

PRACA DOKTORSKA

Konstrukcja komparatora masy o rozdzielczości 10 ng ze zmodyfikowanym elektromagnetycznym przetwornikiem siły.

mgr inż. Michał Solecki

Promotor pracy: dr hab. Tadeusz Szumiata, prof. UTH

Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny im. Kazimierza Pułaskiego w Radomiu

Wydział Mechaniczny

Radom 2022



Serdeczne podziękowania składam promotorowi Panu dr. hab. Tadeuszowi Szumiacie za poświęcony czas, zaangażowanie oraz cenne wskazówki dzięki którym powstała ta praca.

Podziękowania kieruję również do Pana dr. hab. inż. Mirosława Ruckiego za pomoc i poświęcony czas.

Szczególne podziękowania składam Dyrekcji firmy Radwag za wyrozumiałość i wsparcie moich działań w czasie badań i tworzenia tej pracy.

Oświadczenie autora pracy

Oświadczam, że praca doktorska *konstrukcja komparatora masy o rozdzielczości 10 ng ze zmodyfikowanym elektromagnetycznym przetwornikiem siły* została napisana przez mnie samodzielnie zgodnie ze wskazówkami Promotora. Prezentowana praca nie zawiera treści pozyskanych z naruszeniem obowiązujących przepisów prawnych.

Oświadczam, że ta rozprawa doktorska nie była wcześniej wykorzystywana w procedurach dotyczących uzyskania stopnia naukowego oraz prezentowana wersja rozprawy doktorskiej jest zgodna z załączoną wersją elektroniczną.

Data

Podpis autora pracy

.....

.....

Spis treści

Streszczenie	8
Abstract	10
Wykaz najważniejszych oznaczeń.....	12
1. Wprowadzenie	14
1.1 Pomiar masy w źródłach historycznych (od starożytności do czasów współczesnych) 14	
1.2 Wzorce masy mniejsze niż 1 mg jako determinant jakości nowoczesnych wag i komparatorów masy	19
1.3 Cel i zakres pracy	20
2. Przegląd stanu wiedzy	23
2.1 Pomiar masy.....	23
2.1.1 Równanie pomiaru masy.....	27
2.1.2 Główne parametry wag (dokładność, powtarzalność, liniowość, centryczność)....	29
2.1.3 Czułość wag elektronicznych.....	33
2.1.4 Spójność pomiarowa.....	34
2.2. Teoria błędów	36
2.2.1 Klasyfikacja błędów pomiarowych, podstawowe definicje.....	36
2.3. Niepewność przy wzorcowaniu wzorców masy	40
2.3.1 Standardowa niepewność procesu ważenia (typ A)	42
2.3.2 Niepewność wzorca referencyjnego	43
2.3.3 Niepewność związana z wyporem powietrza	44
2.3.4 Niepewność związana z komparatorem masy.....	46
2.3.5 Całkowita niepewność standardowa komparatora masy	48
2.3.6. Rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej wzorca badanego	49
2.4 Systemy pomiarowe wag elektronicznych	49
2.4.1 Budowa i zasada działania systemu tensometrycznego (rezystancyjnego)	50
2.4.2 Budowa i zasada działania systemu magnetoelektrycznego	52
2.4.3 Budowa i zasada działania systemu wibracyjnego.....	53
2.4.4 Waga z przetwornikiem piezoelektrycznym.....	54
2.4.5 Systemy z ograniczonym zakresem równoważenia oraz równoważeniem w całym zakresie pomiarowym.....	55
2.5 Wzorce i komparatory masy	56
2.5.1 Narodowy wzorzec kilograma	58
2.5.2 Przegląd dostępnych rozwiązań komparatorów masy	60
2.5.2.1 Komparatory manualne	60
2.5.2.2 Komparatory automatyczne	65
2.5.2.3 Komparatory robotyczne.....	67
2.5.2.4 Komparator próżniowy	68
2.5.2.5 Komparatory do wyznaczania gęstości i objętości ciał stałych	69
2.5.2.6 Komparatory do podatności magnetycznej wzorców masy	71
2.5.3 Waga prądowa (waga Watta/Kibble'a).....	72
3. Konstrukcja komparatora masy o ulepszonej rozdzielczości 10 nanogram.....	77
3.1 Budowa komparatora masy	78
3.2 Optymalizacja części mechanizmu komparatora	79
3.3 Budowa cewki i siłownika magnetoelektrycznego	84
4. Wyniki badań parametrów metrologicznych komparatora	92

4.1 Badanie rozrzutu wskazań	93
4.1.1 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 2 mg	94
4.1.2 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 1 mg	96
4.1.3 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg	98
4.1.4 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg	99
4.1.5 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg	101
4.1.6 Analiza niepewności i obliczenie powtarzalności <i>EV</i>	102
4.2 Porównanie wyników uzyskanych na komparatorze NANO.AK-4/500 w stosunku do komparatora UMA-5	104
4.2.1 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg	105
4.2.2 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 1 mg	106
4.2.3 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg	108
4.2.4 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg	109
4.2. Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg	111
4.3 Badanie stabilności	112
5. Podsumowanie i wnioski	114
6. Kierunki dalszych prac	116
Bibliografia	117
Wykaz dorobku naukowego	125
Wykaz rysunków	126
Spis tabel	129
Załączniki	131

Streszczenie

Tematem niniejszej pracy doktorskiej jest opracowanie i opis innowacyjnego komparatora o rozdzielczości 10 ng, wyższej niż dotychczas osiągnię w metrologii masy. Urządzenie będzie służyło do wyznaczania wzorców masy poniżej 1 mg z mniejszą niepewnością pomiaru od tej, którą umożliwiają komparatory obecnie dostępne na rynku.

Komparator ten ma służyć do wzorcowania wzorców masy w przedziale 0,05 mg – 500 mg, lecz w rozprawie skupiono się przede wszystkim na masach poniżej 1 mg. Wyższą rozdzielczość urządzenia udało się uzyskać dzięki odpowiedniej modyfikacji cewki siłownika komparatora oraz jej uszczelnieniu w celu zmniejszenia sorpcji wilgoci, jak również zastosowaniu nowatorskiej konstrukcji obwodu magnetycznego z materiału ARMCO. Pozwoliło to na redukcję błędów pomiaru masy, a tym samym – na znaczne zwiększenie dokładności komparatora. Opracowany również został układ pozwalający na automatyzację procesu komparacji.

We wprowadzającej części pracy omówione zostały główne aspekty związane z wzorcowaniem wzorców masy. Przeanalizowano również czynniki, które wpływają na dokładność wzorcowania jako składowe budżetu niepewności. Przedstawiono też różne rodzaje komparatorów masy, ich budowę, zalety automatyzacji, a także zagadnienia związane z niedawno dokonaną redefinicją jednostki kilograma oraz z całym układem jednostek SI.

W zasadniczej części rozprawy została opisana konstrukcja i badania testowe innowacyjnego komparatora NANO.AK-4/500, który jako pierwszy na świecie umożliwia pomiar masy z rozdzielczością 10 ng. Pokazano zalety modyfikacji mechanizmu, które znacznie zmniejszyły błędy pomiarowe związane z sorpcją wilgoci oraz udoskonaleniem konstrukcji siłownika elektromagnetycznego, jak i zmniejszeniem masy, a tym samym bezwładności układu mechanicznego z cewką włącznie.

Przedstawiono wyniki analizy rozrzutu wskazań dla różnych wzorców masy i wykazano, że komparator osiąga odchylenia standardowe z 6 cykli ABBA nie większe niż 50 ng (5 działek odczytowych). Wyznaczone odchylenia standardowe porównano z niepewnościami pomiarowymi innego komercyjnego urządzenia komparatora (UMA-5, RADWAG) uznawanego za jeden z najlepszych komparatorów w zakresie małych mas. Do tej pory wzorce 0,05 mg – 500 mg na całym świecie wzorcowane były przy użyciu takich lub podobnych urządzeń. Badania wykazały, że we wszystkich przypadkach niepewność

pomiaru przyrządem NANO.AK-4/500 była mniejsza o około 75% w porównaniu do komparatora UMA-5 (RADWAG) dla wszystkich testowanych mas.

Została dokonana analiza metrologiczna innowacyjnego systemu pomiarowego, przede wszystkim wyznaczono powtarzalność zgodnie z powszechnie stosowanymi procedurami. Obliczona wartość parametru powtarzalności EV (ang. *equipment variation*) dla komparatora NANO.AK-4/500 wyniosła $EV = 0,115 \mu\text{g}$, co było bardzo zbliżone do niepewności uzyskanej dla odchylenia standardowego z pojedynczego przebiegu 6 cykli komparacyjnych ABBA. W porównaniu z komparatorem UMA-5 osiągnięto powtarzalność lepszą o około 65%.

Porównano również wyniki pomiarów różnicy mas pomiędzy wzorcem odniesienia a wzorcem testowym w stosunku do innego komparatora dostępnego na runku o najwyższej do tej pory rozdzielczości $0,1 \mu\text{g}$. Badanie wykazało pokrywające się zakresy rozrzutów dla badanych mas przy dużo mniejszej niepewności pomiaru NANO.AK-4/500.

Zostały wykonane również badania stabilności urządzenia NANO.AK-4/500. Zgodnie z procedurami pomiary powtarzano w czasie 7 miesięcy od kwietnia do listopada 2020 w odstępach co 14 dni. Rozrzuty wyników w czasie trwania testu nie przekroczyły dopuszczalnej założonej niepewności dla nowatorskiego komparatora 50 ng . W ten sposób w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej udowodniono tezę naukową, że odpowiednia modyfikacja cewki siłownika komparatora oraz jej uszczelnienie w celu zmniejszenia sorpcji wilgoci, jak również zastosowanie nowatorskiej konstrukcji obwodu magnetycznego z materiału ARMCO, pozwoli na redukcję błędów pomiaru masy, a tym samym na znaczne zwiększenie dokładności komparatora. Wskazano również dalsze prace rozwojowe.

Wyniki badań innowacyjnego komparatora o rozdzielczości 10 ng były na tyle zadowalające, że komparator został włączony do oferty komercyjnej firmy RADWAG Wagi Elektroniczne.

Abstract

The subject of this doctoral thesis was the development of an innovative comparator with a resolution of 10 ng, higher than previously achieved in mass metrology. The comparator is to be used for determination of mass standards below 1 mg with lower measurement uncertainty than that offered by devices currently available on the market.

This comparator is able to calibrate mass standards in the range of 0.05 mg – 500 mg, but the main focus of the researches was on masses below 1 mg. A higher resolution of the device was achieved through to the appropriate modification of the comparator actuator coil and its sealing in order to reduce moisture sorption, as well as the use of an innovative magnetic circuit made of ARMCO material. This allowed for the reduction of mass measurement errors, and thus a significant increase in the comparator accuracy, as well as the automation of the measurement process.

In the introductory part of the thesis, the main aspects related to the calibration of mass standards were discussed. The factors that influence the accuracy of the calibration (components of the uncertainty budget) were also analyzed. Various types of mass comparators are also presented, their structure, the advantages of automation, as well as the fundamentals of the entire SI unit system, and, in particular, recent redefinition of the kilogram unit.

The main part of the dissertation presents the design and tests of the innovative NANO.AK-4/500 mass comparator, which is the first in the world to enable mass measurement with a resolution of 10 ng. The advantages of the mechanism modifications, which significantly reduced measurement errors related to moisture sorption and the improvement of the electromagnetic actuator structure, as well as the mass, and hence inertia of the mechanical system, including the coil, were discussed.

Further, the deviation of measurement results for various mass standards was analyzed. It was demonstrated that the comparator achieved standard deviations from 6 ABBA cycles below 50 ng (5 reading divisions). The determined standard deviations were compared with the measurement uncertainties of another commercial comparator device (UMA-5, RADWAG) considered to be one of the best comparators in the range of small masses. The tests proved that in all cases the measurement uncertainties of the NANO.AK-4/500 device were lower by about 75% as compared to the UMA-5 comparator for all tested masses. The

UMA-5 comparator was selected for comparisons since so far 0.05 mg – 500 mg standards have been calibrated to candles using such or similar devices.

Next, the repeatability was also calculated according to commonly used procedures. The calculated value of the EV (equipment variation) for the NANO.AK-4/500 comparator was $EV = 0.115 \mu\text{g}$, which was very close to the uncertainty obtained for the standard deviation from a single run of 6 ABBA comparison cycles. Compared to the UMA-5 comparator, the repeatability was better by about 65%.

The results of the difference in masses between the reference standard and the test standard were also compared with the comparator of the highest resolution of $0.1 \mu\text{g}$. The study revealed overlapping dispersion ranges for the tested masses, with a much lower measurement uncertainty of NANO.AK-4/500.

The stability of the novel NANO.AK-4/500 device was also checked with a standard procedure. Repetitions were made within 7 months from April to November 2020 at intervals of 14 days. The dispersion of the results obtained during the test did not exceed the assumed maximal uncertainty 50 ng for the innovative comparator. Within the doctoral dissertation, a scientific thesis was proven that appropriate modification of the comparator actuator coil and its sealing for the reduction of moisture sorption, as well as the use of an innovative magnetic circuit made of ARMCO material, can reduce errors in mass measurement, and thus significantly increase the accuracy of the comparator. Moreover, further development directions were indicated.

The test results of the NANO.AK-4/500 comparator with a resolution of 10 ng were so satisfactory that the comparator was included in the commercial offer of RADWAG Wagi Elektroniczne.

Wykaz najważniejszych oznaczeń

B – indukcja magnetyczna

d – działka odczytowa

D – różnica między wartością maksymalną i minimalną

d_1 – wyliczony dystans pomiędzy środkami mas

d_2 – odległość od środka szalki do jednego z narożników

e – ładunek elementarny

f – częstotliwość

F_C – siła równoważąca siłę grawitacyjną

F_G – siła grawitacji

F_W – siła wyporu

g – przyspieszenie ziemskie

h – stała Plancka

hr – wilgotność względna jako ułamek

I – natężenie prądu

KJ – stała Josephsona

k_p – współczynnik rozszerzenia

L – długość drutu cewki

m – masa ciała

M_a – masa molowa wilgotnego powietrza

m_c – masa umowna (konwencjonalna)

M_v – masa molowa wody

q – liczba pomiarów

n_c – ilość cykli

n_k – liczba kwantowa

p – ciśnienie

Q_m – wartość maksymalnego obciążenia

R – rezystancja tensometru bez naprężeń

R_g – uniwersalna stała gazowa

r_p – różnica wskazań

s – odchylenie standardowe

s_r – średnie odchylenie standardowe z n wyników

T – temperatura w skali bezwzględnej

U – napięcie

U_p – niepewność rozszerzona przy określonym poziomie ufności

u – niepewność standardowa

v – prędkość

x_v – ułamek molowy pary wodnej

Z – ściśliwość

ρ – gęstość ważonego obiektu

ρ_c – referencyjna gęstość wzorca

ρ_o – gęstość powietrza

1. Wprowadzenie

Systemy ważenia wykorzystywane są dziś we wszystkich gałęziach przemysłu – od ważenia materiałów na etapie surowca po gotowe produkty. Nowoczesne rozwiązania przeznaczone do ważenia pozwalają wykorzystywać je do wielu celów, w tym do ważenia produktów codziennego użytku, jak i do ważenia laboratoryjnego. Aby mieć pewność, że odważnik wykorzystywany do kalibracji wag elektronicznych o masie kilograma faktycznie odpowiada przyjętej jednostce masy, należy zapewnić spójność pomiarową. W tym celu trzeba zachować nieprzerwany łańcuch porównań, poczynając od nadrzędnego wzorca masy oraz wykorzystując kolejne wzorce wtórne, które są wyznaczone z bardzo dużą dokładnością, i następnie służyć do adjustacji wag czy to sklepowych, czy laboratoryjnych.

Kilogram jest jedną z siedmiu podstawowych jednostek układu SI (fr. *Système international d'unités*). Najdłużej ze wszystkich jednostek kilogram był definiowany jako artefakt, czyli określony wzorzec materialny. Zrealizowany był w postaci walca o średnicy i wysokości 39 mm, wykonanego ze stopu platyny (90%) i irydu (10%). Dopiero w 2018 r., podobnie jak pozostałe jednostki zredefiniowanego układu SI, kilogram został powiązany ze stałymi fizycznymi, w tym przypadku ze stałą Plancka (BIPM, 2018). Ostateczne zatwierdzenie nowych definicji układu SI nastąpiło w 2019 r. (BIPM, 2019).

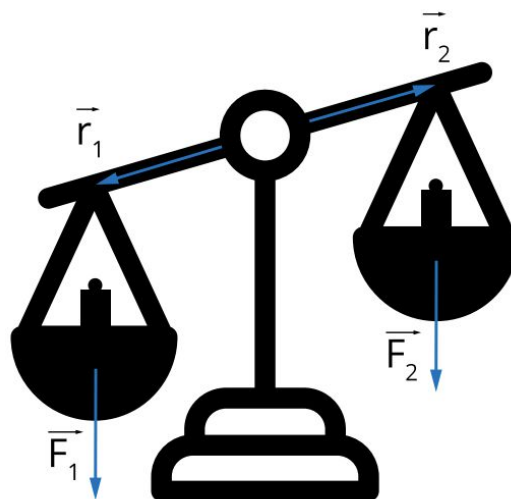
1.1 Pomiar masy w źródłach historycznych (od starożytności do czasów współczesnych)

Ludzkość od pradawnych lat zmagala się z problemem, jak zmierzyć ciężar danego przedmiotu. Od tysięcy lat do ważenia służyło narzędzie porównawcze. Pierwszą wagę zbudowali Egipcjanie sprzed pięciu – siedmiu tysięcy lat. Była to waga dwuramienna z talerzami (szalkami), zwieszającymi się u jej końców. Dźwignia jej opierała się na stojaku (patrz rysunek 1). Jako odważniki stosowane były ciężarki kamienne (przeważnie granitowe), najczęściej rzeźbione w kształcie popiersi zwierząt (Büttner i inni, 2016).



Rysunek 1: Ważenie za pomocą wagi szalkowej w starożytnym Egipcie (źródło: Hunefer/public domain)

Na rysunku 2 pokazano typową konstrukcję wagi szalkowej.



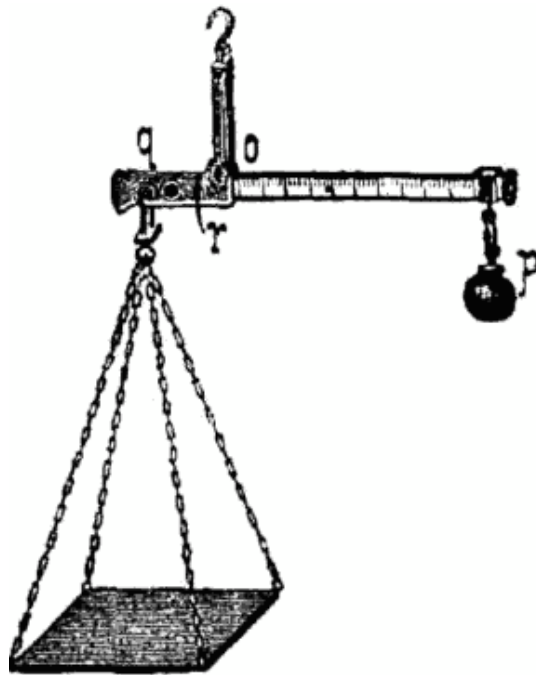
Rysunek 2: Schemat działania wagi szalkowej (źródło: <https://zpe.gov.pl/a/przeczytaj/DH702rmz7>)

Zasada działania tej wagi jest bardzo prosta i opiera się na równowadze dźwigni dwustronnej o równych długościach ramienia: do końców zawieszono poziomo poprzeczkę zamontowano równej masy szalki. Położenie ciała na takiej szalce sprawia, że przyłożona do niego siła grawitacji wytwarza siłę nacisku na szalkę, dzięki czemu powstaje moment siły obracający belkę. Aby zrównoważyć ciężar, należy na przeciwległej szalce umieścić przedmiot o masie, który wytworzy taki sam moment siły. Ponieważ długości ramion belki są identyczne, to w stanie równowagi masa obiektu umieszczonego na drugiej szalce musi być taka sama, jak masa tego, który znajduje się na pierwszej. Do zrównoważenia masy służą

odważniki o znanej masie, których dokładanie i zdejmowanie pozwala zobaczyć, na którą stronę przechyla się wskazówka wagi. Po osiągnięciu stanu równowagi można odczytać i zsumować masę użytych obciążników, ustalając tym samym, jaka jest masa nieznanego obiektu.

Wagi te potrafiły być bardzo dokładne. Były szeroko rozpowszechnione, jednakże zasadniczy problem polegał na konieczności stosowania wspomnianych obciążników, co czyniło proces ważenia czasochłonnym (a zgubienie odważnika – kosztownym).

Bardzo długo konstrukcja wag nie ulegała większym znaczącym zmianom, poza oczywiście lekkim wariacjom wagi szalkowej. Dopiero Rzymianie stworzyli nowy typ wagi – tzw. wagę rzymską, nazywaną również bezmianem. Konstrukcja jej składała się z ramienia, gdzie z jednej strony był zawieszony haczyk, a na drugim stały odważnik. Zasada ważenia polegała na takim umiejscowieniu punktu zawieszania dźwigni, aby ustawiła się ona w położeniu poziomym. Drugie rozwiązanie wagi rzymskiej było podobne, lecz punkt zawieszenia ramienia był stały, natomiast zmieniano położenie obciążnika.



Rysunek 3: Waga rzymska (tzw. bezmian) (źródło: <https://pl.wikipedia.org/wiki/Bezmian>)

Z powodu kosztownych odważników i pracochłonności procesu ważenia w XVIII wieku do użytku weszły tańsze wagi sprężynowe.



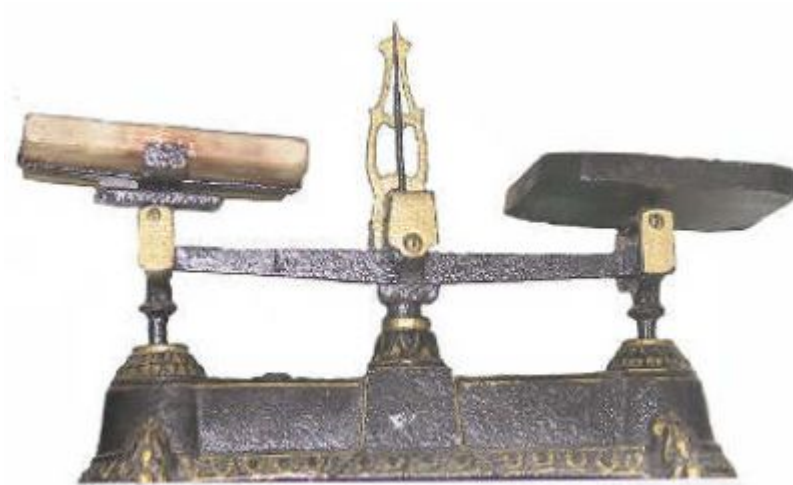
Rysunek 4: Przykładowa waga sprężynowa. (źródło: No machine-readable author provided. Tano4595 assumed (based on copyright claims). / CC BY-SA)

Wagi sprężynowe mają zupełnie inną budowę niż wagi szalkowe, gdzie równowaga zachodzi pomiędzy dwoma siłami nacisku. W wadze sprężynowej zasada pomiaru wynika z liniowej zależności między odkształceniem sprężystym sprężyny a przyłożoną siłą ciężkości. Nałożenie ciężaru na szalkę wywołuje ugięcie się sprężyny o stałej sprężystości k , zmniejszając ją o wymiar Δx . Wywołuje to powstanie siły sprężystości $F = k\Delta x$. Im większa masa przedmiotu położonego na szalce, tym większe musi być skrócenie sprężyny, aby zrównoważyć ciężar tej masy. Równowaga zachodzi, gdy $mg = k\Delta x$, a ponieważ g i k to znane stałe fizyczne, to pomiar na wadze sprężynowej jest tak naprawdę pomiarem odkształcenia sprężyny. W praktyce układ łączy się ze wskazówką, która wraz ze zmianą długości sprężyny obraca się dookoła wyskalowanej w obowiązujących jednostkach masy skali.

Zaletą był niewielki rozmiar i brak konieczności stosowania odważników. Mechanizm okazał się jednak tak niedokładny, że nie został nigdy zalegalizowany, czyli nie dopuszczono go do użycia w handlu. System sprężynowy znalazł później zastosowanie w wagach kuchennych i wędkarskich.

Przełomem miała być waga wynaleziona w 1669 roku przez Gellesa Roberval'a. Była to waga prostodźwigniowa z szalkami znajdującymi się na górze urządzenia. Na jednej szalce należało położyć ważony obiekt, natomiast z drugiej strony zrównoważyć go odważnikiem

o znanej masie. Mechanizm był rewolucyjny, lecz bardzo nieprecyzyjny; z tego powodu się nie przyjął.



Rysunek 5: Waga prosto-dźwigniowa konstrukcji Gellesa Roberval'a (źródło: <http://members.upcpoczta.pl/z.kwiatkowski99/ws-rob.html>)

Kolejnym istotnym krokiem w dziedzinie wagowej była waga Josepha Berangera. Wyglądem przypominała poprzedniczkę (składała się z dźwigni głównej, dwóch dźwigni pomocniczych, czterech wieszaków, dwóch siodełek podszalkowych, postumentu wagi oraz dwóch wskazówek). Była ona na tyle dokładna, że dało się ją zalegalizować i do dziś jeszcze na targu można spotkać konstrukcje tego typu.



Rysunek 6: Waga prosto-dźwigniowa konstrukcji Josepha Berangera (źródło: <http://members.upcpoczta.pl/z.kwiatkowski99/ws-rob.html>)

Złota era wag mechanicznych skończyła się po II wojnie światowej, kiedy zaczęły powstawać wagi elektroniczne. Zjawisko działania wag elektronicznych odkrył w 1856 r.

Lord Kelvin, jednak dopiero w 1937 r. przeprowadzono pierwsze badania z ich użyciem. Następne modyfikacje pozwalały uzyskiwać niesamowitą dokładność, jak np. dla wag z modułem elektromagnetycznym.

Ciekawostką jest, że najmniejszą wagę skonstruowali w 2012 roku naukowcy z Barcelony. Można za jej pomocą zważyć niewielką jednostkę masy – jektogram, czyli kwadrylionową część grama. Dzięki niej można zważyć atom aż do ostatniego protonu (proton waży około 1,7 jektograma). Zamiast tradycyjnych szalek do ważenia takich „ciężarów” używa się maleńkich nanorurek, które wibrują z różną częstotliwością w zależności od masy ważonych cząsteczek. W celu odizolowania jej od wszelkich czynników zewnętrznych używana jest w próżni, przy temperaturze -269°C (Chaste i inni, 2012). Oczywiście należy traktować tę wagę tylko jako ciekawostkę, gdyż urządzenie nie ma żadnego praktycznego zastosowania ze względu na warunki pracy, rozmiar i jektogramowy maksymalny udźwig.

1.2 Wzorce masy mniejsze niż 1 mg jako determinant jakości nowoczesnych wag i komparatorów masy

Rozwój wag pozwolił na ważenie z wysokimi rozdzielczościami nawet $0,1\ \mu\text{g}$, które wykorzystywane są w różnych dziedzinach techniki, jak również w codziennym życiu. Na podstawie ważenia rozliczanych jest wiele produktów, jak również odmierzane są bardzo precyzyjnie półprodukty w celu wytworzenia gotowego produktu końcowego.

Wprowadzenie na rynek wag analitycznych, mikrowag, jak również ultramikrowag spowodowało konieczność wytwarzania wzorców masy o bardzo dużej dokładności w celu weryfikacji, adjustacji i wzorcowania tych urządzeń. Norma (OIML R111, 2004) określa dokładności wzorców i ich maksymalne błędy, lecz też przedział, w jakim te wzorce są wzorcowane. Masy wzorców, jakie określa norma, mieszczą się w przedziale 1 mg – 5000 kg. Pojawia się problem z wzorcami mniejszymi niż 1 mg, gdyż rozdzielczości wag są 1000 razy większe. Legalizacja wagi w takim wypadku może być realizowana do działki odczytowej 1 mg, powyżej tej rozdzielczości waga nie jest legalizowana.

Drugim problemem jest sprawdzanie czułości oraz progu czułości wag, czy też komparatorów masy. Próg czułości określa, jaka najmniejsza zmiana masy będzie zauważalna po położeniu na szalkę (Madec i inni, 2007; Vâlcu i inni, 2013; Ren i inni, 2017).

W związku z redefinicją kilograma pierwotne wzorce masy mają być wytwarzane i odniesione do stałej Plancka za pomocą wagi Watta (ang. *watt balance*) (Ossowski, 2014). Waga Watta, służąca do wyznaczania masy 1 kg, oparta jest na budowie komparatora

o maksymalnym udźwigi 1 kg i rozdzielczości 0,1 μg . Również komparatory w Narodowych Instytutach Metrologicznych (NMI) służące do wzorcowania najdokładniejszych wzorców w oparciu o narodowy wzorzec kilograma, są wzorcowane na komparatorach o rozdzielczości 0,1 μg . Błędy wzorcowanych wzorców masy są bardzo małe, rzędu 20 μg , co wzbudza wątpliwości co do prawidłowości wyznaczenia różnicy między wzorcem odniesienia a wzorcem testowym. Norma bowiem nie przewiduje istnienia wzorców mniejszych niż 1 mg ani dopuszczalnych dla nich błędów.

Jeżeli chodzi o wzorce masy, to już w chwili obecnej można znaleźć na rynku wzorce mniejsze niż 1 mg, a nawet już od wartości 0,05 mg. Istnieje wiele publikacji na ten temat, dotyczących głównie problematyki wzorcowania przy pomocy urządzeń o rozdzielczości 0,1 μg (Madec i Mann, 2011; Hu i inni, 2012; Kačmaz i inni, 2012; Válcu, 2013). Przeprowadzono też dużo badań w zakresie doboru materiału, z którego wykonuje się takie wzorce (Ren, i inni, 2016). Najbardziej powszechnym materiałem do produkcji mikrowzorców są stopy aluminium, co spowodowane jest rozmiarem tych wzorców wynikającym z niskiej gęstości materiałów, ale również w związku z wysoką stabilnością temperaturową.

Mikrowzorce znajdują zastosowanie nie tylko przy sprawdzaniu czułości mikrowag i komparatorów masy o wysokiej rozdzielczości, jak np. komparator próżniowy z rozdzielczością 0,1 μg (Válcu, 2014). Stosowane są ponadto do wyznaczania i kalibracji urządzeń mikrośił (Chung i inni, 2009; Kim i inni, 2010; Nesterov, 2017; Válcu i inni, 2013), które odgrywają ważną rolę w mikro- lub nanotechnologii oraz w innych ważnych obszarach (medycyna, energia, środowisko). Sprzęt używany do wykonywania takich pomiarów musi mieć wykazaną spójność pomiarową z realizacją jednostki siły układu SI, z wymaganą niepewnością.

Zatem mikrowzorce masy zadomowiły się już w światowej metrologii na stałe, tak, że ich kalibracja z coraz niższą niepewnością jest wskazana. Tymczasem urządzenia, na których jest to realizowane, nie są przystosowane do tego rodzaju wzorcowań z wielu powodów, począwszy od konstrukcji urządzenia poprzez udźwig i kończąc na samej rozdzielczości.

1.3 Cel i zakres pracy

Celem poznawczym i użytkowym pracy było opracowanie innowacyjnego komparatora o rozdzielczości 10 ng, większej niż dotychczas osiągnięte w metrologii masy, który będzie służył do wzorcowania wzorców masy poniżej 1 mg z mniejszą niepewnością pomiaru niż dotychczas stosowane urządzenia.

Norma (OIML R111, 2004) roku określiła dopuszczalne błędy dla odważników od 1 mg, gdyż wówczas była to wartość wystarczająca. Jednakże technika pomiaru masy od tamtego czasu bardzo się rozwinęła. Obecnie produkowane są wagi z działką odczytową 0,1 μg , natomiast wciąż legalizowane są tylko do działki 1 mg, gdyż nie ma mniejszych wzorców masy poniżej jednego miligrama. Taki sam problem występował dla wysokiej rozdzielczości komparatorów masy, ponieważ nie było legalizowanych wzorców do testowania czułości tych urządzeń. Od pewnego czasu pojawiają się wprawdzie wzorce masy o tak niewielkiej wartości, jak 0,05 mg, ale ich niepewności pomiarowe wyznaczone są przy użyciu urządzeń o działce odczytowej 0,1 μg (Ota i inni, 2020; Ren i inni, 2014), co jest niewystarczające. Dodatkową motywacją do konstrukcji ultraprecyzyjnych komparatorów na zakres małych mas jest fakt, że istnieją już komparatory o maksymalnym udźwigu 1 kg o rozdzielczości 0,1 μg .

W związku z postawionym celem sformułowano następującą tezę naukowa:

odpowiednia modyfikacja cewki siłownika komparatora oraz jej uszczelnienie w celu zmniejszenia sorpcji wilgoci, jak również zastosowanie nowatorskiej konstrukcji obwodu magnetycznego z materiału ARMCO, pozwoli na redukcję błędów pomiaru masy, a tym samym – na znaczne zwiększenie dokładności komparatora.

Udowodnienie tak sformułowanej tezy pozwoli na opracowanie innowacyjnej konstrukcji komparatora o rozdzielczości 10 ng.

W powiązaniu z celem przyjęto następujący zakres zagadnień w pracy doktorskiej:

- analiza literatury przedmiotu,
- modernizacja części mechanicznych mechanizmu komparatora,
- zaprojektowanie i wykonanie innowacyjnego siłownika ze stali ARMCO,
- zaprojektowanie i wykonanie innowacyjnej cewki i jej uszczelnienie zapewniające zmniejszenie sorpcji wilgoci,
- badanie weryfikacyjne chłonności nowej cewki,
- wykonanie nowatorskiego komparatora o działce odczytowej 10 ng z wykorzystaniem odpowiednich modyfikacji konstrukcyjnych,
- wykonanie układu automatycznego sterowania w celu wyeliminowania wpływu operatora,
- badanie rozrzutu wskazań komparatora wyrażonego w postaci 6 cykli ABBA,
- badanie porównawcze wyników różnicy w masach wzorców w stosunku do innego komercyjnego komparatora masy,
- oszacowanie niepewności oraz wyznaczenie powtarzalności nowego komparatora,

- badanie stabilności komparatora w okresie 7 miesięcy,

Osiągnięcie celu użytecznego spowoduje, że opracowany przez autora komparator pozwoli na sprawdzanie wzorców masy od 500 mg do 0,05 mg z mniejszym rozrzutem wskazań, niż dotychczas osiągnęte, a co za tym idzie, z mniejszą niepewnością pomiaru oraz większą powtarzalnością.

2. Przegląd stanu wiedzy

2.1 Pomiar masy

Pomiar masy z wykorzystaniem wag elektronicznych czy też komparatorów masy polega na określeniu siły, z jaką ważony obiekt jest przyciągany przez Ziemię. Poniższe równanie przedstawia tę zależność:

$$F_G = m \cdot g, \quad (1)$$

gdzie:

F_G – siła grawitacji [N],

m – masa ciała [g],

g – przyspieszenie ziemskie [$\sim 9,81 \text{ m/s}^2$].

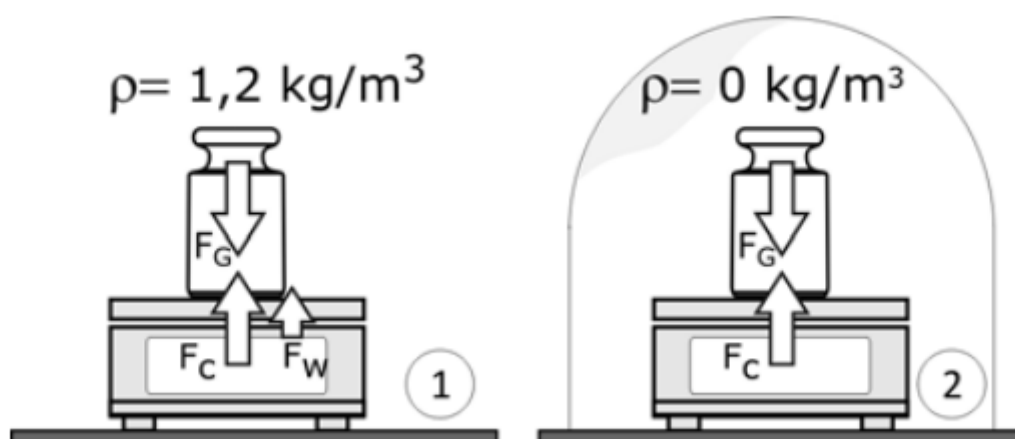
Po uwzględnieniu powyższych zależności w procesie ważenia otrzymuje się poniższy układ sił:

F_G – siła grawitacyjna,

F_C – siła równoważąca siłę grawitacyjną,

F_W – siła wyporu.

Na rysunku 7 ukazano dwa warianty ważenia. Pierwszy z nich przedstawia pomiar w warunkach normalnych (otoczenia), gdzie jest uwzględniona siła wyporu, natomiast w drugim wariantcie przedstawiono ważenie w warunkach próżni, gdzie siła wyporu nie występuje.



Rysunek 7: Układ sił w procesie ważenia (źródło: Janas i inni, 2017).

Analizując przedstawiony układ sił łatwo wywnioskować, że dwie z występujących sił mają wartości stałe:

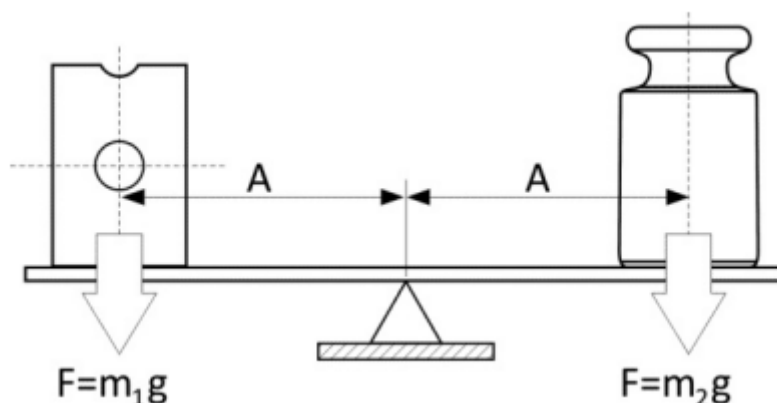
- siła grawitacyjna F_G – jest zależna jedynie od miejsca użytkowania,
- siła równoważąca F_C – jest to odpowiedź wagi (komparatora mas) na siłę grawitacyjną.

Jedyną siłą zmienną w tym układzie jest siła wyporu F_W . Jest ona zależna od gęstości powietrza, natomiast gęstość powietrza jest zależna od zmian ciśnienia, temperatury i wilgotności.

Otrzymane wyniki należy zatem skorygować o siłę wyporu, co w rezultacie da prawdziwą masę ważonego obiektu (masa fizyczna), porównywalną do sytuacji, gdy obiekt jest ważony w próżni. Przy dużej rozdzielczości użytkowanego komparatora lub wagi można analizować dryft masy obiektu w czasie, pochodzący od siły wyporu, i eliminować go (ważenie różnicowe). Eliminacja tego błędu jest bardzo istotna przy przekazywaniu jednostki miary (kilograma) poprzez narodowe instytuty metrologiczne (NMI).

Przez istnienie siły wyporu w pomiarach masy powstały dwa pojęcia: masa konwencjonalna (ang. *conventional mass*) i masa fizyczna (ang. *real mass* albo *true mass*) (Cai i inni, 2017; Wang i inni, 2015; Cardona i Galindo, 2007). Masa konwencjonalna m_c , czyli umowna masa ciała, jest to wartość masy równoważna masie wzorca, jak pokazano na rysunku 8, przy zachowaniu poniższych warunków pomiaru:

- gęstość wzorca $\rho_c=8000 \text{ kg/m}^3$,
- temperatura referencyjna w czasie pomiaru $T_{REF}=20^\circ\text{C}$,
- gęstość powietrza w czasie pomiaru $\rho_o=1,2 \text{ kg/m}^3$.



Rysunek 8: Masa konwencjonalna (źródło: Janas i inni, 2017).

Masa fizyczna (masa rzeczywista) z definicji jest to ilość materii, jaką posiada dany obiekt. Gdy masa fizyczna jest znana, wówczas wartość masy konwencjonalnej można wyliczyć z zależności według wytycznych OIML D 28 (2004):

$$m_c = \frac{(1 - \rho_o) / \rho}{(1 - \rho_o) / \rho_c}, \quad (2)$$

gdzie:

m_c – masa umowna (konwencjonalna),

ρ – gęstość ważonego obiektu,

ρ_o – gęstość powietrza,

ρ_c – referencyjna gęstość wzorca, 8000 kg/m³.

Przy gęstości obiektów około 8000 kg/m³ różnica między masą konwencjonalną m_c a masą fizyczną ciała m jest nieduża. Lecz przy wzorcowaniu wzorców masy przy bardzo dużych rozdzielczościach urządzeń jest ona już istotna. Dlatego wszystkie wzorce klasy E1 muszą mieć wyznaczoną gęstość materiału.

Przy wzorcowaniu wzorców masy konieczne jest wprowadzenie poprawki na różnicę wyporu powietrza. Spowodowane jest to tym, że podczas komparacji w powietrzu uzyskuje się tylko masę pozorną (umowną) wzorca, gdyż porównuje się wzorce o jednakowej masie, lecz różnej gęstości. Należy wyliczyć masę rzeczywistą wzorców poprzez wprowadzenie poprawki, wynikającej z różnicy wyporu powietrza, wyznaczonej według poniższego równania:

$$W = W_B - W_K = (V_B - V_K) \cdot \rho \quad (3)$$

lub

$$W = W_B - W_K = m_n \left(\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_K} \right) \cdot \rho, \quad (4)$$

gdzie:

W_B – masa powietrza wypartego przez wzorcowany odważnik,

W_K – masa powietrza wypartego przez wzorec odniesienia,

V_B – objętość wzorcowanego odważnika,

V_K – objętość wzorca odniesienia,
 ρ – gęstość powietrza,
 ρ_B – gęstość wzorcowanego odważnika,
 ρ_K – gęstość wzorca odniesienia,
 m_n – masa nominalna wzorcowanego odważnika.

Zgodnie z zaleceniami (OIML R111, 2004) dla wzorców masy klas niższych niż E1 (E2, F1, F2, M1, M2 i M3) objętość nie jest wyznaczana, brana jest z kart katalogowych materiału, z jakiego zostały wykonane. Poprawka wynikająca z różnicy wyporu powietrza ulega zmianie w zależności od gęstości powietrza. Ze względu na to warunki środowiskowe w laboratorium, gdzie dokonywane są pomiary, muszą być regulowane i stałe. Przyjmuje się, że powinny być zbliżone do poniższych wartości:

- temperatura 20 °C,
- wilgotność względna powietrza 50 %,
- ciśnienie atmosferyczne 1013,25 hPa.

Zachowanie powyższych parametrów daje gęstość powietrza około 1,2 kg/m³.

Dla ułatwienia pomiarów masy, jak również zachowania spójności pomiarowej przy komparacji wzorców, przyjęto, że umowna gęstość wzorców wykonanych ze stali nierdzewnej równa jest 8000 kg/m³, natomiast średnia gęstość powietrza wynosi 1,2 kg/m³. Takie uproszczenie eliminuje konieczność uwzględniania poprawki wynikającej z różnicy wyporu powietrza przy wzorcowaniu. Wzorce wykonane ze stali nierdzewnej o umownej gęstości 8000 kg/m³ równoważą się w powietrzu.

Dla zachowania jak najwyższej dokładności pomiarów masy jest wymagane, aby gęstość wzorców masy mieściła się w ściśle określonych granicach w stosunku do gęstości umownej. Gęstość ich powinna być tak dobrana, by zmiana gęstości powietrza o 10% w odniesieniu do ustalonej średniej umownej gęstości powietrza 1,2 kg/m³ nie wprowadzała większego błędu granicznego niż 0,25 wartości błędu dopuszczalnego (ang. *Maximal Permissible Error, MPE*) dla danego wzorca masy (tabela 1).

Wartość nominalna	$\rho_{\min} \div \rho_{\max} (10^3 \text{ kg/m}^3)$							
	Klasa odważników							
	E_1	E_2	F_1	F_2	M_1	M_{1-2}	M_2	M_{2-3}
$\geq 100 \text{ g}$	7,934 ÷ 8,067	7,81 ÷ 8,21	7,39 ÷ 8,73	6,4 ÷ 10,7	$\geq 4,4$	$\geq 3,0$	$\geq 2,3$	$\geq 1,5$
50 g	7,92 ÷ 8,08	7,74 ÷ 8,28	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	$\geq 4,0$			
20 g	7,84 ÷ 8,17	7,50 ÷ 8,57	6,6 ÷ 10,1	4,8 ÷ 24,0	$\geq 2,6$			
10 g	7,74 ÷ 8,28	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	$\geq 4,0$	$\geq 2,0$			
5 g	7,62 ÷ 8,42	6,9 ÷ 9,6	5,3 ÷ 16,0	$\geq 3,0$				
2 g	7,27 ÷ 8,89	6,0 ÷ 12,0	$\geq 4,0$	$\geq 2,0$				
1 g	6,9 ÷ 9,6	5,3 ÷ 16,0	$\geq 3,0$					
500 mg	6,3 ÷ 10,9	$\geq 4,4$	$\geq 2,2$					
200 mg	5,3 ÷ 16,0	$\geq 3,0$						
100 mg	$\geq 4,4$							
50 mg	$\geq 3,4$							
20 mg	$\geq 2,4$							

Tabela 1: Minimalne i maksymalne granice gęstości dla wzorców masy i odważników
(źródło: OIML R111, 2004).

2.1.1 Równanie pomiaru masy

Jak już wcześniej wspomniano, przy pomiarze masy zachodzą dwa zjawiska fizyczne, z których jedno to działanie siły grawitacji F_G , natomiast drugie jest efektem działania siły wyporu F_W , mająca przeciwny kierunek do siły grawitacji. Możemy przyjąć, że pomiar masy tak naprawdę sprowadza się do pomiaru siły wypadkowej F_C . Ta siła w wadze elektromagnetycznej lub komparatorze masy przetwarzana jest na sygnał elektryczny poprzez układ elektroniczny przetwornika i pokazywana na indykatorze urządzenia jako wynik pomiaru. Przetwornik jako element pomiarowy posiada własną charakterystykę stabilności w czasie, wrażliwości na zmiany temperatury itp.

Po zestawieniu wszystkich tych czynników związanych z ważeniem, czyli komparacją masy, uzyskuje się poniższa zależność, która jest prezentowana w wielu publikacjach.

$$R_D = F_{CAL} [f(1 + CZT)(1 + \Delta m_{cz}t)] \times g \times \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho}\right) \times m + [\delta_D + \delta_R + \delta_L + \delta_{ECC}] + [F_{ZERO}T + CZ_{ZERO}t] \quad (5)$$

gdzie:

R_D – wynik ważenia.

Sekcja A

F_{CAL} – współczynnik kalibracji wagi,

f – współczynnik przetwornika siły na wielkość elektryczną,

CZ – temperaturowy współczynnik czułości przetwornika siły,

T – zmiana temperatury od ostatniej adjustacji czułości,

Δm_{cz} – wskaźnik dryftu czułości przetwornika siły w funkcji czasu,

t – przedział czasu od ostatniej adjustacji czułości.

Sekcja A ma wartość stałą, i wynika z konstrukcji komparatora masy.

Sekcja B

g – grawitacja w miejscu ważenia.

Sekcja C

ρ_a – gęstość powietrza w miejscu ważenia,

ρ – gęstość ważonego obiektu.

Przy tradycyjnym ważeniu wpływ wyporu powietrza na wynik ważenia jest bardzo mały. Jednak przy komparacji wzorców masy, gdzie rozdzielczości urządzeń są bardzo duże, może już być znaczący, co zastało opisane już wcześniej.

Sekcja D

m – masa ważonego obiektu.

Sekcja E

δ_D – składowa dokładności odczytu (wartość stała),

δ_R – składowa powtarzalności wagi (wartość zależna od obiektu i środowiska),

δ_L – składowa nieliniowości wagi (wartość stała),

δ_{ECC} – składowa niecentryczności (wartość stała).

Sekcja F

F_{ZERO} – współczynnik punktu zerowego przetwornika siły,

CZ_{ZERO} – współczynnik dryftu punktu zerowego przetwornika siły
w funkcji czasu.

Przy ważeniu na tradycyjnych wagach większość powyższych składowych nie ma większego znaczenia na ostateczny wynik pomiaru, lecz przy komparacji wzorców masy największe znaczenie ma sekcja C (wpływ gęstości powietrza) oraz sekcja F, w której zawarty jest wpływ warunków środowiskowych (zmiana temperatury, wilgotności, ciśnienia).

2.1.2 Główne parametry wag (dokładność, powtarzalność, liniowość, centryczność)

Dokładność pomiaru według definicji jest to stopień zgodności wyniku pomiaru z wartością prawdziwą menzurandu (JCGM 100, 2008). Ogólnie można przyjąć, że wynik jest dokładny wtedy, gdy błąd pomiaru jest mniejszy od wymagań, wynikających z danego zastosowania. Na dokładność ważenia wpływ ma wiele czynników, takich jak: charakterystyka wagi, stabilność parametrów w czasie, zastosowane wzorce pomiarowe, warunki środowiskowe, specyfika próbki, metoda pomiarowa, umiejętności operatora i – najważniejsze – niepewność pomiaru. Określić dokładność w danym punkcie pomiarowym można jedynie przy pomocy wzorca, stawiając go na szalce kilkakrotnie. Tutaj jest ważna informacja, jak dokładny jest zastosowany wzorec, czyli jaka jest jego niepewność, która z kolei jest wyznaczana za pomocą komparatorów masy. Na rysunku 9 przedstawiono czynniki wpływające na dokładność pomiaru.



Rysunek 9: Czynniki wpływające na błąd pomiaru (źródło: Janas i inni, 2017).

To, jak dokładnie można wyznaczyć masę, zależy najczęściej od dwóch parametrów charakterystycznych dla przyrządu pomiarowego, jakim jest waga:

- powtarzalności wskazań,
- liniowości przyrządu.

Powtarzalność jest definiowana jako precyzja pomiaru w warunkach powtarzalności pomiaru, czyli jako stopień zgodności wyników kolejnych pomiarów tego samego menzurandu, wykonywanych w tych samych warunkach pomiarowych (JCGM 100, 2008). Oznacza to w praktyce, że waga wykazuje się powtarzalnością, gdy wielokrotne ważenie tej samej próbki daje taki sam wynik. Obiektywny wynik zostanie uzyskany tylko wtedy, gdy masa próbki w czasie trwania badania będzie stała, czyli nie zajdą zjawiska absorpcji lub parowania, wpływające na masę. Powtarzalność można opisywać za pomocą parametrów statystycznych, m.in:

- z uwzględnieniem maksymalnego rozstępu pomiędzy wynikami pomiarów,
- ilościowo jako odchylenie standardowe z serii pomiarów.

Określanie powtarzalności jako maksymalnego rozstępu z 10 powtórzeń jest zgodne z normą (PN-EN 45501, 2015), co można zapisać w postaci równania:

$$P = I_{MAX} - I_{MIN} \leq MPE, \quad (6)$$

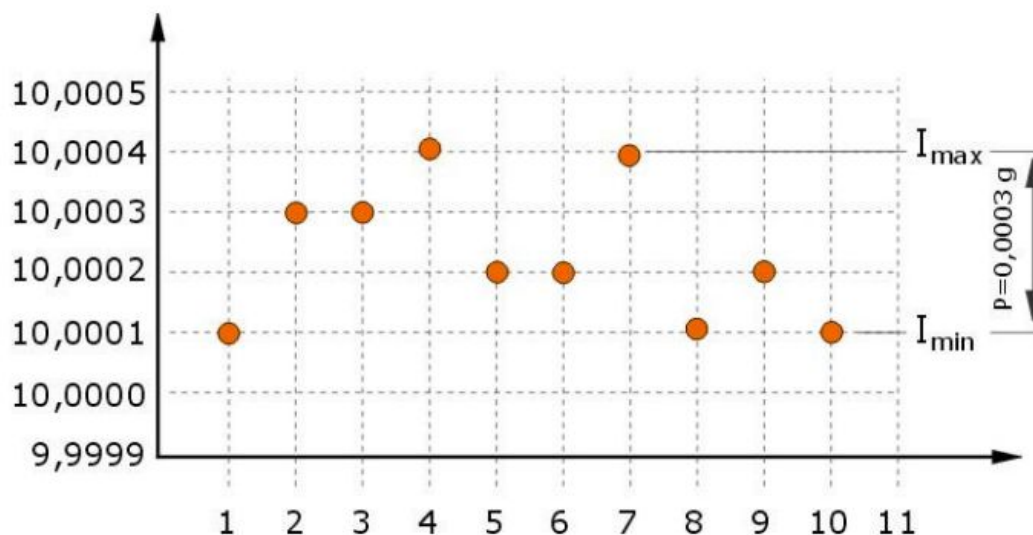
gdzie:

I_{MAX} – maksymalne wskazanie,

I_{MIN} – minimalne wskazanie,

MPE – błąd graniczny, dopuszczalny dla danego obciążenia.

Na rysunku 10 pokazano ocenę powtarzalności za pomocą wartości rozstępu.



Rysunek 10: Powtarzalność wskazań jako rozstęp. (źródło: Janas i inni, 2017).

Określanie powtarzalności wagi (komparatora) jako odchylenia standardowego s jest najczęściej przyjmowaną formą, zwłaszcza przy definiowaniu tegoż parametru dla komparatorów masy. Oblicza się s zgodnie z poniższą zależnością:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

gdzie:

s - odchylenie standardowe,

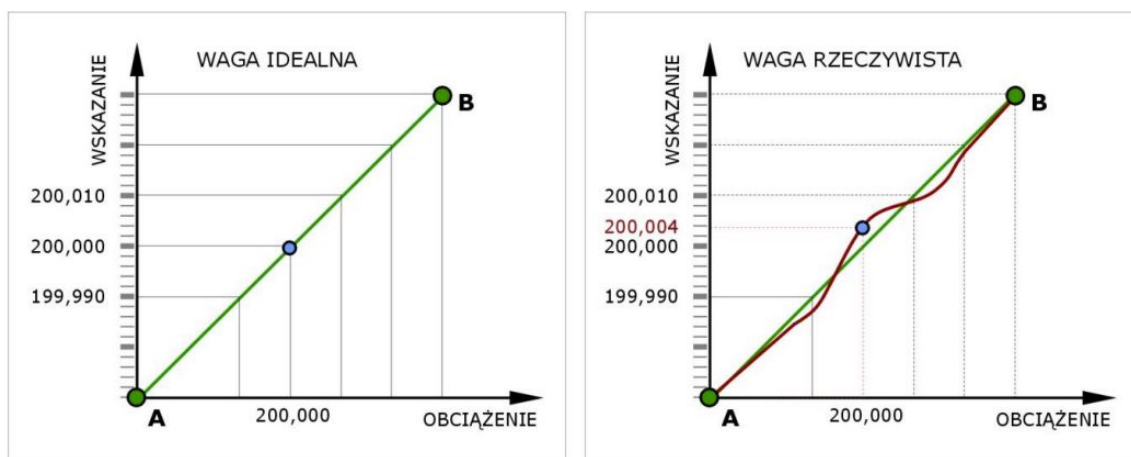
x_i - kolejny pomiar,

\bar{x} - średnia arytmetyczna z serii pomiarów,

n - liczba powtórzeń w serii pomiarów.

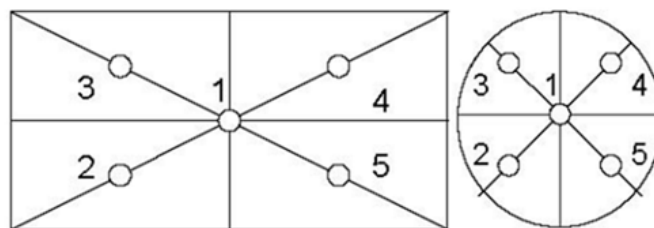
Powtarzalność, zdefiniowana jako odchylenie standardowe, informuje, jak szeroko wartości pomiaru są rozrzucone wokół wartości średniej. Im wartość s jest mniejsza, tym skupienie wyników wokół średniej jest lepsze, co świadczy o wyższej precyzji.

Liniowość metody pomiarowej określa stopień, w jakim linia prosta opisuje zależność między sygnałem wejściowym a wyjściowym (Czichos i inni, 2011). Jest to parametr definiowany przez producentów wag, gdyż jako parametr określający stan techniczny wagi nie jest definiowany w systemie nadzoru państwa nad przyrządem pomiarowym. Producenci definiują go jako odchyłkę rzeczywistej charakterystyki wagi od linii prostej, łączącej dwa punkty A i B, opisującej równanie wagi idealnej. W rzeczywistości nie ma idealnych przyrządów pomiarowych, dlatego charakterystyka wagi nigdy nie jest linią prostą, jak pokazano na rysunku 11. Mają na to wpływ dwa główne parametry wagi: precyzja adjustowania, zależna od błędu wzorca, oraz powtarzalność wagi.



Rysunek 11: Liniowość wag elektronicznych: waga idealna, waga rzeczywista (źródło: Janas i inni 2017).

Centryczność można zdefiniować jako odchylenie wskazania, gdy obiekt ważony nie znajduje się w centralnym punkcie szalki przyrządu (Radwag, 2010). Dla wag centryczność określa się, stawiając wzorzec w centralnym punkcie szalki, następnie w 1/3 odległości od centrum szalki w stosunku do naroża szlaki, i powtarzając tę czynność w czterech punktach (cztery naroża). Schemat badania ukazuje rysunek 12.



Rysunek 12: Schemat badania centryczności wagi według EURAMET (źródło: EURAMET, 2015)

Sposób badania definiuje norma PN-EN 45501 (2015) oraz w szczególności przewodnik EURAMET (2015) w punkcie 5.3 *Eccentricity test*. Dla wag wpływ niecentryczności bardzo często uznawany jest za mało istotny ze względu na rozdzielczość. Natomiast przy komparacji wzorców centryczność jest trudna do precyzyjnego ustawienia właśnie ze względu na bardzo dużą rozdzielczość urządzenia w stosunku do maksymalnego udźwigu. Im większa jest masa ważona, tym większa będzie centryczność urządzenia (Zhong i inni, 2021). Dlatego producenci komparatorów masy próbują eliminować ten błąd przy pomocy specjalnych szalek samocentrujących lub wiszących, o czym będzie mowa w dalszej części rozprawy.

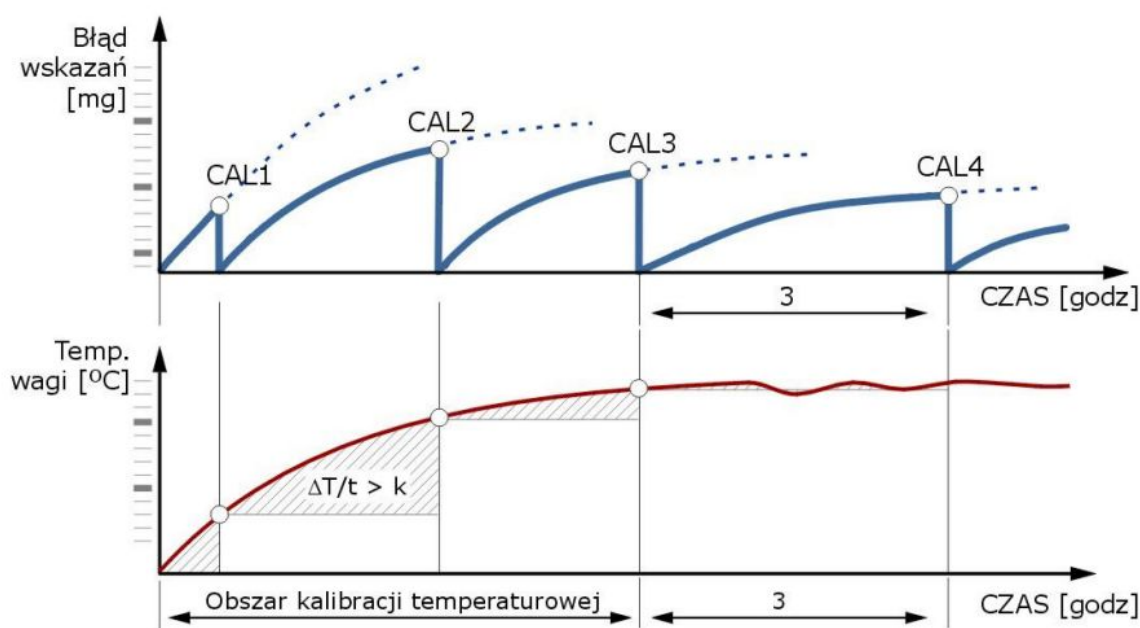
2.1.3 Czulość wag elektronicznych

Czulość wagi z definicji jest to iloraz zmiany wskazania układu pomiarowego ΔR i odpowiadającej jej zmiany wartości wielkości mierzonej Δm .

$$SE = \frac{\Delta R}{\Delta m}. \quad (8)$$

Jest to jeden z ważniejszych parametrów wagi, który decyduje, jak dokładnie można wykonać pomiar.

Poprawne skalowanie czulości jest pierwszym krokiem ku zapewnieniu wymaganej dokładności pomiaru. Skalowanie wykonuje się poprzez procedurę adjustacji. Duża część wag na rynku ma wbudowany proces adjustacji wewnętrznej. Polega on na tym, że waga ma wbudowany wywzorcowany wzorec o znanej masie i w zależności od zmian temperatury lub ustawionego czasu automatycznie dokonuje adjustacji. Zasada adjustacji automatycznej jest wyjaśniona na rysunku 13.



Rysunek 13: Zasada działania adjustacji automatycznej: korekta błędów (wykres górny), dynamika zmian temperatury (wykres dolny) (źródło: Janas, 2017).

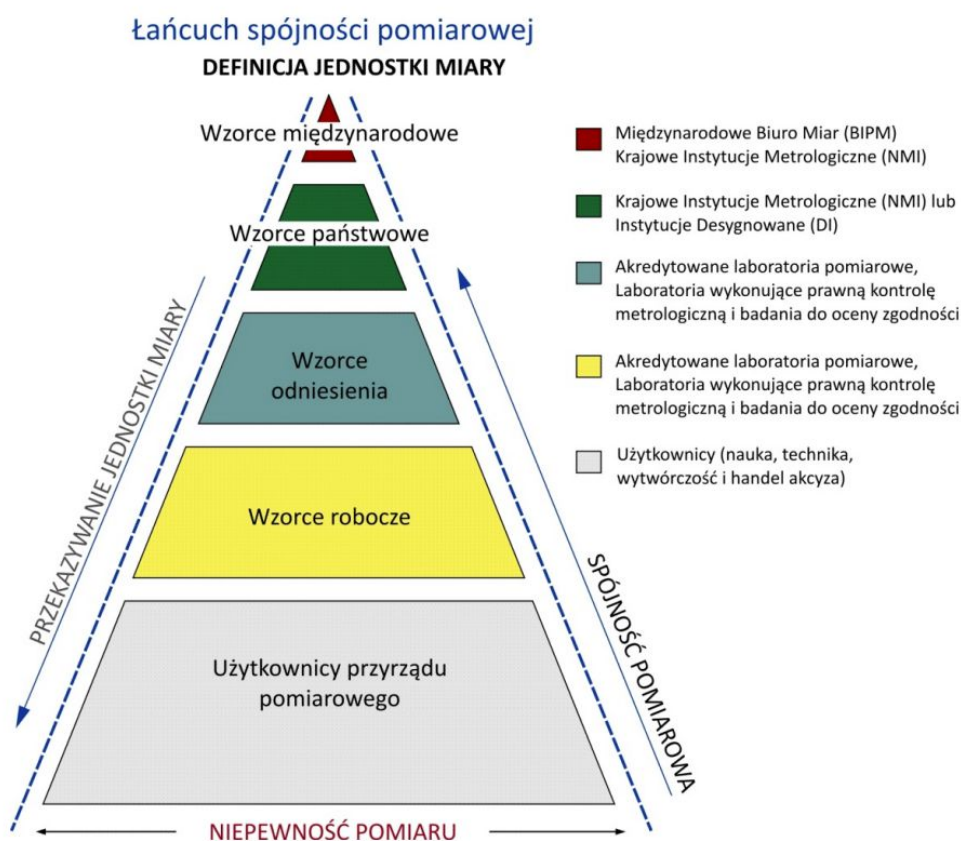
Na wykresie górnym rysunku 13 pokazano korektę błędów wskazań poprzez adjustacje, na dolnym zaś dynamikę zmian temperatury. Jak można zauważyć, poprzez zmianę temperatury następuje zmiana czułości i zwiększenie błędów wskazań, lecz dzięki wbudowanej adjustacji wewnętrznej następuje jego skorygowanie.

Należy zauważyć, że czułość wagi nie jest stała, stąd potrzeba częstej adjustacji urządzenia. Przy komparacji natomiast adjustacja już nie jest tak ważna, jak dla wagi, gdyż zawsze ma miejsce odniesienie do wzorca, a pomiar odbywa się w wąskim zakresie różnicy w masie pomiędzy wzorcem referencyjnym a wzorcem testowym. Oznacza to, że czułość komparatora musiałaby zmienić się znacznie, aby ta różnica była zauważalna w tym wąskim zakresie pomiarów.

2.1.4 Spójność pomiarowa

Spójność pomiarową można zdefiniować jako właściwość pomiaru lub wzorca jednostki miary określającą możliwość jego powiązania z określonymi odniesieniami, najczęściej z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostki miary, poprzez łańcuch porównań z określonymi niepewnościami pomiarów (Fita, 2010). Zachowanie spójności

pomiarowej jest gwarantem poprawności wyników, umożliwiającym ich wzajemne porównywanie. Schemat spójności pomiarowej ukazano na rysunku 14.



Rysunek 14: Schemat spójności pomiarowej (źródło: Janas i inni, 2017)

Dla zapewnienia spójności pomiarowej dla wag oraz wzorców masy najlepszym sposobem jest wzorcowanie ich w akredytowanych laboratoriach wzorcujących. Z drugiej strony, dla komparatorów użytkowanych w laboratorium bardzo istotne jest ich okresowe sprawdzanie wewnętrzne za pomocą wzorców masy według wewnętrznych procedur, zgodnych z normą.

2.2. Teoria błędów

Celem dokonania pomiaru wielkości fizycznej jest wyznaczenie jej wartości (podanie wartości liczbowej i jednostki) oraz określenie dokładności, z jaką ten pomiar został dokonany. Wartości wielkości mierzonych można uzyskać za pomocą pomiarów pośrednich lub bezpośrednich. Pomiar bezpośredni to taki, w którym odczytuje się wartość wyniku wprost ze wskazania przyrządu, najczęściej wyskalowanego w jednostkach mierzonej wielkości, czyli np. waga.

W pomiarze pośrednim określoną wartość uzyskuje się poprzez dokonanie bezpośrednich pomiarów innej wielkości fizycznej, natomiast wynik pomiaru oblicza się, używając wzorów, w których te wartości są powiązane, np. gęstość oblicza się na podstawie zmierzonej masy i objętości.

2.2.1 Klasyfikacja błędów pomiarowych, podstawowe definicje

Błąd pomiaru (Taylor, 1999) jest definiowany jako różnica pomiędzy wynikiem pomiaru a rzeczywistą wartością mierzonej wielkości. Ze względu na mnogość przyczyn powstawania błędów należy nazwać ich ważniejsze rodzaje.

Błąd grubo lub nadmierny to błąd wynikający z nieprawidłowego wykonania pomiaru (Zawada, 2002; Jakubiec 2007). Taki błąd najczęściej powstaje na skutek nieuwagi użytkownika (operatora) lub wskutek nagłej zmiany warunków podczas pomiaru, takich jak np. drgania, podmuchy. Wystąpienie błędu grubego można zauważyć przy zestawieniu wyników pomiaru, na przykład:

1. 10,0012
2. 10,0014
3. 10,0097 – błąd grubo (zmiana wyniku o około 75 działek)
4. 10,0011
5. 10,0012

Błąd grubo powinien być usuwany i nieuwzględniany w analizie wyników pomiarów. Należy starać się ustalić przyczynę jego wystąpienia, aby wyeliminować możliwość jego wystąpienia w przyszłości.

Błąd systematyczny jest to rodzaj błędu, który zmienia się stale lub/i w sposób przewidywalny. Wynika on z niedoskonałości przyrządu pomiarowego oraz metod pomiarowych. Błędy systematyczne trzeba uwzględniać w analizie poprzez wprowadzenie poprawki. Przykładem błędu systematycznego jest błąd dryftu zera komparatora przy komparacji, który jest eliminowany w dużej części poprzez specjalne metody komparacji (ABA, ABBA).

Błąd przypadkowy jest to składnik błędu pomiaru, który przy powtarzalnych pomiarach występuje w sposób nieprzewidywalny. Przyczyną wystąpienia tego typu nieprzewidzianego wahania wyniku może być nagła zmiana temperatury, wahania ruchu powietrza lub inne czynniki trudne do zidentyfikowania i niemożliwe do kontrolowania. Niepowtarzalność wyników pomiaru tego samego obiektu jest efektem błędu przypadkowego, stąd konieczne jest badanie powtarzalności przyrządu pomiarowego.

Błąd w punkcie kontrolnym można zdefiniować jako błąd przy określonej wartości wielkości mierzonej. Przy produkcji wag i komparatorów wprowadza się korekty liniowości urządzenia, które redukują możliwość powstania tego rodzaju błędów. Błędy te są sprawdzane okresowo przy pomocy wzorców kontrolnych z dokładnie wyznaczoną wartością, zgodnie ze świadectwem wzorcowania.

Błąd w zerze jest to błąd w punkcie kontrolnym, kiedy określona mierzona wartość jest równa zeru. Dla wagi lub komparatora masy błąd ten oznacza stabilność wskazania zerowego. Przy komparacji wzorców masy jest to jeden z większych napotkanych problemów. Ze względu na wysoką rozdzielczość urządzeń wpływ rozszerzalności cieplnej materiałów, z jakich jest wykonany mechanizm, jak i niestabilności siłownika, komparatory mają tendencje do „dryftu zera”. Najczęściej dryft ten jest jednokierunkowy (oczywiście, jeżeli temperatura zmienia się jednostajnie w tym samym kierunku) i zastosowanie metod komparacyjnych (ABA, ABBA) redukuje ten błąd do minimum.

Obecnie w metrologii stosuje się pojęcia dotyczące niepewności pomiarów, wynikające z powszechnego występowania błędów przypadkowych. Komitet ds. Przewodników

w Metrologii opracował Przewodnik wyrażania niepewności pomiaru (JCGM 100, 2008), w którym umieszczono następujące definicje.

Powtarzalność (wyników pomiarów) jest to stopień zgodności wyników kolejnych pomiarów tego samego mezurandu, wykonanych w tych samych warunkach pomiarowych (JCGM 100, 2008). Warunki powtarzalności obejmują:

- tę samą procedurę pomiarową,
- tego samego obserwatora,
- ten sam przyrząd pomiarowy stosowany w tych samych warunkach,
- to samo miejsce pomiaru,
- powtarzanie w krótkich odstępach czasu.

Odtwarzalność (wyników pomiarów) jest to stopień zgodności wyników pomiarów tego samego menzurandu, wykonywanych w zmienionych warunkach pomiarowych (JCGM 100, 2008). Warunki podlegające zmianom mogą obejmować:

- zasadę pomiaru,
- metodę pomiaru,
- obserwatora,
- przyrząd pomiarowy,
- etalon odniesienia,
- miejsce,
- warunki stosowania,
- czas.

Dokładność pomiaru jest to stopień zgodności wyniku pomiaru z wartością prawdziwą menzurandu (JCGM 100, 2008).

Menzurand jest to wielkość określona, stanowiąca przedmiot pomiaru (JCGM 100, 2008).

Pomiar jest to zbiór operacji mających na celu wyznaczenie wartości wielkości (JCGM 100, 2008).

Niepewność (pomiaru) jest to parametr, związany z wynikiem pomiaru, charakteryzujący rozrzut wartości, które można w uzasadniony sposób przypisać mierzandowi (JCGM 100, 2008).

Niepewność standardowa jest to niepewność wyniku pomiaru wyrażona w formie odchylenia standardowego (JCGM 100, 2008).

Niepewność rozszerzona jest to wielkość definiująca przedział wokół wyniku pomiaru, od którego oczekuje się, że obejmie on dużą część rozkładu wartości, które w uzasadniony sposób można przypisać mierzandowi (JCGM 100, 2008).

Poza tym, w analizie przyrządu pomiarowego, jakim jest komparator masy, ważne są pojęcia rozdzielczości, wzorca odniesienia oraz dysyminacji.

Rozdzielczość jest to najmniejsza różnica wskazania urządzenia wskazującego, która może być zauważona w wyraźny sposób (Fita, 2010). Dla cyfrowego urządzenia wskazującego jest to różnica wskazań odpowiadająca zmianie o jednostkę najmniej znaczącej cyfry.

Wzorzec odniesienia jest to wzorzec jednostki miary o najwyższej (zazwyczaj) jakości metrologicznej, dostępny w danym miejscu lub danej organizacji, stanowiący odniesienie dla wykonywanych tam pomiarów (Fita, 2010).

Dysyminacja (ang. *dissemination*) jest to podział wzorca, co w praktyce oznacza kalibrację wzorców o niższej masie poprzez przejście z wzorca o wyższej masie. Jest to specjalna procedura, która zapewnia zachowanie spójności pomiarowej pomiędzy wzorcem państwowym a wzorcami niższych klas. (OIML R111, 2004; Kubarych i Abbott, 2014).

2.3. Niepewność przy wzorcowaniu wzorców masy

Przy każdym pomiarze wielkości fizycznej, który podajemy, należy dodać również informację o dokładności tegoż pomiaru. Jest to informacja, bez której pomiary nie mają sensu ze względu na to, że nie można ocenić w żaden sposób ich wiarygodności.

Pojęcie niepewności pomiaru jako błędu jest stosunkowo nową wartością w historii pomiarów. Po skalkulowaniu wszystkich błędów, wpływających na wynik pomiaru, pozostaje jeszcze ocena niepewności poprawności otrzymanego wyniku (Bich i inni, 2005). Najlepsza byłaby uniwersalna metoda, która by wyrażała niepewność wszystkich rodzajów pomiarów, jak również wszystkich danych wejściowych. W skład niepewności pomiaru wchodzi wiele składowych, które można podzielić na dwie główne kategorie, zgodnie ze sposobem ich wyliczania (Kaczmarek i inni, 1981):

- niepewność typu A, czyli taka niepewność, która została obliczona metodami statystycznymi na podstawie serii pojedynczych pomiarów,
- niepewność typu B, czyli taka niepewność, która została wyliczona innymi sposobami.

Najczęściej jednak przy szacowaniu niepewności otrzymanych wyników na wynik końcowy składają się niepewności wyliczone metoda A, jak również B (Brandt, 1976). Wtedy otrzymujemy tzw. niepewność standardową złożoną, która jest równą pierwiastkowi kwadratowemu z sumy wszystkich składowych niepewności.

$$u = \sqrt{(u_A)^2 + (u_B)^2} . \quad (9)$$

Końcowym wynikiem, jaki się podaje, jest rozszerzona niepewność pomiaru (ang. *expanded uncertainty*), która jest wielkością określającą przedział wokół otrzymanego wyniku pomiaru. Oczekuje się, że w przedziale tym znajdzie się określona liczba wyników pomiarów, statystycznie opisana przez przyjęty poziom ufności. Najczęściej przyjmowaną wartością poziomu ufności jest 95%, co odpowiada współczynnikowi rozszerzenia $k_p = 2$. Wówczas niepewność rozszerzona będzie opisana wzorem (JCGM 100, 2008):

$$U_p = k_p \cdot u, \quad (10)$$

gdzie:

U_p – niepewność rozszerzona

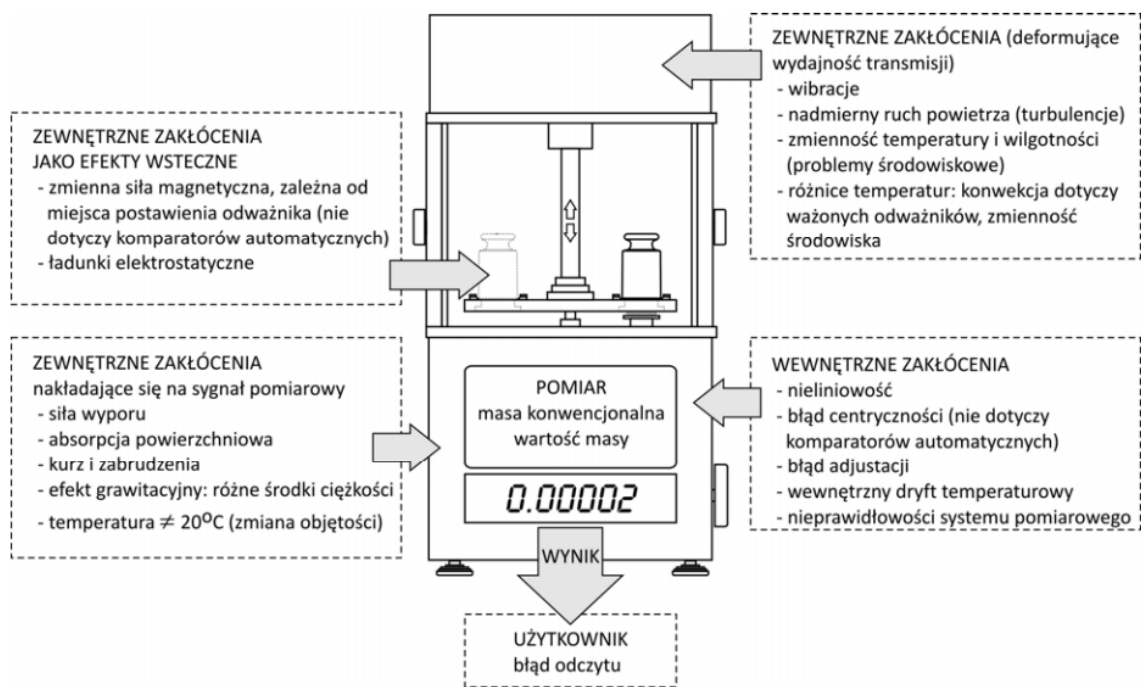
k_p – współczynnik rozszerzenia

u – niepewność standardowa

Bardzo istotne jest, aby uwzględnić wszystkie źródła niepewności, wpływające na otrzymany wynik pomiaru, czyli wszystkie czynniki odpowiedzialne za błąd pomiaru. Wyróżnić można trzy główne obszary tych czynników:

- środowisko,
- urządzenie (w tym przypadku komparator masy),
- wzorzec.

We wszystkich wymienionych obszarach należy znaleźć i ocenić elementy wpływające na wynik pomiaru. Schematycznie ukazuje to rysunek 15.



Rysunek 15: Czynniki wpływające na niepewność pomiaru masy przy komparacji wzorców.

(źródło: Janas i inni, 2017).

Większość przedstawionych czynników, które mogą wpływać negatywnie na wynik pomiaru, można zminimalizować poprzez optymalizację stanowiska pracy, np. kontrolując temperaturę w laboratorium pomiarowym. Parametry metrologiczne komparatora masy najczęściej są stałe w stabilnym środowisku pracy. Komparatory mogą wykazywać

zmiennosc, gdy zostanie zachwiana stabilnosc tychze warunkow, tj. wystapi zmiana temperatury, duze zachwianie wilgotnosc czy drgania zewnetrzne.

Nawiazujac do zalecen OIML R111 (2004), ogolnie mozna wyodrębnić nastepujace składowe niepewnosci:

- niepewnosć standardowa procesu wazenia (typ A),
- niepewnosć zastosowanego wzorca odniesienia (typ B),
- niepewnosć związana z wyporem powietrza (typ B),
- niepewnosć związana z zastosowanym urzadzaniem pomiarowym, np. komparatorem (typ B).

Głównymi składowymi budzetu niepewnosci przy wzorcowaniu wzorców masy są: niepewnosć zastosowanego wzorca odniesienia oraz działka odczytowa uzycyego komparatora masy.

2.3.1 Standardowa niepewnosć procesu wazenia (typ A)

Standardowa niepewnosć procesu wazenia u_w jest definiowana (Bulska, 2003; OIML R111, 2004) jako odchylenie standardowe, wyliczane z różnicy otrzymanych mas (referencyjnej i testowej). Dla pewnej ilosci cykli n określa to ponizsza zalezność:

$$u_w = \overline{(\Delta m_c)} = \frac{s(\Delta m_{ci})}{\sqrt{n}}, \quad (11)$$

gdzie:

- $s(\Delta m_{ci})$ – odchylenie standardowe różnicy mas wzorca testowego i referencyjnego,
- n – liczba pomiarów.

Jeżeli odchylenie standardowe nie jest znane z poprzednich pomiarów, to jest ono kalkulowane według ponizszej zalezności:

$$s(\Delta m_c) = \frac{\max(\Delta m_{ci}) - \min(\Delta m_{ci})}{2 \cdot \sqrt{3}}. \quad (12)$$

Wzór (12) stosowany jest do wyznaczania wzorców klasy F2, M1, M2, M3 oraz do metod komparacji ABA, ABBA lub $AB_1 \dots B_n A$. Dla wyzszych klas dokladnosci wzorców masy E1, E2 i fl wariancja różnicy masy Δm_c procesu komparacji, $s^2(\Delta m_c)$, dla n cykli pomiarów, przy $n - 1$ stopni swobody, jest wyrażona innym wzorem:

$$s^2(\Delta m_c) = \frac{1}{n_c - 1} \sum_{i=1}^{n_c} (\Delta m_{ci} - \Delta m_c)^2, \quad (13)$$

gdzie:

$s^2(\Delta m_c)$ – wariancja różnicy mas,

n_c – liczba cykli,

Δm_{ci} – różnica mas wzorca testowego i referencyjnego,

Δm_c – różnica mas konwencjonalnych.

Przy małej liczbie cykli pomiarowych oszacowanie wartości odchylenia standardowego może być obarczone dużym błędem. Z tego powodu dla dokładniejszej klasy wzorca, który jest wyznaczany, liczba cykli pomiarowych powinna być większa, np. dla klasy E1 powinno być minimum 5 cykli.

Z powodu dużej liczby cykli pomiarowych, które wykonuje się podczas komparacji wzorców masy, wariancję różnicy masy Δm_c należy obliczyć poprzez połączenie serii pomiarowych, uwzględniając odchylenia standardowe z każdej serii pomiarowej:

$$s^2(\Delta m_c) = \frac{1}{j} \sum_{j=1}^j s_j^2(\Delta m_{ci}). \quad (14)$$

2.3.2 Niepewność wzorca referencyjnego

Jednym z najważniejszych elementów, wpływających na całkowitą niepewność pomiaru jest wzorec odniesienia (Dietrich i Schultze, 2011; OIML R111, 2004). Nawiązując do dokumentu Europejskiej Współpracy w dziedzinie Akredytacji (EA-4/02, 2013), należy zacząć wyznaczanie niepewności od zapisania równania pomiaru:

$$m = m_0 + \delta m_1 + \delta m_2 + \delta m_3 + \delta m_4, \quad (15)$$

gdzie:

m_0 – masa umowna wzorca odniesienia,

δm_1 – dryft wartości wzorca odniesienia od jego ostatniego wzorcowania,

δm_2 – zaobserwowana różnica mas wzorca odniesienia i wzorca testowego,

δm_3 – poprawka na nie-centryczność i wpływy magnetyczne,

δm_4 – poprawka na wypór powietrza.

Po uwzględnieniu współczynnika wrażliwości c równanie na niepewność przybiera postać:

$$u^2(m) = c_1 u^2(\delta m_1) + c_2 u^2(\delta m_2) + c_3 u^2(\delta m_3) + c_4 u^2(\delta m_4). \quad (16)$$

Współczynnik wrażliwości określa, jak zmiana wielkości wejściowej wpłynie na wartość wielkości wyjściowej. Komparacja wzorców jest pomiarem bezpośrednim, zatem współczynnik wrażliwości przyjmuje się jako 1.

Norma OIML R111 (2004) zaleca, aby niepewność standardowa masy referencyjnej $u(m_{Cr})$ była wyliczana na podstawie danych ze świadectwa wzorcowania. Należy wówczas niepewność rozszerzona U_p podzielić przez współczynnik rozszerzenia k_p , natomiast otrzymaną wartość należy zsumować z niepewnością wzorca odniesienia $u_{inst}(m_{cr})$.

$$u(m_{cr}) = \sqrt{\left(\frac{U_p}{k_p}\right)^2 + u_{inst}^2(m_{cr})}, \quad (17)$$

gdzie:

$u(m_{cr})$ – niepewność standardowa masy referencyjnej,

U_p – niepewność rozszerzona,

k_p – współczynnik rozszerzenia,

$u_{inst}(m_{cr})$ – niepewność dotycząca niestabilności wzorca odniesienia.

Dla wzorców odniesienia klasy F1 lub niższych do wyznaczania niepewności pomiaru można użyć wartości maksymalnego błędu δm :

$$u(m_{cr}) = \sqrt{\frac{\delta m^2}{3} + u_{inst}^2(m_{cr})}. \quad (18)$$

2.3.3 Niepewność związana z wyporem powietrza

Wypór powietrza nie jest tak istotnym czynnikiem błędów, jak niepewność wzorca odniesienia, lecz przy klasach dokładności wzorców, zaczynając od klasy F2 i wyższych, ma już istotne znaczenie (Jones, 1995; Picard i inni, 2008; OIML R111, 2004). Dlatego gęstość materiału, z jakiego zostały wykonane wzorce klas F2, F1 i E2, musi być znana, natomiast,

jak już było wspomniane, dla wzorców klasy E1 wyznaczenie gęstości już gotowego wzorca jest obligatoryjne (OIML R111, 2004). Dokładna gęstość wzorców klas niższych: M1, M2, M3, nie jest istotna i może być pominięta, gdyż same wartości niepewności tych wzorców są wystarczająco duże, by uznać błąd wynikający z wyporu powietrza dla tych wzorców za znikomy. Należy zauważyć, że wartość wyporu powietrza jest zależna od aktualnej gęstości powietrza w laboratorium, i oczywiście gęstości samego komparowanego (ważonego) obiektu. Gdy gęstość powietrza w laboratorium podczas pomiaru nie jest mierzona, to niepewność związaną z wyporem powietrza oblicza się z poniższej zależności:

$$u(\rho_a) = \frac{0,12}{\sqrt{3}} [\text{kgm}^{-3}]. \quad (19)$$

Przy komparacji wzorców klasy E gęstość powietrza należy wyliczać w czasie rzeczywistym, a co za tym idzie, monitorować warunki środowiskowe w laboratorium. Niepewność tej wartości oblicza się na podstawie zmierzonych wartości temperatury, wilgotności i ciśnienia atmosferycznego panujących w laboratorium podczas trwania pomiaru. Dla wzorców klasy E1 gęstość powietrza można wyliczyć z poniższej zależności zgodnie z zaleceniem Międzynarodowego Komitetu Miar (fr. *Comité International des Poids et Mesures*, CIPM) (Picard i inni, 2008):

$$\rho_a = \frac{pM_a}{ZR_gT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{M_v}{M_a} \right) \right], \quad (20)$$

gdzie:

- p – ciśnienie,
- M_a – masa molowa wilgotnego powietrza,
- Z – ściśliwość,
- R_g – uniwersalna stała gazowa,
- T – temperatura w skali bezwzględnej,
- x_v – ułamek molowy pary wodnej,
- M_v – masa molowa wody.

Wariancja gęstości powietrza jest zapisana równaniem:

$$u^2(\rho_a) = u_F^2 + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial \rho} u_p \right)^2 + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial t} u_t \right)^2 + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial hr} u_{hr} \right)^2. \quad (21)$$

Przy przyjęciu poniższych założeń:

- wilgotność względna powietrza $H = 50 \%$,
- temperatura $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$,
- ciśnienie $p = 101325 \text{ Pa}$,

przedstawione powyżej wartości wynoszą w przybliżeniu:

$$u_F^2 = 10^{-4} \rho_a,$$

$$\left(\frac{\partial \rho_a}{\partial \rho} \right) = 10^{-5} \rho_a \text{ Pa}^{-1},$$

$$\left(\frac{\partial \rho_a}{\partial t} \right) = -3,4 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1} \rho_a,$$

$$\left(\frac{\partial \rho_a}{\partial hr} \right) = -10^{-2} \rho_a,$$

gdzie:

hr – wilgotność względna jako ułamek.

2.3.4 Niepewność związana z komparatorem masy

Niepewność komparatora masy określa się poprzez szereg testów, wykonywanych w różnych punktach pomiarowych. Przy szacowaniu niepewności komparatora można wykorzystać wyniki z poprzednich wzorcowań, lecz należy uwzględnić zmiany czułości (OIML R111, 2004). Czułość w budżecie niepewności określona jest poniższym równaniem:

$$u_s^2 = \overline{(\Delta m_c)}^2 \left(\frac{u^2(m_s)}{m_s^2} + \frac{u^2(\Delta I_s)}{\Delta I_s^2} \right), \quad (22)$$

gdzie:

ΔI_s - zmiana wskazania komparatora ze względu na zmianę czułości,

$u(\Delta I_s)$ - niepewność związana z wyznaczeniem zmian czułości,

$\overline{(\Delta m_c)}$ - średnia różnica pomiędzy masą testową a wzorcem referencyjnym,

m_s - masa wzorca w wyniku zmian czułości.

Najprostszą metodą oszacowania niepewności komparatora jest odniesienie się do jego działki odczytowej, zgodnie z poniższą zależnością:

$$u_d = \left(\frac{d/2}{\sqrt{3}} \right) \cdot \sqrt{2}, \quad (23)$$

gdzie:

- u_d – niepewność komparatora masy,
- d – działka odczytowa komparatora.

Kolejnym elementem, który należy uwzględnić przy szacowaniu niepewności komparatora, jest jego błąd centryczności. Przy komparatorach wyposażonych w szalkę tzw. samocentrującą lub wiszącą (grawitacyjną) błąd ten jest pomijany. Jednak większość komparatorów ma szalki zwykłe, gdzie błąd spowodowany centrycznością jest tym większy, im rozdzielczość urządzenia i komparowana masa jest bliższa maksymalnemu udźwignowi komparatora. Do oszacowania niepewności wynikającej z centryczności urządzenia wykorzystuje się poniższą zależność:

$$u_d = \frac{\frac{d_1}{d_2} \times D}{2 \cdot \sqrt{3}}, \quad (24)$$

gdzie:

- D – różnica między wartością maksymalną i minimalną, test wykonany zgodnie z zaleceniami (OIML R 76-2, 2007),
- d_1 – wyliczony dystans pomiędzy środkami mas,
- d_2 – odległość od środka szalki do jednego z narożników.

W przypadku, gdy komparator wyposażony jest w system automatycznej zmiany dociążeń, niepewność u_E jest określana na podstawie różnicy wskazań wzorca przed ΔI_1 i po zmianie ΔI_2 obciążenia:

$$u_E = \frac{|\Delta I_1 - \Delta I_2|}{2}. \quad (25)$$

Kolejnym źródłem niepewności, który należy uwzględnić, jest podatność magnetyczna wzorca u_{MA} . Niepewność pochodząca od magnetyzmu można pominąć, gdy nie jest większa niż wartości podane w OIML R111 (2004). Zakłada się, że błąd wynikający z magnetyzmu

wzorca podczas pomiaru masy konwencjonalnej nie powinien być większy niż 1/10 dopuszczalnego błędu MPE dla danej masy:

$$\delta = \frac{1}{10} MPE. \quad (26)$$

Wtedy niepewność wynikająca z magnetyzmu można uznać za nieznaczącą i może ona zostać pominięta w budżecie niepewności.

2.3.5 Całkowita niepewność standardowa komparatora masy

Całkowitą niepewność standardową (Szydłowski, 2001; OIML R111, 2004) komparatora masy oblicza się jako sumę kwadratów wszystkich niepewności.

$$u_{ba} = \sqrt{u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2}, \quad (27)$$

gdzie:

u_s – niepewność związana ze zmianą czułości komparatora,

u_d – niepewność związana z rozdzielczością komparatora (wartością działki elementarnej),

u_E – niepewność związana z centrycznością,

u_{ma} – niepewność związana z magnetyzmem wzorca.

2.3.6. Rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej wzorca badanego

Złożoną standardową niepewność masy konwencjonalnej badanego wzorca wylicza się z poniższego wzoru (OIML R111, 2004):

$$u_c(m_{ct}) = \sqrt{u_w^2(\Delta m_c) + u^2(m_{cr}) + u_b^2 + u_{ba}^2}, \quad (28)$$

gdzie:

- $u_w(\Delta m_c)$ – niepewność związana z procesem ważenia dotycząca średniej obserwowanej różnicy mas wzorca badanego oraz referencyjnego,
- $u(m_{cr})$ – niepewność wyznaczania masy konwencjonalnej wzorca referencyjnego,
- u_b – niepewność dotycząca poprawki związanej z wyporem powietrza,
- u_{ba} – niepewność związana z komparatorem masy.

Natomiast rozszerzona niepewność masy konwencjonalnej wzorca badanego składa się z wszystkich niepewności dotyczących procesu komparacji, zastosowanego wzorca referencyjnego, wyporu powietrza oraz komparatora masy. Powiększona jest ona o współczynnik rozszerzenia k_p zależny od poziomu ufności. Dla $k_p=1$ poziom ufności wynosi 68,27%, dla $k_p=2$ poziom ufności wynosi 95,45%, natomiast dla $k_p=3$ poziom ten wynosi 99,73% (Sobczyk, 2007).

$$U(m_{ct}) = k_p \cdot u_c(m_{ct}). \quad (29)$$

2.4 Systemy pomiarowe wag elektronicznych

We współczesnym świecie wagi elektroniczne są jednymi z najczęściej stosowanych urządzeń elektronicznych. Aby poznać mechanizm działania takiej wagi, należy zrozumieć, w jaki sposób wyznacza ona masę. Otóż waga elektroniczna jest urządzeniem, w którym najistotniejszą rolę w wyznaczaniu masy odgrywają następujące elementy:

- mechanizm pomiarowy dokonujący pomiarów siły pochodzącej od masy ciała położonego na szalce wagi,

- miernik wagowy będący przyrządem elektronicznym, przekształcającym sygnał analogowy lub cyfrowy, pochodzący z mechanizmu pomiarowego, na wskazanie masy, które jest odczytywane przez użytkownika bezpośrednio z wyświetlacza,
- szalka, na której umieszcza się obiekty ważone.

W mechanizmach wagowych, stanowiących systemy pomiarowe we współczesnych wagach, stosowane są różne rozwiązania techniczne. Do najczęściej spotykanych należą: wagi tensometryczne, magnetoelektryczne, wibracyjne, piezoelektryczne i ciśnieniowe.

2.4.1 Budowa i zasada działania systemu tensometrycznego (rezystancyjnego)

Przetworniki tensometryczne są to czujniki przeznaczone do pomiarów naprężenia mechanicznego. Elementy, z których są zbudowane, są wrażliwe na naprężenia; wykonuje się je z metalowego drutu lub folii. Są one przytwierdzone (najczęściej za pomocą specjalnego kleju) na element, który ulega odkształceniu pod wpływem działających sił. Materiał oporowy, z którego jest wykonany czujnik, ulega identycznym odkształceniom jak element, do którego jest przytwierdzony, co daje zmianę rezystancji tensometru proporcjonalną do zmiany odkształcenia elementu (Keil, 2017).

Zmiana rezystancji zastosowanego materiału w postaci drucika lub folii następuje w wyniku odkształcenia zgodnie z poniższym wzorem:

$$\Delta R = kR\Delta\varepsilon = kR\frac{\Delta\sigma}{E}, \quad (30)$$

gdzie:

R – rezystancja tensometru bez naprężeń,

k – stała tensometryczna czujnika,

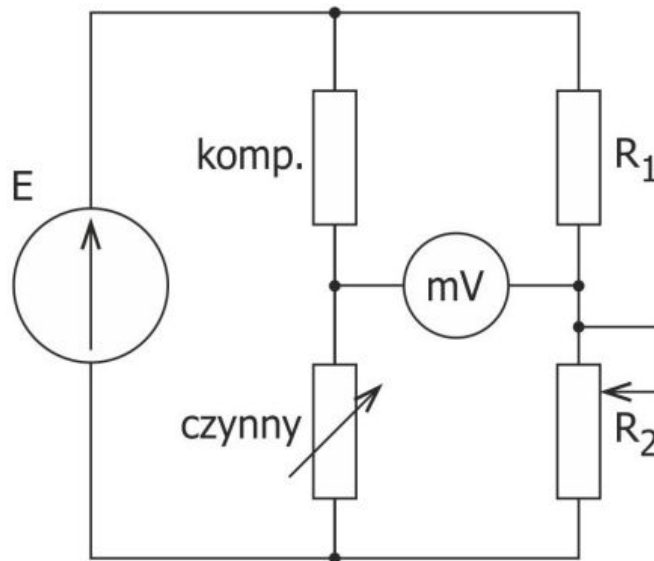
$\Delta\varepsilon$ – wydłużenie względne,

σ – naprężenie,

E – moduł sprężystości Younga.

Zmiana rezystancji tensometru wynika z wartości stałej tensometru k i ze zmiany wydłużenia względnego $\Delta\varepsilon$ w zakresie odkształceń sprężystych. Materiały, które służą do budowy tensometrów, mają za małą wartość współczynnika temperaturowego rezystancji, aby wpływ zmian temperatury nie powodował dużych błędów otrzymanego wyniku. Najczęściej do budowy tensometrów wykorzystuje się takie materiały jak: konstantan, nichrom, manganin, chromel.

Ze względu na to, że zmiany rezystancji tensometrów mniejsze niż 1Ω są trudne do rejestracji, używa się do tego specjalnych układów pomiarowych, tzw. mostków Wheatstona. Mostek ten jest układem elektrycznym, pozwalającym na wykrycie i pomiar bardzo małych zmian rezystancji. Wspomniany układ wyposażony jest oprócz tensometru głównego jeszcze dodatkowo w tensometr kompensacyjny, który ma za zadanie ograniczać wpływ temperatury na pomiar. Dodatkowy tensometr kompensacyjny znajduje się w tej samej temperaturze, co tensometr pomiarowy, lecz nie ulega tym samym naprężeniom.



Rysunek 16: Przykładowy schemat mostka Wheatstona'a. (źródło: Radwag, 2022)

Tam, gdzie wymagany jest pomiar małych sił lub naprężeń, znalazły zastosowanie tensometry półprzewodnikowe, których czułość jest około stukrotnie większa niż tensometrów metalowych. Jednak nie nadają się one do pomiarów dokładnych ze względu na wrażliwość na zmiany temperatury.

Przetworniki tensometryczne znajdują zastosowanie przy budowie wag o rozdzielczości rzędu $500 \leq n \leq 100000$. Liczbę n określa się ze wzoru:

$$n = \frac{Q_m}{d}, \quad (31)$$

gdzie:

Q_m – wartość maksymalnego obciążenia,

d – działka elementarna.

Wagi zbudowane w oparciu o czujniki tensometryczne mają zakres mierzonych wartości w przedziale od kilku gramów do kilkudziesięciu ton.

2.4.2 Budowa i zasada działania systemu magnetoelektrycznego

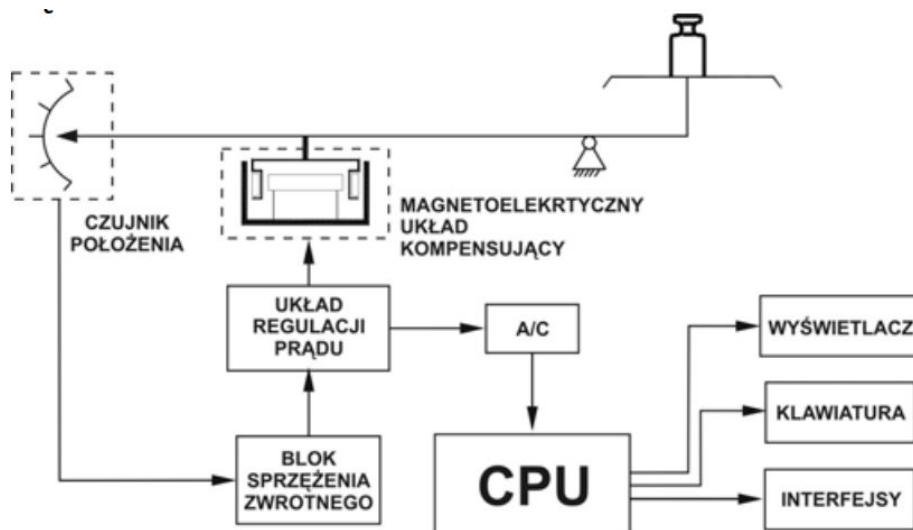
W wagach zbudowanych na zasadzie układu magnetoelektrycznego (Schoonover, 1982), siła pochodząca od masy umieszczonej na szalce równoważona jest przez siłę pochodzącą od cewki znajdującej się w siłowniku elektromagnetycznym. Prądem płynącym przez cewkę w celu zrównoważenia siły steruje blok sprzężenia zwrotnego na podstawie sygnału płynącego z czujnika położenia. W bloku tym znajduje się m.in. regulator proporcjonalno-całkująco-różniczkujący, za pomocą którego dostosowuje się parametry sygnału sterującego cewką do właściwości mechanizmu wagi. Dzięki temu szalka pozostaje w równowadze i jej położenie nie ulega zmianie.

Bloki regulacji prądu można podzielić na:

– napięciowe, gdzie wielkość płynącego prądu przetwarzana jest na napięcie odkładane na precyzyjnym oporniku pomiarowym. Wartość napięcia zostaje przekształcona w przetworniku analogowo-cyfrowym A/C na sygnał cyfrowy, który jest jeszcze dodatkowo przefiltrowany przez zawansowany system filtrów cyfrowych. Wagi z przetwornikami A/C mają rozdzielczość do 24 bitów, czyli 16 mln działek odczytowych;

– impulsowe, gdzie cewka zasilana jest prądem impulsowym, co pozwala zniwelować pewne wady konstrukcji mechanicznej wagi, a co za tym idzie, osiągać jeszcze wyższe dokładności ważenia. W rozwiązaniu tym nie wykorzystuje się przetwornika A/C; cewka sterowana jest bezpośrednio przez mikroprocesor (Rybski, Kampik i inni, 2018).

Przykładowy schemat blokowy wagi z układem magnetoelektrycznym jest pokazany na rysunku 17.

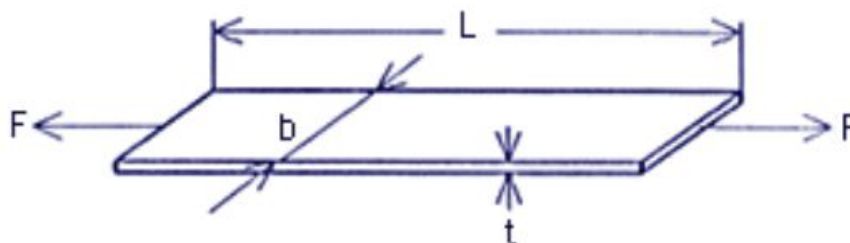


Rysunek 17: Schemat blokowy wagi z układem magnetoelektrycznym (źródło: Radwag, 2022).

2.4.3 Budowa i zasada działania systemu wibracyjnego

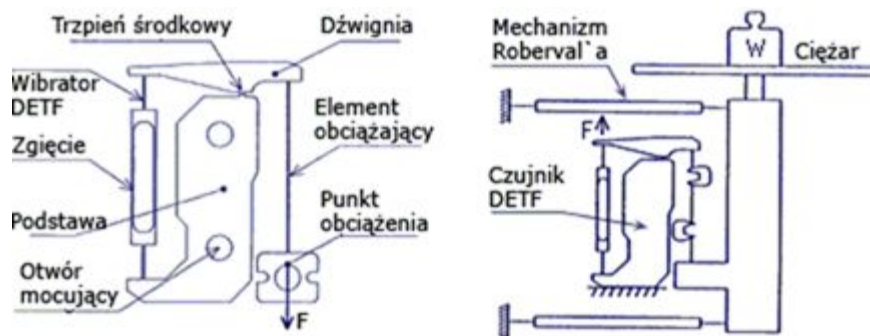
Na rysunku 18 pokazano zasadę działania prostego czujnika sił wibrujących (czujnika kamertonowego). Naturalna częstotliwość listwy wibracyjnej obliczana jest z poniższej zależności (Vibra, 2022):

$$F = A(1 + B \times F). \quad (32)$$



Rysunek 18: Zasada działania prostego czujnika sił wibrujących. (źródło: Radwag, 2022).

Stałe A i B są określone poprzez wymiary dźwigu wibratora (L, b oraz t), gęstość materiału oraz współczynnik Young'a. Dźwigan wibratora ma stałe wymiary oraz gęstości ze względu na to, że został wykonany z metalu. Na dodatek jest to specjalny elastyczny materiał, dzięki czemu moduł Young'a również jest stabilny, a jego błędy temperaturowe nie przekraczają 10 ppm/°C. Pozwala to na uzyskanie stabilnych częstotliwości dźwigu wibratora i osiągnięcie dzięki temu wysokich dokładności ważenia. Schemat takiej wagi jest pokazany na rysunku 19.



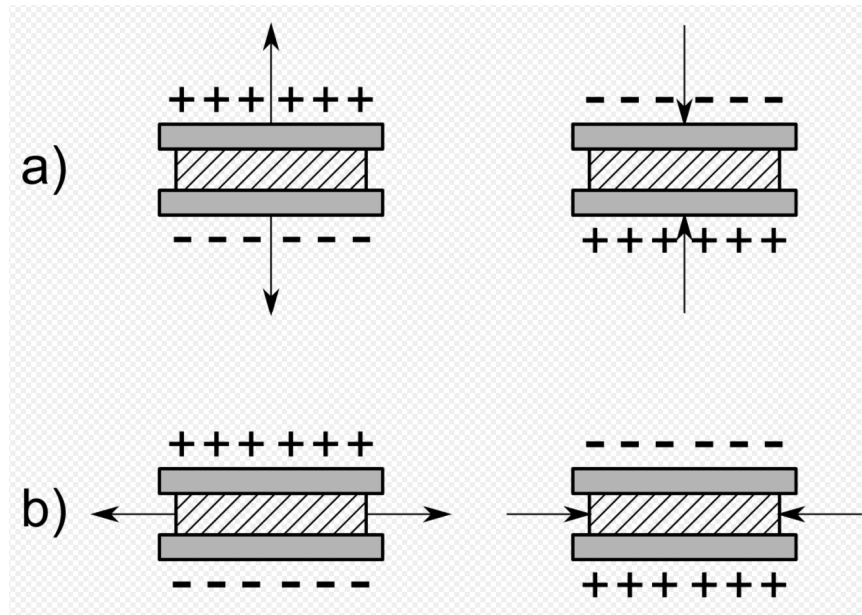
Rysunek 19: Zasada działania przetwornika wibracyjnego (źródło: Radwag, 2022).

Czujnik dostrajania wibracji jarzemka jest ukształtowany tak jak dwoje widełek strojących, używanych do strojenia instrumentów muzycznych, ustawionych do góry nogami. Co więcej, dźwignia oraz punkt podparcia są również połączone tak, że układ może być używany jako przetwornik siły lub masy.

Zaletą wag z przetwornikiem wibracyjnym jest mały pobór prądu oraz brak przetwornika A/C przy analizie pomiaru. Ze względu na brak możliwości wytworzenia iskry istnieje możliwość zastosowania ich w obszarach zagrożonych wybuchem gazów. Dodatkowymi zaletami są: stabilność punktu zerowego oraz stała czułość przy zmianach temperatury. Do wad należy to, że uzyskiwane rozdzielczości są dość niskie. Dlatego też dokładniejsze, bardziej precyzyjne wagi magnetoelektryczne i rezystancyjne znajdują dużo większe zastosowanie w nowoczesnej technice wagarskiej.

2.4.4 Waga z przetwornikiem piezoelektrycznym

Waga z przetwornikiem piezoelektrycznym działa na podobnej zasadzie, co waga wyposażona w belkę tensometryczną. W tym wypadku wykorzystuje się zjawisko występujące w piezoelektryku pod wpływem przyłożonego obciążenia. Zjawisko piezoelektryczne polega na tym, że ładunek elektryczny znajduje się na ściankach kryształu przy jego deformacji (ściskaniu, rozciąganiu), natomiast zmiana tego odkształcenia powoduje zmianę znaku ładunku na przeciwny, jak pokazano na rysunku 20. W czujniku masy opartym o piezoelektryki na materiał działa masa m z siłą F , gdzie siła ta powoduje wytworzenie ładunku elektrycznego proporcjonalnego do obciążenia. Wagi z przetwornikiem piezoelektrycznym najczęściej wykonuje się z kwarcu, lecz również używa się soli Seignette'a, turmalinu i tytanianu baru.

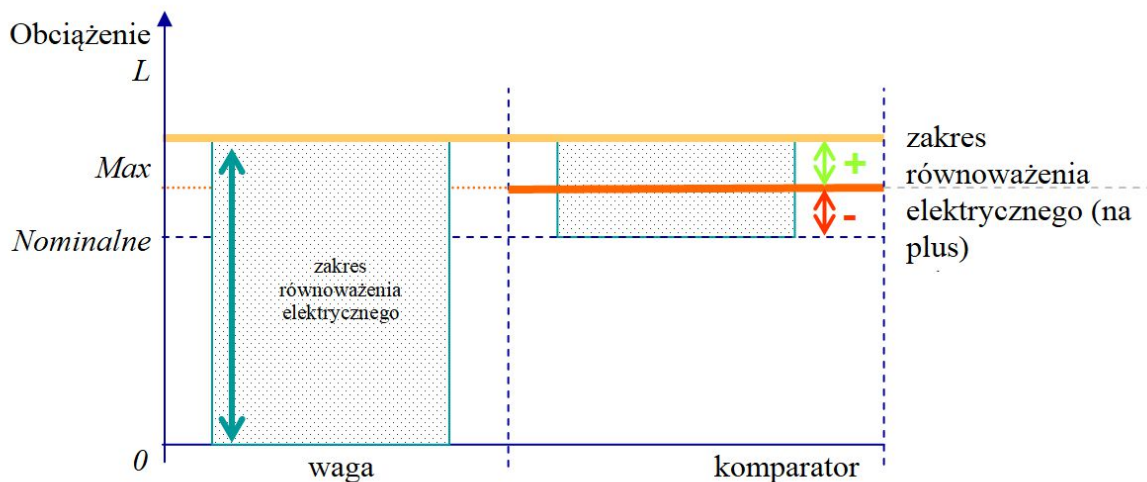


Rysunek 20: Efekt piezoelektryczny powstający podczas ściskania lub rozciągania płytki piezoelektrycznej. a) rozciąganie w osi X, b) rozciąganie w osi Y (źródło: <https://pl.wikipedia.org/wiki/Piezoelektryk>).

Wagi z przetwornikiem piezoelektrycznym zostały już dawno wyparte przez tańsze przetworniki tensometryczne o lepszych właściwościach.

2.4.5 Systemy z ograniczonym zakresem równoważenia oraz równoważeniem w całym zakresie pomiarowym

Każda waga jest systemem z pełnym zakresem równoważenia, tzn. od 0 do maksymalnego udźwigu. Natomiast systemami z niepełnym równoważeniem są najczęściej komparatory masy, w których uzyskiwane wysokie rozdzielczości nie pozwalają na zastosowanie pełnego zakresu równoważenia. Komparator z ograniczonym zakresem równoważenia posiada wstępne obciążenie mechanizmu. Oznacza to, że w celu uruchomienia musi być obciążony wstępnie maksymalnym wzorcem na szalce, jak ilustruje to rysunek 21.



Rysunek 21: Porównanie zakresów równoważenia elektrycznego wagi i komparatora (źródło: opracowanie własne).

Zakres równoważenia elektrycznego typowego komparatora zależy od konstrukcji komparatora i jest ograniczony. Charakteryzuje się tym, że pomiar może odbywać się powyżej i poniżej wartości nominalnej badanego odważnika. Rozwiązanie to dodatkowo pozwala na pomiar dużych mas z bardzo wysoką dokładnością odczytu i bardzo dobrymi parametrami powtarzalności.

2.5 Wzorce i komparatory masy

Podczas sprawdzania charakterystyk metrologicznych wag oraz komparatorów masy wykorzystuje się wzorce masy lub odważniki (Gupta, 2019). Wzorce masy mają określoną masę, niepewność pomiaru oraz zapewniają spójność pomiarową, podczas gdy odważniki mają przypisaną odpowiednią klasę dokładności. Zgodnie z punktem 3.7 normy PN-EN 45501 (2015) stosowane wzorce powinny spełniać wymagania zawarte w rekomendacjach OIML R 111-1 (2004). Zasadnicze wymagania zawiera punkt 5.2. *Niepewność rozszerzona*: dla każdego odważnika niepewność rozszerzona pomiaru masy konwencjonalnej ($U_{0,95}$ dla poziomu ufności 95% i współczynnika rozszerzenia $k_p=2$) powinna być równa lub mniejsza niż jedna trzecia maksymalnego dopuszczalnego błędu, podanego w tabeli 1 normy, czyli $U_{0,95} = \frac{1}{3} MPE$.

Oczywiście, proces doboru odważników użytych do testowania wag powinien w pierwszej kolejności uwzględniać to, jaka jest działka elementarna testowanego urządzenia.

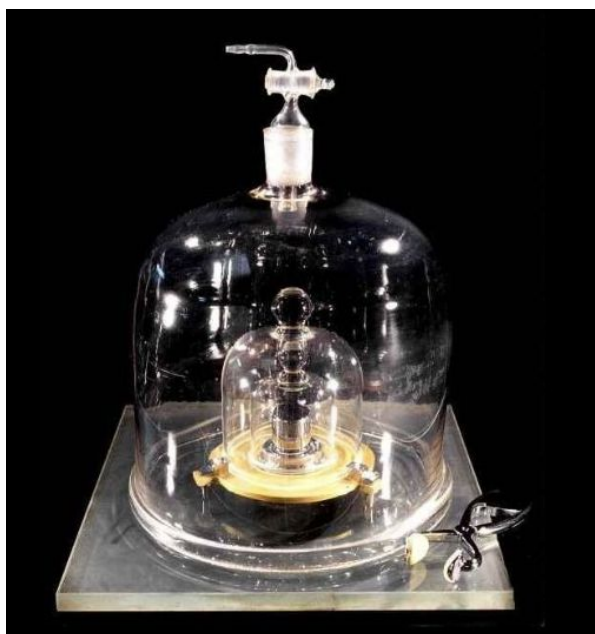
Odważnik jest zdefiniowany poprzez wymiary gabarytowe, kształt, materiał, gładkość powierzchni, maksymalną możliwą dopuszczalną odchyłkę. Wynika to z wymagań prawnych. Jeżeli znana jest klasa dokładności odważnika, to wiadomo, że jego maksymalna odchyłka nie jest większa, niż podaje tabela 1 (OIML R111, 2004). Przy tym nie jest znana jego masa konwencjonalna, co w przypadku bardzo dokładnych pomiarów komplikuje możliwość jego stosowania. W momencie, gdy odważnik zostanie poddany procedurze wzorcowania, czyli określeniu, jaka jest jego rzeczywista masa wraz z podaniem niepewności dla tej wartości, staje się wzorcem masy (rysunek 22). Tym samym w użytkowaniu mogą znajdować się dwa przyrządy pomiarowe o takiej samej budowie i wyglądzie.



Rysunek 22: Przykładowe wzorce masy (źródło: <http://centralwagi.pl/pl/p/Wzorce-masy-F1-1g-10kg/74>)

2.5.1 Narodowy wzorzec kilograma

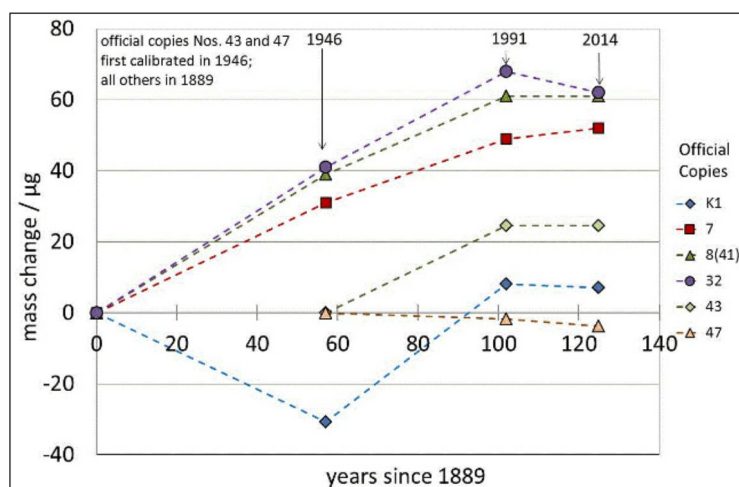
Do 20 maja 2019 roku kilogram był definiowany jako materialny wzorzec w kształcie walca wykonanego (w 1889 r.) ze stopu platyny (90%) z irydem (10%) o gęstości 21.500 kg/m^3 (Nater i inni, 2009). Wzorzec ten przechowywany jest w sejfie Międzynarodowego Biura Miar i Wag (fr. *Bureau international des poids et mesures*, BIPM) w Sèvres koło Paryża wraz z dwoma wzorcami referencyjnymi (fr. *témoins*), oznaczonymi jako KI oraz Nr 1. Ponadto wykonano kilkadziesiąt oficjalnych kopii, z których sześć znajduje się również w Sèvres. Już w 1889 r. 30 wzorców przekazano krajom, które przystąpiły do konwencji metrycznej, a w latach 1929-1933 wykonano kolejnych 40 wzorców narodowych. Polski wzorzec o numerze 51 funkcjonuje od 1952 roku, a jego masa w 1990 roku wynosiła $1 \text{ kg} + 227 \times 10^{-9} \text{ kg}$, wyznaczona z niepewnością standardową $2,3 \times 10^{-9} \text{ kg}$ (Hantz, 2022). Główny wzorzec kilograma, uwidoczony na rysunku 23, nie jest bezpośrednio dostępny, od 1889 roku był on wykorzystywany zaledwie trzykrotnie, w latach 1939, 1946 i 1989-1992. Pozwalało to zachować wzorzec od uszkodzeń (Borys i inni, 2012).



Rysunek 23: Międzynarodowy wzorzec kilograma (źródło: Tokfm, 2018)

Dawniej za wzorzec masy odtwarzający kilogram przyjmowano jeden litr wody, rozumiany jako 1 dm^3 , o temperaturze czterech stopni Celsjusza przy ciśnieniu normalnym. Jednak dokładne pomiary wykonane w 1901 r. dały wynik masy 1 dm^3 wody jako $0,999970 \text{ kg}$. Oznaczało to, że litr to objętość $1,000029 \text{ dm}^3$, lecz w 1964 r. zaakceptowano możliwość używania pojęcia „litr” na oznaczenie decymetra sześciennego, lecz nie w pomiarach precyzyjnych. Ostatecznie litr nie został włączony do układu SI (Fenna, 2002).

Wszystkie kopie narodowego wzorca kilograma są okresowo porównywane z wzorcem międzynarodowym, a pomiary wykonane w ramach tych porównań wskazywały różnice w wartości masy tych wzorców (Cumpson, 2014). Ostatnie wykonane porównania pokazały, iż rozrzut pomiędzy masami wynosi już 50 μg (Ren i inni, 2013). Choć dla większości zwykłych użytkowników urządzeń ważących wydaje się to bardzo niewiele, to dla celów naukowych i zaawansowanych zastosowań technologicznych jest to wartość znacząca. Uzmysławia to następujący przykład z zakresu medycyny i farmakologii: otóż 50 μg to typowa dzienna dawka witaminy D dla noworodka. Zmiany masy międzynarodowego wzorca kilograma ukazuje rysunek 24.



Rysunek 24: Wykres zmiany masy w czasie międzynarodowego wzorca kilograma (źródło: <http://www.bipm.org/en/bipm/mass/ipk/#verifications>)

Generalna Konferencja Miar ustaliła, że od 20 maja 2019 wzorec kilograma jest powiązany ze stałą Plancka, określoną jako $6,626\ 070\ 15 \times 10^{-34} \text{ kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (Davidson i inni, 2018; Stock i inni, 2017; Denjo i inni, 2020). Były również inne propozycje realizacji nowego wzorca kilograma: drugim wiodącym pomysłem było zdefiniowanie jednostki masy na podstawie ilości atomów (stałą Avogadro) w kuli krzemowej o średnicy $\sim 94 \text{ mm}$ (Nicolaus i inni, 2014; Kuramoto i inni, 2021; Becker i inni, 2013).

Dzięki narodowym wzorcom kilograma każdy kraj zapewnia spójność pomiarową, zachowując hierarchię wzorców i nieprzerwany łańcuch porównań (Gupta, 2019):

- wzorce odniesienia,
- wtórne wzorce odniesienia,
- wzorce robocze.

2.5.2 Przegląd dostępnych rozwiązań komparatorów masy

Komparatory masy służą do wzorcowania wzorców masy i odważników. Pomiedzy wagą a komparatorem jest szereg różnic. W przypadku wagi bardzo ważne jest, aby masa położona na szalce została określona i wskazana prawidłowo. Oczywiście, wynik obarczony jest jakimś błędem, zależnym od liniowości wagi i powtarzalności urządzenia. Wagi mają również pełny zakres równoważenia elektrycznego, co oznacza, że działają w pełnym zakresie od zera do maksymalnego udźwigu deklarowanego przez producenta.

Największa różnica pomiędzy wagą a komparatorem dotyczy ich rozdzielczości, która najczęściej jest znacznie większa w przypadku komparatora (Válcu, 2015). Na przykład dostępne w handlu wagi o maksymalnym udźwigu 1 kg mają działkę odczytową $d = 1\text{mg}$, natomiast dostępne komparatory o takim samym udźwigu mają nawet $d = 0,1\ \mu\text{g}$. Oznacza to, że ich rozdzielczość jest 10000 razy większa.

2.5.2.1 Komparatory manualne

Proces komparacji zazwyczaj wykonywany jest manualnie przez operatora; ta grupa komparatorów jest najczęściej spotykana. Można przyjąć, że do 95% wszystkich funkcjonujących komparatorów to właśnie komparatory manualne.

Niestety, manualny pomiar obarczony jest wieloma błędami operatora, wpływającymi na końcowy wynik pomiaru. Stawiając wzorec na szalce, operator wprowadza wiele błędów pomiarowych, w tym:

- błąd ustawienia wzorca (niecentryczność),
- błędy wynikające z potrzeby otwarcia drzwiczek komory ważenia i powodujące zmianę warunków środowiskowych wewnątrz niej (temperatura, wilgotność).

W tym drugim przypadku występuje zjawisko nazywane „ciąg kominowy”. Ze względu na to, że komparator jest urządzeniem elektronicznym, wewnątrz obudowy występuje podgrzewanie powietrza, które jest praktycznie niezauważalne. Jednak po otwarciu komory ważenia występuje zmiana ciśnienia powodująca „uderzenie” powietrza w spodnią część szalki. Przy wysokich rozdzielczościach powoduje to zauważalną zmianę wyniku pomiaru.

Komparatory manualne mają bardzo szeroki zakres komparacji ze względu na występowanie wielu zróżnicowanych modeli, w przedziale od 1 mg aż do 5 ton. Na rysunkach 25-28 przedstawione są typowe modele o różnych zakresach komparacji, ukazujące rozwiązania konstrukcyjne tej grupy komparatorów.



Rysunek 25: Komparator zbudowany na bazie ultra-mikrowagi o zakresie komparacji 1 mg – 6 g (źródło: Mettler, 2021).



Rysunek 26: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu wagi analitycznej o zakresie komparacji w zależności od modelu 1 mg – 5 kg (źródło: Sartorius, 2021).



Rysunek 27: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu wagi ciężkiej o zakresie komparacji w zależności od modelu 100 g – 64 kg (źródło: Radwag, 2021).



Rysunek 28: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu monoblokowego o zakresie komparacji w zależności od modelu 50 kg – 5000 kg. (źródło: Mettler, 2021).

Komparatory manualne można również podzielić na grupy ze względu na zastosowaną szalkę. Różne rozwiązania służą redukcji lub eliminacji błędów centryczności, który w komparatorach ma istotne znaczenie ze względu na dużo większą rozdzielczość w stosunku do wagi o identycznym maksymalnym udźwigu. Zasadniczo niecentryczność jest spowodowana niedoskonałością mechanicznych elementów w budowie komparatora. Niedoskonałość ta jest redukowana na drodze zmniejszenia tolerancji wymiarów, kształtu i struktury powierzchni, na ile pozwala współczesna technika obróbki.

Dodatkowo stosuje się zabiegi pozwalające zmniejszyć błąd centryczności, generowany przez operatora. Na przykład, produkowane są komparatory z szalką z wygrawerowanymi miejscami na wzorce, jak w modelu widocznym na rysunku 29, w celu ułatwienia użytkownikowi postawienie wzorca jak najbliżej środka, za każdym razem w taki sam powtarzalny sposób. Niestety, nie jest to precyzyjne rozwiązanie; wynik komparacji jest nadal obciążony dużym błędem, spowodowanym niedokładnością oka operatora.



Rysunek 29: Komparator z szalką z centrowaniem w postaci „celownika” na szalce (źródło: Radwag, 2021).

Na rynku są dostępne również komparatory z szalką z pozycjonowaniem mechanicznym za pomocą suwaków (rysunek 30). Jest to dość powszechne rozwiązanie, dające gwarancje zniwelowania błędów centryczności prawie do zera. Niestety jest obarczone innym błędem związanym z utrudnieniem stosowania podczas jednego procesu wzorców o niestandardowych kształtach. Wtedy mechaniczne suwaki zastosowane na szalce nie zdają egzaminu, gdyż trzeba je rozsunąć po średnicy największego komparowanego podczas tego procesu wzorca.



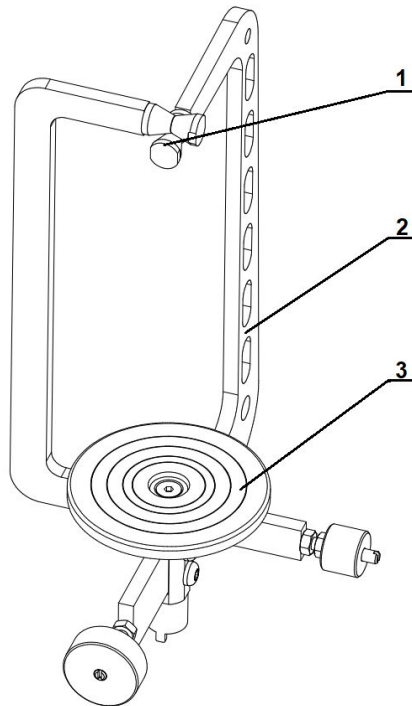
Rysunek 30: Komparator z szalką z centrowaniem mechanicznym za pomocą specjalnych suwaków (źródło: Radwag, 2021).

Kolejnym rozwiązaniem jest konstruowanie komparatorów z samocentrowaniem w postaci specjalnie zaprojektowanych szalek samocentrujących, co zapewnia najdokładniejsze ustawienie wzorców i eliminuje niecentryczność, a jedynym czynnikiem, wpływającym na dokładność pozycjonowania, pozostaje wówczas wpływ tarcia współpracujących elementów szalki. Samocentrowanie polega na ustawieniu środka ciężkości badanych wzorców zawsze w tym samym miejscu bez względu na ustawienie wzorca na szalce. Szalki samocentrujące można podzielić na dwa rodzaje:

- stosowane w komparatorach o małym maksymalnym udźwigu do 10 kg,
- stosowane w komparatorach o dużym maksymalnym udźwigu do 5000 kg.

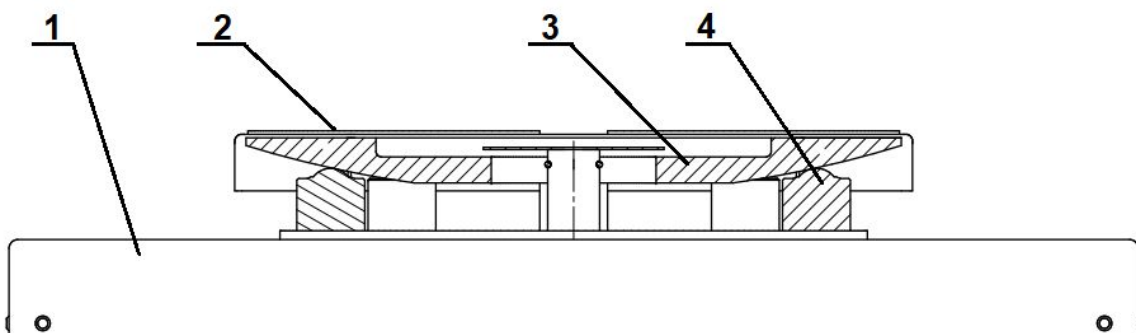
W pierwszej grupie stosuje się specjalne szalki wiszące, w których następuje samocentrowanie zawieszono elementu, zapewniające ustalenie położenia środka ciężkości zawsze w tym samym miejscu. Najczęściej konstrukcja oparta jest na zastosowaniu pryzm lub noży, na których zawieszona jest szalka. Po ustawieniu wzorca na szalce środek ciężkości układu składającego się z szalki, konstrukcji szalki i wzorca ustali stałą, powtarzalną pozycję.

Przykład szalki wiszącej jest pokazany na rysunku 31. Głównym czynnikiem, jaki wpływa na błędy centrowania, jest wykonanie elementów mechanicznych (głównie pryzm), jak również tarcie współpracujących ze sobą pryzm.



Rysunek 31: Schemat szalki samocentrującej wiszącej: 1 – zespół pryzm; 2 – profil konstrukcyjny wieszaka; 3 – szalka (źródło: opracowanie własne).

Zasada działania szalki samocentrującej w komparatorach o maksymalnym udźwigu do 5000 kg jest zdecydowanie inna niż szalki wiszącej ze względu na przenoszenie dużych obciążeń. Przykład takiej szalki „pływającej” pokazano na rysunku 32.



Rysunek 32: Schemat szalki samocentrującej „pływającej”: 1 – mechanizm komparatora; 2 – szalka; 3 – bieżnia szalki; 4 – kulowy zespół transportowy (źródło: opracowanie własne).

W tej konstrukcji czasza szalki ma kształt półkregu i współpracuje z kulkami łożyskowymi, po których się przesuwa w zależności od niecentrycznego postawienia wzorca

na szalce. Wzorzec wraz z szalka i obwiednią ustala środek ciężkości całego układu. Błędy ustawienia środka ciężkości są większe niż przy szalce wiszącej, ale przy dużych obciążeniach, do których jest stosowana, komparatory mają dużo mniejszą rozdzielczość. Dlatego w danych zastosowaniach występujący błąd centryczności jest pomijalnie mały.

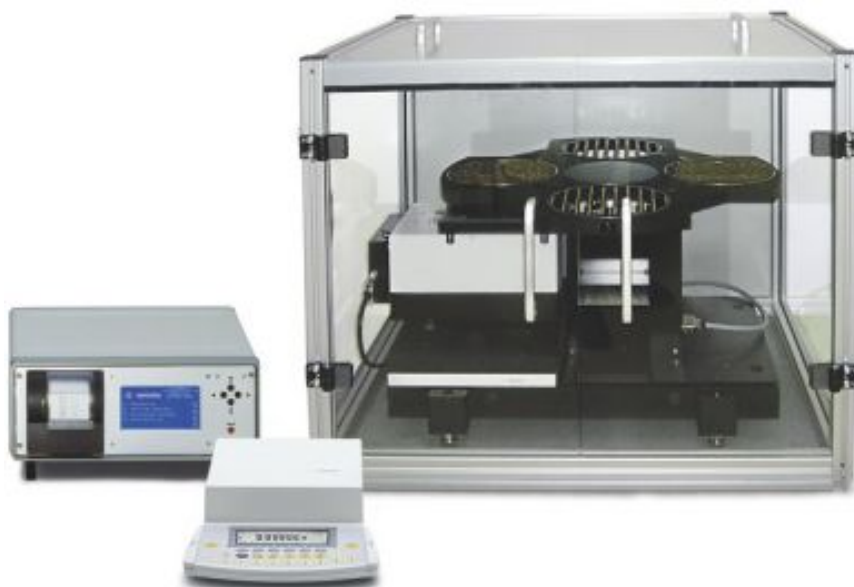
2.5.2.2 Komparatory automatyczne

Komparatory automatyczne najczęściej spotykane są w wersji czteropozycyjnej, jak jest to pokazane na rysunkach 33 i 34. Tak więc, można w nich umieścić jednocześnie wzorzec odniesienia i trzy wzorce testowe. Komparator automatycznie dokona pomiaru, czyli w zależności od wybranej metody komparacji (ABBA, ABA, AB itp.) będzie stawiał wzorce na szalce i wyliczy różnicę w masie między wzorcem odniesienia a każdym wzorcem testowym.

Można spotkać również bardziej skomplikowane rozwiązania komparatorów automatycznych, które będą miały znacznie większy magazyn wzorców – do 36 pozycji, jak pokazano na rysunku 35. Urządzenia takie automatycznie dokonują również zmiany zakresu komparacji. W takich przypadkach można postawić na komparatorze kilka wzorców testowych o różnych masach, a komparator sam dostosuje się do zakresu, zadanego zgodnie z planem komparacji. Wynikiem komparacji zawsze jest różnica w masie pomiędzy wzorcem odniesienia a wzorcem testowym, a także odchylenie standardowe podczas konkretnego pomiaru.



Rysunek 33: Czteropozycyjne komparatory automatyczne (źródło: Mettler, 2021).



Rysunek 34: Czteropozycyjny komparator automatyczny o maksymalnym udźwigu 20 kg (źródło: Mettler, 2021).



Rysunek 35: 36-pozycyjny komparator automatyczny (źródło: Radwag, 2021).

2.5.2.3 Komparatory robotyczne

Komparatory robotyczne (ang. *Robotic Mass Comparators*) są niewątpliwie czymś, do czego dąży cały współczesny świat metrologii masy. Pierwsze urządzenie tego typu pojawiło się na rynku w 1999 r., a jego zakres pracy wynosił od 1 mg do 5 g (Kliebenschäedel, 2015). Obecnie takie rozwiązania stosuje się do maksymalnie 10 kg, lecz najczęściej spotykane komparatory robotyczne pracują w przedziale 1mg – 1kg (Yao i inni, 2013). Taki system ma mnóstwo zalet, m.in. bardzo duży magazyn wzorów, nawet powyżej 100, całkowicie automatyczny pomiar eliminujący błędy ludzkie, a także możliwość automatycznego podziału wzorca (Ueki i inni, 2009; Ueki i inni, 2007; Ren i inni, 2017) i bardzo małą niepewność pomiaru przy wysokiej rozdzielczości zastosowanego modułu komparatora (Cai i inni, 2013). Przykład komparatora robotycznego pokazano na rysunku 36.

Spotkać można również tzw. hybrydy komparatorów robotycznych z automatycznymi (rysunek 37). W takim wypadku robotyczna część urządzenia służy tylko do obsługi magazynku wzorców, natomiast sam pomiar jest wykonywany przez moduł automatyczny. Ma to szereg zalet w stosunku do rozwiązania tylko robotycznego, gdyż komora ważenia podczas pomiaru jest zawsze zamknięta. Nieotwieranie komory ważenia pozwala zachować wewnątrz niej stałe warunki środowiskowe (temperatura, wilgotność), co ma znaczący wpływ na wynik pomiaru przy bardzo wysokich rozdzielczościach komparatorów.



Rysunek 36: Robotyczny komparator masy o maksymalnym udźwigu 6 g (źródło: Radwag, 2021).



Rysunek 37: Hybryda komparatora robotycznego z automatycznym modułem komparatora masy o maksymalnym udźwigu 1100 g (źródło: Sartorius, 2021).

2.5.2.4 Komparator próżniowy

Realizacja kilograma od 2019 r. może odbywać się za pomocą wagi Kibble'a, wagi Joule'a lub metodą krystalografii strukturalnej (ang. *X-ray crystal density*, XRCD) niezależnie w każdym narodowym instytucie miar (Wang, 2019). Ze względu na to, że według nowej definicji kilogram ma być wyznaczany w obniżonym ciśnieniu, przeniesienie jednostki z narodowych wzorców powinno być robione w podobnym środowisku. Komparator próżniowy jest specjalną wersją komparatora, przeznaczoną dla narodowych instytutów metrologicznych.

Komparator próżniowy ma zazwyczaj rozdzielczość $0,1 \mu\text{g}$ i udźwig maksymalny 1 kg. Pomiar następuje przy obniżonym ciśnieniu w próżni o wartości 10^{-6} mBar, co eliminuje wpływ wyporu powietrza na wzorec. Komparatory próżniowe są zautomatyzowane, posiadają 6-pozycyjny magazyn wzorców z możliwością komparacji wzorców cylindrycznych, jak również kul krzemowych o maksymalnej średnicy 100 mm. Mają również możliwość komparacji w atmosferze gazów szlachetnych. Jednym z głównych konstruktorów

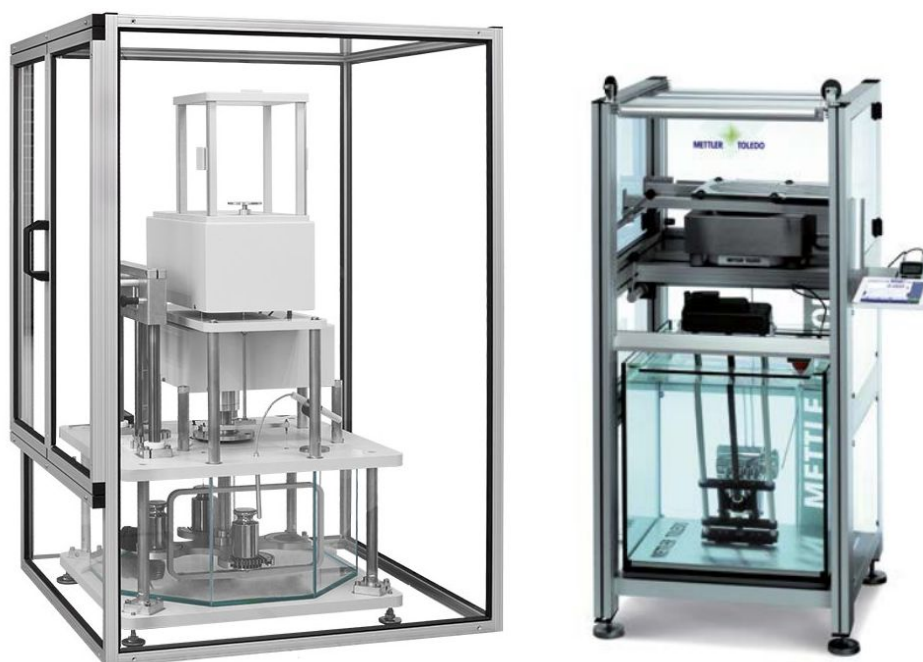
komparatora próżniowego firmy RADWAG był autor niniejszej dysertacji doktorskiej. Przykładowe urządzenie tego typu jest pokazane na rysunku 38.



Rysunek 38: Komparator próżniowy o maksymalnym udźwigu 1kg i rozdzielczości 0,1 μg (źródło: Radwag, 2021).

2.5.2.5 Komparatory do wyznaczania gęstości i objętości ciał stałych

Komparatory do wyznaczania gęstości i objętości ciał stałych działają z wykorzystaniem prawa Archimedesesa. Komparacja odbywa się w cieczy w stosunku do wzorca odniesienia, tak jak w zwykłym komparatorze. Wynikiem pomiaru jest różnica w masie pomiędzy wzorcem odniesienia, którym może być wzorzec cylindryczny monolityczny lub kula krzemowa. Ta ostatnia uznawana jest za wzorzec dedykowany do pomiarów objętościowych ciał stałych. Dopiero specjalne oprogramowanie wg metody A2, opisanej w OIML R111 (2004), umożliwia wyliczenie gęstości i objętości wzorca testowego. Przykładowy komparator tego typu ukazano na rysunku 39.



Rysunek 39: Komparatory do wyznaczania gęstości i objętości wzorców masy (źródło: Radwag, 2021; Mettler, 2021).

Najczęściej stosowaną cieczą, jednocześnie najtańszą, jest woda destylowana. Jednak sprawdza się ona jedynie dla komparatorów o rozdzielczości niższej niż 0,1 mg. Spowodowane jest to przez wewnętrzne parowanie cieczy i powstawanie mikropęcherzy, które po pewnym czasie osadzają się na wzorcach zanurzonych w cieczy, zmieniając ich masę i powodując niemiernodajny wynik wzorcowania.

Kolejnymi cieczami stosowanymi w komparatorach o rozdzielczości 0,01 mg i maksymalnym udźwigu 1100 g są: Dodecan o gęstości 750 kg/m^3 i pochodne alkany. Najnowszą cieczą, bardzo kosztowną, jest FC40 (gęstość 1850 kg/m^3). Ciecze te są stabilne temperaturowo, co jest bardzo istotne, gdyż znaczna zmiana gęstości cieczy spowodowana zmianą temperatury powodowałaby zmianę wyniku pomiaru.

Wg normy OIML R111 (2004) każdy nowy wzorzec klasy E1 musi mieć wyznaczoną gęstość i objętość, co jest obligatoryjne tylko dla tej klasy wzorców masy. Jest to bardzo ważne, gdyż dzięki temu można wyliczyć masę rzeczywistą wzorca (ang. *real mass*), a nie tylko masę umowną (ang. *conventional mass*). Najlepszymi wzorcami odniesienia przy wyznaczaniu gęstości i objętości są kule krzemowe, dlatego komparatory muszą zapewnić dokładne ich wzorcowanie. Narodowym wzorcem odniesienia jest właśnie kula krzemowa o masie 1 kg i średnicy około 94 mm (Mizushima i inni, 2004; Kuramoto i inni, 2021).

2.5.2.6 Komparatory do podatności magnetycznej wzorców masy

Urządzenia takie, jak waga Faradaya, waga Gouy'a i waga Evansa są przeznaczone do magnetycznego pomiaru podatności różnych materiałów dia- i paramagnetycznych. Opierają się na specjalnie zaprojektowanych biegunach elektromagnesów lub układzie magnesów trwałych, aby wytworzyć i zmierzyć siłę lub moment między źródłem pola magnetycznego a badaną próbką (Praczkowska i inni, 2015).

Podatność magnetyczna jest to bezwymiarowa wielkość fizyczna, charakteryzująca zdolność substancji do zmian jej namagnesowania pod wpływem zewnętrznego pola magnetycznego. Oprócz masy i gęstości jest to bardzo istotny parametr wzorców masy. Bardzo często wzorce, które przekraczają dopuszczalne wartości podatności magnetycznej, wykazują również zawyżoną wartość remanencji magnetycznej. Skutkuje to stanem resztkowego namagnesowania, które powstało w wyniku ich wielokrotnego użytkowania i kontaktu ze źródłami pola magnetycznego. Takie wzorce nie nadają się wówczas do użytku, ponieważ około 90% wag laboratoryjnych na świecie to wagi magnetoelektryczne, których praca może zostać zakłócona przez nazbyt silnie namagnesowany wzorec masy.

Susceptometr, czyli komparator do wyznaczania podatności magnetycznej (nazwa pochodzi od angielskiego słowa *susceptibility* = podatność), zbudowany jest na podstawie wagi o dużej rozdzielczości 1 μg i udźwigu około 10 g. Urządzenie jest w stanie sprawdzać podatność magnetyczną wzorców w przedziale 1g – 50 kg. Zamiast zwykłej szalki w samym module wagowym znajduje się specjalna szalka z magnesem stałym, najczęściej neodymowym. Po postawieniu wzorca na szalkę główną urządzenia, która znajduje się centralnie nad magnesem w odpowiedniej odległości, wzorec wywołuje reakcje magnesu: przyciągnięcie lub odpychanie w zależności od kierunku biegunowości magnesu. Reakcja ta daje wynik modułu wagowego w postaci wyniku w masie gdyż szalkę poprzez reakcje magnesu się wyczuliła. Siła ta jest przeliczana przez urządzenie według wzorów i metody opisanej w normie OIML R111 (2004). W ten sposób otrzymywana jest bezwymiarowa wartość podatności magnetycznej wzorca oraz magnetyzm szczątkowy wzorca, który jest wartością namagnesowania tegoż wzorca w jednostce μT . Przykładowy susceptometr pokazano na rysunku 40.

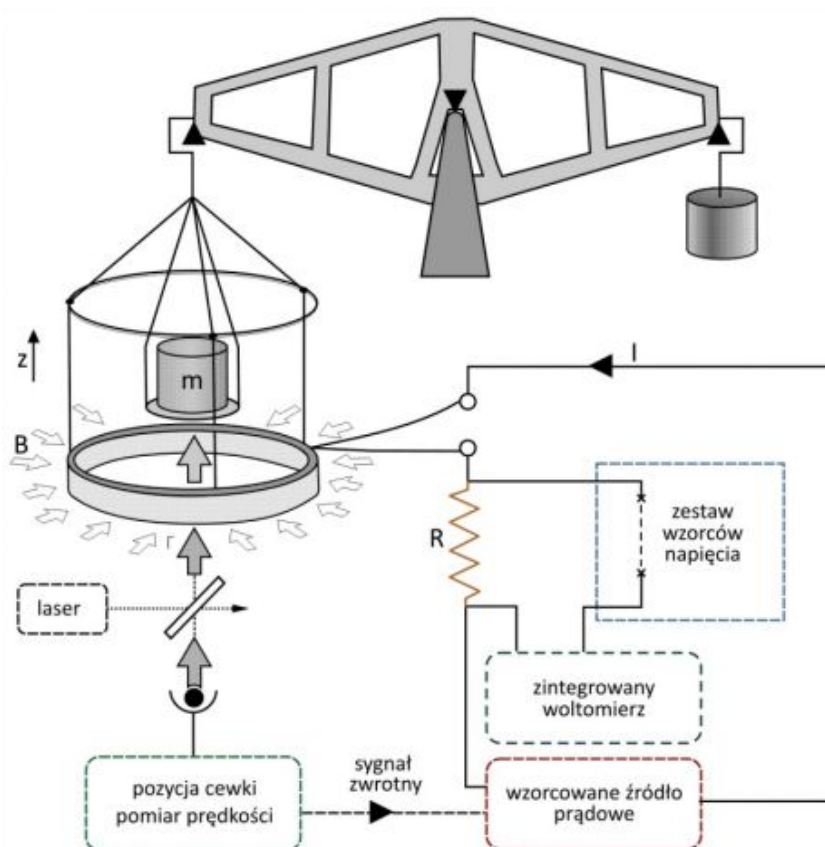


Rysunek 40: Susceptometr – komparator do wyznaczania podatności magnetycznej wzorców masy (źródło: Sartorius, 2021).

Na podobnej zasadzie zbudowane są również inne urządzenia pomiarowe do badania np. podatności magnetycznej gleb (Janas i inni, 2022).

2.5.3 Waga prądowa (waga Watta/Kibble’a)

Nowa definicja kilograma powiązana jest ze ściśle określoną wartością liczbową stałej Plancka, natomiast do praktycznej realizacji wzorca kilograma skonstruowano urządzenie zwane wagą Watta – Kibble’a (Matthieu, 2020; Robinson i inni, 2016). Nazwa urządzenia pochodzi od pomysłodawcy wagi prądowej dr Bryana Kibble’a. Schemat działania wagi Watta ukazuje rysunek 41, przy czym obecnie istnieje wiele alternatywnych koncepcji zrealizowania wzorca masy z jak najmniejszą niepewnością (Vasilyan i inni, 2021).



Rysunek 42: Schemat wagi Watta, tryb ważenia (źródło: Robinson i Schlamminger, 2016).

Zasada pomiaru polega na zastosowaniu dwóch trybów pracy wagi Watta – Kibble’a. Tryb statyczny ilustruje rysunek 41. Poprzez cewkę, umieszczoną w obwodzie magnetycznym magnesu stałego, przepływa prąd o natężeniu I . Siła elektrodynamiczna, która zadziała na cewkę, ma zapewnić stan równowagi w sytuacji, gdy waga jest obciążona wtórnym materialnym wzorcem masy.

Na drut o długości L , w którym płynie prąd elektryczny prostopadle do pola magnetycznego B , działa siła Laplace’a równa BLI . W wadze Kibble’a prąd ma taką wartość, aby siła ta dokładnie przeciwdziałała sile grawitacyjnej, jaka działa na materialny wzorec o stałej masie m . Równowagę wspomnianych dwóch sił przedstawia następujące równanie (Robinson i Schlamminger, 2016):

$$m \cdot g = B \cdot L \cdot I, \quad (33)$$

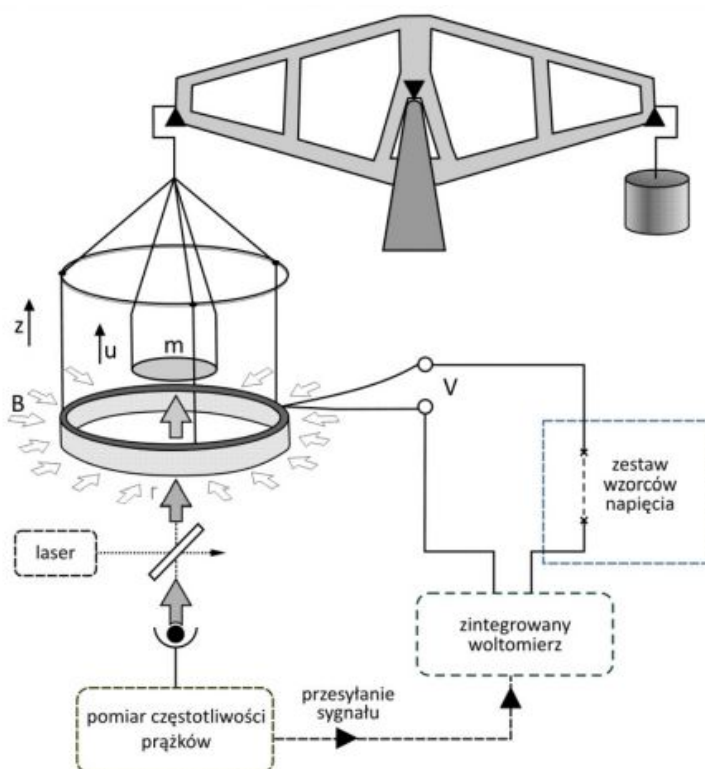
gdzie:

- m – masa,
- g – przyspieszenie ziemskie,
- B – indukcja magnetyczna,

L – długość drutu cewki,

I – natężenie prądu.

Tryb dynamiczny pracy wagi, nazywany też trybem ruchu (ang. *moving mode*), jest ukazany schematycznie na rysunku 42. Polega on na tym, że ta sama cewka jest przemieszczana w tym samym polu magnetycznym ze znaną prędkością v . Prędkość wyznaczana jest przy pomocy interferometrów laserowych.



Rysunek 43: Schemat wagi Watta, tryb ruchu (źródło: Robinson i Schlamminger, 2016).

W tym trybie prąd elektryczny nie płynie przez cewkę, ale podczas przemieszczania się zwojów drutu cewki ze znaną prędkością v w polu magnetycznym indukuje się w nich napięcie U , które zgodnie z prawem indukcji Faraday’a ma wartość (Crowder i inni, 2020):

$$U = B \cdot L \cdot v, \quad (34)$$

gdzie:

U – napięcie,

B – indukcja magnetyczna,

L – długość drutu cewki,

v – prędkość przemieszczania się.

Następnie można wyznaczyć iloczyn BL z jednego z powyższych równań i podstawić do drugiego równania. Otrzymane równanie jest podstawowym równaniem wagi Watta:

$$UI = mgv. \quad (35)$$

Lewa część równania formalnie przypomina wyrażenie na moc elektryczną, natomiast prawa część – na moc mechaniczną. Obydwie strony równania odpowiadają, oczywiście, jednostce mocy wat, dlatego Bryan Kibble nadał swojemu urządzeniu nazwę „waga Watta” i dopiero w 2016 r. nadano jej imię wynalazcy (Quinn, 2017). Przy założeniu, że są dokładnie znane (zmierzone) wartości napięcia U , prądu I , przyspieszenia ziemskiego g oraz prędkości v , można z dużą dokładnością wyliczyć wartość masy m (Crowder i inni, 2020):

$$m = \frac{UI}{gv}. \quad (36)$$

Waga Watta – Kibble’a swoją precyzję zawdzięcza temu, że końcowe wzory do wyliczania wartości masy wzorca wtórnego (34,35) nie zawierają ani długości drutu cewki L , ani wartości indukcji pola magnetycznego B , które byłyby wielkościami niemożliwymi do bezpośredniego wyznaczenia z należytą precyzją i zachowaniem spójności pomiarowej.

Dzięki wadze Watta uzyskuje się powiązanie pomiędzy masą makroskopową m wzorca wtórnego (np. 1 kg), a stałą Plancka h , która jest podstawową stałą fizyki kwantowej. Aby ustalić związek pomiędzy nimi i w praktyce wykonać dokładne pomiary prądu i napięcia, stosuje się dwa efekty kwantowe: zjawisko Josephsona oraz kwantowy efekt Halla.

Zjawisko tunelowania elektronów, odkryte przez Josephsona, pozwala na określenie napięcia U na podstawie mierzonej częstotliwości mikrofalowej f (Bachmair, 2007):

$$U = n \frac{h \cdot f}{2e} = \frac{n \cdot f}{K_J}, \quad (37)$$

gdzie:

h – stała Plancka,

f – częstotliwość,

e – ładunek elementarny,

K_J – stała Josephsona ($K_J = 2e/h$),

n – liczba złączy Josephsona we wzorcu napięcia.

Efekt kwantowy Halla definiuje „kwant” oporu elektrycznego (tzw. stała Klause von Klitzinga), wyrażany przez następującą kombinację podstawowych stałych fizycznych:

$$R_K = \frac{h}{e^2} \quad (38)$$

Obydwa efekty tworzą związek pomiędzy makroskopowym napięciem U i rezystancją R a stałymi podstawowymi: ładunkiem podstawowym i stałą Plancka. Oba efekty są w tym momencie stosowane jako normy dla metrologii oporności, jak i napięcia. Prąd I jest mierzony jako spadek napięcia U_2 względem rezystancji. Wartość rezystancji może być określona w stosunku do kwantowanej rezystancji Halla. Napięcie można określić w stosunku do standardu napięcia Josephsona. Ostatecznie otrzymujemy następujące związki proporcjonalności pomiędzy wartością wtórnego wzorca w wadze Watta – Kibble’a a wartością stałej Plancka:

$$m = n^2 \cdot \frac{f_1 f_2}{4vg} \cdot h, \quad (39)$$

$$h = \frac{1}{n^2} \cdot \frac{4vg}{f_1 f_2} \cdot m, \quad (40)$$

gdzie f_1 i f_2 , to częstotliwości mierzone na złączach Josephsona odpowiednio w statystycznym i dynamicznym trybie pracy wagi.

Kilogram jest masą spoczywającego ciała, które w eksperymentach wykorzystujących zjawiska mechaniczne i elektryczne odtwarza następującą wartość numeryczną stałej Plancka równą $6,626\ 070\ 15 \times 10^{-34}$ J s (BIPM, 2019). Warto podkreślić, że nowe podejście do realizacji wzorca masy uniezależnia światową metrologię od materialnego artefaktu i zastępuje go urządzeniem, takim jak waga Watta – Kibble’a. Należy też dodać, że obecne ustanowienie wzorca tak podstawowej wielkości fizycznej, jaką jest masa, sprowadza się przede wszystkim do pomiarów wielkości elektrycznych (prąd, napięcie) i to z wykorzystaniem efektów fizyki kwantowej. Jednostki prądu i napięcia są przy tym określone poprzez zespół stałych fizycznych, takich jak prędkość światła, stała Plancka i ładunek elementarny (Günther i inni, 2018). Wagi tego rodzaju powstały już w kilku instytutach metrologicznych na świecie, co jest bardzo istotne dla przyszłości spójności pomiarowej. Są również plany, aby w Polsce przy Głównym Urzędzie Miar powstał projekt polskiej wagi Watta (Szumiata i inni, 2019).

3. Konstrukcja komparatora masy o ulepszonej rozdzielczości 10 nanogram

Komparatory masy służą do wzorcowania wzorców masy. Ich nazwa pochodzi od angielskiego słowa *to compare*, co oznacza ‘porównywać’. Konstrukcja komparatora różni się od wagi tym, że zazwyczaj musi zapewniać dużo większą rozdzielczość niż waga o tym samym maksymalnym udźwigu.

Przy komparacji nie jest istotny błąd wskazań, jak ma to miejsce przy ważeniu, gdyż podczas komparacji zawsze masa jest porównywana ze wzorcem odniesienia. Otrzymany wynik dotyczy różnicy w masie pomiędzy wzorcem odniesienia a wzorcem testowym. Dzięki temu można określić masę badanego wzorca testowego, gdyż masa wzorca odniesienia (referencyjnego) jest bardzo dokładnie wyznaczona.

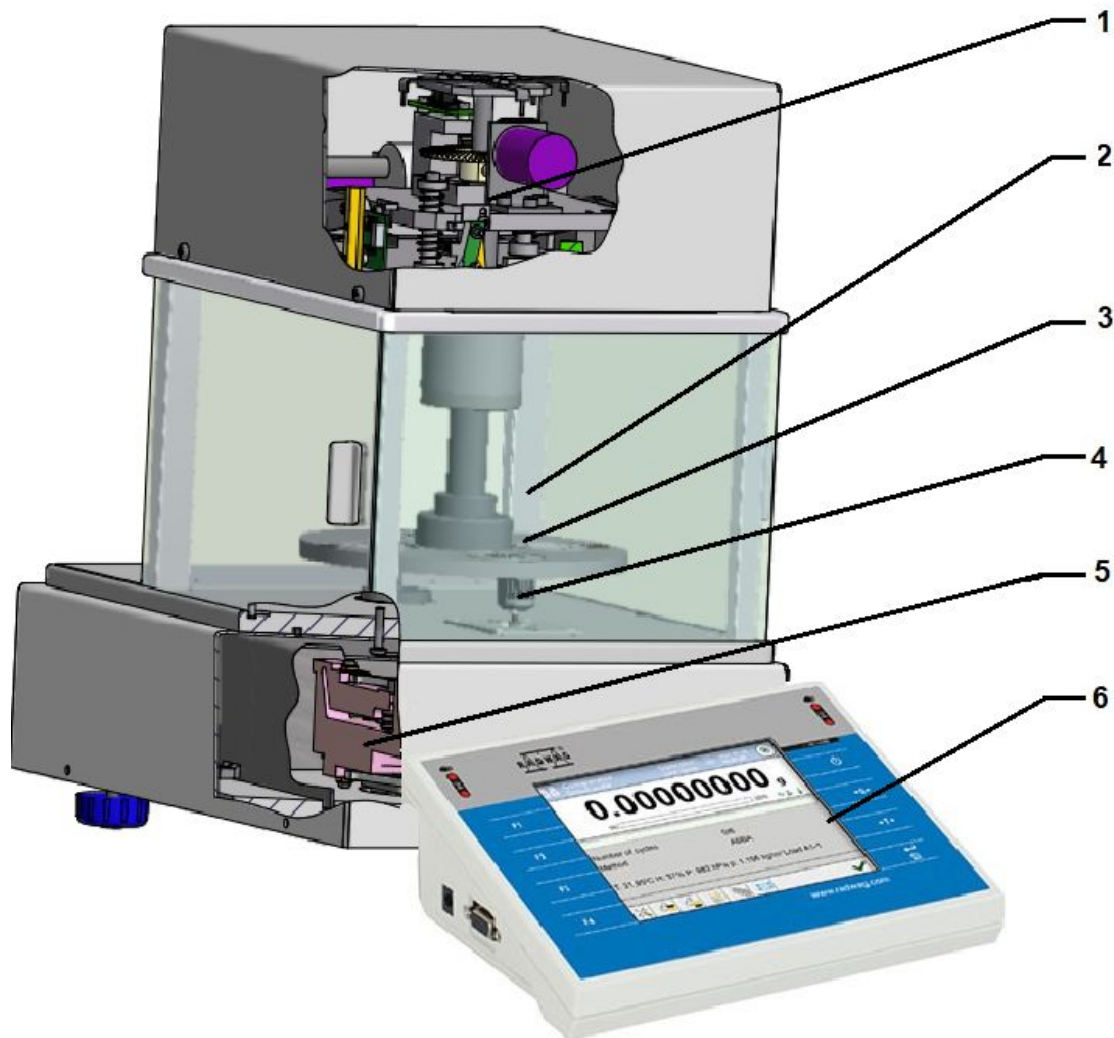
Głównym parametrem, który wyróżnia komparator od wagi, jest zakres równoważenia elektrycznego. Komparatory ze względu na to, że mają bardzo wysoką rozdzielczość, nie są w stanie pracować w pełnym zakresie ważenia. Dlatego ich zakres ważenia jest ograniczony w pewnym przedziale. Nie stanowi to żadnego problemu podczas komparacji, gdyż różnica w masie pomiędzy wzorcem odniesienia a wzorcem testowym mieści się w bardzo wąskim zakresie, najczęściej jest to maksymalnie kilka miligramów.

Celem autora niniejszej rozprawy było opracowanie komparatora masy o rozdzielczości 10 ng do komparacji mas poniżej 1 mg. Z założenia nie mógł być to komparator manualny, w którym wzorce stawia się ręcznie na szalce, gdyż z analizy literatury i badań własnych wynika, że wpływ operatora na wynik pomiaru jest bardzo istotny. Dodatkowo zmiana warunków środowiskowych wewnątrz komory ważenia w wyniku otwierania komory ważenia nie pozwoliłaby na osiągnięcie zakładanego celu, jakim było zbudowanie komparatora o tak wysokiej rozdzielczości. Zatem przyjęto jednoznacznie, że musi to być komparator automatyczny (Solecki, 2017a).

Przy komparacji automatycznej po wstawieniu wzorców do magazynu komora ważenia pozostaje zamknięta podczas trwania całego procesu komparacji (brak zmian warunków środowiskowych). Wzorce stawiane są na szalkę zawsze z tym samym przyspieszeniem generującym taką samą siłę i w równych odstępach czasowych. To jest bardzo istotne, gdyż wyrównanie czasu pomiędzy postawieniami wzorca zapewnia jednakowy dryft zera komparatora, eliminując jego wpływ na wynik komparacji. Kolejnym parametrem, którego wpływ na wynik pomiaru może być praktycznie wyeliminowany dzięki automatyzacji, jest niecentryczność ustawienia wzorca.

3.1 Budowa komparatora masy

Widok ogólny innowacyjnego komparatora, zbudowanego w ramach realizacji celów niniejszej rozprawy, przedstawia rysunek 43.

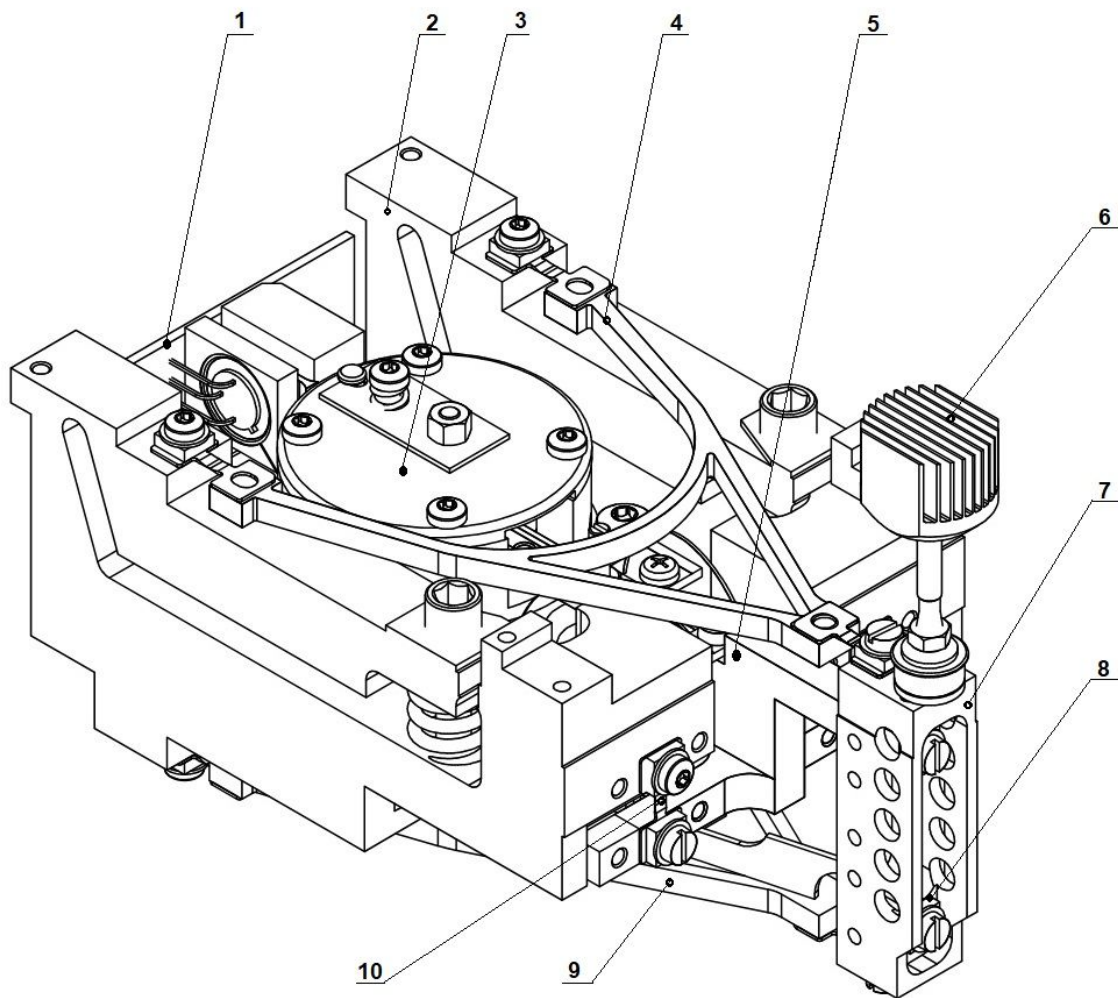


Rysunek 44: Widok ogólny komparatora NANO.AK-4/500:

- 1 – mechanizm automatu komparatora, 2 – komora ważenia, 3 – magazyn wzorców,
4 – szalka komparatora, 5 – mechanizm komparatora, 6 – panel sterowania
(źródło: opracowanie własne).

Do komparacji automatycznej służy mechanizm automatu komparatora (1), który odpowiada za automatyczne stawianie wzorców na szalce. Wzorce są umieszczane na magazynie wzorców (3), który w tym wypadku jest czteropozycyjny. Za obsługę urządzenia oraz zapisywanie danych z pomiarów odpowiedzialny jest panel sterowania (6).

Głównym elementem komparatora jest mechanizm ważący, szczegółowo przedstawiony na rysunku 44.



Rysunek 45: Mechanizm komparatora:

1 – czujnik położenia dźwigni; 2 – korpus mechanizmu; 3 – siłownik/cewka; 4 – wahacz poziomy górny; 5 – dźwignia przełożenia; 6 – szalka; 7 – wahacz pionowy; 8 – ciągnio;
9 – wahacz poziomy dolny; 10 – zawieszka (element sprężysty)

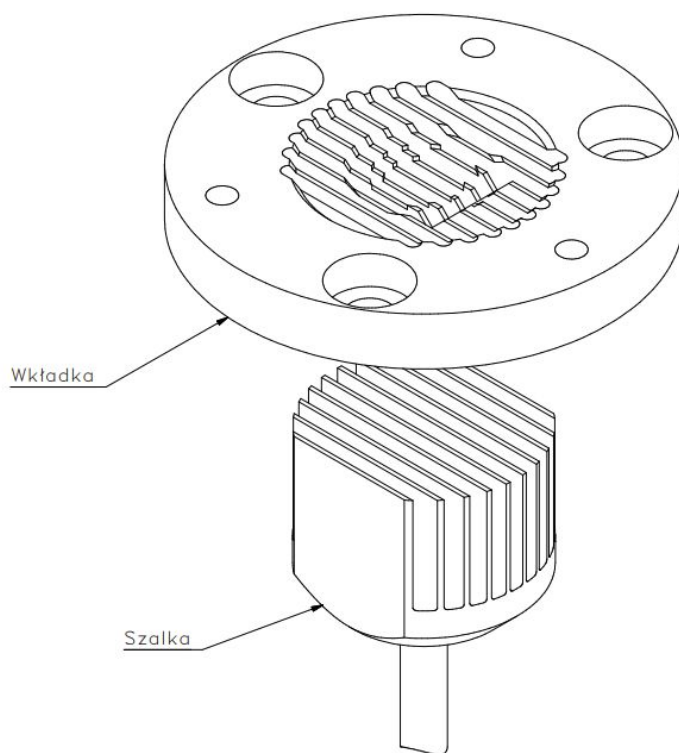
(źródło: opracowanie własne).

3.2 Optymalizacja części mechanizmu komparatora

Aby komparator NANO.AK-4/500 mógł spełniać stawiane wymagania, należało zaprojektować pewne elementy mechanizmu ważącego, dostosowując je do potrzeb ważenia. Głównymi z nich są cewka oraz siłownik, opisane w następnym rozdziale pracy.

Ważną rolę przy tak dokładnym ważeniu małych mas odgrywa bezwładność mechanizmu, dlatego wszystkie jego elementy zostały zaprojektowane ze stopów aluminium, w przekrojach maksymalnie małych. Dodatkowo większość elementów, poza elementami sprężystymi, jak zawieszki i ciężno, zostały dobrane tak, by współczynnik rozszerzalności cieplnej był zbliżony.

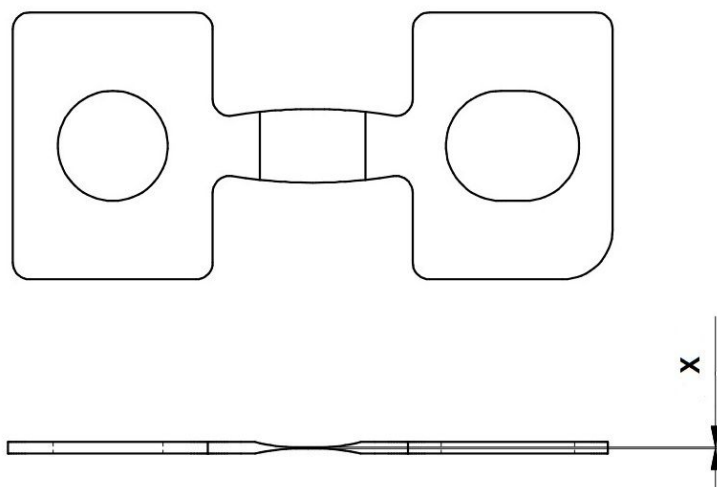
Szalka, jak widać na rysunku 45, ma budowę rusztową. Wymiary szalki oraz wkładki magazynowej zostały dobrane tak, aby wzorce o masie 0,1 mg nie miały możliwości zaklinowania się podczas procesu komparacji.



Rysunek 46: Wkładka magazynowa we współpracy z szalką (źródło: Solecki M., 2017b).

Kolejnym istotnym elementem było dobranie sztywności zawieszek (elementów sprężystych), które znajdują się na wahaczach poziomych i przenoszą obciążenie poprzez dźwignię przełożenia. Sztywność zawieszek zmienia się poprzez zmianę grubości przewężenia, czyli wymiar X na rysunku 46. Zawieszki nie mogą być zbyt sztywne, gdyż spowodowałyby to problemy z powrotem mechanizmu do równowagi po zdjęciu obciążenia z szalki. Jednocześnie niewystarczająca sztywność zawieszek doprowadziłaby do odkształcenia elementów sprężystych po obciążeniu komparatora. W wypadku opisywanego rozwiązania po wielu badaniach udało się dobrać odpowiednią sztywność

zawieszek. Dla zawieszek poziomych (element sprężysty wahaczy poziomych) przewężenie (x) wyniosło 0,035 mm, natomiast dla zawieszek poziomych 0,060 mm.



Rysunek 47: Rysunek zawieszki (element sprężysty) (źródło: opracowanie własne).

Bardzo istotny w konstrukcji mechanizmu jest materiał, z jakiego zostały wykonane jego elementy. Ze względu na rozszerzalność temperaturową materiałów idealnym byłoby wykonanie całości mechanizmu w postaci monobloku. Jednak technologicznie jest to prawie niemożliwe ze względu chociażby na słabą sprężystość aluminium, z którego przeważnie buduje się wagi. Zmiana temperatury powoduje zmianę geometryczną elementów mechanizmu, a co za tym idzie, zmianę przełożenia mechanizmu, która w konsekwencji wpływa na zmianę wyniku.

Większość wag i komparatorów masy ma odlewany korpus główny i wówczas ciężko jest wykonać pozostałe elementy z identycznego materiału, co jest bardzo istotne z powodu wspomnianej rozszerzalności temperaturowej. Gdyby wszystkie elementy były wykonane z tego samego materiału, wtedy zmiana temperatury i wydłużenie/skrócenie elementów mechanicznych byłyby liniowe.

Ostatecznie zdecydowano, by korpus i inne główne elementy mechanizmu zostały wykonane z aluminium PA9.

Materiał konstrukcyjny elementów mechanicznych

Stop aluminium PA9 (AW-7075A) charakteryzuje się bardzo dużą wytrzymałością mechaniczną oraz wysoką wytrzymałością zmęczeniową. Posiada niezbyt wysoką odporność na korozję, ale nadaje się do obróbki skrawaniem, polerowania, szlifowania. Dzięki swoim właściwościom jest często stosowany do wytwarzania form na tworzywa piankowe, elementy tłoczników i wykrojników. Jest też stosowany w elementach maszyn oraz konstrukcji,

pracujących przy dużych obciążeniach, m.in. w przemyśle lotniczym oraz do wytwarzania elementów sprzętu sportowego (Kronos, 2022).

Fe	Si	Zn	Zr+Ti	Ti	Mg	Mn	Cu	Cr	Inne	Al
min	max	5,1	max	max	2,1	max	1,2	0,18	max	max
0,5	0,4	6,1	0,25	0,2	2,9	0,3	2	0,28	0,15	reszta

Tabela 2: Skład chemiczny [%] stopu PA9 (AW-7075) (źródło: Kronos, 2022).

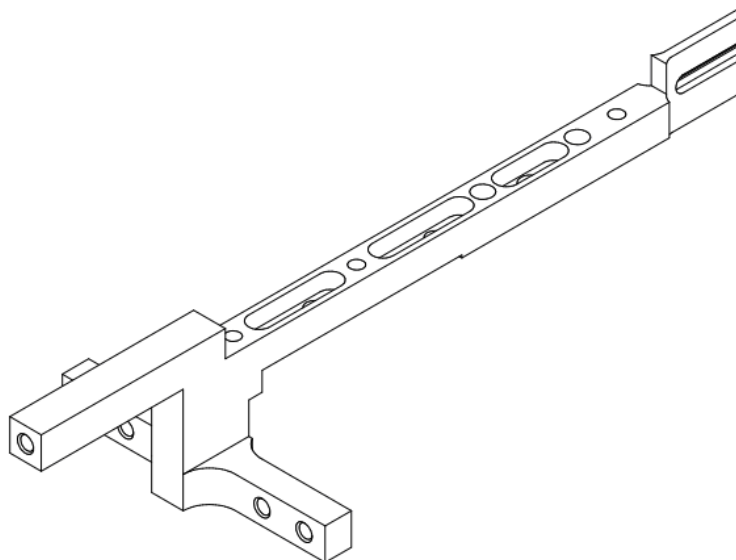
Gęstość:	2,81 g/cm ³
Moduł sprężystości E:	72000 MPa
Moduł sprężystości poprzecznej G:	27100 Mpa
Liczba Poissona:	0,33
Temperatura krzepnięcia:	475°C
Temperatura płynięcia:	635°C
Ciepło właściwe:	862 J/kgK
Współczynnik rozszerzalności cieplnej:	23,5 μm/mK
Opór właściwy:	52 nΩm
Przewodność cieplna:	134 W/mK
Przewodność elektryczna:	33% IACS

Tabela 3: Właściwości fizyczne stopu PA9 (AW-7075) (źródło: Kronos, 2022).

Drugim bardzo istotnym czynnikiem wpływającym na wynik komparacji mas jest chłonicie wilgoci przez elementy mechaniczne komparatora. Zmiana wilgotności względnej powietrza powoduje zmianę masy elementów mechanizmu przez absorpcję i sorpcję wilgoci. Wprowadzenie metody komparacyjnej redukuje ten wpływ pośrednio poprzez eliminację dryftu zera, jednak przy tak wysokiej rozdzielczości urządzenia ten wpływ jest bardzo widoczny i znacząco zmienia wyniki komparacji. Dotyczy to elementów mechanicznych, biorących udział w ważeniu, jak np. dźwignia przełożenia. Aby zredukować chłonicie wilgoci przez te elementy, zostały one poddane polerowaniu, co zmniejszyło znacznie dryft zera komparatora. Opisano to i pokazano na przykładzie optymalizacji dźwigni.

Optymalizacja dźwigni przelżenia

Optymalizacja dźwigni komparatora polegała na dobraniu odpowiedniego przelżenia, wypolerowaniu jej powierzchni, zmniejszeniu masy bez utraty sztywności, jak również zaprojektowaniu w taki sposób, aby dało się ją wytworzyć monolitycznie bez wykonania połączeń śrubowych i klejonych. Taka zoptymalizowana konstrukcja jest przedstawiona na rysunku 47.



Rysunek 48: Konstrukcja dźwigni przelżenia monolityczna (źródło: opracowanie własne).

Wszystkie wymienione modyfikacje miały na celu poprawę odporności dźwigni na działanie zmian wilgotności poprzez zmniejszenie chłonięcia. W celu sprawdzenia skuteczności tych zabiegów wykonano badania wpływu wilgotności na gotowym docelowym mechanizmie. Zmontowano mechanizm na dźwigni niepolerowanej, skręcanej i dokonano pomiaru wpływu wilgotności w komorze, w której utrzymywano stałą temperaturę, w ciągu 20 godzin; przy tym celowo dokonano zmiany wilgotności o 10%. Obserwowano dryft zera komparatora. Następnie w tym samym mechanizmie wymieniono dźwignię na monolityczną (rys. 47), po czym dokonano identycznego pomiaru. Eksperyment powtórzono 5 razy. Wyniki przedstawiono poniżej w Tabeli 4.

Warunki pomiaru:

- czas stabilizacji 12 h,
- temperatura 22°C ($\pm 0,15^\circ\text{C}$),
- wilgotność początkowa 52% ($\pm 0,5\%$),
- wilgotność końcowa 62% ($\pm 0,5\%$),
- czas testu 20 godzin.

L.p.	Mechanizm z dźwignią skręcaną	Mechanizm z dźwignią monolityczną
	Zmiana zera [mg]	Zmiana zera [mg]
1	21,365	5,274
2	20,542	4,966
3	21,873	5,517
4	20,823	5,063
5	21,005	4,842
ŚREDNIA	21,1216	5,1324

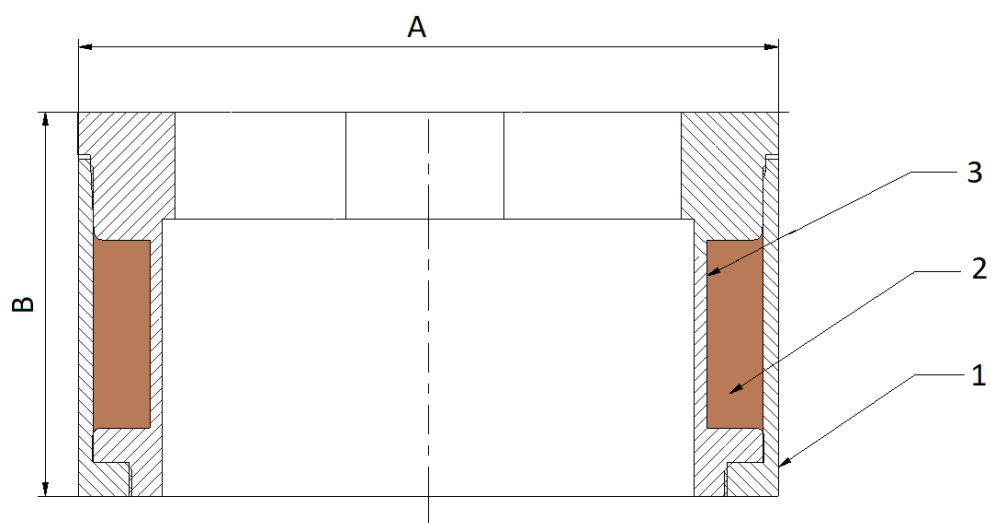
Tabela 4: Wyniki wpływu zmian wilgoci na dźwignię mechanizmu.

Jak widać z danych, przedstawionych w Tabeli 4, wpływ zmiany wilgoci dzięki modyfikacji dźwigni przełożenia zmniejszył się prawie czterokrotnie. W ten sposób została potwierdzona słuszność obranego kierunku optymalizacji elementów komparatora.

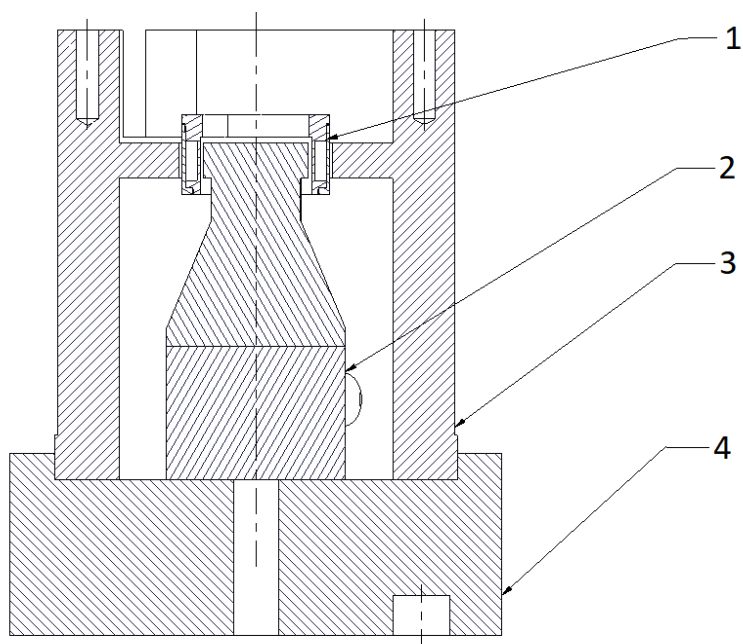
3.3 Budowa cewki i siłownika magnetoelektrycznego

Jednym z głównych czynników, powodujących rozrzuty wskazań w urządzeniach ważących, są zmiany masy elementów mechanizmu. Cewka jest elementem najczęściej narażonym na największe zmiany masy, powodowane zmianą wilgotności, ponieważ ma dużą powierzchnię chłonną. Poza tym cewka znajduje się w punkcie dźwigni najbardziej oddalonym od punktu podparcia, co oznacza, że jest w punkcie o największym przełożeniu.

Dla budowanego urządzenia zaprojektowana została specjalna cewka, oznaczona symbolem S10, której schemat pokazano na rysunku 48. Rysunek 49 ukazuje cały zespół siłownika wraz z cewką S10. Jej wymiary są mniejsze niż w przypadku najmniejszej stosowanej do tej pory w znanych nam wagach i komparatorach masy. Drut miedziany w otulinie został zabezpieczony dodatkowo specjalnie zaprojektowanym pierścieniem, ograniczającym chłonięcie wilgoci, a co za tym idzie, zmianę masy cewki. Wpływ tych zmian konstrukcyjnych na wyniki pomiarów opisano w dalszej części pracy.



Rysunek 49: Schemat cewki: 1 – pierścień ochronny; 2 – drut nawojowy; 3 – korpus cewki
 dla cewki S10: $A=16,5$ mm, $B=9$ mm
 dla cewki S20: $A=30$ mm, $B=12$ mm
 (źródło: opracowanie własne).



Rysunek 50: Schemat zespołu siłownika wraz z cewką S10 chronioną: 1 – cewka S10 chroniona; 2 – magnes; 3 – korpus; 4 – podstawa korpusu (źródło: opracowanie własne).

Zastosowano innowacyjny magnes samarowo-kobaltowy, głównie ze względu na stabilność jego pozostałości magnetycznej i powiązanej z nią pola magnetycznego

w różnych temperaturach. Tego typu magnesy mają znaczenie środowiskowe w zakresie konwersji energii ze źródeł odnawialnych (Trench i Sykes, 2020) i możliwość recyklingu (Orefice i inni, 2019). Stabilność termiczna standardowych magnesów Sm-Co jest godna uwagi, ponieważ zmiana wartości ich pozostałości magnetycznej przy wzroście temperatury o 100°C jest zwykle mniejsza niż 3% (Krishnan, 2010). Aby zapewnić jeszcze lepszą termiczną stabilność urządzenia, zastosowano zmodyfikowany magnes Sm-Co. Taki magnes został wynaleziony przez firmę Electron Energy Corporation (dostawcy magnesów stałych dla NASA) we współpracy z University of Dayton i University of Delaware (Chen i inni, 2002; Hadjipanayis i inni, 2006). W przypadku zastosowań kosmicznych istotną była dobra stabilność temperaturowa w szerokim zakresie temperatur. Do celów metrologicznych potrzebne było uzyskanie jeszcze większej stabilności termicznej, ale w węższym zakresie temperatur, typowym dla warunków eksploatacyjnych komparatora. Dodanie drugiego metalu ziem rzadkich do samaru spowodowało konkurencyjne oddziaływania ferro- i antyferromagnetyczne. W konsekwencji w zakresie temperatury pokojowej odwracalny współczynnik temperaturowy (ang. *reversible temperature coefficient*, RTC) resztkowego namagnesowania przyjmuje wartości bliskie zeru, tj. rzędu $\pm 10^{-5}$ (Chen i inni, 2002; Hadjipanayis i inni, 2006). Użycie takiego magnesu pozwoliło na prawie całkowite wyeliminowanie błędów pomiarowych, które mogą wynikać ze zmienności siły magnetycznej, wywołanej zmianą temperatury w wąskim zakresie zmian temperatury w laboratorium.

Korpus siłownika wykonany został ze stali ARMCO2, która ma bardzo dobre właściwości magnetyczne, tzn. ma duże namagnesowanie nasycenia, małą koercję oraz dużą remanencję i podatność magnetyczną (American Rolling Mill Company, 2019). Czyste żelazo ARMCO należy do grupy stali niskowęglowych magnetycznie miękkich. To wyjątkowy wyrób stalowy, w którego skład wchodzi co najmniej 99,85% żelaza (skład chemiczny podano w Tabeli 5). Materiał pozbawiony jest prawie wszystkich naturalnych zanieczyszczeń i używany jest w wielu światowych projektach ze względu na swoje właściwości (Muñoz i inni, 2017; Poojitha i inni, 2021).

Skład [%]	C	Mn	Si	Mo	P	S	Cr	Ni	Cu	N	Al.	Sn	Co	O
ARMCO2	0,01	0,1	*	0,02	0,01	0,008	0,03	0,03	0,03	0,006	0,005	0,01	/	/

Tabela 5: Skład chemiczny stali ARMCO 2.

W siłowniku zastosowano również bocznik magnetyczny w celu redukcji zmiany remanencji magnesu od zmian temperatury. Procedura kompensacji temperatury

z odpowiednim bocznikiem magnetycznym znacząco podnosi stabilność termiczną pola magnetycznego w szczeliny powietrznej (Szumiata i Gzik-Szumiata, 2015).

Kompensacja zmian temperaturowych siłownika

Siłownik również został wyposażony w bocznik w obwodzie magnetycznym do stabilizacji temperaturowej, czyli w czujnik temperatury z rozdzielczością 0,01°C, rejestrujący zmiany temperatury. Oprogramowanie urządzenia rejestruje zmiany temperatury siłownika i wyposażone jest w specjalny mod kompensujący jej wpływ na zmianę wyników ważenia (dryft), zależnych od zmian temperatury .

Wyniki badań dla chłonności różnych rodzajów cewek

W Tabelach 6 – 8 i na rysunku 50 przedstawiono wyniki badań chłonności, czyli zmiany masy cewki przy zmianie wilgotności. Badaniami objęto trzy rodzaje cewek: S20 chronioną pierścieniem zabezpieczającym, S10 niechronioną pierścieniem i S10 chronioną pierścieniem. Każdego rodzaju cewek wykonano po 10 egzemplarzy i określono wpływ zmiennej wilgotności na masę cewek według metody: stabilizacja w temperaturze 25°C o wilgotności powietrza 50%, czas stabilizacji >24 godziny, następnie pomiar masy (m_1), potem zmiana wilgotności do 70% przy zachowaniu stałej temperatury i stabilizacja w czasie 23 godzin; na końcu ponownie pomiar masy (m_2) i obliczenie różnicy Δm .

Nr cewki	Zmiana masy Δm podczas badania [mg]
1	0,156
2	0,163
3	0,167
4	0,161
5	0,159
6	0,154
7	0,152
8	0,151
9	0,143
10	0,129
Średnia $\overline{\Delta m}$	0,149

Tabela 6: Wyniki pomiarów dla cewki S20 chronionej pierścieniem uszczelniającym.

Nr cewki	Zmiana masy Δm podczas badania [mg]
1	0,346
2	0,346
3	0,399
4	0,390
5	0,312
6	0,331
7	0,374
8	0,378
9	0,362
10	0,348
Średnia $\overline{\Delta m}$	0,3586

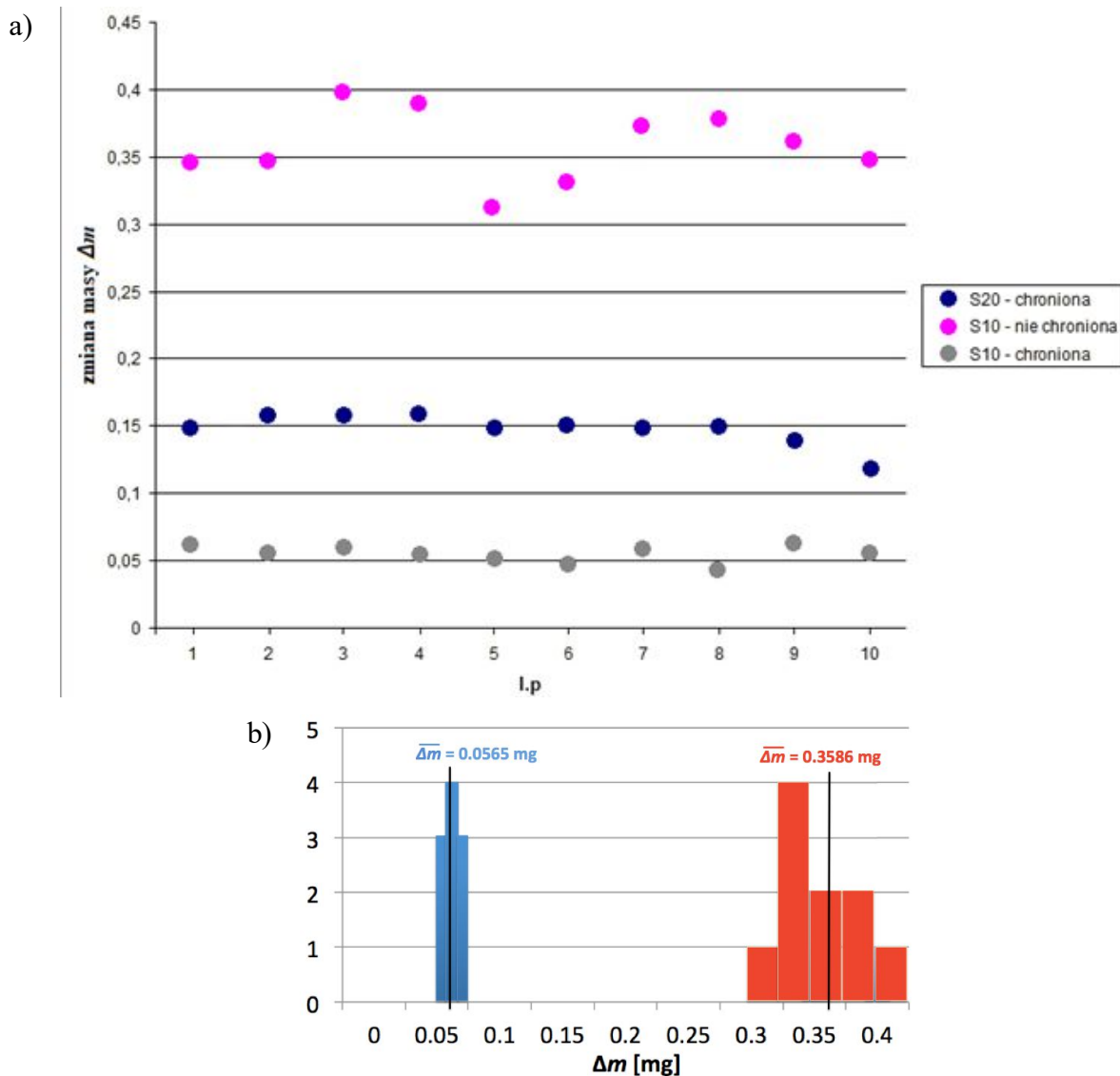
Tabela 7: Wyniki pomiarów dla cewki S10 niechronionej pierścieniem uszczelniającym.

Nr cewki	Zmiana masy Δm podczas badania [mg]
1	0,064
2	0,057
3	0,061
4	0,055
5	0,052
6	0,048
7	0,060
8	0,045
9	0,066
10	0,057
Średnia $\overline{\Delta m}$	0,0565

Tabela 8: Wyniki pomiarów dla cewki S10 chronionej pierścieniem uszczelniającym.

Konstrukcja cewki	S10 chroniona	S10 niechroniona	S20 chroniona
Średnia zmiana masy $\overline{\Delta m}$	0,0565	0,3586	0,149
Odchylenie standardowe s	0,00672	0,02709	0,0120
Min.	0,045	0,312	0,12
Max.	0,066	0,399	0,16
Zakres R	0,021	0,087	0,04
$t_{\alpha, n-1} \times s$	0,02184	0,0881	0,0389

Tabela 9: Statystyka zmian masy [mg] dla różnych konstrukcji cewek.

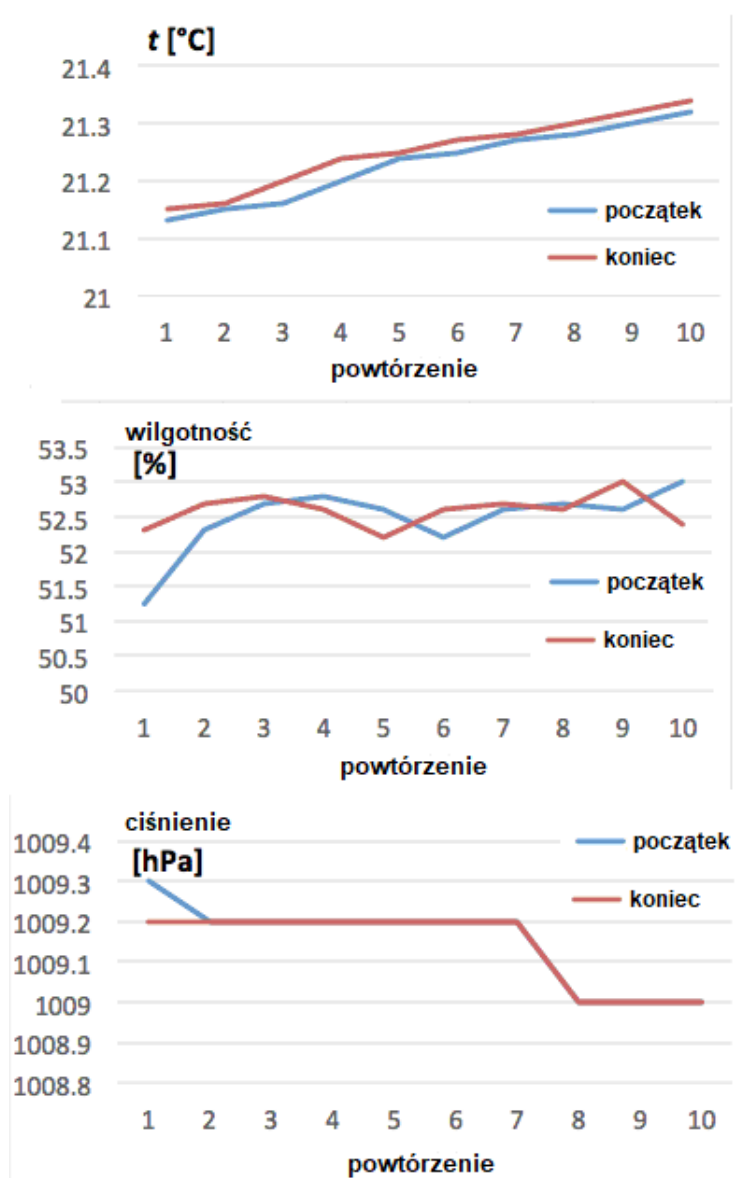


Rysunek 51: Wyniki pomiarów zmiany masy cewek przy zmianie wilgotności: a) wykresy wartości Δm dla poszczególnych pomiarów, b) histogramy dla cewki S10 chronionej (niebieski) i niechronionej (czerwony) (źródło: opracowanie własne)

Średnia zmienność masy cewki S10 z pierścieniem spadła do 16% wartości uzyskanej dla takiej samej cewki niezabezpieczonej. Ponadto pierścień ochronny znacznie zmniejszył dyspersję otrzymanych wartości. W przypadku większej średnicy cewki S20 z zabezpieczeniem średnia zmiana masy jest prawie trzykrotnie większa niż zabezpieczonej cewki S10 ze względu na większą powierzchnię sorpcji, podczas gdy rozrzut wskazań R wzrósł tylko dwukrotnie.

Wyniki wykazały ważną zaletę nowatorskiej konstrukcji cewki, która zmniejszyła zmienność masy wywołaną sorpcją i odpowiednio – błędy pomiaru masy. W doświadczeniach została zadana bardzo duża różnica wilgotności w celu uzyskania wiarygodnych wyników. W normalnych warunkach laboratoryjnych, w których projektowany

komparator miały pracować, wilgotność podczas procedury pomiarowej nie powinna zmieniać się nie więcej niż o jeden procent. Na rysunku 51 przedstawiono wykresy zarejestrowanej temperatury, wilgotności i ciśnienia atmosferycznego podczas typowego cyklu kalibracyjnego, gdzie dla każdego cyklu wartość początkowa oznaczona jest linią niebieską, a wartość końcowa – czerwoną. Po 10 powtórzeniach pełnego cyklu kalibracji zarejestrowano maksymalne przesunięcia temperatury 0,05°C, wilgotności względnej 1,0% i ciśnienia 0,1hPa pomiędzy momentem początkowym a końcowym. Średnia zmiana wilgotności względnej w ciągu 10 cykli wyniosła 0,12%.



Rysunek 52: Zarejestrowana temperatura, wilgotność i ciśnienie atmosferyczne podczas typowego cyklu kalibracji, powtórzonych 10 razy (źródło: Solecki, Szumiata, Rucki, 2021)

Ponieważ wzrost wilgotności względnej z 50% do 70% po 23 godzinach stabilizacji spowodował wzrost masy odpowiednio o 57 μg i 149 μg dla zabezpieczonych cewek S10 i S20, można przyjąć, że wpływ zmiany wilgotności o 0,12% w ciągu kilkunastu minut jest znikomy. W trakcie pracy komparatora zmienność masy spowodowana tą niewielką wartością przesunięcia wilgotności można traktować jako składową zmienności urządzenia *EV* (Solecki i inni, 2021).

4. Wyniki badań parametrów metrologicznych komparatora

Komparatory masy są urządzeniami przeznaczonymi do wyznaczania różnicy pomiędzy masą wzorca badanego (B) a znaną masą wzorca odniesienia (A). Komparatory są najczęściej stosowane w laboratoriach pomiarowych do wzorcowania wzorców masy, odważników i różnego rodzaju obciążników technologicznych. Na dokładność pomiarową komparatora mają szczególny wpływ warunki środowiskowe, takie jak temperatura powietrza i wilgotność względna powietrza oraz ich zmiany w czasie, a także wszelkiego rodzaju podmuchy i zawirowania powietrza oraz wibracje pochodzące ze źródeł zewnętrznych.

Mimo że komparatory nie podlegają prawnej kontroli metrologicznej i nie ma w stosunku do nich bezpośredniego zastosowania norma EN 45501 (2015), podstawowe charakterystyki metrologiczne można definiować na podstawie przytoczonej wyżej normy.

Działka elementarna d , której definicja znajduje się w punkcie T.3.2.2 normy PN-EN 45501 (2015), jest to wyrażona w jednostkach masy wartość różnicy między wartościami odpowiadającymi dwóm sąsiednim wskazaniom podziałki przy wskazaniu analogowym lub różnicy między wartościami dwóch kolejnych wskazań przy wskazaniu cyfrowym.

Obciążenie maksymalne Max (p. T.3.1.1) jest to maksymalna zdolność ważenia bez uwzględnienia granicy zakresu dodającego urządzenia tarującego. W przypadku komparatora będzie to maksymalna masa, jaka może być wzorcowana na danym komparatorze.

Rozrzut wskazań według Międzynarodowego Słownika Metrologii (fr. *Vocabulaire international de métrologie*, VIM) jest to precyzja pomiaru w warunkach powtarzalności pomiaru. Według definicji T.4.3 opisanej w normie PN-EN 45501 (2015) rozrzut wskazań jest to zdolność do wskazywania zgodnych ze sobą wyników, gdy ten sam ładunek jest umieszczany kilka razy na nośni ładunku niemal w jednakowy sposób i w możliwie stałych warunkach badań. Rozrzut wskazań wyrażony ilościowo za pomocą odchylenia standardowego jest najważniejszym parametrem metrologicznym komparatora.

Odchylenie standardowe komparatora wyznaczone jest dla różnic wskazań r pomiędzy odważnikiem badanym B a wzorcem odniesienia A dla określonej ilości n serii ABBA. Odchylenie standardowe jest najczęściej stosowanym kryterium akceptacji komparatora podczas wzorcowania i/lub sprawdzania. Parametr ten podawany jest również w kartach katalogowych producentów komparatorów.

Zakres równoważenia elektrycznego jest to zakres pracy urządzenia, w jakim odbywa się proces pomiaru (zakres ważenia). Typowy zakres równoważenia elektrycznego komparatorów różni się zasadniczo od zakresu równoważenia elektrycznego wag.

4.1 Badanie rozrzutu wskazań

Procedura polegała na wyznaczeniu parametru rozrzutu wskazań komparatorów dla 6 cykli metodą ABBA. Różnicę wskazań r_i dla metody ABBA dla każdej p -tej serii pomiarów wyznaczono z równania (41).

$$r_p = \frac{\left[(B_p^{AB} - A_p^{AB}) + (B_p^{BA} - A_p^{BA}) \right]}{2}, \quad (41)$$

gdzie $B_p^{AB} - A_p^{AB}$ – to różnica mas w podsekwencji (ang. *subsequence*) AB , a $B_p^{BA} - A_p^{BA}$ – to różnica mas w podsekwencji BA .

Na podstawie otrzymanych różnic obliczono odchylenie standardowe dla wielkości r według wzoru (42):

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{p=1}^q (r_p - \bar{r}_j)^2}{q-1}}, \quad (42)$$

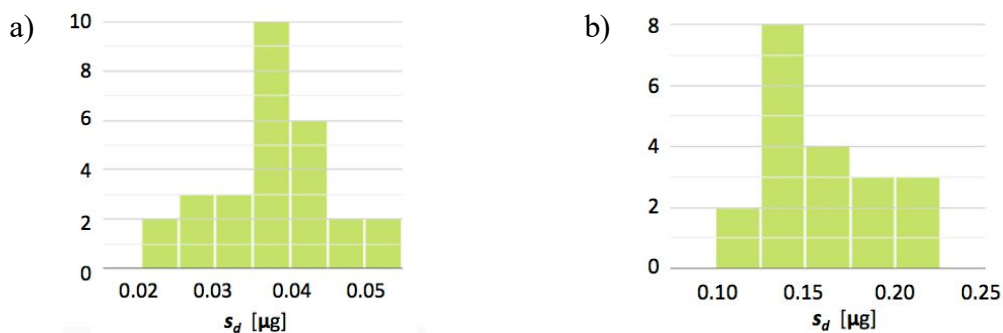
gdzie:

- r_p – różnica średnich $B - A$ p -tego pomiaru,
- średnia arytmetyczna różnic dla q wyników pomiarów.

$$\bar{r}_j = \frac{1}{q} \times \sum_{p=1}^q r_p, \quad (43)$$

gdzie: q – liczba pomiarów (serii $ABBA$).

Każdy z pomiarów został wykonany 20-krotnie dla każdej z badanych mas. Za pomocą testu Shapiro – Wilka dokonano oceny charakteru rozkładu zmiennej losowej, która nie wykazała podstaw do odrzucenia hipotezy o normalności rozkładu. W związku z tym można przyjąć, że niepewność standardowa jest równa odchyleniu standardowemu. Przykład histogramu dla odchyłeń standardowych s_d wyników uzyskanych za pomocą badanego innowacyjnego komparatora NANO.AK-4/500 wraz z histogramem dla urządzenia UMA-5 pokazano na rysunku 52 (Solecki i inni, 2022).



Rysunek 52: Histogramy odchyłeń standardowych dla powtórzeń pomiaru masy 0,2 mg:

a) NANO.AK-4/500, b) UMA-5 (źródło: opracowanie własne; Solecki i in., 2022).

Została obliczona też średnia s_r z otrzymanych 20 odchyłeń standardowych s_d .

Dla celów porównawczych przeprowadzono badanie rozrzutu wskazań tych samych wzorców masy na komercyjnym komparatorze automatycznym o najwyższej dostępnej rozdzielczości pomiarowej UMA-5 z działką odczytową równą 0,1 µg. Dane obu badanych komparatorów zebrano w Tabeli 11, a charakterystyki wzorców w Tabeli 12.

Nazwa	NANO.AK-4/500	UMA-5
Działka odczytowa d	0,01 µg	0,1 µg
Maksymalny udźwig	510 mg	5,1 g
Magazyn wzorców	4 pozycje	36 pozycji

Tabela 10: Komparatory masy biorące udział w badaniach rozrzutu wskazań

Wzorzec referencyjny	Klasa	Błąd [mg]	Wzorzec testowy	Klasa	Błąd [mg]
2 mg	E1	±0,003	2 mg	E1	±0,003
1 mg	E1	±0,003	1 mg	E1	±0,003
0,5 mg	-	±0,0015	0,5 mg	-	±0,002
0,2 mg	-	±0,001	0,2 mg	-	±0,0015
0,1 mg	-	±0,001	0,1 mg	-	±0,0015

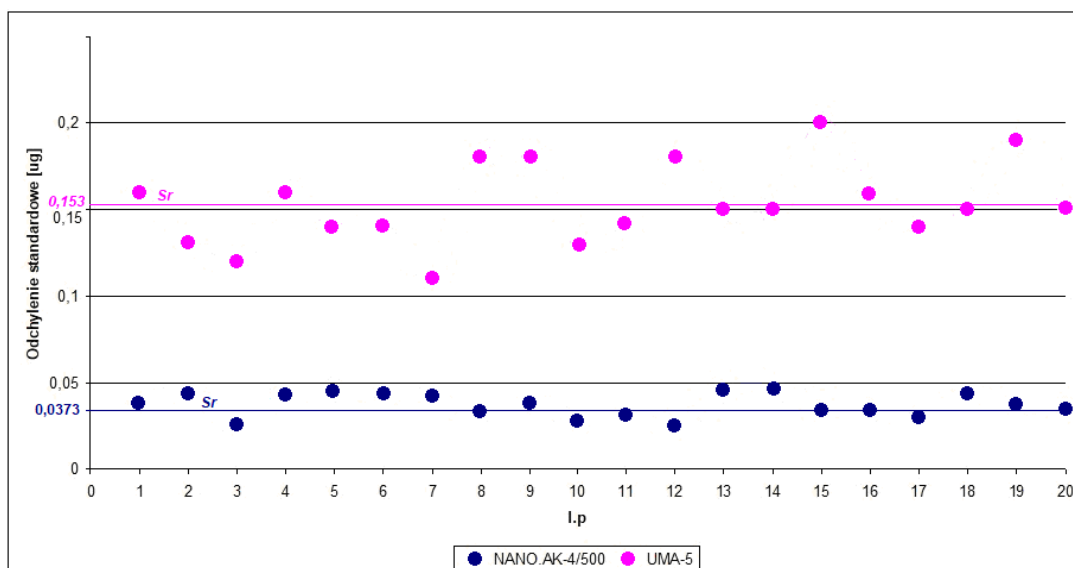
Tabela 11: Wzorce wykorzystane podczas badania rozrzutu wskazań komparatorów.

4.1.1 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 2 mg

W Tabeli 13 i na rysunku 53 przedstawiono porównanie rozrzutu wskazań dla masy 2 mg dla komparatorów NANO.AK-4/500 i UMA-5, z 20 serii pomiarowych dla 6 cykli ABBA. Pełne zestawienie wyników znajduje się w załączniku 1 i 2.

L.p.	NANO.AK-4/500 Odchylenie standardowe s_d [μg]	UMA-5 [μg] Odchylenie standardowe s_d [μg]
1	0,038	0,16
2	0,044	0,13
3	0,026	0,12
4	0,044	0,16
5	0,045	0,14
6	0,044	0,14
7	0,041	0,11
8	0,033	0,18
9	0,038	0,18
10	0,028	0,13
11	0,031	0,14
12	0,025	0,18
13	0,045	0,15
14	0,047	0,15
15	0,035	0,2
16	0,034	0,16
17	0,031	0,14
18	0,044	0,15
19	0,038	0,19
20	0,035	0,15
ŚREDNIA s_r	0,0373	0,153

Tabela 12: Odchylenia standardowe wyników komparacji masy 2 mg z 20 serii pomiarowych



Rysunek 53: Zestawienie graficzne uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 2 mg z 20 serii pomiarowych (źródło: opracowanie własne)

Jak wynika z Tabeli 14 i wykresów na rysunku 53, dla masy 2 mg rozrzut wskazań komparatora NANO.AK-4/500 jest około 3-4 krotnie mniejszy niż dla komparatora UMA-5. Średni rozrzut wskazań dla komparatora UMA-5 wynosi 0,153 µg, natomiast dla komparatora NAO.AK-4/500 wartość ta wynosi 0,0373 µg.

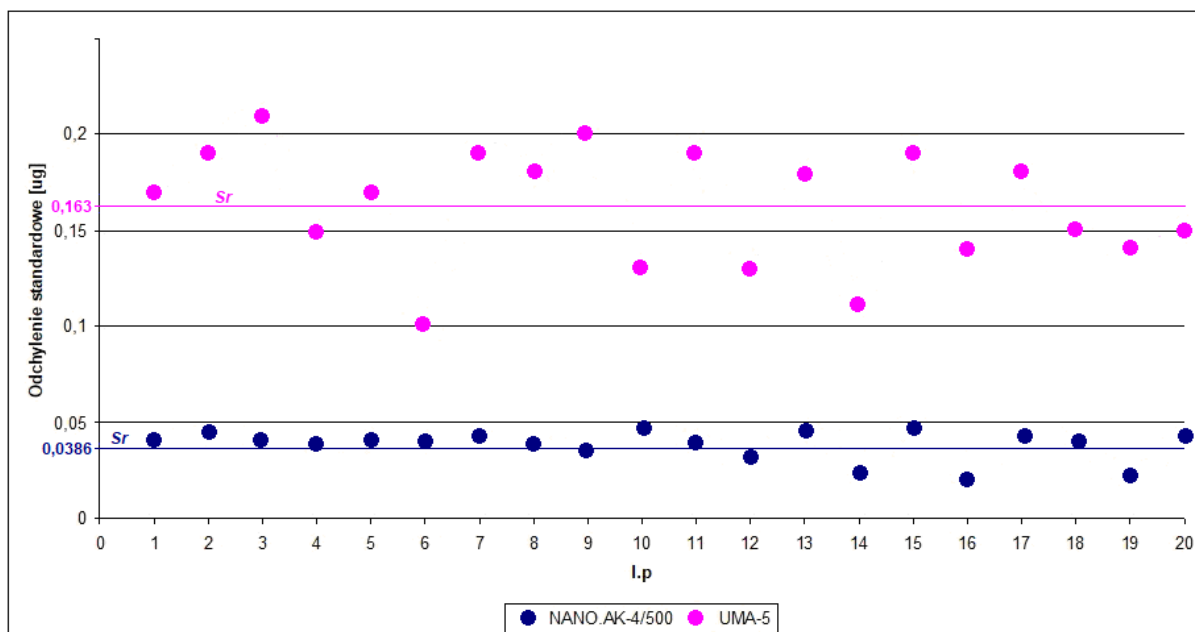
4.1.2 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 1 mg

W Tabeli 14 przedstawiono porównanie rozrzutu wskazań dla masy 1 mg, dla komparatorów NANO.AK-4/500 i UMA-5 z 20 serii pomiarowych dla 6 cykli ABBA. Dokładne zestawienie wyników znajduje się w załączniku 3 i 4. Na rysunku 54 przedstawiono wyniki graficznie.

L.p.	NANO.AK-4/500 Odchylenie standardowe s_d [µg]	UMA-5 [µg] Odchylenie standardowe s_d [µg]
1	0,040	0,17
2	0,045	0,19
3	0,041	0,21
4	0,039	0,15
5	0,040	0,17
6	0,040	0,10
7	0,043	0,19
8	0,039	0,18

9	0,036	0,20
10	0,047	0,13
11	0,040	0,19
12	0,032	0,13
13	0,047	0,18
14	0,024	0,11
15	0,048	0,19
16	0,02	0,14
17	0,043	0,18
18	0,041	0,15
19	0,022	0,14
20	0,045	0,15
ŚREDNIA s_r	0,0386	0,163

Tabela 13: Odchylenia standardowe dla komparacji masy 1 mg z 20 serii pomiarowych.



Rysunek 54: Zestawienie uzyskanych odchyleń standardowych dla masy 1 mg z 20 serii pomiarowych (źródło: opracowanie własne)

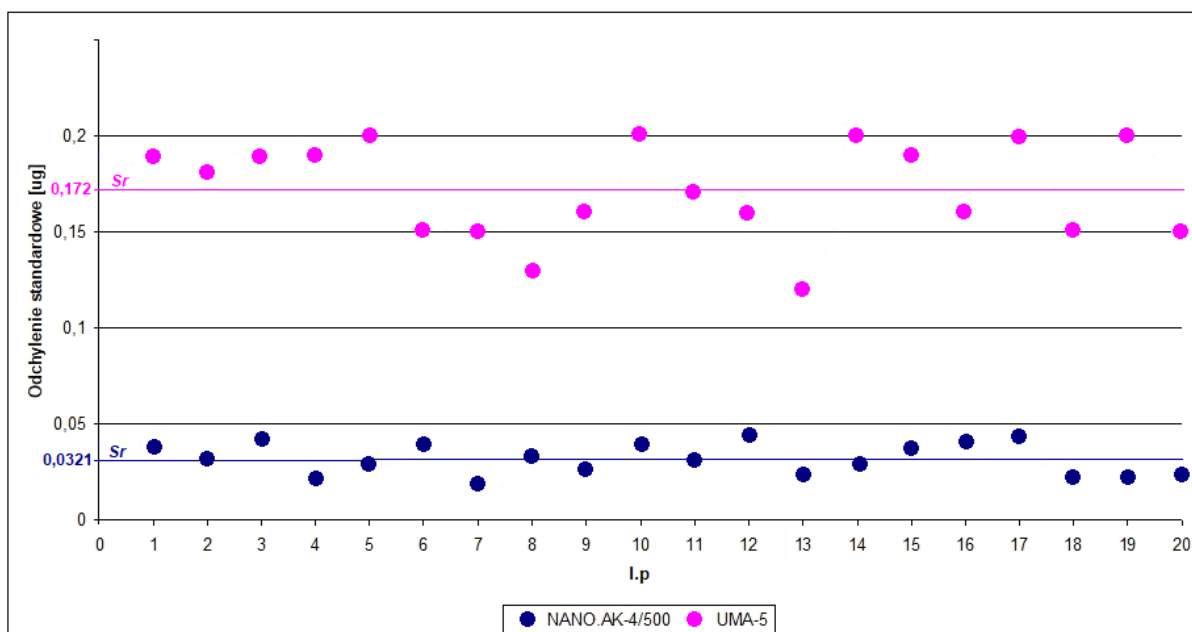
Z analizy Tabeli 14 i wykresów na rysunku 54 wynika, że dla masy 1 mg rozrzut wskazań komparatora NANO.AK-4/500 jest około 3-4-krotnie mniejszy niż dla komparatora UMA-5. Średni rozrzut wskazań dla komparatora UMA-5 wynosi 0,163 µg, natomiast dla komparatora NAO.AK-4/500 wartość ta wynosi 0,0386 µg.

4.1.3 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg

W Tabeli 15 i na rysunku 55 przedstawiono porównanie rozrzutu wskazań dla masy 0,5 mg dla komparatorów NANO.AK-4/500 i UMA-5 z 20 serii pomiarowych dla 6 cykli ABBA. Dokładne zestawienie wyników znajduje się w załączniku 5 i 6.

L.p.	NANO.AK-4/500 Odchylenie standardowe s_d [μg]	UMA-5 [μg] Odchylenie standardowe s_d [μg]
1	0,039	0,19
2	0,032	0,18
3	0,043	0,19
4	0,021	0,19
5	0,029	0,20
6	0,039	0,15
7	0,019	0,15
8	0,034	0,13
9	0,026	0,16
10	0,039	0,20
11	0,031	0,17
12	0,044	0,16
13	0,024	0,12
14	0,029	0,20
15	0,037	0,19
16	0,041	0,16
17	0,044	0,20
18	0,023	0,15
19	0,023	0,20
20	0,024	0,15
ŚREDNIA s_r	0,0321	0,172

Tabela 14: Odchylenia standardowe dla masy 0,5 mg z 20 serii pomiarowych.



Rysunek 55: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,5 mg z 20 serii pomiarowych (źródło: opracowanie własne)

Z analizy danych zawartych w Tabeli 15 i wykresów na rysunku 55 możemy wysnuć wnioski, że również w przypadku masy 0,5 mg rozrzut wskazań dla komparatora NANO.AK-4/500 jest około 3-4-krotnie mniejszy niż dla komparatora UMA-5. Średni rozrzut wskazań dla komparatora UMA-5 wynosi 0,172 µg, natomiast dla komparatora NAO.AK-4/500 wartość ta wynosi 0,0321 µg.

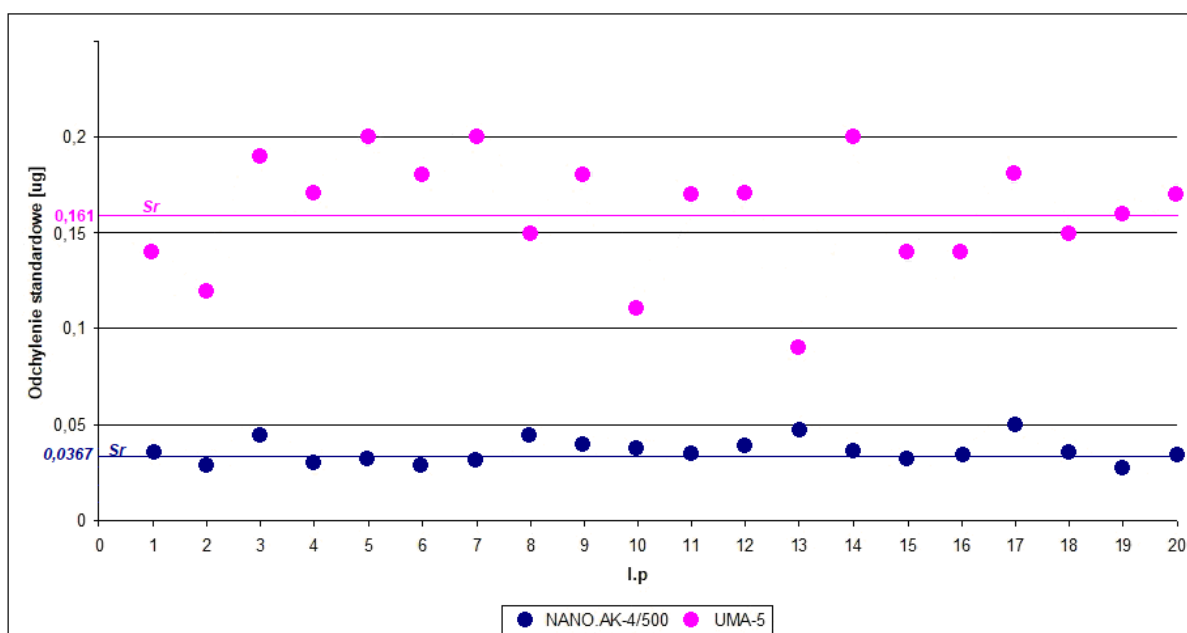
4.1.4 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg

W Tabeli 16 i na rysunku 56 przedstawiono porównanie rozrzutów wskazań dla masy 0,2 mg dla komparatorów NANO.AK-4/500 i UMA-5 z 20 serii pomiarowych dla 6 cykli ABBA. Dokładne zestawienie wyników znajduje się w załącznikach 7 i 8.

L.p.	NANO.AK-4/500 Odchylenie standardowe s_d [µg]	UMA-5 [µg] Odchylenie standardowe s_d [µg]
1	0,036	0,14
2	0,030	0,12
3	0,045	0,19
4	0,031	0,17
5	0,033	0,20
6	0,029	0,18
7	0,032	0,20

8	0,045	0,15
9	0,040	0,18
10	0,038	0,11
11	0,035	0,17
12	0,039	0,17
13	0,048	0,09
14	0,037	0,20
15	0,033	0,14
16	0,035	0,14
17	0,050	0,18
18	0,036	0,15
19	0,027	0,16
20	0,034	0,17
ŚREDNIA s_r	0,0367	0,161

Tabela 15: Wyniki odchyłeń standardowych dla masy 0,2 mg z 20 serii pomiarowych.



Rysunek 56: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,2 mg z 20 serii pomiarowych (źródło: opracowanie własne)

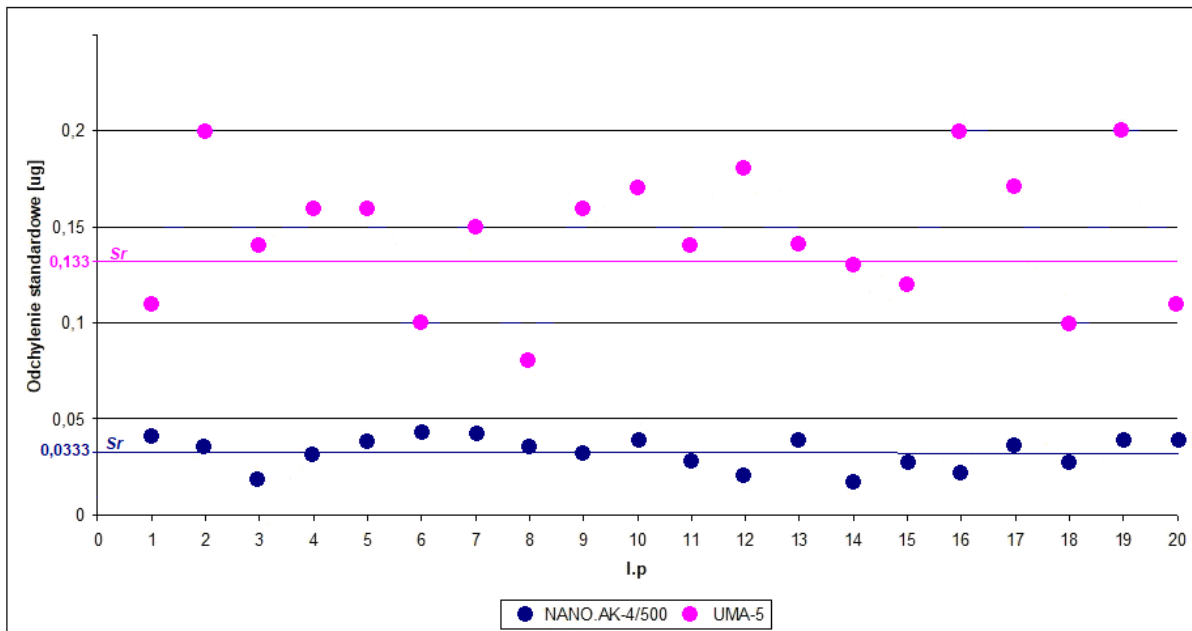
Z analizy danych, zawartych w Tabeli 16 i na wykresach z rysunku 56 dla masy 0,2 mg można wnioskować, że rozrzut wskazań dla komparatora NANO.AK-4/500 jest około 3-4 razy mniejszy niż dla komparatora UMA-5. Średni rozrzut wskazań dla komparatora UMA-5 wynosi 0,161 µg, natomiast dla komparatora NAO.AK-4/500 wartość ta wynosi 0,0367 µg.

4.1.5 Odchylenia standardowe wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg

W Tabeli 17 i na rysunku 57 przedstawiono rozrzuty wskazań dla masy 0,1 mg dla komparatorów NANO.AK-4/500 i UMA-5 z 20 serii pomiarowych dla 6 cykli ABBA. Dokładne zestawienie wyników znajduje się w załączniku 9 i 10.

L.p.	NANO.AK-4/500 Odchylenie standardowe s_d [μg]	UMA-5 [μg] Odchylenie standardowe s_d [μg]
1	0,041	0,11
2	0,036	0,02
3	0,019	0,14
4	0,032	0,16
5	0,039	0,16
6	0,043	0,01
7	0,043	0,15
8	0,036	0,08
9	0,033	0,16
10	0,039	0,17
11	0,028	0,14
12	0,021	0,18
13	0,04	0,14
14	0,019	0,13
15	0,028	0,12
16	0,023	0,2
17	0,037	0,17
18	0,028	0,1
19	0,04	0,2
20	0,04	0,11
ŚREDNIA s_r	0,0333	0,133

Tabela 16: Wyniki odchyłeń standardowych dla masy 0,1 mg z 20 serii pomiarowych.



Rysunek 57: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,1 mg z 20 serii pomiarowych (źródło: opracowanie własne)

Jak pokazuje wykres (rysunek 57), w przypadku masy 0,1 mg rozrzut wskazań dla komparatora NANO.AK-4/500 jest około 3-4-krotnie mniejszy niż dla komparatora UMA-5. Średni rozrzut wskazań dla komparatora UMA-5 wynosi 0,133 µg, natomiast dla komparatora NAO.AK-4/500 wartość ta wynosi 0,0333 µg.

Podsumowując, można stwierdzić, że dla badanych mas w zakresie 0,1-2 mg rozrzuty wskazań komparatora UMA-5 są 3-4 razy większe niż w przypadku innowacyjnego komparatora NANO.AK-4/500. Fakt ten potwierdza słuszność postawionej tezy naukowej.

4.1.6 Analiza niepewności i obliczenie powtarzalności EV

Odchylenia standardowe wyników uzyskanych za pomocą urządzenia UMA-5 (patrz Tabele 13-17) są ok. 3 razy większe niż dla komparatora NANO.AK-4/500. Do obliczenia niepewności rozszerzonej przyjęto poziom ufności 99% typowy dla precyzyjnego pomiaru laboratoryjnego. Odpowiedni współczynnik rozszerzenia, zalecany przez (JCGM 100, 2008), wynosi $k_p = 2,576$. Wartości niepewności oszacowanej metodą A przedstawiono w Tabeli 18.

	UMA-5					NANO.AK-4/500				
Działka odczytowa d [μg]	0,1					0,01				
Masa ważona m [mg]	0,1	0,2	0,5	1	2	0,1	0,2	0,5	1	2
Niepewność standardowa $u(r_{p, sr})$ [μg]	0,133	0,161	0,172	0,163	0,153	0,033	0,037	0,032	0,039	0,037
Niepewność rozszerzona $U_{0,99}$ [μg]	0,3426	0,4147	0,4431	0,4199	0,3941	0,0858	0,0945	0,0827	0,0994	0,0961

Tabela 17: Oszacowanie niepewności dla pomiarów wzorców masy 0,1; 0,2; 0,5; 1 i 2 mg wykonanych na komparatorach NANO.AK-4/500 i UMA-5.

We wszystkich przypadkach niepewność pomiaru przyrządem NANO.AK-4/500 zmniejsza się o około 75% w porównaniu do komparatora UMA-5 i jest zbliżona dla wszystkich testowanych mas. Niezbędna jest jednak ocena powtarzalności EV (ang. *equipment variation*), z wykorzystaniem metody podobnej do procedur stosowanych w przemyśle (Dietrich i Schultze, 2011). Założono więc:

$X_{i\bullet}$ – średnia r [μg] uzyskana z 20 kolejnych powtórzeń (po 6 cyklach),

i – numer kolejnego powtórzenia od 1 do n ; w tym przypadku $n=20$,

j – liczba zmierzonych wzorców od 1 do k ; w tym przypadku $k=5$.

Wartości te podstawiono do następującego wzoru:

$$\sum E = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^k (X_{ij} - X_{i\bullet})^2, \quad (44)$$

gdzie: X_{ij} – średnia r [μg] uzyskana z pojedynczego powtórzenia (z 6 cykli ABBA).

Otrzymane $\sum E$ podstawiono do poniższego wzoru:

$$S_E^2 = \frac{1}{n(k-1)} \sum E \quad (45)$$

i ostatecznie EV dla poziomu ufności 99% obliczono w następujący sposób:

$$EV = 5,15S_E > \quad (46)$$

Obliczona tą metodą powtarzalność komparatora NANO.AK-4/500 wyniosła $EV = 0,115 \mu\text{g}$, co było bardzo zbliżone do niepewności uzyskanej dla pojedynczego r_{psr} z 6 cykli. W porównaniu z komparatorem UMA-5 poprawiono powtarzalność o około 65%, jak zaprezentowano w Tabeli 19.

	UMA-5					NANO.AK-4/500				
Działka odczytowa d [μg]	0,1					0,01				
Masa ważona m [mg]	0,1	0,2	0,5	1	2	0,1	0,2	0,5	1	2
X_i [μg]	0,9600	-2,1745	-12,930	-5,4235	-9,906	1,0291	-2,0749	-12,8300	-5,3907	-9,8211
Niepewność standardowa [μg]	0,0361	0,0719	0,0672	0,069	0,0499	0,0157	0,0131	0,0189	0,0217	0,0144
Niepewność rozszerzona $U_{0,99}$ [μg]	0,0931	0,1851	0,1731	0,1595	0,1285	0,0404	0,0338	0,0487	0,0559	0,0372
Powtarzalność EV [μg]	0,330					0,115				

Tabela 18: Wyniki analizy niepewności dla masy 0,1; 0,2; 0,5; 1 i 2 mg dla komparatora UMA-5 i NANO.AK-4/500.

Z analizy porównawczej wynika, że niepewność oszacowana dla średniej wartości z 20 powtórzeń jest mniejsza o około 75% dla pomiarów wykonanych za pomocą innowacyjnego urządzenia NANO.AK-4/500. Oznacza to, że wprowadzone zmiany konstrukcyjne rzeczywiście zredukowały wpływ wielkości zakłócających na wyniki pomiarów, umożliwiając pomiary z lepszą rozdzielczością i powtarzalnością oraz mniejszą niepewnością.

4.2 Porównanie wyników uzyskanych na komparatorze NANO.AK-4/500 w stosunku do komparatora UMA-5

Najważniejszą informacją, jaka jest uzyskiwana podczas wzorcowania wzorców masy przy użyciu komparatora, jest różnica w masie między wzorcem odniesienia a wzorcem testowym r_p . Dzięki tej informacji oraz informacji o masie wzorca odniesienia wylicza się masę wzorca testowego. Dlatego zasadne jest sprawdzenie, czy wynik uzyskiwany na nowym komparatorze pokrywa się z wynikami uzyskiwanymi na innych znanych komparatorach masy, używanych obecnie w renomowanych laboratoriach.

Porównanie wyników wzorcowania dla nowego komparatora NANO.AK-4/500 zostało wykonane w stosunku do komercyjnego komparatora UMA-5 wykorzystywanego w wielu laboratoriach masy na świecie – w tym również w narodowych instytutach metrologicznych, takich jak polski Główny Urząd Miar. Badanie polegało na przeprowadzeniu 20 serii pomiarów po 6 cykli metodą ABBA dla różnych mas na komparatorze NANO.AK-4/500, a następnie wykonanie takich samych pomiarów przy użyciu dokładnie tych samych wzorców masy na komparatorze UMA-5. Aby komparator spełnił zakładany wymóg, wynik

otrzymany na obu komparatorach powinien być jak najbardziej zbliżony do siebie. Komparator UMA-5 ma rozdzielczość 100 ng, natomiast NAO.AK-4/500 – rozdzielczość 10 ng, dlatego wynik otrzymany na komparatorze NANO.AK-4/500 powinien być dokładniejszy.

Wyniki dla różnych mas zestawiono w Tabelach 20-29, oznaczając:

r – średnią z n wyników,

s_r – średnie odchylenie standardowe z n wyników.

Aby lepiej zobrazować otrzymane wyniki, określono zakres spodziewanego wyniku. Do uśrednionego wyniku różnicy w masie między wzorcem referencyjnym a testowym dodano i odjęto średnie odchylenie standardowe, otrzymane w testach dla konkretnej badanej masy. Następnie graficznie przedstawiono te zakresy na rysunkach 58-62.

4.2.1 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg

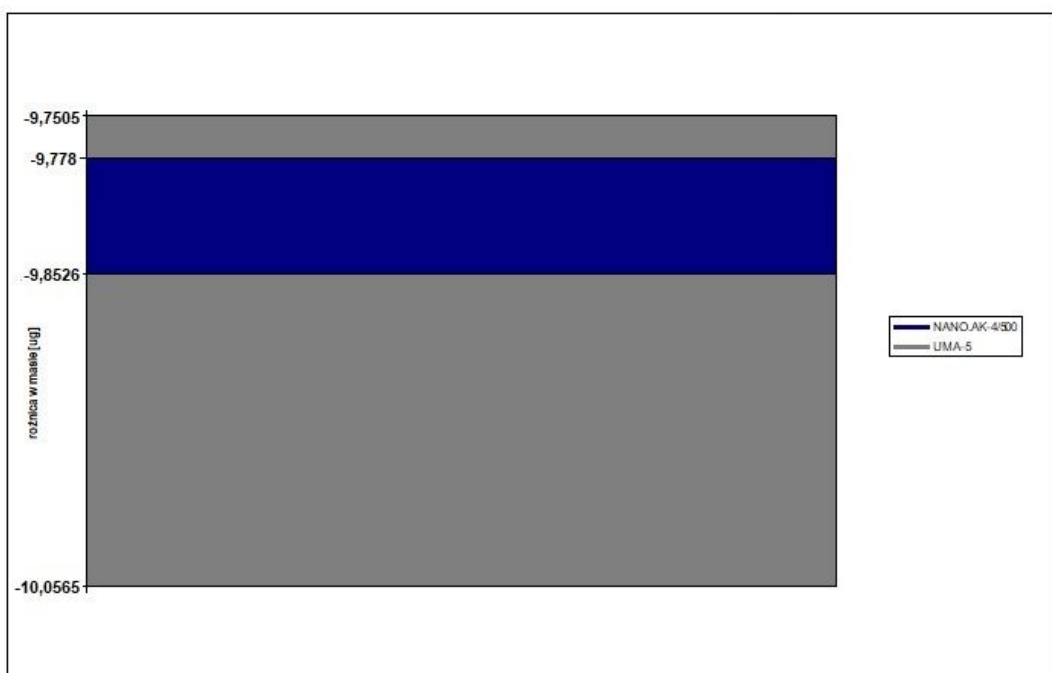
l.p	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-9,84	-9,98	-9,84	-9,96	-9,94	-9,87	-9,85	-9,86	-9,98	-9,94
NANO.AK-4/500	-9,828	-9,826	-9,828	-9,817	-9,824	-9,815	-9,829	-9,827	-9,815	-9,802

l.p	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	ŚREDNIA r
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-9,93	-9,93	-9,85	-9,92	-9,88	-9,87	-9,98	-9,85	-9,88	-9,92	-9,906
NANO.AK-4/500	-9,808	-9,813	-9,799	-9,803	-9,845	-9,797	-9,823	-9,807	-9,782	-9,818	-9,8211

Tabela 19: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg.

	NANO.AK-4/500	UMA-5
$r + s_r$ [μg]	-9,7838	-9,753
$r - s_r$ [μg]	-9,8584	-10,059

Tabela 20: Zestawienie wyników różnic w masie dla masy 2 mg między wzorcem odniesienia A a wzorcem testowym B, w stosunku do średniego odchylenia standardowego.



Rysunek 58: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg (źródło: opracowanie własne)

Wykres na rysunku 58 przedstawia zaznaczony kolorem szarym spodziewany wynik dla masy 2 mg, otrzymany na komparatorze UMA-5. Mieści się on w zakresie od $-9,7505 \mu\text{g}$ do $-10,0565 \mu\text{g}$. Natomiast kolorem ciemnym niebieskim oznaczony został spodziewany wynik otrzymany na komparatorze NANO.AK-4/500. Wynik mieści się w przedziale pomiędzy $-9,778 \mu\text{g}$ a $-9,8526 \mu\text{g}$. Analizując otrzymane dane, można powiedzieć, że otrzymany wynik w postaci różnic w masie przy badaniu za pomocą wzorca masy 2 mg jest powtarzalny, a na dodatek mieści się w zakresie 4-krotnie mniejszym niż dla komparatora UMA-5.

4.2.2 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 1 mg

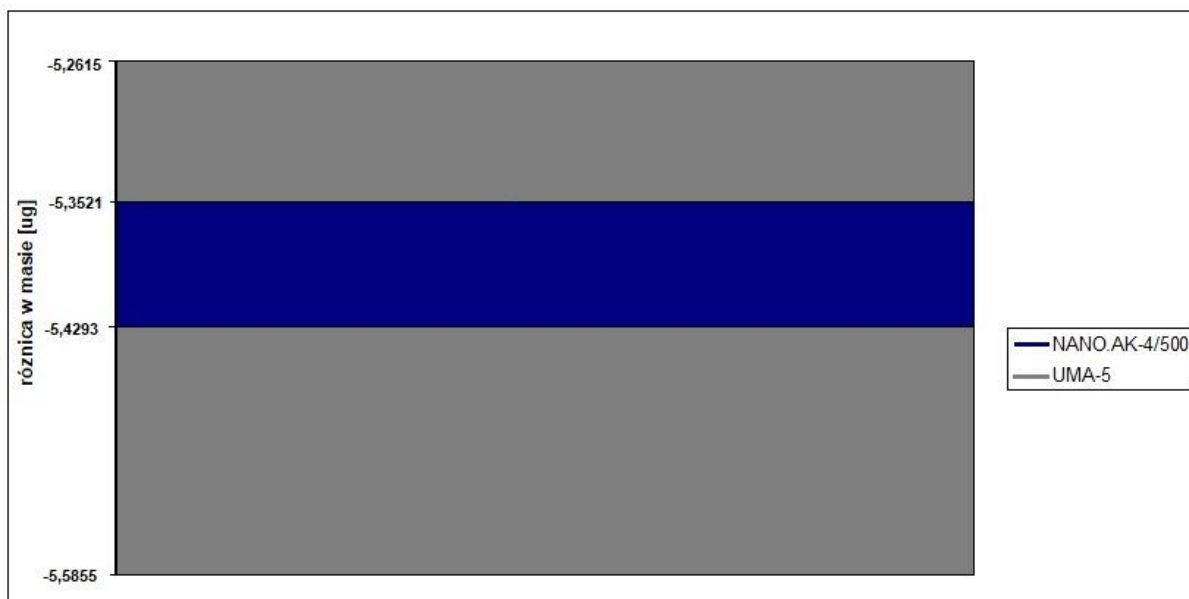
l.p	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]
UMA-5	-5,49	-5,46	-5,47	-5,45	-5,46	-5,44	-5,44	-5,49	-5,33	-5,47
NANO.AK-4/500	-5,408	-5,388	-5,419	-5,429	-5,376	-5,37	-5,401	-5,441	-5,395	-5,393

l.p	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	ŚREDNIA r
	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]	[µg]
UMA-5	-5,38	-5,42	-5,39	-5,43	-5,29	-5,33	-5,38	-5,38	-5,54	-5,43	-5,4235
NANO.AK-4/500	-5,375	-5,382	-5,393	-5,364	-5,371	-5,359	-5,367	-5,396	-5,389	-5,398	-5,3907

Tabela 21: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 1 mg.

	NANO.AK-4/500	UMA-5
$r + s_r$ [μg]	-5,3521	-5,2615
$r - s_r$ [μg]	-5,4293	-5,5855

Tabela 22: Zestawienie wyników różnic w masie 1 mg między wzorcem odniesienia *A* a wzorcem testowym *B*, w stosunku do średniego odchylenia standardowego.



Rysunek 59: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 1 mg (źródło: opracowanie własne)

Na rysunku 59 kolorem szarym zaznaczono spodziewany wynik dla masy 1 mg, otrzymany na komparatorze UMA-5; wynik mieści się w zakresie pomiędzy $-5,2615 \mu\text{g}$ a $-5,5855 \mu\text{g}$. Natomiast kolorem ciemnym niebieskim oznaczony został spodziewany wynik otrzymany na komparatorze NANO.AK-4/500, który mieści się w przedziale $-5,3521 \mu\text{g}$ a $-5,4293 \mu\text{g}$. Analizując otrzymane dane, można powiedzieć, że otrzymany wynik różnic w masie przy badaniu masą 1 mg jest powtarzalny i mieści się w zakresie 4-krotnie dokładniejszym niż dla komparatora UMA-5.

4.2.3 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg

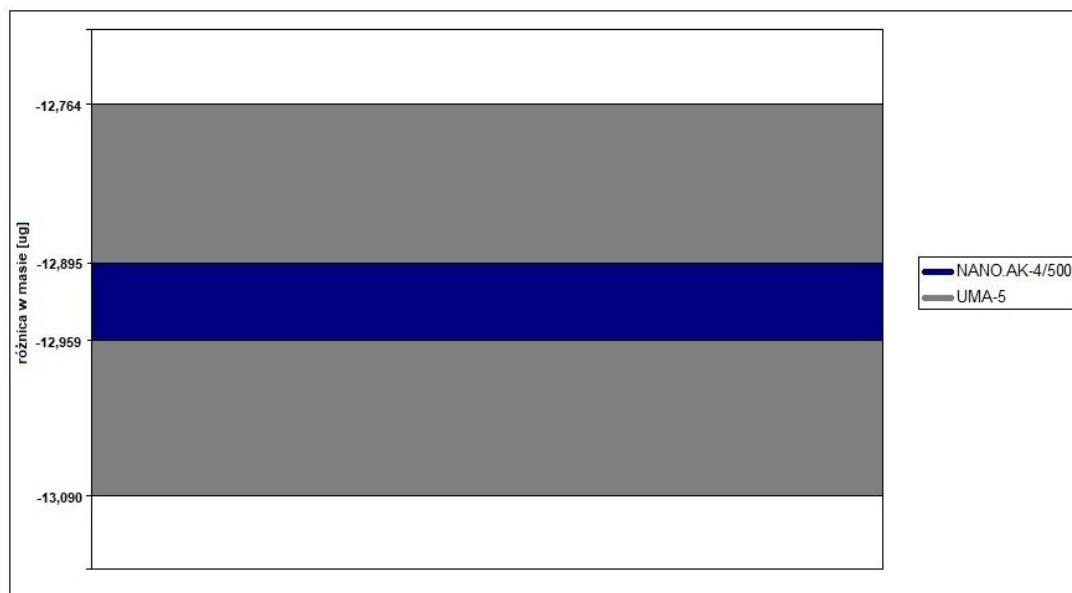
l.p	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-12,91	-12,93	-12,76	-12,87	-12,93	-12,88	-12,85	-13,01	-12,92	-12,93
NANO.AK-4/500	-12,792	-12,859	-12,831	-12,808	-12,86	-12,807	-12,814	-12,842	-12,824	-12,848

l.p	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	SREDNI A _r
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-13,06	-12,91	-12,89	-13	-12,98	-13,03	-12,9	-12,94	-12,93	-12,91	-12,927
NANO.AK-4/500	-12,829	-12,85	-12,819	-12,816	-12,833	-12,848	-12,812	-12,812	-12,828	-12,843	-12,8288

Tabela 23: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg.

	NANO.AK-4/500	UMA-5
$r + s_r$ [μg]	-12,895	-12,764
$r - s_r$ [μg]	-12,959	-13,09

Tabela 24: Zestawienie wyników różnic w masie 0,5 mg między wzorcem odniesienia *A* a wzorcem testowym *B*, w stosunku do średniego odchylenia standardowego.



Rysunek 60: Porównanie wyników porównawczych, uzyskanych dla masy 0,5 mg (źródło: opracowanie własne)

Wykres na rysunku 60 przedstawia zaznaczony kolorem szarym spodziewany wynik dla masy 0,5 mg z komparatora UMA-5, mieszczący się w zakresie między $-12,764$ μg a

-13,090 μg . Natomiast kolorem ciemnym niebieskim oznaczony został spodziewany wynik z komparatora NANO.AK-4/500; mieści się on w przedziale od -12,895 μg do -12,959 μg . Po analizie otrzymanych danych można stwierdzić, że otrzymany wynik różnic w masie przy badaniu masą 0,5 mg dla komparatora NANO.AK-4/500 mieści się w zakresie 5-krotnie dokładniejszym niż dla komparatora UMA-5.

4.2.4 Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg

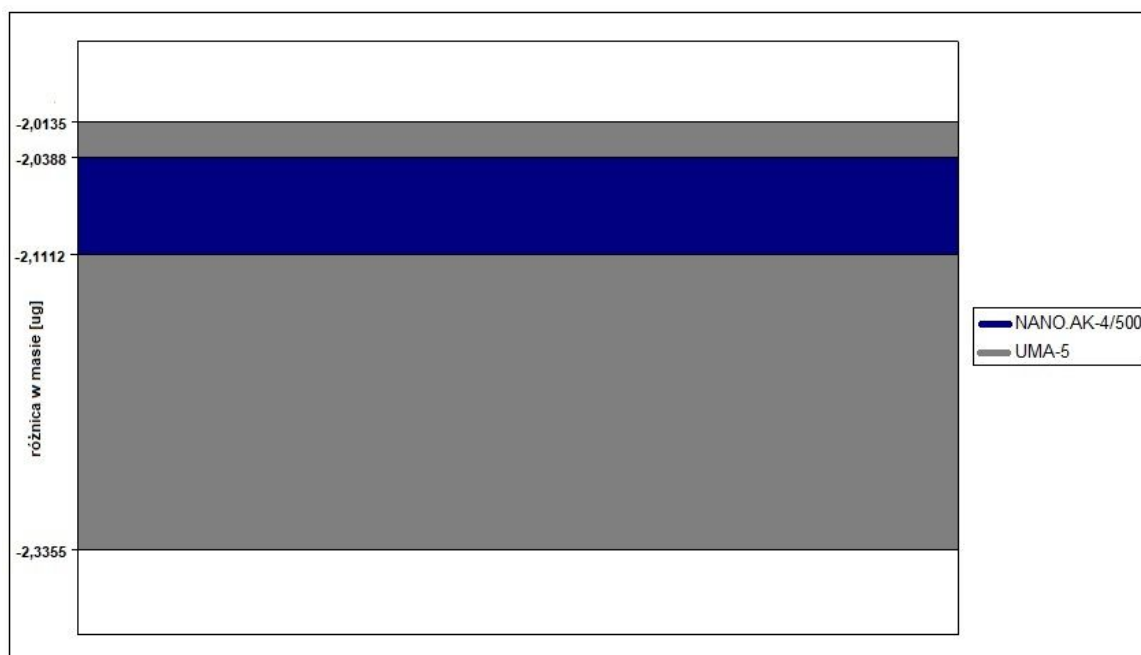
l.p	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-2,05	-2,22	-2,13	-2,17	-2,18	-2,11	-2,05	-2,23	-2,08	-2,16
NANO.AK-4/500	-2,07	-2,1	-2,083	-2,078	-2,092	-2,076	-2,057	-2,066	-2,064	-2,1

l.p	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	SREDNIA r
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	-2,3	-2,14	-2,25	-2,18	-2,22	-2,19	-2,15	-2,31	-2,15	-2,22	-2,1745
NANO.AK-4/500	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-2,0749
	2,054	2,077	2,061	2,061	2,075	2,078	2,077	2,082	2,064	2,084	

Tabela 25: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg.

	NANO.AK-4/500	UMA-5
$r + s_r$ [μg]	-2,0388	-2,0135
$r - s_r$ [μg]	-2,1112	-2,3355

Tabela 26: Zestawienie wyników różnic w masie 0,1 mg między wzorcem odniesienia A a wzorcem testowym B , w stosunku do średniego odchylenia standardowego.



Rysunek 61: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg (źródło: opracowanie własne)

Wykres na rysunku 61 przedstawia zaznaczony kolorem szarym spodziewany wynik dla masy 0,2 mg, otrzymany na komparatorze UMA-5. Mieści się on w zakresie pomiędzy $-2,0135 \mu\text{g}$ a $-2,3355 \mu\text{g}$. Natomiast kolorem ciemnym niebieskim oznaczony został spodziewany wynik, otrzymany na komparatorze NANO.AK-4/500, który mieści się w przedziale $-2,0388 \mu\text{g}$ do $-2,1112 \mu\text{g}$. Analizując otrzymane dane, można zauważyć, że otrzymany wynik różnic w masie przy badaniu masą 0,2 mg mieści się w zakresie 4-5-krotnie dokładniejszym dla komparatora NANO.AK-4/500 niż dla komparatora UMA-5.

4.2. Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg

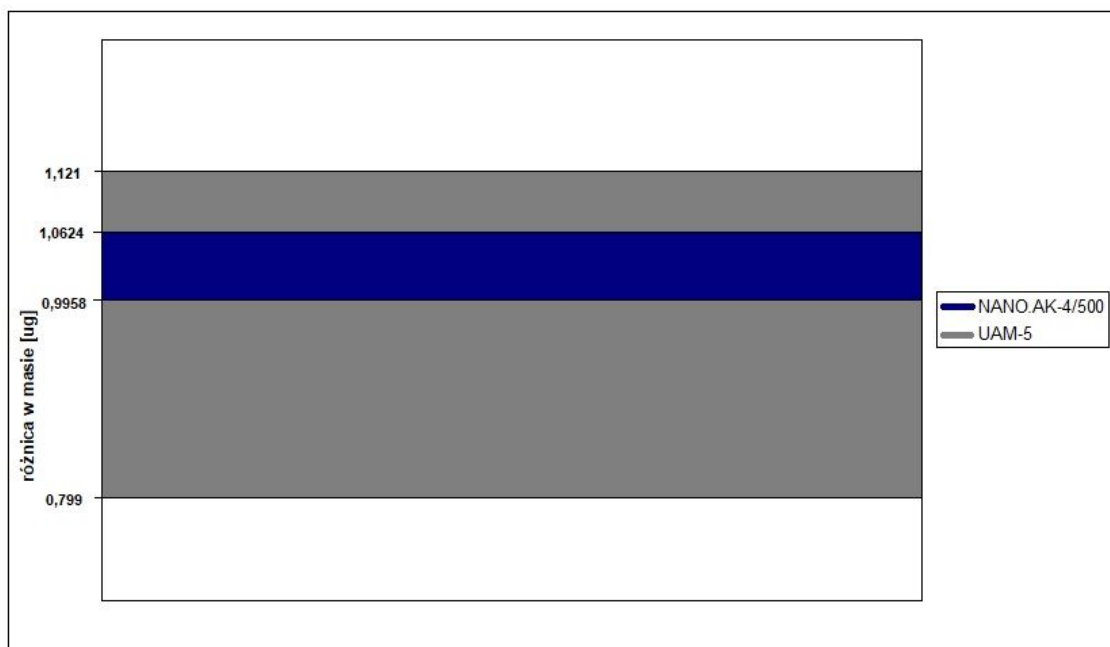
l.p	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	0,98	0,98	0,93	0,93	0,98	1	0,99	1,02	0,94	0,91
NANO.AK-4/500	1,023	0,998	1,011	1,058	1,012	1,033	1,012	1,043	1,045	1,053

l.p	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	ŚREDNIA r
	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]	[μg]
UMA-5	1,01	0,97	0,96	0,97	0,93	0,99	0,93	0,97	0,88	0,93	0,96
NANO.AK-4/500	1,045	1,014	1,023	1,036	1,030	1,017	1,028	1,027	1,032	1,042	1,0291

Tabela 27: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg.

	NANO.AK-4/500	UMA-5
$r + s_r$ [μg]	1,0624	1,121
$r - s_r$ [μg]	0,9958	0,799

Tabela 28: Zestawienie wyników różnic w masie 0,1 mg między wzorcem odniesienia, a wzorcem testowym, w stosunku do średniego odchylenia standardowego.



Rysunek 62: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg (źródło: opracowanie własne)

Wykres na rysunku 62 przedstawia zaznaczony kolorem szarym spodziewany wynik dla masy 0,1 mg, otrzymany na komparatorze UMA-5, który mieści się w zakresie od 0,799 μg do 1,121 μg . Natomiast kolorem ciemnym niebieskim oznaczony został spodziewany wynik otrzymany na komparatorze NANO.AK-4/500, mieszczący się w przedziale od 0,9958 μg do 1,0624 μg . Analizując otrzymane dane, należy odnotować, że otrzymany wynik różnic w masie dla 0,1 mg mieści się w przedziale 5-krotnie węższym niż dla komparatora UMA-5.

4.3 Badanie stabilności

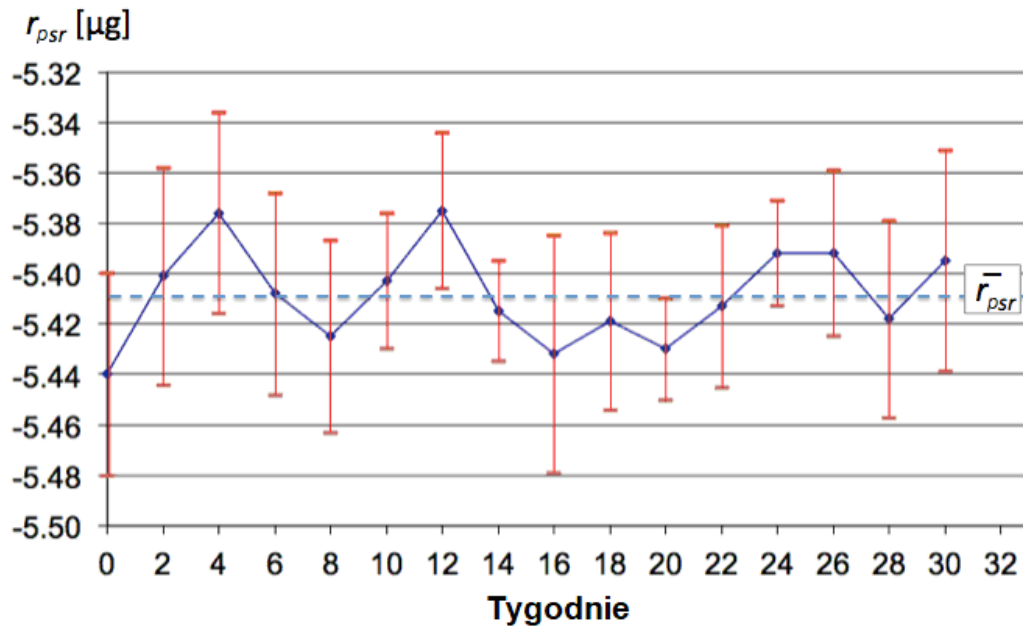
W celu określenia stabilności komparatora masy NANO.AK-4/500 badania powtarzano co dwa tygodnie od kwietnia do listopada 2020 r. Za każdym razem wykonano 6 cykli i wyznaczono średnie r_{psr} . Miarą stabilności jest maksymalna różnica między wartościami średnimi z uzyskanych szeregów pomiarowych (Dietrich i Schultze, 2011). Tabela 30 i rysunek 63 przedstawiają kolejne wartości średnie r_{psr} dla masy 2 mg, z obszarami odchylenia standardowego $\pm s_d$ i z ogólną średnią $\overline{r_{psr}}$ pokazaną linią przerywaną. Nie wykryto wyraźnego trendu w przebiegu zmian wartości.

Pełne zestawienie wyników znajduje się w załączniku 11.

Data	$r_{p\ sr}$ [μg]
01.04.2020	-5,440
15.04.2020	-5,401
30.04.2020	-5,376
15.05.2020	-5,408
30.05.2020	-5,425
12.06.2020	-5,403
29.06.2020	-5,375
10.07.2020	-5,415
25.07.2020	-5,432
08.08.2020	-5,419
24.08.2020	-5,430
06.09.2020	-5,413
20.09.2020	-5,392
05.10.2020	-5,392

18.10.2020	-5,418
03.11.2020	-5,395

Tabela 29: Zestawienie wyników pomiarów powtórzonych dla masy 2 mg w czasie 8 miesięcy.



Rysunek 63: Wyniki badania stabilności dla masy 2 mg w czasie 8 miesięcy (źródło: Solecki, Szumiata, Rucki, 2022)

Wyniki wykazują wysoką stabilność urządzenia pomiarowego. Stabilność systemu pomiarowego odnosi się zarówno do statystycznej stabilności procesu pomiarowego, jak i stabilności pomiaru w czasie (Breyfogle, 2003). W okresie od kwietnia do listopada 2020 r. maksymalna różnica pomiędzy wartościami r_{psr} wynosiła $0,065 \mu\text{g}$, a ogólna średnia zawsze mieściła się w zakresie $r_{psr} \pm 2sd$. Taki wynik należy uznać za dowód skuteczności poczynionych działań, zmniejszających błędy pomiarowe i zapewniających dokładniejszy pomiar z lepszą rozdzielczością.

5. Podsumowanie i wnioski

Analiza literatury i możliwości konstrukcyjnych pozwoliła na zaprojektowanie i wykonanie, zgodnie z założonym celem, komparatora z działką odczytową 10 ng i maksymalnym udźwigiem 510 mg. Dzięki zmianom konstrukcyjnym elementów mechanicznych, zastosowaniu innowacyjnego siłownika elektromagnetycznego, uszczelnieniu cewki oraz zautomatyzowaniu procesu udało się znacznie zmniejszyć błędy pomiarowe.

Zastosowanie nowatorskich rozwiązań pozwoliło zbudować komparator o wyższej dokładności niż wszystkie dostępne na rynku, co potwierdziły badania jego podstawowych parametrów metrologicznych.

Badanie rozrzutu wskazań komparatora dla różnych wzorców masy – opisane w punkcie 4.2.1 – wykazało, że komparator osiąga odchylenia standardowe z 6 cykli ABBA nie większe niż 50 ng (5 działek odczytowych). A średnia z 20 odchyleń standardowych plasuje się na poziomie 35 ng (3,5 działki odczytowej).

Badanie rozrzutu wskazań wykonano w porównaniu do automatycznego komparatora masy, który jest używany do wzorcowania wzorców mikrogramowych (50 µg – 500 µg). Badanie to wykazało, że rozrzut wskazań komparatora NANO.AK-4/500 w stosunku do komparatora UMA-5 jest 4-5 razy mniejszy. Wyliczono również parametr powtarzalności *EV* (*equipment variation*), przy czym jego wartość dla komparatora NANO.AK-4/500 wyniosła $EV = 0,115 \mu\text{g}$ i niewiele odbiegała od niepewności, uzyskanej dla pojedynczego r_{psr} z 6 cykli. W porównaniu z komparatorem UMA-5 poprawiono powtarzalność o około 65%.

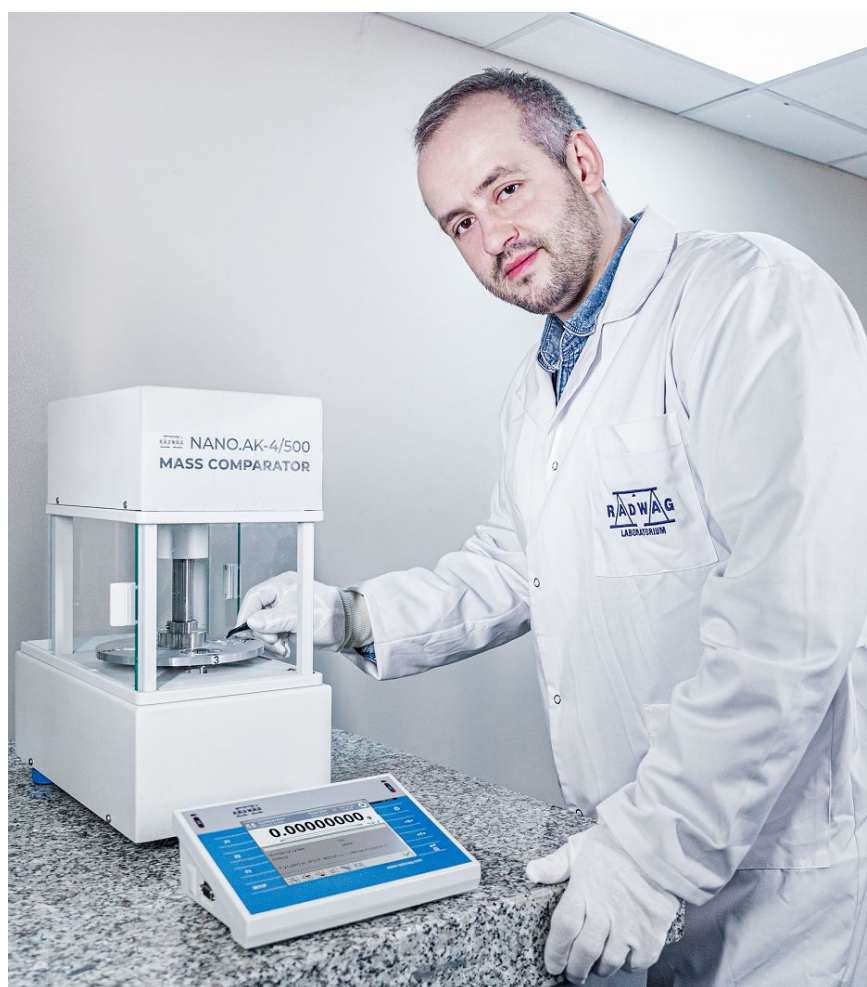
Dodatkowo porównano rozrzuty różnicy mas pomiędzy wzorcem odniesienia a wzorcem testowym, otrzymane z pomiarów na nowym komparatorze NANO.AK-4/500 w stosunku do innego komparatora automatycznego – UMA-5, o najwyższej dostępnej do tej pory rozdzielczości 0,1 µg. Badanie wykazało pokrywające się zakresy rozrzutów dla badanych mas przy dużo mniejszej niepewności pomiaru NANO.AK-4/500. Badanie przeprowadzono w tych samych wzorcach masy, co badanie rozrzutu wskazań, i w każdym z punktów wyniki mieściły się w granicach wyznaczonej wcześniej niepewności pomiaru.

Słuszność przyjętych założeń konstrukcyjnych została potwierdzona również na drodze analizy stabilności urządzenia NANO.AK-4/500. Wykonano powtórzenia w czasie 8 miesięcy od kwietnia do listopada 2020 w odstępach co 14 dni. Rozrzuty wyników w czasie trwania testu nie przekroczyły dopuszczalnej niepewności 50 ng, którą przyjęto dla nowatorskiego

komparatora. Uzyskanie takich parametrów metrologicznych innowacyjnego komparatora w pełni udowodniło tezę naukową rozprawy.

Trudno przecenić znaczenie zbudowanego urządzenia w praktyce precyzyjnych pomiarów masy. Zastosowanie komparatora pozwoli określić masę wzorców mikrogramowych ze znacznie mniejszą niepewnością, jak również miligramowych, ze względu na większy zakres równoważenia (510 mg). Przy założeniu, że wzorzec odniesienia, dzięki przyszłym wodom Watta – Kibble’a dla zakresu małych mas, będzie miał niepewność mniejszą niż dostępne w tym momencie na rynku urządzenia (Jarvis i inni, 2019; Davidson i inni, 2021), będzie można uzyskać niepewności o rząd wielkości mniejsze niż te osiągnięte w czasie przygotowywania rozprawy.

Wyniki badań innowacyjnego komparatora o rozdzielczości 10 ng były tak zadowalające, że komparator został włączony do oferty komercyjnej firmy RADWAG Wagi Elektroniczne (Radwag, 2021).



Rysunek 64: Zdjęcie autora wraz z nowym komparatorem masy NANO.AK-4/500.

6. Kierunki dalszych prac

Przy projektowaniu komparatora masy skupiono się głównie na optymalizacji siłownika (dobranie odpowiednich materiałów, udoskonalenie części składowych, zmniejszenie i uszczelnienie cewki), zgodnie z analizą literatury i ze zdobytym doświadczeniem zawodowym autora. Zrealizowano również automatyzację procesu w celu eliminacji warunków środowiskowych, które wpływają na wynik pomiaru, oraz błędów operatora.

W przyszłości warto podjąć się m.in. badań w kierunku zastosowania nowych materiałów konstrukcyjnych, przeznaczonych do wykonania elementów sprężystych mechanizmu. W związku z redefinicją kilograma i pracami rozwojowymi w tym kierunku na świecie – zwłaszcza przy projektowaniu nowych wag Watta – Kibble’a do wyznaczania mas poniżej 1 g (Jarvis i inni, 2019) – warto przeprowadzić testy nanokomparatora masy z wykorzystaniem wzorca o możliwie małej niepewności. Badania te polegałyby na przeprowadzeniu dysyminacji z wzorca 1 g aż do masy 0,05 mg i sprawdzeniu, jak zmniejszy się niepewność realizacji uzyskanych w ten sposób wzorców miligramowych i mikrogramowych. Motywacją do tych działań jest przesłanka, że tak zrealizowana procedura zapewni znacząco mniejsze niepewności w porównaniu do tych, które uzyskuje się na podstawie dysyminacji, wykonanej z państwowego wzorca 1 kg do mas mniejszych (Silvestri i inni, 2015).

Bibliografia

1. American Rolling Mill Company. 2019. Research and Methods of Analysis of Iron and Steel at ARMCO. Wentworth Press.
2. Bachmair H. 2007. Electrical Metrology. In: Hänsch T.W., Leschiutta S., Wallard A.J. (Eds.). Metrology and Fundamental Constants. Bologna: Societa Italiana de Fisica.
3. Becker P., Schiel D. 2013. The Avogadro constant and a new definition of the kilogram. *International Journal of Mass Spectrometry* 349(1):219-226
4. Bich W., Cox M., Harris P. 2005. Uncertainty Modelling in Mass Comparisons. *Metrologia* 30(5):495.
5. BIPM. 2018. Proceedings of the 26th meeting of the General Conference on Weights and Measures.
6. BIPM. 2019. The International System of Units.
7. Borys M., Schwartz R., Reichmuth A., Nater R. 2012. Fundamentals of Mass Determination. Berlin: Springer.
8. Brandt S. 1976. Metody statystyczne i obliczeniowe analizy danych. PWN. Warszawa.
9. Breyfogle III F.W. 2003. Implementing Six Sigma: Smarter Solutions Using Statistical Methods. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons.
10. Bulska B. 2003. Niepewność wyniku pomiaru. *Analityka: Nauka i Praktyka* 3:4-6.
11. Büttner J., Renn J. 2016. The Early History of Weighing Technology from the Perspective of a Theory of Innovation. *eTopoi. Journal for Ancient Studies* 6:757-776.
12. Cai C., Hu M., Wang J., Jiao K. 2017. Research on the Influence of Air Pressure to High Accuracy Mass Measurement. 3rd Annual International Conference on Mechanics and Mechanical Engineering
13. Cai C., Wang J., Ren X., Ding J. 2013. Research on automatic measurement of weight from 1 mg to 10 g. *International Journal of Modern Physics Conference Series* 24:1360005.
14. Cardona J.B.S., Galindo M.S. 2007. Considerations in mass calibration of pressure balance weights. IMEKO 20th TC3, 3rd TC16 and 1st TC22 International Conference.
15. Chaste J., Eichler A., Moser J., Ceballos G., Rurali R., Bachtold A. 2012. A nanomechanical mass sensor with yoctogram resolution. *Nature Nanotechnology* 7(5):301-304.
16. Chen Ch.H., Gong W., Walmer M.H., Liu S., Kuhl G.E. 2002. Behavior of some heavy and light rare earth-cobalt magnets at high temperature. *J Appl Phys* 91:8483.

17. Chung J., Lee S., Kim K. 2009. Establishment of mass standards from 1 mg to 50 μg . Proceedings of Asia-Pacific Symposium on Measurement of Mass, Force, Torque, pp. 66-70.
18. Crowder S., Delker C., Forrest E, Martin N. 2020. Introduction to Statistics in Metrology. Cham: Springer.
19. Cumpson J. 2014. Recent Developments in the Study of the Surface-Stability of Platinum and Platinum-Iridium Mass Standards. Johnson Matthey Technology Review 58(4):180-188.
20. Czichos H., Saito T., Smith L. 2011. Springer Handbook of Metrology and Testing. Heidelberg: Springer.
21. Davidson S., Berry J., Potgieter P. 2018. Ensuring the stability of primary mass standards during the implementation of the new definition of the kilogram. Journal of Physics Conference Series 1065(4):042054.
22. Davidson S., Stock M. 2021. Beginning of a new phase of the dissemination of the kilogram. Metrologia 58(3):033002.
23. Denjo D., Pabrić S. 2020. The Way to a New Definition of the Kilogram. In: Karabegović, I. (ed.). New Technologies, Development and Application II. NT 2019. Lecture Notes in Networks and Systems, vol 76. Cham: Springer.
24. Dietrich E., Schultze A. 2011. Measurement Process Qualification: Gauge acceptance and measurement uncertainty according to current standards. München: Hanser.
25. EA-4/02 M. 2013. Wyznaczanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu.
26. EURAMET. 2015. Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments: Calibration Guide No. 18 Version 4.0.
27. Fenna D. 2002. A Dictionary of Weights, Measures, and Units. New York: Oxford University Press.
28. Fita S. Słownik metrologiczny. Instytut Technologii Maszyn i Automatyzacji, Politechnika Wrocławska. http://metrologia.pwr.wroc.pl/do_pobrania.html (dostęp 11.04.2022).
29. Główny Urząd Miar. 2015. Międzynarodowy Słownik Terminów Metrologii Prawnej.
30. Günther L., Rothleitner C., Schleichert J., Fröhlich T. 2018. The Planck-Balance – primary mass metrology for industrial applications. Journal of Physics Conference Series 1065(4):042021.
31. Gupta S.V. 2019. Mass Metrology. Cham: Springer.

32. Hadjipanayis GC., Liu J., Gabay A., Marinescu M. 2006. Current status of rare-earth permanent magnet research in USA. *Journal of Iron and Steel Research International*; 13(Suppl.1):12-22.
33. Hantz A. 2022. Państwowy wzorzec jednostki miary masy. <https://www.gum.gov.pl/pl/dziedziny/masa/stanowiska-pomiarowe/1364,Panstwowy-wzorzec-jednostki-miary-masy.html> (dostęp 11.04.2022).
34. Hu M., Wang J., Zhang Y., Cai C., Zhong R., Yao H., Ding J. 2012. Research on microgram weights standards below 1mg NIM. XX IMEKO.
35. Jakubiec W. 2007. *Metrologia wielkości geometrycznych*. Warszawa: WNT.
36. Janas S., Magiera T., Szumiata T. 2022. Susceptometer in soil magnetic susceptibility studies. *Metrol. Meas. Syst.* 29(1):127-142.
37. Janas S., Solecki M., Szumiata T. 2017. *Komparacja odważników i wzorców masy w cyklu automatycznym*. Radom: RADWAG Wagi Elektroniczne.
38. Jarvis C., Webster E., Davidson S., Robinson I. 2019. A μ Kibble balance for direct realisation of small-scale masses and forces. 19th International Congress of Metrology.
39. JCGM 100:2008. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
40. Jones F. 1995. *Techniques and Topics inflow measurement*. Boca Raton: CRC Press
41. Kaçmaz S., Akçadağ U., Aydemir B. 2012. Micro mass standards and short time instabilities. IMEKO.
42. Kaczmarek W., Kotłowska M., Kozak A., Kudyńska J., Szydłowski H. 1981. *Teoria pomiarów*. Warszawa: PWN.
43. Keil S. 2017. *Technology and Practical Use of Strain Gages*. Berlin: Wilhelm Ernst & Sohn.
44. Kim M., Pratt J. 2010. SI traceability: current status and future trends for forces below 10 micro Newtons. *Measurement* 43:69-82.
45. Kliebenschädel M. 2015. Mass calibration with robotic mass comparators. XXI IMEKO World Congress.
46. Krishnan R. 2010. *Permanent magnet synchronous and brushless DC motor drives*. Boca Raton: CRC Press.
47. Kronos EDM. 2022. PA9 (AW-7075). <https://www.kronosedm.pl/aluminium-pa9-aw-7075> (dostęp 11.04.2022).

48. Kubarych Z. J., Abbott P. 2014. The Dissemination of Mass in the United States: Results and Implications of Recent BIPM Calibration of US National Prototype Kilograms. *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology* 119:1.
49. Kuramoto N., Mizushima S., Zhang L., Inaba H. 2021. Realization of the new kilogram by the XRCD method using ²⁸Si-enriched spheres. *Measurement: Sensors* 18:100091.
50. Madec T., Mann G. 2011. Extension of dissemination of mass unit between 1 mg and 100 µg. *Revue Française de Métrologie* 27(3):29-38.
51. Madec T., Mann G., Meury P. 2007. Micro-mass standards to calibrate the sensitivity of mass comparators. *Metrologia* 44:266-274.
52. Matthieu T. 2020. Kilogram and new SI definitions. *High Temperatures-High Pressures* 48(3):193-205.
53. Mettler. 2021. Comparator balances.
54. Mizushima S., Ueki M., Fujii K. 2004. Mass measurement of 1 kg silicon spheres to establish a density standard. *Metrologia* 41(2):S68.
55. Muñoz J., Cobos O., Cabrera J. 2017. Microstructural and mechanical study in the plastic zone of ARMCO iron processed by ECAP. *Materials Science and Engineering A* 697:24-36.
56. Nater R., Reichmuth A., Schwartz R., Borys M., Zervos P. 2009. *Dictionary of Weighing Terms: A Guide to the Terminology of Weighing*. Heidelberg: Springer.
57. Nesterov V. 2007. Facility and methods for the measurement of micro and nano forces in the range below 10⁻⁵ N with a resolution of 10⁻¹² N. *Meas. Sci. Technol.* 18:360-366.
58. Nicolaus A., Meeß R., Bartl G. 2014. New Avogadro Spheres for the Redefinition of the Kilogram. *Key Engineering Materials* 613:17-25.
59. OIML D 28. 2004. Conventional Value of the Results of Weighing in Air.
60. OIML R 76-2. 2007. Non-Automatic Weighing Instruments – Part 2: Test Report Format.
61. OIML R111. 2004. International Recommendation: Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3. Part 1: Metrological and technical requirements.
62. Orefice M., Audoor H., Li Zh., Binnemans K. 2019. Solvometallurgical route for the recovery of Sm, Co, Cu and Fe from SmCo permanent magnets. *Separ Purif Technol* 219:281-289.

63. Ossowski R.L. 2014. Przegląd aktualnej wiedzy na temat prowadzonych badań nad redefinicją jednostki masy (stan na koniec 2013 r.). *Metrologia i Probiernictwo – Biuletyn Głównego Urzędu Miar* 1-2(4-5):25-29.
64. Ota Y., Ueki M., Kuramoto N. 2020. Evaluation of an automated mass comparator performance for mass calibration of sub-milligram weights. *Measurement* 172(8):108841.
65. Picard A., Davis R.S., Gläser M., Fujii K. 2008. Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007). *Metrologia* 45(2):149-155.
66. PN-EN 45501:2015-05. Zagadnienia metrologiczne wag nieautomatycznych.
67. Poojitha V., Raghu T., Pandurangadu V. 2021. Optical microscopic analysis of constrained groove pressed followed by cold rolled ARMCO iron sheet material. *Advances in Materials and Processing Technologies*. Article in Press <https://doi.org/10.1080/2374068X.2021.1958180>.
68. Praczukowska A., Nowicki M., Salach J., Szewczyk R. 2015. Modeling the magnetic field distribution in the magnetic susceptibility balance design. *Journal of Electrical Engineering* 66(7):74-77.
69. Quinn T.J. 2017. The development of units of measurement from the origin of the metric system in the 18th century to proposals for redefinition of the SI in 2018. In: Tavella P., Milton M.J.T., Inguscio M. (Eds.). *Metrology: from Physics Fundamentals to Quality of Life*. Bologna: Societa Italiana di Fisica.
70. Radwag. 2010. Analiza ryzyka w formacji dla procesów pomiaru masy. https://radwag.com/pdf/artykuly/analiza_ryzyka_dla_pomiarow_masy.pdf (dostęp 11.04.2022).
71. Radwag. 2021. Katalog komparatorów masy.
72. Radwag. 2022. Budowa współczesnych wag elektronicznych. https://radwag.com/pdf/publikacje/pl/budowa_wag_elektronicznych.pdf (dostęp 11.04.2022).
73. Ren X., Cai C., Li Y., Ren Q. 2017. Mass Metrology Based on Robotic Mass Measurement System. *Lecture Notes in Electrical Engineering* 254:477-484.
74. Ren X., Dong L., Wang J., Wang X., 2016. Titanium microgram weight low to 50 mg and measurement based on exchange weighing method. *International Journal of Modern Physics B* 31(7):1741003.
75. Ren X., Wang J., Cai C., Su S. 2017. Comparison between matrix method, equation method and full air-buoyancy correction method for dissemination of microgram

- weights. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing* 18(9):1213-1220.
76. Ren X., Wang J., Zhang Y., Nyang'au W. 2014. Calibration of Weights and Weight Sets Based on Micro-Mass Standard Measurement System. *Key Engineering Materials* 609-610:1473-1477.
77. Ren X., Zhang Y., Wang J., Ren Q. 2013. Research on stability analysis of international prototype kilogram. *International Journal of Modern Physics Conference Series* 24:1360004.
78. Robinson I., Schlamminger S. 2016. The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass. *Metrologia* 53:A46-A74.
79. Rybski R., Kaczmarek J., Koziół M., Kampik M. 2018. Errors of Multiplying D/A Converters Used for Precise AC Voltage Division. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement (Volume: 68)*.
80. Sartorius. 2021. Mass metrology, Professional equipment for absolute precision
81. Schlamminger S., Haddad D. 2019. The Kibble balance and the kilogram. *Comptes Rendus Physique* 20(1-2).
82. Schoonover R. 1982. A Look at the Electronic Analytical Balance *Analytical Chemistry* 54(8):973A-980A.
83. Schreiber M., Emran S., Fröhlich T. 2015. Quantification of free convection effects on 1 kg mass standards. *Metrologia* 52(6):835-841.
84. Silvestri Z., Bouhtiyya S., Pinot P., Davidson S. 2015. How to disseminate the mass unit for the new kilogram. 17th International Congress of Metrology.
85. Sobczyk M. 2007. *Statystyka*. Warszawa: PWN.
86. Solecki M. 2017a. Optimization of mass standards and weights calibration (1mg – 1 kg) using rotational automatic mass comparator. *IMEKO 23*, Helsinki.
87. Solecki M. 2017b. Patent europejski 17460030.4 – 1557
88. Solecki M., Szumiata T., Rucki M. 2021. A new design of an automatic mass comparator with the resolution of 10 ng for calibration of masses below 2 mg. *Precision Engineering* 72:576-582.
89. Solecki M., Szumiata T., Rucki M. 2022. Nanoscale mass measurement. EUSPEN's 22nd International Conference & Exhibition.
90. Stock M., Davidson S., Fang H., Milton M., de Mirandes E., Richard P., Sutton C. 2017. Maintaining and disseminating the kilogram following its redefinition. *Metrologia* 54(6):99-107.

91. Szumiata T., Dobierzewski M., Hanz A., Wiśniewski W., Szutkowski J., Podgórn A., Janeczko M. 2019. Analiza strategiczna polskiego projektu wagi Kibble'a. *Metrologia i Probiernictwo – Biuletyn Głównego Urzędu Miar* 1(22):15-37.
92. Szumiata T., Gzik-Szumiata M. 2015. Thermal Compensation Model of Magnetic Circuits with Modern Magnetic Material. *Proceedings of the European Conference Physics of Magnetism*. Poznań.
93. Szydłowski H. 2001. Niepewności w pomiarach. Międzynarodowe standardy w praktyce. Poznań: Wydawnictwo Naukowe UAM.
94. Taylor B., Kuyatt C.E. 1994. Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results. NIST Technical Note 1297.
95. Taylor J. 1999. Wstęp do analizy błęd pomiarowego. Warszawa: PWN.
96. Tokfm.pl. 2018. Wzór kilograma przestał ważyć kilogram. Jednostka masy dostanie nowy wzorzec. <https://www.tokfm.pl/Tokfm/7,130517,24233470,wzor-kilograma-przestal-wazyc-kilogram-jednostka-masy-dostanie.html> (dostęp 11.04.2022).
97. Trench A., Sykes J.P. 2020. Rare earth permanent magnets and their place in the future economy. *Engineering*; 6:115-118.
98. Ueki M., Mizushima S., Sun J., Ueda K. 2009. Establishment of a mass scale in the range from 1 g to 1 kg by the sub-multiple calibration method. APMF conference. Tokyo.
99. Ueki M., Ueda K. 2007. Uncertainty evaluation on the fully-automated sub-multiple calibration in the milligram range. SICE Annual Conference.
100. Vâlcu A. 2013. Extension of dissemination of mass unit below 1 mg in Romania. International Congress of Metrology. France
101. Vâlcu A. 2013. Extension of dissemination of mass unit below 1 mg in Romania. International Congress of Metrology. France
102. Vâlcu A. 2013. Extension of dissemination of mass unit below 1 mg in Romania. International Congress of Metrology. France
103. Vâlcu A. 2014. Determination of the Indication Error for the Automatic Mass Comparator, Auxiliary of National Prototype Kilogram, using Micro-mass Standards. International conference and exposition on electrical and power engineering. Romania.
104. Vâlcu A. 2015. Balance or Mass comparator? The correct assessment of a weighing instrument. Measurement Science Conference. California USA.

105. Vâlcu A. 2018. Improvement of the Calibration Uncertainty for Class E1 Weights Using an Adaptive Subdivision Method on an Automatic Mass Comparator. *Advances in Intelligent Systems: Reviews, Book Series, Volume 1*. Barcelona: IFSA Publishing.
106. Vâlcu A., Iacobescu F. 2013. *The Provision of Mass Calibrations for Micro/Nano Force Measurements*. ICQNM. Barcelona.
107. Vâlcu A., Ștefănescu D. 2013. About “SI” traceability of micromasses and / or microforces. *APMF Conference*. Taiwan.
108. Vasilyan S., Rogge N., Rothleitner C., Lin S., Poroskun I., Knopf D, Härtig F., Fröhlich T. 2021. The progress in development of the Planck-Balance 2 (PB2): A tabletop Kibble balance for the mass calibration of E2 class weights. *tm – Technisches Messen* 88(12):731-756.
109. Vibra. 2022. Wagi Vibra z czujnikiem kamertonowym. <http://www.vibra.net.pl/czujnik-kamertonowy> (dostęp 11.04.2022)
110. Wang J. 2019. Research on Vacuum Transfer Equipment in NIM. *IEEE Access* 7:114014-114020.
111. Wang J., Fuchs P., Russi S., Ren X., Cai C., Yang N. 2015. Uncertainty Evaluation for a System of Weighing Equations for the Determination of Microgram Weights. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* 64(8):2272-2279.
112. Wuethrich Ch., Marti K. 2020. Simultaneous determination of mass and volume of a set of weights in group weighing. *Acta Imeko*.
113. Yao H., Ren X., Wang J., Ding J. 2013. Recent research on the automated mass measuring system. *International Journal of Modern Physics Conference Series* 24:1360003.
114. Zawada J. 2002. *Wybrane zagadnienia z podstaw metrologii*. Łódź: Politechnika Łódzka.
115. Zhong R., Wang J., Lee S. 2021. Research on the Device of Measuring the Centre of a Weight. *Journal of Physics Conference Series* 1838(1):012072.

Wykaz dorobku naukowego

Publikacje

1. Solecki M., Szumiata T., Rucki M. 2021. A new design of an automatic mass comparator with the resolution of 10 ng for calibration of masses below 2 mg. Precision Engineering 72:576-582. (czasopismo z wykazu MEiN, 200 pkt).
2. Solecki M. 2017. Europejski patent na automatyczny komparator masy nr 17460030.4 – 1557.
3. Solecki M., Szumiata T. 2017. Shape and size corrections in magnetic susceptibility measurements of weights. Asian Pacific Symposium of measurement of Mass, Force and Torque.
4. Solecki M., Szumiata T., Rucki M. 2022. Nanoscale mass measurement. EUSPEN's 22nd International Conference & Exhibition.

Publikacje branżowe

1. Janas S., Solecki M., Szumiata T. 2017. Komparacja odważników i wzorców masy w cyklu automatycznym. Radom: RADWAG Wagi Elektroniczne.

Udział w seminariach i konferencjach

1. Asian Pacific Symposium of Measurement of Mass, Force and Torque “Shape and size corrections in magnetic susceptibility measurements of weights”, Krabi 19-23.11.2017.
2. XIII Konferencja Naukowo-Techniczna Problems and Progress in Metrology „Automatyzacja procesu wzorcowania wzorców masy i odważników oraz jej wpływ na poprawę parametru powtarzalności komparatorów masy”, Szczyrk 8.06.2018.
3. XVII Krajowa Międzynarodowa Konferencja Naukowo-Techniczna Metrologia w technikach wytwarzania „Automatyzacja procesu wzorcowania wzorców masy i odważników oraz jej wpływ na poprawę parametru powtarzalności komparatorów masy”, Gliwice – Piekary Śląskie 19-21.09.2018.
4. CIM National Metrology Congress “New Design of Automatic Mass Comparator with $d=10$ mg for Calibration of Mass Below 1 mg”, Francja – Paryż 24-26.09.2019.
5. IMEKO 23 “Optimization of mass standards and weights calibration (1mg – 1 kg) using rotational automatic mass comparator”, Helsinki 30.05-01.06.2017.

Wykaz rysunków

Rysunek 1: Ważenie za pomocą wagi szalkowej w starożytnym Egipcie	15
Rysunek 2: Schemat działania wagi szalkowej	15
Rysunek 3: Waga rzymska (tzw. bezmian)	16
Rysunek 4: Przykładowa waga sprężynowa.....	17
Rysunek 5: Waga prosto-dźwigniowa konstrukcji Gellesa Roberval'a	18
Rysunek 6: Waga prosto-dźwigniowa konstrukcji Josepha Berangera	18
Rysunek 7: Układ sił w procesie ważenia	23
Rysunek 8: Masa konwencjonalna.....	24
Rysunek 9: Czynniki wpływające na błąd pomiaru.....	30
Rysunek 10: Powtarzalność wskazań jako rozstęp.....	31
Rysunek 11: Liniowość wag elektronicznych: waga idealna, waga rzeczywista.....	32
Rysunek 12: Schemat badania centryczności wagi według EURAMET	33
Rysunek 13: Zasada działania adjustacji automatycznej	34
Rysunek 14: Schemat spójności pomiarowej	35
Rysunek 15: Czynniki wpływające na niepewność pomiaru masy przy komparacji wzorców	41
Rysunek 16: Przykładowy schemat mostka Wheatstona'a	51
Rysunek 17: Schemat blokowy wagi z układem magnetoelektrycznym	53
Rysunek 18: Zasada działania prostego czujnika sił wibrujących.....	53
Rysunek 19: Zasada działania przetwornika wibracyjnego	54
Rysunek 20: Efekt piezoelektryczny powstający podczas ściskania lub rozciągania płytki piezoelektrycznej.	55
Rysunek 21: Porównanie zakresów równoważnia elektrycznego wagi i komparatora.	56
Rysunek 22: Przykładowe wzorce masy	57
Rysunek 23: Międzynarodowy wzorzec kilograma.....	58
Rysunek 24: Wykres zmiany masy w czasie międzynarodowego wzorca kilograma.....	59
Rysunek 25: Komparator zbudowany na bazie ultra-mikrowagi o zakresie komparacji 1 mg – 6 g.....	61
Rysunek 26: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu wagi analitycznej o zakresie komparacji w zależności od modelu 1 mg – 5 kg.....	61
Rysunek 27: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu wagi ciężkiej o zakresie komparacji w zależności od modelu 100 g – 64 kg.....	61

Rysunek 28: Komparator zbudowany na bazie mechanizmu monoblokowego o zakresie komparacji w zależności od modelu 50 kg – 5000 kg.....	62
Rysunek 29: Komparator z szalką z centrowaniem w postaci „celownika” na szalce.	62
Rysunek 30: Komparator z szalką z centrowaniem mechanicznym za pomocą specjalnych suwaków.....	63
Rysunek 31: Schemat szalki samocentrującej wiszącej.....	64
Rysunek 32: Schemat szalki samocentrującej „pływającej”.....	64
Rysunek 33: Czteropozycyjne komparatory automatyczne.....	66
Rysunek 34: Czteropozycyjny komparator automatyczny o maksymalnym udźwigu 20 kg .	66
Rysunek 35: 36-pozycyjny komparator automatyczny.....	66
Rysunek 36: Robotyczny komparator masy o maksymalnym udźwigu 6 g.....	67
Rysunek 37: Hybryda komparatora robotycznego z automatycznym modułem komparatora masy o maksymalnym udźwigu 1100 g.....	68
Rysunek 38: Komparator próżniowy o maksymalnym udźwigu 1kg i rozdzielczości 0,1 μ g.	69
Rysunek 39: Komparatory do wyznaczania gęstości i objętości wzorców masy.....	70
Rysunek 40: Susceptometr – komparator do wyznaczania podatności magnetycznej wzorców masy.....	72
Rysunek 41: Schemat wagi Watta, tryb ważenia.....	73
Rysunek 42: Schemat wagi Watta, tryb ruchu.	74
Rysunek 43: Widok ogólny komparatora NANO.AK-4/500:.....	78
Rysunek 44: Mechanizm komparatora:	79
Rysunek 45: Wkładka magazynowa we współpracy z szalką.....	80
Rysunek 46: Rysunek zawieszki (element sprężysty)	81
Rysunek 47: Konstrukcja dźwigni przełożenia monolityczna.	83
Rysunek 48: Schemat cewki.....	85
Rysunek 49: Schemat zespołu siłownika wraz z cewką S10 chronioną.	85
Rysunek 50: Wyniki pomiarów zmiany masy cewek przy zmianie wilgotności.....	89
Rysunek 51: Zarejestrowana temperatura, wilgotność i ciśnienie atmosferyczne podczas typowego cyklu kalibracji, powtórnego 10 razy.....	90
Rysunek 53: Zestawienie graficzne uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 2 mg z 20 serii pomiarowych.....	96
Rysunek 54: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 1 mg z 20 serii pomiarowych.....	97

Rysunek 55: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,5 mg z 20 serii pomiarowych	99
Rysunek 56: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,2 mg z 20 serii pomiarowych	100
Rysunek 57: Zestawienie uzyskanych odchyłeń standardowych dla masy 0,1 mg z 20 serii pomiarowych	102
Rysunek 58: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg	106
Rysunek 59: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 1 mg	107
Rysunek 60: Porównanie wyników porównawczych, uzyskanych dla masy 0,5 mg	108
Rysunek 61: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg	110
Rysunek 62: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg	111
Rysunek 63: Wyniki badania stabilności dla masy 2 mg w czasie 8 miesięcy	113
Rysunek 63: Zdjęcie autora wraz z nowym komparatorem masy NANO.AK-4/500.	115

Spis tabel

Tabela 1: Minimalne i maksymalne granice gęstości dla wzorców masy i odważników.....	27
Tabela 2: Skład chemiczny [%] stopu PA9 (AW-7075).....	82
Tabela 3: Właściwości fizyczne stopu PA9 (AW-7075).	82
Tabela 4: Wyniki wpływu zmian wilgoci na dźwignię mechanizmu.	84
Tabela 5: Skład chemiczny stali ARMCO 2.	86
Tabela 6: Wyniki pomiarów dla cewki S20 chronionej pierścieniem uszczelniającym.	87
Tabela 7: Wyniki pomiarów dla cewki S10 niechronionej pierścieniem uszczelniającym.	88
Tabela 8: Wyniki pomiarów dla cewki S10 chronionej pierścieniem uszczelniającym.	88
Tabela 9: Statystyka zmian masy [mg] dla różnych konstrukcji cewek.	88
Tabela 11: Komparatory masy biorące udział w badaniach rozrzutu wskazań.....	94
Tabela 12: Wzorce wykorzystane podczas badania rozrzutu wskazań komparatorów.	94
Tabela 13: Odchylenia standardowe wyników komparacji masy 2 mg z 20 serii pomiarowych	95
Tabela 14: Odchylenia standardowe dla komparacji masy 1 mg z 20 serii pomiarowych.	97
Tabela 15: Odchylenia standardowe dla masy 0,5 mg z 20 serii pomiarowych.	98
Tabela 16: Wyniki odchyłeń standardowych dla masy 0,2 mg z 20 serii pomiarowych.	100
Tabela 17: Wyniki odchyłeń standardowych dla masy 0,1 mg z 20 serii pomiarowych.	101
Tabela 18: Oszacowanie niepewności dla pomiarów wzorców masy 0,1; 0,2; 0,5; 1 i 2 mg wykonanych na komparatorach NANO.AK-4/500 i UMA-5.	103
Tabela 19: Wyniki analizy niepewności dla masy 0,1; 0,2; 0,5; 1 i 2 mg dla komparatora UMA-5 i NANO.AK-4/500.....	104
Tabela 20: Porównanie wyników uzyskanych dla masy 2 mg.....	105
Tabela 21: Zestawienie wyników różnic w masie dla masy 2 mg między wzorcem odniesienia <i>A</i> a wzorcem testowym <i>B</i> , w stosunku do średniego odchylenia standardowego.	105
Tabela 22: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 1 mg.....	106
Tabela 23: Zestawienie wyników różnic w masie 1 mg między wzorcem odniesienia <i>A</i> a wzorcem testowym <i>B</i> , w stosunku do średniego odchylenia standardowego.	107
Tabela 24: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,5 mg.....	108
Tabela 25: Zestawienie wyników różnic w masie 0,5 mg między wzorcem odniesienia <i>A</i> a wzorcem testowym <i>B</i> , w stosunku do średniego odchylenia standardowego.	108
Tabela 26: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,2 mg.....	109

Tabela 27: Zestawienie wyników różnic w masie 0,1 mg między wzorcem odniesienia <i>A</i> a wzorcem testowym <i>B</i> , w stosunku do średniego odchylenia standardowego.	109
Tabela 28: Tabela porównania wyników uzyskanych dla masy 0,1 mg.	111
Tabela 29: Zestawienie wyników różnic w masie 0,1 mg między wzorcem odniesienia, a wzorcem testowym, w stosunku do średniego odchylenia standardowego.....	111
Tabela 30: Zestawienie wyników pomiarów powtórzonych dla masy 2 mg w czasie 8 miesięcy.	113

Załączniki

Załącznik 1: Wyniki odchyłeń standardowych masą 2 mg dla komparatora AK-4/500

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	-0,00001003	-0,00001018	-0,00000056	-0,000009780	-0,000009828	0,000000038
2	-0,00000048	-0,00001031	-0,00001025	-0,00000030	-0,000009890		
3	-0,00000017	-0,00000983	-0,00000972	0,00000027	-0,000009825		
4	0,00000031	-0,00000955	-0,00000958	0,00000019	-0,000009815		
5	0,00000005	-0,00000983	-0,00000986	-0,00000004	-0,000009850		
6	-0,00000019	-0,00001019	-0,00001035	-0,00000073	-0,000009810		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000003	-0,00000996	-0,00001006	-0,00000045	-0,000009770	-0,000009826	0,000000044
2	-0,00000068	-0,00001066	-0,00001076	-0,00000114	-0,000009800		
3	-0,00000130	-0,00001120	-0,00001118	-0,00000131	-0,000009885		
4	-0,00000124	-0,00001098	-0,00001090	-0,00000097	-0,000009835		
5	-0,00000095	-0,00001075	-0,00001066	-0,00000086	-0,000009800		
6	-0,00000082	-0,00001074	-0,00001077	-0,00000096	-0,000009865		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000008	-0,00001004	-0,00001013	-0,00000042	-0,000009835	-0,000009828	0,000000026
2	-0,00000054	-0,00001051	-0,00001073	-0,00000105	-0,000009825		
3	-0,00000115	-0,00001099	-0,00001104	-0,00000122	-0,000009830		
4	-0,00000122	-0,00001094	-0,00001085	-0,00000091	-0,000009830		
5	-0,00000091	-0,00001071	-0,00001075	-0,00000098	-0,000009785		
6	-0,00000109	-0,00001103	-0,00001108	-0,00000129	-0,000009865		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	-0,00001002	-0,00001015	-0,00000048	-0,000009800	-0,000009817	0,000000044
2	-0,00000062	-0,00001064	-0,00001072	-0,00000106	-0,000009840		
3	-0,00000125	-0,00001124	-0,00001129	-0,00000149	-0,000009895		
4	-0,00000144	-0,00001111	-0,00001099	-0,00000106	-0,000009800		
5	-0,00000093	-0,00001066	-0,00001049	-0,00000064	-0,000009790		
6	-0,00000060	-0,00001046	-0,00001054	-0,00000085	-0,000009775		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	-0,00001007	-0,00001018	-0,00000053	-0,000009815	-0,00009824	0,00000045
2	-0,00000074	-0,00001073	-0,00001092	-0,00000128	-0,000009815		
3	-0,00000138	-0,00001128	-0,00001129	-0,00000138	-0,000009905		
4	-0,00000135	-0,00001106	-0,00001096	-0,00000099	-0,000009840		
5	-0,00000089	-0,00001063	-0,00001049	-0,00000067	-0,000009780		
6	-0,00000069	-0,00001062	-0,00001065	-0,00000100	-0,000009790		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000008	-0,00000999	-0,00001018	-0,00000051	-0,000009790	-0,00009815	0,00000044
2	-0,00000064	-0,00001068	-0,00001080	-0,00000113	-0,000009855		
3	-0,00000122	-0,00001106	-0,00001094	-0,00000103	-0,000009875		
4	-0,00000096	-0,00001062	-0,00001050	-0,00000051	-0,000009825		
5	-0,00000044	-0,00001018	-0,00001005	-0,00000026	-0,000009765		
6	-0,00000033	-0,00001022	-0,00001035	-0,00000068	-0,000009780		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000016	-0,00001003	-0,00001011	-0,00000039	-0,000009795	-0,00009829	0,00000041
2	-0,00000054	-0,00001045	-0,00001048	-0,00000063	-0,000009880		
3	-0,00000072	-0,00001053	-0,00001041	-0,00000046	-0,000009880		
4	-0,00000037	-0,00001010	-0,00000995	-0,00000004	-0,000009820		
5	0,00000005	-0,00000972	-0,00000965	0,00000016	-0,000009790		
6	0,00000006	-0,00000986	-0,00000994	-0,00000024	-0,000009810		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000005	-0,00000993	-0,00000999	-0,00000026	-0,000009805	-0,00009827	0,00000033
2	-0,00000035	-0,00001019	-0,00001022	-0,00000036	-0,000009850		
3	-0,00000033	-0,00001004	-0,00000994	0,00000010	-0,000009875		
4	0,00000016	-0,00000959	-0,00000943	0,00000040	-0,000009790		
5	0,00000045	-0,00000941	-0,00000946	0,00000028	-0,000009800		
6	0,00000012	-0,00000985	-0,00000988	-0,00000017	-0,000009840		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000013	-0,00001003	-0,00001009	-0,00000039	-0,000009800	-0,00009815	0,00000038
2	-0,00000048	-0,00001036	-0,00001034	-0,00000049	-0,000009865		
3	-0,00000045	-0,00001019	-0,00001006	-0,00000011	-0,000009845		
4	-0,00000007	-0,00000974	-0,00000965	0,00000019	-0,000009755		
5	0,00000017	-0,00000971	-0,00000977	-0,00000003	-0,000009810		
6	-0,00000019	-0,00001012	-0,00001022	-0,00000052	-0,000009815		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000001	-0,00000986	-0,00000990	-0,00000022	-0,000009765	-0,000009802	0,000000028
2	-0,00000029	-0,00001007	-0,00000999	-0,00000015	-0,000009810		
3	-0,00000017	-0,00000996	-0,00000987	0,00000001	-0,000009835		
4	0,00000003	-0,00000968	-0,00000961	0,00000023	-0,000009775		
5	0,00000020	-0,00000967	-0,00000980	-0,00000007	-0,000009800		
6	-0,00000022	-0,00001021	-0,00001033	-0,00000067	-0,000009825		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000017	-0,00001004	-0,00001007	-0,00000032	-0,000009810	-0,000009808	0,000000031
2	-0,00000043	-0,00001029	-0,00001030	-0,00000046	-0,000009850		
3	-0,00000043	-0,00001011	-0,00001001	-0,00000009	-0,000009800		
4	-0,00000010	-0,00000984	-0,00000980	-0,00000003	-0,000009755		
5	-0,00000012	-0,00001007	-0,00001015	-0,00000048	-0,000009810		
6	-0,00000068	-0,00001066	-0,00001078	-0,00000112	-0,000009820		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000002	-0,00000994	-0,00001004	-0,00000032	-0,000009820	-0,000009813	0,000000025
2	-0,00000045	-0,00001035	-0,00001032	-0,00000054	-0,000009840		
3	-0,00000059	-0,00001031	-0,00001013	-0,00000017	-0,000009840		
4	-0,00000006	-0,00000980	-0,00000970	0,00000016	-0,000009800		
5	0,00000009	-0,00000976	-0,00000974	0,00000002	-0,000009805		
6	-0,00000006	-0,00000994	-0,00001006	-0,00000039	-0,000009775		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000011	-0,00001002	-0,00001008	-0,00000050	-0,000009745	-0,000009799	0,000000045
2	-0,00000063	-0,00001050	-0,00001053	-0,00000073	-0,000009835		
3	-0,00000069	-0,00001050	-0,00001044	-0,00000052	-0,000009865		
4	-0,00000048	-0,00001023	-0,00001021	-0,00000041	-0,000009775		
5	-0,00000047	-0,00001041	-0,00001048	-0,00000081	-0,000009805		
6	-0,00000091	-0,00001083	-0,00001093	-0,00000131	-0,000009770		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000001	-0,00000978	-0,00000981	-0,00000007	-0,000009765	-0,000009803	0,000000047
2	-0,00000022	-0,00001008	-0,00001020	-0,00000057	-0,000009745		
3	-0,00000073	-0,00001063	-0,00001073	-0,00000095	-0,000009840		
4	-0,00000097	-0,00001077	-0,00001066	-0,00000072	-0,000009870		
5	-0,00000062	-0,00001036	-0,00001026	-0,00000038	-0,000009810		
6	-0,00000045	-0,00001035	-0,00001049	-0,00000082	-0,000009785		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000025	-0,00000942	-0,00000925	0,00000067	-0,000009795	-0,00009845	0,00000035
2	0,00000061	-0,00000928	-0,00000930	0,00000045	-0,000009820		
3	0,00000026	-0,00000973	-0,00000986	-0,00000019	-0,000009830		
4	-0,00000046	-0,00001045	-0,00001052	-0,00000074	-0,000009885		
5	-0,00000091	-0,00001073	-0,00001061	-0,00000069	-0,000009870		
6	-0,00000058	-0,00001038	-0,00001025	-0,00000031	-0,000009870		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000004	-0,00000993	-0,00000998	-0,00000033	-0,000009770	-0,00009797	0,00000034
2	-0,00000047	-0,00001037	-0,00001043	-0,00000074	-0,000009795		
3	-0,00000089	-0,00001086	-0,00001099	-0,00000130	-0,000009830		
4	-0,00000137	-0,00001113	-0,00001101	-0,00000108	-0,000009845		
5	-0,00000100	-0,00001068	-0,00001058	-0,00000070	-0,000009780		
6	-0,00000068	-0,00001046	-0,00001045	-0,00000071	-0,000009760		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	-0,00001001	-0,00001000	-0,00000029	-0,000009815	-0,00009823	0,00000031
2	-0,00000040	-0,00001045	-0,00001062	-0,00000098	-0,000009845		
3	-0,00000113	-0,00001118	-0,00001133	-0,00000163	-0,000009875		
4	-0,00000181	-0,00001155	-0,00001151	-0,00000162	-0,000009815		
5	-0,00000155	-0,00001128	-0,00001120	-0,00000134	-0,000009795		
6	-0,00000129	-0,00001115	-0,00001119	-0,00000146	-0,000009795		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000004	-0,00001003	-0,00001016	-0,00000051	-0,000009820	-0,00009807	0,00000044
2	-0,00000061	-0,00001057	-0,00001079	-0,00000117	-0,000009790		
3	-0,00000135	-0,00001128	-0,00001128	-0,00000143	-0,000009890		
4	-0,00000150	-0,00001125	-0,00001112	-0,00000128	-0,000009795		
5	-0,00000122	-0,00001083	-0,00001074	-0,00000081	-0,000009770		
6	-0,00000073	-0,00001053	-0,00001058	-0,00000083	-0,000009775		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000011	-0,00001003	-0,00001019	-0,00000052	-0,000009795	-0,00009782	0,00000038
2	-0,00000067	-0,00001063	-0,00001072	-0,00000106	-0,000009810		
3	-0,00000114	-0,00001098	-0,00001090	-0,00000109	-0,000009825		
4	-0,00000108	-0,00001076	-0,00001061	-0,00000077	-0,000009760		
5	-0,00000070	-0,00001041	-0,00001035	-0,00000050	-0,000009780		
6	-0,00000055	-0,00001041	-0,00001042	-0,00000084	-0,000009720		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000006	-0,00001001	-0,00001013	-0,00000041	-0,000009835	-0,000009818	0,000000035
2	-0,00000059	-0,00001053	-0,00001059	-0,00000091	-0,000009810		
3	-0,00000100	-0,00001083	-0,00001079	-0,00000086	-0,000009880		
4	-0,00000076	-0,00001046	-0,00001029	-0,00000040	-0,000009795		
5	-0,00000027	-0,00001007	-0,00001007	-0,00000030	-0,000009785		
0	-0,00000032	-0,00001021	-0,00001025	-0,00000053	-0,000009805		

Załącznik 2: Wyniki odchyień standardowych masą 2 mg dla komparatora UMA-5

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000097	-0,0000095	0,0000000	-0,00000985	-0,00000984	0,00000016
2	-0,0000004	-0,0000100	-0,0000102	-0,0000004	-0,00000970		
3	-0,0000006	-0,0000105	-0,0000104	-0,0000009	-0,00000970		
4	-0,0000013	-0,0000111	-0,0000115	-0,0000014	-0,00000995		
5	-0,0000014	-0,0000114	-0,0000111	-0,0000016	-0,00000975		
6	-0,0000016	-0,0000116	-0,0000116	-0,0000014	-0,00001010		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000092	-0,0000091	0,0000008	-0,00000995	-0,00000998	0,00000013
2	0,0000008	-0,0000091	-0,0000090	0,0000010	-0,00000995		
3	0,0000011	-0,0000087	-0,0000087	0,0000011	-0,00000980		
4	0,0000012	-0,0000084	-0,0000088	0,0000014	-0,00000990		
5	0,0000017	-0,0000087	-0,0000087	0,0000012	-0,00001015		
6	0,0000014	-0,0000089	-0,0000090	0,0000009	-0,00001010		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000101	-0,0000103	-0,0000004	-0,00001000	-0,00000984	0,00000012
2	-0,0000004	-0,0000104	-0,0000104	-0,0000008	-0,00000980		
3	-0,0000011	-0,0000107	-0,0000107	-0,0000006	-0,00000985		
4	-0,0000008	-0,0000108	-0,0000107	-0,0000008	-0,00000995		
5	-0,0000006	-0,0000102	-0,0000105	-0,0000005	-0,00000980		
6	-0,0000006	-0,0000101	-0,0000103	-0,0000005	-0,00000965		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	-0,0000099	-0,0000102	-0,0000002	-0,00000975	-0,00000996	0,00000016
2	-0,0000002	-0,0000097	-0,0000100	0,0000001	-0,00000980		
3	0,0000002	-0,0000100	-0,0000105	-0,0000004	-0,00001015		
4	-0,0000002	-0,0000104	-0,0000104	-0,0000006	-0,00001000		
5	-0,0000008	-0,0000108	-0,0000110	-0,0000008	-0,00001010		
6	-0,0000008	-0,0000105	-0,0000108	-0,0000006	-0,00000995		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000098	-0,0000097	0,0000004	-0,00001000	-0,00000994	0,00000014
2	0,0000004	-0,0000098	-0,0000099	0,0000001	-0,00001010		
3	0,0000004	-0,0000097	-0,0000092	0,0000006	-0,00000995		
4	0,0000005	-0,0000091	-0,0000092	0,0000007	-0,00000975		
5	0,0000010	-0,0000088	-0,0000090	0,0000008	-0,00000980		
6	0,0000011	-0,0000091	-0,0000091	0,0000008	-0,00001005		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000097	-0,0000097	0,0000001	-0,00000985	-0,0000987	0,0000014
2	-0,0000004	-0,0000101	-0,0000104	-0,0000002	-0,00000995		
3	-0,0000004	-0,0000102	-0,0000105	-0,0000008	-0,00000975		
4	-0,0000005	-0,0000104	-0,0000103	-0,0000007	-0,00000975		
5	-0,0000005	-0,0000102	-0,0000108	-0,0000003	-0,00001010		
6	-0,0000004	-0,0000098	-0,0000100	0,0000002	-0,00000980		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000097	-0,0000097	0,0000000	-0,00000975	-0,0000985	0,0000011
2	-0,0000001	-0,0000097	-0,0000097	0,0000005	-0,00000990		
3	0,0000002	-0,0000097	-0,0000098	0,0000001	-0,00000990		
4	0,0000002	-0,0000098	-0,0000099	0,0000001	-0,00001000		
5	0,0000000	-0,0000096	-0,0000100	-0,0000002	-0,00000970		
6	-0,0000003	-0,0000104	-0,0000102	-0,0000006	-0,00000985		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000097	-0,0000095	0,0000002	-0,00000980	-0,0000986	0,0000018
2	0,0000004	-0,0000095	-0,0000094	0,0000005	-0,00000990		
3	0,0000004	-0,0000093	-0,0000091	0,0000010	-0,00000990		
4	0,0000009	-0,0000087	-0,0000086	0,0000009	-0,00000955		
5	0,0000011	-0,0000088	-0,0000085	0,0000014	-0,00000990		
6	0,0000015	-0,0000084	-0,0000085	0,0000018	-0,00001010		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000003	-0,0000097	-0,0000104	0,0000002	-0,00001030	-0,0000998	0,0000018
2	0,0000003	-0,0000100	-0,0000098	-0,0000004	-0,00000985		
3	-0,0000005	-0,0000102	-0,0000108	-0,0000005	-0,00001000		
4	-0,0000006	-0,0000105	-0,0000109	-0,0000009	-0,00000995		
5	-0,0000008	-0,0000102	-0,0000106	-0,0000001	-0,00000995		
6	-0,0000006	-0,0000104	-0,0000104	-0,0000006	-0,00000980		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000003	-0,0000094	-0,0000093	0,0000005	-0,00000975	-0,0000994	0,0000013
2	0,0000006	-0,0000090	-0,0000090	0,0000011	-0,00000985		
3	0,0000009	-0,0000090	-0,0000092	0,0000008	-0,00000995		
4	0,0000012	-0,0000088	-0,0000089	0,0000010	-0,00000995		
5	0,0000011	-0,0000091	-0,0000090	0,0000010	-0,00001010		
6	0,0000009	-0,0000095	-0,0000089	0,0000008	-0,00001005		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000097	-0,0000098	-0,0000002	-0,00000970	-0,00000993	0,00000014
2	0,0000000	-0,0000096	-0,0000099	0,0000001	-0,00000980		
3	0,0000002	-0,0000098	-0,0000098	0,0000002	-0,00001000		
4	0,0000004	-0,0000097	-0,0000092	0,0000007	-0,00001000		
5	0,0000009	-0,0000092	-0,0000088	0,0000012	-0,00001005		
6	0,0000009	-0,0000087	-0,0000090	0,0000014	-0,00001000		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000098	-0,0000098	0,0000001	-0,00000990	-0,00000993	0,00000018
2	0,0000002	-0,0000100	-0,0000100	0,0000002	-0,00001020		
3	-0,0000002	-0,0000102	-0,0000104	-0,0000005	-0,00000995		
4	-0,0000006	-0,0000102	-0,0000106	-0,0000007	-0,00000975		
5	-0,0000008	-0,0000110	-0,0000107	-0,0000008	-0,00001005		
6	-0,0000008	-0,0000103	-0,0000104	-0,0000004	-0,00000975		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000097	-0,0000095	0,0000003	-0,00000985	-0,00000985	0,00000015
2	0,0000005	-0,0000096	-0,0000094	0,0000004	-0,00000995		
3	0,0000006	-0,0000091	-0,0000088	0,0000007	-0,00000960		
4	0,0000011	-0,0000088	-0,0000088	0,0000012	-0,00000995		
5	0,0000012	-0,0000086	-0,0000087	0,0000015	-0,00001000		
6	0,0000012	-0,0000084	-0,0000087	0,0000012	-0,00000975		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000006	-0,0000092	-0,0000095	0,0000004	-0,00000985	-0,00000992	0,00000015
2	0,0000002	-0,0000098	-0,0000098	-0,0000001	-0,00000985		
3	0,0000002	-0,0000098	-0,0000099	0,0000001	-0,00001000		
4	-0,0000001	-0,0000097	-0,0000097	0,0000001	-0,00000970		
5	0,0000004	-0,0000095	-0,0000099	0,0000005	-0,00001015		
6	0,0000004	-0,0000094	-0,0000092	0,0000009	-0,00000995		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000094	-0,0000097	0,0000002	-0,00000970	-0,00000988	0,00000020
2	0,0000000	-0,0000095	-0,0000098	0,0000002	-0,00000975		
3	0,0000002	-0,0000097	-0,0000097	0,0000008	-0,00001020		
4	0,0000006	-0,0000091	-0,0000089	0,0000009	-0,00000975		
5	0,0000012	-0,0000087	-0,0000088	0,0000014	-0,00001005		
6	0,0000012	-0,0000085	-0,0000086	0,0000014	-0,00000985		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000096	-0,0000097	0,0000004	-0,00000985	-0,0000987	0,0000016
2	0,0000002	-0,0000100	-0,0000099	0,0000002	-0,00001015		
3	-0,0000003	-0,0000099	-0,0000100	-0,0000002	-0,00000970		
4	-0,0000005	-0,0000102	-0,0000104	-0,0000003	-0,00000990		
5	-0,0000004	-0,0000105	-0,0000107	-0,0000011	-0,00000985		
6	-0,0000009	-0,0000107	-0,0000106	-0,0000009	-0,00000975		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000096	-0,0000095	0,0000004	-0,00000985	-0,0000998	0,0000014
2	0,0000001	-0,0000100	-0,0000100	0,0000001	-0,00001010		
3	-0,0000001	-0,0000106	-0,0000102	-0,0000004	-0,00001015		
4	-0,0000005	-0,0000105	-0,0000107	-0,0000008	-0,00000995		
5	-0,0000007	-0,0000107	-0,0000107	-0,0000006	-0,00001005		
6	-0,0000010	-0,0000108	-0,0000107	-0,0000009	-0,00000980		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000094	-0,0000094	0,0000001	-0,00000965	-0,0000985	0,0000015
2	0,0000000	-0,0000094	-0,0000090	0,0000011	-0,00000975		
3	0,0000009	-0,0000089	-0,0000090	0,0000012	-0,00001000		
4	0,0000011	-0,0000088	-0,0000086	0,0000015	-0,00001000		
5	0,0000014	-0,0000087	-0,0000087	0,0000011	-0,00000995		
6	0,0000012	-0,0000086	-0,0000085	0,0000012	-0,00000975		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000096	-0,0000096	0,0000000	-0,00000965	-0,0000988	0,0000019
2	0,0000004	-0,0000100	-0,0000100	0,0000000	-0,00001020		
3	-0,0000004	-0,0000105	-0,0000103	-0,0000005	-0,00000995		
4	-0,0000006	-0,0000105	-0,0000106	-0,0000009	-0,00000980		
5	-0,0000006	-0,0000104	-0,0000105	-0,0000005	-0,00000990		
6	-0,0000006	-0,0000102	-0,0000102	-0,0000003	-0,00000975		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\text{sr}}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000097	-0,0000095	0,0000005	-0,00000995	-0,0000992	0,0000015
2	0,0000007	-0,0000093	-0,0000091	0,0000007	-0,00000990		
3	0,0000006	-0,0000092	-0,0000089	0,0000008	-0,00000975		
4	0,0000011	-0,0000087	-0,0000086	0,0000011	-0,00000975		
5	0,0000013	-0,0000087	-0,0000086	0,0000016	-0,00001010		
6	0,0000014	-0,0000087	-0,0000084	0,0000016	-0,00001005		

Załącznik 3 Wyniki odchyłeń standardowych masą 1 mg dla komparatora AK-4/500

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000011	-0,00000564	-0,00000576	-0,00000048	-0,000005405	-0,00005408	0,00000040
2	-0,00000061	-0,00000602	-0,00000597	-0,00000049	-0,000005445		
3	-0,00000041	-0,00000571	-0,00000546	0,00000012	-0,000005440		
4	0,00000016	-0,00000518	-0,00000517	0,00000018	-0,000005345		
5	0,00000015	-0,00000542	-0,00000552	-0,00000022	-0,000005435		
6	-0,00000028	-0,00000580	-0,00000600	-0,00000076	-0,000005380		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000005	-0,00000537	-0,00000544	-0,00000011	-0,000005375	-0,00005388	0,00000045
2	-0,00000024	-0,00000573	-0,00000591	-0,00000068	-0,000005360		
3	-0,00000088	-0,00000637	-0,00000630	-0,00000084	-0,000005475		
4	-0,00000080	-0,00000600	-0,00000586	-0,00000026	-0,000005400		
5	-0,00000008	-0,00000536	-0,00000529	0,00000015	-0,000005360		
6	0,00000019	-0,00000520	-0,00000525	0,00000008	-0,000005360		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000012	-0,00000518	-0,00000510	0,00000032	-0,000005360	-0,00005419	0,00000041
2	0,00000024	-0,00000529	-0,00000537	-0,00000002	-0,000005440		
3	-0,00000009	-0,00000572	-0,00000591	-0,00000067	-0,000005435		
4	-0,00000089	-0,00000643	-0,00000647	-0,00000106	-0,000005475		
5	-0,00000096	-0,00000629	-0,00000619	-0,00000068	-0,000005420		
6	-0,00000056	-0,00000590	-0,00000586	-0,00000043	-0,000005385		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000020	-0,00000555	-0,00000551	0,00000006	-0,000005460	-0,00005429	0,00000039
2	0,00000027	-0,00000505	-0,00000481	0,00000064	-0,000005385		
3	0,00000052	-0,00000494	-0,00000498	0,00000032	-0,000005380		
4	0,00000010	-0,00000551	-0,00000572	-0,00000046	-0,000005435		
5	-0,00000056	-0,00000608	-0,00000607	-0,00000071	-0,000005440		
6	-0,00000069	-0,00000605	-0,00000603	-0,00000044	-0,000005475		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000005	-0,00000553	-0,00000577	-0,00000053	-0,000005360	-0,00005376	0,00000040
2	-0,00000065	-0,00000596	-0,00000590	-0,00000051	-0,000005350		
3	-0,00000046	-0,00000577	-0,00000566	-0,00000021	-0,000005380		
4	-0,00000023	-0,00000559	-0,00000552	-0,00000016	-0,000005360		
5	-0,00000020	-0,00000571	-0,00000590	-0,00000071	-0,000005350		
6	-0,00000106	-0,00000664	-0,00000660	-0,00000127	-0,000005455		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000518	-0,00000501	0,00000043	-0,000005340	-0,000005370	0,000000040
2	0,00000047	-0,00000495	-0,00000499	0,00000031	-0,000005360		
3	0,00000015	-0,00000537	-0,00000547	-0,00000032	-0,000005335		
4	-0,00000056	-0,00000613	-0,00000625	-0,00000113	-0,000005345		
5	-0,00000121	-0,00000669	-0,00000672	-0,00000138	-0,000005410		
6	-0,00000130	-0,00000663	-0,00000651	-0,00000098	-0,000005430		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000531	-0,00000516	0,00000033	-0,000005430	-0,000005401	0,000000043
2	0,00000044	-0,00000491	-0,00000491	0,00000041	-0,000005335		
3	0,00000038	-0,00000511	-0,00000521	0,00000004	-0,000005370		
4	-0,00000019	-0,00000575	-0,00000591	-0,00000059	-0,000005440		
5	-0,00000079	-0,00000639	-0,00000646	-0,00000118	-0,000005440		
6	-0,00000113	-0,00000641	-0,00000629	-0,00000079	-0,000005390		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000534	-0,00000514	0,00000035	-0,000005455	-0,000005441	0,000000039
2	0,00000033	-0,00000522	-0,00000523	0,00000008	-0,000005430		
3	-0,00000014	-0,00000573	-0,00000584	-0,00000064	-0,000005395		
4	-0,00000078	-0,00000637	-0,00000645	-0,00000102	-0,000005510		
5	-0,00000100	-0,00000634	-0,00000629	-0,00000077	-0,000005430		
6	-0,00000067	-0,00000594	-0,00000574	-0,00000016	-0,000005425		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000015	-0,00000559	-0,00000566	-0,00000031	-0,000005395	-0,000005395	0,000000036
2	-0,00000038	-0,00000562	-0,00000552	-0,00000001	-0,000005375		
3	0,00000019	-0,00000507	-0,00000497	0,00000060	-0,000005415		
4	0,00000070	-0,00000459	-0,00000451	0,00000087	-0,000005335		
5	0,00000075	-0,00000475	-0,00000482	0,00000055	-0,000005435		
6	0,00000034	-0,00000518	-0,00000523	0,00000008	-0,000005415		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000523	-0,00000510	0,00000042	-0,000005405	-0,000005393	0,000000047
2	0,00000035	-0,00000505	-0,00000505	0,00000026	-0,000005355		
3	0,00000015	-0,00000527	-0,00000530	0,00000013	-0,000005425		
4	0,00000014	-0,00000528	-0,00000505	0,00000046	-0,000005465		
5	0,00000058	-0,00000464	-0,00000436	0,00000112	-0,000005350		
6	0,00000115	-0,00000419	-0,00000425	0,00000112	-0,000005355		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000505	-0,00000494	0,00000054	-0,000005305	-0,000005375	0,000000040
2	0,00000055	-0,00000483	-0,00000480	0,00000057	-0,000005375		
3	0,00000046	-0,00000497	-0,00000499	0,00000029	-0,000005355		
4	0,00000017	-0,00000538	-0,00000544	-0,00000019	-0,000005400		
5	-0,00000036	-0,00000580	-0,00000573	-0,00000035	-0,000005410		
6	-0,00000028	-0,00000558	-0,00000535	0,00000016	-0,000005405		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000009	-0,00000512	-0,00000490	0,00000061	-0,000005360	-0,000005382	0,000000032
2	0,00000078	-0,00000455	-0,00000436	0,00000111	-0,000005400		
3	0,00000108	-0,00000439	-0,00000446	0,00000090	-0,000005415		
4	0,00000079	-0,00000472	-0,00000481	0,00000039	-0,000005355		
5	0,00000023	-0,00000528	-0,00000543	-0,00000011	-0,000005415		
6	-0,00000022	-0,00000553	-0,00000542	-0,00000004	-0,000005345		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000003	-0,00000542	-0,00000533	0,00000012	-0,000005420	-0,000005393	0,000000047
2	0,00000010	-0,00000516	-0,00000499	0,00000050	-0,000005375		
3	0,00000060	-0,00000472	-0,00000464	0,00000083	-0,000005395		
4	0,00000079	-0,00000460	-0,00000461	0,00000062	-0,000005310		
5	0,00000041	-0,00000510	-0,00000526	0,00000005	-0,000005410		
6	-0,00000012	-0,00000563	-0,00000568	-0,00000030	-0,000005445		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000003	-0,00000547	-0,00000555	-0,00000028	-0,000005355	-0,000005364	0,000000024
2	-0,00000026	-0,00000561	-0,00000554	-0,00000009	-0,000005400		
3	-0,00000009	-0,00000531	-0,00000509	0,00000042	-0,000005365		
4	0,00000053	-0,00000476	-0,00000457	0,00000082	-0,000005340		
5	0,00000077	-0,00000470	-0,00000477	0,00000044	-0,000005340		
6	0,00000032	-0,00000518	-0,00000534	-0,00000007	-0,000005385		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000003	-0,00000553	-0,00000554	-0,00000030	-0,000005370	-0,000005371	0,000000048
2	-0,00000048	-0,00000600	-0,00000605	-0,00000072	-0,000005425		
3	-0,00000084	-0,00000615	-0,00000599	-0,00000044	-0,000005430		
4	-0,00000032	-0,00000557	-0,00000539	0,00000007	-0,000005355		
5	0,00000010	-0,00000521	-0,00000509	0,00000025	-0,000005325		
6	0,00000015	-0,00000534	-0,00000538	-0,00000023	-0,000005320		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000020	-0,00000567	-0,00000580	-0,00000061	-0,000005330	-0,000005359	0,000000020
2	-0,00000089	-0,00000640	-0,00000653	-0,00000129	-0,000005375		
3	-0,00000153	-0,00000702	-0,00000709	-0,00000182	-0,000005380		
4	-0,00000183	-0,00000707	-0,00000698	-0,00000153	-0,000005345		
5	-0,00000150	-0,00000678	-0,00000655	-0,00000108	-0,000005375		
6	-0,00000108	-0,00000641	-0,00000646	-0,00000109	-0,000005350		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000012	-0,00000523	-0,00000523	0,00000007	-0,000005325	-0,000005367	0,000000043
2	-0,00000006	-0,00000554	-0,00000567	-0,00000042	-0,000005365		
3	-0,00000054	-0,00000607	-0,00000610	-0,00000085	-0,000005390		
4	-0,00000106	-0,00000644	-0,00000642	-0,00000095	-0,000005425		
5	-0,00000087	-0,00000614	-0,00000601	-0,00000051	-0,000005385		
6	-0,00000041	-0,00000566	-0,00000549	-0,00000012	-0,000005310		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000014	-0,00000510	-0,00000482	0,00000084	-0,000005450	-0,000005396	0,000000041
2	0,00000102	-0,00000419	-0,00000406	0,00000140	-0,000005335		
3	0,00000141	-0,00000401	-0,00000416	0,00000115	-0,000005365		
4	0,00000104	-0,00000443	-0,00000448	0,00000090	-0,000005425		
5	0,00000080	-0,00000465	-0,00000469	0,00000065	-0,000005395		
6	0,00000059	-0,00000472	-0,00000468	0,00000082	-0,000005405		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000002	-0,00000520	-0,00000508	0,00000048	-0,000005390	-0,000005389	0,000000022
2	0,00000055	-0,00000469	-0,00000455	0,00000098	-0,000005385		
3	0,00000110	-0,00000418	-0,00000415	0,00000135	-0,000005390		
4	0,00000131	-0,00000418	-0,00000422	0,00000102	-0,000005365		
5	0,00000087	-0,00000462	-0,00000471	0,00000066	-0,000005430		
6	0,00000044	-0,00000498	-0,00000501	0,00000032	-0,000005375		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000536	-0,00000533	0,00000007	-0,000005410	-0,000005398	0,000000045
2	-0,00000002	-0,00000534	-0,00000521	0,00000032	-0,000005425		
3	0,00000043	-0,00000477	-0,00000441	0,00000117	-0,000005390		
4	0,00000137	-0,00000382	-0,00000369	0,00000178	-0,000005330		
5	0,00000178	-0,00000360	-0,00000349	0,00000188	-0,000005375		
6	0,00000182	-0,00000362	-0,00000365	0,00000183	-0,000005460		

Załącznik 4: Wyniki odchyień standardowych masą 1 mg dla komparatora UMA-5

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000053	-0,0000053	0,0000001	-0,00000575	-0,00000549	0,00000017
2	-0,0000004	-0,0000061	-0,0000063	-0,0000008	-0,00000560		
3	-0,0000009	-0,0000063	-0,0000062	-0,0000009	-0,00000535		
4	-0,0000011	-0,0000062	-0,0000065	-0,0000010	-0,00000530		
5	-0,0000012	-0,0000065	-0,0000068	-0,0000012	-0,00000545		
6	-0,0000012	-0,0000065	-0,0000065	-0,0000008	-0,00000550		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000053	-0,0000054	0,0000006	-0,00000570	-0,00000546	0,00000019
2	0,0000004	-0,0000052	-0,0000053	0,0000004	-0,00000565		
3	0,0000002	-0,0000050	-0,0000054	0,0000001	-0,00000535		
4	-0,0000001	-0,0000051	-0,0000057	0,0000003	-0,00000550		
5	0,0000001	-0,0000052	-0,0000055	-0,0000001	-0,00000535		
6	-0,0000001	-0,0000054	-0,0000055	-0,0000004	-0,00000520		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000052	-0,0000056	-0,0000003	-0,00000530	-0,00000547	0,00000021
2	-0,0000001	-0,0000061	-0,0000062	-0,0000005	-0,00000585		
3	-0,0000009	-0,0000064	-0,0000065	-0,0000012	-0,00000540		
4	-0,0000008	-0,0000064	-0,0000061	-0,0000009	-0,00000540		
5	-0,0000009	-0,0000062	-0,0000064	-0,0000006	-0,00000555		
6	-0,0000008	-0,0000059	-0,0000060	-0,0000005	-0,00000530		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000054	-0,0000058	-0,0000001	-0,00000565	-0,00000545	0,00000015
2	-0,0000001	-0,0000057	-0,0000058	-0,0000005	-0,00000545		
3	-0,0000003	-0,0000057	-0,0000059	-0,0000005	-0,00000540		
4	-0,0000005	-0,0000060	-0,0000062	-0,0000005	-0,00000560		
5	-0,0000003	-0,0000056	-0,0000055	-0,0000001	-0,00000535		
6	0,0000002	-0,0000050	-0,0000051	0,0000002	-0,00000525		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	-0,0000051	-0,0000052	0,0000002	-0,00000520	-0,00000546	0,00000017
2	0,0000002	-0,0000052	-0,0000052	0,0000003	-0,00000545		
3	0,0000004	-0,0000054	-0,0000054	0,0000000	-0,00000560		
4	0,0000001	-0,0000056	-0,0000058	-0,0000001	-0,00000570		
5	-0,0000001	-0,0000056	-0,0000055	-0,0000002	-0,00000540		
6	-0,0000004	-0,0000056	-0,0000059	-0,0000003	-0,00000540		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	-0,0000054	-0,0000054	0,0000002	-0,00000545	-0,00000544	0,00000010
2	0,0000001	-0,0000057	-0,0000057	-0,0000003	-0,00000560		
3	-0,0000002	-0,0000055	-0,0000059	-0,0000004	-0,00000540		
4	0,0000000	-0,0000054	-0,0000055	-0,0000001	-0,00000540		
5	0,0000001	-0,0000050	-0,0000055	0,0000004	-0,00000550		
6	0,0000002	-0,0000049	-0,0000051	0,0000004	-0,00000530		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000052	-0,0000054	0,0000002	-0,00000545	-0,00000544	0,00000019
2	0,0000000	-0,0000054	-0,0000056	0,0000000	-0,00000550		
3	-0,0000003	-0,0000053	-0,0000053	-0,0000001	-0,00000510		
4	-0,0000004	-0,0000055	-0,0000059	-0,0000002	-0,00000540		
5	-0,0000002	-0,0000059	-0,0000061	-0,0000007	-0,00000555		
6	-0,0000012	-0,0000067	-0,0000069	-0,0000011	-0,00000565		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000053	-0,0000055	0,0000000	-0,00000540	-0,00000549	0,00000018
2	0,0000002	-0,0000056	-0,0000058	-0,0000001	-0,00000575		
3	0,0000001	-0,0000055	-0,0000055	0,0000002	-0,00000565		
4	-0,0000001	-0,0000050	-0,0000052	0,0000004	-0,00000525		
5	0,0000002	-0,0000050	-0,0000051	0,0000005	-0,00000540		
6	0,0000006	-0,0000048	-0,0000048	0,0000008	-0,00000550		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000052	-0,0000054	0,0000002	-0,00000545	-0,00000533	0,00000020
2	0,0000004	-0,0000050	-0,0000056	0,0000000	-0,00000550		
3	-0,0000002	-0,0000049	-0,0000050	0,0000004	-0,00000505		
4	0,0000006	-0,0000047	-0,0000051	0,0000005	-0,00000545		
5	0,0000005	-0,0000048	-0,0000047	0,0000008	-0,00000540		
6	0,0000004	-0,0000047	-0,0000045	0,0000006	-0,00000510		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000055	-0,0000053	0,0000003	-0,00000565	-0,00000547	0,00000013
2	-0,0000001	-0,0000056	-0,0000055	-0,0000001	-0,00000545		
3	0,0000001	-0,0000057	-0,0000056	-0,0000003	-0,00000555		
4	-0,0000006	-0,0000059	-0,0000057	-0,0000004	-0,00000530		
5	-0,0000005	-0,0000061	-0,0000062	-0,0000008	-0,00000550		
6	-0,0000011	-0,0000064	-0,0000065	-0,0000011	-0,00000535		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000055	-0,0000055	-0,0000004	-0,00000530	-0,00000538	0,00000019
2	-0,0000004	-0,0000061	-0,0000060	-0,0000008	-0,00000545		
3	-0,0000009	-0,0000065	-0,0000065	-0,0000012	-0,00000545		
4	-0,0000015	-0,0000067	-0,0000067	-0,0000016	-0,00000515		
5	-0,0000015	-0,0000072	-0,0000070	-0,0000013	-0,00000570		
6	-0,0000014	-0,0000067	-0,0000066	-0,0000014	-0,00000525		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000053	-0,0000054	0,0000002	-0,00000555	-0,00000542	0,00000013
2	-0,0000001	-0,0000054	-0,0000052	0,0000003	-0,00000540		
3	-0,0000001	-0,0000051	-0,0000051	0,0000003	-0,00000520		
4	0,0000003	-0,0000054	-0,0000051	0,0000003	-0,00000555		
5	0,0000002	-0,0000049	-0,0000051	0,0000006	-0,00000540		
6	0,0000007	-0,0000047	-0,0000048	0,0000006	-0,00000540		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000047	-0,0000049	0,0000004	-0,00000510	-0,00000539	0,00000018
2	0,0000004	-0,0000051	-0,0000051	0,0000001	-0,00000535		
3	-0,0000001	-0,0000058	-0,0000059	-0,0000005	-0,00000555		
4	-0,0000007	-0,0000060	-0,0000064	-0,0000008	-0,00000545		
5	-0,0000011	-0,0000065	-0,0000061	-0,0000009	-0,00000530		
6	-0,0000009	-0,0000066	-0,0000060	-0,0000005	-0,00000560		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000003	-0,0000051	-0,0000044	0,0000009	-0,00000535	-0,00000543	0,00000011
2	0,0000008	-0,0000045	-0,0000045	0,0000010	-0,00000540		
3	0,0000009	-0,0000042	-0,0000045	0,0000010	-0,00000530		
4	0,0000012	-0,0000043	-0,0000044	0,0000010	-0,00000545		
5	0,0000009	-0,0000047	-0,0000045	0,0000009	-0,00000550		
6	0,0000009	-0,0000047	-0,0000046	0,0000010	-0,00000560		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	-0,0000056	-0,0000056	-0,0000005	-0,00000530	-0,00000529	0,00000019
2	-0,0000003	-0,0000054	-0,0000054	-0,0000001	-0,00000520		
3	-0,0000003	-0,0000052	-0,0000051	0,0000002	-0,00000510		
4	0,0000004	-0,0000051	-0,0000051	0,0000007	-0,00000565		
5	0,0000004	-0,0000045	-0,0000047	0,0000009	-0,00000525		
6	0,0000009	-0,0000041	-0,0000042	0,0000013	-0,00000525		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000052	-0,0000052	0,0000001	-0,00000545	-0,00000533	0,00000014
2	0,0000000	-0,0000055	-0,0000055	-0,0000002	-0,00000540		
3	-0,0000004	-0,0000057	-0,0000057	-0,0000002	-0,00000540		
4	-0,0000001	-0,0000053	-0,0000055	0,0000000	-0,00000535		
5	0,0000000	-0,0000051	-0,0000052	0,0000003	-0,00000530		
6	0,0000002	-0,0000047	-0,0000048	0,0000004	-0,00000505		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000055	-0,0000051	0,0000001	-0,00000545	-0,00000538	0,00000018
2	0,0000002	-0,0000048	-0,0000048	0,0000005	-0,00000515		
3	0,0000005	-0,0000050	-0,0000048	0,0000005	-0,00000540		
4	0,0000005	-0,0000045	-0,0000048	0,0000006	-0,00000520		
5	0,0000004	-0,0000049	-0,0000052	0,0000003	-0,00000540		
6	0,0000001	-0,0000053	-0,0000058	0,0000001	-0,00000565		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000052	-0,0000054	0,0000000	-0,00000530	-0,00000538	0,00000015
2	-0,0000002	-0,0000057	-0,0000055	-0,0000006	-0,00000520		
3	-0,0000006	-0,0000057	-0,0000062	-0,0000007	-0,00000530		
4	-0,0000008	-0,0000065	-0,0000064	-0,0000011	-0,00000550		
5	-0,0000013	-0,0000068	-0,0000071	-0,0000014	-0,00000560		
6	-0,0000012	-0,0000067	-0,0000066	-0,0000014	-0,00000535		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000051	-0,0000052	0,0000005	-0,00000565	-0,00000554	0,00000014
2	-0,0000001	-0,0000050	-0,0000064	0,0000000	-0,00000565		
3	-0,0000001	-0,0000057	-0,0000056	-0,0000004	-0,00000540		
4	-0,0000007	-0,0000058	-0,0000061	-0,0000004	-0,00000540		
5	-0,0000006	-0,0000060	-0,0000065	-0,0000010	-0,00000545		
6	-0,0000010	-0,0000067	-0,0000071	-0,0000014	-0,00000570		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000052	-0,0000053	0,0000000	-0,00000545	-0,00000543	0,00000015
2	0,0000001	-0,0000051	-0,0000057	0,0000001	-0,00000550		
3	-0,0000002	-0,0000060	-0,0000060	-0,0000004	-0,00000570		
4	-0,0000008	-0,0000060	-0,0000060	-0,0000005	-0,00000535		
5	-0,0000006	-0,0000058	-0,0000061	-0,0000007	-0,00000530		
6	-0,0000005	-0,0000058	-0,0000058	-0,0000005	-0,00000530		

Załącznik 5: Wyniki odchyłeń standardowych masą 0,5 mg dla komparatora AK-4/500

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000011	-0,00001294	-0,00001294	-0,00000022	-0,000012775	-0,000012792	0,000000039
2	-0,00000028	-0,00001315	-0,00001323	-0,00000048	-0,000012810		
3	-0,00000040	-0,00001312	-0,00001309	-0,00000031	-0,000012750		
4	-0,00000030	-0,00001315	-0,00001334	-0,00000069	-0,000012750		
5	-0,00000074	-0,00001374	-0,00001379	-0,00000110	-0,000012845		
6	-0,00000112	-0,00001401	-0,00001401	-0,00000126	-0,000012820		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000001	-0,00001289	-0,00001306	-0,00000025	-0,000012845	-0,000012859	0,000000032
2	-0,00000033	-0,00001322	-0,00001341	-0,00000066	-0,000012820		
3	-0,00000061	-0,00001346	-0,00001350	-0,00000068	-0,000012835		
4	-0,00000074	-0,00001369	-0,00001377	-0,00000096	-0,000012880		
5	-0,00000111	-0,00001402	-0,00001423	-0,00000133	-0,000012905		
6	-0,00000133	-0,00001413	-0,00001411	-0,00000117	-0,000012870		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000022	-0,00001319	-0,00001334	-0,00000063	-0,000012840	-0,000012831	0,000000043
2	-0,00000074	-0,00001367	-0,00001371	-0,00000097	-0,000012835		
3	-0,00000108	-0,00001390	-0,00001405	-0,00000135	-0,000012760		
4	-0,00000150	-0,00001445	-0,00001461	-0,00000185	-0,000012855		
5	-0,00000192	-0,00001482	-0,00001487	-0,00000200	-0,000012885		
6	-0,00000210	-0,00001501	-0,00001500	-0,00000229	-0,000012810		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000013	-0,00001290	-0,00001294	-0,00000013	-0,000012790	-0,000012808	0,000000021
2	-0,00000015	-0,00001304	-0,00001298	-0,00000029	-0,000012790		
3	-0,00000037	-0,00001330	-0,00001343	-0,00000071	-0,000012825		
4	-0,00000084	-0,00001371	-0,00001375	-0,00000098	-0,000012820		
5	-0,00000097	-0,00001382	-0,00001376	-0,00000094	-0,000012835		
6	-0,00000095	-0,00001372	-0,00001380	-0,00000099	-0,000012790		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000011	-0,00001315	-0,00001338	-0,00000060	-0,000012910	-0,000012860	0,000000029
2	-0,00000073	-0,00001359	-0,00001361	-0,00000079	-0,000012840		
3	-0,00000083	-0,00001372	-0,00001374	-0,00000097	-0,000012830		
4	-0,00000104	-0,00001403	-0,00001420	-0,00000144	-0,000012875		
5	-0,00000158	-0,00001450	-0,00001457	-0,00000177	-0,000012860		
6	-0,00000176	-0,00001457	-0,00001451	-0,00000163	-0,000012845		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000001	-0,00001287	-0,00001288	-0,00000019	-0,000012785	-0,000012807	0,000000039
2	-0,00000034	-0,00001331	-0,00001345	-0,00000073	-0,000012845		
3	-0,00000082	-0,00001376	-0,00001387	-0,00000117	-0,000012820		
4	-0,00000126	-0,00001404	-0,00001426	-0,00000155	-0,000012745		
5	-0,00000166	-0,00001459	-0,00001475	-0,00000208	-0,000012800		
6	-0,00000224	-0,00001514	-0,00001527	-0,00000248	-0,000012845		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000007	-0,00001298	-0,00001314	-0,00000043	-0,000012810	-0,000012814	0,000000019
2	-0,00000047	-0,00001327	-0,00001326	-0,00000041	-0,000012825		
3	-0,00000038	-0,00001320	-0,00001317	-0,00000035	-0,000012820		
4	-0,00000038	-0,00001325	-0,00001332	-0,00000056	-0,000012815		
5	-0,00000069	-0,00001359	-0,00001364	-0,00000087	-0,000012835		
6	-0,00000091	-0,00001366	-0,00001368	-0,00000087	-0,000012780		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000001	-0,00001284	-0,00001282	-0,00000002	-0,000012825	-0,000012842	0,000000034
2	-0,00000005	-0,00001294	-0,00001295	-0,00000020	-0,000012820		
3	-0,00000019	-0,00001297	-0,00001295	-0,00000003	-0,000012850		
4	0,00000005	-0,00001282	-0,00001283	0,00000010	-0,000012900		
5	0,00000020	-0,00001267	-0,00001266	0,00000008	-0,000012805		
6	-0,00000008	-0,00001304	-0,00001314	-0,00000040	-0,000012850		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000006	-0,00001292	-0,00001292	-0,00000018	-0,000012800	-0,000012824	0,000000026
2	-0,00000019	-0,00001297	-0,00001302	-0,00000021	-0,000012795		
3	-0,00000021	-0,00001308	-0,00001307	-0,00000026	-0,000012840		
4	-0,00000019	-0,00001295	-0,00001294	0,00000002	-0,000012860		
5	0,00000011	-0,00001268	-0,00001266	0,00000023	-0,000012840		
6	0,00000020	-0,00001263	-0,00001271	0,00000008	-0,000012810		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000009	-0,00001255	-0,00001234	0,00000073	-0,000012855	-0,000012848	0,000000039
2	0,00000102	-0,00001161	-0,00001159	0,00000147	-0,000012845		
3	0,00000167	-0,00001113	-0,00001109	0,00000182	-0,000012855		
4	0,00000178	-0,00001115	-0,00001113	0,00000174	-0,000012900		
5	0,00000183	-0,00001091	-0,00001089	0,00000208	-0,000012855		
6	0,00000232	-0,00001034	-0,00001024	0,00000266	-0,000012780		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000015	-0,00001256	-0,00001254	0,00000031	-0,000012780	-0,000012829	0,000000031
2	0,00000040	-0,00001238	-0,00001241	0,00000051	-0,000012850		
3	0,00000073	-0,00001210	-0,00001215	0,00000071	-0,000012845		
4	0,00000087	-0,00001187	-0,00001200	0,00000093	-0,000012835		
5	0,00000092	-0,00001182	-0,00001189	0,00000098	-0,000012805		
6	0,00000109	-0,00001179	-0,00001163	0,00000121	-0,000012860		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000013	-0,00001303	-0,00001300	-0,00000013	-0,000012885	-0,000012850	0,000000044
2	-0,00000005	-0,00001288	-0,00001279	0,00000009	-0,000012855		
3	0,00000026	-0,00001243	-0,00001231	0,00000076	-0,000012880		
4	0,00000092	-0,00001192	-0,00001194	0,00000075	-0,000012765		
5	0,00000078	-0,00001207	-0,00001193	0,00000093	-0,000012855		
6	0,00000107	-0,00001168	-0,00001155	0,00000142	-0,000012860		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000014	-0,00001253	-0,00001239	0,00000065	-0,000012855	-0,000012819	0,000000024
2	0,00000076	-0,00001196	-0,00001188	0,00000104	-0,000012820		
3	0,00000110	-0,00001170	-0,00001165	0,00000121	-0,000012830		
4	0,00000136	-0,00001122	-0,00001096	0,00000204	-0,000012790		
5	0,00000224	-0,00001050	-0,00001041	0,00000244	-0,000012795		
6	0,00000248	-0,00001025	-0,00001024	0,00000268	-0,000012825		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000001	-0,00001281	-0,00001285	0,00000001	-0,000012840	-0,000012816	0,000000029
2	0,00000001	-0,00001265	-0,00001252	0,00000043	-0,000012805		
3	0,00000051	-0,00001228	-0,00001228	0,00000052	-0,000012795		
4	0,00000056	-0,00001220	-0,00001210	0,00000076	-0,000012810		
5	0,00000080	-0,00001188	-0,00001182	0,00000122	-0,000012860		
6	0,00000134	-0,00001134	-0,00001127	0,00000162	-0,000012785		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000006	-0,00001291	-0,00001293	-0,00000004	-0,000012870	-0,000012833	0,000000037
2	0,00000000	-0,00001275	-0,00001255	0,00000037	-0,000012835		
3	0,00000055	-0,00001212	-0,00001198	0,00000099	-0,000012820		
4	0,00000116	-0,00001152	-0,00001144	0,00000143	-0,000012775		
5	0,00000149	-0,00001129	-0,00001131	0,00000155	-0,000012820		
6	0,00000151	-0,00001134	-0,00001125	0,00000165	-0,000012875		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000003	-0,00001286	-0,00001281	0,00000006	-0,000012850	-0,000012848	0,000000041
2	0,00000005	-0,00001281	-0,00001290	-0,00000001	-0,000012875		
3	0,00000006	-0,00001268	-0,00001260	0,00000040	-0,000012870		
4	0,00000042	-0,00001230	-0,00001227	0,00000057	-0,000012780		
5	0,00000056	-0,00001221	-0,00001223	0,00000064	-0,000012820		
6	0,00000068	-0,00001212	-0,00001209	0,00000089	-0,000012890		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000004	-0,00001265	-0,00001267	0,00000020	-0,000012780	-0,000012812	0,000000044
2	0,00000026	-0,00001251	-0,00001255	0,00000020	-0,000012760		
3	0,00000021	-0,00001261	-0,00001260	0,00000028	-0,000012850		
4	0,00000029	-0,00001248	-0,00001246	0,00000032	-0,000012775		
5	0,00000031	-0,00001262	-0,00001269	0,00000008	-0,000012850		
6	0,00000015	-0,00001261	-0,00001263	0,00000032	-0,000012855		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000011	-0,00001257	-0,00001252	0,00000043	-0,000012815	-0,000012812	0,000000023
2	0,00000050	-0,00001236	-0,00001241	0,00000033	-0,000012800		
3	0,00000028	-0,00001255	-0,00001258	0,00000028	-0,000012845		
4	0,00000042	-0,00001224	-0,00001225	0,00000066	-0,000012785		
5	0,00000071	-0,00001220	-0,00001229	0,00000039	-0,000012795		
6	0,00000024	-0,00001257	-0,00001254	0,00000031	-0,000012830		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000004	-0,00001275	-0,00001267	0,00000024	-0,000012850	-0,000012828	0,000000023
2	0,00000022	-0,00001262	-0,00001255	0,00000022	-0,000012805		
3	0,00000027	-0,00001269	-0,00001279	-0,00000006	-0,000012845		
4	-0,00000010	-0,00001289	-0,00001285	0,00000006	-0,000012850		
5	0,00000014	-0,00001258	-0,00001247	0,00000042	-0,000012805		
6	0,00000048	-0,00001241	-0,00001255	0,00000018	-0,000012810		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	0,00000000	-0,00001293	-0,00001299	-0,00000027	-0,000012825	-0,000012843	0,000000024
2	-0,00000026	-0,00001315	-0,00001316	-0,00000028	-0,000012885		
3	-0,00000018	-0,00001291	-0,00001279	0,00000017	-0,000012845		
4	0,00000011	-0,00001274	-0,00001273	0,00000008	-0,000012830		
5	-0,00000001	-0,00001278	-0,00001283	0,00000004	-0,000012820		
6	0,00000000	-0,00001282	-0,00001272	0,00000016	-0,000012850		

Załącznik 6: Wyniki odchyień standardowych masą 0,5 mg dla komparatora UMA-5

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	-0,0000156	-0,0000181	-0,0000077	-0,00001280	-0,00001291	0,00000019
2	-0,0000097	-0,0000248	-0,0000267	-0,0000154	-0,00001320		
3	-0,0000167	-0,0000304	-0,0000315	-0,0000198	-0,00001270		
4	-0,0000200	-0,0000336	-0,0000338	-0,0000213	-0,00001305		
5	-0,0000217	-0,0000348	-0,0000350	-0,0000223	-0,00001290		
6	-0,0000224	-0,0000356	-0,0000357	-0,0000233	-0,00001280		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000121	-0,0000122	0,0000009	-0,00001300	-0,00001293	0,00000018
2	0,0000006	-0,0000120	-0,0000122	0,0000004	-0,00001260		
3	0,0000005	-0,0000126	-0,0000125	0,0000006	-0,00001310		
4	0,0000008	-0,0000122	-0,0000124	0,0000004	-0,00001290		
5	0,0000008	-0,0000121	-0,0000122	0,0000009	-0,00001300		
6	0,0000007	-0,0000120	-0,0000120	0,0000013	-0,00001300		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000128	-0,0000128	0,0000001	-0,00001290	-0,00001276	0,00000019
2	-0,0000001	-0,0000127	-0,0000130	-0,0000001	-0,00001275		
3	-0,0000002	-0,0000130	-0,0000131	-0,0000004	-0,00001275		
4	-0,0000005	-0,0000133	-0,0000129	0,0000000	-0,00001285		
5	0,0000001	-0,0000127	-0,0000125	0,0000005	-0,00001290		
6	0,0000003	-0,0000121	-0,0000122	0,0000002	-0,00001240		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000003	-0,0000128	-0,0000124	0,0000003	-0,00001290	-0,00001287	0,00000019
2	0,0000004	-0,0000125	-0,0000128	-0,0000002	-0,00001275		
3	-0,0000002	-0,0000132	-0,0000134	-0,0000004	-0,00001300		
4	-0,0000003	-0,0000137	-0,0000138	-0,0000009	-0,00001315		
5	-0,0000011	-0,0000135	-0,0000138	-0,0000010	-0,00001260		
6	-0,0000011	-0,0000140	-0,0000141	-0,0000014	-0,00001280		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000003	-0,0000124	-0,0000126	0,0000002	-0,00001275	-0,00001293	0,00000020
2	0,0000001	-0,0000128	-0,0000128	0,0000001	-0,00001290		
3	0,0000000	-0,0000134	-0,0000132	-0,0000002	-0,00001320		
4	-0,0000004	-0,0000131	-0,0000133	-0,0000003	-0,00001285		
5	-0,0000004	-0,0000130	-0,0000130	-0,0000001	-0,00001275		
6	0,0000003	-0,0000130	-0,0000128	0,0000002	-0,00001315		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000009	-0,0000119	-0,0000120	0,0000008	-0,00001280	-0,00001288	0,00000015
2	0,0000010	-0,0000117	-0,0000116	0,0000013	-0,00001280		
3	0,0000019	-0,0000112	-0,0000115	0,0000013	-0,00001295		
4	0,0000017	-0,0000113	-0,0000110	0,0000021	-0,00001305		
5	0,0000019	-0,0000110	-0,0000107	0,0000017	-0,00001265		
6	0,0000019	-0,0000112	-0,0000112	0,0000017	-0,00001300		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000124	-0,0000121	0,0000011	-0,00001300	-0,00001285	0,00000015
2	0,0000011	-0,0000115	-0,0000116	0,0000010	-0,00001260		
3	0,0000015	-0,0000112	-0,0000110	0,0000021	-0,00001290		
4	0,0000019	-0,0000108	-0,0000106	0,0000023	-0,00001280		
5	0,0000024	-0,0000104	-0,0000104	0,0000028	-0,00001300		
6	0,0000026	-0,0000100	-0,0000099	0,0000031	-0,00001280		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000127	-0,0000122	0,0000005	-0,00001290	-0,00001301	0,00000013
2	0,0000006	-0,0000127	-0,0000126	0,0000006	-0,00001325		
3	0,0000008	-0,0000123	-0,0000120	0,0000010	-0,00001305		
4	0,0000010	-0,0000117	-0,0000118	0,0000013	-0,00001290		
5	0,0000015	-0,0000115	-0,0000112	0,0000018	-0,00001300		
6	0,0000018	-0,0000112	-0,0000107	0,0000022	-0,00001295		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000123	-0,0000121	0,0000010	-0,00001310	-0,00001292	0,00000016
2	0,0000005	-0,0000124	-0,0000125	0,0000004	-0,00001290		
3	0,0000006	-0,0000124	-0,0000126	0,0000006	-0,00001310		
4	0,0000003	-0,0000126	-0,0000128	-0,0000003	-0,00001270		
5	-0,0000004	-0,0000132	-0,0000134	-0,0000004	-0,00001290		
6	-0,0000007	-0,0000135	-0,0000137	-0,0000009	-0,00001280		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000127	-0,0000131	0,0000003	-0,00001315	-0,00001293	0,00000020
2	0,0000003	-0,0000125	-0,0000127	0,0000005	-0,00001300		
3	0,0000001	-0,0000125	-0,0000126	0,0000003	-0,00001275		
4	0,0000005	-0,0000122	-0,0000124	0,0000005	-0,00001280		
5	0,0000005	-0,0000129	-0,0000130	-0,0000001	-0,00001315		
6	-0,0000003	-0,0000130	-0,0000126	0,0000001	-0,00001270		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000120	-0,0000122	0,0000009	-0,00001295	-0,00001306	0,00000017
2	0,0000009	-0,0000124	-0,0000124	0,0000004	-0,00001305		
3	0,0000006	-0,0000124	-0,0000125	0,0000002	-0,00001285		
4	0,0000005	-0,0000127	-0,0000127	0,0000002	-0,00001305		
5	0,0000006	-0,0000127	-0,0000128	0,0000006	-0,00001335		
6	0,0000006	-0,0000123	-0,0000124	0,0000009	-0,00001310		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000127	-0,0000126	0,0000000	-0,00001290	-0,00001291	0,00000016
2	0,0000001	-0,0000127	-0,0000131	-0,0000006	-0,00001265		
3	-0,0000006	-0,0000137	-0,0000137	-0,0000009	-0,00001295		
4	-0,0000011	-0,0000142	-0,0000141	-0,0000013	-0,00001295		
5	-0,0000017	-0,0000148	-0,0000147	-0,0000021	-0,00001285		
6	-0,0000019	-0,0000153	-0,0000151	-0,0000022	-0,00001315		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000128	-0,0000130	-0,0000002	-0,00001285	-0,00001289	0,00000012
2	-0,0000004	-0,0000131	-0,0000135	-0,0000004	-0,00001290		
3	-0,0000005	-0,0000135	-0,0000139	-0,0000009	-0,00001300		
4	-0,0000006	-0,0000136	-0,0000138	-0,0000007	-0,00001305		
5	-0,0000006	-0,0000136	-0,0000137	-0,0000011	-0,00001280		
6	-0,0000011	-0,0000141	-0,0000140	-0,0000015	-0,00001275		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000126	-0,0000127	0,0000002	-0,00001285	-0,00001300	0,00000020
2	0,0000003	-0,0000127	-0,0000128	0,0000001	-0,00001295		
3	-0,0000004	-0,0000129	-0,0000128	0,0000001	-0,00001270		
4	0,0000002	-0,0000132	-0,0000131	-0,0000001	-0,00001320		
5	0,0000001	-0,0000130	-0,0000131	0,0000001	-0,00001315		
6	0,0000005	-0,0000127	-0,0000126	0,0000005	-0,00001315		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000127	-0,0000125	0,0000005	-0,00001285	-0,00001298	0,00000019
2	0,0000003	-0,0000127	-0,0000126	-0,0000002	-0,00001270		
3	0,0000000	-0,0000129	-0,0000131	-0,0000001	-0,00001295		
4	0,0000001	-0,0000128	-0,0000133	-0,0000002	-0,00001300		
5	-0,0000003	-0,0000135	-0,0000137	-0,0000006	-0,00001315		
6	-0,0000006	-0,0000139	-0,0000140	-0,0000009	-0,00001320		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000128	-0,0000125	0,0000004	-0,00001310	-0,00001303	0,00000016
2	0,0000005	-0,0000125	-0,0000128	0,0000004	-0,00001310		
3	0,0000003	-0,0000124	-0,0000124	0,0000005	-0,00001280		
4	0,0000007	-0,0000122	-0,0000124	0,0000006	-0,00001295		
5	0,0000005	-0,0000128	-0,0000127	0,0000005	-0,00001325		
6	0,0000005	-0,0000125	-0,0000124	0,0000005	-0,00001295		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000128	-0,0000125	-0,0000001	-0,00001270	-0,00001290	0,00000020
2	-0,0000001	-0,0000130	-0,0000133	-0,0000004	-0,00001290		
3	-0,0000006	-0,0000136	-0,0000137	-0,0000009	-0,00001290		
4	-0,0000012	-0,0000138	-0,0000141	-0,0000014	-0,00001265		
5	-0,0000013	-0,0000145	-0,0000145	-0,0000015	-0,00001310		
6	-0,0000016	-0,0000148	-0,0000150	-0,0000019	-0,00001315		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000012	-0,0000120	-0,0000120	0,0000008	-0,00001300	-0,00001294	0,00000015
2	0,0000007	-0,0000122	-0,0000120	0,0000008	-0,00001285		
3	0,0000006	-0,0000121	-0,0000120	0,0000008	-0,00001275		
4	0,0000011	-0,0000118	-0,0000118	0,0000012	-0,00001295		
5	0,0000013	-0,0000117	-0,0000114	0,0000014	-0,00001290		
6	0,0000018	-0,0000117	-0,0000115	0,0000014	-0,00001320		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000007	-0,0000127	-0,0000127	0,0000001	-0,00001310	-0,00001293	0,00000020
2	0,0000001	-0,0000127	-0,0000128	0,0000001	-0,00001285		
3	-0,0000002	-0,0000130	-0,0000129	0,0000004	-0,00001305		
4	0,0000002	-0,0000128	-0,0000131	0,0000002	-0,00001315		
5	-0,0000001	-0,0000124	-0,0000127	0,0000004	-0,00001270		
6	0,0000004	-0,0000125	-0,0000122	0,0000003	-0,00001270		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000127	-0,0000127	-0,0000001	-0,00001285	-0,00001291	0,00000015
2	-0,0000001	-0,0000134	-0,0000133	-0,0000002	-0,00001320		
3	-0,0000005	-0,0000134	-0,0000133	-0,0000006	-0,00001280		
4	-0,0000006	-0,0000134	-0,0000135	-0,0000006	-0,00001285		
5	-0,0000003	-0,0000133	-0,0000134	-0,0000005	-0,00001295		
6	-0,0000005	-0,0000131	-0,0000132	-0,0000002	-0,00001280		

Załącznik 7: Wyniki odchyień standardowych masą 0,2 mg dla komparatora AK-4/500

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000005	-0,00000206	-0,00000201	-0,00000006	-0,000002030	-0,000002070	0,000000036
2	-0,00000025	-0,00000233	-0,00000228	-0,00000020	-0,000002080		
3	-0,00000021	-0,00000224	-0,00000209	0,00000009	-0,000002105		
4	0,00000028	-0,00000170	-0,00000159	0,00000061	-0,000002090		
5	0,00000058	-0,00000152	-0,00000142	0,00000067	-0,000002095		
6	0,00000075	-0,00000137	-0,00000148	0,00000044	-0,000002020		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000004	-0,00000213	-0,00000221	-0,00000017	-0,000002065	-0,000002100	0,000000030
2	-0,00000021	-0,00000244	-0,00000259	-0,00000057	-0,000002125		
3	-0,00000064	-0,00000269	-0,00000264	-0,00000050	-0,000002095		
4	-0,00000031	-0,00000235	-0,00000221	-0,00000006	-0,000002095		
5	0,00000006	-0,00000206	-0,00000213	-0,00000010	-0,000002075		
6	-0,00000015	-0,00000240	-0,00000249	-0,00000045	-0,000002145		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000005	-0,00000206	-0,00000203	-0,00000001	-0,000002065	-0,000002083	0,000000045
2	0,00000015	-0,00000190	-0,00000183	0,00000034	-0,000002110		
3	0,00000038	-0,00000163	-0,00000162	0,00000040	-0,000002015		
4	0,00000023	-0,00000201	-0,00000215	-0,00000027	-0,000002060		
5	-0,00000039	-0,00000268	-0,00000284	-0,00000085	-0,000002140		
6	-0,00000090	-0,00000300	-0,00000297	-0,00000086	-0,000002105		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000002	-0,00000201	-0,00000191	0,00000022	-0,000002080	-0,000002078	0,000000031
2	0,00000025	-0,00000185	-0,00000194	0,00000003	-0,000002035		
3	-0,00000009	-0,00000231	-0,00000246	-0,00000051	-0,000002085		
4	-0,00000059	-0,00000281	-0,00000287	-0,00000083	-0,000002130		
5	-0,00000075	-0,00000278	-0,00000269	-0,00000058	-0,000002070		
6	-0,00000053	-0,00000254	-0,00000252	-0,00000040	-0,000002065		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000006	-0,00000231	-0,00000240	-0,00000046	-0,000002095	-0,000002092	0,000000033
2	-0,00000059	-0,00000284	-0,00000295	-0,00000102	-0,000002090		
3	-0,00000110	-0,00000329	-0,00000325	-0,00000113	-0,000002155		
4	-0,00000110	-0,00000319	-0,00000315	-0,00000109	-0,000002075		
5	-0,00000107	-0,00000324	-0,00000329	-0,00000134	-0,000002060		
6	-0,00000142	-0,00000370	-0,00000383	-0,00000196	-0,000002075		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000012	-0,00000239	-0,00000254	-0,00000066	-0,000002075	-0,000002076	0,000000029
2	-0,00000075	-0,00000290	-0,00000296	-0,00000089	-0,000002110		
3	-0,00000095	-0,00000301	-0,00000301	-0,00000098	-0,000002045		
4	-0,00000102	-0,00000315	-0,00000329	-0,00000134	-0,000002040		
5	-0,00000144	-0,00000376	-0,00000389	-0,00000205	-0,000002080		
6	-0,00000215	-0,00000431	-0,00000443	-0,00000238	-0,000002105		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000009	-0,00000186	-0,00000185	0,00000024	-0,000002020	-0,000002057	0,000000032
2	0,00000027	-0,00000180	-0,00000182	0,00000015	-0,000002020		
3	-0,00000006	-0,00000232	-0,00000252	-0,00000068	-0,000002050		
4	-0,00000087	-0,00000309	-0,00000314	-0,00000117	-0,000002095		
5	-0,00000118	-0,00000326	-0,00000324	-0,00000118	-0,000002070		
6	-0,00000114	-0,00000316	-0,00000313	-0,00000098	-0,000002085		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000001	-0,00000214	-0,00000226	-0,00000033	-0,000002030	-0,000002066	0,000000045
2	-0,00000047	-0,00000267	-0,00000286	-0,00000093	-0,000002065		
3	-0,00000105	-0,00000319	-0,00000314	-0,00000106	-0,000002110		
4	-0,00000102	-0,00000302	-0,00000300	-0,00000096	-0,000002020		
5	-0,00000095	-0,00000310	-0,00000318	-0,00000125	-0,000002040		
6	-0,00000140	-0,00000367	-0,00000364	-0,00000165	-0,000002130		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000012	-0,00000196	-0,00000182	0,00000025	-0,000002075	-0,000002064	0,000000040
2	0,00000026	-0,00000181	-0,00000179	0,00000012	-0,000001990		
3	-0,00000003	-0,00000224	-0,00000242	-0,00000046	-0,000002085		
4	-0,00000060	-0,00000275	-0,00000287	-0,00000082	-0,000002100		
5	-0,00000082	-0,00000288	-0,00000290	-0,00000079	-0,000002085		
6	-0,00000072	-0,00000275	-0,00000274	-0,00000067	-0,000002050		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	g	g	g	g	g	g	g
1	-0,00000009	-0,00000234	-0,00000246	-0,00000055	-0,000002080	-0,000002100	0,000000038
2	-0,00000074	-0,00000299	-0,00000314	-0,00000111	-0,000002140		
3	-0,00000121	-0,00000332	-0,00000321	-0,00000120	-0,000002060		
4	-0,00000114	-0,00000329	-0,00000313	-0,00000112	-0,000002080		
5	-0,00000116	-0,00000339	-0,00000332	-0,00000138	-0,000002085		
6	-0,00000159	-0,00000398	-0,00000415	-0,00000223	-0,000002155		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000002	-0,00000214	-0,00000233	-0,00000038	-0,000002035	-0,00002054	0,00000035
2	-0,00000055	-0,00000269	-0,00000281	-0,00000081	-0,000002070		
3	-0,00000085	-0,00000294	-0,00000291	-0,00000078	-0,000002110		
4	-0,00000071	-0,00000270	-0,00000260	-0,00000052	-0,000002035		
5	-0,00000048	-0,00000252	-0,00000250	-0,00000052	-0,000002010		
6	-0,00000065	-0,00000282	-0,00000292	-0,00000096	-0,000002065		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000203	-0,00000197	0,00000013	-0,000002095	-0,00002077	0,00000039
2	0,00000019	-0,00000179	-0,00000170	0,00000046	-0,000002070		
3	0,00000052	-0,00000154	-0,00000168	0,00000030	-0,000002020		
4	0,00000018	-0,00000205	-0,00000214	-0,00000024	-0,000002065		
5	-0,00000041	-0,00000253	-0,00000257	-0,00000055	-0,000002070		
6	-0,00000054	-0,00000262	-0,00000253	-0,00000033	-0,000002140		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000012	-0,00000192	-0,00000194	0,00000001	-0,000001995	-0,00002061	0,00000048
2	-0,00000008	-0,00000232	-0,00000248	-0,00000064	-0,000002040		
3	-0,00000078	-0,00000299	-0,00000302	-0,00000107	-0,000002080		
4	-0,00000110	-0,00000320	-0,00000321	-0,00000106	-0,000002125		
5	-0,00000097	-0,00000293	-0,00000273	-0,00000050	-0,000002095		
6	-0,00000026	-0,00000222	-0,00000210	0,00000000	-0,000002030		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000003	-0,00000215	-0,00000225	-0,00000031	-0,000002030	-0,00002061	0,00000037
2	-0,00000038	-0,00000253	-0,00000246	-0,00000036	-0,000002125		
3	-0,00000027	-0,00000218	-0,00000203	0,00000019	-0,000002065		
4	0,00000031	-0,00000168	-0,00000155	0,00000059	-0,000002065		
5	0,00000057	-0,00000161	-0,00000154	0,00000040	-0,000002060		
6	0,00000032	-0,00000183	-0,00000193	-0,00000004	-0,000002020		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000007	-0,00000203	-0,00000180	0,00000030	-0,000002100	-0,00002075	0,00000033
2	0,00000027	-0,00000170	-0,00000159	0,00000057	-0,000002065		
3	0,00000066	-0,00000140	-0,00000138	0,00000069	-0,000002065		
4	0,00000066	-0,00000150	-0,00000159	0,00000029	-0,000002020		
5	0,00000010	-0,00000207	-0,00000219	-0,00000014	-0,000002110		
6	-0,00000013	-0,00000219	-0,00000217	-0,00000005	-0,000002090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000015	-0,00000247	-0,00000263	-0,00000079	-0,000002080	-0,000002078	0,000000035
2	-0,00000102	-0,00000328	-0,00000339	-0,00000144	-0,000002105		
3	-0,00000152	-0,00000369	-0,00000368	-0,00000163	-0,000002110		
4	-0,00000165	-0,00000366	-0,00000358	-0,00000141	-0,000002090		
5	-0,00000143	-0,00000353	-0,00000351	-0,00000158	-0,000002015		
6	-0,00000179	-0,00000411	-0,00000435	-0,00000254	-0,000002065		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000016	-0,00000247	-0,00000273	-0,00000094	-0,000002050	-0,000002077	0,000000040
2	-0,00000115	-0,00000346	-0,00000363	-0,00000166	-0,000002140		
3	-0,00000168	-0,00000382	-0,00000385	-0,00000182	-0,000002085		
4	-0,00000182	-0,00000393	-0,00000399	-0,00000199	-0,000002055		
5	-0,00000212	-0,00000435	-0,00000454	-0,00000271	-0,000002030		
6	-0,00000292	-0,00000523	-0,00000547	-0,00000358	-0,000002100		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000005	-0,00000215	-0,00000214	-0,00000010	-0,000002070	-0,000002082	0,000000036
2	-0,00000012	-0,00000218	-0,00000224	-0,00000011	-0,000002095		
3	-0,00000023	-0,00000241	-0,00000253	-0,00000067	-0,000002020		
4	-0,00000086	-0,00000318	-0,00000340	-0,00000155	-0,000002085		
5	-0,00000173	-0,00000403	-0,00000415	-0,00000227	-0,000002090		
6	-0,00000237	-0,00000447	-0,00000443	-0,00000227	-0,000002130		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000007	-0,00000199	-0,00000204	-0,00000003	-0,000002035	-0,000002064	0,000000027
2	-0,00000013	-0,00000240	-0,00000259	-0,00000077	-0,000002045		
3	-0,00000100	-0,00000328	-0,00000357	-0,00000168	-0,000002085		
4	-0,00000182	-0,00000402	-0,00000405	-0,00000207	-0,000002090		
5	-0,00000211	-0,00000420	-0,00000419	-0,00000210	-0,000002090		
6	-0,00000220	-0,00000439	-0,00000454	-0,00000265	-0,000002040		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000018	-0,00000245	-0,00000261	-0,00000066	-0,000002110	-0,000002084	0,000000034
2	-0,00000079	-0,00000299	-0,00000296	-0,00000091	-0,000002125		
3	-0,00000087	-0,00000291	-0,00000295	-0,00000091	-0,000002040		
4	-0,00000095	-0,00000312	-0,00000322	-0,00000126	-0,000002065		
5	-0,00000141	-0,00000368	-0,00000380	-0,00000195	-0,000002060		
6	-0,00000217	-0,00000444	-0,00000457	-0,00000263	-0,000002105		

Załącznik 8: Wyniki odchyień standardowych masą 0,2 mg dla komparatora UMA-5

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000009	-0,0000012	0,0000011	-0,00000200	-0,00000205	0,00000014
2	0,0000012	-0,0000010	-0,0000008	0,0000006	-0,00000180		
3	0,0000002	-0,0000023	-0,0000025	-0,0000006	-0,00000220		
4	-0,0000005	-0,0000027	-0,0000031	-0,0000010	-0,00000215		
5	-0,0000012	-0,0000029	-0,0000030	-0,0000005	-0,00000210		
6	-0,0000003	-0,0000021	-0,0000021	0,0000002	-0,00000205		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000021	-0,0000019	0,0000004	-0,00000240	-0,00000222	0,00000012
2	0,0000005	-0,0000015	-0,0000015	0,0000010	-0,00000225		
3	0,0000009	-0,0000012	-0,0000008	0,0000016	-0,00000225		
4	0,0000024	0,0000003	0,0000003	0,0000025	-0,00000215		
5	0,0000023	-0,0000002	-0,0000002	0,0000017	-0,00000220		
6	0,0000017	-0,0000006	-0,0000008	0,0000010	-0,00000205		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000020	-0,0000021	-0,0000003	-0,00000195	-0,00000213	0,00000019
2	-0,0000005	-0,0000024	-0,0000027	-0,0000003	-0,00000215		
3	0,0000000	-0,0000026	-0,0000023	-0,0000004	-0,00000225		
4	-0,0000006	-0,0000028	-0,0000025	-0,0000006	-0,00000205		
5	-0,0000005	-0,0000027	-0,0000025	0,0000002	-0,00000245		
6	0,0000000	-0,0000018	-0,0000017	0,0000004	-0,00000195		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000016	-0,0000012	0,0000008	-0,00000220	-0,00000217	0,00000017
2	0,0000011	-0,0000013	-0,0000015	0,0000008	-0,00000235		
3	0,0000007	-0,0000012	-0,0000012	0,0000008	-0,00000195		
4	0,0000005	-0,0000019	-0,0000018	0,0000005	-0,00000235		
5	0,0000001	-0,0000018	-0,0000019	0,0000005	-0,00000215		
6	0,0000006	-0,0000012	-0,0000017	0,0000005	-0,00000200		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \bar{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000020	-0,0000020	-0,0000001	-0,00000215	-0,00000218	0,00000020
2	-0,0000003	-0,0000024	-0,0000024	-0,0000007	-0,00000190		
3	-0,0000008	-0,0000027	-0,0000029	-0,0000008	-0,00000200		
4	-0,0000009	-0,0000034	-0,0000036	-0,0000014	-0,00000235		
5	-0,0000016	-0,0000038	-0,0000040	-0,0000015	-0,00000235		
6	-0,0000014	-0,0000037	-0,0000035	-0,0000011	-0,00000235		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ s r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	-0,0000020	-0,0000021	0,0000001	-0,00000215	-0,00000211	0,00000018
2	0,0000000	-0,0000021	-0,0000024	-0,0000008	-0,00000185		
3	-0,0000008	-0,0000028	-0,0000031	-0,0000011	-0,00000200		
4	-0,0000009	-0,0000034	-0,0000038	-0,0000016	-0,00000235		
5	-0,0000015	-0,0000037	-0,0000037	-0,0000014	-0,00000225		
6	-0,0000011	-0,0000030	-0,0000030	-0,0000008	-0,00000205		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ s r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000019	-0,0000016	0,0000008	-0,00000225	-0,00000205	0,00000020
2	0,0000010	-0,0000012	-0,0000011	0,0000012	-0,00000225		
3	0,0000014	-0,0000002	0,0000001	0,0000023	-0,00000190		
4	0,0000025	0,0000006	0,0000009	0,0000031	-0,00000206		
5	0,0000029	0,0000007	0,0000004	0,0000024	-0,00000210		
6	0,0000028	0,0000009	0,0000007	0,0000023	-0,00000175		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ s r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000009	-0,0000012	-0,0000015	0,0000006	-0,00000210	-0,00000223	0,00000015
2	0,0000004	-0,0000020	-0,0000022	0,0000004	-0,00000250		
3	0,0000001	-0,0000021	-0,0000019	0,0000001	-0,00000210		
4	0,0000000	-0,0000022	-0,0000021	0,0000002	-0,00000225		
5	0,0000003	-0,0000020	-0,0000019	0,0000002	-0,00000220		
6	0,0000001	-0,0000019	-0,0000014	0,0000010	-0,00000220		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ s r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000014	-0,0000006	-0,0000006	0,0000018	-0,00000220	-0,00000208	0,00000018
2	0,0000018	0,0000000	0,0000004	0,0000027	-0,00000205		
3	0,0000028	0,0000009	0,0000010	0,0000033	-0,00000210		
4	0,0000032	0,0000015	0,0000016	0,0000037	-0,00000190		
5	0,0000045	0,0000021	0,0000022	0,0000045	-0,00000235		
6	0,0000045	0,0000025	0,0000028	0,0000046	-0,00000190		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ s r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000009	-0,0000014	-0,0000016	0,0000007	-0,00000230	-0,00000216	0,00000011
2	0,0000005	-0,0000012	-0,0000016	0,0000009	-0,00000210		
3	0,0000008	-0,0000015	-0,0000015	0,0000006	-0,00000220		
4	0,0000005	-0,0000020	-0,0000018	0,0000002	-0,00000225		
5	0,0000002	-0,0000021	-0,0000019	-0,0000001	-0,00000205		
6	0,0000002	-0,0000016	-0,0000016	0,0000007	-0,00000205		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000022	-0,0000019	0,0000006	-0,00000245	-0,00000230	0,00000017
2	0,0000006	-0,0000015	-0,0000013	0,0000008	-0,00000210		
3	0,0000010	-0,0000013	-0,0000014	0,0000008	-0,00000225		
4	0,0000012	-0,0000009	-0,0000010	0,0000011	-0,00000210		
5	0,0000015	-0,0000008	-0,0000012	0,0000014	-0,00000245		
6	0,0000011	-0,0000013	-0,0000014	0,0000011	-0,00000245		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000018	-0,0000020	0,0000004	-0,00000235	-0,00000214	0,00000017
2	0,0000007	-0,0000014	-0,0000017	0,0000005	-0,00000215		
3	0,0000004	-0,0000017	-0,0000017	0,0000003	-0,00000205		
4	0,0000005	-0,0000013	-0,0000016	0,0000003	-0,00000185		
5	0,0000005	-0,0000018	-0,0000018	0,0000003	-0,00000220		
6	0,0000005	-0,0000019	-0,0000022	-0,0000001	-0,00000225		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000002	-0,0000019	-0,0000021	0,0000001	-0,00000215	-0,00000225	0,00000009
2	-0,0000002	-0,0000025	-0,0000030	-0,0000005	-0,00000240		
3	-0,0000005	-0,0000031	-0,0000033	-0,0000013	-0,00000230		
4	-0,0000015	-0,0000040	-0,0000043	-0,0000024	-0,00000220		
5	-0,0000026	-0,0000052	-0,0000054	-0,0000036	-0,00000220		
6	-0,0000037	-0,0000060	-0,0000062	-0,0000040	-0,00000225		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000005	-0,0000015	-0,0000014	0,0000005	-0,00000195	-0,00000218	0,00000020
2	0,0000008	-0,0000011	-0,0000011	0,0000009	-0,00000195		
3	0,0000014	-0,0000013	-0,0000013	0,0000006	-0,00000230		
4	0,0000006	-0,0000020	-0,0000020	0,0000002	-0,00000240		
5	0,0000004	-0,0000017	-0,0000015	0,0000007	-0,00000215		
6	0,0000006	-0,0000016	-0,0000019	0,0000006	-0,00000235		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \text{ } \acute{s}r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000008	-0,0000018	-0,0000015	0,0000005	-0,00000230	-0,00000222	0,00000014
2	0,0000005	-0,0000015	-0,0000020	0,0000005	-0,00000225		
3	0,0000004	-0,0000019	-0,0000019	0,0000005	-0,00000235		
4	0,0000001	-0,0000018	-0,0000016	0,0000005	-0,00000200		
5	0,0000004	-0,0000018	-0,0000015	0,0000005	-0,00000210		
6	0,0000004	-0,0000020	-0,0000021	0,0000001	-0,00000230		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000000	-0,0000022	-0,0000020	-0,0000001	-0,00000205	-0,00000219	0,00000014
2	-0,0000001	-0,0000022	-0,0000021	0,0000001	-0,00000215		
3	0,0000002	-0,0000017	-0,0000019	0,0000003	-0,00000205		
4	0,0000002	-0,0000019	-0,0000018	0,0000005	-0,00000220		
5	0,0000009	-0,0000010	-0,0000008	0,0000019	-0,00000230		
6	0,0000019	-0,0000001	0,0000001	0,0000029	-0,00000240		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	-0,0000023	-0,0000026	-0,0000006	-0,00000195	-0,00000215	0,00000018
2	-0,0000004	-0,0000026	-0,0000029	-0,0000009	-0,00000210		
3	-0,0000008	-0,0000029	-0,0000032	-0,0000011	-0,00000210		
4	-0,0000007	-0,0000036	-0,0000037	-0,0000016	-0,00000250		
5	-0,0000015	-0,0000038	-0,0000041	-0,0000021	-0,00000215		
6	-0,0000020	-0,0000042	-0,0000045	-0,0000025	-0,00000210		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000004	-0,0000018	-0,0000023	-0,0000002	-0,00000215	-0,00000231	0,00000015
2	0,0000000	-0,0000024	-0,0000024	-0,0000005	-0,00000215		
3	-0,0000004	-0,0000028	-0,0000032	-0,0000009	-0,00000235		
4	-0,0000011	-0,0000038	-0,0000040	-0,0000016	-0,00000255		
5	-0,0000021	-0,0000047	-0,0000047	-0,0000027	-0,00000230		
6	-0,0000030	-0,0000056	-0,0000056	-0,0000035	-0,00000235		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000002	-0,0000024	-0,0000024	-0,0000007	-0,00000195	-0,00000215	0,00000016
2	-0,0000005	-0,0000028	-0,0000031	-0,0000010	-0,00000220		
3	-0,0000013	-0,0000035	-0,0000035	-0,0000016	-0,00000205		
4	-0,0000014	-0,0000041	-0,0000042	-0,0000023	-0,00000230		
5	-0,0000023	-0,0000044	-0,0000047	-0,0000027	-0,00000205		
6	-0,0000031	-0,0000054	-0,0000058	-0,0000034	-0,00000235		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	-0,0000022	-0,0000023	-0,0000002	-0,00000195	-0,00000222	0,00000017
2	-0,0000002	-0,0000026	-0,0000024	-0,0000002	-0,00000230		
3	-0,0000001	-0,0000022	-0,0000024	-0,0000001	-0,00000220		
4	0,0000000	-0,0000025	-0,0000024	-0,0000001	-0,00000240		
5	-0,0000004	-0,0000023	-0,0000024	-0,0000001	-0,00000210		
6	0,0000000	-0,0000022	-0,0000021	0,0000004	-0,00000235		

Załącznik 9: Wyniki odchyień standardowych masą 0,1 mg dla komparatora AK-4/500

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000030	0,00000176	0,00000212	0,00000140	0,000001090	0,000001023	0,000000041
2	0,00000173	0,00000300	0,00000325	0,00000259	0,000000965		
3	0,00000283	0,00000427	0,00000467	0,00000408	0,000001015		
4	0,00000430	0,00000558	0,00000598	0,00000523	0,000001015		
5	0,00000545	0,00000661	0,00000684	0,00000597	0,000001015		
6	0,00000613	0,00000730	0,00000742	0,00000651	0,000001040		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000025	0,00000143	0,00000157	0,00000071	0,000001020	0,000000998	0,000000036
2	0,00000071	0,00000192	0,00000207	0,00000121	0,000001035		
3	0,00000129	0,00000243	0,00000249	0,00000160	0,000001015		
4	0,00000178	0,00000290	0,00000316	0,00000227	0,000001005		
5	0,00000238	0,00000366	0,00000387	0,00000321	0,000000970		
6	0,00000350	0,00000479	0,00000524	0,00000465	0,000000940		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000002	0,00000100	0,00000108	0,00000002	0,000001040	0,000001011	0,000000019
2	-0,00000002	0,00000100	0,00000105	0,00000009	0,000000990		
3	0,00000017	0,00000127	0,00000147	0,00000058	0,000000995		
4	0,00000084	0,00000204	0,00000223	0,00000142	0,000001005		
5	0,00000143	0,00000245	0,00000249	0,00000149	0,000001010		
6	0,00000138	0,00000237	0,00000240	0,00000134	0,000001025		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000005	0,00000089	0,00000085	-0,00000033	0,000001060	0,000001058	0,000000032
2	-0,00000045	0,00000044	0,00000041	-0,00000072	0,000001010		
3	-0,00000079	0,00000026	0,00000032	-0,00000069	0,000001030		
4	-0,00000066	0,00000045	0,00000041	-0,00000067	0,000001095		
5	-0,00000073	0,00000019	0,00000012	-0,00000112	0,000001080		
6	-0,00000133	-0,00000041	-0,00000048	-0,00000170	0,000001070		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ \bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000018	0,00000072	0,00000054	-0,00000066	0,000001050	0,000001012	0,000000039
2	-0,00000088	-0,00000002	-0,00000013	-0,00000115	0,000000940		
3	-0,00000121	-0,00000018	-0,00000017	-0,00000113	0,000000995		
4	-0,00000117	-0,00000023	-0,00000022	-0,00000135	0,000001035		
5	-0,00000151	-0,00000067	-0,00000080	-0,00000201	0,000001025		
6	-0,00000230	-0,00000155	-0,00000174	-0,00000304	0,000001025		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000025	0,00000055	0,00000041	-0,00000080	0,000001005	0,000001033	0,000000043
2	-0,00000095	-0,00000010	-0,00000023	-0,00000135	0,000000985		
3	-0,00000150	-0,00000052	-0,00000061	-0,00000174	0,000001055		
4	-0,00000189	-0,00000108	-0,00000136	-0,00000276	0,000001105		
5	-0,00000318	-0,00000254	-0,00000284	-0,00000422	0,000001010		
6	-0,00000459	-0,00000382	-0,00000412	-0,00000543	0,000001040		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000020	0,00000059	0,00000038	-0,00000074	0,000000955	0,000001012	0,000000043
2	-0,00000092	0,00000005	0,00000007	-0,00000100	0,000001020		
3	-0,00000109	-0,00000025	-0,00000044	-0,00000166	0,000001030		
4	-0,00000195	-0,00000117	-0,00000142	-0,00000271	0,000001035		
5	-0,00000302	-0,00000224	-0,00000246	-0,00000381	0,000001065		
6	-0,00000416	-0,00000342	-0,00000358	-0,00000477	0,000000965		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000004	0,00000098	0,00000106	-0,00000003	0,000001055	0,000001043	0,000000036
2	-0,00000013	0,00000083	0,00000064	-0,00000059	0,000001095		
3	-0,00000089	-0,00000016	-0,00000038	-0,00000178	0,000001065		
4	-0,00000211	-0,00000138	-0,00000167	-0,00000295	0,000001005		
5	-0,00000333	-0,00000253	-0,00000277	-0,00000398	0,000001005		
6	-0,00000413	-0,00000315	-0,00000313	-0,00000421	0,000001030		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000002	0,00000102	0,00000102	-0,00000007	0,000001045	0,000001045	0,000000033
2	-0,00000014	0,00000085	0,00000082	-0,00000034	0,000001075		
3	-0,00000051	0,00000031	0,00000010	-0,00000127	0,000001095		
4	-0,00000157	-0,00000083	-0,00000110	-0,00000240	0,000001020		
5	-0,00000269	-0,00000197	-0,00000220	-0,00000351	0,000001015		
6	-0,00000381	-0,00000297	-0,00000310	-0,00000430	0,000001020		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000005	0,00000116	0,00000116	0,00000003	0,000001120	0,000001053	0,000000039
2	-0,00000014	0,00000068	0,00000054	-0,00000075	0,000001055		
3	-0,00000100	-0,00000024	-0,00000041	-0,00000175	0,000001050		
4	-0,00000205	-0,00000120	-0,00000135	-0,00000254	0,000001020		
5	-0,00000268	-0,00000179	-0,00000180	-0,00000293	0,000001010		
6	-0,00000293	-0,00000183	-0,00000173	-0,00000275	0,000001060		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000002	0,00000089	0,00000086	-0,00000034	0,000001035	0,000001045	0,00000028
2	-0,00000054	0,00000024	0,00000006	-0,00000115	0,000000995		
3	-0,00000136	-0,00000041	-0,00000043	-0,00000157	0,000001045		
4	-0,00000158	-0,00000048	-0,00000042	-0,00000145	0,000001065		
5	-0,00000147	-0,00000052	-0,00000058	-0,00000175	0,000001060		
6	-0,00000186	-0,00000095	-0,00000098	-0,00000221	0,000001070		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000017	0,00000071	0,00000055	-0,00000065	0,000001040	0,000001014	0,00000021
2	-0,00000087	-0,00000001	-0,00000016	-0,00000129	0,000000995		
3	-0,00000142	-0,00000050	-0,00000052	-0,00000159	0,000000995		
4	-0,00000160	-0,00000046	-0,00000037	-0,00000129	0,000001030		
5	-0,00000124	-0,00000010	0,00000003	-0,00000089	0,000001030		
6	-0,00000081	0,00000027	0,00000043	-0,00000048	0,000000995		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000002	0,00000099	0,00000106	0,00000003	0,000001020	0,000001023	0,00000040
2	0,00000001	0,00000115	0,00000116	0,00000032	0,000000990		
3	0,00000022	0,00000139	0,00000154	0,00000067	0,000001020		
4	0,00000077	0,00000192	0,00000204	0,00000120	0,000000995		
5	0,00000146	0,00000259	0,00000273	0,00000184	0,000001010		
6	0,00000193	0,00000318	0,00000334	0,00000239	0,000001100		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000016	0,00000140	0,00000172	0,00000084	0,000001060	0,000001036	0,00000019
2	0,00000108	0,00000249	0,00000263	0,00000196	0,000001040		
3	0,00000216	0,00000353	0,00000371	0,00000306	0,000001010		
4	0,00000321	0,00000458	0,00000471	0,00000404	0,000001020		
5	0,00000430	0,00000566	0,00000583	0,00000509	0,000001050		
6	0,00000517	0,00000658	0,00000698	0,00000632	0,000001035		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	0,00000092	0,00000093	-0,00000008	0,000001010	0,000001030	0,00000028
2	-0,00000011	0,00000093	0,00000112	0,00000018	0,000000990		
3	0,00000032	0,00000155	0,00000177	0,00000092	0,000001040		
4	0,00000105	0,00000225	0,00000237	0,00000152	0,000001025		
5	0,00000156	0,00000259	0,00000266	0,00000155	0,000001070		
6	0,00000146	0,00000247	0,00000241	0,00000133	0,000001045		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000020	0,00000059	0,00000045	-0,00000073	0,000000985	0,000001017	0,000000023
2	-0,00000094	-0,00000011	-0,00000019	-0,00000140	0,000001020		
3	-0,00000158	-0,00000065	-0,00000062	-0,00000168	0,000000995		
4	-0,00000161	-0,00000059	-0,00000057	-0,00000162	0,000001035		
5	-0,00000166	-0,00000069	-0,00000082	-0,00000194	0,000001045		
6	-0,00000212	-0,00000123	-0,00000138	-0,00000253	0,000001020		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000018	0,00000074	0,00000064	-0,00000053	0,000001045	0,000001028	0,000000037
2	-0,00000068	0,00000032	0,00000036	-0,00000065	0,000001005		
3	-0,00000069	0,00000030	0,00000031	-0,00000070	0,000001000		
4	-0,00000072	0,00000026	0,00000022	-0,00000095	0,000001075		
5	-0,00000115	-0,00000033	-0,00000051	-0,00000181	0,000001060		
6	-0,00000217	-0,00000143	-0,00000177	-0,00000300	0,000000985		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000017	0,00000074	0,00000061	-0,00000052	0,000001020	0,000001027	0,000000028
2	-0,00000066	0,00000036	0,00000038	-0,00000062	0,000001010		
3	-0,00000066	0,00000038	0,00000038	-0,00000074	0,000001080		
4	-0,00000093	-0,00000009	-0,00000029	-0,00000152	0,000001035		
5	-0,00000184	-0,00000108	-0,00000130	-0,00000256	0,000001010		
6	-0,00000288	-0,00000210	-0,00000220	-0,00000343	0,000001005		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000006	0,00000093	0,00000106	0,00000005	0,000001000	0,000001032	0,000000040
2	0,00000003	0,00000108	0,00000117	0,00000004	0,000001090		
3	-0,00000006	0,00000075	0,00000064	-0,00000070	0,000001075		
4	-0,00000098	-0,00000023	-0,00000045	-0,00000170	0,000001000		
5	-0,00000203	-0,00000121	-0,00000138	-0,00000260	0,000001020		
6	-0,00000286	-0,00000199	-0,00000201	-0,00000315	0,000001005		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000009	0,00000090	0,00000099	-0,00000013	0,000001055	0,000001042	0,000000040
2	-0,00000033	0,00000054	0,00000038	-0,00000095	0,000001100		
3	-0,00000130	-0,00000057	-0,00000078	-0,00000218	0,000001065		
4	-0,00000254	-0,00000183	-0,00000214	-0,00000344	0,000001005		
5	-0,00000376	-0,00000296	-0,00000312	-0,00000430	0,000000990		
6	-0,00000441	-0,00000343	-0,00000346	-0,00000455	0,000001035		

Załącznik 10: Wyniki odchyłeń standardowych masą 0,1 mg dla komparatora UMA-5

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000002	0,0000007	0,0000007	-0,0000006	0,00000110	0,00000098	0,00000011
2	-0,0000005	0,0000005	0,0000003	-0,0000007	0,00000100		
3	-0,0000010	-0,0000001	-0,0000004	-0,0000012	0,00000085		
4	-0,0000011	-0,0000004	-0,0000003	-0,0000018	0,00000110		
5	-0,0000016	-0,0000007	-0,0000011	-0,0000019	0,00000085		
6	-0,0000020	-0,0000011	-0,0000011	-0,0000022	0,00000100		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	0,0000011	0,0000006	-0,0000002	0,00000090	0,00000098	0,00000020
2	0,0000000	0,0000009	0,0000014	-0,0000001	0,00000120		
3	-0,0000002	0,0000008	0,0000011	-0,0000001	0,00000110		
4	-0,0000001	0,0000013	0,0000011	0,0000003	0,00000110		
5	0,0000005	0,0000016	0,0000016	0,0000009	0,00000090		
6	0,0000011	0,0000018	0,0000018	0,0000012	0,00000065		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	0,0000007	0,0000011	0,0000002	0,00000085	0,00000093	0,00000014
2	0,0000002	0,0000011	0,0000016	0,0000003	0,00000110		
3	0,0000005	0,0000014	0,0000011	0,0000002	0,00000090		
4	0,0000004	0,0000010	0,0000012	0,0000000	0,00000090		
5	0,0000000	0,0000007	0,0000007	-0,0000001	0,00000075		
6	-0,0000006	0,0000004	0,0000003	-0,0000009	0,00000110		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000006	0,0000004	0,0000002	-0,0000004	0,00000080	0,00000093	0,00000016
2	-0,0000002	0,0000007	0,0000007	-0,0000001	0,00000085		
3	-0,0000005	0,0000004	0,0000005	-0,0000003	0,00000085		
4	-0,0000009	0,0000002	0,0000001	-0,0000012	0,00000120		
5	-0,0000011	-0,0000003	-0,0000004	-0,0000012	0,00000080		
6	-0,0000015	-0,0000009	-0,0000006	-0,0000021	0,00000105		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000003	0,0000005	0,0000008	-0,0000005	0,00000105	0,00000098	0,00000016
2	-0,0000005	0,0000008	0,0000006	-0,0000005	0,00000120		
3	-0,0000005	0,0000003	0,0000005	-0,0000005	0,00000090		
4	-0,0000007	0,0000004	0,0000004	-0,0000007	0,00000110		
5	-0,0000007	0,0000002	-0,0000001	-0,0000009	0,00000085		
6	-0,0000007	0,0000003	0,0000002	-0,0000004	0,00000080		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000003	0,0000007	0,0000005	-0,0000007	0,00000110	0,00000100	0,00000010
2	-0,0000005	0,0000005	0,0000004	-0,0000005	0,00000095		
3	-0,0000007	0,0000002	-0,0000003	-0,0000014	0,00000100		
4	-0,0000016	-0,0000007	-0,0000006	-0,0000020	0,00000115		
5	-0,0000020	-0,0000011	-0,0000014	-0,0000023	0,00000090		
6	-0,0000023	-0,0000018	-0,0000013	-0,0000026	0,00000090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000006	0,0000004	0,0000005	-0,0000008	0,00000115	0,00000099	0,00000015
2	-0,0000009	0,0000000	0,0000000	-0,0000009	0,00000090		
3	-0,0000009	-0,0000001	0,0000003	-0,0000012	0,00000115		
4	-0,0000013	-0,0000004	-0,0000003	-0,0000012	0,00000090		
5	-0,0000016	-0,0000005	-0,0000006	-0,0000016	0,00000105		
6	-0,0000015	-0,0000006	-0,0000008	-0,0000015	0,00000080		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000008	0,0000002	0,0000001	-0,0000009	0,00000100	0,00000102	0,00000008
2	-0,0000014	-0,0000003	-0,0000006	-0,0000018	0,00000115		
3	-0,0000018	-0,0000011	-0,0000012	-0,0000023	0,00000090		
4	-0,0000025	-0,0000016	-0,0000015	-0,0000026	0,00000100		
5	-0,0000031	-0,0000021	-0,0000021	-0,0000031	0,00000100		
6	-0,0000032	-0,0000022	-0,0000022	-0,0000033	0,00000105		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	0,0000005	0,0000005	-0,0000007	0,00000105	0,00000094	0,00000016
2	-0,0000003	0,0000007	0,0000006	-0,0000002	0,00000090		
3	-0,0000002	0,0000006	0,0000009	-0,0000002	0,00000095		
4	-0,0000002	0,0000011	0,0000008	-0,0000001	0,00000110		
5	-0,0000001	0,0000006	0,0000006	0,0000000	0,00000065		
6	0,0000000	0,0000008	0,0000008	-0,0000004	0,00000100		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000005	0,0000004	0,0000005	-0,0000003	0,00000085	0,00000091	0,00000017
2	-0,0000003	0,0000002	0,0000002	-0,0000007	0,00000070		
3	-0,0000008	0,0000000	-0,0000004	-0,0000012	0,00000080		
4	-0,0000015	-0,0000006	-0,0000006	-0,0000020	0,00000115		
5	-0,0000019	-0,0000010	-0,0000010	-0,0000022	0,00000105		
6	-0,0000025	-0,0000015	-0,0000019	-0,0000027	0,00000090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	0,0000008	0,0000007	0,0000000	0,00000095	0,00000101	0,00000014
2	-0,0000002	0,0000005	0,0000006	-0,0000005	0,00000090		
3	-0,0000005	0,0000004	0,0000002	-0,0000008	0,00000095		
4	-0,0000007	0,0000004	0,0000002	-0,0000012	0,00000125		
5	-0,0000013	-0,0000003	-0,0000003	-0,0000015	0,00000110		
6	-0,0000018	-0,0000010	-0,0000013	-0,0000023	0,00000090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	0,0000007	0,0000006	-0,0000002	0,00000080	0,00000097	0,00000018
2	-0,0000002	0,0000008	0,0000012	0,0000001	0,00000105		
3	0,0000002	0,0000015	0,0000013	0,0000004	0,00000110		
4	0,0000007	0,0000014	0,0000018	0,0000010	0,00000075		
5	0,0000011	0,0000023	0,0000024	0,0000012	0,00000120		
6	0,0000014	0,0000022	0,0000023	0,0000013	0,00000090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	0,0000008	0,0000007	-0,0000002	0,00000105	0,00000096	0,00000014
2	-0,0000006	0,0000005	0,0000005	-0,0000004	0,00000100		
3	-0,0000008	0,0000003	0,0000002	-0,0000009	0,00000110		
4	-0,0000012	-0,0000001	-0,0000001	-0,0000010	0,00000100		
5	-0,0000010	-0,0000001	0,0000000	-0,0000009	0,00000090		
6	-0,0000011	-0,0000002	-0,0000003	-0,0000008	0,00000070		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000004	0,0000006	0,0000006	-0,0000008	0,00000120	0,00000097	0,00000013
2	-0,0000004	0,0000004	0,0000006	-0,0000006	0,00000100		
3	-0,0000003	0,0000004	0,0000004	-0,0000007	0,00000090		
4	-0,0000009	0,0000000	-0,0000003	-0,0000011	0,00000085		
5	-0,0000012	-0,0000005	-0,0000005	-0,0000016	0,00000090		
6	-0,0000011	-0,0000004	-0,0000003	-0,0000015	0,00000095		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000001	0,0000009	0,0000013	0,0000003	0,00000100	0,00000093	0,00000012
2	0,0000002	0,0000010	0,0000011	0,0000000	0,00000095		
3	0,0000000	0,0000014	0,0000012	0,0000004	0,00000110		
4	0,0000002	0,0000011	0,0000009	0,0000000	0,00000090		
5	-0,0000004	0,0000006	0,0000004	-0,0000001	0,00000075		
6	-0,0000002	0,0000007	0,0000007	-0,0000002	0,00000090		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000009	0,0000008	0,0000008	0,0000001	0,00000120	0,00000099	0,00000020
2	0,0000001	0,0000011	0,0000010	0,0000005	0,00000075		
3	0,0000001	0,0000011	0,0000012	-0,0000001	0,00000115		
4	0,0000001	0,0000011	0,0000011	0,0000004	0,00000085		
5	-0,0000001	0,0000009	0,0000012	-0,0000001	0,00000115		
6	0,0000001	0,0000008	0,0000011	0,0000001	0,00000085		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000003	0,0000006	0,0000006	-0,0000005	0,00000100	0,00000093	0,00000017
2	-0,0000004	0,0000006	0,0000005	-0,0000008	0,00000115		
3	-0,0000006	0,0000005	0,0000004	0,0000001	0,00000070		
4	0,0000002	0,0000009	0,0000016	0,0000005	0,00000090		
5	0,0000004	0,0000017	0,0000018	0,0000010	0,00000105		
6	0,0000007	0,0000018	0,0000015	0,0000010	0,00000080		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,0000001	0,0000011	0,0000012	0,0000001	0,00000105	0,00000097	0,00000010
2	0,0000006	0,0000016	0,0000016	0,0000006	0,00000100		
3	0,0000010	0,0000016	0,0000021	0,0000010	0,00000085		
4	0,0000011	0,0000021	0,0000020	0,0000013	0,00000085		
5	0,0000012	0,0000021	0,0000022	0,0000012	0,00000095		
6	0,0000009	0,0000020	0,0000019	0,0000008	0,00000110		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000002	0,0000010	0,0000008	0,0000005	0,00000075	0,00000088	0,00000020
2	0,0000004	0,0000016	0,0000017	0,0000011	0,00000090		
3	0,0000012	0,0000021	0,0000024	0,0000013	0,00000100		
4	0,0000014	0,0000021	0,0000025	0,0000021	0,00000055		
5	0,0000018	0,0000028	0,0000028	0,0000019	0,00000095		
6	0,0000018	0,0000029	0,0000028	0,0000017	0,00000110		

LP	A	B	B	A	r_i	$r_i \dot{s}_r$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,0000009	0,0000002	-0,0000001	-0,0000011	0,00000105	0,00000093	0,00000011
2	-0,0000010	-0,0000002	-0,0000002	-0,0000012	0,00000090		
3	-0,0000009	-0,0000001	-0,0000001	-0,0000010	0,00000085		
4	-0,0000010	0,0000000	0,0000001	-0,0000009	0,00000100		
5	-0,0000009	0,0000001	0,0000002	-0,0000003	0,00000075		
6	-0,0000006	0,0000005	0,0000008	-0,0000001	0,00000100		

Załącznik 11: Wyniki dla badania stabilności w czasie 8 miesięcy dla masy 2 mg

01.04.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000534	-0,00000514	0,00000035	-0,000005455	-0,000005440	0,000000040
2	0,00000033	-0,00000522	-0,00000523	0,00000008	-0,000005430		
3	-0,00000014	-0,00000572	-0,00000584	-0,00000064	-0,000005390		
4	-0,00000078	-0,00000637	-0,00000645	-0,00000102	-0,000005510		
5	-0,00000100	-0,00000634	-0,00000629	-0,00000077	-0,000005430		
6	-0,00000067	-0,00000594	-0,00000574	-0,00000016	-0,000005425		

15.04.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000006	-0,00000531	-0,00000516	0,00000033	-0,000005430	-0,000005401	0,000000043
2	0,00000044	-0,00000491	-0,00000491	0,00000041	-0,000005335		
3	0,00000038	-0,00000511	-0,00000521	0,00000004	-0,000005370		
4	-0,00000019	-0,00000575	-0,00000591	-0,00000059	-0,000005440		
5	-0,00000079	-0,00000639	-0,00000646	-0,00000118	-0,000005440		
6	-0,00000113	-0,00000641	-0,00000629	-0,00000079	-0,000005390		

30.04.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000005	-0,00000553	-0,00000577	-0,00000053	-0,000005360	-0,000005376	0,000000040
2	-0,00000065	-0,00000596	-0,00000590	-0,00000051	-0,000005350		
3	-0,00000046	-0,00000577	-0,00000566	-0,00000021	-0,000005380		
4	-0,00000023	-0,00000559	-0,00000552	-0,00000016	-0,000005360		
5	-0,00000020	-0,00000571	-0,00000590	-0,00000071	-0,000005350		
6	-0,00000106	-0,00000664	-0,00000660	-0,00000127	-0,000005455		

15.05.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\bar{s}r}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000011	-0,00000564	-0,00000576	-0,00000048	-0,000005405	-0,000005408	0,000000040
2	-0,00000061	-0,00000602	-0,00000597	-0,00000049	-0,000005445		
3	-0,00000041	-0,00000571	-0,00000546	0,00000012	-0,000005440		
4	0,00000016	-0,00000518	-0,00000517	0,00000018	-0,000005345		
5	0,00000015	-0,00000542	-0,00000552	-0,00000022	-0,000005435		
6	-0,00000028	-0,00000580	-0,00000600	-0,00000076	-0,000005380		

30.05.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000526	-0,00000519	0,00000033	-0,000005430	-0,000005425	0,000000038
2	0,00000034	-0,00000503	-0,00000500	0,00000052	-0,000005445		
3	0,00000049	-0,00000494	-0,00000501	0,00000044	-0,000005440		
4	0,00000045	-0,00000479	-0,00000463	0,00000107	-0,000005470		
5	0,00000121	-0,00000379	-0,00000345	0,00000227	-0,000005360		
6	0,00000232	-0,00000296	-0,00000280	0,00000273	-0,000005405		

12.06.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000034	-0,00000581	-0,00000582	-0,00000048	-0,000005405	-0,000005403	0,000000027
2	-0,00000082	-0,00000615	-0,00000586	-0,00000033	-0,000005430		
3	-0,00000022	-0,00000544	-0,00000522	0,00000031	-0,000005375		
4	0,00000033	-0,00000494	-0,00000476	0,00000070	-0,000005365		
5	0,00000078	-0,00000470	-0,00000461	0,00000077	-0,000005430		
6	0,00000056	-0,00000509	-0,00000510	0,00000007	-0,000005410		

29.06.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000001	-0,00000529	-0,00000544	-0,00000006	-0,000005340	-0,000005375	0,000000031
2	-0,00000023	-0,00000569	-0,00000585	-0,00000057	-0,000005370		
3	-0,00000082	-0,00000634	-0,00000648	-0,00000131	-0,000005345		
4	-0,00000142	-0,00000708	-0,00000730	-0,00000221	-0,000005375		
5	-0,00000254	-0,00000810	-0,00000816	-0,00000292	-0,000005400		
6	-0,00000295	-0,00000848	-0,00000849	-0,00000318	-0,000005420		

10.07.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000006	-0,00000540	-0,00000545	0,00000007	-0,000005430	-0,000005415	0,000000020
2	0,00000006	-0,00000527	-0,00000523	0,00000025	-0,000005405		
3	0,00000006	-0,00000549	-0,00000558	-0,00000032	-0,000005405		
4	-0,00000064	-0,00000617	-0,00000630	-0,00000106	-0,000005385		
5	-0,00000129	-0,00000688	-0,00000703	-0,00000175	-0,000005435		
6	-0,00000194	-0,00000747	-0,00000768	-0,00000235	-0,000005430		

25.07.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000015	-0,00000531	-0,00000530	0,00000019	-0,000005475	-0,000005432	0,000000047
2	0,00000014	-0,00000524	-0,00000504	0,00000041	-0,000005415		
3	0,00000041	-0,00000518	-0,00000524	0,00000011	-0,000005470		
4	-0,00000002	-0,00000556	-0,00000574	-0,00000044	-0,000005420		
5	-0,00000047	-0,00000599	-0,00000590	-0,00000050	-0,000005460		
6	-0,00000069	-0,00000596	-0,00000589	-0,00000046	-0,000005350		

08.08.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000019	-0,00000565	-0,00000571	-0,00000042	-0,000005375	-0,000005419	0,000000035
2	-0,00000060	-0,00000617	-0,00000628	-0,00000099	-0,000005430		
3	-0,00000108	-0,00000659	-0,00000666	-0,00000137	-0,000005400		
4	-0,00000138	-0,00000690	-0,00000705	-0,00000178	-0,000005395		
5	-0,00000185	-0,00000742	-0,00000753	-0,00000218	-0,000005460		
6	-0,00000222	-0,00000781	-0,00000792	-0,00000260	-0,000005455		

24.08.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000525	-0,00000512	0,00000044	-0,000005445	-0,000005430	0,000000020
2	0,00000044	-0,00000484	-0,00000470	0,00000087	-0,000005425		
3	0,00000089	-0,00000450	-0,00000451	0,00000092	-0,000005410		
4	0,00000087	-0,00000460	-0,00000474	0,00000067	-0,000005440		
5	0,00000059	-0,00000484	-0,00000481	0,00000067	-0,000005455		
6	0,00000064	-0,00000475	-0,00000460	0,00000082	-0,000005405		

06.09.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000002	-0,00000547	-0,00000552	-0,00000022	-0,000005375	-0,000005413	0,000000032
2	-0,00000036	-0,00000586	-0,00000586	-0,00000052	-0,000005420		
3	-0,00000056	-0,00000602	-0,00000597	-0,00000054	-0,000005445		
4	-0,00000047	-0,00000585	-0,00000578	-0,00000028	-0,000005440		
5	-0,00000033	-0,00000568	-0,00000574	-0,00000035	-0,000005370		
6	-0,00000052	-0,00000611	-0,00000635	-0,00000109	-0,000005425		

20.09.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000008	-0,00000532	-0,00000526	0,00000009	-0,000005375	-0,000005392	0,000000021
2	-0,00000002	-0,00000543	-0,00000539	-0,00000006	-0,000005370		
3	-0,00000027	-0,00000583	-0,00000597	-0,00000078	-0,000005375		
4	-0,00000098	-0,00000656	-0,00000661	-0,00000135	-0,000005420		
5	-0,00000141	-0,00000676	-0,00000675	-0,00000129	-0,000005405		
6	-0,00000126	-0,00000660	-0,00000643	-0,00000096	-0,000005405		

05.10.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000018	-0,00000509	-0,00000503	0,00000052	-0,000005410	-0,000005392	0,000000033
2	0,00000037	-0,00000516	-0,00000527	-0,00000003	-0,000005385		
3	-0,00000016	-0,00000567	-0,00000576	-0,00000040	-0,000005435		
4	-0,00000047	-0,00000577	-0,00000578	-0,00000038	-0,000005350		
5	-0,00000041	-0,00000574	-0,00000572	-0,00000033	-0,000005360		
6	-0,00000042	-0,00000585	-0,00000595	-0,00000056	-0,000005410		

18.10.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	0,00000018	-0,00000500	-0,00000487	0,00000071	-0,000005380	-0,000005418	0,000000039
2	0,00000074	-0,00000456	-0,00000434	0,00000120	-0,000005420		
3	0,00000121	-0,00000416	-0,00000412	0,00000124	-0,000005365		
4	0,00000103	-0,00000458	-0,00000472	0,00000060	-0,000005465		
5	0,00000037	-0,00000518	-0,00000530	0,00000002	-0,000005435		
6	-0,00000013	-0,00000571	-0,00000571	-0,00000040	-0,000005445		

03.11.2020							
LP	A	B	B	A	r_i	$r_{i\ sr}$	s
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	-0,00000001	-0,00000537	-0,00000538	-0,00000005	-0,000005345	-0,000005395	0,000000044
2	-0,00000006	-0,00000551	-0,00000544	-0,00000006	-0,000005415		
3	-0,00000005	-0,00000542	-0,00000536	0,00000012	-0,000005425		
4	0,00000012	-0,00000518	-0,00000518	0,00000019	-0,000005335		
5	0,00000010	-0,00000535	-0,00000549	-0,00000012	-0,000005410		
6	-0,00000026	-0,00000569	-0,00000565	-0,00000020	-0,000005440		