

# Dryf masy materialnych wzorców odniesienia wykorzystywanych do przekazywania jednostki miary masy od wzorca państwowego w GUM

## The drift phenomenon of the reference mass standards used in the mass unit dissemination process in the Central Office of Measures

dr Rafał L. Ossowski (Laboratorium Masy, GUM)

W artykule omówiono działania podjęte przez Laboratorium Masy Głównego Urzędu Miar w okresie od 1997 r. do 2015 r. w celu weryfikacji zagrożenia związanego z niestabilnością – dryfem – materialnych wzorców odniesienia wykorzystywanych w procesie przekazywania jednostki miary masy.

This paper discusses the action taken by the Mass Laboratory of the Central Office of Measures in the period 1997–2015 to verify the risks of the instability (drift) of the stainless steel reference mass standards used in the mass unit dissemination process.

### Wstęp

Po opublikowaniu przez BIPM wyników porównań kluczowych [1] na przełomie XX i XXI w. stało się jasne, że w dziedzinie masy nadchodzi czas na poważne zmiany. Zakończone badania, w których brał udział również Główny Urząd Miar, sugerowały, że IPK (*International Prototype of the Kilogram* – Międzynarodowy Prototyp Kilograma) stał się lżejszy

względem sześciu kopii oraz porównywanych z nim bezpośrednio wzorców państwowych (rys. 1).

Szacowany ubytek masy określono na około 50  $\mu\text{g}$  w okresie porównawczym od 1889 r. do 1992 r., co oznaczałoby, że ostatni z materialnych wzorców podstawowych jednostek fizycznych utracił swoją stabilność. Po publikacji T. J. Quinna z 2005 r. [2], w której autor przewiduje kierunek, w jakim powinna zmierzać metrologia masy, w wielu ośrodkach naukowych wzmożono działania nad dopracowaniem alternatywnej metody tzw. realizacji pierwotnej, czyli odniesienia jednostki miary masy do stałych fizycznych. Skutkiem było przyjęcie w 2010 r., podczas posiedzenia Komitetu Doradczego ds. Masy i Wielkości Pochodnych CCM (*Consultative Committee for Mass and Related Quantities*), rekomendacji G1 oraz G2, które nałożyły wymagania metrologiczne na wyniki pozyskiwane z rozwijanych równolegle i zaakceptowanych przez CGPM (2011) projektów wyznaczenia jednostki miary masy. To projekt powstający w oparciu o stałą Plancka, projekt wykorzystującym Wagę Wata (*Watt Balance*) i projekt Avogadro IAC (*International Avogadro Project*) [3, 4, 5]. Aktualnie, na trzy lata przed zaplanowaną redefinicją jednostki miary masy, znacząca część projektów naukowych, a w szczególności tych wspieranych przez EURAMET, jest już zakończona lub wkroczyła w decydującą fazę. Jednocześnie prowadzone są badania w celu



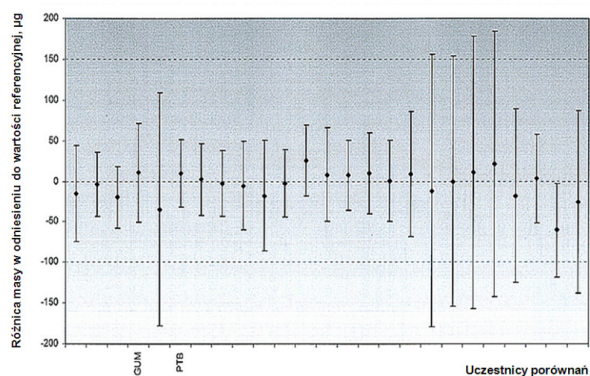
Rys. 1. Sposób przechowywania IPK oraz jego sześciu kopii w BIPM  
fot.: www.bipm.org

wyjaśnienia przyczyny tak istotnej zmiany masy artefaktu z Sèvres w rozpatrywanym okresie [6]. Ponadto pojawiły się pytania ze strony użytkowników wzorców m.in. akredytowanych laboratoriów wzorcujących, czy zaobserwowana niestabilność IPK przełoży się w jakikolwiek sposób na wzorce w wymiarze krajowym oraz jak często należałoby wzorcować wyposażenie pomiarowe, aby mieć zagwarantowaną pewność względnej stabilności wzorców jednostki masy w użytkowaniu. Mając na uwadze powyższe, Laboratorium Masy GUM podjęło inicjatywę polegającą na rozpoczęciu długofalowych badań stabilności wzorców odniesienia wykorzystywanych w procesie przekazywania jednostki miary masy. Eksperyment został zainicjowany w 1997 r. i jest nadal kontynuowany, a analizie wyników z okresu 1997–2015 oraz wnioskom został poświęcony niniejszy artykuł.

## Porównania kluczowe

Podstawę przeprowadzanych badań stanowiły wyniki porównań kluczowych zorganizowanych przez BIPM na przełomie lat 90. poprzedniego stulecia. Potwierdzono w nich wysoką stabilność prototypu kilograma nr 51 – państwowego wzorca jednostki miary masy jednego kilograma (rys. 2), który jest w posiadaniu Polski od 1952 r.

Dodatkowo, oprócz najistotniejszych parametrów, czyli masy i niepewności ( $m_{\text{NPK}} = 1 \text{ kg} + 0,227 \text{ mg}$ ) w przeprowadzonych porównaniach wyznaczono również szacunkowy roczny dryf masy prototypu nr 51 ( $\delta m_{\text{NPK}} = +0,037 \text{ } \mu\text{g/rok}$ ) oraz objętość NPK (*National Prototype of the Kilogram*) w warunkach normalnych ( $d_{\text{NPK}} = 46,3981 \text{ cm}^3$ ). Walec



Rys. 2. Wyniki porównań kluczowych zorganizowanych w ramach EUROMET

źródło: bibliografia [1]



Rys. 3. Sposób przechowywania prototypu nr 51 w GUM

foto.: Laboratorium Masy GUM

( $h = 2r = 39 \text{ mm}$ ) wykonany ze stopu platyny i irydu jest na co dzień przechowywany w powietrzu, w szafie pancernej, znajdującej się w pomieszczeniu z automatycznie kontrolowaną temperaturą oraz stabilizowaną wilgotnością (rys. 3).

Dbając o zachowanie stabilności masy i zgodnie z obowiązującą wewnętrzną procedurą w Laboratorium Masy GUM, NPK jest wykorzystywany średnio raz na pięć lat do wzorcowania wzorców kopii stalowych (w sumie dwunastu sztuk – dziesięciu służących do przekazywania jednostki masy do wielokrotności jednego kilograma od 2 kg do 1000 kg włącznie oraz dwóch do podwielokrotności od 0,5 kg do 0,000001 kg), z których w kolejnym kroku łańcucha spójności pomiarowej wzorcuje się komplety wzorców w klasie  $E_1$ . W ten sposób przygotowane wzorce  $E_1$  służą do przekazywania jednostki masy do wzorców klas niższych –  $E_2$ ,  $F_1$ ,  $F_2$  oraz klasy  $M_1$ , gwarantując w wymiarze krajowym zachowanie spójności pomiarowej dla jednostki miary masy (rys. 4).



Rys. 4. Uproszczony schemat hierarchicznego układu sprawdzian w GUM

źródło: opracowanie własne

## Przebieg badań

Przedmiotem prowadzonych badań są mosiężne wzorce odniesienia (komplet Oertling) oraz stalowe wzorce odniesienia (komplet Chyo). Podobnie jak NPK nr 51, są one przechowywane w powietrzu. W okresie od 1997 do 2015 r. były poddane siedmiu cyklom wzorcowań w warunkach laboratoryjnych (pomieszczenie ze stabilizacją termiczno-wilgotnościową). Wzorcowanie każdorazowo poprzedzane było zgodnym z procedurą procesem czyszczenia wzorca (przy użyciu pędzelka), stabilizacją termiczną oraz przeprowadzane było za każdym razem przez jedną, wyznaczoną do tego zadania osobę. Pomiędzy wzorcowaniami wzorce odniesienia przechowywane są w opakowaniach fabrycznych (rys. 5) w tym samym pomieszczeniu. Wzorce nie były adjustowane w okresie trwania eksperymentu.



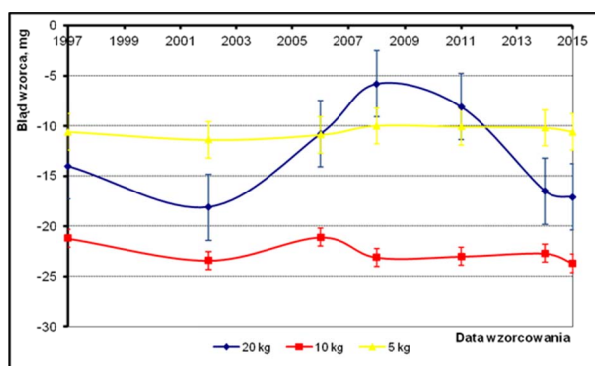
Rys. 5. Sposób przechowywania oraz przenoszenia wzorców odniesienia

fot.: Laboratorium Masy GUM

## Wyniki

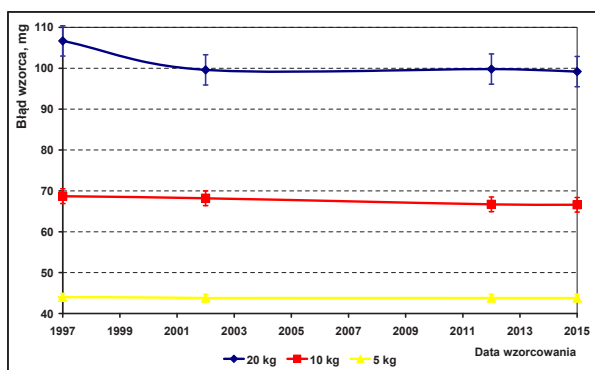
Analizie zostały poddane wyniki wzorcowań wzorców masy wyprodukowanych w 1974 r. przez japońskiego producenta – firmę Chyo (wykonane z wysokogatunkowej stali o gęstości  $7865 \text{ kg/m}^3$ ) oraz wyprodukowane w 1952 r. przez angielskiego producenta – firmę Oertling (wykonane z mosiądzu o gęstości  $8400 \text{ kg/m}^3$ ). Mając na uwadze zalecenia OIML R-111 [7], posługiwano się masą umowną, przyjmując gęstość powietrza  $1,2 \text{ kg/m}^3$  oraz umowną gęstość wzorca  $8000 \text{ kg/m}^3$ . Wyniki otrzymane podczas wzorcowań zostały w sposób graficzny zaprezentowane na rysunkach 6–10.

Wszystkie przebadane wzorce, za wyjątkiem wzorca o nominale 20 kg firmy Chyo, zachowywały się zgodnie z oczekiwaniami, czyli wykazywały umiarkowaną stabilność (5 kg Oertling) lub nieznaczną oscylację błędu masy – względne odchylenie standardowe nieprzekraczające 5 % można uznać za wynik zadawalający. Najlepszą stabilnością wykazały się



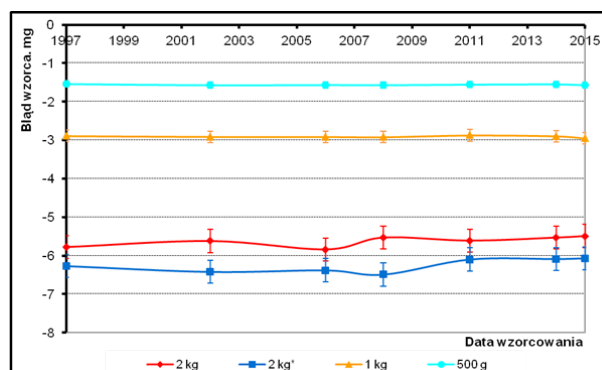
Rys. 6. Wyniki wzorcowań wzorców masy Chyo o nominale 20 kg, 10 kg oraz 5 kg

źródło: opracowanie własne



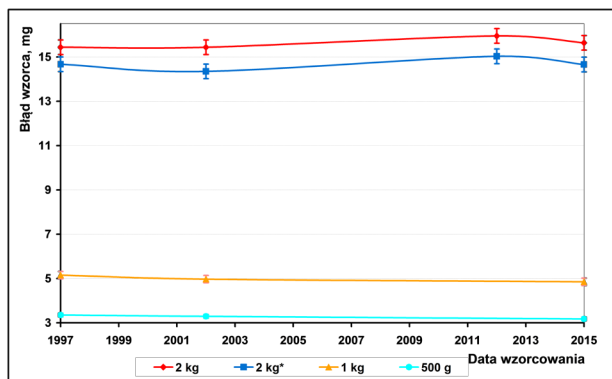
Rys. 7. Wyniki wzorcowań wzorców masy Oertling o nominale 20 kg, 10 kg oraz 5 kg

źródło: opracowanie własne



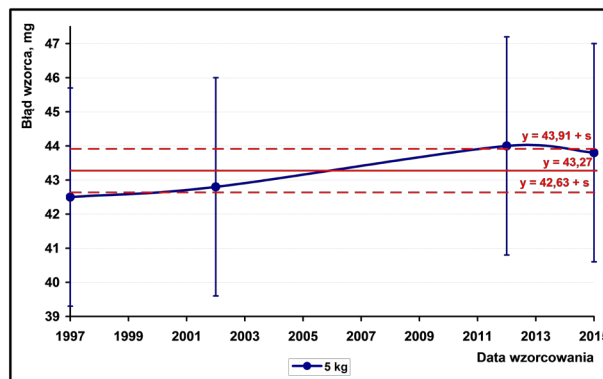
Rys. 8. Wyniki wzorcowań wzorców masy Chyo o nominale 2 kg, 2 kg\*, 1 kg oraz 500 g

źródło: opracowanie własne



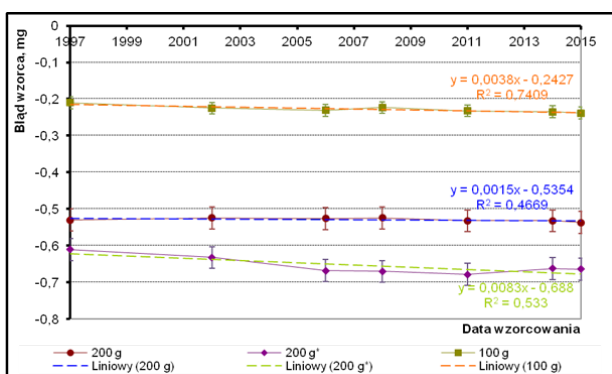
Rys. 9. Wyniki wzorcowań wzorców masy Oertling o nominalne 2 kg, 2 kg\*, 1 kg oraz 500 g

źródło: opracowanie własne



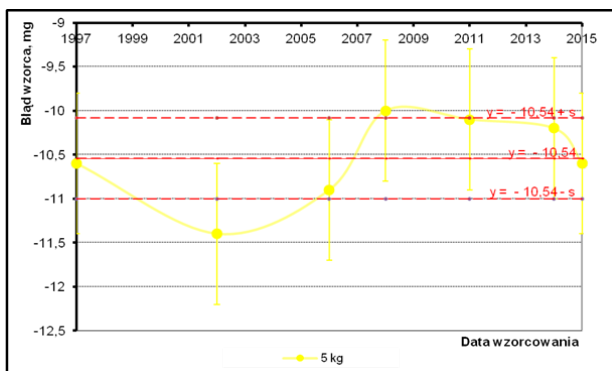
Rys. 12. Otrzymany w doświadczeniu charakter oscylacji masy wzorców (wzorec z kompletu Oertling)

źródło: opracowanie własne



Rys. 10. Wyniki wzorcowań wzorców masy Chyo o nominalne 200 g, 200 g\*, 100 g

źródło: opracowanie własne



Rys. 11. Otrzymany w doświadczeniu charakter oscylacji masy wzorców (wzorec z kompletu Chyo)

źródło: opracowanie własne

wzorce masy o nominalach 1 kg, 500 g i 200 g (u obu producentów). W przypadku tych wzorców względne odchylenia standardowe dla błędów masy nie przekraczały 2 %. Nieco gorzej zachowywały się wzorce o nominalach 10 kg i 5 kg firmy Chyo oraz 20 kg firmy Oertling, w przypadku których odchylenie standardowe dla błędu masy przekraczało 4 %.

Dla wszystkich biorących udział w eksperymencie wzorców masy daje się zaobserwować nieznaczny trend wzrostowy – wzorce przybierają na masie (przykład dla wzorców firmy Chyo – rys. 10).

Z wieloletnich obserwacji zachowania się wzorców użytkowych zgłaszanych do Głównego Urzędu Miar wysunięto hipotezę o quasi sinusoidalnym zachowywaniu się wzorców masy w czasie, co również znalazło potwierdzenie w przeprowadzonym doświadczeniu zarówno dla wzorców Chyo (rys. 11), jak i Oertling (rys. 12).

## Wnioski

Analiza otrzymanych wyników potwierdziła wysuniętą przez zespół Laboratorium Masy GUM hipotezę, że wzorce odniesienia charakteryzują się dużą stabilnością i mogą być z powodzeniem wykorzystywane w procesie przekazywania jednostki masy w wymiarze krajowym.

Na podstawie wyników doświadczenia można również wnioskować, że stosowanie do wzorców masy dobrze znanych z literatury [8] metod przechowywania oraz pielęgnacji, może przełożyć się na wydłużenie okresów pomiędzy wzorcowaniami, co w przypadku użytkowników bezspornie przekłada się bezpośrednio na korzyści ekonomiczne. Konieczne w tym wypadku zdaje się wieloletnie monitorowanie i udokumentowanie historii wzorcowań dla wzorca, na podstawie której można podjąć decyzję o ewentualnym wydłużeniu okresów pomiędzy wzorcowaniami.

Ponadto doświadczenie wykazało brak korelacji pomiędzy częstym użytkowaniem a wzrostem błędu wzorca oraz zwiększeniem dryfu masy, co było

niekiedy sugerowane przez użytkowników. W badanych zestawach najczęściej korzystano ze wzorców o nominałach 5 kg, 1 kg, 500 g, 200 g i 200 g\*, jednocześnie największą stabilność wykazały wzorce 1 kg, 500 g i 200 g. Należy tutaj podkreślić, że w Laboratorium Masy GUM za wzorce odniesienia odpowiedzialna jest jedna osoba i przestrzegane są rygorystyczne procedury wewnętrzne, co również może mieć w tym wypadku znaczenie.

Planowane na rok 2018 przeprowadzenie redefinicji w dziedzinie masy wprowadzi zasadniczą zmianę w sposobie przekazywaniu jednostki masy od realizacji pierwotnej, czyli wagi wata lub kuli krzemowej  $^{28}\text{Si}$  do wzorców kopii i wzorców odniesienia. Pomiary będą odbywały się równolegle w próżni i w powietrzu, co finalnie może mieć wpływ na wzrost niepewności [9]. Tematu tego nie można bagatelizować, stąd badania, według zapowiedzi lidera projektu The NewKILO, będą nadal kontynuowane [10, 11].

### Literatura

- [1] Girard G., International Report: *The Third Periodic Verification of National Prototypes of the Kilogram (1988–1992)*, Metrologia, 1994, 31, n°4, 317–336.
- [2] Mills I. M., Mohr P. J., Quinn T. J., Taylor B. N., Williams E. R., *Redefinition of the kilogram: a decision whose time has come*, Metrologia 42 (2005) s. 71-80.
- [3] 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, Sèvres.
- [4] Stock M., *Watt balance experiments for the determination of the Planck constant and the redefinition of the kilogram*, Metrologia 50 (2013) R1-R16.
- [5] Andreas B. et al.: *Determination of the Avogadro Constant by Counting the Atoms in a  $^{28}\text{Si}$  Crystal*, Phys. Rev. Lett. 106, 03080, 2011.
- [6] Xiaoping R., Yue Z., Jian W., *Research on stability analysis of international prototype kilogram*, International Journal of Modern Physics 24 (2013).
- [7] OIML R 111-1/2 Edition 2004 (E).
- [8] Marti K., Fuchs P. and Russi S., *Cleaning of mass standards: a comparison of new and old techniques*, Metrologia 49 (2012) 628.
- [9] Ossowski R. L., *Wykorzystanie komparatora próżniowego do przekazywania jednostki miary masy od wzorca państwowego opartego na nowej definicji kilograma*, Metrologia i Probiernictwo 1-2 (2015) 20-26.
- [10] Davidson S., *Determination of the effect of transfer between vacuum and air on mass standards of platinum-iridium and stainless steel*, 47 (2010) 487-497.
- [11] [http://www.bipm.org/ws/CCM/MeP\\_2012/Allowed/November\\_2012/10a\\_4.1\\_CCM\\_EMRP\\_NewKILO.pdf](http://www.bipm.org/ws/CCM/MeP_2012/Allowed/November_2012/10a_4.1_CCM_EMRP_NewKILO.pdf).