

Wykorzystanie komparatora próżniowego do przekazywania jednostki miary masy opartej na nowej definicji kilograma

Dissemination of the SI mass unit from the National Prototype of Kilogram using the vacuum mass comparator after the mass unit redefinition

Rafał L. Ossowski (Zakład Mechaniki, GUM)

W artykule omówiono jedną z metod przekazywania jednostki miary masy z wykorzystaniem komparatora próżniowego, po przeprowadzeniu zaplanowanej na rok 2018 redefinicji kilograma. Zatwierdzenie realizacji pierwotnej w oparciu o projekt Avogadro i projekt wykorzystujący wagę wata (Watt balance), pociągnie za sobą konieczność dopracowania spójnych metod przekazywania jednostki miary masy od państwowych wzorców materialnych do wzorców klas niższych oraz do urządzeń, których zasada działania jest powiązana z wyznaczaniem masy – wag lub maszyn wykorzystujących wzorce masy lub obciążniki. Mając na uwadze wzrost niepewności powiązany z redefinicją, nowe metody powinny charakteryzować się większą dokładnością niż metody stosowane obecnie. Właściwym wydaje się być kierunek obrany przez wiodące NMI's w Europie, m.in. PTB oraz CMI, czyli wykonywanie pomiarów masy – przekazywania jednostki miary masy w próżni lub w atmosferze gazów innych niż powietrze.

This article discussed one of the method for the mass dissemination from the national mass standard using the high vacuum mass comparator after the redefinition of the mass unit which was scheduled for 2018. The mass unit redefinition based on the Avogadro project and the Watt balance project requires to develop a new coherent methods for mass dissemination from the national prototypes to the usable and commercial reference mass standards. The new methods should guarantee higher accuracy than the methods which are currently applying. The right direction seems to be the one chosen by the leading NMI's in Europe (like PTB & CMI) consisting in the mass unit dissemination in the vacuum and other gases than air conditions.

20

Wprowadzenie

Wszystko wskazuje na to, że po trwających ponad 12 lat badaniach nad redefinicją jednostki miary masy, której wzorcem jest Międzynarodowy Prototyp Kilogramu IPK (*International Prototype of the Kilogram*) – w 2018 r. zostanie zatwierdzona nowa definicja jednego kilograma, opierająca się na fundamentalnych stałych fizycznych – stałej Plancka oraz pośrednio stałej Avogadra (rys. 1). W działaniach naukowych prowadzonych w światowych ośrodkach metrologicznych (NIST, PTB, NPL, BIPM, NRC, METAS), a poprzedzonych ustaleniami 23. Generalnej Konferencji Miar CGPM (*General Conference on Weight and Measures*) z 2007 r. i bezpośrednio powiązanych z nie-

pokojącymi wynikami porównań kluczowych zakończonych na początku lat 90. [1], odnotowano znaczący postęp. Pod koniec 2014 r. w PTB pracującym nad projektem Avogadro, ogłoszono spełnienie jednego z warunków rekomendowanych podczas 12. posiedzenia CCM w 2010 r. – w założeniach istotne było, aby wartości stałej Plancka i stałej Avogadra, otrzymane w eksperymentach IAC (*The International Avogadro Coordination*) oraz wykorzystujące wagę wata, osiągnęły zgodność na poziomie ufności 95 % [2].

Tym samym otworzono furtkę do sprawdzenia ostatniego z założeń – potwierdzenia zgodności metrologicznej prototypów powstałych w oparciu o realizację pierwotną z IPK. Optymistyczne wyniki z IAC



Rys. 1. IPK – platynowo-irydowy wzorzec 1 kg, wraz z sześcioma kopiami przechowywany w BIPM
źródło: fot. arch. BIPM

stworzyły nowe pole do dalszych badań metrologicznych w obszarze wypracowania spójnych metod dalszego przekazywania jednostki miary masy od wzorców państwowych, wymuszonych „wzrostem” niepewności wzorców materialnych po redefinicji. Z założenia przyjęto, że masy prototypów wyznaczone przed redefinicją nie ulegną zmianie, jednakże zmieni się ich niepewność względna – wzrośnie ona o wartość niepewności wyznaczonej eksperymentalnie stałej Plancka (na podstawie umowy stałej Plancka h , jako stałej odniesienia przypisana zostanie niepewność równa zero), która po redefinicji zostanie przy-

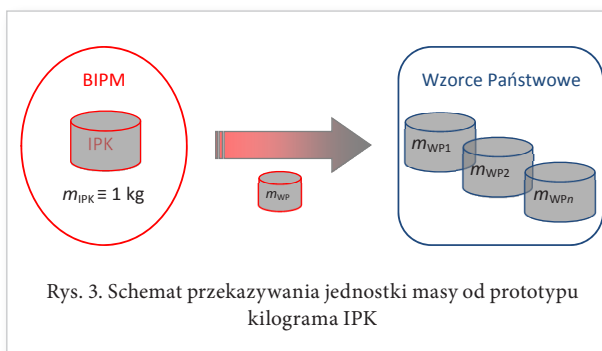
pisana do IPK (rys. 2). W konsekwencji niepewność pochodząca od stałej fizycznej zostanie pośrednio przeniesiona na IPK, oficjalne kopie oraz wzorce niższego rzędu.

Realizacja pierwotna i jej konsekwencje

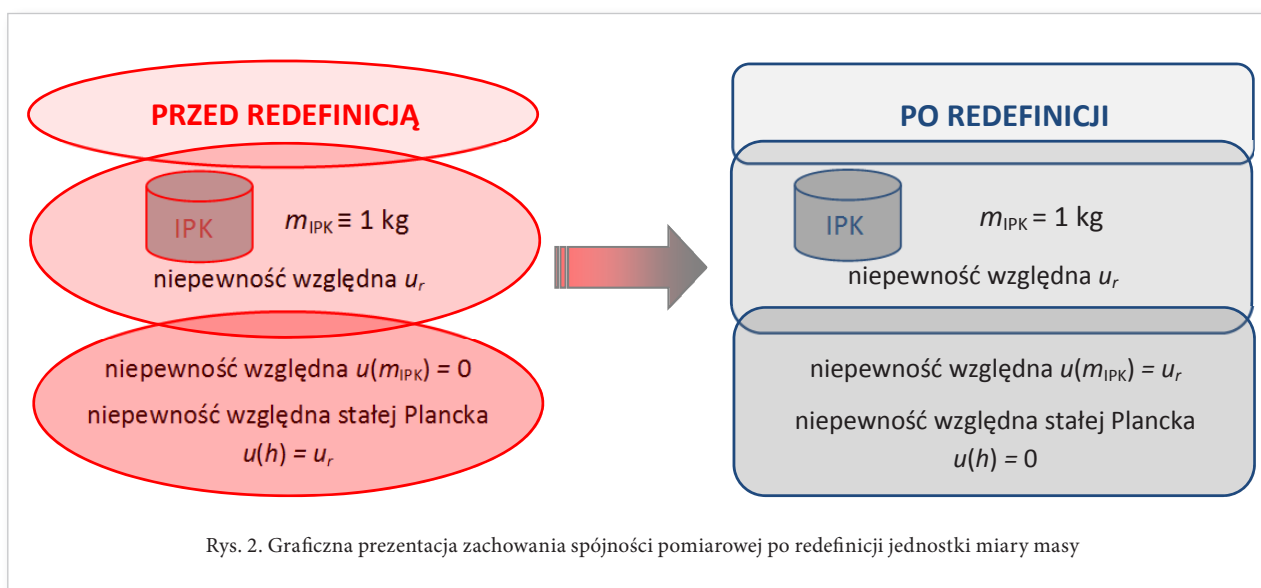
Przekazywanie jednostki masy w wymiarze międzynarodowym

Obecnie przekazywanie jednostki miary masy – 1 kilograma – odbywa się przez odniesienie irydowo-platynowych prototypów krajowych – wzorców państwowych – do wzorca IPK zwanego *Le Grand K* (rys. 3), a stabilność kopii – wzorców państwowych – sprawdzana jest podczas zarządzanych przez BIPM z częstotliwością średnio raz na trzydzieści lat porównań – tzw. wzorcowań oficjalnych kopii IPK.

Opracowane na podstawie analizy obszernej bazy danych pomiarowych z przeprowadzonych w latach 1889–2009 wzorcowań modele matematyczne, które opisują zmiany masy (np. akumulacji zanie-



Rys. 3. Schemat przekazywania jednostki masy od prototypu kilograma IPK



Rys. 2. Graficzna prezentacja zachowania spójności pomiarowej po redefinicji jednostki miary masy

czyszczeń, na skutek czyszczenia, zjawisk powierzchniowych czy zmian stochastycznych), pozwalają na ekstrapolację wartości mas prototypów BIPM z niepewnością 0,008 mg. Analogicznie, w Laboratorium Masy Głównego Urzędu Miar, na podstawie wyników porównań otrzymanych z BIPM, podczas których określono także dryft masy dla kopii nr 51, wyznaczono zależność:

$$m = m_0 + (\Delta m_0 + k \cdot \delta m_D) \quad (1)$$

gdzie:

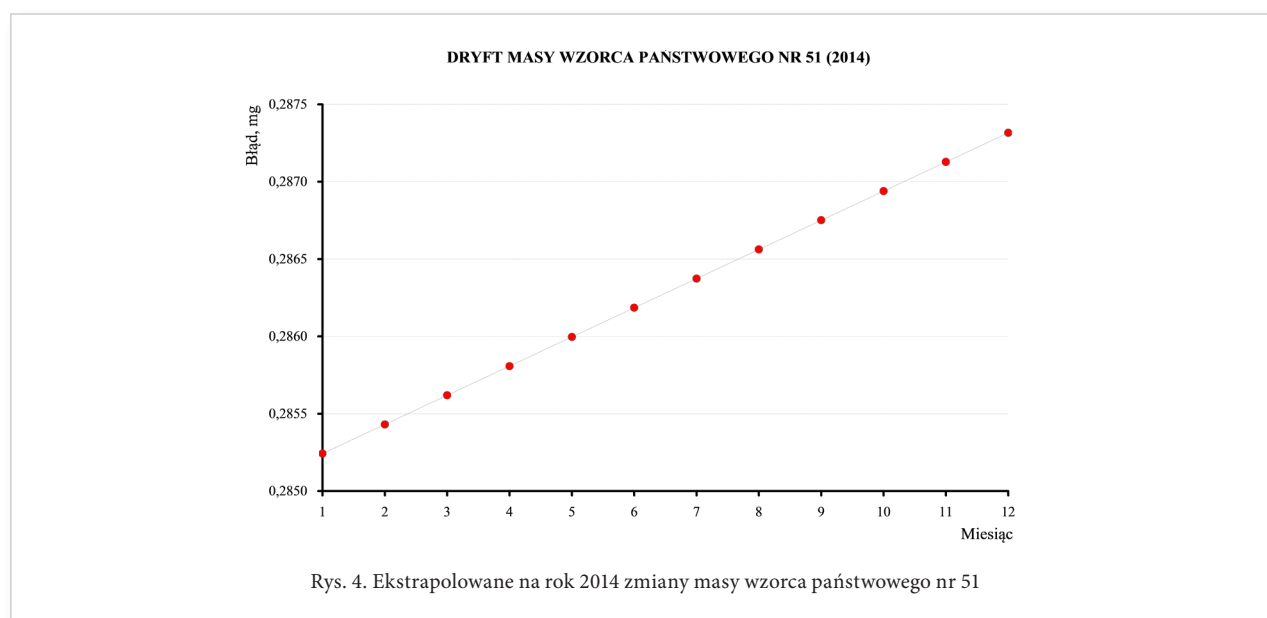
- $m_0, \Delta m_0$ – masa wyrażona w kg i błąd masy wyrażony w mg, pochodzące ze świadectwa wzorcowania wystawionego przez BIPM w dniu 15 kwietnia 1952 r.,
- k – bezwymiarowy współczynnik określający liczbę miesięcy, które minęły od wystawienia świadectwa wzorcowania do dnia wykonywania ekstrapolacji,
- δm_D – wyznaczony doświadczalnie przez BIPM dryft masy, który wynosi 0,1886 $\mu\text{g}/\text{miesiąc}$.

Na podstawie powyższej zależności, bez konieczności bezpośredniego używania prototypu kilograma, można (z zadowalającą wg BIPM dokładnością) wyznaczyć masę wzorca państwowego w pożądanym okresie, co dla roku 2014 zostało zaprezentowane na rys. 4. Mając na uwadze częstotliwość wzorcowań prototypów, brak możliwości walidacji wyników na bieżąco, a w związku z tym również niemożność wy-

znaczenia błędu ekstrapolacji, nie należy traktować zaprezentowanej metody jako naukowej.

Nowa definicja kilograma – realizacja pierwotna

Aktualnie wiadomo, że realizacja pierwotna odbędzie się w oparciu o dwie równoległe rozwijane metody, w których osiągnięto wyniki z dokładnością na założonym podczas CGPM poziomie [3]. Pierwsza z metod, w oparciu o którą ma być stworzona nowa definicja kilograma, opiera się na wyznaczeniu stałej fizycznej h (stałej Plancka) z zastosowaniem wagi wata [4]. Istotą doświadczenia jest zrównoważenie mocy w ujęciu mechanicznym (w polu grawitacyjnym) i mocą w ujęciu elektrycznym (w polu magnetycznym). Pierwowzór urządzenia stosowanego w eksperymencie został skonstruowany w NPL (*National Physical Laboratory*) przez B. P. Kibble’a w 1975 r. Obecnie, unowocześniona waga wata Mark II, rozbudowana o sterowanie komputerowe (NPL), waga znajdująca się w NIST (*National Institute of Standards and Technology*) oraz waga w BIPM, zaprojektowana w oparciu o tę samą zasadę działania i wciąż modernizowana – to przykłady urządzeń aktualnie wykorzystywanych w eksperymencie. Ich konstrukcje są stale optymalizowane w celu osiągnięcia zbliżonej do zakładanej względnej niepewności pomiarowej oraz określenia i wyeliminowania jak największej liczby czynników zewnętrznych, mających wpływ na rozbieżności w otrzymywanych dotychczas wynikach [4]. W każdym z ww. urządzeń określenie nieznaney masy m_x artefaktu jest przeprowadzane w dwóch try-



Rys. 4. Ekstrapolowane na rok 2014 zmiany masy wzorca państwowego nr 51

bach pracy: w trybie ważenia statycznego (wykorzystanie wzorca m_i) oraz w trybie ważenia kinetycznego. Z porównania otrzymanych wyników wyznaczana jest wartość stałej Plancka h . Druga metoda polega na wyznaczeniu stałej Avogadra i bazuje na założeniu, że masa czystej krystalicznie substancji jest bezpośrednio powiązana z zawartością molekuł. Ze względu na relatywnie duże rozmiary, dużą czystość chemiczną oraz jednorodność sieci krystalicznej, w eksperymencie wykorzystano kryształ izotopu krzemu ^{28}Si , który ze względów praktycznych został uformowany w kulę [5].

Po redefinicji jednostki miary masy, zgodnie z ustaleniami CCM z 2010 r., zaproponowano nową definicję kilograma [6]:

Kilogram (kg), jednostka masy układu SI, której wielkość jest ustalana na podstawie wartości liczbowej stałej Plancka równej dokładnie $h = 6.626\ 06 \times 10^{-34}$, wyrażonej w podstawowych jednostkach masy, długości i czasu: $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$, które odpowiadają J s.

Wartość X zostanie zaaprobowana i opublikowana przez CODATA [7], po oficjalnym zaprezentowaniu ostatecznych wyników z eksperymentów wiodących. NMI's umownie podzielą się na dwie zasadnicze grupy. Pierwszą z nich będą stanowiły NMI's, które mają lub w niedalekiej przyszłości będą miały możliwość wykonania realizacji pierwotnej w oparciu o jeden z projektów wiodących (do tej grupy pretenduje m.in. konstruujący obecnie wagę wata TUBITAK w Turcji). Drugą grupę stanowić będą instytucje metrologiczne, które posiadają wzorzec platynowo-irydowy (kopię IPK) lub zakupią wzorzec materialny w postaci kuli krzemowej ^{28}Si . Do tej grupy będzie zaliczony Główny Urząd Miar.

Przekazywanie jednostki masy w wymiarze krajowym

Główny Urząd Miar od 1952 r. posiada prototyp kilograma nr 51 – oficjalną kopię IPK, ze świadectwem wzorcowania wystawionym przez BIPM. Etalon, który w 2003 r. został ustanowiony decyzją nr UW 5/2003 Prezesa Głównego Urzędu Miar, wzorcem państwowym i wraz z automatycznym komparatorem AT 1006 o działce $1\ \mu\text{g}$, wyposażonym w stację klimatyczną (rys. 5) tworzy Państwowe Stanowisko do Przekazywania Jednostki Miary Masy z niepewnością pomiarową $0,02\ \text{mg}$.



Rys. 5. Państwowe stanowisko do przekazywania jednostki miary masy w GUM

fol. arch. GUM

Komparator, wraz z oprzyrządowaniem, znajduje się w pomieszczeniu położonym częściowo poniżej poziomu gruntu, co w połączeniu z zainstalowaną szłą klimatyczną gwarantuje zadawalającą stabilność termiczną. Separację od wibracji przenoszonych przez grunt planowano uzyskać poprzez specjalnie zaprojektowaną podstawę fundamentową, głęboką na ok. $1,5\ \text{m}$ z dylatacją. Jak pokazało wieloletnie doświadczenie, ze względu na lokalizację GUM, podjęte w tym kierunku działania okazały się niewystarczające. Niezwykle wysoka czułość urządzenia AT 1006 oraz niesprzyjające warunki terenu przyległego (sąsiedztwo linii metra, torów tramwajowych, a także stacji transformatorowej) sprawiają, że pożądaną dokładność można osiągnąć jedynie wykonując pomiary w godzinach nocnych. Ponadto komparator pracuje wyłącznie w trybie powietrze – powietrze, czyli w budżecie niepewności należy uwzględnić poprawkę na wypór powietrza [8]:

$$u(\xi) = \sqrt{\left[m \frac{\rho_K - \rho_B}{\rho_K \rho_B} u(\rho_p) \right]^2 + [m(\rho_p - \rho_0)]^2 \left[\frac{u^2(\rho_K)}{\rho_K^4} + \frac{u^2(\rho_B)}{\rho_B^4} \right]} \quad (2)$$

w której:

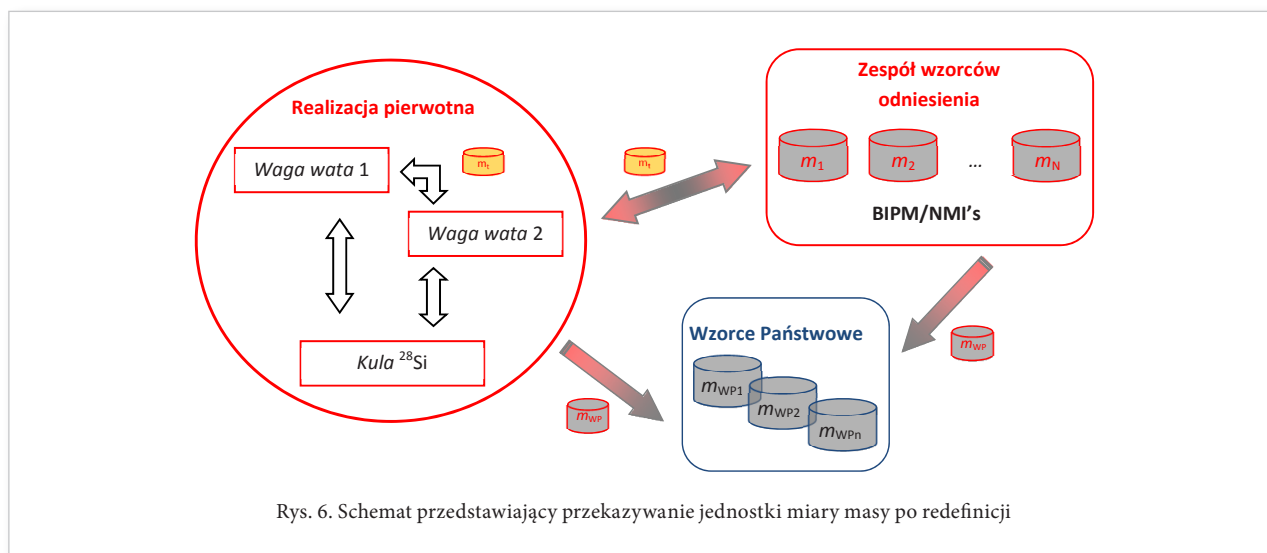
m – masa wzorca,

ρ_K, ρ_B, ρ_p – gęstość odpowiednio wzorca kontrolnego, badanego i powietrza,

ρ_0 – gęstość powietrza, jako wartość odniesienia $1,2\ \text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ (w warunkach normalnych $t = 20\ ^\circ\text{C}$, $p = 1013\ \text{hPa}$, $RH = 50\ \%$),

$u(\rho_p), u(\rho_K), u(\rho_B)$ – niepewności od odpowiednio gęstości powietrza, wzorca kontrolnego i wzorca badanego,

$u(\xi)$ – niepewność związana z poprawką na wypór powietrza.



Wielkość opisana zależnością (2) jest wrażliwa na zmiany warunków klimatycznych w komorze pomiarowej, w szczególności na zmianę gęstości powietrza $\rho_p = f(t, RH, p)$, która jest funkcją temperatury t , wilgotności RH oraz ciśnienia p . O ile stabilizacja dwóch z trzech wymienionych parametrów (temperatury i wilgotności) jest możliwa przy użyciu urządzeń wspomagających, o tyle panujące w trakcie pomiarów ciśnienie jest poza kontrolą eksperymentatora. Znaczenie ma również gęstość materiału, z którego wykonany jest wzorzec. Z analizy wyników wzorcowań wzorców klasy E_1 przeprowadzanych przez Laboratorium Masy wynika, że różnica pomiędzy gęstością ρ_B wzorca badanego przy wyznaczaniu masy rzeczywistej a gęstością uwzględnianą do wyznaczania masy umownej ($\rho = 8000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) na poziomie 2 % generuje nawet pięciokrotny wzrost błędu bezwzględnego pomiaru. Ponadto, ze względu na ograniczone wymiary komory ważenia, kształt i system mocowania szalki, komparator AT1006 dostosowany jest do prototypów lub wzorców masy w kształcie walca. Tak więc w przyszłości nie ma możliwości wykorzystania w AT 1006 jako wzorca odniesienia, używanej w projekcie realizacji pierwotnej, kuli krzemowej.

Batalia o mniejszą niepewność przy przekazywaniu jednostki masy

Wiadomo, że realizacja pierwotna spowoduje wzrost niepewności wykorzystywanych aktualnie wzorców (prototypów platynowo-irydowych) – poprzez przypisanie do IPK niepewności wynikającej z wyznaczenia stałej Plancka, co znajdzie bezpośrednie przełożenie na pozostałe wzorce materialne (ERMS – *Ensemble*

of Reference Mass Standards, EoR – *Ensemble of Reference*, PoA – *Pool of Artefacts i wzorce państwowe*)¹ oraz wzorce użytkowe niższych klas (rys. 6). Konieczne jest więc poprawienie dokładności urządzeń służących do przekazywania jednostki miary masy oraz stworzenie innych, korzystniejszych warunków dla przebiegu samego procesu. Oprócz eksperymentów towarzyszących realizacji pierwotnej, związanych z zastosowaniem innych stopów, jako materiałów użytych do wykonania wzorców masy wchodzących w skład zespołu wzorców odniesienia ERMS [6], równoległe prowadzone były badania nad zachowaniem obecnie używanych wzorców oraz nowych wzorców eksperymentalnych w środowisku innym niż powietrze – głównie w próżni oraz atmosferze gazu obojętnego. Badania miały na celu zmniejszenie wpływu zjawisk powierzchniowych (które regularnie obserwowano w powietrzu), oraz długofalowego uniknięcia konieczności czyszczenia wzorców. Zgodnie ze znanymi nowymi procedurami [9, 10], każdorazowe czyszczenie wzorców powoduje bezpowrotną utratę historii wzorca.

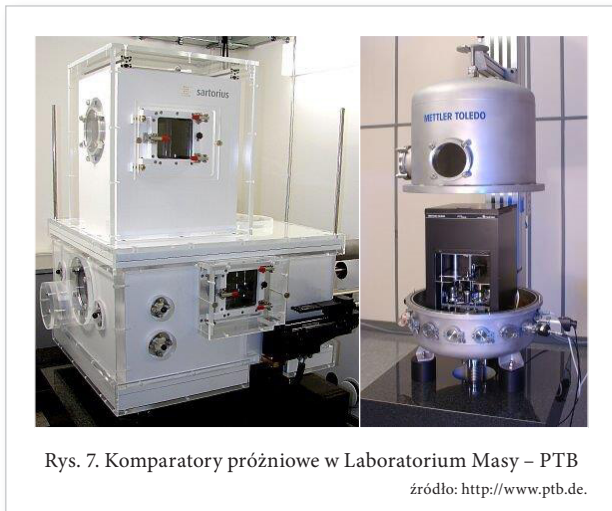
Wykorzystanie komparatora próżniowego przy przekazywaniu jednostki miary masy

Utrzymanie przez Główny Urząd Miar zdolności pomiarowej w dziedzinie masy na obecnym poziomie po redefinicji, będzie wymagało zastosowania dokładniejszych urządzeń oraz efektywniejszych procedur pomiarowych. Proponowanym przez Laboratorium

¹ Nazwa zespołu wzorców odniesienia podlegała dynamicznym zmianom, aktualnie używane jest określenie Ensemble of Reference Mass Standards – ERMS.

Masy GUM rozwiązaniem jest wykorzystanie, przy przekazywaniu jednostki miary masy od wzorca państwowego, komparatora przystosowanego do pracy w próżni lub atmosferze gazów innych niż powietrze. Przykładami są komparatory próżniowe z powodzeniem wykorzystywane od 2005 r. w PTB oraz od 2006 r. w BIPM (rys. 7).

Prototypowe urządzenie (rys. 7 po lewej), z działaniem którego mieli okazję zapoznać się pracownicy GUM, posiada działkę elementarną $0,1 \mu\text{g}$ (rzędu wielkości dokładniejszej od aktualnie używanego w GUM). Wyposażone jest w ruchomy, okrągły stolik pomiarowy wewnątrz komory ważenia – tzw. handler – na osiem stanowisk pomiarowych (ilość ta została zoptymalizowana w sposób doświadczalny). Handler dostosowany jest do wzorców masy wykonanych w postaci walców oraz kul (IAC), dzięki opracowanemu



Rys. 7. Komparatory próżniowe w Laboratorium Masy – PTB
źródło: <http://www.ptb.de>.

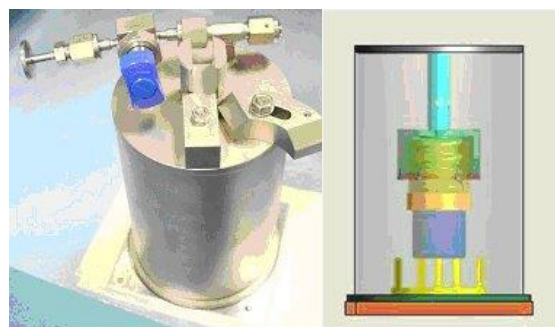
przez producenta dedykowanemu trzypunktowemu, stabilnemu systemowi podparcia (rys. 8). Zastosowanie wysokiej próżni (10^{-6} mbar) w komorze ważenia, wytwarzanej przez zespół pomp próżniowych: pompę próżni wstępnej oraz pompę turbomolekularną, umożliwiło uzyskanie powtarzalności poniżej $0,1 \mu\text{g}$. Zapewnienie tak wysokich parametrów użytkowych wiąże się bezpośrednio z restrykcjami nałożonymi przez producenta, dotyczącymi przygotowania wyposażenia oraz późniejszego użytkowania pomieszczenia, w którym komparator będzie instalowany. Priorytetami są właściwe wykonanie (odpowiednie wymiary, materiał przebadany na niemagnetyczność i separacja od drgań podłoża) betonowego fundamentu oraz stabilizacja warunków klimatycznych w po-



Rys. 8. Komora ważenia wraz z okrągłym stolikiem pomiarowym – tzw. handler – w komparatorze CCL1007
źródło: <http://www.ptb.de>.

mieszczeniu – zalecane jest, aby komparator znajdował się w osobnym pomieszczeniu, odseparowany od aparatury wspomagającej (klimatyzatory), sterującej (serwomechanizmy do obsługi urządzenia), rejestrującej (komputer) i wytwarzającej próżnię.

Ponadto, na potrzeby nowego urządzenia opracowano próżniowy system transportowy VTS (*The Vacuum Transfer System*), który daje możliwość bezpośredniego umieszczania w komparatorze wzorców przechowywanych w transporterach próżniowych (rys. 9). Wspomniany sposób przechowywania zapowiada się obiecująco (widoczna poprawa stabilności wzorców, brak konieczności czyszczenia i bezpośredniego kontaktu ze wzorcem w trakcie wykonywania wzorcowania) i jest przedmiotem obecnie prowadzonych badań w PTB.



Rys. 9. Transporter próżniowy VTC (The Vacuum Transport Container). Ułożenie wzorca masy w transporterze (po prawej)
źródło: Prezentacja PTB dla GUM – grudzień 2014

Podsumowanie

Według najnowszych zapowiedzi, przekładany przez ostatnie lata, termin przyjęcia redefinicji jednostki miary masy został ustalony na rok 2018 [11]. Przemawiają za tym zadowalające wyniki z projektów wiodących oraz podejmowane aktualnie działania, mające na celu realizację ostatniego etapu, czyli potwierdzenia zgodności wzorców otrzymanych na drodze realizacji pierwotnej i ich odniesienia do wzorców materialnych (*mise en pratique*) [12]. Wstępnie zaakceptowano udział ośmiu NMI – sześciu posiadających wagę wata (LNE – Francja, METAS – Szwajcaria, MSL – Nowa Zelandia, NIM – Chiny, NIST – USA oraz NRC – Kanada) i dwóch instytutów metrologicznych, posiadających możliwość prowadzenia badań nad kulą krzemową ^{28}Si (PTB – Niemcy, NMIJ – Japonia), które w czerwcu 2015 r. formalnie podpisały protokół przystąpienia do porównań pilotażowych. Koordynacją działań zajmie się BIPM. Porównania zostały rozplanowane od czerwca tego roku do października 2016 r. Mając na uwadze tak rozległy okres badań, konieczne będzie podjęcie przez uczestników porównań dodatkowych działań w celu zapewnienia długofalowej stabilności wzorców. Końcowy raport z porównań powinien być gotowy w czerwcu 2017 r. Porównania pilotażowe mają być prowadzone zarówno w próżni jak i w powietrzu, w celu określenia wpływu zmiany warunków środowiskowych (w szczególności możliwie precyzyjnego wyznaczenia poprawki powiązanej z wyporem w powietrzu) na późniejsze przekazywanie jednostki miary masy. Po zakończeniu porównań pilotażowych i formalnej redefinicji zarządzane zostaną przez BIPM porównania kluczowe, do których zaproszony zostanie również GUM. W związku z powyższym konieczne jest, aby w tym okresie Główny Urząd Miar dysponował zdolnością pomiarową dla masy zarówno w powietrzu jak i w próżni. Tym samym do 2017 r. nieodzowny staje się zakup dla GUM nowego urządzenia, które posiadać będzie takie możliwości pomiarowe, a jednocześnie pozwoli na ograniczenie wpływu wzrostu niepewności – komparatora próżniowego.

Literatura

- [1] Davis R., *The SI unit of mass*. [w:] *Metrologia* 40 (2003) 299-305.
- [2] Consultative Committee for Mass and Related Quantities (CCM): Report of the 12th meeting (26 March 2010) to the International Committee for Weights and Measures. Bureau International des Poids et Mesures, Sevres.
- [3] Resolutions adopted by the General Conference on Weights and Measures (24th meeting), Paris, 17-21 October 2011.
- [4] Stock M., *Watt balance experiments for the determination of the Planck constant and the redefinition of the kilogram*. [w:] *Metrologia* 50 (2013) R1.
- [5] B. Andreas et al., *Determination of the Avogadro Constant by Counting the Atoms in a Si^{28} Crystal*. [w:] *Phys. Rev. Lett.* 106, 03080, 2011.
- [6] Ossowski R. L., *Przegląd aktualnej wiedzy na temat prowadzonych badań nad redefinicją jednostki masy – stan na koniec roku 2013*. [w:] *Metrologia i Probiernictwo* 1-2 (2014) 25-29.
- [7] Mohr P. J., Taylor B. N., Newell D. B., CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2010. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland 20899-8420, USA.
- [8] OIML R 111-1/2 Edition 2004 (E).
- [9] Marti K., Fuchs P., Russi S., *Cleaning of mass standards: II. A comparison of new techniques applied to actual and potential new materials for mass standards*, [w:] 2013 *Metrologia* 50 (2013) 83.
- [10] Marti K., Fuchs P., Russi S., *Cleaning of mass standards: a comparison of new and old techniques*, *Metrologia* 49 (2012) 628.
- [11] RICHARD P., CCM conclusions, 15th CCM meeting (February 2015).
- [12] Consultative Committee for Mass and Related Quantities (CCM) Working Group on the Realization of the Kilogram (WGR-kg), *Mise en pratique*, v. 8.7 (2013).