

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

На правах рукописи

Каменских Юрий Игоревич

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

Специальность:

**2.2.4. – Приборы и методы измерения
(по видам измерений (механические величины))**

АВТОРЕФЕРАТ

**диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

**Санкт-Петербург
2022**

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

Научный руководитель: **Снегов Виктор Савельевич,**
кандидат технических наук, ведущий научный
сотрудник

Официальные оппоненты: **Епифанцев Кирилл Валерьевич**
кандидат технических наук, доцент

Дмитриев Александр Леонидович,
доктор технических наук, профессор

Ведущая организация: Акционерное Общество «Весомизмерительная
компания Тензо-М»,
140050, Московская область, г.о. Люберцы,
дп. Красково, ул. Вокзальная, 38

Защита диссертации состоится «21» июля 2022 г. в 11 часов на заседании диссертационного совета 32.1.001.01 при Федеральном государственном унитарном предприятии «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», и на сайте <https://www.vniim.ru/dissert.html>

Автореферат диссертации разослан « » _____ 2022 г.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью учреждения, просим направить по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19, ученому секретарю диссертационного совета 32.1.001.01 Чекирде Константину Владимировичу.

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат технических наук



К.В. Чекирда

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

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

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

В связи с этим Консультативным комитетом по массе и связанным величинам (ССМ) при Международном бюро мер и весов (BIPM) предписано национальным метрологическим институтам (NMI) стран учесть эту дополнительную неопределенность в своих национальных бюджетах неопределенностей. Чтобы эта приписанная новому Международному килограмму неопределенность не привела к увеличению суммарной неопределенности на уровне вторичных рабочих эталонов единицы массы, актуальным становится уменьшение погрешности передачи от Государственного первичного эталона единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020 (далее ГПЭ) вторичным эталонам-копиям и вторичным рабочим эталонам единицы массы.

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

Цель работы

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

Основные задачи:

Для достижения поставленных целей необходимо решить следующие основные задачи:

1. Выполнить теоретические и экспериментальные исследования существующих методов передачи единицы массы от Государственного первичного эталона вторичным эталонам в условиях вакуума и атмосферного воздуха;
2. Исследовать метрологические характеристики специальных мер массы влияющих величин;
3. Исследовать и оптимизировать методы очистки эталонных гирь из нержавеющей стали;

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

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

6. Разработать рациональный метод передачи единицы массы от ГПЭ эталонам – копиям;

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

Область исследования соответствует пунктам 4, 5 и 6 паспорта специальности 2.2.4. – Приборы и методы измерения (по видам измерений (механические величины))

Научная новизна

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

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

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

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

Положения, выносимые на защиту

1. Повышение точности за счет исключения влияния воздуха, при измерениях массы в вакууме и уменьшение его влияния, а также при измерениях в условиях постоянного давления окружающего воздуха, позволило разработать методы измерений и обеспечить уменьшение неопределенности результатов измерений при передаче единицы эталонам-копиям с $6 \cdot 10^{-9}$ кг до $6 \cdot 10^{-10}$ кг.

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

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

Теоретическая и практическая значимость:

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

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

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

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

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

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

Личный вклад автора

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

Апробация работы

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

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

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

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

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

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

Публикации

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

Структура и объём работы

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

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

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении диссертационной работы, сформированы цели и поставлены задачи, показана научная и практическая значимость исследования, обоснована актуальность проблемы связанная с приписанной новому, переопределенному Международному килограмму. Приписанная неопределенность приводит к увеличению суммарной неопределенности на уровне вторичных рабочих эталонов единицы массы NMI стран. Актуальным становится обеспечение единства измерений массы в стране путем сохранения, без снижения показателей точности, существующей иерархической системы передачи единицы массы в Российской Федерации после перехода на новое определение килограмма.

В первой главе приведён краткий исторический обзор и анализ состояния измерения массы в стране и в мире, а так же обзор методов и технических средств вакуумного взвешивания, обзор результатов практических измерений массы в вакууме и в воздухе с контролируемым постоянным атмосферным давлением.

В первой главе показана история результатов калибровки национального прототипа килограмма в ВIRM. Полученные результаты сличений показали, что нестабильность массы прототипа № 12 за последние 20 лет составила $v_{20} = 0,001$ мг или за год $v_1 = 0,00005$ мг. Результаты сличений национального прототипа за всю историю его применения приведены на рис.1.



Рисунок 1 – Результаты сличений

Из результатов сличений видно, что систематическое изменение массы прототипа килограмма № 12 по отношению к Международному прототипу килограмма за сто с лишним лет составило около 30 мкг ($3 \cdot 10^{-8}$ кг), что соответствует изменению за один год около 0,3 мкг ($3 \cdot 10^{-10}$ кг). За последние 20 лет изменение составило 1 мкг ($1 \cdot 10^{-9}$ кг), что соответствует изменению за один год около 0,05 мкг ($5 \cdot 10^{-11}$ кг). Это говорит о высокой стабильности национального прототипа № 12, присущей немногим национальным прототипам других стран. На основании данных фактов можно сделать вывод, что национальный прототип килограмма № 12 будет сохранять свои метрологические характеристики в установленных пределах еще по крайней мере в течение 20 последующих лет.

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

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

В результате проведенного аналитического обзора современного состояния средств измерений массы, в том числе и эталонных, и их классификация, определена необходимость разработки государственной поверочной схемы для СИ массы, а также новых методик калибровки средств измерений массы применяемых в различных отраслях народного хозяйства РФ.

В связи с принятием нового определения килограмма был разработан проект новой Государственной поверочной схемы для средств измерений массы. Она должна обеспечить оптимальные метрологические и технико-экономические показатели системы передачи размера единицы массы с учетом требований экономики страны, количества и технических характеристик парка СИ и эталонов

единицы массы. Цепочка прослеживаемости эталонов схематично представлена на рисунке 2.

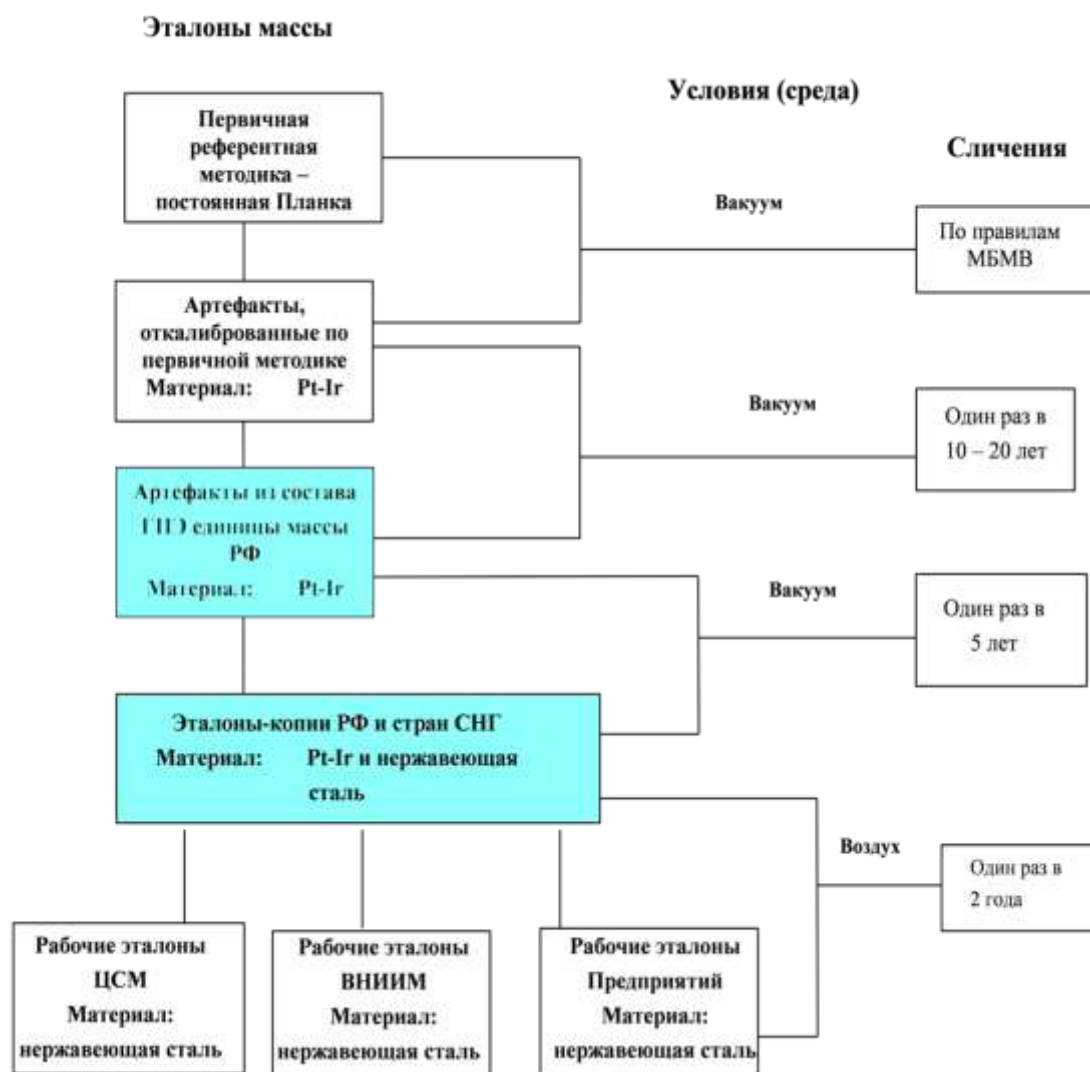


Рисунок 2 – Прослеживаемость вторичных эталонов Российской Федерации.

Результатами проведённого аналитического обзора определена, необходимость перехода на компарирование эталонов в условиях вакуума или постоянного атмосферного давления с применением специальных мер массы влияющих величин и применением средств хранения эталонных гирь и специальных мер массы в вакууме.

На основании представленного в первой главе диссертационной работы аналитического обзора предложен новый состав Государственного первичного эталона (ГПЭ) единицы массы ГЭТ 3-2020 и комплекс технических средств и вспомогательных устройств.

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

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ МАССЫ- КИЛОГРАММА

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

Государственный первичный эталон обеспечивает воспроизведение единицы со средним квадратичным отклонением (далее – СКО) суммарной погрешности S_{Σ} при сличениях с Международным килограммом, не превышающим $10,4 \cdot 10^{-3}$ мг при 10 независимых измерениях.

Неисключенная систематическая погрешность θ не превышает $1,0 \cdot 10^{-2}$ мг.

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

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

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

от 0,05 мг до 5 г	0,0002
-------------------	--------

от 10 г до 50 г	0,0020
-----------------	--------

от 100 г до 1 кг	0,0020
------------------	--------

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

2 кг	0,2
------	-----

5 кг	0,4
------	-----

10 кг	0,8
-------	-----

20 кг	1,0
-------	-----

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

Во второй главе проведены теоретические и экспериментальные исследования методов и средств измерений массы в вакууме.

Одним из основных факторов, негативно влияющим на результат при точных взвешиваниях, является аэростатическая сила, действующая на взвешиваемые объекты. Еще Д.И. Менделеев чтобы повысить точность измерений при восстановлении русских мер массы, применял закупленные им весы венского механика И. Неметца для взвешиваний в безвоздушной среде (1891 г.). Менделеевым была достигнута точность более высокая, чем в МБМВ.

При передаче единицы от платино-иридиевых прототипов стальным гилям в воздухе при атмосферном давлении коррекция на действие аэростатической силы составляет около 100 мг при измеряемой разности масс сличаемых гирь 3 мг, иными словами коррекция на аэростатическую силу более, чем в 30 раз превышает измеряемую величину. Величина коррекции пропорциональна плотности окружающего воздуха, которую измеряют косвенным методом по формуле, рекомендованной МБМВ. Вклад в неопределенность коррекции, связанный только с формулой составляет около 10 мкг. Это является пределом точности измерений при передаче единицы массы стальным гилям массой 1 кг в

условиях атмосферного воздуха.

Были рассмотрены основные уравнения с учетом влияющих величин. Из-за значительной разности геометрии (объемов и площадей поверхности) и материалов эталонных гирь из платиноиридиевого сплава и нержавеющей стали для получения сопоставимых результатов необходимо вводить коррекцию на влияние плавучести эталонных гирь в воздухе и на налипание компонентов воздуха (сорбция) на поверхности эталонных гирь при переносе их из вакуума в воздух. Для этого необходимо определять плотность воздуха, а также удельные коэффициенты сорбции при переходе «воздух-вакуум-воздух».

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

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

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

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

Комплект специальных мер массы необходим для получения согласованных результатов сличений эталонных гирь в условиях вакуума и в условиях атмосферного воздуха в герметичной камере вакуумного компаратора.

Основываясь полученными результатами исследований, был сформирован, изучен, исследован и внедрен новый прямой метод измерений плотности воздуха.

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

$$\rho_a = \frac{\Delta I^a - \Delta I^v}{V_H - V_D} \quad (1)$$

где ρ_a – плотность воздуха;

ΔI^a и ΔI^v – разность массы специальных мер плавучести в воздухе и в вакууме, соответственно;

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

$$u_\rho = \sqrt{\frac{(uI^a)^2 + (uI^v)^2}{(V_H - V_D)^2} + 2 \frac{(\Delta I^a - \Delta I^v)^2 * uV^2}{(V_H - V_D)^4}} \quad (2)$$

где u_ρ – стандартная неопределенность измерений плотности воздуха прямым методом;

uI^a и uI^v – неопределенность результата измерений разности массы специальных мер плавучести в воздухе и в вакууме, соответственно;

ΔI^a и ΔI^v – результаты измерений разности массы специальных мер плавучести в воздухе и в вакууме, соответственно;

uV – неопределенность значения разности объемов специальных мер плавучести.

Стандартная неопределенность измерений плотности воздуха прямым методом составила около 0,006 % ($u\rho = 5 \cdot 10^{-5}$ кг/м³).

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

$$\zeta_a = \frac{\Delta m_{DS}^a - \Delta m_{DS}^V}{A_D - A_S} \quad (3)$$

где ρ_a – плотность воздуха;

ζ_a – удельная сорбция на поверхности гирь;

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

A_D и A_S площади поверхности специальных мер сорбции.

С применением вакуумного компаратора массы на 1 кг и специальных мер плавучести и сорбции стало возможным определение плотности воздуха прямым экспериментальным методом со стандартной относительной неопределенностью около $1 \cdot 10^{-5}$. Термин «прямой метод» применяется в том смысле, что плотность воздуха и удельную сорбцию измеряют с помощью того же средства измерений, что и для измерений массы, без участия средств измерений других величин. При этом плотность воздуха определяют как разность значений разности массы специальных мер, измеренных в вакууме и в исследуемом воздухе, деленной на разность объемов специальных мер плавучести.

Применение прямого метода измерений плотности воздуха в герметичном корпусе вакуумного компаратора массы, позволяет повысить точность измерений в 3 раза по сравнению с косвенным методом измерений по значениям атмосферного давления, относительной влажности и температуры.

Данный метод был реализован впервые, а результаты его исследований и применения опубликованы в журнале «Эталон. Стандартные образцы» № 2, 2021 г.

На основании исследований и измерений в состав ГПЭ ввели комплект специальных мер плавучести и сорбции, с целью перехода на прямые методы измерений плотности воздуха и удельной сорбции. Метрологические и технические характеристики специальных мер, полученные автором, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические и технические характеристики специальных мер массы

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

Внешний вид специальных мер плавучести и сорбции показан на рисунке 3.



Рисунок 3 – Комплект специальных мер плавучести и сорбции

Вторая глава посвящена работам, связанным с выбором оптимальной комплектации, пуско-наладке на доработанном эталонном фундаменте и исследованию современного вакуумного компаратора массы CCL 1007 фирмы «Сарториус» (Германия). Вакуумный компаратор был приобретён и испытан на территории ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" в рамках завершенной НИР "Масса-ФФК". Внешний вид компаратора CCL 1007 с вакуумной транспортной системой показан на рисунке 4.



Рисунок 4 – Вакуумный компаратор CCL 1007 с вакуумной транспортной системой VTS

Изучив теоретическую базу в области вакуумных измерений массы, а также опираясь на анализ зарубежных теоретических и экспериментальных исследований национальных метрологических институтов за рубежом с целью разработки и изготовления высокотехнологичного комплекса аппаратуры, обеспечивающего передачу единицу массы, с требуемой точностью. Сопоставление технических и метрологических характеристик существующих вакуумных компараторов, производимых фирмами Сарториус (Германия) и Меттлер-Толедо (Швейцария) позволило осуществить идеальный выбор вакуумного компаратора фирмы Сарториус - CCL-1007.

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

Первый в РФ вакуумный компаратор массы, обеспечивающий повышение точности измерений массы, необходимые для решения задач метрологического обеспечения в атомной промышленности, в развитии космических технологий, а также в оборонной промышленности и других отраслях народного хозяйства.

Метрологические и технические характеристики вакуумного компаратора приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические и технические характеристики вакуумного компаратора массы Sartorius CCL 1007 s/n 33300001

Наименование характеристики	Значение
Максимальная нагрузка, г,	1031
Дискретность, мкг,	0,1
Электрический диапазон взвешивания, г,	2
Воспроизводимость (6 циклов «RTTR»), мкг, не более	0,2
Погрешность нецентрального нагружения	Отсутствует (благодаря специальной конструкции грузоприемного устройства)
Время стабилизации, с, не более	80
Номиналы поверяемых гирь, г	E1: 100 г – 1000 г
Количество позиций на поворотном столе	8
Режим работы	Автоматический
Конструкция корпуса	Герметичная из алюминиевого сплава
Рабочее давление в корпусе, мб	$5 \cdot 10^{-6}$ - 1100

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

Компаратор массы CCL 1007 позволяет легко и точно вводить испытуемые артефакты через загрузочный люк при помощи автоматического загрузочного устройства без открытия вакуумной камеры. Трехточечный подъемный механизм вакуумной транспортной системы (ВКС) перемещает измеряемые объекты внутрь вакуумной камеры, не нарушая вакуума. В процессе загрузки эталонов массы автоматически осуществляется контроль и регулировка их положения. Подъемный механизм определяет центр тяжести гири автоматически, тремя датчиками определяется центрирование гири на грузоприемном устройстве.

Автоматическая загрузка, позволяет сохранить стабильность температуры в герметичной камере компаратора, а так же гарантирует точную и надежную установку и центровку мер массы.

Исследуемые эталонные гири размещаются на поворотном столе компаратора называемом “альтернатор нагрузки”, может быть помещено до восьми измеряемых объектов различной формы (цилиндрические гири из сплавов металлов и кремниевые шары). Положение эталонных гирь и специальных мер массы на альтернаторе нагрузки устанавливается на рабочем терминале. Там же вводится количество объектов и метод сравнения испытуемых эталонов массы.

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

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

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

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

Двигатели для привода альтернатора нагрузки и лифтовых устройств расположены вне вакуумной камеры, что существенно снижает влияние на систему взвешивания температурных и магнитных эффектов. Усилие передается через оси вращения и вакуумные муфты внутрь вакуумной камеры. Альтернатор нагрузки приводится в действие проволочной системой.

Вакуумная камера изготовлена из алюминиевого сплава, гарантированно не создающего магнитного поля. Внутри вакуумной камеры все компоненты свободны от масла и смазки и, таким образом, устойчивы к высокому вакууму. Безмасляные винтовые насосы, используемые для создания начального разряжения в вакуумной системе, вынесены за пределы помещения.

Третья глава посвящена работам по передаче единицы массы от ГПЭ эталонам-копиям сличением при помощи вакуумного компаратора и специальных мер плавучести и сорбции.

Рассмотрены результаты исследований методов промывки и очистки поверхности эталонных гирь из платина – иридиевого сплава и нержавеющей стали. На основании полученных результатов исследований сделан вывод о эффективности двухступенчатой очистки эталонных гирь химически чистым гексаном от загрязнений, при которой уменьшение массы загрязнений на площади поверхности гири составило от 0,15 до 0,04 мкг.

Представлены результаты разработки и создания системы хранения мер массы в вакууме. Доработанные контейнеры, предназначенные для загрузки эталонных гирь, национальных прототипов килограмма или кремниевых сфер массой до 1 кг, используются для хранения эталонов в вакууме, контейнеры могут быть загружены в вакуумный компаратор без изменения условий хранения, исключая негативное влияние поверхностных эффектов возникающих при воздействии окружающего атмосферного воздуха.

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

$$\Delta m_{TR} = \rho_a \{V_T^{20}[1 + \alpha_T(t - 20)] - V_R^{20}[1 + \alpha_R(t - 20)]\} - g^{-1} \frac{\partial g}{\partial h} (h_T - h_R) + I_0 - m_R^{add} - \zeta(S_T - S_R) , \quad (4)$$

где $\Delta m_{TR} = m_T - m_R$;

V_x^{20} и V_y^{20} – объемы сравниваемых эталонных гирь при 20 °С;

α_x и α_y – температурные коэффициенты объемного расширения сравниваемых эталонных гирь;

t – температура сравниваемых эталонных гирь;

g – ускорение силы тяжести в месте измерений;

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

ζ – удельная сорбция на поверхности сравниваемых эталонных гирь;

S_T и S_R – площади поверхности сравниваемых эталонных гирь;

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

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

Для гирь, которые не переносились из вакуума в атмосферный воздух, последнее слагаемое в (4) не учитывают.

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

Описанные в третьей главе работы, проводились 2020 году, передача единицы массы эталонам копиям от ГПЭ с помощью вакуумного компаратора и набора специальных мер плавучести и сорбции в условиях атмосферного воздуха. Сравнения масс эталонных гирь проводились в условиях атмосферного воздуха внутри герметичного корпуса вакуумного компаратора. Тогда давление и плотность воздуха поддерживались постоянными за все время измерений.

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

Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха и вклад в суммарную неопределенность представлен в таблице 3.

Таблица 3 - Бюджет неопределенности измерений плотности воздуха и вклад в суммарную неопределенность

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

Суммарная стандартная неопределенность измерений плотности воздуха $u_c(\rho_a) = 0,000064$ кг/м³.

Расширенная неопределенность измерений плотности воздуха при коэффициенте охвата $U(k = 2) = 0,00012$ кг/м³.

Бюджет неопределенности измерений эталонов-копий приведен в таблице 4.

Таблица 4 – Бюджет неопределенности измерений при сличениях эталонов-копий

Обозначение	Составляющая неопределенности	Закон распределения	Числовое значение, мг
$u_A(m_j)$	$\sqrt{V_{j,j}}$	Нормальный	0,0045
$u(m_A)$	$\sqrt{\left(\frac{U}{k}\right)^2 + u_v^2(m_A)}$	Равномерный	0,007
u_b	$\sqrt{\Delta V_{BA}^2 u^2(\rho_a) + \rho_a^2 u^2(V)}$	Равномерный	0,010
u_d	$\frac{d}{2\sqrt{3}} \sqrt{2}$	Равномерный	Пренебрежимо

Суммарная стандартная неопределенность измерений массы эталонов-копий соответствует требованиям новой поверочной схемы и равна $u_c(m_j) = 0,0013$ мг.

Результаты калибровки гирь из состава ЭК представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты калибровки гирь из состава ЭК

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

В третьей главе определена необходимость расширения диапазона передачи единицы массы в область субмиллиграммовых значений связанной с возрастающими требованиями современной науки к метрологическим характеристикам применяемых средств измерений массы в фармакологической отрасли, медицине, экологии, космосе и многих других; рассмотрена математическая модель передачи единицы массы в область дольных значений килограмма. Передача единицы массы в диапазоне от 0,05 мг до 0,50 мг с оценкой погрешности и неопределенности измерений. Методом деления производят передачу единицы массы в область меньше 1 кг. Сличения гирь рабочего вторичного эталона проводят отдельно для каждой декады набора. Номинальные массы гирь в каждой декаде имеют соотношение 5:2:2:1. При этом наименьшая гиря старшего (предыдущего) разряда служит исходным эталоном более младшего (последующего) разряда. Исходным эталоном самого старшего разряда служит эталон-копия национального прототипа килограмма.

Схема калибровки набора гирь массой 0,05; 0,1; 0,2; 0,2*; 0,5 мг представлена в таблице 6.

Таблица 6 – Схема калибровки набора гирь

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

* - обозначение парного экземпляра гири 0,2 мг;

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

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

Основные выводы

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

Основные результаты теоретических и экспериментальных работ:

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

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

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

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

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

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

7. Усовершенствован Государственный первичный эталон единицы массы с улучшенными метрологическими характеристиками;

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

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

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

Основные положения диссертации опубликованы в следующих публикациях:

Публикации в изданиях по списку ВАК.

1. Ю.И. Каменских, В.С. Снегов, «Современное состояние государственного первичного эталона единицы массы», Измерительная техника. №7, С. 27-29, Москва, 2009.

2. В.С. Снегов, Ю.И. Каменских, И.В. Викторов, «Сличения эталонов-копий с государственным первичным эталоном единицы массы в 2014–2015 гг, Измерительная техника. №10, С. 68-72, Москва, 2016.

3. В.С. Снегов, А.В. Сафонов, Ю.И. Каменских, «О циклах взвешивания массы на компараторах», Автоматизация, телемеханизация и связь в нефтяной промышленности, 7/2018, С. 9-12, Москва, 2018.

4. Ю.И. Каменских, В.С. Снегов, «Эталон-копия единицы массы: калибровка 2020 года с применением вакуумного компаратора ССЛ 1007», Эталон. Стандартные образцы. №2, С. 60-71, Москва, 2021.

5. А.А. Чернышенко, Ю.И. Каменских «Вакуумная система Ватт-Весов: Аспекты разработки», Эталон. Стандартные образцы. №4, С. 5-12, Москва, 2021.

Публикации в остальных изданиях.

6. Ю.И. Каменских, В.С. Снегов, «Сличение эталонов- копий с Государственным первичным эталоном единицы массы ГЭТЗ-2008», Мир измерений. №1, С. 8-11, Санкт-Петербург, 2012.

7. Богданова В.И., Горшков В.Б., Каменских Ю.И., Милокумов В.С., Снегов В.С., Степанов А.А, Халлер Дж., «Калибровка весов. Проблемы и перспективы», Главный метролог, №5, С.38-47, Москва, 2020.