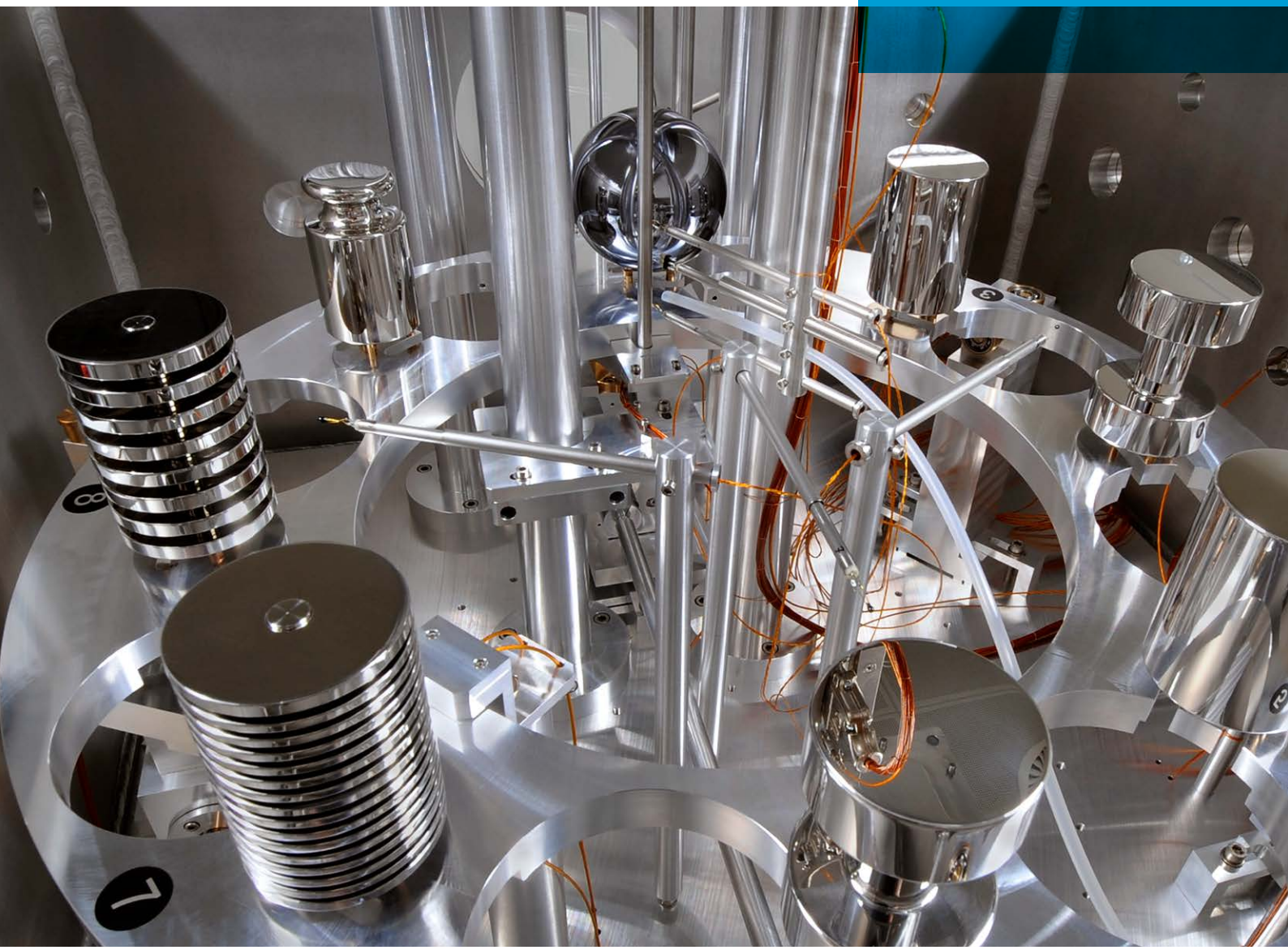
Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin
Национальный институт метрологии

МЕЖДУНАРОДНОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО



Создание лаборатории массы

Помещение, оборудование и тренинг

Мартин Фирлус

Сотрудничество Германии
DEUTSCHE ZUSAMMENARBEIT

	Введение	3
	Создание лаборатории массы	4
1.	Требования к помещению для измерений	4
2.	Установка компараторных весов	5
3.	Приборы для измерения плотности воздуха	5
4.	Компараторные весы	6
5.	Гири	7
6.	Персонал	7
7.	Интервалы калибровки гирь	8
	Заметки	10
	Информация о публикации	12

On behalf of

Federal Ministry
for Economic Cooperation
and Development

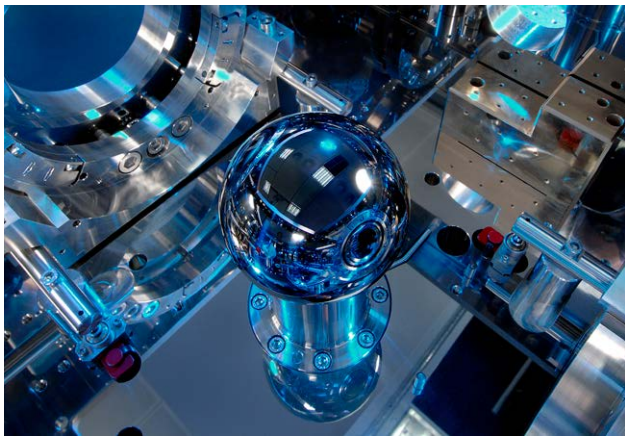
По поручению правительства Германии Федеральный физико-технический институт содействует улучшению рамочных условий для экономической, социальной и экологической деятельности и в связи с этим поддерживает развитие инфраструктуры качества.

Департамент международного сотрудничества PTB хотел бы поблагодарить Мартина Фирлуса за его готовность пересмотреть эту публикацию через десять лет после ее первой публикации.

Введение

16 ноября 2018 года новая Международная система единиц (СИ) была одобрена национальными метрологическими институтами в Версале.

Справочная система, которую мы используем для того, чтобы «измерить мир», четко определена. Например, время делится на секунды, длина на метры, масса на килограммы. Международная система единиц (СИ) поддерживается почти 100 государствами, и поэтому имеет глобальный успех. В настоящее время СИ находится в процессе существенной реорганизации, чтобы соответствовать всем научным и техническим вызовам XXI века.



Эта силиконовая сфера весит ровно один килограмм на атоме

Килограмм в буквальном смысле устарел за эти годы. До середины ноября 2018 года он соответствовал килограмму конца 19-го века, а именно массе конкретного металлического цилиндра, находящегося в хранилище офиса Международного бюро мер и весов (МБМВ) под Парижем. Каждый килограмм веса в мире основан на этом прототипе килограмма. И не только это: многие другие единицы измерения, такие как моль или ампер, зависят от него. Если имеется проблема с килограммом, значит, есть проблема и с другими зависимыми единицами. Проблемы определения килограмма возникают потому, что килограмм является материальной мерой, а каждый макроскопический объект в этом мире меняется. Прототип килограмма и национальные копии членов Метрической конвенции не исключения из этого правила. Поэтому сегодня утверждение, что никто точно не знает, насколько тяжелым является килограмм с точностью до микрограмма, противоречит определению, но описывает проблему достаточно адекватно. Эти обстоятельства побудили метрологов найти решение этой проблемы.

Два эксперимента, основанные на разных принципах, были задуманы для создания стабильного будущего килограмма. В первом подходе сила тяжести, которая действует на вес, компенсируется электромагнитной силой. Этот метод использует несколько электриче-ских квантовых эффектов, таким образом в результате эксперимента, так называемого «эксперимента с «ватт-балансом» (также известного как эксперимент с балансом Киббла), вычисляется значение постоянной Планка h. Эксперты, задействованные в этом эксперименте, работают в Канаде, США, Англии, а сегодня также в PTB.

Альтернативный эксперимент, который является предпочтительным для PTB, связывает макроскопическую массу с массой атома. Подсчет чрезвычайно большого числа атомов возможен только в том случае, если атомы находятся в высоко упорядоченной структуре, а именно в монокристаллической структуре. В этом эксперименте (который называют «экспериментом Авога-дро», поскольку в результате он приводит к расчету постоянной Авогадро) используется хрустальный шар из изотопически чистого кремния, который в качестве исходного материала был сконцентрирован в десяти тысячах центрифуг. Несмотря на научную конкуренцию между этими двумя экспериментами, в конечном итоге они должны иметь общую основу: только если результаты обоих экспериментов согласуются друг с другом, путь к новому килограмму будет открыт.

Тем не менее, для данного руководства по созданию лаборатории массы неважно, является ли в конечном итоге кремниевая сфера или весы Ватта (баланс Киббла) основой для измерения массы.

Создание лаборатории массы

Точность и надёжность результатов взвешивания тесным образом связаны с местом установки компараторных весов, применяемыми гирями, условиями в помещении, где проводятся измерения, и квалификацией сотрудников. Место установки компараторных весов (помещение, где проводятся измерения) должно быть оборудовано так, чтобы мешающие воздействия от окружения (напр., сотрясения, климатические воздействия) оказывали минимальное влияние на результат измерений.

1. Требования к помещению для измерений

1.1. Пол должен позволять надежную установку столов для весов по возможности без сотрясений.

Для этого необходимо отделить зону установки стола для весов от остального пола (разделительный шов). Это делается для предотвращения воздей-ствия ударных шумов на компараторные весы и, тем самым, на результат взвешивания. Разделительный шов следует снова заделать при помощи подходящих изолирующих и герметизирующих средств.

Покрытие пола должно быть таким, чтобы не возникало дополнительного загрязнения от истирания и обеспечивалась оптимальная уборка (покрытие из ПВХ или гладкой каменной плитки).

1.2. Помещение для измерений не должно иметь окон (предотвращение воздействия солнечных лучей) и должно иметь только один вход (во избежание сквозняков). Стены помещения рекомендуется покрасить нестираемой стенной краской, не содержащей растворителей. Подходящая обшивка стен благодаря изолирующим свойствам также улучшает качество измерительного помещения.

1.3. Вид и продолжительность освещения измерительного помещения зависит от применяемой установки кондиционирования воздуха. Кондиционер, однако, следует устанавливать на достаточном расстоянии от стола с весами, чтобы свести к минимуму мешающее воздействие теплового излучения на компараторные весы и гири. Ежедневное включение и выключение светильников влияет на температуру в помещении для измерений и приводит к нежелательным колебаниям температуры. Поэтому светильники должны оставаться постоянно (круглосуточно) включёнными.

1.4. Установка компараторных весов, а также калибровка гирь, производится при стабильных окружающих условиях. Для обеспечения таких неизменных ус-ловий в помещениях для измерений необходим кондиционер.

Температуру и относительную влажность воздуха при существующем давлении окружающего воздуха следует регулировать согласно рекомендациям МОЗМ[1] r 111 (см. 3.1). В любом случае необходимо следить за тем, чтобы окружающие условия соответствовали указываемым фирмой-изготовителем спецификациям к весам. Температура, например, должна находиться в диапазоне между 18 °C и 27 °C. По относительной влажности воздуха обычно рекомендуются значения от 40 % до 60 %, так как значения ниже 40 % могут приводить к электростатическому заряду, а значения свыше 60 % – к коррозии.

1 МОЗМ (OIML) – Международная организация законодательной метрологии (Organisation Internationale de Métrologie Légale)

2. Установка компараторных весов

2.1. Компараторные весы следует устанавливать на столы, которые:

- n передают как можно меньше вибраций (что достигается за счёт большого собственного веса),
- n не прогибаются (большая прочность и толщина материала),
- n являются немагнитными (не применять сталь)
- n и антистатичными (не применять пластмассу или стекло).

2.2. Для установки компараторных весов требуются столы достаточно больших размеров. Стол должен служить исключительно как рабочее место для компара-торных весов, и не для каких иных целей.

В лабораториях массы часто используются столы для весов из камня с полированной поверхностью.

Благодаря большому собственному весу они стоят очень прочно, а полированные поверхности позволяют оптимальную очистку.

3. Приборы для измерения плотности воздуха

3.1. Проведение калибровки требует регистрации параметров плотности воздуха (температура, относительная влажность и давление воздуха).

В международной рекомендации МОЗМ r 111 (2004), приложение C, раздел C.2, таблица C.1, приведены рекомендуемые значения для различных классов точности.

Необходимо следить за тем, чтобы неопределённости применяемых измерительных приборов, определяющие неопределенность плотности воздуха, вошли в общую неопределённость результата взвешивания.

3.2. Если, напр., калибровки проводятся по классу точности E2, то параметры плотности воздуха можно было бы определить с помощью следующих прослеживаемых измерительных приборов (d = разрешающая способность):

- n стеклянный термометр; d = 0,01 °C или
- n электрический термометр сопротивления, d = 0,01 °C,
- n электрический емкостной датчик влажности, d = 1 % или
- n психрометр Ассманна, d = 0,1 °C,
- n барометр-анероид, d = 0,5 мбар или
- n электронный барометр, d = 0,1 мбар.

3.3. Определение данных параметров плотности воздуха всегда следует выполнять до калибровки.

В рекомендации МОЗМ r 111 указаны температурные параметры, превышать которые не рекомендуется.

Контроль соблюдения этой рекомендации во время калибровки возможен только в том случае, когда температура регистрируется непосредственно на месте измерения (напр., около компараторных весов). Обязательно необходимо также избегать изменения температуры. Зато для регистрации относительной влажности давления воздуха достаточно замерить значения в помещении, где проводятся измерения.

3.4. Для соответствия рекомендациям МОЗМ r 111 по температуре и относительной влажности воздуха, все данные измерений плотности воздуха следует постоянно регистрировать. Благодаря электронной регистрации данных, сохраняемые результаты измерений можно в любое время открыть и, в случае необходимости представить в форме графика. Возможна и более простая регистрация с помощью механических самописцев барабанного типа. Для классов точности от E2 до m3 такой регистрации достаточно. Необходимо следить за тем, чтобы изменения (в течение 12 часов по температуре и в течение 4 часов для относительной влажности воздуха) соответствовали рекомендуемым значениям в таблице C.1.

3.5. Для определения плотности воздуха имеет значение географическое положение лаборатории массы (в особенности высота над уровнем моря).

Так, местная плотность воздуха не должна отличаться от расчётной эталонной плотности воздуха (1,2 кг м$^{-3}$) больше, чем на 10 %.

Если отклонения составляют больше 10 %, в массу необходимо внести поправку на уравновешивающий груз.

4. Компараторные весы

4.1. При выборе компараторных весов следует учитывать требуемые метрологические характеристики в соответствии со списком желаемых аспектов. Нужно обращать внимание на следующие характеристики:

- n какие номинальные значения должен охватывать диапазон измерений компараторных весов
- n какой класс точности гирь предстоит калибровать
- n какая требуется разрешающая способность и максимальная нагрузка
- n нужна ли автоматическая калибровка со встроенной калибровочной гирей
- n воспроизводимость
- n линейность
- n простое управление и удобное считывание результатов
- n обычная уборка весовой комнаты

4.2. Если, напр., нужно проводить калибровки гирь в пределах от 1 мг до 10 кг класса точности E2, то на практике хорошо показало себя распределение номинальных значений по четырём компараторным весам. Можно представить себе компараторные весы со следующей спецификацией:

Макс. нагрузка	Показание прибора	Номин. значение
5 г	0,0001 мг	от 1 мг до 5 г
100 г	0,001 мг	от 10 г до 100 г
1 кг	0,01 мг	от 100 г до 1 кг
10 кг	0,1 мг	от 1 кг до 10 кг

4.3. Исходя из класса точности, компараторные весы следует выбирать таким образом, чтобы исходящая от них доля неопределённости в общем результате взвешивания находилась в сбалансированном соотношении. Основная доля неопределенности компараторных весов рассчитывается из их стандартного отклонения (s). В первом приближении для значения стандартного отклонения можно принять значение, указанное в спецификации изготовителя.

Следует, однако, иметь в виду, что это значение является определяющим для наименьшего номинального значения. Оно не должно превышать величины, составляющей 30 % от комбинированной стандартной неопределённости u_c (k = 1).

Пример:

1 мг E2, $U_{(k=2)}$ = 0,002 мг

u_c = U / 2 = 0,002 мг / 2 = 0,001 мг

s = 0,3 x 0,001 мг ≤ 0,0003 мг

5. Гири

5.1. Важным условием сопоставимости и обьяснимости результатов измерений является их воспроизводимость. Необходимо, в частности, обеспечить совпадение показаний различных компараторных весов. Требуемые для этого гири должны путём сравнительных измерений с национальными эталонами гарантировать прослеживаемость к Международному прототипу килограмма.

В рекомендации МОЗМ r 111 гири классифицируются по классам точности. Там подробно описаны требования к отдельным классам точности (напр., свойства материала, структура поверхности и пр.).

5.2. Гири применяются для калибровки весов или для калибровки гирь более низкого класса точности. Класс точности является обозначением класса для гирь, отвечающих определённым метрологическим требованиям с целью обеспечения того, чтобы значения массы находились в установленных пределах. Так, напр., гири класса точности E1 можно использовать для калибровки гирь класса точности E2.

5.3. Наборы гирь, требуемые для калибровочной лаборатории, следует иметь соответственно в двух экземплярах по каждому номинальному значению массы. Тогда всегда можно проводить калибровку и в тех случаях, когда какая-либо из гирь повреждена или набор гирь отдан на рекалибровку.

5.4. Наборы гирь, применяемые для калибровки других наборов гирь, следует хранить под стеклянными колпаками (напр., защита от загрязнений из-за пыли) в запираемых на ключ лабораторных шкафах.

6. Персонал

6.1. Лаборатория должна иметь руководящий и технический персонал, образование и квалификация которого отвечает требованиям калибровочной лаборатории.

Высшее образование в области естественных или технических наук (напр., машиностроение, физика) является необходимым предварительным условием для руководящего персонала калибровочной лаборатории.

6.2. Курсы обучения и усовершенствования в других государственных институтах или аккредитованных калибровочных лабораториях способствуют повышению квалификации при применении международных стандартов и рекомендаций (напр., Ea[1]), МОЗМ).

6.3. Основательное обучение обслуживающего персонала является предпосылкой для правильной процедуры измерений и решающим образом влияет на качество результата измерений. Следует регулярно проводить обучение и курсы повышения квалификации в собственной калибровочной лаборатории. Дополнительное обучение на имеющемся измерительном оборудовании позволит углубить и укрепить практические и теоретические знания.

6.4. Если в стране имеются другие калибровочные лаборатории, то следует организовывать семинары для обучения и повышения квалификации сотрудников (проводимые руководством национальной калибровочной лаборатории). Это позволит достичь и обеспечить непрерывное повышение стандартных требований к качеству калибровочной лаборатории.

Список требований, которые необходимо учитывать:

- МОЗМ r 111 (2004)
- ISO/IEC 17025:2005
- GUM[2]
- EA 4/07: Traceability of measuring and test equipment to national Standards («Прослеживаемость измерений и испытательного оборудования к национальным эталонам»)

1 Ea = European Co-operation for accreditation (Европейская кооперация по аккредитации)
2 GUM = Guide to the Expression of Uncertainty in measurement (Руководство по выражению неопределенности в измерениях)

7. Интервалы калибровки гирь

Поскольку гири с течением времени испытывают значительные изменения ввиду частого использования, при оценке интервалов калибровки необходимо учитывать внешние воздействия, как, например, хранение или обращение с гирями. Таким образом, при определении интервалов калибровки решающее значение имеет длительной стабильности гирь. В отличие от других измерительных приборов, таких как весы, которые подвергаются ежедневному контролю или ежегодному техобслуживанию, интервалы калибровки гирь не нормированы.

7.1. Влияние на гири

Надлежащее обращение с гирями и их хранение с соблюдением рекомендации МОЗМ r 111 к окружающей среды повышают длительную стабильность гирь и могут способствовать заметному продлению интервалов калибровки (см. Рисунок).

7.2. Предыстория изменения массы

Для того, чтобы установить интервал калибровки, следует собрать и оценить всю информацию о временной характеристике изменения массы одной гири (или набора гирь). При этом первичную калибровку и все последующие повторные калибровки следует выполнять через постоянные промежутки времени. Надёжная оценка поведения дрейфа гири как функции времени возможна только после второй рекалибровки – т.е. при наличии трёх значений.

7.3. Значение E_n

При сравнении значений отдельных калибровок (напр., значения в калибровочных сертификатах) требуется объективная оценка временной характеристики изменения массы гири. Для этого можно использовать расчёт так называемого значения E_n после каждой рекалибровки. то значение E_n является важным критерием для принятия решения о том, что можно или необходимо сделать – оставить интервал рекалибровки без изменений, увеличить или сократить его.

$$|E_n| = \frac{m_{c,n} - m_{c,n-1}}{\sqrt{U_n^2 + U_{n-1}^2}} \leq 1$$

$m_{c,n}$	значение на весах при взвешивании гири в стандартных условиях при n-й калибровке
$m_{c,n-1}$	значение на весах при взвешивании гири в стандартных условиях при (n-1)-й калибровке
U_n, U_{n-1}	неопределённости (k=2)

Влияния на гирю:

Хранение
(футляр, стеклянный колпак)

Климат
(температура, влажность, давление воздуха)

Оператор
(тщательность в работе)

Обращение
(вспомогательные средства)

Поверхность
(материал, шероховатость)

Время
(интервал калибровки)

Пример: 1 кг E1

Первичная калибровка m_0:	1 кг + 0,256 мг	U: 0,160 мг	
1-я рекалибровка m_1:	1 кг + 0,302 мг	U: 0,160 мг	$\lvert E_n \rvert$ = 0,20
2-я рекалибровка m_2:	1 кг + 0,329 мг	U: 0,160 мг	$\lvert E_n \rvert$ = 0,12

7.4. Градация интервалов калибровки

Опыт показывает, что при ограничении интервала калибровки двумя годами на начальном этапе можно за сравнительно короткий срок получить требуемую информацию о характеристике дрейфа гири. Если абсолютная величина значения E_n после повторной рекалибровки заметно меньше единицы ($E_n < 0,6$), то срок калибровки можно увеличить. В этом случае смежные градации были сохранены. Если гири, напр., рабочие эталоны, применяются для калибровки весов и, таким образом, постоянно используются, то необходим интервал калибровки, равный одному году.

Калибровка	**Интервал калибровки**		
	2 года	3 года	4 года
Перв. калибровка			
1-я рекалибровка	x		
2-я рекалибровка	x		
3-я рекалибровка		x	
4-я рекалибровка			x
...			
n-я рекалибровка			x

7.5. Установление интервалов калибровки

Если интервал калибровки желательно продлить, то соответствующему органу, напр., Немецкому органу аккредитации (DakkS), должна быть представлена документация с полным отражением всех данных (протокол калибровок и рассчитанные значения E_n). Если представленные данные соответствуют требованиям, $E_n \leq 1$, то орган аккредитации (DakkS) может принять решение об увеличении интервала калибровки на одну ступень выше.

7.6. Рейтинг

Поскольку грузы подвержены массовым изменениям из-за их использования, возможны значения E_n, которые больше единицы. Если это так ($E_n > 1$), рекомендуется уменьшить интервал калибровки. Необходимо создать критический анализ условий использования этого груза в соответствии с управлением качеством.

Практика показала, что очень продолжительные сроки рекалибровки усложняют оценку дрейфа гири, и передача массы, возможно, происходит со слишком большим отклонением массы. Например, общее изменение массы гири весом в 1 кг при типичном годовом дрейфе 0,02 мг через четыре года составляет 0,08 мг. Для гирь класса точности E1 это уже соответствует максимально допустимой комбинированной стандартной неопределенности u_c = 0,08 мг. По этой причине сроки рекалибровки больше четырёх лет являются нежелательными.

Пример: 1 кг E1

Дата калибровки	Сертификат калибровки №	Взвешивание в стандартных условиях	Неопределённость k = 2	$\lvert E_n \rvert$	Примечание
15.03.2005	PTB-04305	1 кг + 0,256 мг	0,160 мг	–	Перв. калибровка
26.03.2007	PTB-02107	1 кг + 0,302 мг	0,160 мг	0,20	1-я рекалибровка
12.03.2009	DKD-K- ……	1 кг + 0,329 мг	0,160 мг	0,12	2-я рекалибровка

Заметки

Информация о публикации

Издатель
Федеральный физико-технический
институт Германии (ПТБ)
Бундесаллее 100
38116 Брауншвейг
Германия

Ответственный за выпуск
Д-р Марион Штольдт
+49 531 592-9300
marion.stoldt@ptb.de
www.ptb.de/9.3/en

Текст
Мартин Фирлус

Фото
© ПТБ/Фотография

Версия от апреля 2019

Контактная информация

Федеральный физико-технический институт Германии (ПТБ)
Международное Сотрудничество
Д-р Марион Штольдт
Телефон +49 531 592-9300
Факс +49 531 592-8225
www.ptb.de/9.3/en