Η ΔΙΑΔΟΣΗ ΤΗΣ ΚΛΙΜΑΚΑΣ ΤΗΣ ΜΑΖΑΣ ΣΤΙΣ ΤΙΜΕΣ 1mg … 1kg ΣΤΟ ΕΛΛΗΝΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ

Χ. ΜΗΤΣΑΣ, Γ. ΝΑΒΡΟΖΙΔΗΣ ΚΑΙ Α. ΛΕΥΚΟΠΟΥΛΟΣ
ΕΛΛΗΝΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ (ΕΙΜ), Δ/ΝΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΓΕΘΩΝ, ΘΕΣ/ΝΙΚΗ 57022
Email: chris.mitsas@eim.org.gr

Περίληψη: *Η διάδοση της κλίμακας της μάζας βασίζεται στη μεταφορά της «ακρίβειας» του Εθνικού Προτύπου Μάζας, με ονομαστική τιμή 1 kg, σε πρότυπα βάρη κλάσης ακρίβειας OIML E1 και ονομαστικές τιμές υποπολαπλάσιες και πολλαπλάσιες αυτής του Εθνικού Προτύπου. Για το σκοπό αυτό, αναπτύχθηκε από το εργαστήριο Μάζας του ΕΙΜ διαδικασία συγκρίσεων των εμπλεκομένων βαρών, με όλους τους δυνατούς συνδυασμούς, σε κατάλληλους συγκριτές μάζας και η εν συνεχεία αριθμητική επίλυση του προκύπτοντος συστήματος εξισώσεων με μεθόδους βελτιστοποίησης που βασίζονται στη χρήση πολλαπλασιαστών Lagrange.*

Εισαγωγή

Βασικός στόχος του Εργαστηρίου Μάζας του Ελληνικού Ινστιτούτου Μετρολογίας (ΕΙΜ) είναι η διάδοση της κλίμακας της μάζας, μέσω της διακρίβωσης - ουσιαστικά κατηγοριοποίησης σε κλάσεις ακρίβειας - των προτύπων βαρών, τα οποία καλείται να διακριβώσει.

Για την κατανόηση όσων ακολουθούν, επισημαίνονται τα εξής :

- Το πρότυπο αναφοράς για τις μετρήσεις μάζας του ΕΙΜ (ακριβέστερα σειρά 4 προτύπων), διαθέτει ονομαστική τιμή 1 kg, με ιχνηλασιμότητα στο Διεθνές Πρότυπο 1 kg, το οποίο φυλάσσεται στο Διεθνές Γραφείο Μέτρων και Σταθμών (BIPM).
- Τα πρότυπα βάρη τα οποία διακριβώνονται από το ΕΙΜ και τα άλλα εργαστήρια της χώρας, διαθέτουν ονομαστική τιμή υποπολλαπλάσια και πολλαπλάσια αυτής του 1 kg, σύμφωνα με τη σειρά 1, 2, 5 για κάθε «δεκάδα» τιμών, δηλ 1 mg, 2 mg, 5 mg, 10 mg, 20 mg, 50 mg κ.ο.κ.
- Οι διακριβώσεις όλων των προτύπων βαρών, πλην αυτών της ανώτερης κλάσης ακρίβειας κατά OIML E1, δηλ E2, F1, F2 και κατώτερες κλάσεις, πραγματοποιούνται ένα προς ένα, με τη μέθοδο της συγκριτικής διακρίβωσης, σε κατάλληλους συγκριτές μάζας (mass comparators), ως προς πρότυπα ίσης ονομαστικής τιμής, μίας κλάσης ακρίβειας καλύτερης από την αντίστοιχη του υπό διακρίβωση προτύπου [1].
- Τα πρότυπα βάρη κλάσης ακρίβειας E1, διακριβώνονται μόνον ως προς πρότυπο αναφοράς ονομαστικής τιμής 1 kg, κλάσης ακρίβειας κατά OIML «E0». Στην περίπτωση αυτή η διακρίβωση δεν μπορεί να πραγματοποιηθεί ως σύγκριση ένα προς ένα, λόγω διαφοράς στις ονομαστικές τιμές, προτύπου αναφοράς και υπό διακρίβωση βαρών. *Απαιτείται λοιπόν ο σχεδιασμός και ανάπτυξη ενός κατάλληλου σχήματος ζυγίσεων (weighing scheme), για τη διάδοση της κλίμακας μάζας από το «Εθνικό» Πρότυπο μάζας του 1 kg σε πρότυπα βάρη ονομαστικών τιμών 1 mg ... 1 kg κλάσης ακρίβειας E1 κατά OIML.* Η διαδικασία διάδοσης της κλίμακας μάζας στο εύρος άνω 1 kg παρουσιάζει ιδιαιτερότητες και εκφεύγει του σκοπού της συγκεκριμένης μελέτης [2].

Στην παρούσα εργασία παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της διακρίβωσης της συμβατικής τιμής μάζας των προτύπων βαρών του σετ με αρ. σειράς 9407 EJ, βάσει διεθνώς αποδεκτής μεθοδολογίας [2-5] και τεχνογνωσίας που ανέπτυξε και εφάρμοσε το

ΕΙΜ. Ως πρότυπο αναφοράς χρησιμοποιήθξηκε το «Εθνικό» Πρότυπο με αρ. 013504, που τηρεί το εργαστήριο Μάζας του ΕΙΜ, με πιστοποιητικό διακρίβωσης του Εθνικού Ινστιτούτου Μετρολογίας της Γερμανίας (PTB). Παρότι η μεθοδολογία που περιγράφεται εφαρμόστηκε για κάθε δεκάδα του σετ, δηλ (1 kg…100g), (100g…10g), (10g…1g), (1g…100mg), (100mg…10mg) και (10mg…1m), τα αριθμητικά αποτελέσματα που παρουσιάζονται στο παράδειγμα εφαρμογής, καλύπτουν αποκλειστικά το εύρος 1 kg…100g.

Αρχές - Διαδικασία Διακρίβωσης

1. Οι ονομαστικές τιμές των υπό διακρίβωση προτύπων βαρών είναι οι εξής :
   1000 g, 500 g, 200 g, 200● g, 100 g
   κλάσης ακρίβειας κατά OIML E1.
2. Ολες οι «δεκάδες» διακριβώνονται ανεξάρτητα η μία από την άλλη και διαδοχικά κατά σειρά φθινουσών ονομαστικών τιμών, δηλ με τη σειρά (1000g…100g), (100g…10g), …. (10mg…1mg), με τη χρήση ενός προτύπου αναφοράς γνωστής συμβατικής τιμής μάζας και αβεβαιότητας. Ως πρότυπο αναφοράς για την εκτέλεση των συγκρίσεων της πρώτης «δεκάδας» δεν χρησιμοποιήθηκε το «Εθνικό» πρότυπο, αλλά το πρότυπο βάρος 1 kg του υπό διακρίβωση σετ, αφού διακριβώθηκε προηγουμένως ως προς το «Εθνικό» πρότυπο. Η συγκεκριμένη απόφαση υπαγορεύτηκε για λόγους ελαχιστοποίησης της φθοράς του «Εθνικού» προτύπου, η οποία θα ήταν αναπόφευκτη, κατά τη διάρκεια των συγκρίσεων στις οποίες εμπλέκεται. Ως πρότυπο αναφοράς για τη διακρίβωση της επόμενης «δεκάδας», (100g…10g), χρησιμοποιήθηκε το τελευταίο βάρος της προηγούμενης «δεκάδας», δηλ αυτό των 100g κ.ο.κ.
3. Ολες οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν με τη μέθοδο της συγκριτικής ζύγισης κατά Borda [6], πάντα στον ίδιο συγκριτή μάζας για όλα τα πρότυπα βάρη της ίδιας «δεκάδας». Κατά τη μέθοδο αυτή, συγκρίνονται οι συμβατικές τιμές μάζας ενός προτύπου ή συνδυασμού προτύπων βαρών, με ίσες ονομαστικές τιμές. Το αποτέλεσμα της ζύγισης, ουσιαστικά η διαφορά συμβατικών τιμών μάζας, δηλώνεται με το σύμβολο Δm και υφίσταται διόρθωση άνωσης, σύμφωνα με την παρακάτω σχέση :
   $$y = \Delta m + (\rho_a - \rho_0)(V_1 - V_2) \quad (1)$$
   όπου :
   - y : η διορθωμένη ένδειξη του συγκριτή μάζας
   - Δm : το πρωτογενές αποτέλεσμα της μέτρησης – ένδειξης του συγκριτή μάζας
   - ρ_a : ο μέσος όρος πυκνότητας αέρα κατά τη διάρκεια των συγκρίσεων
   - ρ_0 : 1,2 kg/m^3, τιμή αναφοράς της πυκνότητας του αέρα
   - V_1, V_2 : οι όγκοι (ή άθροισμα των όγκων) των συγκρινομένων προτύπων βαρών
4. Η διακρίβωση των προτύπων βαρών του σετ, που ουσιαστικά ανάγεται στην εύρεση των συμβατικών τιμών μάζας των επί μέρους βαρών, επιτυγχάνεται μέσω της επιλογής κατάλληλου σχήματος ζύγισης, το οποίο συγκρίνει (δηλ συνδυάζει) με όλους τους δυνατούς τρόπους τα εμπλεκόμενα βάρη και επιπλέον έχει την ιδιότητα της ορθογωνιότητας [7,8]. Οι συμβατικές τιμές μάζας προκύπτουν, όπως φαίνεται στη συνέχεια, από την επίλυση ενός συστήματος 12 εξισώσεων (η κάθε μία από τις οποίες αντιστοιχεί σε μία σύγκριση βαρών) και 6 αγνώστων (συμβατικών τιμών μάζας), με τη μέθοδο των ελαχίστων τετραγώνων. Η θεώρηση 6 αγνώστων, αντί 5, όπως θα ανέμενε κανείς με βάση τον πραγματικό αριθμό των αγνώστων (1000g, 500g, 200g, 200●g, 100g), προκύπτει από την εισαγωγή μιάς επιπλέον τεχνητής μεταβλητής, η οποία γίνεται για τους εξής λόγους : α) δημιουργία ικανού αριθμού εξισώσεων (χωρίς την

εισαγωγή της προκύπτει κατ' αρχήν αριθμός εξισώσεων μικρότερος του αριθμού των αγνώστων) β) διαμόρφωση ορθογωνικού πίνακα σχεδιασμού, όπως φαίνεται στη συνέχεια γ) διασφάλιση ανεξάρτητου τρόπου ελέγχου της διαδικασίας

5. Για τη βέλτιστη αναπαράσταση του συστήματος των εξισώσεων/ αγνώστων, καταστρώνεται πίνακας σχεδιασμού (design matrix), A, με «γραμμές» τις εξισώσεις και «στήλες» αγνώστους.

6. Το μετρητικό μοντέλο που περιγράφει το πείραμα παρίσταται λοιπόν ως εξής :

$$\mathbf{A}\,\mathbf{X} = \mathbf{Y} + \boldsymbol{\varepsilon} \qquad (2)$$

όπου :

A : ο πίνακας σχεδιασμού, με τους συντελεστές των γραμμικών εξισώσεων και στοιχεία α_{ij} με αριθμητικές τιμές 1, -1 ή 0 και i=1,…,12, j=1,…,6

X : το διάνυσμα των αγνώστων με στοιχεία x_i, i=1,…,6 και

Y : το διάνυσμα των αποτελεσμάτων από το συγκριτή μάζας, με στοιχεία y_i, i=1,…,12, διορθωμένων ως προς την άνωση (εξ (1))

ε : το διάνυσμα των τυχαίων σφαλμάτων με κατανομή $N(0, \sigma^2)$

$$\mathbf{A} = \begin{array}{c} \begin{array}{cccccc} 1000\text{ g} & 500\text{ g} & 200\text{ g} & 200\bullet\text{ g} & 100\text{ g} & 100^*\text{ g} \end{array} \\ \left|\begin{array}{cccccc} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \end{array}\right| \end{array} \quad \mathbf{Y} = \left|\begin{array}{c} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \\ y_{11} \\ y_{12} \end{array}\right| \quad \text{και} \quad \mathbf{X} = \left|\begin{array}{c} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{array}\right|$$

Ετσι, η πρώτη εξίσωση αντιστοιχεί στη σύγκριση του βάρους 1 kg με το άθροισμα των βαρών με ονομαστικές τιμές 500g, 200g, 200●g, 100g, δηλ ('500' + '200' + '200●' + '100') – '1000' = y_1, εξ ού και τα στοιχεία της πρώτης γραμμής του πίνακα A.

Παρατηρήσεις :

- Το βάρος 100* g, στην τελευταία στήλη του πίνακα A, αποτελεί την τεχνητή μεταβλητή (x_6), που αντιστοιχεί, όπως προαναφέρθηκε, στη χρήση βάρους εκτός του υπό διακρίβωση σετ.
- Από την εξέταση του πίνακα A προκύπτει ότι επαναλαμβάνονται 4 συγκρίσεις : ($5^η$, $6^η$), ($7^η$, $8^η$), ($9^η$, $10^η$) και ($11^η$, $12^η$). Αυτό γίνεται για τη δημιουργία ορθογωνικού πίνακα σχεδιασμού με συνέπεια ο πίνακας συνδιακύμανσης (covariance matrix) να είναι διαγώνιος.

7. Η επίλυση του συστήματος (2) ανάγεται σε πρόβλημα βελτιστοποίησης (αριθμός εξισώσεων μεγαλύτερος αριθμού των αγνώστων), του οποίου η λύση ακολουθεί σχηματικά την παρακάτω σειρά μετασχηματισμών :

$$(\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{A})\cdot\mathbf{X} = \mathbf{A}^T\cdot\mathbf{Y} \;\Rightarrow\; \mathbf{X} = (\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{A})^{-1}\cdot\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{Y} \qquad (3)$$

όπου $\mathbf{A}^T$ ο ανάστροφος του $\mathbf{A}$ και $(\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{A})^{-1}\cdot\mathbf{A}^T$ ο πίνακας των κανονικών (normal) εξισώσεων, όπως δίνονται στη συνέχεια :

$$\mathbf{A}^T = \begin{vmatrix} -1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & -1 & -1 \\ 1 & 0 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 0 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{vmatrix}$$

και

$$\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{A} = \begin{vmatrix} 2 & -2 & -2 & -2 & -1 & -1 \\ -2 & 4 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -2 & 0 & 10 & 0 & 0 & 0 \\ -2 & 0 & 0 & 10 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 & 10 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 10 \end{vmatrix}$$

8. Το σύστημα των εξισώσεων (3), ως κλασσικό πρόβλημα συγκρίσεων, είναι άλυτο, δεδομένου ότι ο πίνακας $\mathbf{A}^T\cdot\mathbf{A}$ είναι μη αντιστρέψιμος. Για την επίλυσή του επιλέγεται η μέθοδος των πολλαπλασιαστών Lagrange [4], η οποία εισάγει στο σύστημα των αρχικών εξισώσεων (2) :
   - μιά νέα εξίσωση (περιορισμό), που αντιστοιχεί στη γνωστή συμβατική τιμή μάζας του βάρους 1 kg, από τη διακρίβωσή του ως προς το πρότυπο 04, η οποία δυατυπώνεται ως εξής :
     $x_1 = m_R$ (4)
   - ενός νέου αγνώστου $x_7 = \lambda$, πολλαπλασιαστή Lagrange

   Οι επηυξημένοι (augmented) πίνακες του συστήματος (3), με την ένδειξη «′», διαμορφώνονται ως εξής :

$$\mathbf{A'}^T\cdot\mathbf{A'} = \begin{vmatrix} 2 & -2 & -2 & -2 & -1 & -1 & 1 \\ -2 & 4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -2 & 0 & 10 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -2 & 0 & 0 & 10 & 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 & 10 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 10 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix} \quad \mathbf{Y'} = \begin{vmatrix} y'_1 \\ y'_2 \\ y'_3 \\ y'_4 \\ y'_5 \\ y'_6 \\ y'_7 \\ y'_8 \\ y'_9 \\ y'_{10} \\ y'_{11} \\ y'_{12} \\ m_R \end{vmatrix} \quad \text{και} \quad \mathbf{X'} = \begin{vmatrix} x'_1 \\ x'_2 \\ x'_3 \\ x'_4 \\ x'_5 \\ x'_6 \\ \lambda \end{vmatrix}$$

ενώ

$$\mathbf{A'^T} = \left|\begin{array}{cccccccccccc:c} -1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & -1 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ \hdashline 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{array}\right|$$

Ο πίνακας $\mathbf{(A'^T \cdot A')^{-1}}$ - πίνακας συνδιακυμάνσεων – είναι πλέον αντιστρέψιμος

$$\mathbf{(A'^T \cdot A')^{-1}} = \left|\begin{array}{ccccccc} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1/4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/2 \\ 0 & 0 & 1/10 & 0 & 0 & 0 & 1/5 \\ 0 & 0 & 0 & 1/10 & 0 & 0 & 1/5 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/10 & 0 & 1/10 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/10 & 1/10 \\ 1 & 1/2 & 1/5 & 1/5 & 1/10 & 1/10 & 0 \end{array}\right|$$

και το σύστημα επιλύεται, με βέλτιστη λύση :

$$\mathbf{X'} = \mathbf{(A'^T \cdot A')^{-1} \cdot A'^T \cdot Y'} \qquad (5)$$

Παρατήρηση :

- Η τελευταία γραμμή και στήλη του πίνακα $\mathbf{(A'^T \cdot A')^{-1}}$ περιλαμβάνει τις τιμές $h_j = m_j/m_r$, το λόγο των ονομαστικών τιμών των αγνώστων προτύπων βαρών (m_j) προς την αντίστοιχη του προτύπου αναφοράς

Παράδειγμα εφαρμογής

1. Εξοπλισμός – Πρότυπα

α) «Εθνικό» Πρότυπο μάζας με αρ. σειράς 013504, με τις εξής παραμέτρους διακρίβωσης, βάσει του πιστοποιητικού PTB-00700 :

- συμβατική τιμή μάζας : m_{rc} = 1 kg – 90 μg και διευρυμένη αβεβαιότητα $U(m_{rc})$ = 100 mg, k = 2
- όγκο V_{rc} = 124,8882 cm^3 (20^0C) και διευρυμένη αβεβαιότητα $U(V_{rc})$ = 0,0018 cm^3, k = 2

Το ανωτέρω βάρος χρησιμοποιήθηκε για τη διακρίβωση του προτύπου βάρους 1 kg, πριν την έναρξη των μετρήσεων, όπως προαναφέρθηκε.

β) Συγκριτής μάζας :

- SARTORIUS CC1000S-L, μέγιστης δυναμικότητας 1 kg, τυπικής επαναληψιμότητας καλύτερης από 3 μg και διακριτικής ικανότητας 1 μg

γ) Βοηθητικός εξοπλισμός για τον υπολογισμό της πυκνότητας του αέρα (διόρθωση άνωσης) :

- βαρόμετρο για τη μέτρησης της βαρομετρικής πίεσης (U=0,2 mbar, k=2)
- θερμόμετρο για τη μέτρησης της ατμοσφαιρικής θερμοκρασίας (U=0,3 K, k=2)
- υγρασιόμετρο για τη μέτρηση της ατμοσφαιρικής σχετικής υγρασίας (U=3 %, k=2)

Η πυκνότητα του αέρα (μέσος όρος), προκύπτει από τις μετρήσεις των ανωτέρω παραμέτρων, με τη χρήση της προσεγγιστικής εξίσωσης του CIPM [6]

2. Αποτελέσματα (συμβατική τιμής μάζας προτύπων βαρών)

Οι τιμές των διορθωμένων ως προς άνωση, διαφορών από τις συγκρίσεις των βαρών στο συγκριτή μάζας δίνονται παρακάτω :

$$\mathbf{Y} = \begin{vmatrix} 133,3 \\ 125,2 \\ -303,1 \\ -288,2 \\ 93,7 \\ 94,6 \\ 60,2 \\ 60,7 \\ 98,3 \\ 100.6 \\ 21,5 \\ 22,9 \end{vmatrix} \quad \mu g$$

Η συμβατική τιμή μάζας των προτύπων βαρών, όπως προκύπτει από την επίλυση του συστήματος (5), βάσει της μεθοδολογίας που περιγράφεται προηγουμένως, προκύπτει ως :

$$\langle \mathbf{X} \rangle = \begin{vmatrix} 500\ g - 191 \\ 200\ g + 93 \\ 200\bullet\ g + 15 \\ 100\ g + 4 \\ 100^*\ g - 11 \end{vmatrix} \quad \mu g$$

Παρατήρηση

- Τα αποτελέσματα της διακρίβωσης του προτύπου βάρους του σετ με ονομαστική τιμή 1 kg, ως προς το «Εθνικό» Πρότυπο με αρ. 013504 ήταν :
  Συμβατική τιμή μάζας : m_c = 1 kg+42 μg και διευρυμένη αβεβαιότητα $U(m_c)$ = 110 mg, k =2
- Επειδή τα αποτελέσματα διακρίβωσης του ανωτέρω βάρους είναι γνωστά, το βάρος αυτό δεν αποτελεί στοιχείο του διανύσματος των αγνώστων, το οποίο εφεξής περιλαμβάνει κατά σειρά τα πρότυπα βάρη 500g, 200g, 200●g, 100g, 100*g

3. Εκτίμηση αβεβαιοτήτων

α) Αβεβαιότητες τύπου Α

Το διάνυσμα των υπολοίπων (residuals) <**e**>, των εξισώσεων του συστήματος (2), ορίζεται ως :

$$\langle \mathbf{e} \rangle = \mathbf{Y'} - \langle \mathbf{Y'} \rangle, \qquad (6)$$

όπου
$<\mathbf{Y'}> = \mathbf{A'} <\mathbf{X'}>$

Με βάση τα αποτελέσματα των υπολογισμών,

$$<\mathbf{e}> = \begin{vmatrix} -3,8 \\ 3,8 \\ 0,4 \\ -0,4 \\ 0,7 \\ 1,5 \\ -1,3 \\ -0,8 \\ -1,2 \\ 1,1 \\ -0,7 \\ 0,7 \end{vmatrix}$$

Η εκτίμηση της τυπικής απόκλισης “s” του διανύσματος των υπολοίπων υπολογίζεται ως [9]:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \langle \mathbf{e} \rangle^T \langle \mathbf{e} \rangle}{\nu}} \tag{7}$$

όπου :

ν : m-n+1, ο αριθμός των βαθμών ελευθερίας («m-n» η διαφορά εξισώσεων και αγνώστων του συστήματος (2) και «+1» η επιπλέον πληροφορία για την τιμή του προτύπου 1 kg (εξ. 4))

Η τυπική απόκλιση εκτιμάται ως :

s = 2,3 μg

Επιπλέον ορίζεται [9] ο πίνακας συνδιακυμάνσεων, ως :

$$\mathbf{V_x} = (\mathbf{A'^T} \cdot \mathbf{A'})^{-1} s^2 \tag{8}$$

όπου :

$$(\mathbf{A'^T} \cdot \mathbf{A'})^{-1} = \begin{vmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0,25 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,5 \\ 0 & 0 & 0,1 & 0 & 0 & 0 & 0,2 \\ 0 & 0 & 0 & 0,1 & 0 & 0 & 0,2 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0,1 & 0 & 0,1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,1 & 0,1 \\ 1 & 0,5 & 0,2 & 0,2 & 0,1 & 0,1 & 0 \end{vmatrix}$$

*Στον ανωτέρω πίνακα οι τιμές των διακυμάνσεων των στοιχείων του διανύσματος των αγνώστων, <**X**>, δίνονται από τα στοιχεία της διαγωνίου, c_{jj}, ενώ οι τιμές των*

*συνδιακυμάνσεων μεταξύ των προτύπων βαρών είναι μηδενικές εκ κατασκευής του πίνακα **A**.*

Οι αβεβαιότητες τύπου Α (τυπική απόκλιση της μετρητικής διαδικασίας), k=1, για τη συμβατική τιμή μάζας κάθε προτύπου βάρους, υπολογίζονται ως εξής :

$$u_{A(xj)} = s\sqrt{c_{jj}} = \begin{vmatrix} 1.2 \\ 0,7 \\ 0,7 \\ 0,7 \\ 0,7 \end{vmatrix} \mu g$$

β) Αβεβαιότητες τύπου Β

⇨ Αβεβαιότητα προτύπου αναφοράς

$$u_{r(xj)} = h_j \cdot u(mc) = \begin{vmatrix} 27,5 \\ 11 \\ 11 \\ 5,5 \\ 5,5 \end{vmatrix} \mu g$$

όπου ο όρος h_j περιγράφεται προηγουμένως.

⇨ Αβεβαιότητα λόγω διόρθωσης άνωσης αέρα

$$u^2_{b(xj)} = (V_j - h_j V_r)^2 u^2_{\rho a} + (\rho_a - \rho_O)^2 (U^2_{Vj} + h_j u^2_{V_r})$$

όπου :

V_j, V_r : όγκος αγνώστου προτύπου βάρους και προτύπου αναφοράς αντίστοιχα

$u_{\rho a}$: αβεβαιότητα πυκνότητας αέρα

ρ_o : 1,2 $kg \cdot m^{-3}$ η συμβατική πυκνότητα αέρα

u_{Vj}, u_{Vr} : αβεβαιότητα όγκου αγνώστου προτύπου βάρους και προτύπου αναφοράς αντίστοιχα

$$u_{b(xj)} = \begin{vmatrix} 6,9 \\ 5,5 \\ 5,5 \\ 3.1 \\ 3,1 \end{vmatrix} \mu g$$

⇨ Αβεβαιότητα συγκριτή μάζας [1]

$$u_{bal(xj)} = \begin{vmatrix} 23 \\ 8 \\ 8 \\ 3 \\ 3 \end{vmatrix} \mu g$$

γ) Συνδυασμένη τυπική αβεβαιότητα

Η συνδυασμένη τυπική αβεβαιότητα της συμβατικής τιμής μάζας του προτύπου βάρους x_j δίνεται από τη σχέση [10] :

$$u_{c(xj)} = \sqrt{\left[u^2_{A(xj)} + u^2_{r(xj)} + u^2_{b(xj)} + u^2_{bal(xj)}\right]}$$

με τις επι μέρους συνεισφορές αβεβαιότητας όπως υπολογίστηκαν προηγουμένως. Αρα :

$$u_{c(xj)} = \left| \begin{array}{c} 37 \\ 14 \\ 14 \\ 7 \\ 7 \end{array} \right| \quad \mu g$$

δ) Διευρυμένη αβεβαιότητα

Η διευρυμένη αβεβαιότητα "U", k=2, προκύπτει ως εξής :

$$U = k\, u_{c(xj)} = \left| \begin{array}{c} 74 \\ 28 \\ 28 \\ 14 \\ 14 \end{array} \right| \quad \mu g$$

Οι ανωτέρω αβεβαιότητες καλύπτουν τις απαιτήσεις της κλάσης ακρίβειας OIML E1 [1].

Συμπεράσματα

Στην παρούσα εργασία περιγράφεται μιά αποτελεσματική διαδικασία διακρίβωσης σετ προτύπων βαρών κλάσης ακρίβειας OIML E1, στο εύρος 1 mg…1 kg. Η αποτελεσματικότητα έγκειται στο ότι η ίδια δεν εισάγει επιπλέον συσχετίσεις μεταξύ των υπό εκτίμηση παραμέτρων πέρα από τις προφανείς υφιστάμενες λόγω διορθωτικών όρων. Η ανωτέρω μεθοδολογία εφαρμόζεται, εξ όσων γνωρίζουμε, για πρώτη φορά στη χώρα μας και έχει ως σκοπό την διάδοση «εθνικής» κλίμακας Μάζας. Ταυτόχρονα, η τήρηση των προτύπων αναφοράς γίνεται οικονομικότερη δεδομένου ότι η ανάγκη διακριβώσεων μάζας από εξωτερικούς φορείς μειώνεται στο ελάχιστο.

Με την εφεξής αποστολή για διακρίβωση του «Εθνικού» προτύπου άμεσα στο BIPM, η «εθνική» αλυσίδα ιχνηλασιμότητας στο μέγεθος της μάζας καθίσταται πλέον αδιάσπαστη, λόγω της άμεσης συσχέτισής της με το Διεθνές πρότυπο. Επιπλέον, με την εφαρμογή της διαδικασίας, αναβαθμίζεται το επίπεδο τεχνογνωσίας του ΕΙΜ, επεκτείνονται οι μετρητικές του δυνατότητες του εργαστηρίου μάζας και καλύπτονται οι ανάγκες χρηστών που μέχρι σήμερα ήταν υποχρεωμένοι να στέλνουν για διακρίβωση τα πρότυπα βάρη τους στο εξωτερικό ενώ τέλος το κόστος λειτουργίας του εργαστηρίου γίνεται πιο ανταποδοτικό με οφέλη που είναι προφανή για τη χώρα και την Εθνική μας Οικονομία.

Βιβλιογραφία

1. OIML : International Recommendation R 111, "*Weights of classes E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_2, M_3*" (1994).
2. G. Mihailov, M. Romanowski, *"Calibration of the Multiples of the Unit of Mass"*, Metrologia **27**, (1990) 17.

3. D.B. Prowse, A.R. Anderson, "*Calibration of a Set of Masses in Terms of One Mass Standard*", Metrologia **10**, (1974), 123.
4. J.M. Cameron, "*The Use of the Method of Least Squares in Calibration*", NBS-IR **74-587**, (1974).
5. G.D. Chapman, "*Orthogonal Designs for Calibrating Kilogram Submultiples*", NRCC **25819**, (1999).
6. Schwartz, R. "*Guide to Mass Determination with High Accuracy*", PTB-MA-40 (1991).
7. *M. Grabe, "Note* on the Application of the Method of Least Squares", Metrologia **14**, (1978) 143.
8. M. Zuker, G. Mihailov, M. Romanowski, "*Systematic Search for Orthogonal Systems in the Calibration of Submultiples and Multiples of the Unit of Mass*", Metrologia **16**, (1980) 51.
9. R.J. Barlow, "*Statistics: A Guide to the Use of Statistical Methods in the Physical Sciences*", The Manchester Physics Series, John Wiley & Sons (1989).
10. ISO "*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements*", (1995).