskowych
- autoryzacja podczas uruchamiania programu, logowanie do programu

Praktyczne aspekty związane z użytkowaniem programu RMCS przedstawiono w dalszej części publikacji opisującej Centrum Metrologii.

## 16. Komparatory RADWAG na świecie

### Geneza produktu

RADWAG jest jednym z nielicznych na świecie producentów komparatorów masy wysokich rozdzielczości. Projektowanie i produkcja komparatorów wplata się w historię RADWAG. Pierwsze komparatory związane były z uruchomieniem w roku 2001 produkcji odważników adiustacyjnych do wag elektronicznych. W stosunkowo niedługim czasie, bo już w roku 2003 rozpoczęto prace nad uruchomieniem laboratorium wzorcującego, które rozpoczęło działalność pomiarową w lutym 2004 roku i uzyskało w listopadzie tego samego roku akredytację Polskiego Centrum Akredytacji polskiej jednostki akredytującej laboratoria, sygnatariusza porozumień międzynarodowych, członka ILAC.

Komparatory masy produkcji RADWAG są eksploatowane w różnych laboratoriach wzorcujących zlokalizowanych na całym świecie. Oczywiście pierwsze egzemplarze stały się wyposażeniem Laboratorium Pomiarowego RADWAG, jednak w bardzo krótkim czasie po opublikowaniu pierwszej oferty znalazły swoich zewnętrznych odbiorców. Pierwsze komparatory zostały zainstalowane w roku 2005 w jednym z laboratoriów wzorcujących w Rumunii. Kolejne stawały się wyposażeniem laboratoriów zlokalizowanych praktycznie na całym świecie. Poniższa mapa pokazuje skale sprzedaży komparatorów firmy Radwag na świecie.



Rysunek 29. Miejsca instalacji komparatorów produkcji Radwag. Opracowanie własne.

## S.C. METROMAT S.R.L. Calibration laboratory

Operating range: Calibration & metrology

Address: Sales & Service Department:

P-ta Libertatii ,No.2, 505600 Sacele, Brasov County, Romania

Tel +(40) 268 275 212 Fax: +(40) 268 276 807

Sales Department: sales@metromat.ro

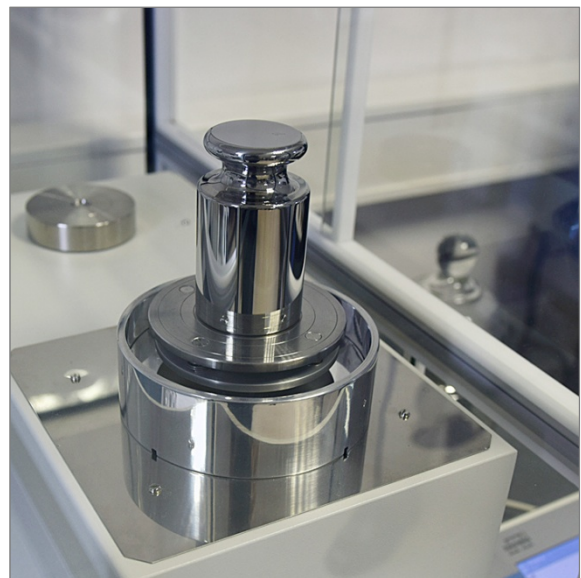
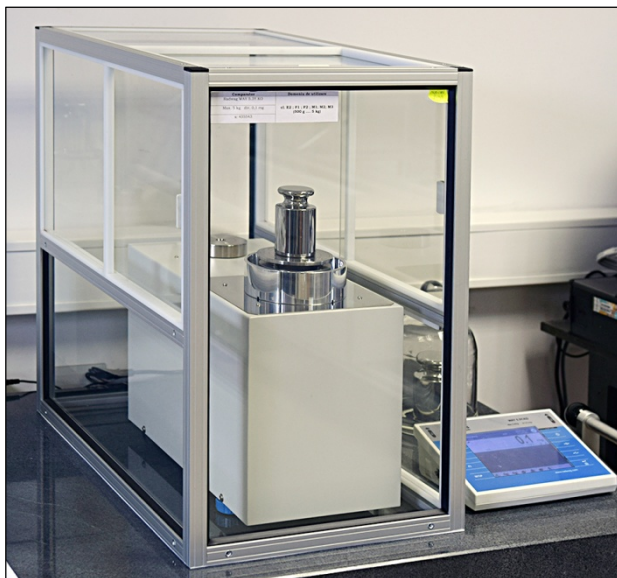
Sales Manager: comert@metromat.ro



Mr Peter Mate

Our goal is to provide complete satisfaction to our customers, providing calibration services in accordance with applicable standards and delivering only quality measuring, testing and laboratory equipments. In our 23 years of existence and - 50 years experience - in measurement technique, we demonstrated that we are able to offer quality measurement services in accordance with the industry standards. Our current portofolio of measuring and testing equipments meets our customers requirements in various fields, providing quality first, affordable prices, fast delivery, warranty.

Upon request, the measuring equipments are delivered with accredited calibration certificates or ISO-compliant certificates, with ensured traceability. Metrological fields in what we are working: Length, Mass, Pressure, Force and torque, Hardness, Volume, Flow, Temperature, Humidity, Electrical, Time and interval frequency. In our Mass laboratory, we are using the non – automatic electronic mass comparator RADWAG WAY 5.3Y.KO since 2014. We are satisfied with it.



Comparator WAY 5.3Y.KO

## NMI - Moldova

Operating range: Calibration & metrology  
Address: Republic of Moldova, Chisinau, MD2064 28, Eugen Coca str.



Mr Pianîh Alexei

The National Institute for Metrology (INM) of the Republic of Moldova has the mission to assure the traceability, and accordingly, the trust in the measurements performed in the Republic of Moldova at regional and international level. At present, INM has a complex structure of 7 laboratories that constitute the basic capacity of the institute. The Mass and Related Quantities Laboratory manages – undertakes, preserves and disseminates – using its modern equipment, the following measurement units: mass, pressure, force and hardness. These units are imperative for the heavy industry, food, chemical, textile industry, medicine etc. The laboratory has a history of over 40 years

Its main objective is to assure the uniformity and accuracy of measurements performed in the Republic of Moldova in the area of mass and related quantities. This objective is reached through a set of activities, including:

- Maintenance and development of the standards database and of the equipments owned;
- Participation in inter-laboratory comparisons for demonstrating its calibration capabilities;

Dissemination, at national level, of measurement units in the area of mass and related quantities, using the owned national and reference standards. The accreditation range of the laboratory: (1 mg – 20 kg), E2. The equipment owned by the Laboratory includes the following RADWAG mass comparators:

Model: AKM-2/20, APP 25.4Y.KO, XA 200.4Y.A.KB etc.

Date of installation: 07.01.2017

Opinion about them: the comparators have very high measuring characteristics. The software is intuitively clear and well thought out.



Comparator XA 200.4Y.A.KB



Comparator APP 25.4Y.KO

## Metricon S.A. - Greece



Mr. Konstantinos Nikolaou, Quality Assurance Manager

The need to achieve maximum weighing accuracy is a prerequisite for ensuring trade, contributing to the smooth functioning of global economies. In Greece there is currently a significant shortage in the field of accredited calibration laboratories standard stations (weightlifting), scales, scales, weighbridges and other weighing devices. Recognizing this need, Metricon S.A. developed its own Accredited Calibration Laboratory for calibrating weights, scales, weighbridges and weighing arrangements, according to the ISO/IEC 17025:2005 International Standard. The laboratory is staffed by highly trained, skillful personnel and is equipped with four of the most modern Mass Comparators acquired from RADWAG with a calibration range from 5kg up to 1000kg.

Moreover, the laboratory is also equipped with F1 Class weights ranging from 1mg to 20kg and also with M1/M2 Class weights of 1 ton. The Accredited Calibration Laboratory of Metricon S.A. performs calibrations in full range of the Accreditation Field, providing high quality services and issues calibration certificates bearing the logo of the Hellenic Accreditation System S.A. (E.SY.D.). Our Laboratory services can contribute to compliance and enforcement of the new regulatory framework (Verified Gross Mass weighing) imposed by IMO with clear payback in quality improvement and competitiveness of business. Calibration works are being carried out in the Laboratory as well as remotely, at the customers' site. Some of the most distinctive customers of Metricon's Calibration Laboratory include major corporations such as: Aluminum of Greece S.A., Crown Can S.A., COSCO-Piraeus Container Terminal S.A., Port of Patras Authority S.A., Port of Heraklion Authority S.A., AKARPORT S.A., KYKNOS S.A., Hellenic Granite Company S.A., Pavlidis Marble, Cretan Plastics S.A., Hellenic Electricity Company S.A. to name a few.

Metricon's laboratory structure is based on a "three-person" principle and has as follows:

- Mr. Georgios Tsolkas, Calibrations Technician,
- Mrs. Andriana Lampou, Technical Supervisor,



Comparators: APP 20.KO series

## Laboratory for Mass Vage Ltd.

Operating range: Calibration & metrology  
Address: Koledovčina 2A, Zagreb, Zagrebačka 10000  
Hrvatska



Manager Dipl.oec Petar Stošić

**Vage d.o.o.** rests its business rests on a long-standing tradition in the weighing business. (1947 Tvornica vaga Zagreb, 1951 Ivis, 1971 TTM, 1990 VAGE d.d., 2008 Vage d.o.o.)

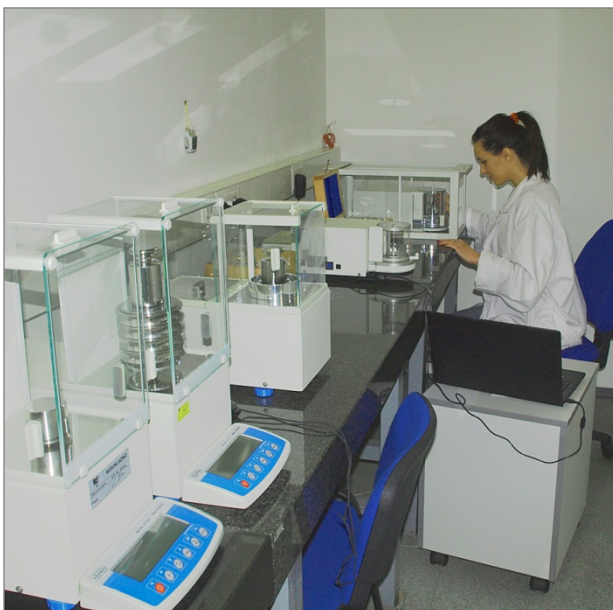
We are leading manufacturer, distributor and Service Company in Croatia in the field of mass measurement. The company is 100% privately owned and employs 45 professional and highly skilled workers. Laboratory for Mass Vage Ltd. was founded in 2005 from the department within Vage Ltd. We are accredited according to 17025 since 2005 for calibration of non-automatic weighing instruments and weights.

Over the years we have expanded our scope of accreditation, and today we are accredited for calibration of non-automatic weighing instruments to 20000 kg, calibration of weights in class E2 from 1 mg to 20 kg, in class F1 to 20 kg and in class M to 500 kg.

We are also accredited according to 17020 standard for inspection of weighing instruments and weights. We have authorization from the State Office for Metrology for period verification of weighing instruments and weights. We base calibration and verification of weights on Radwag comparators. First Radwag comparator was acquired in 2007 when we expanded the scope of accreditation to the calibration of the weights in class F1. Today we have 5 comparators. It is interesting to note that we had only one minor malfunction on comparators in these 10 years of use. We also must mention that we have Quality System Approval Certificate for our production issued by the Notified body MIRS (No. 1376).



Comparator WAY 500.3Y.KO



Comparators WAY series

## HAEFNER - MASSCAL

Operating range: Calibration & metrology  
Address: Häfner Gewichte GmbH, Hohenhardtsweiler Strasse 4  
DE-74420 Oberrot, Germany



Mr Martin Häfner, General Manager

HAEFNER is one of the world's leading manufacturer of weights and mass standards. Weights and mass standards made by HAEFNER are used all over the world for scale testing, balance calibration and as primary and secondary standards in NMI's, state offices and mass laboratories. HAEFNER weights are manufactured using the best quality standards of the industry. In 1933 company HAEFNER was founded as a craft business for manufacturing weights of mechanical scales. In a tradition of more than 80 years, HAEFNER has accumulated great experience in the production and calibration of weights and mass standards.

Today, Häfner is a state-of-the-art manufacturing company with CNC-controlled machining technology and automated surface processing. HAEFNER supplies high-quality weights with nominal values from 1 mg – 5000 kg according OIML R111. The weights are available in classes of E0, E1, E2, F1, F2, M1, M2 and M3. All weights are manufactured with reference and traceability to the International Prototype Kilogram at BIPM (International Bureau of Weights and Measures) All manufacturing processes are in accordance with HAEFNER's ISO 9001 registration. The basis of high quality weights is the used material. Therefore, HAEFNER is using own special weight steels: HM1, HF12 and HE210. All used weight materials have special technical specifications, which are strictly controlled to ensure compliance with standards and international recommendations.



Radwag UMA 5: weighing range: 1 mg – 5 g, readability: 0,1 µg

All HAEFNER weights are adjusted in the upper tolerance range (plus-tolerance) of accuracy limits. This provides a far longer working life time for the customer weights. As a further big advantage, HAEFNER supplies weights also according customer specifications and needs with special designs, free nominal values (e.g. Newton weights) and with specified customer tolerances.





To prevent exchanging weights user markings can be provided by HAEFNER to low costs. HAEFNER has the possibility of laser-marking and engraving for this feature. HAEFNER marks the weights with a special laser system and special engraving system. The surface quality and mass stability is not affected by this kind of process.

HAEFNER provides their customers and users a big portfolio of accessories around the weight. Ergonomic weight handles, weight forks, special tweezers, different gloves as well as cleaning accessories like cloths, dust bellows and dust brushes meet highest requirements. For calibration laboratories HAEFNER offers a complete portfolio of glass bells including antistatic and antimagnetic bases for storing their reference weights.

HAEFNER offers a perfect calibration service to its customers by its own mass calibration lab "MASSCAL". MASSCAL is accredited by DAkkS (German Accreditation Body) according to ISO 17025. The computer-generated calibration certificates are recognized all over the world by a Mutual Recognition Arrangement (MRA) of International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC). With its calibration and certification service MASSCAL can assure full compliance to industrial standards and international recommendations.

MASSCAL is using different manual and automatic mass comparators of different brands. UMA 5 from Radwag is used with great satisfaction for final testing and calibration procedures of nominal values from 1 mg – 5 g

## GŁÓWNY URZĄD MIAR

Operating range: Calibration & metrology  
Address: ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa, Poland, [www.gum.gov.pl](http://www.gum.gov.pl)



Mr Wojciech Wiśniewski

Główny Urząd Miar łączy funkcje centralnego urzędu administracji państwowej w zakresie metrologii prawnej oraz krajowego instytutu metrologicznego (NMI) zajmującego się metrologią masy dla potrzeb nauki i systemu laboratoriów wzorcujących. Sprawuje nadzór nad administracją miar i administracją probierczą w Polsce. Dba o zapewnienie w drodze porównań, powiązania państwowych wzorców jednostek miar z międzynarodowymi wzorcami jednostek miar. Zapewnia spójność pomiarową w procesie przekazywania wartości legalnych jednostek miar od państwowych wzorców jednostek miar do przyrządów pomiarowych.

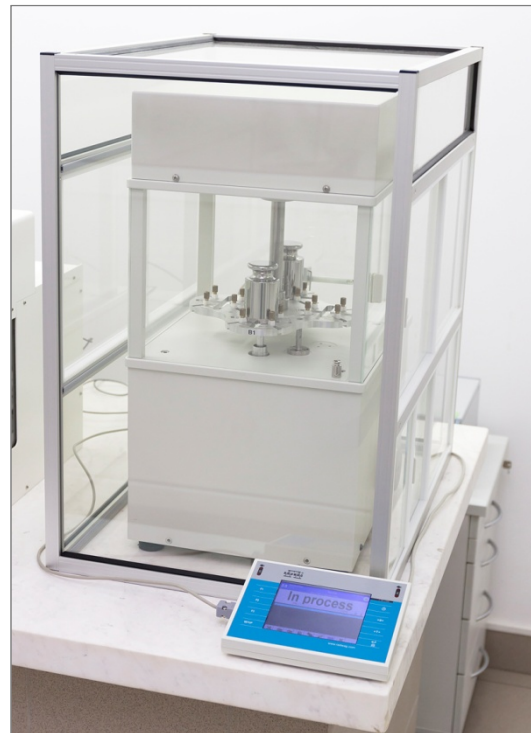
Istotną rolę w tym procesie odgrywa Pracownia Wag i Wzorców Masy Samodzielnego Laboratorium Masy odpowiadając za przekazywanie jednostki miary masy, realizację zadań z zakresu prawnej kontroli metrologicznej, wykonując zadania Jednostki Notyfikowanej w zakresie prowadzenia badań związanych z potwierdzaniem zgodności wag z wymaganiami Dyrektyw NAWI i MID oraz wykonując badania do zatwierdzenia typu. Ponadto laboratorium prowadzi też prace badawcze i rozwojowe w dziedzinie masy.



Automatyczny komparator masy – UMA 5,  $d = 0,1 \mu\text{g}$ , zakres równoważenia od 1 mg do 5 g

Opracowuje i doskonali metody pomiarowe oraz prowadzi porównania międzylaboratoryjne, wzorcowania, ekspertyzy i badania przyrządów pomiarowych w celu wspierania polskiego przemysłu i terenowej administracji miar.

W chwili obecnej Laboratorium Masy zapewnia przekazywanie jednostki masy w zakresie pomiarowym od 1 mg do 1000 kg, lecz w najbliższej przyszłości planowane jest rozszerzenie istniejącego zakresu realizacji czynności metrologicznych do 5000 kg, określonym w Zaleceniu Międzynarodowym OIML R 111-1 „Weights of classes E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>1-2</sub>, M<sub>2</sub>, M<sub>2-3</sub> and M<sub>3</sub> - Part 1: Metrological and technical requirements”. Wychodząc naprzeciw oczekiwaniom klientów administracji miar oraz mając na uwadze konieczność utrzymania istniejącego systemu na wysokim poziomie metrologicznym, Laboratorium Masy w ostatnim czasie zakupiło 2 komparatory masy produkcji firmy Radwag



Automatyczny komparator masy AK-4/1000,  $d = 5 \mu\text{g}$ , zakres równoważenia od -10 g do + 50 g

Komparator o znaku fabrycznym APP 64.4Y.KO umożliwiający praktyczną realizację wyznaczenia gęstości zboża w stanie zsypanym oraz komparator HRP 500.4Y.KO stosowany do wzorcowania wzorców masy od 200 kg do 500 kg w klasie dokładności F<sub>2</sub> zgodnie z OIML R 111-1. Realizacja inwestycji przebiegła sprawnie. Wszystkie uwagi i spostrzeżenia dotyczące zastosowanych rozwiązań konstrukcyjnych



Komparator HRP 500.4Y.KO,  $d = 0,5 \text{ g}$ , zakres równoważenia od 0 kg do + 510 kg

przekazywane przez personel laboratorium spotkał się ze zrozumieniem i chęcią udzielenia wszelkiej pomocy ze strony pracowników firmy Radwag. Dostarczone komparatory spełniają założenia techniczne i wymagania Laboratorium Masy GUM w uzgodnionym obszarze.

## LCGC Trucal Lab

Operating range: Calibration & metrology  
Address: Head Office - Hyderabad  
Plot.No.. 57, Road No. 5, ALEAP Industrial Estate, Near Pragatinagar,  
Kukatpally, Hyderabad - 500 072



Mr V. MAHADEVAN Laboratory Head

LCGC Trucal is a 1<sup>st</sup> Mass Calibration Laboratory in India by a weighing company much before the leaders of weighing business could realise about it. The lab was started in 2010 with a vision of catering to the high end requirements of the Pharmaceutical Industry in India for the mass calibration services. The lab is run by professionals having experience in Mass and weighing Metrology for more than 20 years. The entire team of LCGC Trucal is of Engineering Graduates with the Support staff being Diploma Holders in Mechanical Engineering.

The team LCGC Trucal was trained in many aspects like, ISO/IEC/17025, Internal audits, Calibration techniques, Estimation of Measurement uncertainty, Traceability, LAB QMS etc. LCGC Trucal has bought 5 Mass comparators from Radwag including one Automatic Robotic comparator to make the lab a world class facility. The comparators we use are:

- UYA 5.KO - 5 g / 0.1  $\mu$ g
- MYA 21.KO - 21 g / 1  $\mu$ g
- XA 210.Ko - 210 g / 10  $\mu$ g
- WAY 5.KO - 5.3 kg / 100  $\mu$ g
- AKM 2-20 - 20 kg / 100  $\mu$ g



Comparator AKM in use



Comparator UYA 5.KO

We are using these comparators for the last 7 years now and the performance of the comparators are very satisfactory to reach the level of E1 class Mass calibration. Our lab is accredited by NABL for ISO/IEC/17025 to E1 class Mass calibration activities. We also calibrate Micro pipettes using the Radwag balances. The environmental conditions are monitored by Radwag, ThermoHygroBaro meter which helps in achieving the required 0.3 deg C temperature change. Radwag's mass comparators have helped us in setting up and maintaining this lab to the international level.

## HANSUNG INSTRUMENT CO. LTD.

Operating range: Calibration & metrology

Address: Sin-a Bldg., 984-3, Siheung 3-dong, Geumcheon-gu, Seoul, South Korea



Mr Chulhyun Lim Laboratory Head

In recognition of the successful completion of the KOLAS evaluation process, accreditation was granted to laboratory of Han sung Instrument Co., Ltd to perform the following calibrations. Han sung calibration laboratory had got initial accreditation in 2008 and trying to extend calibration capacity from F1 class to E2 class by using RADWAG mass comparators in 2017. Therefore, UMA 5, WAY 5.4Y.KO, APP 25.4Y.KO, XA 200.4Y.KB and E1 mass standard with mass & volume certificate (1 mg-20 kg) were imported from RADWAG and fished installation in April and now we have got reasonable results of measurement.

To get approval from the government until end of September, Han sung Instrument cooperate with KRISS as a consultant who is teaching technical skills to make precise measuring results for calibrating E2 mass standard as well as high resolution balances



Radwag's automatic and manual comparators

Han sung calibration laboratory had got initial accreditation in 2008 and trying to extend calibration capacity from F1 class to E2 class by using RADWAG mass comparators in 2017. Therefore, UMA 5, WAY 5.4Y.KO, APP 25.4Y.KO, XA 200.4Y.KB and E1 mass standard with mass & volume certificate (1 mg-20 kg) were imported from RADWAG and fished installation in April and now we have got reasonable results of measurement.

To get approval from the government until end of September, Han sung Instrument cooperate with KRISS as a consultant who is teaching technical skills to make precise measuring results for calibrating E2 mass standard as well as high resolution balances.

Accreditation Ranges:

- Auto-Hopper scale & balances (Max. 1 ton)
- Counter beam balances (Max. 2 ton)
- Digital platform scale balances (Max. 200kg)
- Digital swing scale balances (Max. 1 ton)
- Electric balances (Max. 50 ton)
- Platform scale balances (Max. 5 ton)
- Spring scale balances (Max. 200kg)
- Trip balances (Max. 5 ton)
- Weights (1mg-20kg/F1), (Max. 1 ton/M3)



WAY 5.4Y.KO comparator during the comparison

## 17. Centrum Metrologii RADWAG

Początki Centrum Metrologii RADWAG sięgają roku 1997, kiedy Zakład Mechaniki Precyzyjnej RADWAG – dzisiaj RADWAG Wagi Elektroniczne - rozpoczął szeroko pojętą działalność w zakresie usług pomiarowych. Rosnące zapotrzebowanie na usługi wzorcowania i pomiarów sprawiło, że koniecznością stało się powołanie niezależnej wyspecjalizowanej w tej dziedzinie komórki. W roku 2003 ze struktur firmy zostało wyodrębnione Laboratorium Pomiarowe jako komórka, której nadrzędnym celem było i jest profesjonalne świadczenie usług wzorcowania i pomiarów.

W roku 2004 Laboratorium Pomiarowe zostało akredytowane przez Polskie Centrum Akredytacji w zakresie wzorcowania wag elektronicznych oraz wzorców masy i odważników (Certyfikat AP 069). W 2009 roku, jako pierwsza placówka w Polsce, uzyskało akredytację w zakresie wzorcowania pipet tłokowych. Obok usług pomiarowych, równolegle rozwijały się usługi szkoleniowe. Początkowo w zakresie szkoleń zamkniętych, później otwarte ogólnopolskie seminaria tematyczne, aż to szkoleń i warsztatów. Rosło również zapotrzebowanie na inne usługi specjalistyczne, takie jak konsultacje, audyty czy ekspertyzy.



Centrum Metrologii RADWAG – szkolenie dla studentów

Te wszystkie czynniki były powodem powołania w dniu 25 października 2012 roku wyodrębnionej komórki organizacyjnej Centrum Metrologii przy firmie RADWAG. Działalność Centrum Metrologii przy firmie RADWAG w Radomiu skupiona jest w kilku obszarach:

- zapewnienie spójności pomiarowej w zakresie masy, objętości oraz długości,
- realizacja szkoleń z obszaru metrologii i systemów zarządzania,



- przeprowadzanie specjalistycznych auditów obszaru nadzoru nad wyposażeniem pomiarowym oraz auditów wewnętrznych w odniesieniu do różnych wymagań,
- prowadzenie kompleksowych nadzorów nad wyposażeniem pomiarowym w organizacjach,
- prowadzenie własnych badań naukowych,
- popularyzacja metrologii poprzez organizację otwartych seminariów oraz aktywny udział pracowników Centrum w konferencjach krajowych i międzynarodowych,
- organizacja porównań międzylaboratoryjnych PT/ILC w zakresie pomiarów masy.

### **17.1. Laboratorium Pomiarowe w Centrum Metrologii RADWAG**

Laboratorium działające w strukturze Centrum Metrologii jest kontynuatorem zapoczątkowanej w roku 1997 przez RADWAG Wagi Elektroniczne szeroko pojętej działalności w zakresie usług pomiarowych. Aby zachować niezależność od pozostałych komórek organizacyjnych RADWAG, Laboratorium od początku zostało umiejscowione całkowicie poza strukturami RADWAG i podporządkowane bezpośrednio Dyrektorowi RADWAG. Obecnie Laboratorium zatrudnia wysokiej klasy specjalistów z szerokim doświadczeniem w zakresie przyrządów do pomiarów masy, objętości i długości innych wielkości fizycznych.



Centrum Metrologii RADWAG – Laboratorium Pomiarowe, Pracownia Objętości

Na przestrzeni ostatnich lat Laboratorium zanotowało dynamiczny rozwój w zakresie realizacji usług. Należy tu podkreślić znaczący ich wzrost każdego roku oraz zwiększenie dokładności (zmniejszenie niepewności) wykonywanych wzorcowań. W zakresie pomiarów masy Laboratorium realizuje procedury wzorcowania wzorców masy i odważników od 1 mg do 1000 kg oraz wzorcowanie wag. Laboratorium Pomiarowe RADWAG jest pierwszym w Polsce, nie licząc Laboratorium Głównego Urzędu Miar (polskiego *NMI*), które posiada akredytację na wzorcowanie wzorców masy i odważników klasy dokładności E1 w zakresie od 1 mg do 500 mg.

## 17.2. Automatyzacja pomiarów w Laboratorium Pomiarowym

Znacząca poprawa dokładności, jaka nastąpiła w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG, w dużym stopniu możliwa była dzięki zastosowaniu automatycznych komparatorów masy. Obecnie Laboratorium dysponuje całą linią automatycznych komparatorów masy, za pomocą których wykonywane są wzorcowania od 1 mg do 20 kg w najwyższych klasach dokładności.



Komparator UMA 5 produkcji RADWAG, podczas prezentacji w czasie międzynarodowego seminarium organizowanego przez Centrum Metrologii RADWAG

Dzięki zastosowaniu komparatora UMA 5 Laboratorium znacząco poprawiło wartość zdolności pomiarowej CMC (*calibration and measurement capability*) dla wzorców miligramowych, co pozwalało na rozpoczęcia wzorcowania wzorców masy i odważników w najwyższej klasie dokładności OIML E1.

Po uzyskaniu pozytywnych wyników porównań międzylaboratoryjnych (PT/ILC), Laboratorium wystąpiło i rozszerzyło swoją akredytację o wzorce i odważniki klasy E1 w zakresie od 1 mg do 500 mg. Aktualnie, dzięki komparatorom automatycznym, Laboratorium jest gotowe do realizacji wzorcowań najwyższych klas dokładności w zakresie od 1 mg do 20 kg. Kolejnym krokiem Laboratorium będzie realizacja wzorcowań do 1 g do 1 kg, która realizowana będzie z wykorzystaniem komparatorów automatycznych RADWAG serii UMA 5, UMA 100 oraz AK-4/1001.



Komparatory UMA 5, UMA 100, AK-4/100 oraz AK-4/1001 produkcji RADWAG w Pracowni Masy Laboratorium Pomiarowego Centrum Metrologii RADWAG

Aby uzyskać jak najmniejszą niepewność pomiaru przy wzorcowaniu wzorców od 10 kg do 20 kg, Laboratorium stosuje dwupozycyjny komparator automatyczny AK-2/20. W tym przypadku automatyzacja znacząco poprawiła powtarzalność pomiarów, co z kolei odpowiednio przeniosło się na niepewność pomiaru. W przypadku wzorcowania obiektów od 5 kg do 20 kg w procesie manualnym, znaczącym czynnikiem negatywnym jest wpływ operatora. Dzięki automatyzacji otrzymaliśmy zarówno poprawę powtarzalności jak i możliwość zastosowania urządzenia o większej rozdzielczości.



Komparator AK-2/20 produkcji RADWAG w Pracowni Masy Laboratorium Pomiarowego Centrum Metrologii RADWAG (w głębi)

Do realizacji wzorcowań wzorców i odważników niższych klas dokładności, wzorców o masach powyżej 50 kg oraz obiektów o nietypowych kształtach i rozmiarach Laboratorium stosuje komparatory manualne produkcji RADWAG.



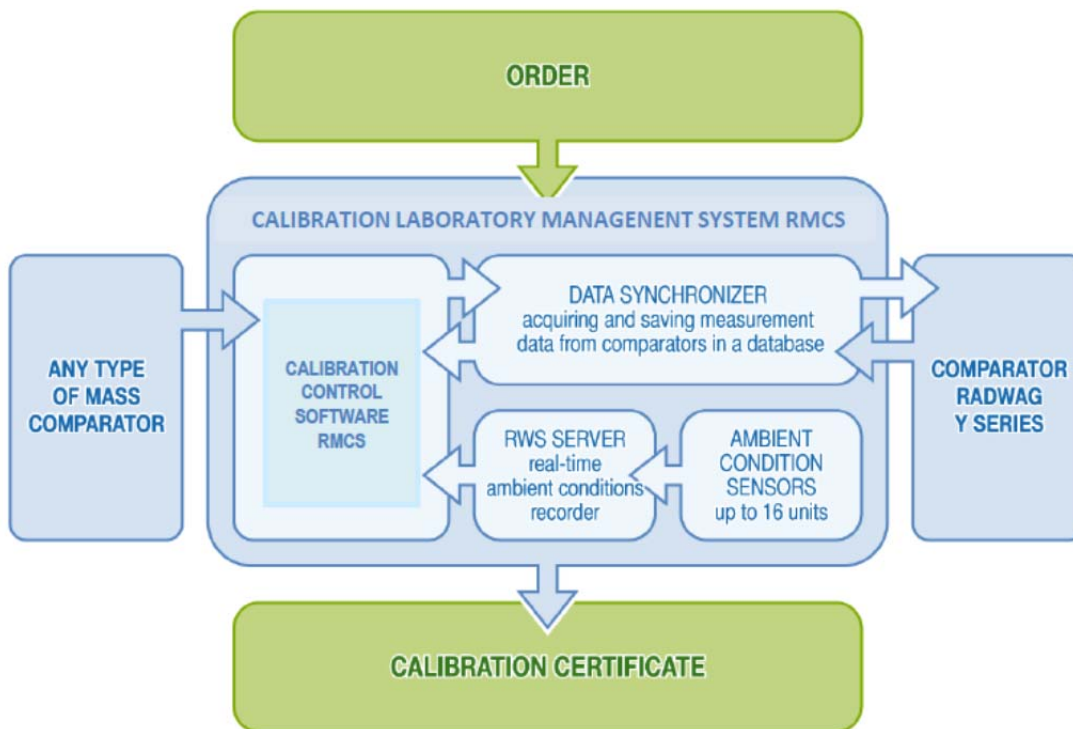
Komparatory manualne produkcji RADWAG w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG



Komparatory HRP 4Y.KO produkcji RADWAG w Centrum Metrologii RADWAG

### 17.3. Komputeryzacja procesu wzorcowania w Laboratorium Pomiarowym CM RADWAG

Większość działających na świecie laboratoriów wzorcujących pracuje zgodnie z wymaganiami określonymi w normie ISO/IEC 17025. Kompetencja laboratoriów potwierdzana jest akredytacją narodowych jednostek akredytujących. Proces realizacji wzorcowania musi być udokumentowany od wpłynięcia zlecenia, aż do wydania świadectwa wzorcowania użytkownikowi przyrządu lub zgłaszającemu wzorcowanie. Aby sprawnie zarządzać całym procesem w Laboratorium Pomiarowe Centrum Metrologii RADWAG wdrożono system komputerowy RMCS (Radwag Multiple Comparator Software).



Rysunek 26. Schemat procesu wzorcowania w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG zarządzany systemem RMCS. Opracowanie własne.

### 17.4. System RMCS w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG

Program RMCS zarządza całym procesem wzorcowania od momentu przyjęcia zlecenia, poprzez realizację procedury, aż do wydania świadectwa wzorcowania. Realizacja procesu wzorcowania, wspomagana komputerowym oprogramowaniem RMCS, daje większą wydajność, wiarygodne wyniki pomiarów, kompleksową dokumentację oraz niższe koszty pracy. Program RMCS przeznaczony jest do współpracy z komparatorami masy RADWAG. Umożliwia przeprowadzanie procesów wzorcowania metodami ABBA i ABA.

## Schemat działania systemu RMCS:



Rysunek 27. Schemat działania programu RMCS. Opracowanie własne.

### AD. 1. ZLECENIE

Po otrzymaniu zlecenia pracownik Laboratorium wprowadza wszystkie dane dotyczące obiektu wzorcowania, takie jak:

- dane Zleceniodawcy
- dane Użytkownika
- dane obiektu wzorcowanego (wzorzec masy, odważnik, obciążnik itp., numer fabryczny, producent, specyfikacja: pojedynczy lub komplet – jeśli komplet wprowadzenie zawartości kompletu, materiał, kształt
- inne dane (termin, cena itp.)
- sposób dostarczenia przyrządu po wzorcowaniu.

Wykorzystuje w tym celu istniejące w Systemie bazy obiektów wzorcowanych, zleceniodawców i użytkowników

### AD. 2. PRZYGOTOWANIE ZADANIA

Na podstawie otrzymanego i wprowadzonego do systemu *zlecenia*, pracownik Laboratorium za pomocą Systemu RMCS przygotowuje odpowiednie zadania do wykonania przez odpowiednich pracowników. Wykorzystuje w tym celu bazy:

- komparatorów wraz z przypisanymi charakterystykami metrologicznymi,
- wzorców odniesienia wraz z przypisanymi charakterystykami metrologicznymi.
- pracowników z przypisanymi zakresami kompetencji.

Po zakończeniu przygotowania zadania i wprowadzeniu wszystkich danych obiektów wzorcowanych oraz wyznaczeniu pracownika wykonującego zadanie, program przygotowuje komparatory

zainstalowane w Laboratorium do realizacji zadań. Pracownik poprzez panel dotykowy komparatora komunikuje się z komputerem centralnym, gdzie po zakończeniu zadania wysyłane są wszystkie wyniki pomiarów z poszczególnych komparatorów.

### **AD. 3. REALIZACJA ZADANIA**

Po zatwierdzeniu Zlecenia do realizacji System RMCS wysyła plan zadań do poszczególnych komparatorów. Komparatory na wyświetlaczach mają przygotowane kolejne pozycje do realizacji.

Operator realizuje Zlecenie na danym komparatorze wg ustalonej procedury:

- przed przystąpieniem do pomiarów program automatycznie zapisuje godzinę rozpoczęcia, temperaturę, wilgotność oraz ciśnienie atmosferyczne ze współpracującego z programem „Modułu środowiskowego”. Po zatwierdzenie godziny rozpoczęcia i warunków środowiskowych przez pracownika wykonującego pomiary, pracownik przystępuje do pomiarów wg obowiązującej w procedury wzorcowania.
- po zakończeniu pomiarów program automatycznie zapisuje godzinę zakończenia, temperaturę, wilgotność oraz ciśnienie atmosferyczne ze współpracującego z programem „Modułu środowiskowego”.
- po zatwierdzeniu wszystkich pomiarów danego obiektu pracownik zatwierdza wyniki i program automatycznie pobiera je do Zlecenia, gdzie wykonują się wszystkie obliczenia oraz przygotowuje się Świadectwo wzorcowania
- Program rejestruje również aktualne warunki środowiskowe w laboratorium oraz ma możliwość blokowania urządzeń w przypadku przekroczenia wartości dopuszczalnych parametrów środowiskowych.

### **AD. 4. Zakończenie zadania – zamknięcie zlecenia**

System po zebraniu wszystkich wyników pomiarów z danego obiektu lub kompletu obiektów przygotowuje projekt świadectwo wzorcowania. Upoważniony pracownik dokonuje sprawdzenia wyników pomiarów i przygotowanego przez System projektu świadectwa wzorcowania.

Po sprawdzeniu wyników pomiarów upoważniony pracownik zatwierdza wyniki pomiarów /protokół pomiarów/ oraz projekt świadectwa wzorcowania.

Świadectwo wzorcowania jest wydrukowane i przedstawione kierownikowi laboratorium do zatwierdzenia, protokół pomiarów w wersji elektronicznej wraz z elektroniczną wersją świadectwa wzorcowania jest zapisywany w bazie Zleceń /Rejestr zleceń/.

### **AS. 5. Archiwizacja**

Archiwum programu przechowuje wszystkie protokoły wzorcowania, zlecenia, świadectwa wzorcowania oraz wyniki pomiarów środowiskowych.

Program prowadzi również nadzór metrologiczny nad wszystkimi wzorcami odniesienia oraz komparatorami będącymi na wyposażeniu laboratorium.

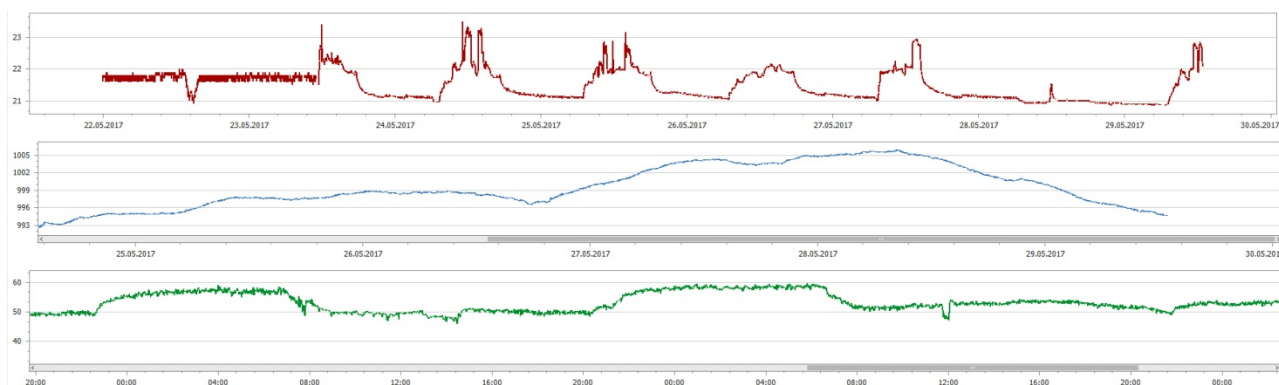
## 17.5. System monitoringu THB

Zapewnienie optymalnych warunków środowiskowych w Laboratorium Pomiarowym Centrum Metrologii RADWAG jest wymogiem normatywnym oraz gwarancją precyzyjnych wyników uzyskiwanych w procesach komparacji. System monitoringu THB działający w Laboratorium zapewnia stałą kontrolę warunków środowiskowych w miejscach użytkowania komparatorów we wszystkich pomieszczeniach laboratoryjnych. W czasie rzeczywistym dokonuje pomiarów temperatury, wilgotności i ciśnienia oraz oblicza gęstość powietrza. Pomiary na poszczególnych stanowiskach dokonywane są za pomocą czujników lokalnych – Modułów Środowiskowych THB.



Pomiar temperatury, wilgotności oraz ciśnienia podczas komparacji

Dzięki łączności Modułu z komparatorem, aktualny stan poszczególnych pomiarów oraz powiadomienia o wartościach krytycznych są wyświetlane bezpośrednio na ekranie urządzenia.



Rysunek 28. Monitoring warunków środowiskowych w programie RMCS. Opracowanie własne.



Wyniki pomiarów poszczególnych Modułów THB są przekazywane w czasie rzeczywistym do Rejestratora THB-R. Rejestrator obsługuje wszystkie czujniki (maksymalnie może ich być 16), zapewniając nadzór on-line w wielu punktach w zasięgu aż do 1200 m. Oprogramowanie THB-Multi pozwala na wyświetlanie wyników pomiarów na ekranie komputera. Program oferuje analizę danych, tworzenie raportów i wykresów oraz zapis pomiarów w bazie danych.

## **17.6. Wyposażenie laboratorium pomiarowego centrum metrologii RADWAG**

Laboratorium Pomiarowe Centrum Metrologii RADWAG stosuje komparatory automatyczne:

- UMA 5 - w zakresie od 1 mg do 500m g dla klas dokładności E1 i niższych
- UMA 100 oraz AK-4/100 - w zakresie od 1 g do 100 g dla klas dokładności E2 i niższych,
- AK- 4/500 - w zakresie od 200 g do 500 g dla klas dokładności E2 i niższych,
- AK-4/1000 - w zakresie od 500 g do kg g dla klas dokładności E2 i niższych,
- AK-4/5000 - w zakresie od 2 kg do 5 kg dla klas dokładności F1 i niższych, oraz
- AKM-2/20 - w zakresie od 10 kg do 20 kg dla klas dokładności F1 i niższych.

Przy wzorcowaniu niższych klas wzorców i odważników oraz przy adjustacji Laboratorium stosuje komparatory manualne produkcji:

- UYA 5.4Y.KO - w zakresie od 1 mg do 5 g dla klas dokładności E2 i niższych,
- WAY 500.4Y.KO - w zakresie od 200 g do 500 g dla klas dokładności F1 i niższych,
- WAY 1.4Y.KO - w zakresie od 200 g do 1 kg dla klas dokładności F1 i niższych,
- WAY 2.4Y.KO - w zakresie od 500 g do 1 kg dla klas dokładności F1 i niższych,
- WAY 5.4Y.KO - w zakresie od 2 kg do 5 kg dla klas dokładności F1 i niższych.

Przy wzorcowaniu i adjustacji wzorców masy i odważników większych nominałów od 10 kg do 1000 kg Laboratorium stosuje komparatory manualne:

- APP 25 4Y.KO - w zakresie od 10 kg do 25 kg dla klas dokładności M1 i niższych,
- APP 25 4Y.KB mobilny - w zakresie od 10 kg do 25 kg dla klas dokładności M1 i niższych – do wzorcowania w terenie (poza siedzibą laboratorium),
- APP 64.4Y.KO - w zakresie 50 kg dla klas dokładności M1 i niższych,
- HRP 200 4Y.KO - w zakresie od 50 kg do 200 g dla klas dokładności M1 i niższych,
- HRP 1000 4Y.KO - w zakresie od 500 kg do 1000 g dla klas dokładności M1 i niższych.

Do nakładania ciężkich wzorców masy Laboratorium stosuje bardzo precyzyjną suwnicę, umożliwiającą podnoszenie i opuszczanie odważników z prędkością minimalną 0,7 m/min. Dzięki temu pomiary są bardzo dokładne i precyzyjne.

Aby zapewnić odpowiednie warunki środowiskowe, Laboratorium zostało wyposażone w odpowiedni system klimatyzacji opracowany przez inżynierów RADWAG, który zapewnia warunki środowiskowe w zakresie stabilności temperatury powietrza  $\max \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$  na 12 godzin, a wilgotności względnej stabilność utrzymywana jest na poziomie  $\max \pm 2 \%$  na 12 godzin. Warunki środowiskowe są rejestrowane w sposób ciągły poprzez System THB.

## **17.7. Korzyści dla laboratorium dzięki automatyzacji i informatyzacji procesu**

Laboratorium Pomiarowe Centrum Metrologii RADWAG, dzięki optymalizacji procesu wzorcowania poprzez jego automatyzację i informatyzację, pozwoliło uzyskać najlepsze zdolności pomiarowe dla wzorcowanych obiektów aż do 20 kg. Odpowiednie wyposażenie pomiarowe, oprócz zasobów lokalowych i środowiskowych, stanowi podstawowy element zapewniający wysoką dokładność (małą niepewność) realizowanych pomiarów.

Odpowiednia realizacja procesu wzorcowania, jego zarządzanie i dokumentowanie wraz z wykonywaniem wszystkich obliczeń, stanowią podstawę zapewnienia wiarygodnych wyników pomiarów. Powinna też istnieć możliwość odtworzenia całego procesu wzorcowania, zapisanego w archiwum. Dzięki zastosowaniu Systemu RMCS Laboratorium Pomiarowe Centrum Metrologii RADWAG minimalizuje ryzyko wykonania pomiarów niezgodnych z wymaganiami przy jednoczesnym prostym dostępie do zasobów archiwalnych.

Automatyzacja i informatyzacja procesu ma też duże znaczenie ze względu na ilość wykonywanych wzorcowań. Obecnie Laboratorium wykonuje kilkadziesiąt tysięcy wzorcowań rocznie, dlatego zachowanie stałej jakości metrologicznej i operacyjnej możliwe jest dzięki automatyzacji i informatyzacji całego procesu. Zasoby ludzkie stanowią bardzo ważny element całego systemu, dlatego nie można o nich nie wspomnieć. Kompetencje personelu Laboratorium są cały czas weryfikowane działaniami wewnętrznymi i zewnętrznymi (audyty PCA) oraz podnoszone poprzez udział w różnego rodzaju szkoleniach, seminariach i konferencjach. Doświadczenie naszych pracowników jest doceniane przez różne gremia. Nasi pracownicy biorą udział w pracach różnych organizacji i zespołów opiniotwórczych w zakresie metrologii i systemów zarządzania.

## **18. Nauka i RADWAG**

W ostatnich latach działania firmy daleko wykraczają poza jej dotychczasowy podstawowy zakres, jakim jest projektowanie, produkcja i sprzedaż wag i urządzeń ważących. RADWAG jako czołowy polski producent wag włączył się czynnie w dyskusję dotyczącą teoretycznych i praktycznych problemów związanych z pomiarami a szczególnie z pomiarami masy. Jednym z ważnych zagadnień, szeroko dyskutowanych w Polsce w ostatnich latach, są problemy dotyczące struktur organizacyjnych metrologii naukowej i powiązanej dziś z nimi strukturami metrologii prawnej.

RADWAG działa również w ogólnopolskich i zagranicznych gremiach zajmujących się problematyką metrologiczną i biznesową. Działania koncentrują się głównie na zastosowaniu metrologii w praktyce, ze szczególnym uwzględnieniem komparatorów masy. Ważne jest dla nas doradztwo w zakresie prawidłowego doboru urządzeń względem potrzeb i wymagań, właściwego zrozumienia parametrów technicznych podawanych w kartach katalogowych, sposobów dokonywania obliczeń i analiz wyników uzyskanych podczas pomiarów, nadzór nad posiadaniem sprzętem pomiarowym, oceną wpływu warunków środowiskowych na jakość pomiarów, itp.

RADWAG od wielu lat uczestniczy w konferencjach naukowo-technicznych, organizowanych na całym świecie. Współpracuje również z wieloma urzędami oraz organizacjami związanymi z metrologią. Należą do nich między innymi:



Ministerstwo Rozwoju

#### **Grupa Konsultacyjna ds. Metrologii przy Ministrze Rozwoju**

została powołana w roku 2007 z inicjatywy ówczesnego Ministra Gospodarki. Jej podstawowym zadaniem jest przygotowanie założeń i przeprowadzenie wszelkich działań zmierzających do zmiany systemu metrologicznego w Rzeczypospolitej Polskiej



#### **Konsultacyjne Zespoły Metrologiczne ds. Technologii i Systemów Przemysłowych oraz ds. Regulacji Rynku przy Prezesie Głównego Urzędu Miar**

Grupy zostały powołane w roku 2016 z inicjatywy kierownictwa Głównego Urzędu Miar.



#### **Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB**

Pracownicy Centrum Metrologii uczestniczą w pracach następujących Sekcji i Komisji Klubu POLLAB:

- Komisja ds. Metrologii,
- Komisja ds. Auditorów,
- Sekcja Laboratoriów wzorcujących



#### **Polski Komitet Normalizacyjny**

Przedstawiciel Centrum Metrologii uczestniczy w pracach działającego przy PKN Komitetu Technicznego KT nr 257 ds. Metrologii.

Działając w Komitecie Technicznym PKN Centrum Metrologii ma możliwość wyrażania opinii co do zakresu prac normalizacyjnych

## ZAŁĄCZNIK 1

Table 1 Maximum permissible errors for weights ( $\pm \delta m$  in mg)

Nominal value*	Class E <sub>1</sub>	Class E <sub>2</sub>	Class F <sub>1</sub>	Class F <sub>2</sub>	Class M <sub>1</sub>	Class M <sub>1-2</sub>	Class M <sub>2</sub>	Class M <sub>2-3</sub>	Class M <sub>3</sub>
5 000 kg			25 000	80 000	250 000	500 000	800 000	1 600 000	2 500 000
2 000 kg			10 000	30 000	100 000	200 000	300 000	600 000	1 000 000
1 000 kg		1 600	5 000	16 000	50 000	100 000	160 000	300 000	500 000
500 kg		800	2 500	8 000	25 000	50 000	80 000	160 000	250 000
200 kg		300	1 000	3 000	10 000	20 000	30 000	60 000	100 000
100 kg		160	500	1 600	5 000	10 000	16 000	30 000	50 000
50 kg	25	80	250	800	2 500	5 000	8 000	16 000	25 000
20 kg	10	30	100	300	1 000		3 000		10 000
10 kg	5.0	16	50	160	500		1 600		5 000
5 kg	2.5	8.0	25	80	250		800		2 500
2 kg	1.0	3.0	10	30	100		300		1 000
1 kg	0.5	1.6	5.0	16	50		160		500
500 g	0.25	0.8	2.5	8.0	25		80		250
200 g	0.10	0.3	1.0	3.0	10		30		100
100 g	0.05	0.16	0.5	1.6	5.0		16		50
50 g	0.03	0.10	0.3	1.0	3.0		10		30
20 g	0.025	0.08	0.25	0.8	2.5		8.0		25
10 g	0.020	0.06	0.20	0.6	2.0		6.0		20
5 g	0.016	0.05	0.16	0.5	1.6		5.0		16
2 g	0.012	0.04	0.12	0.4	1.2		4.0		12
1 g	0.010	0.03	0.10	0.3	1.0		3.0		10
500 mg	0.008	0.025	0.08	0.25	0.8		2.5		
200 mg	0.006	0.020	0.06	0.20	0.6		2.0		
100 mg	0.005	0.016	0.05	0.16	0.5		1.6		
50 mg	0.004	0.012	0.04	0.12	0.4				
20 mg	0.003	0.010	0.03	0.10	0.3				
10 mg	0.003	0.008	0.025	0.08	0.25				
5 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20				
2 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20				
1 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20				

## LITERATURA

- [1] Bettin H. , Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), S Schlamminger, National Institute of Standards and Technology (NIST) „Realization, maintenance and dissemination of the kilogram in the revised SI", Metrologia 53 (2016) A1–A5
- [2] Chung J., Ryu K., Davis R. “Uncertainty analysis of the BIPM susceptometer”, Metrologia 38 (2001), pp. 535-541.
- [3] Davis R., “New method to measure magnetic susceptibility”, Meas. Sci. Technol. 4, 141–147 (1993).
- [4] Davis R., “Determining the magnetic properties of 1 kg mass standards”, J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 100, 209 (1995).
- [5] Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments EURAMET/cg-18/v.02, January 2009
- [6] Janas S. „Metrology in laboratory – measurement mass and derived values” Radwag, 2015
- [7] Janas S. „Micro scale measurements”, Radwag 2014,
- [8] Fujii K., Bettin H., Becker P., Massa E., Rienitz O., Pramann A., Nicolaus A., Kuramoto N., Busch I. , Borys M. „Realization of the kilogram by the XRCD method", Metrologia 53 (2016) A19–A45
- [9] Lu H., Chang C., “Evaluating the magnetic property of one kilogram mass standard in Center for Measurement”, APMF'2003 Proceedings, pp. 57-60.
- [10] Mohr P J, Newell D B and Taylor B N 2016 CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2014 Rev. Mod. Phys. (arXiv:1507.07956)
- [11] Myklebust, T. 1997 “Intercomparison: Measurement of the volume magnetic susceptibility and magnetization of two cylindrical (kg) weights. EUROMET project 324”, Justervesenet (NO).
- [12] Myklebust, T., Davis R., “Comparison between JV and BIPM to determine the volume susceptibility of one 20 g weight and two 1 g weights”, Justervesenet (1996).
- [13] Myklebust T., Källgren H., Lau P., Nielsen L., Riski K., “Testing of weights: Part 3 - Magnetism and convection”, OIML Bulletin, Vol. XXXVIII, No. 4 (1997) 5.
- [14] OIML D 28 „Conventional value of the result of weighing in air" Edition 2004 (E)
- [15] OIML R 111-1 „Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3, Part 1: Metrological and technical requirements”
- [16] Pan Sheau-shi, Lu H., Chang C., "Instruments used for measuring the magnetic properties of one kilogram mass standard in Center for Measurement Standards (CMS)", TC3 IMEKO'2005 Proceedings, pp. 1-7.
- [17] Robinson I., Schlamminger S. „The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass", Metrologia 53 (2016) A46–A74
- [18] Richard P., Fang H., Davis R., „Foundation for the redefinition of the kilogram", Metrologia 53 (2016) A6–A11
- [19] Stock M. „The watt balance: determination of the Planck constant and redefinition of the kilogram", Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Pavillon de Breteuil

Downloaded from <http://rsta.royalsocietypublishing.org/> on March 13, 2017



**RADWAG®** RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE  
ZAAWANSOWANE TECHNOLOGIE WAGOWE

[www.radwag.pl](http://www.radwag.pl)