

KÜTLE BİRİMİ KILOGRAMIN ALT KATLARININ OLUŞTURULMASI

S. KAÇMAZ, Ü. AKÇADAĞ, O. SAKARYA, V. ÇİFTÇİ
TÜBİTAK, ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ (UME)

ÖZET

1 kg primer paslanmaz çelik standartlardan başlayarak, kütle birimi kilogramın alt katlarının oluşturulmasında bir kaç ağırlık seti (yoğunlukla 1, 2, 2, 5) kullanılır. 1 kg paslanmaz çelik standartlar(yoğunluk : 7900 - 8000 kgm⁻³) ile ulusal kilogram prototipinin (yoğunluk: 21500 kg m⁻³) karşılaştırmaları, yoğunluk farkının büyük olmasından dolayı, sabit basınç ortamında yapılır. 5x10⁻⁸ den daha küçük bir bağıl ölçüm belirsizliği ile kütle belirlemelerini gerçekleştirmek için havanın kaldırma kuvveti düzeltilmesinden başka, hacimce genleşme farkı ve kütle seviye farkı düzeltmeleri yapılır. Kütle skalası çalışmasında, bilinmeyen kütlelerin değerleri, matris biçiminde tanımlanan tartım denklem sistemi ve en küçük kareler yöntemi ile belirlenir.

Anahtar Kelimeler: Havanın kaldırma kuvveti, varyans, kovaryans, en küçük kareler yöntemi

1. GİRİŞ

Kütle biriminin çok küçük bir ölçüm belirsizliği ($\leq 10^{-8}$) ile gerçekleştirilmesi, yasal ve endüstriyel metroloji için önemli olduğu kadar, bilimsel çalışmalar içinde önemlidir. Ayrıca türetilmiş fiziksel büyüklükler olan kuvvet, yoğunluk ve basınç gibi birimlerinde oluşturulması, kütle biriminin çok yüksek hassasiyette gerçekleştirilmesine bağlıdır. Kütle birimi kilogram, Sevres'de Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) de muhafaza edilen Uluslararası Kilogram Prototip'in kütlesi olarak 1889 yılında yapılan I. Ölçüler ve Ağırlıklar Konferansında (Conference Generale des Poids et Mesure, CIPM) kabul edilmiştir ve 1901 yılında yapılan III. Ölçüler ve Ağırlıklar Konferansında (Conference Generale des Poids et Mesure, CIPM) tanımlanmıştır[1].

Kütle birimi kilogram; yoğunluğu 21500 kg/m³ olan %90 Platin - %10 İridyum alaşımından yapılmış, 39 mm çapında ve 39 mm yüksekliğinde silindir biçimindeki ağırlıktır.

2. KÜTLE SKALASI

Kütle belirlemeleri, aynı nominal değerli test standardı ve referans standardı arasında karşılaştırmalar yapılarak gerçekleştirilir. Ayrıca bilenen bir referans standardı ile farklı nominal değerli birkaç kütle standartlarının kalibrasyonları kütle skalası ile gerçekleştirilir. 1 mg'dan 1 kg'a kadar kilogramın alt katlarının oluşturulmasında OIML (Uluslararası Yasal Metroloji Organizasyonu) ait E1 sınıfı kütle seti kullanılır. 1 g - 1kg arası ağırlıklar, korozyona karşı dayanıklı paslanmaz çelikten imal edilir. 10 mg - 500 mg arası ağırlıklar, gümüşten, 1 mg - 5 mg

arası ağırlıklar da alüminyumdan imal edilir. Kütle skalasının gerçekleştirilmesinde kullanılan kütle standartlarının yüzey kalitesi, manyetik alınganlığı ve uzun süreli kararlı olmaları oldukça önemlidir. Yapılan çalışmalar sonucunda paslanmaz çelik standartlarının manyetik alınganlığı, $\chi_m \leq 0.02$ ve yüzey pürüzlülüğü $R_z < 0.5 \mu m$ olduğu belirlenmiştir[2].

Hava ortamında yapılan kütle karşılaştırmalarında, havanın kaldırma kuvveti önemli bir düzeltme büyüklüğüdür. Buna ek olarak 5×10^{-8} den daha küçük bağıl ölçüm belirsizliğiyle kütle belirlemelerinde; hacimce genleşme farkı ve belirlenecek olan standartların kütle merkezi seviye farkı (kütle kombinasyonları) için gerekli düzeltmeler yapılır

2.1. Havanın Kaldırma Kuvveti

Havanın kaldırma kuvveti düzeltmesin hesaplayabilmek için kütlelerin hacim değerlerinin bilinmesi ve tartım süresince etkili olan hava yoğunluğunun belirlenmesi gerekir. Hava yoğunluğunun belirlenmesi için gerekli olan hassasiyet, standartların yoğunluk farklarına bağlıdır. 1 kg çelik standartlar (yoğunluk: $7900 - 8000 \text{ kg/m}^3$), Platin - Iridyum prototiple (yoğunluk: 21500 kg/m^3) karşılaştırıldığında, sadece yaklaşık olarak havanın kaldırma kuvveti düzeltmesi 95 mg'dır. Bu nedenden dolayı hava yoğunluğunu çok hassas bir şekilde belirlemek için, ortam parametreleri (sıcaklık, basınç, nem, karbondioksit) çok düşük bir belirsizlikle belirlenmeli ve ölçümler sabit basınç ortamında yapılmalıdır. Çünkü yoğunluk farkından dolayı, ortamdaki basınç basınç değişimleri, terazi göstergesinde kaymalara neden olur ve terazinin kararlılığını etkiler. Bunun için basınç, sıcaklık ve nem kontrollü bir muhafaza odası yapılmalıdır.

Basınç, nem, sıcaklık ve havanın CO_2 miktarını ölçmede kullanılan referans cihazların belirsizlikleri; basınç 7 pascal, sıcaklık 10 mK, nem %1 ve CO_2 10 ppm civarında olmalıdır. Hava yoğunluğu CIPM tarafından tavsiye edilen denklem kullanılarak hesaplanır[3]. 1 g - 1 kg arası standartların hacimleri, hidrostatik tartım yöntemi ile 3×10^{-4} bağıl belirsizlikle belirlenmelidir. 1 mg - 500 mg arası standartların hacim değerleri için, imal eden firmanın verdiği değerler kullanılabilir.

2.2. Hacimce Genleşme

Farklı yoğunluklu veya farklı genleşme katsayısına sahip olan kütle standartlarının karşılaştırmalarında, tartım odasında yaygın olan sıcaklığın bir fonksiyonu olarak hacim genleşme farkı, hava kaldırma kuvveti düzeltmesinde yer almalıdır (örneğin, paslanmaz çelik ve platin - iridyum). Yoğunlukla kütle standartlarının hacimleri $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta belirlenir. Herhangi bir t sıcaklığında hacim değerlerini hesaplayabilmek için aşağıdaki formül kullanılır.

$$V_t = V_{20} \cdot (1 + \alpha_t \cdot (t - 20)) \quad (2.1)$$

2.3. Kütle Merkezi Seviyesi

Dikey yerçekimi gradientinden $\delta g / \delta z$ kaynaklanan, kütle merkezi seviyesindeki farklılıklar hesaplamalar içerisine dahil edilmelidir. m_j ve m_r nominal değerli kütle standartlarının kombinasyonları ve kütle standartları arasında yapılan karşılaştırmalar için z_c kütle merkezi seviye farkından kaynaklanan düzeltmeler, aşağıda verilen eşitlikle hesaplanır.

$$m_j = (m_r - \rho_h V_r) \gamma + \rho_h v_j \quad (2.2)$$

$$\gamma = 1 + \frac{1}{\rho} \frac{\delta \rho}{\delta \rho} (z_r - z_j); \quad (2.3)$$

Kütle kombinasyonları için, kütle merkezi seviye yüksekliği z;

$$z = \frac{\sum_{i=1}^n m_i z_i}{\sum_{i=1}^n m_i} \quad (2.4)$$

m_i = kütlelerin nominal değerleri

z_i = kütlelerin, kütle merkezi yüksekliği

2.4. Tartım Şeması

Tartım şeması bilinmeyen büyüklükleri içeren bir çok tartım denklemlerini kapsar. Tek bir hatalı kütle karşılaştırması, diğer tartım denklemlerinin sonuçlarında etkiler. En uygun tartım şeması, kütle standartlarının kombinasyonları ile düzenlenmiş olan kütle karşılaştırmalarına göre oluşturulur.

3. TARTIM DENKLEMLERİNİN MATEMATİKSEL TANIMLANMASI

Bilinmeyen kütlelerin değerleri, ayarlı en küçük kareler yöntemiyle hesaplanır. En küçük kareler yönteminin temeli, ayarlanmış değerler ve gözlenen değerler arasındaki farkın karelerinin toplamını minimize etmeye dayanır. Bu yöntem kestirimi (estimate) yapılacak olan fonksiyonel biçimdeki parametrelere uygulanır (örneğin, x ve y iki fiziksel büyüklük için, eğri uydurma ve interpolasyon). Gözlenen fiziksel büyüklüklerden biri rastgele hatalara sahipse ve de kestirimi yapılacak olan parametreler ve büyüklükler arasındaki ilişki lineer ise, en küçük kareler yöntemi eğilimsiz minimum varyans tahmincilerini verir.

Bir tartım denklem sistemi genellikle matris biçiminde tanımlanır[4-5]:

$$X\beta = E(y) \quad (3.1)$$

- X = (x_{ij}) , $i = 1, -1, 0$, $j = 1, \dots, k$ katsayılı tartım denklemlerinin matrisi
 β = (β_j) , belirlenecek olan standartların kütle değerlerini gösteren k vektörü
y = (y_i) , tartımla elde edilen kütle farklarının n vektörü
 e_i = kütle farklarının beklenen değerden sapması
E(y) = $(y_i) - (e_i)$ beklenen değer vektörü (uyarlanan kütle farkları)

Yapılan tartımlar aynı doğruluklu ise, yani tüm kütle karşılaştırmalarında aynı terazi kullanılıyorsa; aşağıda verilenler aynı doğruluklu birbirleriyle ilişkili olmayan gözlemler için geçerlidir.

$$\begin{array}{llll}
 \text{Var}(y_i) & = & \text{Var}(e_i) = \sigma^2 & \text{(gözlemlerin varyansı)} \\
 \text{Cov}(e_i, e_j) & = & 0 & \text{(kovaryans)} \\
 x^t \cdot e & = & 0 & x^t; \quad x \text{'in taranspozesi} \\
 (x^t \cdot x) & = & x^t \cdot y & (x^t \cdot x); \quad \text{normal denklemlerin matrisi}
 \end{array}$$

Bilinmeyen β parametrelerin (bilinmeyen kütleler) beklenen değerleri için kestirim değerleri;

$$\langle \beta \rangle = (x^t x)^{-1} \cdot x^t y \quad (3.2)$$

$$(x^t x)^{-1}; \quad (x^t x) \text{'in tersi}$$

$\hat{\beta}$ 'nin kovaryans matrisi;

$$\begin{aligned}
 \text{Var}(\hat{\beta}) &= (x^t \cdot x)^{-1} \cdot x^t \cdot \text{Var}(y) \cdot x \cdot (x^t \cdot x)^{-1} \\
 &= \sigma^2 (x^t \cdot x)^{-1} \\
 &= \sigma^2 \cdot c, \quad c = (c_{ij}) = (x^t \cdot x)^{-1}
 \end{aligned}$$

$\text{Var}(\beta)$ matresinin diyagonal elementleri $V_{ij} = \sigma^2 \cdot c_{ij}$, kütle standartlarının varyanslarını ve diyagonal olmayan elementleride $V_{ij} = \sigma^2 \cdot c_{ji}$, $i \neq j$ de kovaryansları oluşturur. Grup varyansının kestirim değeri S^2 ,

$$S^2 = \left(\sum \text{Res}_i^2 \right) / f \quad i = 1, \dots, n \quad (3.3)$$

$\text{Res}_i = y_i - \hat{y}_i$ arta kalanlar (residues) = e_i hataları için kestirim değerleri

$y_i = \sum (x_{ij} \hat{\beta}_j)$ $j = 1, \dots, k$, $E(y_i)$ beklenen değerler için kestirim değerleri

$f = n - k$;

$f =$ serbestlik derecesi

n = tartım denklemlerinin sayısı

k = bilinmeyen kütlelerin sayısı

Aynı doğruluklu olmayan gözlemler, gözlemlerin varyans-kovaryanslarından $\text{Var}(y)$ başlar ki, diyagonal elementleri s^2 gözlemlerin deneysel varyanslarını $\text{Var}(y_i)$ ve diyagonal olmayan elementleri de s_{ij} , deneysel kovaryansları $\text{Cov}(y_i, y_j)$ tanımlar. İleri düzeyde en küçük kareler analizi için ağırlık matrisi tanımlanır.

$$W = \sigma^2 V^{-1}(y) \quad (3.4)$$

Aynı doğruluklu olmayan gözlemlerde örneğin, yapılacak olan kütle karşılaştırmalarında farklı teraziler kullanıldığında, en küçük kareler ayarından önce matematiksel ağırlıklı olan tartım denklemi tanımlanması gereklidir.

Birbirleriyle ilişkisi olmayan gözlemler için, diyagonal elementleri içeren W diyagonal bir matris tanımlanır.

$$W_{ii} = \sigma^2 / s_i^2 \quad i = 1, \dots, n$$

s_i ; i.ninci terazinin standart sapması.

$$\begin{aligned} \sigma &= s_i \\ W_{ii} &= (\sigma / s_i)^2 \quad i = 1, \dots, n \\ s_i &= \text{kütle farklarının ortalama değerlerinin standart sapması} \\ \sigma &= \text{nomalizasyon faktörü} \end{aligned}$$

$$\sigma^2 = \frac{1}{\sum (1/s_i^2)} \quad i = 1, \dots, n$$

Normalizasyon şartlarından;

$$\sum W_{ii} = 1 \quad i = 1, \dots, n$$

Şimdi en küçük kareler yöntemini ağırlıklı tartım sistemiyle devam edersek;

$$\begin{aligned} x' &= W^{1/2} x & x; & \text{tartım şemasının ağırlıklı matrisi} \\ y' &= W^{1/2} y & y; & \text{gözlenen kütle farklarının ağırlıklı vektörü} \end{aligned}$$

Çözümler, denklem (3.2)'ye benzetme yoluyla sağlanır.

$$\begin{aligned}\hat{\beta} &= (x'' \cdot x')^{-1} \cdot x'' \cdot y' \\ &= (x'^t \cdot W \cdot x)^{-1} \cdot x'^t \cdot W \cdot y\end{aligned}\quad (3.5)$$

ve $\hat{\beta}$ kestirim değerlerinin varyans-kovaryans matrisi;

$$\begin{aligned}\text{Var}(\hat{\beta}) &= \sigma^2 \cdot (x'^t \cdot x')^{-1} \\ &= \sigma^2 \cdot (x'^t \cdot W \cdot x)^{-1} \\ &= \sigma^2 \cdot C'; \quad C' = (c_{ij}) = (x'^t \cdot W \cdot x)^{-1}\end{aligned}\quad (3.6)$$

Varyans $V_{ij}' = \sigma^2 \cdot c_{ij}'$ ve kovaryans $v_{ij}' = \sigma^2 c_{ij}'$ $i \neq j$ dir. Grup varyansların kestirim değerleri s^2 ;

$$\begin{aligned}s^2 &= E(\text{Res}'^t \cdot W \cdot \text{Res}') \\ &= (\sum \text{Res}_i'^2 \cdot W_i) / f \\ &= (\sum \text{Res}_i'^2) / f \quad \text{Res}_i' = y_i - y_i\end{aligned}\quad (3.7)$$

4. SINIRLAMANIN HESAPLAMALAR İÇERİSİNE DAHİL EDİLMESİ

Sınırlamanın hesaplamalar içerisine dahil edilmesi, kütle belirlemelerinin ayrı bir özelliğidir ve her zaman gözlenen y_i ölçüm değeri iki kütle arasındaki farkı verir. Normal denklemlerin matris determinanı;

$$\text{Det}(x'^t \cdot x') = 0$$

ve $(x'^t \cdot x')^{-1}$ 'in tersi, normal denklemlerle en az bir sınırlama olmaksızın çözülmesi mümkün olamaz, sınırlamanın hesaplamalar içerisine dahil edilmesinde mümkün olan çeşitli yöntemler vardır. Burada "Lagrangian multipliers" yaklaşım yöntemi anlatılmıştır.

4.1. "Lagrangian Multipliers" Yaklaşım Yöntemi

Burada sadece bir sınırlama yapılmıştır ve ek bir denkelem tanımlanmıştır.

$$\begin{aligned}\beta_j &= m_r, & j &= 1, \dots, k \\ m_r &= \text{referans standardın kütlesi}\end{aligned}$$

Bu denklem, normal denklemlere eklenir ve (3.5) nolu denklemle çözümler sağlanır.

$$\begin{aligned}\beta &= h \cdot m_r + G' \cdot y' \\ h &= (h_j) = (M_j) / M_r\end{aligned}$$

M_j = bilinmeyen kütlelerin nominal değerleri

M_r = referans standardın kütlesi

$G' = (g_{ji}') = (x'^t \cdot x')^{-1} \cdot x'^t$, ağırlıklı çözüm matrisi

$y' = (y_i')$, ağırlıklı gözlemlerin vektörü

Ağırlıklı tartım matrisi tanımlandığında, aşağıdaki eşitlik geçerlidir.

$$G' \cdot y' = G \cdot y$$

$G = (g_{ij}) = (x'^t \cdot x')^{-1} \cdot x'^t \cdot W^{1/2}$, bu eşitliğe çözüm matrisi denir.

$$G = (x^t \cdot W \cdot x)^{-1} \cdot x^t \cdot W$$

$$y = (y_i) = y_i \cdot W^{-1/2}$$

(4.1)

G çözüm matrisi ve h vektörünün yardımıyla ağırlıklı olmayan gözlem vektörü β , ağırlıklı olmayan kütle farkları (y_i) ve m_r referans standardın kütlesinden hesaplanır.

4.2. Kilogramın Alt Katlara Bağlanması

Kilogramın alt katlarının oluşturulmasında, en küçük kareler yönteminin yardımıyla bilinmeyen kütlelerin hesaplanmasında aşağıdaki eşitlik kullanılır:

$$m_j = h_j m_r + \sum (g_{ji} \cdot y_i) \quad i = 1, \dots, n \quad j = 1, \dots, k \quad (4.2)$$

$$h_j = M_j / M_r$$

M_j ; bilinmeyen kütlelerin nominal değerlerinin, M_r ; referans kütesinin nominal değerine oranıdır

$g_j = G$ matrisinin elementleri

$$G = (x'^t \cdot W \cdot x')^{-1} \cdot x'^t \cdot W$$

Havanın kaldırma kuvveti düzeltilmesi, gözlenen kütle farklarının içerisinde yer alır.

$$m_j = h_j m_r + \sum g_{ji} (\rho_{hli} \Delta V_i + \Delta m W_i) \quad i = 1, \dots, n \quad (4.3)$$

Toplam diferansiyellerden dm_j ;

$$dm_j = h_j dm_r + \sum g_{ji} d\rho_{hli} \Delta V_i + \sum g_{ji} \rho_{hli} d(\Delta V_i) + \sum g_{ji} d\Delta m W_i \quad i=1, \dots, n \quad (4.4)$$

Hava yoğunluğu belirlemeleri için $d\rho_{hji} = d\rho_h$ olduğu kabul edildiğinde, aşağıdaki eşitlik geçerlidir.

$$\sum g_{ji} d\rho_{hli} \Delta V_i = d\rho_h \Delta g_{ji} \Delta V_i = d\rho_h (V_j - h_j V_r)$$

Öyleki, $d\Delta V_i$ ihmal edildiğinde aşağıdaki eşitlik elde edilir.

$$dm_j = h_j dm_r + d\rho_h (V_j - h_j V_r) + \sum g_{j_i} d\Delta m W_i \quad i=1, \dots, n \quad (4.5)$$

Tesir parametrelerin türevleri yerine kestirim değerleri yazılırsa;

$$s^2(m_j) = h_j^2 s^2(m_r) + s^2(\rho_h) (V_j - h_j V_r)^2 + \sum g_{j_i}^2 s^2(\Delta m W_i) \quad (4.6)$$

m_j kütesinin bileşik belirsizliğini oluşturan parametreler;

$u_r = h_j s(m_r)$	kullanılan referans standardın ölçüm belirsizliği
$u_a = (V_j - h_j V_r) \cdot s(\rho_h)$	havanın kaldırma kuvvetinden gelen ölçüm belirsizliği
$u_w = c_{ij}^{1/2} s$	tartımların ölçüm belirsizliği

KAYNAKLAR

- 1- Balhron R., Buer D., Gläser., Kochsiek. M. Determination of Mass. PTB-MA-24e, Braunschweig, 1996, page 1.
- 2- Schwartz R. Realization of the PTB's mass scale from 1 mg to 10 kg. PTB-MA-21e, Braunschweig, 1991, page 6-8.
- 3- Giacomo, P. Equation for the determination of the density of moist air. Metrologia 18 (1982), page 33-40.
- 4- Allisy, A. Some statistical methods used in metrology.
- 5- Bich, W. Variances, covariances and restraints in mass metrology. Metrologia 27 (1990) page 111-116.