

ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΟΓΚΟΥ ΚΑΙ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΣΤΕΡΕΩΝ ΜΕΣΩ ΥΔΡΟΣΤΑΤΙΚΗΣ ΖΥΓΙΣΗΣ

X. ΜΗΤΣΑΣ και Γ. ΝΑΒΡΟΖΙΔΗΣ
ΕΛΛΗΝΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ (Ε.Ι.Μ.),
Δ/ΝΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΓΕΘΩΝ, ΒΙ.ΠΕ.Θ., ΟΙΚ. ΤΕΤ. 45, ΣΙΝΔΟΣ 57022
email: chris.mitsas@eim.gr

Περίληψη: Στην εργασία παρουσιάζεται ο προσδιορισμός όγκου/ πυκνότητας στερεών(προτύπων πυκνότητας και βαρών) μέσω υδροστατικής ζύγισης. Αναπτύσσεται το μετρητικό μοντέλο και το αντίστοιχο ισοζύγιο αβεβαιότητας και αξιολογείται η διάταξη μέτρησης του εργαστηρίου πυκνότητας του ΕΙΜ με την χρήση δύο πρωτεύοντων προτύπων όγκου/ πυκνότητας με την μορφή σφαιρών από Si. Τέλος παρουσιάζονται τα αποτελέσματα διακρίβωσης των προτύπων εργασίας του εργαστηρίου που αποτελούνται από πρότυπα βάρη από ανοξείδωτο χάλυβα με ονομαστικές τιμές 1kg...1g. Οι σχετικές διευρυμένες αβεβαιότητες που επιτυγχάνονται κυμαίνονται από περίπου 3 έως 120 ppm, και εξαρτώνται άμεσα από τις αβεβαιότητες των προτύπων αναφοράς και του υγρού εργασίας καθώς και από τις διαφορές όγκων μεταξύ συγκρινόμενων αντικειμένων.

1. Εισαγωγή

Το μέγεθος της πυκνότητας είναι ένα παράγωγο μέγεθος του Συστήματος S.I. Η πειραματική του υλοποίηση απορρέει από τον ορισμό αυτού του φυσικού μεγέθους και προϋποθέτει την δυνατότητα προσδιορισμού της μάζας και του όγκου. Το εργαστήριο Πυκνότητας του ΕΙΜ, έχει ως σκοπό την πειραματική υλοποίηση και διάδοση του μεγέθους της πυκνότητας σε στερεά σώματα και υγρά. Δεδομένου ότι ο προσδιορισμός της μάζας γίνεται με υψηλή ακρίβεια εδώ και χρόνια στο αντίστοιχο εθνικό εργαστήριο του ΕΙΜ το κύριο έργο του εργαστηρίου εντοπίζεται στον προσδιορισμό με την βέλτιστη δυνατή αβεβαιότητα του όγκου αντικειμένων που είτε θα χρησιμοποιηθούν ως πρότυπα πυκνότητας ή ο όγκος (πυκνότητα) τους είναι απαραίτητος για μετρήσεις προσδιορισμού μάζας με υψηλή ακρίβεια (π.χ. πρότυπα βάρη τάξης ακρίβειας OIML E1). Πειραματικά ο προσδιορισμός του όγκου στερεών μπορεί να γίνει είτε διαστασιακά [1] είτε από τον προσδιορισμό της μείωσης του βάρους ενός αντικειμένου που εμβαπτίζεται σε υγρό γνωστής πυκνότητας [2] και από την επιπλέον μέτρηση της μάζας προκειμένου να προσδιορισθεί η πυκνότητα. Αντίστοιχα ο προσδιορισμός της πυκνότητας υγρών στηρίζεται στην ίδια αρχή και επιτυγχάνεται μέσω της χρήσης καλά χαρακτηρισμένων προτύπων πυκνότητας.

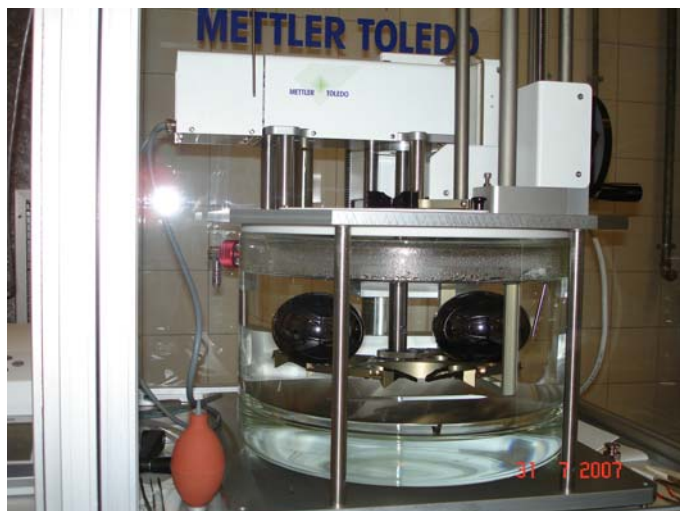
Στην παρούσα εργασία παρουσιάζεται η αξιολόγηση του συστήματος υδροστατικής ζύγισης του εργαστηρίου πυκνότητας του ΕΙΜ. Το σύστημα αξιολογείται σε δύο επίπεδα: α) στην μέτρηση της πυκνότητας προτύπων σφαιρών πυριτίου ή άλλων κεραμικών υλικών με σκοπό την χρήση τους ως πρότυπα πυκνότητας και β) στην μέτρηση της πυκνότητας προτύπων βαρών από ανοξείδωτο χάλυβα ώστε να είναι εφικτή η χρήση τους ως πρότυπα αναφοράς υψηλής ακρίβειας σε μετρήσεις μάζας. Από την αξιολόγηση του συστήματος καταρτίζεται λεπτομερές ισοζύγιο αβεβαιότητων ώστε να μπορεί να χρησιμοποιηθεί αξιόπιστα για την παραγωγή ιχνηλάσιμων μετρήσεων πυκνότητας και την διάδοση του μεγέθους με αφετηρία τα πρωτεύοντα πρότυπα του εργαστηρίου.

2. Πειραματικό Μέρος

Τα πρωτεύοντα πρότυπα του εργαστηρίου, που αποτελούν και τα «Εθνικά» πρότυπα αποτελούνται από δύο σφαίρες υψηλής ποιότητας μονο-κρυσταλλικού πυριτίου μάζας ca. 1 kg που επεξεργάστηκαν από την εταιρεία Gestione SILO s.r.l. ώστε οι ανοχές κυκλικότητας να είναι καλύτερες από 200 nm. Στην συνέχεια οι σφαίρες διακριβώθηκαν στο PTB αποδίδοντας ιχνηλασιμότητα στα Εθνικά πρότυπα μάζας και μήκους της Γερμανίας. Στον πίνακα 1. φαίνονται τα χαρακτηριστικά των προτύπων πυκνότητας.

Η αποτελεσματική αξιοποίηση των πρωτευόντων προτύπων πυκνότητας επιτυγχάνεται μέσω ενός συγκριτή όγκων, VC1005, της εταιρείας Mettler-Toledo, που φαίνεται στο σχήμα 1. Η αρχή λειτουργίας του συστήματος στηρίζεται στην μέθοδο της υδροστατικής ζύγισης [3]. Τα κύρια χαρακτηριστικά του συστήματος σύγκρισης όγκων είναι:

- η αυτόματη εναλλαγή 4 θέσεων και καταγραφή/ αποτίμηση αποτελεσμάτων μέσω H/Y
- η δυνατότητα μέτρησης όγκου προτύπων βαρών με ονομαστικές τιμές από 50 mg έως 1 kg. Για βάρη μικρότερα των 2 g χρησιμοποιούνται κατάλληλα υπόβαθρα με την μορφή δίσκων
- η χρήση συγκριτή μάζας δυναμικότητας 1 kg (ηλεκτρονική περιοχή ζύγισης 111 g) και διακριτότητας 10 μ g
- η χρήση διπλότοιχου υάλινου δοχείου ως θερμοστατικό μπάνιο. Ο χώρος εργασίας είναι χωρητικότητας περίπου 40 l ενώ η μόνωσή του επιτυγχάνεται με χρήση αποσταγμένου νερού μεταξύ των δύο τοιχωμάτων. Επιπλέον μπορεί να συνδεθεί με κυκλοφορητή ώστε να ρυθμίζεται η θερμοκρασία του νερού για καλύτερο έλεγχο των συνθηκών μέτρησης
- η χρήση οργανικού υγρού εργασίας (εμπορικό όνομα FC 40) για την αποφυγή της εμφάνισης φυσαλίδων εγκλωβισμένου αέρα που συνήθως υφίσταται με την χρήση δισ-αποσταγμένου νερού. Οι θερμο-φυσικές ιδιότητες του υγρού παρατίθενται στον πίνακα 2.



Σχήμα 1. Ο συγκριτής όγκων VC1005, Mettler-Toledo του Εργ. Πυκνότητας του ΕΙΜ.

Η διαδικασία της μέτρησης περιλαμβάνει τα ακόλουθα στάδια:

1. Εκτίμηση της μάζας (συμβατικής ή πραγματικής) των αντικειμένων υπό διακρίβωση μέσω συγκριτικής ζύγισης. Οι πυκνότητες που χρησιμοποιούνται προέρχονται από εκτιμήσεις βάσει του υλικού κατασκευής (method F) [4].
2. Διακρίβωση της περιοχής ζύγισης του συγκριτή, για τον προσδιορισμό της μη-γραμμικότητας δεδομένου ότι οι διαφορές ζύγισης μπορεί να είναι έως 110 g

3. Διακρίβωση της μέσης πυκνότητας του υγρού εργασίας από κύκλους ζύγισης ABA με σύγκριση κατάλληλων προτύπων αναφοράς στον αέρα και εντός του υγρού. Η πυκνότητα πρέπει να προσδιορίζεται σε κάθε διακρίβωση όγκων επειδή είναι ισχυρή συνάρτηση τόσο της θερμοκρασίας όσο και του χρόνου (γήρανση)
4. Μέτρηση της μέσης διαφοράς όγκου μεταξύ προτύπου αναφοράς και αντικειμένου υπό διακρίβωση, μέσω κύκλων ζύγισης ABA εντός του υγρού, και από αυτή τον προσδιορισμό του ζητούμενου όγκου και πυκνότητας
5. Επανεκτίμηση της μάζας βάσει της προσδιορισθείσας πραγματικής πυκνότητας του αντικειμένου

Πίνακας 1. Χαρακτηριστικά «Εθνικών» προτύπων πυκνότητας.

Παράμετροι	SILO 1	SILO 2
Μάζα	979,872 029 g ± 0,041 mg	979,551 540 g ± 0,041 mg
Όγκος @20°C και 101325 Pa	420,7090 ± 0,00085 cm ³	420,5725 ± 0,00085 cm ³
Πυκνότητα @20°C και 101325 Pa	2329,097 ± 0,0047 kg/m ³	2329,091 ± 0,0047 kg/m ³

Πίνακας 2. Θερμο-φυσικές ιδιότητες υγρού FC40 @ 25°C (Προδιαγραφές κατασκευαστή)

Πυκνότητα	Ιξώδες (Απόλυτο)	Θερμική Αγωγιμότητα	Συντελεστής Διαστολής	Τάση Ατμών	Σημείο Ζέσεως (1atm)
1850 kg/m ³	3,4 centipoise	0,065 Wm ⁻¹ oC ⁻¹	-2,5 (kg/m ³)/K	432 Pa	155 °C

3. Μετρητικό Μοντέλο

Δεδομένου ότι η συνολική μέτρηση είναι μια σύνθετη διεργασία το μετρητικό μοντέλο που την αναπαριστά μπορεί να γραφεί ώστε να αντιστοιχεί στα κυριότερα στάδια της μέτρησης [5].

A. Σύγκριση Όγκων

Προσδιορίζεται η διαφορά ζύγισης, Δm_w , σε υγρό πυκνότητας ρ_f μέσω της σύγκρισης

$$m_2 - m_1 - (V_2 - V_1)\rho_f = \Delta m_w \cdot B \quad (1)$$

όπου m_1 , V_1 , m_2 , V_2 οι μάζες και οι όγκοι του αγνώστου αντικειμένου και προτύπου αναφοράς αντίστοιχα και B ένας παράγοντας ρύθμισης του ζυγού που εξαρτάται από την πυκνότητα του αέρα και των εσωτερικών βαρών του ζυγού και προσδιορίζεται κατά την διακρίβωση της ηλεκτρονικής περιοχής ζύγισης του. Η επιζητούμενη διαφορά όγκων εκφρασμένη συναρτήσει της συμβατικής μάζας των βαρών δίνεται από την σχέση

$$\Delta V = \frac{(1 - \rho_o / \rho_c) \left\{ (m_{c2} - m_{c1}) - \Delta m_w \frac{(1 - \rho_{aj} / \rho_j)}{(1 - \rho_o / \rho_j)} \right\}}{\rho_f - \rho_o} \quad (2)$$

όπου $\rho_o = 1,2 \text{ kg/m}^3$, $\rho_c = 8000 \text{ kg/m}^3$ και ρ_{aj} , ρ_j η πυκνότητες του αέρα κατά την διακρίβωση του ζυγού και η πυκνότητα των εσωτερικών βαρών του ζυγού αντίστοιχα.

B. Πυκνότητα υγρού στην θερμοκρασία διακρίβωσης

Προσδιορίζεται η διαφορά ζύγισης, $\Delta m'_w$, από την σύγκριση δύο διαφορετικών προτύπων αναφοράς στο υγρό πυκνότητας ρ_f και στον αέρα πυκνότητας ρ_a μέσω της σύγκρισης

$$(m_2 - \rho_f V_2) - (m_1 - \rho_a V_1) = \Delta m'_w \cdot B \quad (3)$$

όπου m_1 , V_1 , m_2 , V_2 οι μάζες και οι όγκοι των προτύπων στον αέρα και εντός του υγρού αντίστοιχα και B ο παράγοντας ρύθμισης του ζυγού. Η επιζητούμενη τιμή της πυκνότητας του υγρού κατά την διακρίβωση του δίνεται από την σχέση

$$\rho_f = \frac{(1 - \rho_o / \rho_c) \left\{ (m_{c2} - m_{c1}) - \Delta m'_w \frac{(1 - \rho_{aj} / \rho_j)}{(1 - \rho_o / \rho_j)} \right\} + V_{o1} (\rho_a - \rho_o)}{V_{o2} (1 + \alpha_2 \Delta T)} + \rho_o \quad (4)$$

όπου V_{o1} και V_{o2} οι όγκοι των προτύπων στους 20°C και α_2 ο συντελεστής θερμικής διαστολής του προτύπου εντός του υγρού.

C. Πυκνότητα υγρού στην θερμοκρασία μέτρησης

Το λογισμικό αποτίμησης ComVol περιέχει έναν πίνακα πυκνότητας του συγκεκριμένου υγρού συναρτήσει της θερμοκρασίας που δημιουργήθηκε από ανεξάρτητες μετρήσεις της πυκνότητας του FC40 με ένα όργανο δονούμενου σωλήνα U. Δεδομένου ότι το υγρό έχει μία γραμμική θερμοκρασιακή εξάρτηση στην περιοχή μέτρησης ($15 \dots 30^\circ\text{C}$) ο πίνακας μπορεί εύκολα να χρησιμοποιηθεί για τον προσδιορισμό της πυκνότητας σε οποιαδήποτε θερμοκρασία, T , στο παραπάνω εύρος μέσω της σχέσης

$$\rho_f(T) = \rho_{cal}(T_{cal}) + \alpha_f (T - T_{cal}) \quad (5)$$

όπου T_{cal} η θερμοκρασία διακρίβωσης του υγρού και α_f ο θερμικός συντελεστής του. Επιπλέον η σύγκριση της τιμής $\rho_{cal}(T_{cal})$ με την πλησιέστερη τιμή του πίνακα πυκνοτήτων λειτουργεί και ως έλεγχος για πιθανή αλλοίωση του υγρού εργασίας.

D. Όγκος και πυκνότητα στους 20°C

Τα τελικά αποτελέσματα της διακρίβωσης δίνονται από τις σχέσεις

$$V_{o2} = \frac{V_{o1} (1 + \alpha_1 \Delta T) + \Delta V}{1 + \alpha_2 \Delta T} \quad (6)$$

$$\rho_2 = \frac{m_{c2} (1 - \rho_o / \rho_c) (1 - \alpha_2 \Delta T)}{V_{o2}} + \rho_o \quad (7)$$

όπου α_1 και α_2 οι συντελεστές θερμικής διαστολής του προτύπου και του αγνώστου αντικειμένου και ΔT η διαφορά θερμοκρασίας από τους 20°C .

4. Αξιολόγηση του Συστήματος

Η αξιολόγηση του συστήματος έγινε έχοντας υπόψη ότι η σκοπούμενη αβεβαιότητα ($k=1$) πρέπει να είναι της τάξης 1 - 2 ppm ώστε να μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε διεθνείς διεργαστηριακές συγκρίσεις και στην διάδοση του μεγέθους της πυκνότητας. Εφαρμόζοντας τον νόμο διάδοσης αβεβαιοτήτων στην σχέση (2) που αφορά στο πρωτογενώς μετρούμενο μέγεθος, την διαφορά όγκων, καταλήγουμε μετά από τις κατάλληλες προσεγγίσεις στην έκφραση

$$u_{\text{rel}}^2(\Delta V) \approx \frac{u^2(\Delta m_c)}{\rho_f^2 \Delta V^2} + \frac{u^2(\Delta m_w)}{\rho_f^2 \Delta V^2} + u_{\text{rel}}^2(\rho_f) \quad (8)$$

όπου u_{rel} σημαίνει σχετική αβεβαιότητα. Ο παρονομαστής των δύο πρώτων όρων είναι η διαφορά άνωσης που υφίστανται τα δύο συγκρινόμενα αντικείμενα. Εάν λοιπόν συγκρίνονται αντικείμενα με μεγάλη διαφορά όγκων, όπως π.χ. σφαίρα Si με πρότυπο βάρος, τότε ο καθοριστικός παράγοντας στην $u_{\text{rel}}(\Delta V)$ είναι η αβεβαιότητα του υγρού εργασίας. Αντίθετα, εάν η διαφορά όγκων είναι μικρή, όπως π.χ. κατά την σύγκριση προτύπων βαρών από ανοξείδωτο χάλυβα, τότε η αβεβαιότητα καθορίζεται από αυτή των προτύπων βαρών και του ζυγού του συστήματος. Επομένως η δυνατότητα επίτευξης της σκοπούμενης αβεβαιότητας μέτρησης σε κάθε περίπτωση εξαρτάται από την ελαχιστοποίηση των αβεβαιοτήτων α) των μαζών των συγκρινόμενων αντικειμένων, β) της ένδειξης του ζυγού και γ) της πυκνότητας του υγρού.

Η μάζα των αντικειμένων μπορεί να προσδιορισθεί με σχετική αβεβαιότητα < 1 ppm και η μη-γραμμικότητα της ηλεκτρονικής περιοχής του ζυγού επιδρά ελάχιστα όταν συγκρίνονται όμοια αντικείμενα (ενδεικτικά περίπου 1 ppm για τάξη OIML E2). Η αβεβαιότητα της πυκνότητας του υγρού παρουσιάζει ιδιαίτερη δυσκολία δεδομένου ότι στην συγκεκριμένη διάταξη καθορίζεται από την αβεβαιότητα διακρίβωσης του υγρού και την αβεβαιότητα που συνοδεύει την ευθεία παρεμβολής από τον πίνακα πυκνοτήτων του FC40 (σχέση 5). Η σχετική αβεβαιότητα του πρώτου παράγοντα, συμπεριλαμβανομένης και της επαναληψιμότητας, είναι περίπου 1 ppm ενώ ο δεύτερος παράγοντας την ανεβάζει στο επίπεδο μερικών δεκάδων ppm. Στην προσπάθεια μείωσης αυτής της συνεισφοράς τροποποιήθηκε ο πίνακας πυκνοτήτων του FC40 μετρώντας ανεξάρτητα την πυκνότητα του υγρού συναρτήσει της θερμοκρασίας με ένα διακριβωμένο κατάλληλα όργανο δονούμενου σωλήνα U, Anton Paar DMA5000, του εργαστηρίου το οποίο παρέχει αβεβαιότητα μέτρησης $0,03\text{kg/m}^3$ [6]. Με αυτό τον τρόπο η σχετική αβεβαιότητα μειώθηκε σε < 10 ppm.

Για επιβεβαίωση των παραπάνω προσδιορίστηκαν οι όγκοι και οι πυκνότητες των «Εθνικών» προτύπων πυκνότητας όπου και τα δύο χρησιμοποιήθηκαν εναλλάξ ως πρότυπα αναφοράς. Εάν δεν υπάρχουν πηγές συστηματικών σφαλμάτων μεταξύ των δύο θέσεων σύγκρισης του συστήματος αναμένεται οι διαφορές όγκων που θα προκύψουν να είναι ίδιες με διαφορά ενός προσήμου. Η διαφορά που προέκυψε ήταν της τάξης της επαναληψιμότητας της μέτρησης δηλ. $0,0004\text{ cm}^3$ επιβεβαιώνοντας την έλλειψη τέτοιου είδους σφαλμάτων. Τα αποτελέσματα των συγκρίσεων έχουν μία διευρυμένη σχετική αβεβαιότητα 3,2 ppm και φαίνονται στον πίνακα 3 όπου επίσης παρατίθενται και τα αντίστοιχα από την διακρίβωσή των σφαιρών Si στο PTB επιβεβαιώνοντας την αξιοπιστία του συστήματος.

Πίνακας 3. Συγκριτικά αποτελέσματα διακρίβωσης σφαιρών Si. Συντελεστής κάλυψης k=2.

	EIM		PTB	
	SILO2	SILO1	SILO2	SILO1
Όγκος (cm ³)	420,5724±0,0014	420,7090±0,0014	420,5725±0,00085	420,7090±0,00085
Πυκνότητα (kg/m ³)	2329,092±0,008	2329,097±0,008	2329,091±0,0047	2329,097±0,0047

5. Ισοζύγιο Αβεβαιότητας - Παραδείγματα

Για την κατάρτιση του ισοζυγίου αβεβαιότητας των μετρήσεων όγκου και της πυκνότητας με το σύστημα λαμβάνονται υπόψη όλες οι συνεισφορές που αποτυπώνονται παραπάνω και συνδυάζονται σύμφωνα με την μεθοδολογία του ISO “GUM” [7].

Το ισοζύγιο αβεβαιότητας της πυκνότητας του υγρού, που αποτυπώνεται στον πίνακα 4α, προέρχεται από την διακρίβωση της πυκνότητας του υγρού μέσω σύγκρισης προτύπου βάρους 200 g (τάξη OIML E1) στον αέρα με την σφαίρα Si SILO2 στο υγρό. Αντίστοιχα στον πίνακα 4β παρουσιάζεται το ισοζύγιο αβεβαιότητας της πυκνότητας του υγρού κατά την μέτρηση διαφοράς όγκων των σφαιρών Si.

Πίνακας 4α. Ισοζύγιο αβεβαιότητας πυκνότητας υγρού από 3 σειρές μετρήσεων ABA (A: ζύγιση στον αέρα, B: ζύγιση στο υγρό).

Συνεισφορά	Τιμή	Τυπική Αβεβαιότητα		Συνιστώσα $c_i u(x_i)$	$[c_i u(x_i)]^2$	DF
Δm_c	0,77919382	$3,6 \times 10^{-8}$	(kg)	$8,44 \times 10^{-5}$	$7,12 \times 10^{-9}$	1000
Δm_w^*	-0,00768954	$4,1 \times 10^{-8}$	(kg)	$-9,80 \times 10^{-5}$	$9,61 \times 10^{-9}$	1000
ρ_a	1,1772	0,001	(kg/m ³)	$6,03 \times 10^{-5}$	$3,64 \times 10^{-9}$	1000
ρ_l	7996	2,0	(kg/m ³)	$-5,78 \times 10^{-9}$	$3,34 \times 10^{-17}$	1000
ρ_{ai}	1,19	0,001	(kg/m ³)	$-2,31 \times 10^{-6}$	$5,34 \times 10^{-12}$	1000
V_{o1}	$2,498 \times 10^{-5}$	3×10^{-9}	(m ³)	$-1,63 \times 10^{-7}$	$2,66 \times 10^{-14}$	1000
V_{o2}	$4,20572 \times 10^{-4}$	$4,2 \times 10^{-10}$	(m ³)	$-1,87 \times 10^{-3}$	$3,49 \times 10^{-6}$	1000
α_2	$7,80 \times 10^{-6}$	$2,6 \times 10^{-7}$	(/K)	$-1,67 \times 10^{-3}$	$2,78 \times 10^{-6}$	1000
ΔT_{cal}	3,4329	1×10^{-3}	(K)	$-1,47 \times 10^{-5}$	$2,17 \times 10^{-10}$	1000
$S_{process}$	0	0,0001	(kg/m ³)	0,00070	$4,90 \times 10^{-7}$	2
			$\rho_f(T_{cal}) =$	1871,849	$\pm 0,0025 \text{ kg/m}^3$	(k=1)

* Η συνιστώσα περιλαμβάνει μη-γραμμικότητα και έκκεντρη τοποθέτηση.

Πίνακας 4β. Ισοζύγιο αβεβαιότητας πυκνότητας υγρού κατά την σύγκριση όγκων.

Συνεισφορά	Τιμή	Τυπική Αβεβαιότητα		Συνιστώσα $c_i u(x_i)$	$[c_i u(x_i)]^2$	DF
$\rho_f(T_{cal})$	1871,849	0,0025	(kg/m ³)	0,0025	$6,25 \times 10^{-6}$	1989
$T - T_{cal}$	-0,0094	1×10^{-3}	(K)	-0,00226	$5,085 \times 10^{-6}$	1000
Δ_{interp}	0	0,0173	(kg/m ³)	0,0173	$3,00 \times 10^{-4}$	1000
			$\rho_f(T) =$	1871,871	$\pm 0,018 \text{ kg/m}^3$	(k=1)

Το ισοζύγιο αβεβαιότητας της διαφοράς όγκου αποτυπώνεται στον πίνακα 4γ και προέρχεται από την σύγκριση δύο των δύο σφαιρών Si στο υγρό. Πραγματοποιήθηκαν 5 σειρές

μετρήσεων και η κάθε μία περιελάμβανε 6 κύκλους ABA. Συγκριτικά, η αβεβαιότητα του προσδιορισμού διαφοράς όγκου στην περίπτωση σύγκρισης σφαίρας Si με πρότυπο βάρος 200 g από ανοξείδωτο χάλυβα θα ήταν περίπου δύο τάξεις μεγαλύτερη δηλ. $0,004 \text{ cm}^3$.

Τέλος, στον πίνακα 4δ παρουσιάζονται τα ισοζύγια αβεβαιότητας του όγκου και της πυκνότητας της υπό διακρίβωση σφαίρας SILO1. Είναι χαρακτηριστικό ότι η σχετική αβεβαιότητα τόσο του προσδιορισμένου όγκου όσο και της πυκνότητας είναι της τάξης των 1,6 ppm και καθορίζεται ουσιαστικά από την αβεβαιότητα του προτύπου αναφοράς.

Πίνακας 4β. Ισοζύγιο αβεβαιότητας της διαφοράς όγκου μεταξύ σφαιρών Si. SILO2: A, SILO1: B. Έγιναν συνολικά 30 κύκλοι μετρήσεων ABA.

Συνεισφορά	Τιμή	Τυπική Αβεβαιότητα		Συνιστώσα $c_i u(x_i)$	$[c_i u(x_i)]^2$	DF
Δm_c	$3,20372 \times 10^{-4}$	$4,1 \times 10^{-8}$	(kg)	$2,19 \times 10^{-5}$	$4,80 \times 10^{-10}$	1000
S_{process}	0	$3,0 \times 10^{-11}$	(m ³)	$3,0 \times 10^{-11}$	$9,0 \times 10^{-22}$	29
Δm_w^*	$6,50372 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-8}$	(kg)	$-8,73 \times 10^{-6}$	$7,62 \times 10^{-11}$	1000
$\rho_f(T)$	1871,871	0,018	(kg/m ³)	$-1,30 \times 10^{-6}$	$1,69 \times 10^{-12}$	1989
ρ_i	7996	2,0	(kg/m ³)	$1,10 \times 10^{-11}$	$1,21 \times 10^{-22}$	1000
ρ_{ai}	1,19	0,001	(kg/m ³)	$4,39 \times 10^{-9}$	$1,93 \times 10^{-17}$	1000
			$\Delta V =$	0,13647	$\pm 0,00004 \text{ cm}^3$	(k=1)

* Η συνιστώσα περιλαμβάνει μόνο μη-γραμμικότητα.

Πίνακας 4δ. Ισοζύγιο αβεβαιότητας όγκου και πυκνότητας σφαίρας Si SILO1 στους 20°C.

Συνεισφορά	Τιμή	Τυπική Αβεβαιότητα		Συνιστώσα $c_i u(x_i)$	$[c_i u(x_i)]^2$	DF
V_{or}	$4,20572 \times 10^{-4}$	$4,2 \times 10^{-10}$	(m ³)	$4,20 \times 10^{-10}$	$1,76 \times 10^{-19}$	1000
ΔV	$1,3647 \times 10^{-7}$	$4,0 \times 10^{-11}$	(m ³)	$4,00 \times 10^{-11}$	$1,60 \times 10^{-21}$	75
α_r	$7,8 \times 10^{-6}$	$2,6 \times 10^{-7}$	(/K)	$3,74 \times 10^{-10}$	$1,40 \times 10^{-19}$	1000
α_t	$7,8 \times 10^{-6}$	$2,6 \times 10^{-7}$	(/K)	$-3,74 \times 10^{-10}$	$1,40 \times 10^{-19}$	1000
ΔT_{ave}	3,4235	0,001	(K)	$-1,06 \times 10^{-15}$	$1,13 \times 10^{-30}$	1000
			$V_o =$	420,7090	$\pm 0,0007 \text{ cm}^3$	(k=1)

Συνεισφορά	Σχετ. Τυπική Αβεβαιότητα		Συνιστώσα $c_i u_{rel}(x_i)$	$[c_i u_{rel}(x_i)]^2$	DF
m_{ct}	0,1	ppm	$1,75 \times 10^{-4}$	$3,06 \times 10^{-8}$	150
V_o	1,6	ppm	$3,74 \times 10^{-3}$	$1,40 \times 10^{-5}$	2980
		$\rho =$	2329,097	$\pm 0,004 \text{ kg/m}^3$	(k=1)

Τέλος, στον πίνακα 5 παρατίθενται τα αποτελέσματα διακρίβωσης της συλλογής προτύπων εργασίας του εργαστηρίου πυκνότητας (Mettler 15585). Η μάζα των προτύπων αυτών διακριβώθηκε ως προς ένα από τα πρωτεύοντα πρότυπα 1kg τάξης «E0» του εργαστηρίου Μάζας και εν συνεχεία η ακρίβεια διαδόθηκε με την χρήση κατάλληλου σχήματος ζύγισης [8], ώστε όλα τα βάρη να έχουν αβεβαιότητες συμβατές με την τάξη ακρίβειας OIML «E1». Η πυκνότητα των βαρών με ονομαστικές τιμές 1kg...1g προσδιορίστηκε σε σχέση με αυτές των

αντίστοιχων βαρών της συλλογής 1520504 τάξης «E1» του εργαστηρίου μάζας με ιχνηλασιμότητα στα αντίστοιχα «Εθνικά» πρότυπα της Γερμανίας. Για βάρη με ονομαστικές τιμές <50 g χρησιμοποιήθηκαν 4 ειδικά υπόβαθρα με την μορφή δίσκων από ανοξείδωτο χάλυβα ονομαστικής τιμής 100 g αφού πρώτα προσδιορίστηκαν όλες οι διαφορές όγκου μεταξύ τους και εν συνεχεία συνυπολογίστηκαν στο λογισμικό ComVol ώστε να προκύψουν οι «διορθωμένοι» όγκοι και πυκνότητες των υπό διακρίβωση βαρών.

Πίνακας 5. Διακρίβωση προτύπων εργασίας πυκνότητας με ονομαστικές τιμές μάζας 1kg...1g. Όγκος και πυκνότητα αναφέρονται @ 20°C. Συντελεστής κάλυψης k=2.

Ονομαστική Τιμή	Μάζα	U (mg)	Όγκος (cm ³)	U (cm ³)	Πυκνότητα (kg/m ³)	U (kg/m ³)
1 kg	1kg - 0,430mg	0,15	124,91	0,03	8006,0	2
500 g	500g - 0,098mg	0,075	62,794	0,015	7962,6	2
200 g	200g + 0,056mg	0,030	25,098	0,006	7968,8	2
200 g	200g - 0,008mg	0,030	25,098	0,006	7968,8	2
100 g	100g - 0,010mg	0,015	12,566	0,003	7958,1	2
50 g	50g + 0,009mg	0,010	6,2760	0,002	7967,0	2,5
20 g	20g - 0,018mg	0,008	2,5109	0,0015	7965,2	5
20 g	20g - 0,010mg	0,008	2,5109	0,0015	7965,3	5
10 g	10g - 0,009mg	0,006	1,2562	0,0012	7960,2	8
5 g	5g + 0,008mg	0,005	0,6286	0,0009	7954	12
2 g	2g + 0,006mg	0,004	0,2507	0,0008	7978	25
2 g	2g - 0,004mg	0,004	0,2507	0,0008	7979	25
1 g	1g + 0,011mg	0,003	0,1253	0,0006	7981	40

6. Συμπεράσματα

Η διάταξη προσδιορισμού όγκου/ πυκνότητας στερεών με υδροστατική ζύγιση αξιολογήθηκε ως προς την επίδραση πηγών συστηματικών σφαλμάτων. Από τα αποτελέσματα προέκυψε αφενός η απουσία τέτοιων επιδράσεων και αφετέρου ότι η μεταβλητότητα της μετρητικής διεργασίας (επαναληψιμότητα και αναπαραγωγισιμότητα) είναι τέτοια που επιτρέπει την πραγματοποίηση της μέτρησης με σχετική διευρυμένη αβεβαιότητα μέχρι περίπου 3 ppm. Επιπλέον προσδιορίστηκαν οι σημαντικότερες παράμετροι που καθορίζουν αυτή την τιμή αβεβαιότητας. Ανάλογα με το μέγεθος της διαφοράς άνωσης που υφίστανται τα συγκρινόμενα αντικείμενα εντός του υγρού αυτές είναι: α) η ακρίβεια προσδιορισμού της πυκνότητας του υγρού (ΔV μεγάλο) και β) η ακρίβεια των προσδιορισμού του όγκου του προτύπου αναφοράς (ΔV μικρό).

Στα προσεχή σχέδια του εργαστηρίου είναι η λεπτομερέστερη μελέτη της μεταβλητότητας της διεργασίας σε συνδυασμό με την μελέτη του θερμοκρασιακού θορύβου που εμφανίζεται λόγω μεταβολών των περιβαλλοντικών συνθηκών του εργαστηρίου, μη-ιδανικής μόνωσης του θερμοστατικού λουτρού και ανομοιογενούς θερμοκρασιακού πεδίου εντός του

λουτρού λόγω στρωμάτωσης του υγρού. Επιπλέον από τα αποτελέσματα διακρίβωσης του υγρού που έχουν συλλεχθεί θα μελετηθεί η μεταβολή της πυκνότητάς του συναρτήσει του χρόνου για να προσδιορισθεί η σταθερότητα του μέσου (φαινόμενα γήρανσης). Τέλος, θα γίνει συστηματική μελέτη της μάζας των προτύπων πυκνότητας για να διαπιστωθεί κατά πόσο παραμένουσες ποσότητες του υγρού εργασίας στην επιφάνειά τους, επιδρούν στον προσδιορισμό της μάζας τους. Προκαταρκτικός έλεγχος σε ορισμένα από τα πρότυπα πυκνότητας έχει δείξει ότι οποιεσδήποτε μεταβολές παρατηρήθηκαν δεν ήταν στατιστικά σημαντικές.

7. Βιβλιογραφία

1. A. Sacconi, R. Panciera and W. Pacin, “*Precision Volume Measurements on Silicon Spheres*”, IEEE Trans. Instrument. Meas. **46**(2), 1997, 584-587.
2. F. Spieweck and H. Bettin, “*Solid and Liquid Density Determination*”, Technisches Messen **59**(6), (1992), 239-244.
3. E. Green and M.J. Grimm, “*Density by Hydrostatic Weighing*”, Metrologia **6**(4), 1970, 142-149.
4. OIML R111-1 “*Weights of Classes $E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3}$ and M_3* ”, 2004.
5. I. Lira, “*Evaluating the Measurement Uncertainty*”, IOP publishing Ltd. Bristol, 2002, pp39-44.
6. D. Fitzgerald, “*Technical Assessment of the Anton Paar DMA5000 Density Meter*”, www.density.co.uk.
7. ISO “*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements*” 2nd. ed., Geneva 1995.
8. X. Μήτσας, Γ. Ναβροζιδης και Α. Λευκόπουλος, «*Η Διάδοση της Κλίμακας της Μάζας στις Τιμές 1kg...1mg στο Ελληνικό Ινστιτούτο Μετρολογίας*», Πρακτικά 1^{ου} Εθνικού Τακτικού Συνεδρίου Μετρολογίας, Αθήνα, 2005.