P P Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft *ittelungen* 2.2008

> Themenschwerpunkt Masse und abgeleitete mechanische Größen Teil 1



H 08151



## Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft

Amts- und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig und Berlin

118. Jahrgang, Heft 2, Juni 2008

## Inhalt

Themenschwerpunkt	Masse und abgeleitete mechanische Größen, Teil 1			
	Roman Schwartz, Michael Gläser: Masse und abgeleitete mechanische Größen	63		
	Michael Gläser: Neudefinition des Kilogramm	65		
	<ul> <li>Michael Borys, Frank Scholz, Martin Firlus: Darstellung der Masseskala</li> </ul>	71		
	• <i>Horst Bettin, Michael Borys, R. Arnold Nicolaus:</i> Die Dichte: Von der Vermessung einer Siliziumkugel zum Archimedischen Prinzip	77		
	• <i>Roman Schwartz, Panagiotis Zervos, Oliver Mack, Karsten Schulz:</i> Massebestimmungen und Wägetechnik im gesetzlich geregelten Bereich	84		
	(Teil 2 mit den Themen "Kraft", "Drehmoment", "Druck" und "Vakuum" wird im nächsten Heft veröffentlicht)			
Informationen	Zur Verabschiedung von Michael Gläser in den Ruhestand	94		
Recht und Technik	• Vollversammlung für das Eichwesen 2007	96		
	• Prüfungen der staatlich anerkannten Prüfstellen für Messgerät für Elektrizität, Gas, Wasser und Wärme im Jahr 2007	e 98		
Amtliche Bekanntmachungen	(eigenes Inhaltsverzeichnis)	99		

#### Zum Titelbild:

Das Ur-Kilogramm in Paris ist auch nicht mehr das, was es einmal war. Dieser Platin-Iridium-Zylinder scheint an Masse zu verlieren – darauf deuten Vergleichsmessungen mit den nationalen kg-Prototypen hin. Ein möglicher Weg zur Ablösung des Ur-Kilogramms durch eine fundamentalere Definition wird im internationalen Avogadroprojekt unter Leitung der PTB verfolgt. Mit einer Kugel aus einem Siliziumkristall wollen Wissenschaftler, indem sie die Atome im Kristall "zählen", eine makroskopische Masse auf die Atommasse zurückführen und so den Grundstein für eine Neudefinition des Kilogramms legen. Foto: Marc Steinmetz/VISUM

#### Impressum

Die **PTB-Mitteilungen** sind metrologisches Fachjournal und amtliches Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. Als Fachjournal veröffentlichen die PTB-Mitteilungen wissenschaftliche Fachaufsätze zu metrologischen Themen aus den Arbeitsgebieten der PTB. Als amtliches Mitteilungsblatt steht die Zeitschrift in einer langen Tradition, die bis zu den Anfängen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (gegründet 1887) zurückreicht. Die PTB-Mitteilungen veröffentlichen in ihrer Rubrik **"Amtliche Bekanntmachungen" unter anderem die aktuellen Geräte-**Prüfungen und -Zulassungen aus den Gebieten des Eich-, Prüfstellen- und Gesundheitswesens, des Strahlenschutzes und der Sicherheitstechnik.

#### Verlag

Wirtschaftsverlag NW Verlag für neue Wissenschaft GmbH Bürgermeister-Smidt-Str. 74–76, 27568 Bremerhaven Postfach 10 11 10, 27511 Bremerhaven Internet: www.nw-verlag.de E-Mail: info@nw-verlag.de

#### Herausgeber

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Braunschweig und Berlin Postanschrift: Postfach 33 45, 38023 Braunschweig Lieferanschrift: Bundesallee 100, 38116 Braunschweig

#### Redaktion/Layout

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit, PTB Dr. Dr. Jens Simon (verantwortlich) Gisela Link Telefon: (05 31) 592-82 02 Telefax: (05 31) 592-30 08 E-Mail: gisela.link@ptb.de

#### Leser- und Abonnement-Service

Marina Kornahrens Telefon: (04 71) 9 45 44-61 Telefax: (04 71) 9 45 44-88 E-Mail: vertrieb@nw-verlag.de

#### Anzeigenservice

Karin Drewes Telefon: (04 71) 9 45 44-21 Telefax: (04 71) 9 45 44-77 E-Mail: info@nw-verlag.de

#### Erscheinungsweise und Bezugspreise

Die PTB-Mitteilungen erscheinen viermal jährlich. Das Jahresabonnement kostet 55 Euro, das Einzelheft 16 Euro, jeweils zzgl. Versandkosten. Bezug über den Buchhandel oder den Verlag. Abbestellungen müssen spätestens drei Monate vor Ende eines Kalenderjahres schriftlich beim Verlag erfolgen.

© Wirtschaftsverlag NW, Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bremerhaven, 2008

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Zeitschrift darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages vervielfältigt oder verbreitet werden. Unter dieses Verbot fällt insbesondere die gewerbliche Vervielfältigung per Kopie, die Aufnahme in elektronische Datenbanken und die Vervielfältigung auf CD-ROM und in allen anderen elektronischen Datenträgern.

## Masse und abgeleitete mechanische Größen

Poit... Themenschwerpunkt

## Roman Schwartz<sup>1</sup>, Michael Gläser<sup>2</sup>

Die Masse und von ihr abgeleitete mechanische Größen gehören zu den wichtigsten Messgrößen in Handel, Wirtschaft, Industrie und Forschung. Neben der Masse selbst – oder dem Gewicht wie es in der Umgangssprache oft heißt – werden vor allem die Kraft, der Druck, die Dichte und das Drehmoment zu diesen Größen gerechnet.

Im Warenverkehr wird der Preis der meisten Güter nach ihrer Masse oder ihrem Volumen abgerechnet. Die Dichte ist für die Volumenbestimmung und -abrechnung von stehenden oder strömenden flüssigen oder gasförmigen Gütern eine wichtige Messgröße. In der Klimaforschung sind Dichteunterschiede des Ozeanwassers entscheidend für die globalen Meeresströmungen. Die Kraftmessung spielt im Maschinenbau und vielen sicherheitsrelevanten Bereichen eine Rolle, z.B. bei der Werkstoffprüfung, bei der Überwachung von Ölplattformen oder bei der Bauwerksüberwachung. Die Messung des Drehmoments wird bei allen rotierenden Maschinen, wie elektrischen Motoren, Verbrennungsmotoren oder Turbinen, aber auch in der Schraubtechnik eingesetzt. Die Druckmessung von Gasen kommt bei Barometern für den Luftdruck, aber auch bei Behältern für technische Gase und in Vakuumapparaturen zum Einsatz. Im Alltag begegnet sie uns, wenn wir den Reifendruck unseres Fahrzeugs kontrollieren. Der Flüssigkeitsdruck wird bei Pumpen, Hydraulikanlagen, aber auch im medizinischen Bereich gemessen, z.B. als Blutdruck. Druckmessungen sind in sehr vielen industriellen Anwendungen, insbesondere im Bereich der Sicherheits- und Prozessmesstechnik, von großer Bedeutung.

Diese Ausgabe der PTB-Mitteilungen ist all diesen mechanischen Messgrößen gewidmet. Ausgehend von einer Übersicht über die wichtigsten Anwendungsgebiete wird jeweils für jede mechanische Größe der aktuelle Stand bei der Darstellung und Weitergabe ihrer Einheit im Internationalen Einheitensystem (SI) mit Hilfe von sogenannten Normalmesseinrichtungen beschrieben und die aktuellen Forschungsschwerpunkte sowie zukünftige Entwicklungen aufgezeigt.

Natürlich darf in diesem Zusammenhang die internationale Diskussion um die "Neudefinition des Kilogramm" nicht fehlen. In dem entsprechenden Kapitel werden die zur Zeit laufenden Experimente beschrieben, mit denen das Kilogramm an eine Naturkonstante, wie die Avogadrokonstante oder die Plancksche Konstante, angebunden werden kann. Es ist vorgesehen, den Wert einer dieser Konstanten in einer künftigen Neudefinition festzulegen, ähnlich wie in der Meterdefinition von 1983 der Wert der Lichtgeschwindigkeit festgelegt wurde. Auch wird über den derzeitigen Stand der Diskussion in den beratenden Gremien (CC's) der Meterkonvention berichtet.

Im Beitrag "Darstellung der Masseskala" wird die Hierarchie der Massenormale vorgestellt und die Herleitung bzw. Rückführung von Massenormalen und Gewichtstücken der Bruchteile und Vielfache des Kilogramm auf das nationale Kilogrammprototyp beschrieben. Dabei wird insbesondere auf die wichtige Luftauftriebskorrektur und die verwendeten Waagen und Massekomparatoren eingegangen.

Im Beitrag "Die Dichte: Von der Vermessung einer Siliziumkugel zum Archimedischen Prinzip" wird die Messung der Dichte von Festkörpern und Flüssigkeiten beschrieben. Die Kenntnis der Dichte ist in vielen Anwendungen ein Maß zur Ermittung des Volumens, nach dem der Preis von strömenden Flüssigkeiten oder Gasen berechnet wird. Die Bestimmung der Masse und des Volumens von Siliziumkugeln als genaueste Dichtenormale, die Weitergabe der Dichteeinheit mit Hilfe von hydrostatischen Vergleichsmethoden und Fragen nach der Langzeitstabilität dieser Normale werden hier behandelt.

Der Beitrag "Massebestimmungen und Wägetechnik im gesetzlich geregelten Bereich" gibt einen aktuellen Überblick über die Vielfalt

- Dr. Roman Schwartz, Leiter der Abteilung "Mechanik und Akustik", Email: roman.schwartz@ ptb.de
- <sup>2</sup> Dr. Michael Gläser, ehem. Leiter des Fachbereichs Festkörpermechanik", Email: michael.glaeser@ ptb.de

der im Warenhandel und vielen industriellen Bereichen eingesetzten nichtselbsttätigen und selbsttätigen Waagen sowie die gesetzlich vorgeschriebenen Anforderungen und Prüfungen als Voraussetzung für eine Bauartzulassung. Auch werden aktuelle europäische Entwicklungen und internationale Vereinbarungen und Richtlinien für Waagen und Wägezellen erläutert.

#### Die nun folgenden Artikel werden im Septemberheft veröffentlicht

Der Beitrag "Kraftmessung von Mega- bis Nanonewton" umfasst einen Bereich der statischen Kraftmessung, in dem sehr unterschiedliche Messprinzipien eingesetzt werden. Für den Bereich "großer Kräfte" von etwa 1 N bis 2 MN werden Einrichtungen beschrieben, die die Gewichtskraft von Belastungskörpern zur direkten Krafterzeugung mit höchster Genauigkeit einsetzen. Für noch größere Kräfte bis etwa 16 MN werden andere Messprinzipien, vor allem die Kraftübersetzung mittels hydraulischer oder Hebelübersetzung beschrieben. Im mN-Bereich dagegen wird auf das Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation zurückgegriffen, wie es auch bei Präzisionswaagen zum Einsatz kommt. Für kleinste Kräfte im nN-Bereich werden andere, indirekte Methoden eingesetzt.

Im Beitrag "Dynamische Kalibrierung von Kraftaufnehmern" wird die Kraft – im Unterschied zum vorhergehenden Beitrag – als eine zeitabhängige Größe behandelt, so unter anderem bei periodischen Kräften und Stoßkräften, wie sie beispielsweise bei der Materialprüfung, bei Crashtests in der Automobilindustrie oder bei Satellitentests in der Raumfahrtindustrie auftreten. Es wird dargelegt, welche besonderen Anforderungen an Kraftaufnehmer für dynamische Kräfte gestellt werden müssen.

Der Beitrag "Die Messung des Drehmoments: Von der Schraube bis zur Turbinenwelle" stellt zunächst den Unterschied zwischen "reinem" Drehmoment und der in der Praxis häufiger vorkommenden Überlagerung von Kraft und Drehmoment klar. Es werden beschrieben: statisches Drehmoment im unbewegten Fall (Voraussetzung für genaueste Messungen), im rotierenden Fall und schließlich dynamisches Drehmoment. Mit den Normen für die Kalibrierung und die metrologischen Infrastruktur für das Drehmoment schließt der Beitrag ab.

Der Beitrag "Mehrkomponentenmessungen der mechanischen Größen Kraft und Moment" beschreibt eine in der PTB neuentwickelte Messmethode, die aus der Notwendigkeit entstanden ist, bei Kraft- und Drehmomentmessungen die Störkomponenten messtechnisch zu erfassen. Bei dieser Methode können die Komponenten der insgesamt sechs Freiheitsgrade unabhängig voneinander erzeugt und auch gemessen werden.

Der Beitrag "Druck" behandelt die Darstellung und Weitergabe der Messgroße Druck von Gasen und Flüssigkeiten einschließlich der wichtigsten Messgeräte. Ausgehend von der traditionellen Druckmessung mit Hilfe von Flüssigkeitssäulen werden Druckwaagen, Aneroidbarometer und andere Messgeräte und Verfahren in einem Druckbereich von 25 Pa bis etwa 360 GPa vorgestellt.

Schließlich beschreibt der Beitrag "Das Maß des "Nichts": Die Messung des Vakuums" die Druckmessung bis hinunter zu 10<sup>-12</sup> Pa. Vakuumtechnologien werden heute in zahlreichen industriellen Prozessen eingesetzt, zu nennen sind die Mikroelektronik, Beschichtungstechnologie zur Veredelung von Oberflächen, die Lebensmittelindustrie und die Forschung. Es werden die für verschiedene Druckbereiche eingesetzten Messmethoden und ihre Rückführung auf SI-Einheiten beschrieben.

Allen interessierten Lesern viel Gewinn beim "Stöbern" der Beiträge über die "Masse und abgeleitete mechanische Größen"!

## Neudefinition des Kilogramm

## Michael Gläser\*

#### 1 Einleitung

Das Kilogramm ist die einzige der sieben Basiseinheiten des internationalen Einheitensystems (SI), die noch durch eine materielle Verkörperung, das internationale Kilogrammprototyp, definiert ist. Die anderen Basiseinheiten sind durch einen Bezug zu einer Fundamentalkonstanten der Physik oder durch eine experimentelle Prozedur definiert. Einige hängen noch von anderen Basiseinheiten ab. Zum Beispiel ist das Meter als die Strecke, die Licht im Vakuum in einem bestimmten Bruchteil der Sekunde durchläuft, durch einen festgelegten Wert der Lichtgeschwindigkeit definiert. Dabei wird auf die Sekunde als Einheit der Zeit Bezug genommen. Die Definition des Ampere beschreibt eine idealisierte Anordnung von zwei elektrischen Leitern und gibt dabei die Werte von Messgrößen in den Einheiten Kilogramm, Meter und Sekunde an. Durch diese Werte wird zudem die magnetische Feldkonstante  $\mu_0$  festgelegt.

Seit etwa 30 Jahren werden Versuche unternommen, auch das Kilogramm an den Wert einer Fundamentalkonstanten anzubinden. Diese sind die Planck'sche Konstante und die Avogadrokonstante bzw. die atomare Masseneinheit. Zwei Typen solcher Versuche sind inzwischen so weit fortgeschritten, dass eine Neudefinition des Kilogramm in den kommenden Jahren wahrscheinlich ist. Die Entscheidungsgremien sind sich darin einig, dass eine relative Unsicherheit von wenigen 10<sup>-8</sup> und eine entsprechende Übereinstimmung der relevanten Experimente Vorraussetzungen für eine Neudefinition sind.

Neben einer Neudefinition des Kilogramm ist es vorgesehen, auch das Ampere, das Kelvin und das Mol neu zu definieren. Während man für die Neudefinition des Kelvin ebenfalls noch auf hinreichend genaue Ergebnisse wartet, soll für das Ampere auf bekannte und bereits für praktische Normale verwendete Einrichtungen zurückgegriffen werden, die auf dem Josephson-Effekt für das Volt und dem Quanten-Hall-Effekt für das Ohm beruhen. Für das Mol soll die bisherige Definition so umformuliert werden, dass sie auf einer Festlegung der Avogadrokontanten beruht, ohne sich auf die Einheit Kilogramm zu beziehen wie bei der derzeitigen Definition.

#### 2 Die Experimente

Die ersten Experimente zu einer Neudefinition des Kilogramm wurden in den siebziger Jahren begonnen: das Avogadro-Experiment mit einem Silizium-Einkristall im National Institute of Standards and Technology (NIST, vormals NBS, USA) [1] und die Wattwaage im National Physical Laboratory (NPL, Großbritannien) [2, 3].

Danach wurde auch im NIST eine Wattwaage aufgebaut [4, 5], mit der im Jahre 2007 der bis heute genaueste Wert der Planck'schenn Konstante gemessen wurde (relative Unsicherheit mit  $3,7 \cdot 10^{-8}$ ) [6]. Das NPL hat 2007 ein Ergebnis mit einer relativen Unsicherheit von  $6,7 \cdot 10^{-8}$ veröffentlicht [7]. Weitere Wattwaagenexperimente sind im Aufbau bzw. in der Erprobungsphase [8]: im Bundesamt für Metrologie (ME-TAS, Schweiz) seit 1997, im Laboratoire National de Metrologie (LNE, Frankreich) seit 2000 und im Bureau International des Poids et Mesures (BIPM, Frankreich) seit 2002. Auch das chinesische Metrologieinstitut plant, eine Wattwaage zu entwickeln.

In der PTB wurde die Messung der Avogadrokontanten durch den Aufbau eines Röntgeninterferometers zur Messung der Gitterkonstanten im Silizium-Einkristall Ende der siebziger Jahre ermöglicht. Auch andere Institute wie das Istituto Nazionale di Ricerca (INRIM, vormals IMGC, Italien), das National Metrology Institute of Japan (NMIJ/AIST, ehemals NRLM, Japan) folgten. Das Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM, Belgien) beteiligte sich durch Messung der relativen Anteile der drei Isotope 28Si, 29Si und 30Si in natürlichem Silizium. Die Herstellung von Silizium-Kugeln hat in der letzten Zeit das National Metrology Institute, Australien (NMI-A, vormals CSIRO), übernommen. Das Ergebnis für die Avogadrokonstante wurde zuletzt 2005 mit einer relativen Unsicherheit von  $3,1 \cdot 10^{-7}$  angegeben [9]. An dem vor wenigen Jahren gegründeten internationalen Avogadro-Projekt mit hoch angereichertem <sup>28</sup>Si sind weitere Institutionen und Firmen beteiligt. Ein neues und genaueres Ergebnis wird Ende 2009 erwartet.

Ein anderer Ansatz wurde mit der Spannungswaage verfolgt, der im CSIRO und in der PTB zu Ergebnissen mit relativen Unsicherheiten Dr. Michael Gläser, ehem. Leiter des Fachbereichs Festkörpermechanik", Email: michael.glaeser@ ptb.de



1

Bild 1:

Experiment Ionenakkumulation (Draufsicht). Die Ionen werden in der Ionenquelle (unten) erzeugt, durch den Separatormagneten (blau) um 90° nach rechts abgelenkt und in einem Kollektor zu einer wägbaren Masse aufgefangen. (Quelle: Marc Steinmetz/ VISUM)

> von etwa 3 · 10-7 führte [10,11] und nicht weiterverfolgt wurde, da eine Verbesserung mit einem angemessenen Aufwand nicht zu erwarten war. Auch das Experiment Magnetic Levitation des NMIJ wurde nach Erreichen einer Reproduzierbarkeit von 10<sup>-6</sup> [12] abgebrochen. Das russische All Russia D I Medeleyev Scientific and Research Institute for Metrology (VNIIM) und das finnische Centre for Metrology and Accreditation (MIKES) planen, ein neues Magnetic Levitation Experiment aufzubauen [13]. Das Experiment Ionenakkumulation der PTB wurde 1990 begonnen. Bei diesem Experiment (s. Bild 1) werden 209Bi+-Ionen (früher 196Au+-Ionen) zu einer wägbaren Masse akkumuliert, der Ionenstrom über die Akkumulationszeit integriert und der Strom über die Quantennormale Josephson-Spannung und Quanten-Hall-Widerstand gemessen. So konnte die Masse eines Wismutatoms mit einer relativen Unsicherheit von 9 · 10-5 bestimmt werden. Obwohl das Prinzip der Ionenakkumulation demonstriert werden konnte [14] und obwohl es konzeptionell als ein naheliegendes Experiment für eine Neudefinition des Kilogramm als die Masse einer bestimmten Anzahl von Atomen betrachtet werden kann, scheint es wenig wahrscheinlich, dass es die erforderliche Unsicherheit im vorgesehenen Zeitraum erreichen wird.

#### 2.1 Das Avogadro-Experiment

Zur Bestimmung der Avogadrokonstanten wird aus einem Silizium-Einkristall eine Kugel mit der Masse von etwa 1 kg hergestellt (s. Bild 2), ihre Masse *m* und ihr Volumen *V* bestimmt, außerdem werden das Volumen  $v_0$  der Einheitszelle des Kristalls über die Gitterkonstante und die molare Masse  $M_{\rm Si}$  des Siliziums bestimmt (siehe auch den Beitrag "Die Dichte: Von der Vermessung einer Siliziumkugel zum Archimedischen Prinzip" in diesem Heft). Mit der bekannten Anzahl der Atome in der Einheitszelle  $n_{\rm Si}$  ergibt sich die Avogadrokonstante wie folgt:

$$V_{\rm A} = \frac{V(M_{\rm Si}/m)}{(v_0/n_{\rm Si})} = \frac{M_{\rm Si}}{m_{Si}}$$
(1)

Anders ausgedrückt ist die Avogadrokonstante das Verhältnis zwischen der molaren Masse und der mittleren Masse eines Siliziumatoms m<sub>si</sub>. Natürliches Silizium besteht aus den drei Isotopen <sup>28</sup>Si, <sup>29</sup>Si und <sup>30</sup>Si. Daher muss zur Ermittlung von  $M_{si}$  bzw.  $m_{si}$  die relative Isotopenhäufigkeit dieser drei Si-Isotope gemessen werden. Das Volumen der Kugel erhält man durch Messungen des Kugeldurchmessers und der Rundheit der Kugel mit Hilfe eines Kugelinterferometers. Die Gitterkonstante wird mit einem Röntgenverschiebeinterferometer gemessen. Die Masse der Kugel erhält man durch den Vergleich mit einem Massenormal mittels einer Waage. Neben den erwähnten Messungen müssen noch die chemische Reinheit des Siliziums, die Dicke und die Dichte der Oxidschicht und die Qualität der Kristallstruktur ermittelt werden. Die zuletzt veröffentlichten Ergebnisse sind mit Silizium in natürlicher Isotopenzusammensetzung in Koo-



Bild 2: Kugel aus einem Siliziumeinkristall zur Bestimmung der Avogadrokonstanten, hier im Kugelinterferometer der PTB. (Quelle: Marc Steinmetz/VISUM)

peration mit verschiedenen metrologischen Staatsinstituten, der PTB, dem NMIJ, dem INRIM, dem NIST und dem IRMM ermittelt worden [9]. Im Jahre 2003 hat sich die International Avogadro Coordination (IAC) aus nationalen Metrologieinstituten, dem BIPM, dem russischen International Science and Technology Center (ISTC) und dem Berliner Institut für Kristallzüchtung (IKZ) gebildet, die mit hoch angereichertem <sup>28</sup>Si an einer neuen Bestimmung der Avogadrokonstanten arbeitet. Das ehrgeizige Ziel ist, bis Ende 2009 einen Wert mit einer relativen Unsicherheit von nicht mehr als  $2 \cdot 10^{-8}$  zu erreichen. Allein die Herstellung des hoch angereicherten Siliziums mit Hilfe von Zentrifugen im ISTC hat etwa 1,2 Millionen Euro gekostet.

#### 2.2 Die Wattwaagen-Experimente

Mit der Wattwaage wird die Planck'sche Konstante in zwei Versuchen (statischer und bewegter Modus) ermittelt (Bild 3). Im ersten Versuch wird mit der Waage die Gewichtskraft eines Massenormals mit einer elektromagnetischen Kraft verglichen (statischer Modus). Dabei wird der Strom in einer Spule gemessen, die sich im homogenen Feld eines Magneten befindet. Im zweiten Versuch wird die Spule im gleichen Magnetfeld in vertikaler Richtung bewegt (bewegter Modus). Dabei werden die Geschwindigkeit und die in der Spule induzierte Spannung gemessen. Die Gleichungen für den Strom und die induzierte Spannung werden dann durch Eliminierung des Gradienten der magnetischen Induktion kombiniert. Man erhält so:

l

Dabei sind U die induzierte Spannung, I der Strom in der Spule, m die Masse des Massenormals, g die Fallbeschleunigung und v die Geschwindigkeit. Gleichung (2) gilt für Messungen im Vakuum. In dieser Gleichung ist eine elektrische Leistung einer mechanischen gleichgesetzt, daher der Name "Wattwaage". Wenn *I* und *U* über den Quanten-Hall-Widerstand und die Josephson-Spannung gemessen werden, erhält man die Planck'sche Konstante:

$$h = \frac{4mgv}{v_m v_g} \tag{3}$$

Dabei sind  $\nu_{\rm m}$  und  $\nu_{\rm g}$  Frequenzen der Mikrowellenstrahlungen, die bei den Josephson-Spannungen im ersten bzw. zweiten Versuch gemessen werden.

Die Wattwaagen in den verschiedenen Instituten [8] unterscheiden sich nicht in ihrem Prinzip, jedoch in der praktischen Ausführung. Beim NPL und beim NIST werden Massen von 1 kg verwendet, beim METAS eine Masse von 100 g. Das NIST verwendet einen supraleitenden Magneten und als Waagbalken eine Seilrolle. Das NPL und das METAS verwenden Cobalt-Samarium-Magnete, das NPL eine gleicharmige Balkenwaage und das METAS einen modifizierten handelsüblichen Massekomparator. Zur Geschwindigkeitsmessung werden im NPL und im NIST Michelson-Interferometer verwendet, im METAS ein Fabry-Perot-Interferometer. Das BIPM entwickelt eine Wattwage, bei der statischer und bewegter Modus in einem Versuch



Bild 3: Schema der Wattwaage des NIST

(2)

realisiert werden. Das LNE entwickelt eine Wattwaage in Eigenbau, die für ein Massenormal von 500 g geeignet ist und mit einem Cobalt-Samarium-Magneten arbeiten wird. Zur Messung der Fallbeschleunigung verwenden fast alle Institute Absolut-Gravimeter, das LNE entwickelt ein Gravimeter nach dem Fontänenprinzip mit kalten Atomen.

#### 3 Die bisherigen Ergebnisse

Die Ergebnisse der Messungen zusammen mit Werten von CODATA seit 1980 für die Avogadrokonstante und andere Konstanten, die in Werte der Avogadrokonstanten umgerechnet wurden, sind im Bild 4 dargestellt. Dabei wurden folgende Umrechnungen verwendet:

$$N_A = \frac{cA_r(e)M_u\alpha^2}{2R_{\infty}}\frac{1}{h}$$
(4)

$$N_A = \frac{cA_r(e)M_u\alpha^2}{2R_\infty}\frac{K_J}{2e}$$
(5)

$$N_A = \frac{F}{e} \tag{6}$$

mit: *c* Lichtgeschwindigkeit,  $A_r(e)$  relative Atommasse des Elektrons,  $M_u = 10^{-3}$  kg mol<sup>-1</sup>,  $\alpha$  Hyperfeinstrukturkonstante,  $R_{\infty}$  Rydbergkonstante,  $K_j$  Josephsonkonstante, *F* Faradaykonstante und *e* Elementarladung. Für die Umrechnung wurden die Werte von CODATA 2006 [15] verwendet. Die hier und im Folgenden angegebenen Unsicherheiten sind einfache Standardunsicherheiten (k = 1).

Die relativen Messunsicherheiten haben sich im Laufe dieser Jahre von  $1,3 \cdot 10^{-6}$  auf  $3,6 \cdot 10^{-8}$  für *h* und von  $1,2 \cdot 10^{-6}$  auf  $3 \cdot 10^{-7}$  für  $N_{\rm A}$  reduziert, aber es bleibt zur Zeit eine mit den Unsicherheiten nicht verträgliche Differenz von relativ etwa 10<sup>-6</sup> zwischen den meisten Ergebnissen für *h* und  $N_{\rm A'}$  wobei die Ergebnisse für  $K_{\rm J}$  von 1989 und 1991 und für *F* von 1980 mit denen für *h* verträglich sind ("nicht verträglich" heißt, dass die Differenz größer ist als die quadratisch kombinierten Unsicherheiten). Der neueste Wert des NPL für *h* (2007) liegt um etwa 3 · 10<sup>-7</sup> vom letzten Wert des NIST (2006) entfernt und ist so weder mit diesem noch mit dem  $N_{\rm A}$ -Wert von 2005 verträglich. Es bleibt abzuwarten, zu welchem Ergebnis die laufenden Arbeiten des IAC für  $N_{\rm A}$  kommen wird.

#### 4 Diskussion in den Gremien

Angestoßen von den Veröffentlichungen einiger Mitglieder des Comité Consultatif des Unités (CCU) [16,17] haben sich mehrere beratende Komitees (CC), internationale Normungsgremien und das Comité International des Poids et Mesures (CIPM) mit dem Thema einer Neudefinition des Kilogramm und zugleich weiterer Basiseinheiten, wie des Ampere, des Kelvin und des Mol befasst. Alle Gremien sind sich darin einig, dass Neudefinitionen auf der Basis von Naturkonstanten wie h,  $N_A$ , e und k (Boltzmannkonstante) formuliert werden sollen. Dabei ist vorgesehen, dass die Zahlenwerte solcher Konstanten (nach CODATA) in den Definitionen festgelegt werden und dass sie so künftig keine Unsicherheiten mehr haben - so wie die Lichtgeschwindigkeit nach der Meterdefinition von 1983. Obgleich die Autoren von [16] Beschlüsse zu Neudefinitionen bereits für die Sitzung 2007 der Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM), dem höchsten Entscheidungsgremi-



Bild 4:

Messergebnisse für die Avogadrokonstante N<sub>4</sub> mit Unsicherheiten, dargestellt als relative Abweichungen vom Wert CODATA  $2006 (N_{A} =$ 6,02214179 (30) · 10<sup>23</sup> mol-1). Die Ergebnisse für die Planck'sche Konstante h (Wattwaage), für K, (Spannungswaage) und für die Faradaykonstante Fwurden mit den Konstanten von CODATA 2006 umgerechnet. Beschriftung: z.B. NPL-07-h gibt das Ergebnis des NPL im Jahre 2007 für eine Messung von h an. WGAC: Working Group Avogadro constant.

um der Meterkonvention, vorschlugen, hat das CIPM angesichts der noch bestehenden Diskrepanzen zwischen den Messergebnissen als frühesten Termin 2011 vorgesehen.

Für das Kilogramm hat das Comité Consultatif pour la Masse et les grandeurs apparantées (CCM) eine Empfehlung beschlossen, die unter anderem gemäß den gegenwärtigen Anforderungen an Gewichtstücke im gesetzlichen Messwesen eine Obergrenze für die relative Unsicherheit von  $2 \cdot 10^{-8}$  bei der Realisierung der Einheit Kilogramm setzt.

Einige weitere Veröffentlichungen [18–23], beratende Komitees und Normungsgremien haben sich mit den Fragen der Konstanten und den Formulierungen neuer Definitionen befasst. Das Comité Consultatif d'Électricité et Magnetisme (CCEM) wünscht in einer Resolution die Festlegung von h und e, sodass künftig das Volt und das Ohm über h/(2e) bzw.  $h/e^2$  SI-Einheiten werden. Da jedoch nur eine elektrische Einheit ohne Überbestimmung als Basiseinheit definiert werden kann, wird vorgeschlagen, das Ampere über e und das Kilogramm über h zu definieren. Der Vorschlag, das Kilogramm über h zu definieren, hat jedoch nicht in allen Gremien Zustimmung gefunden. Eine Gruppe von Autoren, die dem Avogadroexperiment nahe stehen, befürwortet eine Kilogrammdefinition, die sich auf eine atomare Masse bezieht [20], da eine solche dem allgemeinen Verständnis leichter zugänglich und auch physikalisch sinnvoller wäre. Das CCU hat in seiner letzten Empfehlung (2007) an das CIPM die Standpunkte der verschiedenen Gremien dargestellt, als eigene Empfehlung für eine Kilogrammdefinition jedoch die Festlegung von *h* favorisiert. Eine Entscheidung darüber und über den Zeitpunkt der Neudefinitionen wird voraussichtlich erst fallen, wenn mehrere Experimente hinreichend gut übereinstimmen und von den relevanten Gremien akzeptierte Unsicherheiten zeigen.

#### 5 Zusammenfassung

Die gegenwärtig relevanten Experimente, deren Ergebnisse Voraussetzung für eine Neudefinition des Kilogramm sein können, sind das Experiment zur Bestimmung der Avogadrokonstanten mit einem Silizium-Einkristall und die sogenannte Wattwaage zur Bestimmung der Planckschen Konstanten über ein Massenormal. Die bisherigen Ergebnisse zeigen noch unvereinbare Differenzen und noch nicht die von den im CCM vertretenen Experten gewünschten Unsicherheiten. Zur Zeit



AUKOM e.V. • Lauestraße 11 • 38116 Braunschweig • info@aukom.info • www.aukom.info

werden Neudefinitionen für das Kilogramm, das Ampere, das Kelvin und das Mol für das Jahr 2011 angestrebt, sofern die bis 2009 erwarteten Messergebnisse von der internationalen Avogadro-Kooperation IAC, vom NIST, vom NPL und vom METAS das erlauben.

#### 6 Literatur

- R.D. Deslattes, A. Henins: Phys. Rev. Lett. 31 (1973), 972–975
- [2] B.P. Kibble: A measurement of the gyromagnetic ratio of the proton by the strom field method, in: J. H. Sanders, A. H. Wapstra: Atomic Masses and Fundamental Constants vol. 5, Plenum, New York 1976, 545–551
- [3] B.P. Kibble, R.C. Smith, I.A. Robinson: The NPL Moving-Coil Ampere Determination, IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-32 (1983), 141–143
- [4] P.T. Olsen, M.E. Cage, W.D. Phillips, E.R. Williams: The Realization of the Ampere at NBS, IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-29 (1980), 234–237
- [5] P.T. Olsen, V.E. Bower, W.D. Phillips, E.R. Williams, G.R. Jones, Jr.: The NBS Absolute Ampere Experiment, IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-34 (1985), 175–181
- [6] R.L. Steiner, E.R. Williams, R. Liu, D.B. Newell: Uncertainty Improvements of the NIST Electronic Kilogram, IEEE Trans. Instrum. Meas. 56 (2007),592–596
- [7] I.A. Robinson, B.P. Kibble: An initial measurement of Planck's constant using the NPL Mark II watt balance, Metrologia 44 (2007), 427–440
- [8] A. Eichenberger, B. Jeckelmann, P. Richard: Tracing Planck's constant to the kilogram by electromechanilcal methods, Metrologia 40 (2003), 356–365
- [9] K. Fujii, A. Waseda, N. Kuramoto, S. Mizushima, P. Becker, H. Bettin, A. Nicolaus, U. Kuetgens, S. Valkiers, P. Taylor, P. De Bievre, G. Mana, E. Massa, R. Matyi, E. G. Kessler, Jr., M. Hanke: Present State of the Avogadro Constant – Determination From Silicon Crystals With Natural Isotopic Compositions, IEEE Trans. Instrum. Meas. 54 (2005), 854–859
- [10] W.K. Clothier, G.J. Sloggett, H. Bairnsfather, M.F. Curry, D.J. Benjamin: A Determination of the Volt, Metrologia 26 (1989), 9–46
- [11] T. Funk, V. Sienknecht: Determination of the Volt with the Improved PTB Voltage Balance, IEEE Trans. Instrum. Meas. 40 (1991), 158–161

- [12] F. Shiota, Y. Miki, Y. Fujii, T. Morokuma, Y. Nezu: Evaluation of equilibrium trajectory of superconducting magnetic levitation system for the future kg unit of mass, IEEE Trans. Instrum. Meas. 49 (2000), 1117–1121
- [13] K. Riski, P. Heikkinen, H. Kajastie, J. Manninen, H. Rossi, K. Nummila, E. Frantsuz, V. Khavinson: Design of a superconducting magnetic levitation system, Proc. 17th Int. Conf. IMEKO TC 3, Istanbul, 17–21- September 2001, 239–246
- [14] M. Gläser: Tracing the atomic mass unit to the kilogram by ion accumulation, Metrologia 40, 376–386
- [15] P.J. Mohr, B.N. Taylor, D.B. Newell: CO-DATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants 2006, arXiv:0801.0028v1 [physics.atom-ph] 29 Dec 2007, 105 S.
- [16] I.M. Mills, P.J. Mohr, T.J. Quinn, B. N. Taylor, E.R. Williams: Redefinition of the kilogram: a decision whose time has come, Metrologia 42 (2005), 71–80
- [17] I.M. Mills, P.J. Mohr, T.J. Quinn, B. N. Taylor, E.R. Williams: Redefinition of the kilogram, ampere, kelvin and mole: a proposed approach to implementing CIPM recommendation 1 (CI-2005), Metrologia 43 (2006), 227–246
- [18] M. Stock, T.J. Witt: CPEM 2006 round table discussion ,Proposed changes to the SI', Metrologia 43 (2006), 583–587
- [19] S.G. Karshenboim: On the redefinition of the kilogram and ampere in terms of fundamental physical constants, Physics Uspekhi 49 (2006), 947–954
- [20] P. Becker, P. De Bièvre, K. Fujii, M. Gläser, B. Inglis, H. Luebbig, G. Mana: Considerations on future redefinitions of the kilogram, the mole and of other units, Metrologia 44 (2007), 1–14
- [21] *B.W. Petley:* The atomic units, the kilogram and the other proposed changes to the SI, Metrologia **44** (2007), 69–72
- [22] M.T.J. Milton, J.M. Williams, S.J. Bennett: Modernizing the SI: towards an improved, accessible and enduring system, Metrologia 44 (2007), 356–364
- [23] *J.W.G. Wignall:* Some comments to the definition of mass, Metrologia **44** (2007), L19–L22

## Darstellung der Masseskala

### Michael Borys<sup>1</sup>, Frank Scholz<sup>2</sup>, Martin Firlus<sup>3</sup>

#### 1 Einführung

Die Definition der Einheit der Masse basiert auf einer materiellen Verkörperung, dem Internationalen Kilogrammprototyp [1]. Damit sind Definition und Realisierung der SI-Basiseinheit Kilogramm identisch. Die Weitergabe der Masseneinheit Kilogramm erfolgt auf der höchsten Ebene der Hierarchie der Massenormale unter Verwendung von Kopien des Internationalen Kilogrammprototyps, hergestellt aus gleichem Material (90 % Platin, 10 % Iridium), mit gleichen Abmessungen und Oberflächeneigenschaften. Diese offiziellen Kopien werden als Kilogrammprototypen bezeichnet und sind auf einen Massebereich von 1 kg ± 1 mg justiert [2].

Um die Massen von beliebigen Körpern bestimmen zu können, ist die Darstellung und Weitergabe von Teilen und Vielfachen der Masseneinheit Kilogramm erforderlich. Ausgehend von einem Referenznormal, wie beispielsweise einem Kilogrammprototyp, wird hierfür eine Masseskala mit Hilfe von Gewichtsätzen geeigneter Stückelung nach einem Wägeschema und unter Anwendung einer Ausgleichsrechnung abgeleitet. Im Ergebnis der Ableitung stehen auf das Referenznormal rückgeführte Hauptnormale zur Verfügung, die Teile und Vielfache der Einheit der Masse verkörpern und damit die Grundlage für die Weitergabe der Masseneinheit in dem abgeleiteten Massebereich bilden.

#### 2 Hierarchie der Massenormale

Da Definition und Realisierung der Masseneinheit an eine materielle Verkörperung – also an ein Kilogrammprototyp – gebunden sind, wird die Einheit der Masse über eine ununterbrochene Kette von Massevergleichen weitergegeben. Hieraus ergibt sich eine Hierarchie der Massenormale (Bild 1). An der Spitze der hierarchischen Kette steht das Internationale Kilogrammprototyp<sup>\*</sup> im Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). Im Zuge der Sanktionierung des Internationalen Kilogrammprototyps durch die erste Generalkonferenz für Maße und Gewichte im Jahre 1889 wurden von 42 Kilogrammprototypen 30 an die Mitgliedsländer der Meterkonvention und das BIPM vergeben [3, 4]. Derzeit zählt die Meterkonvention 51 Mitgliedsländer und die Zahl der Kilogrammprototypen ist auf über 80 angewachsen. Alle Kopien des Internationalen Kilogrammprototyps tragen eine Nummer. Das nationale Kilogrammprototyp der Bundesrepublik Deutschland ist das 1954 neu erworbene Kilogrammprototyp Nr. 52 (Bild 2).

Die Weitergabe der Masseneinheit von dem Internationalen Kilogrammprototyp zu den nationalen Kilogrammprototypen erfolgt in der Regel über die Arbeitsnormale des BIPM. Nationale Kilogrammprototypen werden etwa alle zehn Jahre an die Arbeitsnormale des BIPM angeschlossen. Ein Vergleich der nationalen Kilogrammprototypen mit dem Internationalen Kilogrammprototyp erfolgt in größeren Zeitabständen im Rahmen von so genannten Nachprüfungen (Verifikationen). Nach dem Anschluss der ersten 42 Kilogrammprototypen in den Jahren von 1883 bis 1888 wurden die nationalen Kilogrammprototypen bislang zu drei Nachprüfungen einberufen: 1899 bis 1911 (hierbei erfolgte der Vergleich nicht gegen das Internationale Kilogrammprototyp, sondern gegen das Kilogrammprototyp Nr. 1), 1939/46 bis 1953 (durch die Kriegsereignisse unterbrochen) und 1988 bis 1992 [3]. In Abhängigkeit vom zeitlichen Abstand zur letzten Nachprüfung wird die Masse nationaler Kilogrammprototypen im BIPM mit erweiterten Messunsicherheiten (k = 2) im Bereich von 5  $\mu$ g bis 15  $\mu$ g (relativ 5  $\cdot$  10<sup>-9</sup> bis  $1,5 \cdot 10^{-8}$ ) bestimmt.

In den nationalen Metrologieinstituten wird die Masseneinheit von den Kilogrammprototypen an die Hauptnormale (auch Primärnormale genannt) weitergegeben. Die Hauptnormale bestehen heutzutage meist aus korrosionsbeständigem, unmagnetischem Stahl (Dichte etwa 8000 kg/m<sup>3</sup>). Der Anschluss der 1-kg-Hauptnormale an das nationale Kilogrammprototyp stellt auf Grund des notwendigen Übergangs von der Dichte 21 500 kg/m<sup>3</sup> (Pt-Ir) auf 8000 kg/m<sup>3</sup> (Stahl) besondere Anforderungen an die Luftdichtebestimmung, da bei einer Luftdichtebestimmung aus den Luftdichteparametern (Temperatur, Druck, Dr. Michael Borys, Leiter der Arbeitsgruppe "Darstellung Masse", E-Mail: michael.borys@ptb.de

- <sup>2</sup> Dipl. Phys. Frank Scholz, Arbeitsgruppe "Darstellung Masse", E-Mail: frank.scholz@ptb.de
- <sup>3</sup> Martin Firlus, Arbeitsgruppe "Darstellung Masse", E-Mail: martin.firlus@ptb.de

\* In der Metrologie hat sich, abweichend vom allgemeinen Sprachgebrauch, für den Begriff "Kilogrammprototyp" das sächliche Geschlecht ("das Kilogrammprototyp") durchgesetzt.



Bild 1:

Hierarchie der Massenormale in der Bundesrepublik Deutschland (Pt-Ir: Legierung aus 90 % Platin und 10 % Iridium, BIPM: Bureau International des Poids et Mesures, CIPM: Comité International des Poids et Mesures)

> Feuchte und CO<sub>2</sub>-Gehalt) die Unsicherheit der Luftauftriebskorrektion deutlich größer als die Unsicherheitsbeiträge der Wägung und anderer Einflussgrößen ist [5]. Der Masseanschluss von Hauptnormalen an das nationale Kilogrammprototyp wird auf speziellen 1-kg-Massekomparatoren, so genannten Prototypwaagen, ausgeführt (Bild 3). Prototypwaagen werden nahezu ausschließlich in druckfesten Gehäusen untergebracht, die meist auch evakuiert werden können. Unter druckstabilen Bedingungen und Temperaturschwankungen von wenigen Millikelvin können mit modernen Prototypwaagen relative Standardabweichungen  $\leq 3 \cdot 10^{-10}$  erreicht werden. Durch Wägung von speziellen Auftriebskörpern in Vakuum und Luft sind Luftdichtebestimmungen mit relativen Unsicherheiten (k = 1) von rund  $2 \cdot 10^{-5}$  möglich [6, 7].

> Der Übergang vom nationalen Kilogrammprototyp zu den Hauptnormalen ist Grundlage für die Realisierung von Teilen und Vielfachen der Masseneinheit Kilogramm in Form einer Masseskala (Abschn. 4, Bild 4). Die Masseskala umfasst in der Regel den Nennwertebereich, der regelmäßig und mit besonders hohen Anforderungen für die Weitergabe der Einheit der Masse benötigt wird. In der PTB ist dies beispielsweise der Bereich von 1 mg bis 5 t, der mit kleinsten relativen Unsicherheiten *U/m* von bis zu 2,8 · 10<sup>-8</sup> (*k* = 2) dargestellt werden kann.





An die Hauptnormale der PTB werden die Bezugsnormale von Institutionen, Behörden im gesetzlichen Messwesen und anderen Einrichtungen in Forschung, Industrie und Metrologie angeschlossen (Bild 1). Mit Hilfe dieser Bezugsnormale werden dann in weiteren Schritten untergeordnete Bezugs-, Kontrollund Gebrauchsnormale kalibriert. Innerhalb der PTB wird die Basiseinheit Kilogramm an abgeleitete Einheiten (z. B. Dichte, Kraft, Druck) weitergegeben.

An die Massestabilität von Prototypen, Haupt-, Bezugs- und Kontrollnormalen werden höchste Anforderungen gestellt. Jede Handhabung kann die Massestabilität beeinflussen und birgt die Gefahr von Beschädigungen. Die Zeitabstände für Rekalibrierungen sind daher so zu wählen, dass Masseänderungen rechtzeitig erkannt werden. In Bild 1 sind zu den einzelnen Hierarchiestufen Anhaltswerte für die Zeit zwischen zwei Anschlussmessungen angegeben. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass für die Festlegung von Rekalibrierintervallen die individuelle Stabilität eines Normals sowie die Häufigkeit und die Bedingungen seiner Verwendung maßgeblich sind.

#### 4 Aufbau einer Masseskala

#### 4.1 Wägeschema

Im Allgemeinen werden Massebestimmungen hoher Genauigkeit durch Differenzwägungen gleichen Nennwerts durchgeführt. Bei der Ka-





Bild 3a-b:

Prototypwaagen der PTB (1-kg-Vakuum-Massekomparatoren, aufgestellt in vakuumfesten Kammern). a) Mettler-Toledo M\_one: automatische Wechseleinrichtung mit sechs Positionen, Auflösung 0,1  $\mu$ g, Standardabweichung  $\leq$  0,3  $\mu$ g;

b) Sartorius CCL1007: automatische Wechseleinrichtung mit acht Positionen, Auflösung 0,1  $\mu$ g, Standardabweichung  $\leq$  0,2  $\mu$ g

librierung von Gewichtsätzen kann jedoch das Problem auftreten, dass nur ein Referenznormal mit einem bestimmten Nennwert zur Verfügung steht. In diesem Fall ist eine Bestimmung des Gewichtsatzes in sich mit Anschluss an das Referenznormal erforderlich. Dasselbe Verfahren findet bei der Ableitung von Teilen und Vielfachen der Masseneinheit als Masseskala vom nationalen Kilogrammprototyp Anwendung. Hierbei werden mit Hilfe eines geeigneten Wägeschemas Massevergleiche mit bestimmten Kombinationen von Massenormalen ausgeführt. Im gesetzlichen Messwesen ist die Stückelung der Normale durch die Faktoren  $1 \cdot 10^n$ ,  $2 \cdot 10^n$  und  $5 \cdot 10^n$ ,  $n \in \{..., -2, -1, 0, 1, 2, ...\}$ , international festgelegt [8].

Das verwendete System von Wägegleichungen lässt sich durch ein Wägeschema darstellen und ermöglicht den dekadenweisen Aufbau einer Masseskala. Neben dem Referenznormal werden in der PTB pro Dekade noch sieben weitere Normale verwendet, so dass jeder Nennwert doppelt vorhanden ist. Für die erste Anschlusswägung bei bekannter Masse  $m_{1kg}$  ergibt sich in diesem Fall die Gleichung

$$m_{1\rm kg} - m'_{1\rm kg} = x(1), \tag{1}$$

- $m_{1kg}$  Masse des Normals mit dem Nennwert 1 kg (Nr. 1),
- $m'_{1kg}$  Masse des Normals mit dem Nennwert 1 kg (Nr. 2),

*x*(1) Massedifferenz als Ergebnis der ersten Wägung.

Durch weitere Bestimmungen, wie z. B.

$$m_{1\rm kg} - (m_{500\rm g} + m'_{500\rm g}) = x(2),$$
 (2)

$$m_{500g} - m'_{500g} = x(4), \tag{3}$$

lassen sich gleich viele oder mehr Massevergleiche ausführen als Normale unbekannter Masse vorhanden sind. Auf diese Weise kann jede Dekade und schließlich jeder Satz von Massenormalen ausgehend von einem Normal bekannter Masse abgeleitet werden.

Je nach Anforderungen und der gegebenen Stückelung eines Gewichtsatzes können unterschiedliche Wägeschemata angewendet werden. Bild 4 zeigt ein Beispiel für ein Wägeschema mit sieben unbekannten Normalen in einer Stückelung 1, 1, 2, 2, 5, 5, 10 und zehn Wägungen in jeder Dekade, wie es in der PTB verwendet wird. Die erste Zeile veranschaulicht, dass in der ersten Wägung das bekannte 1-kg-Normal (Zeichen "+") mit dem unbekannten 1-kg-Normal (Zeichen "-") verglichen wird. Das Wägeergebnis dieses Vergleichs ist x(1). Aus dem Gleichungssystem mit zehn Gleichungen und sieben Unbekannten lassen sich die gesuchten Massen der einzelnen Normale berechnen. Da es sich hierbei um ein überbestimmtes Gleichungssystem handelt, können die gesuchten Massen mit

Hilfe einer Ausgleichsrechnung nach der Methode der kleinsten Quadrate ermittelt werden. Zusätzlich liefert die Ausgleichsrechnung die Varianz-Kovarianz-Matrix, eine quadratische, symmetrische Matrix, deren Diagonalelemente die Varianzen der beteiligten Massenormale enthalten. Da alle unbekannten Normale von einem bekannten Normal abgeleitet werden, sind ihre Massen korreliert. Die entsprechenden Kovarianzen beinhalten die Nicht-Diagonalelemente der Varianz-Kovarianz-Matrix. Werden bei späteren Kalibrierungen Kombinationen dieser Normale eingesetzt, sind die Kovarianzen in der Unsicherheitsberechnung zu berücksichtigen.

In der nächsten Dekade wird das nunmehr bekannte 100-g-Normal mit den unbekannten Normalen entsprechend dem in der ersten Dekade beschriebenen Wägeschema verglichen. Auf diese Weise werden sukzessive alle folgenden Dekaden, z. B. bis herab zu 1 mg, sowie die Dekaden für größere Nennwerte als 1 kg abgeleitet.

Die Verwendung eines solchen Wägeschemas mit mehr Wägegleichungen als zu kalibrierende Gewichtstücke ermöglicht die Kontrolle über mögliche Wägefehler durch Vergleich der beobachteten und der durch Ausgleichsrechnung berechneten Wägeergebnisse.



Bild 4:

Beispiel für die Ableitung einer Masseskala nach einem Wägeschema mit sieben unbekannten Normalen und zehn Wägungen pro Dekade

#### 4.2 Massekomparatoren

Da Vergleichsmessungen stets mit Normalen gleicher Nennwerte nach dem Substitutionsverfahren ausgeführt werden, geht in das Messergebnis nicht der absolute Wert der Waagenanzeige, sondern nur die Wägedifferenz ein. Für derartige Differenzwägungen werden Massekomparatoren eingesetzt. Diese besitzen im Vergleich zu ihrer Höchstlast nur einen relativ kleinen Wägebereich, der aber sehr hoch und mit nur sehr geringen Linearitätsabeichungen aufgelöst werden kann. So beträgt beispielsweise der (elektrische) Wägebereich der in Bild 3a dargestellten Prototypwaage mit einer Höchstlast von 1 kg lediglich 1,5 g. Dieser Bereich wird jedoch mit 0,1  $\mu$ g, d. h. 1,5  $\cdot$  10<sup>7</sup> Schritten, und einer maximalen Linearitätsabweichung von ± 2 µg aufgelöst. In der Praxis ist man bestrebt, den Einfluss der Linearitätsabweichungen zu minimieren, indem die Wägedifferenzen mit geeigneten Massenormalen (Zulagen) auf höchstens 10 % des Wägebereichs begrenzt werden. Um den Einfluss linearer Driften (z. B. durch Temperaturänderungen) zu unterdrücken, werden wiederholte Vergleiche des Prüflings (P) mit dem Normal (N) in gleichen zeitlichen Abständen ausgeführt, wobei jeder Wägezyklus aus mehreren (meist drei bis sechs) aufeinander folgenden Wägungen in der Reihenfolge N-P-P-N besteht. Vier aufeinander folgende Wägewerte *m*<sub>wi</sub> ergeben jeweils eine gemittelte, driftkorrigierte Wägedifferenz

$$\Delta m_{\rm W} = \frac{-m_{\rm W1} + m_{\rm W2} + m_{\rm W3} - m_{\rm W4}}{2} \,. \tag{4}$$

Für die Weitergabe der Masseneinheit Kilogramm über mehrere Dekaden müssen in der PTB mehrere Massekomparatoren und Waagen eingesetzt werden. Ein charakteristischer Kennwert für Massekomparatoren und Waagen ist die Standardabweichung. Diese sollte für wiederholende Wägezyklen in Abhängigkeit von der geforderten Unsicherheit einen bestimmten Wert nicht überschreiten. Tabelle 1 zeigt eine Auswahl der in der PTB zur Darstellung der Masseskala und für Massebestimmungen höchster Genauigkeit verwendeten Waagen und Massekomparatoren mit ihren wesentlichen Eigenschaften.

#### 4.3 Massenormale

Im deutschen Sprachgebrauch wird meist zwischen Massenormalen und eichfähigen Gewichtstücken unterschieden, wobei das Adjektiv eichfähig i. Allg. fortgelassen wird. Ein Massenormal ist durch seine Masse und deren Unsicherheit gekennzeichnet. Es muss so beschaffen sein, dass innerhalb der Rekalibrierintervalle eine im Verhältnis zur Unsicherheit ausreichende

Bild 5:

Erweiterte Unsicher-

der Masseskala der

heiten (k = 2) der Haupt-

normale zur Darstellung

PTB (Dreiecke: absolute

Werte *U* in mg, Kreise: relative Werte *U/m*)

#### Tabelle 1:

Daten der in der PTB zur Darstellung der Masseskala und für Massebestimmungen höchster Genauigkeit verwendeten Waagen und Massekomparatoren (Auswahl), (*Max*: Höchstlast, *d*: Teilungswert, *s*: Standardabweichung,  $s_{rei}$ : relative Standardabweichung bezogen auf die nutzbare Höchstlast, EMKK: elektromagnetische Kraftkompensation)

Nennwertebereich	Max / d	Wägeprinzip	S	$s_{ m rel}$
1 mg 5 g	5 g / 0,1 μg	elektronische Komparatorwaage mit vollständiger EMKK	0,3 µg	6 · 10 <sup>-8</sup>
10 g 100 g	111 g / 1 µg	Massekomparator mit automatischer Wechseleinrichtung, 4 Positionen	1,2 µg	1,2 · 10 <sup>-8</sup>
100 g 1 kg	1 kg / 0,1 μg	Vakuum-Massekomparatoren mit automatischer Wechseleinrichtung, 6 bzw. 8 Positionen (Prototypwaagen)	0,3 µg	$3 \cdot 10^{-10}$
2 kg 10 kg	10 kg / 10 µg	Massekomparator mit automatischer Wechseleinrichtung, 4 Positionen	20 µg	$2 \cdot 10^{-9}$
20 kg 50 kg	64 kg / 0,1 mg	Massekomparator mit automatischer Wechseleinrichtung, 4 Positionen	0,4 mg	$8 \cdot 10^{-9}$
100 kg 200 kg	200 kg / 20 mg	mechanische, gleicharmige Balkenwaage	0,2 g	$1 \cdot 10^{-6}$
500 kg 5000 kg	5000 kg / 60 mg	mechanische, gleicharmige Balkenwaage mit automatisierter Messwerterfassung	0,6 g	1, <b>2</b> · 10 <sup>-7</sup>

Massestabilität gewährleistet ist. Für (eichfähige) Gewichtstücke gelten internationale Richtlinien und Empfehlungen sowie nationale Vorschriften, die Fehlergrenzen, Werkstoffe, Form, magnetische Eigenschaften, Oberflächenbeschaffenheit usw. festlegen [8, 11–13]. Massenormale sollten zumindest die Anforderungen erfüllen, die bzgl. der Oberflächenbeschaffenheit und der magnetischen Eigenschaften an Gewichtstücke vergleichbarer Unsicherheit gestellt werden.

In der Masseskala der PTB werden Hauptnormale mit Nennwerten im Bereich von 1 mg bis 50 kg eingesetzt. Mit insgesamt einhundert 50-kg-Normalen wird die Masseskala der PTB bis 5 t dargestellt. Bild 5 gibt einen Überblick über die Unsicherheiten der PTB-Hauptnormale. Die angegebenen Unsicherheiten entsprechen den kleinsten Unsicherheiten, mit denen Massenormale in der PTB in Übereinstimmung mit den Angaben in den CMC-Tabellen des BIPM [14] kalibriert werden können. Die Unsicherheitsangaben in den CMC-Tabellen des BIPM wurden im Rahmen von internationalen Ver-



*m/kg* gleichsmessungen (key comparisons) bestätigt und werden gemäß dem Anhang C des gegenseitigen Abkommens (MRA) des Internationalen Komitees für Maße und Gewichte (CIPM) [15] von allen teilnehmenden Instituten gegenseitig

#### 5 Zusammenfassung

anerkannt.

Ausgehend von dem nationalen Kilogrammprototyp werden Teile und Vielfache der Massen-



Referenzlabor für Längenmesstechnik GmbH

Ein Messergebnis ohne die Angabe der Messunsicherheit ist nur eine Vermutung ...

... Wir geben Ihnen die Sicherheit!

Gartenstraße 133 Tel.: +49-(0)7361-3703-0 73430 Aalen Fax: +49-(0)7361-3703-29 www.metrys-aalen.de info@metrys-aalen.de Das Kalibrierlaboratorium der metrys GmbH ist durch den Deutschen Kalibrierdienst (DKD) für folgende Messgrößen nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiert:

- Prismatische Werkstücke nach der Methode "Virtuelles KMG"
- Stufenendmaß Kugelleisten Kugelplatte



einheit Kilogramm als so genannte Masseskala abgeleitet. Die Ableitung erfolgt mit Hilfe von Gewichtsätzen geeigneter Stückelung nach einem Wägeschema. Das Wägeschema ist i. Allg. so angelegt, dass sich ein überbestimmtes System von Wägegleichungen ergibt. Unter Anwendung einer Ausgleichsrechnung werden die Massen der beteiligten Normale sowie deren Varianzen und Kovarianzen berechnet. Die Masseskala wird für die Nennwerte abgeleitet, die regelmäßig und mit besonders hohen Anforderungen benötigt werden. In der PTB ist dies der Bereich von 1 mg bis 5 t, der mit relativen Unsicherheiten (k = 2) von 2,8 · 10-8 (für 1 kg) bis 4 · 10-4 (für 1 mg) dargestellt wird. Die Hauptnormale der PTB bilden die Grundlage für die Weitergabe der Masseneinheit an die Bezugsnormale von Institutionen und Behörden im gesetzlichen Messwesen, Kalibrierlaboratorien im industriellen Messwesen und anderen Einrichtungen in der Forschung, Industrie und Metrologie.

#### Literatur

- Bureau international des poids et mesures (BIPM): Le Système international d'unités (SI) – The International System of Units (SI). 8<sup>th</sup> edition, Paris/Sèvres 2006
- [2] Kochsiek, M.; Schwartz, R.: The Unit of Mass. In: Kochsiek, M.; Gläser M. (eds.): Comprehensive Mass Metrology. Wiley-VCH, Weinheim 2000
- [3] *Girard, G.:* The third periodic verification of national prototypes of the kilogram (1988– 1992). Metrologia **31** (1994), pp. 317–336
- [4] Gläser, M.: 100 Jahre Kilogrammprototyp. PTB-Bericht MA-15, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig 1989
- [5] Schwartz, R.; Borys, M., Scholz, F.: Leitfaden für Massebestimmungen hoher Genauigkeit. PTB-Bericht MA-80, Wirtschaftsverlag NW, Verlag für neue Wissenschaft, Bre-

merhaven 2006; Zugl.: Guide to mass determination with high accuracy. PTB-Bericht **MA-80e**, Wirtschaftsverlag NW, Verlag für neue Wissenschaft, Bremerhaven 2007

- [6] Chung, J. W.; Borys, M.; Firlus, M.; Lee, W. G.; Schwartz, R.: Bilateral comparison of buoyancy artefacts between PTB and KRISS. Measurement 40 (2007), pp. 761–765
- [7] Madec, T.; Meury, P. A.; Sutour, C., Rabault, T.; Zerbib, S.; Gosset, A.: Determination of the density of air: a comparison of the CIPM thermodynamic formula and the gravimetric method. Metrologia 44 (2007), pp. 441–447
- [8] International Recommendation OIML R 111: Weights of classes E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>1-2</sub>, M<sub>2</sub>, M<sub>2-3</sub> and M<sub>3</sub>, Part 1: Metrological and technical requirements. OIML, Paris 2004
- [9] Bich, W.: From the SI mass unit to multiples and submultiples: an overview. Metrologia 40 (2003), pp. 306–311
- Bich, W: Variances, covariances and restraints in mass metrology. Metrologia 27 (1990), pp. 111–116
- EWG-Richtlinie 74/148: Wägestücke von 1 mg bis 50 kg von höheren Genauigkeitsklassen als der mittleren Genauigkeit. Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft L 84/3 vom 28.3.1974
- [12] EWG-Richtlinie 71/317: Blockgewichte der mittleren Fehlergrenzenklasse von 5 bis
   50 kg und zylindrische Gewichtstücke der mittleren Fehlergrenzenklasse von 1 g bis
   10 kg. Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft L 202/14 vom 6.9.1971
- [13] Eichordnung Anlage 8 (EO 8), Gewichtstücke, Teil 1: EWG-Anforderungen, Teil2: Innerstaatliche Anforderungen, Braunschweig 2004
- [14] http://kcdb.bipm.org/appendixC/
- [15] http://www.bipm.org/en/cipm-mra/

## Die Dichte: Von der Vermessung einer Siliziumkugel zum Archimedischen Prinzip

#### Horst Bettin<sup>1</sup>, Michael Borys<sup>2</sup>, R. Arnold Nicolaus<sup>3</sup>

#### 1 Dichte

Die (Massen-) Dichte  $\rho$  eines Körpers ist als Quotient aus seiner Masse *m* und seinem Volumen *V* definiert:  $\rho = m/V$ . Die Einheit der Dichte ist daher kg/m<sup>3</sup>. Während die Form eines Prüflings bei Massebestimmungen durch Wägung eine eher untergeordnete Rolle spielt, gelingt die Volumenbestimmung mit Hilfe geometrischer Messungen nur bei einfach und fast perfekt geformten Körpern (Bild 1). Z. B. kann das Volumen eines Würfels aus der Kantenlänge *a* berechnet werden:  $V = a^3$ . Für die genauesten Volumenbestimmungen haben sich Kugeln bewährt, deren Durchmesser *d* mit Hilfe interferometrischer Methoden gemessen wird:  $V = \pi/6 \cdot d^3$ .

Analog zur Dichte von festen Körpern wird die Dichte von Flüssigkeiten und Gasen definiert, wobei aber die Dichtebestimmung in der Regel indirekt, im Vergleich zu Festkörper-Dichtenormalen, erfolgt.

Eine große wirtschaftliche Bedeutung bekommt die Dichte überall dort, wo sich der Preis einer Ware auf das Volumen bezieht, jedoch die Masse bestimmt wird (oder umgekehrt). Bei strömenden Flüssigkeiten und Gasen erfolgt z. B. die Massenbestimmung über eine Volumenmessung mit Hilfe gleichzeitiger Dichtemessungen. Während hierfür eine relative Unsicherheit von  $1 \cdot 10^{-3}$  bis  $1 \cdot 10^{-4}$  ausreicht, werden in der Ozeanographie, in der die von Dichteunterschieden verursachten Meeresströmungen untersucht werden, relative Unsicherheiten unter  $1 \cdot 10^{-5}$ gefordert (alle Unsicherheiten sind Standardunsicherheiten, d. h. für k = 1). Im Rahmen der aktuellen Klimadiskussion sind solche Messungen besonders interessant. Insbesondere für Modellrechnungen ist außerdem eine exakte Kenntnis der Dichte des Wassers in Abhängigkeit von Temperatur und Druck erforderlich. Wasserdichtetabellen und -formeln erlauben es, Reinst-Wasser als Dichtenormal zu verwenden. Dieses ist einfach herzustellen und garantiert auch ohne Berücksichtigung von gelöster Luft oder der genauen Isotopenzusammensetzung

eine kleine relative Unsicherheit von  $1 \cdot 10^{-5}$ . In ähnlicher Weise wird auch reines Quecksilber als Dichtenormal verwendet, um die Druckmessung auf die Höhenmessung einer Quecksilbersäule zurückzuführen (der Druck *p* einer Flüssigkeitssäule beträgt *p* = *g*  $\rho_{\rm Fl}h$ , wobei *g* die Erdbeschleunigung,  $\rho_{\rm Fl}$  die Flüssigkeitsdichte und *h* die Höhe der Flüssigkeitssäule bedeuten).

Die Dichte von Silizium hat aktuell für die Metrologie eine sehr große Bedeutung erlangt, weil die hohe Perfektion von einkristallinem Silizium es erwarten lässt, die Avogadro-Konstante mit einer relativen Unsicherheit von deutlich weniger als  $1 \cdot 10^{-7}$  zu bestimmen. Damit wäre es möglich, die Masseneinheit Kilogramm als Vielfaches einer atomaren Masse zu definieren (siehe Beitrag "Neudefinition des Kilogramm" in diesem Heft). Im Internationalen Avogadro-Projekt wird die Anzahl der Silizium-Atome in einer 1-kg-Siliziumkugel bestimmt, indem das Volumen der Kugel und der Abstand der Atome im Kristall gemessen werden [1]. Hier ist jedoch eine Volumenmessung mit einer relativen Unsicherheit von 1 · 10<sup>-8</sup> erforderlich, an deren Realisierung zurzeit weltweit geforscht wird. Als "Spin-off" dieser Forschungen bestehen heute die genauesten Dichtenormale aus Silizium-Einkristallen.



Bild 1: Beispiele für primäre Dichtenormale: 1-kg-Silizium-Kugel und Zerodur-Würfel

- <sup>1</sup> Dr. Horst Bettin, Leiter der Arbeitsgruppe "Festkörperdichte" E-Mail: horst.bettin@ptb.de
- <sup>2</sup> Dr. Michael Borys, Leiter der Arbeitsgruppe "Darstellung Masse" E-Mail:
- michael.borys@ptb.de
- <sup>3</sup> Dr. R. Arnold Nicolaus, Leiter der Arbeitsgruppe "Interferometrie an Kugeln" E-Mail: arnold.nicolaus@ptb.de

#### 2 Massebestimmung von Dichtenormalen

Die Masse von Dichtenormalen wird auf die SI-Basiseinheit Kilogramm rückgeführt [2]. In den nationalen Metrologieinstituten werden die Primärnormale der Festkörperdichte entweder direkt an die nationalen Kilogrammprototypen oder an die von diesen abgeleiteten Hauptnormale der Masseskala angeschlossen. Die Massebestimmung erfolgt als Differenzwägung nach dem Substitutionsverfahren, bei dem das Massenormal (A) und das Dichtenormal (B) nacheinander auf derselben Waagschale eines hochauflösenden Massekomparators verglichen werden. Um den Einfluss linearer Driften zu unterdrücken, werden die Vergleiche in Form wiederholter Wägezyklen ausgeführt, wobei jeder einzelne aus mehreren aufeinander folgenden Wägungen in der Reihenfolge A-B-A besteht. Für einen Massevergleich in Luft mit der Dichte  $\rho_{2}$  zwischen einem Massenormal mit der Masse  $m_A$  und dem Volumen  $V_A$  und einem Dichtenormal mit der Masse  $m_{\rm B}$  und dem Volumen  $V_{\rm B}$  sowie für eine (bereits auftriebskorrigierte) Wägedifferenz  $\Delta m'_{W, B-A}$  lässt sich folgende Wägegleichung aufstellen [3]:

$$m_{\rm B} = m_{\rm A} + \rho_{\rm a} \cdot (V_{\rm B} - V_{\rm A}) + \Delta m'_{\rm W, B-A}.$$
 (1)

Die Unsicherheit, mit der die Masse eines Dichtenormales bestimmt werden kann, ist damit abhängig von den Unsicherheitsanteilen der Masse des Massenormales, der Luftdichte, der Volumendifferenz zwischen Masse- und Dichtenormal und des Wägevorganges.

Die für höchste Anforderungen in nationalen Metrologieinstituten als Primärnormale der Festkörperdichte verwendeten Kugeln aus Silizium (Masse 1 kg, Dichte 2329 kg/m<sup>3</sup>) weisen im Vergleich zu Kilogrammprototypen aus Platin-Iridium (Dichte 21 500 kg/m<sup>3</sup>) eine Volumendifferenz von rund 380 cm<sup>3</sup> und damit eine Auftriebsdifferenz  $\rho_{a}(V_{B}-V_{A})$  von nahezu einem halben Gramm auf. Die große Volumendifferenz führt dazu, dass der Beitrag der Luftdichteunsicherheit im Unsicherheitsbudget der Massebestimmung den mit Abstand größten Anteil einnimmt und an die Bestimmung der Luftdichte höchste Anforderungen gestellt werden müssen.

Im Allgemeinen wird die Luftdichte aus den Parametern Druck, Temperatur, Feuchte und CO<sub>2</sub>-Gehalt bestimmt. Die Berechnung der Luftdichte erfolgt nach der vom Comité International des Poids et Mesures (CIPM) empfohlenen Luftdichteformel (auch als CIPM-Gleichung bezeichnet) [4]. Wird die Messung der Luftdichteparameter mit größtem Aufwand ausgeführt, ist mit Hilfe der CIPM-Gleichung eine relative Unsicherheit der Luftdichtebestimmung  $u(\rho_a)/\rho_a$ von etwa 6 · 10<sup>-5</sup> erreichbar. Damit führt allein die Luftdichtebestimmung für den Prototypanschluss einer 1-kg-Siliziumkugel zu einem Unsicherheitsbeitrag von rund 30 µg (relativ 3 · 10<sup>-8</sup>).

Eine noch geringere Messunsicherheit lässt sich durch die Wägung zweier Auftriebskörper erreichen. Die Auftriebskörper sind so konstruiert, dass sie nahezu gleiche Massen  $(m_1, m_2)$  und Oberflächen, aber eine möglichst große Volumendifferenz  $(V_1 - V_2)$  aufweisen. Die Differenz der Massen  $(m_1 - m_2)$  wird durch Wägung im Vakuum, d. h. ohne Luftauftriebskorrektion, und die Volumendifferenz durch hydrostatische Wägung ermittelt (s. Kap. 5). Sind diese Differenzen bekannt, kann die Luftdichte aus der Wägedifferenz der Auftriebskörper in Luft,  $(m_{W1} - m_{W2})$ , mit Hilfe der Gleichung

$$\rho_{\rm a} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_{\rm W1} - m_{\rm W2})}{V_1 - V_2} \tag{2}$$

berechnet werden [3]. Mit dieser Methode sind relative Unsicherheiten  $u(\rho_a)/\rho_a \le 3 \cdot 10^{-5}$  für die Luftdichtebestimmung und  $u(m)/m \le 2 \cdot 10^{-8}$  für die Massebestimmung von 1-kg-Siliziumkugeln erzielt worden [5, 6] (Bild 2).

In Anbetracht des großen Einflusses der Auftriebskorrektion ist es nahe liegend, die Masse von Siliziumkugeln unter Vakuumbedingungen zu bestimmen. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass Masse- und Dichtenormal (Siliziumkugel) bei einem Luft-Vakuum-Transfer Masseänderungen unterliegen, die durch reversible und irreversible Sorptionseffekte hervorgerufen werden. Die Ad- und Desorption von Wasser und Kohlenwasserstoffen an der Oberfläche beider Normale ist u. a. von dem Material, der Rauheit, dem Reinigungszustand und der Luftfeuchtigkeit abhängig. Diese Effekte können durch Wägung zweier Sorptionskörper (gleiches Material und Oberflächeneigenschaften, gleiche Masse, möglichst große Differenz der Oberflächen) in Luft und Vakuum abgeschätzt werden. Auf diese Weise konnte die Masse von Siliziumkugeln im Vakuum (d. h. ohne den in Luft vorhandenen Anteil physisorbierter Wasserschichten) bereits mit relativen Unsicherheiten  $u(m)/m \le 1 \cdot 10^{-8}$  bestimmt werden [6].





Massebestimmung einer 1-kg-Siliziumkugel unter Verwendung von Luftauftriebskörpern zur Bestimmung der Luftdichte (links Hohlzylinder, rechts Spulenkörper).

#### 3 Volumenbestimmung von Silizium-Kugeln

Für die dimensionelle Messung von Maßverkörperungen waren schon zu Beginn des 20. Jahrhunderts interferometrische Verfahren eingesetzt worden, da die kontaktlose Messweise Vorteile gegenüber einigen schwer abschätzbaren Unsicherheitsbeiträgen bei der mechanischen Abtastung aufweist. Generell wird nach Zweistrahlinterferometern (Michelson, Twyman-Green) und Vielstrahlinterferometern (Fizeau, Fabry-Perot) unterschieden - je nach Anzahl der zur Interferenz beitragenden Wellenzüge. Die Interferometer nach Fizeau bieten den Vorteil, durch Austausch der optischen Flächen und Messung mit variierter Position auch absolute Bestimmungen der Formabweichungen vornehmen zu können. Die Interferometrie hat durch die Verfahren der Phasenverschiebungsinterferometrie [7] erheblich an Bedeutung gewonnen, da neben der verfeinerten Signalauflösung durch elektronische Kamerasysteme nun das gesamte Gesichtsfeld mit hoher Ortsauflösung auswertbar ist. Für quaderförmige Objekte erwies sich die Interferometrie als sehr gut geeignet. Neben der eigentlichen Messung der linearen Dimensionen werden Abweichungen in der Topographie ganzer Quaderseiten sichtbar gemacht. Als Maßverkörperungen für Dichtemessungen werden allerdings bevorzugt Kugeln eingesetzt, da das Risiko von Kantenausbrüchen minimiert und somit Form- und Volumenstabilität gewährleistet ist. Für die Volumenmessung wird nun eine Messung des Kugeldurchmessers notwendig. Die erste berührungslose Durchmessermessung geht zurück auf das "ball interferometer" nach J. B. Saunders [8]. Zwei Keilplatten werden mittels präziser Abstandsstücke zu einem FabryPerot-Etalon zusammengefügt. Mit der Kugel im Etalon bilden sich im Laserlicht zwischen Kugeloberfläche und benachbarter Fabry-Perot-Platte Newton'sche Ringe. Der Grundgedanke basiert darauf, zunächst in einer Vormessung den Plattenabstand *D* des Etalons zu bestimmen. Darauf folgend wird die Kugel zwischen den Platten positioniert, und die beiden Luftabstände  $d_1$  und  $d_2$  zwischen Kugel und zugehöriger Etalonplatte werden bestimmt. Der Kugeldurchmesser ergibt sich dann zu  $d = D - d_1 - d_2$ .

Überlegungen, den Kenntnisstand über Formabweichungen der Kugel und ihren Einfluss auf die Volumenbestimmung deutlich zu erhöhen, führten schließlich zu einem konzeptionell neuen Kugelinterferometer [9]. Hier ist das interferometrische Konzept ganz auf das Messobjekt abgestellt: Da es sich um eine Kugel handelt, ist auch das Etalon aus zwei konzentrischen sphärischen Flächen aufgebaut, und als Beleuchtung dient eine ebenfalls konzentrisch justierte reine Kugelwelle (Bild 3). Damit sind die interferierenden Wellen sowohl im Etalon als auch in der Reflexion von der Kugeloberfläche stets Kugelwellen und erlauben so eine Auswertung der Interferenz über die gesamte ausgeleuchtete Fläche. Bei einem Öffnungsverhältnis der Kugelobjektive von 1:1 entspricht dies einem Kegel mit 60° Öffnungswinkel. Für die Interferenzauswertung werden Kameras eingesetzt und es werden Auswertealgorithmen benutzt, wie sie allgemein bei der Auswertung von flächigen Interferenzen verwendet werden. Für eine vollständige Überdeckung muss die Kugel mehrmals neu orientiert werden und kann nach einem solchen Messzyklus durch etwa 200 000 Durchmesser charakterisiert werden. Eine so erhaltene Durchmessertopographie zeigt Bild 4.



Bild 3: Interferometer für Kugeln [9]



Bild 4: Durchmessertopographie einer Präzisionskugel aus Silizium

> Für die Angabe des absoluten Durchmessers einer Kugel sind eine Reihe Korrektionen anzubringen. Trotz des geringen Temperaturausdehnungskoeffizienten von Silizium entspricht einer Temperaturänderung von 4 mK schon eine Durchmesseränderung von 1 nm. Bei jeder einzelnen interferometrischen Messung wird daher die Temperatur der Kugel mit einem speziellen Thermoelement-Messsystem ermittelt. Thermoelemente bieten den Vorteil, Temperaturfühler und Messobjekt nicht durch aufheizende Messströme zu beeinflussen und lösen Temperaturdifferenzen zu einem Temperaturreferenzpunkt im sub-mK-Bereich auf. Zur Ermittlung der absoluten Temperatur dieses Referenzpunktes dienen Platin-Widerstandsthermometer und Wechselstrom-Widerstandsmessbrücken.

> Um den Einfluss der Luftbrechzahl zu vermindern, werden Präzisionsmessungen im Vakuum durchgeführt. Damit wird allerdings der Einsatz der Phasenverschiebungsinterferometrie auf schrittweise Änderungen der Wellenlänge eingeschränkt. Dies erfordert besondere Frequenzmess- und -stabilisierungstechniken für die eingesetzten Laser.

> Aus der Größe der Lichtquelle (hier die Austrittsfläche einer Lichtleiterfaser) resultiert eine Blendenkorrektion, da die Lichtstrahlen, die von einem Punkt außerhalb der optischen Achse starten, einen längeren Weg zurücklegen. Diese Korrektion ist durch die Abmessungen der Lichtquelle gegeben und daher für alle Messungen gleich.

> Die Einflüsse der genannten Parameter führen zu einer relativen Messunsicherheit für das interferometrisch gemessene Volumen von z. Zt.  $3 \cdot 10^{-8}$ .

> Silizium oxidiert sehr schnell an Luft, daher ist die Oberfläche der Siliziumkugel von einer Schicht unterschiedlicher Siliziumoxide bedeckt. Aufgrund der Brechungsindices des Siliziumkerns und der Oberflächenschichten erleidet das auftreffende Licht einen Phasensprung, so dass die Dicke der Oberflächenschicht durch die

optische Messung unterschätzt wird. Zur Berechnung dieses optischen Phasensprunges wird ein Schichtmodell angesetzt, für das, von dem Basismaterial Silizium ausgehend, eine dünne Übergangsschicht SiO und eine Schicht SiO, angenommen wird. Aus Schichtdickenbestimmungen und mit den optischen Eigenschaften der Materialien kann eine Korrektion für die optische Antastung angegeben werden. So beträgt z. B. die Schichtdicke, die bei üblichen Polierprozessen entsteht, etwa 3 nm, während die scheinbare Dicke eines derartigen Schichtsystems bei einer Wellenlänge von 633 nm nur 10 % dieses Wertes erreicht. Untersuchungen der Messunsicherheiten von Schichtdickenbestimmungen haben gezeigt, dass sich Schichten von thermischem Oxid, die in höherer Schichtdicke von etwa 5 nm bis 10 nm erzeugt werden, mit geringerer Messunsicherheit bestimmen lassen, so dass für zukünftige Messungen die Silizium-Kugeln thermisch oxidiert werden. Schichtdickenmessungen können durch ellipsometrische Messungen in größerer Zahl gewonnen werden, so dass eine Siliziumkugel auf ihrer gesamten Oberfläche zufriedenstellend charakterisiert werden kann. Allerdings liefert die Ellipsometrie nur relative Schichtdickenangaben, muss daher mit absoluten Schichtdickenmessungen kombiniert werden, z. B. durch Röntgenreflektometrie-Messungen (XRR).

Die Messunsicherheit für das Gesamtvolumen beträgt z. Zt.  $3 \cdot 10^{-8}$ ; für das Avogadro-Projekt soll jedoch – allerdings für eine spezielle Maßverkörperung – eine Reduzierung auf  $1 \cdot 10^{-8}$  erreicht werden.

#### 4 Bewahrung der Dichteeinheit

Die genaueste Dichtebestimmung mit Hilfe von Masse- und Längenmessungen, also der Primäranschluss an die Masse- und Längeneinheit oder die Darstellung der Dichteeinheit, gelingt heute mit einer relativen Standardunsicherheit von ca. 4 · 10<sup>-8</sup>. Diese geringe Unsicherheit erfordert eine Präzisierung, welchen Teil der Oberfläche man genau dem Dichtenormal, insbesondere der Siliziumkugel, zurechnet. Sinnvoll ist eine Definition, die die Kohlenwasserstoff- und Wasserschichten auf der Oberfläche ausschließt, weil diese Schichten variabel bzw. reversibel sind. Die Kohlenwasserstoffe lassen sich durch sorgfältige Reinigung praktisch vollständig entfernen und die Wasserhaut auf Silizium hängt von der Luftfeuchte ab. Somit sollte nur der irreversible Wasseranteil, der in der Oxidschicht des Siliziums enthalten ist und auch im Vakuum nicht abdampft, dem Dichtenormal zugerechnet werden. Diese Definition erfordert Korrektionen bei allen Messungen, in denen variable bzw. reversible Oberflächenschichten eine Rolle spielen.

Es gibt zwei unterschiedliche Methoden, den primären Anschluss eines Dichtenormals zu überprüfen. Einmal kann die Dichte ein- und derselben Kugel in unterschiedlichen Apparaturen über Masse und Durchmesser bestimmt werden. Ein solcher Vergleich wurde 1996 mit vier Siliziumkugeln durchgeführt [10] und wird zurzeit mit einer neuen Kugel wiederholt. Andererseits kann die Kugel mit Hilfe von Dichtemessmethoden mit anderen - primär angeschlossenen - Dichtenormalen verglichen werden. Dies wurde in mehreren Schlüsselvergleichen und bilateralen Vergleichen durchgeführt. Diese internationalen Vergleiche stellen inzwischen die Konsistenz aller primären Normale auf besser als  $1 \cdot 10^{-6}$  in der Dichte sicher.

Das größte Problem für die Bewahrung der Dichteeinheit ist der Nachweis der Langzeitstabilität der Dichtenormale zwischen den - sehr seltenen - Kalibrierungen. Silizium-Einkristalle bieten hierfür eigentlich beste Voraussetzungen, weil Strukturänderungen wie in glasartigen Festkörpern wegen der festen Kristallstruktur ausgeschlossen werden können. Außerdem schützt die Oxidschicht aus Quarzglas das Silizium vor Umwelteinflüssen und den meisten Chemikalien. Laugen aber können Silizium angreifen und damit zu einer Massenverringerung führen. Außerdem kann bei unsachgemäßer Verwendung mechanisch von der Oberfläche Material entfernt werden, z. B. durch Kratzer. Auch während der Reinigung im Ultraschallbad kann durch Kavitationseffekte Material abgetragen werden. Solche Änderungen können mit Hilfe von hochauflösenden Massekomparatoren [2] durch Vergleichswägungen vor und nach der Behandlung nachgewiesen werden.

Außerdem muss mit einer langsam fortschreitenden Oxidation der Kugeloberfläche gerechnet werden, weil die Oxidschicht nur wenige Nanometer dick ist. Hierdurch verändert sich die Dichte der Kugel kaum, da die Oxidschicht ungefähr die gleiche Dichte hat wie das Silizium (Oxid: 2230 kg/m<sup>3</sup>, Silizium: 2329 kg/m<sup>3</sup>). Mit Hilfe von ellipsometrischen oder röntgen-interferometrischen Messungen könnte das Wachstum der Oxidschicht nachgewiesen werden. Außer in den ersten Tagen nach dem Abätzen einer Oxidschicht wurde bisher noch keine weitere Änderung der Dicke beobachtet.

Schließlich bleibt noch die Möglichkeit, dass Stoffe ins Innere des Kristalls gelangen; z. B. können Kupferatome selbst bei Zimmertemperatur in einen Siliziumkristall hinein diffundieren. Allerdings ist die Löslichkeit von Kupfer in Silizium so gering, dass keine messbare Änderung der Masse möglich ist. Ähnliches gilt für Wasserstoff, der hinein – oder falls der Kristall mit Wasserstoff übersättigt ist – auch heraus diffundieren kann.



Bild 5:

Kalibrierungen der Kugel Si1PTB in der PTB zusammen mit Ergebnissen aus den italienischen und japanischen Metrologieinstituten IMGC (heute: INRIM) und NRLM (heute: NMIJ) [11].

Die genauesten Untersuchungen zur Langzeitstabilität von Dichtenormalen wurden mit Flotationsmessungen (s. Kap. 5) durchgeführt. Die Silizium-Dichtenormale der PTB wurden im Laufe von 12 Jahren mehrmals miteinander verglichen. Obwohl die Kugeln unterschiedlichen Verwendungen und Prozeduren unterworfen waren, änderten sich die Kugeln relativ zu einander weniger als  $1 \cdot 10^{-8}$  pro Jahr in der Dichte. Absolute Dichtemessungen liegen ebenfalls aus mehr als 12 Jahren vor, siehe Bild 5 [11]. Da aber die Unsicherheiten früher noch vergleichsweise groß waren, kann nur abgeschätzt werden, dass die Dichteänderungen kleiner als 2 · 10-8 pro Jahr sind. Ähnlich ist die Situation bei den Massebestimmungen der Dichtenormale: Erst in den letzten Jahren konnte die Unsicherheit soweit reduziert werden, dass gute Abschätzungen der Drift gemacht werden können, wenn die Messungen in einigen Jahren wiederholt werden. Hierbei ist auch zu bedenken, dass genau genommen nur der Unterschied zur (unbekannten) Drift des internationalen Kilogrammprototyps (IKP) (des sogenannten "Urkilogramms") bestimmt werden kann. Massevergleiche von etwa 40 nationalen Kilogrammprototypen und den offiziellen Kopien (témoins) mit dem IKP haben eine signifikante Drift um etwa 50 µg in 100 Jahren (also relativ 5 · 10<sup>-10</sup> pro Jahr) gezeigt und lassen vermuten, dass das IKP gegenüber einer Naturkonstanten wie zum Beispiel einer Atommasse möglicherweise eine Massedrift aufweist.

#### 5 Weitergabe der Dichteeinheit

Da der Primäranschluss sehr aufwändig und nur für fast perfekt geformte Körper möglich ist, werden Vergleichsmethoden benutzt, um die Dichte



Bild 6: Hierarchie zur Darstellung und Weitergabe der Dichteeinheit.

anderer Festkörper und auch von Flüssigkeiten und Gasen zu bestimmen [12] (Bild 6). Die meisten Methoden verwenden das Archimedische Prinzip, nach dem ein Körper in einer Flüssigkeit scheinbar so viel an Gewicht verliert, wie die verdrängte Flüssigkeit wiegt. So wird mit der hydrostatischen Waage das scheinbare Gewicht eines Körpers (im Vergleich zu kalibrierten Gewichtstücken) gemessen. Hieraus errechnet man - bei bekannter Masse - den scheinbaren Gewichtsverlust oder den Auftrieb  $\rho_{\rm Fl} V g$  und bei bekanntem Volumen V des Körpers die Dichte  $\rho_{\rm FI}$  der Flüssigkeit. Umgekehrt kann bei bekannter Flüssigkeitsdichte dann das Volumen einer Festkörperprobe bestimmt werden. Auf diese Weise wird z. B. das Volumen von anderen, sekundären Dichtenormalen, von Gewichtstücken oder Artefakten zur Messung der Luftdichte bestimmt. Falls Probe und Normal in Masse und Volumen sehr ähnlich sind, wird die höchste Genauigkeit erreicht, wenn die scheinbaren Gewichte von Probe und Normal sowohl in der Flüssigkeit als auch in Luft verglichen und nur die (kleinen) Differenzen gemessen werden. Auf diese Weise können die Volumina (und Dichten) mit einer relativen Unsicherheit unter  $5 \cdot 10^{-8}$  verglichen werden [13].

Die hydrostatische Wägung wird auch zur Kalibrierung von Aräometern nach der sogenannten Cuckow-Methode verwendet, indem das Aräometer gewogen wird, während es bis zu dem Skalenstrich, der überprüft werden soll, in eine Flüssigkeit bekannter Dichte (und Oberflächenspannung) eintaucht [12]. Aräometer sind ein preiswertes und zuverlässiges Hilfsmittel, PTB-Mitteilungen 118 (2008), Heft 2

Rel. Uns. um bei Flüssigkeiten die Dichte oder indirekt -

< 1·10<sup>a</sup> bei bekannter Dichteabhängigkeit – die Konzentration von gelösten Stoffen zu bestimmen. Im gesetzlichen Messwesen werden sie verwendet, um den Alkoholgehalt zu messen. Heutzutage werden für Flüssigkeiten häufiger Dichtemess-

- 1·10<sup>-7</sup> geräte nach dem Schwingerprinzip verwendet, weil sie nur eine sehr geringe Flüssigkeitsmenge benötigen, automatisierbar sind und in verfahrenstechnische Prozesse eingebunden werden können. In diesen Geräten wird die Frequenz
- 1·10<sup>e</sup> einer schwingungsfähigen Anordnung gemessen, die mit der Flüssigkeit gefüllt oder von ihr umgeben ist. Allerdings müssen diese Geräte in regelmäßigen Abständen mit Flüssigkeiten bekannter Dichte kalibriert werden. Außerdem
   1·10<sup>-5</sup> wird die Messung durch die Viskosität der Flüssigkeiten bekannter Dichte kalibriert werden.

wird die Messung durch die Viskosität der Flüssigkeit beeinflusst, weil die Art und Weise wie die Flüssigkeit mitschwingt nicht nur von ihrer Dichte sondern auch von der Viskosität abhängt.

In Flotationsmethoden wird der Spezialfall des Archimedischen Prinzip verwendet, in dem das Gewicht durch den Auftrieb in der Flüssigkeit vollkommen kompensiert wird. Der exakte Abgleich der Dichten kann z. B. durch eine Druckänderung in der Flüssigkeit realisiert werden ("Druckflotation", Bild 7). Aus der Differenz der Drücke, bei denen zwei Proben schweben, kann dann mit Hilfe der Kompressibilität der Flüssigkeit die Dichtedifferenz der Proben berechnet werden. Da hier insbesondere der Draht entfällt, der bei der hydrostatischen Methode zur Waage führt, kann eine viel höhere Präzision erreicht werden. Auf diese Weise können Siliziumproben mit relativen Unsicherheiten von 2 · 10-8 verglichen werden. Auch kleine Proben können mit dieser Methode mit sehr hoher Genauigkeit gemessen werden. Dies wird im Avogadro-Projekt ausgenutzt, um Dichteunterschiede im Silizium-Kristall zu detektieren und nach Kristallfehlern zu suchen [14].

In der Methode der magnetischen Flotation wird ein Permanentmagnet, der an der Probe und an einem Auftriebskörper hängt, verwendet, um die Probe im Schwebezustand zu halten. Mit dieser Methode wird zurzeit die Wasserdichte neu bestimmt [15]. Sie ist aber auch für einen Dichtevergleich von Festkörpern verwendbar. Der Hauptvorteil ist hier wieder, dass kein Draht durch die Flüssigkeitsoberfläche zur Waage geht.

Für Gase hat sich eine andere Apparatur bewährt, die ebenfalls ein abgeschlossenes Messgefäß zulässt: Mit Hilfe einer magnetischen Kopplung wird das Dichtenormal im Messgefäß durch die Gefäßwand mit einer Waage verbunden [16]. Diese "Durchwägeeinrichtung" ist besonders geeignet, um die Zustandsgleichungen von Erdgasen über einen großen Temperaturund Druckbereich zu bestimmen.



#### Bild 7:

Zwei 30 mm Siliziumkugeln im Messgefäß der Druckflotationsapparatur.

#### 6 Ausblick

In den letzten hundert Jahren hat sich die Genauigkeit der Darstellung der Dichteeinheit fast um einen Faktor hundert verbessert: Anfang des 20. Jahrhunderts wurde eine Unsicherheit von ungefähr 2  $\cdot$  10  $^{\rm 6}$  erreicht, als überprüft wurde, ob die Masse des Kilogrammprototpyen mit der früheren Definition als Masse von 1 dm<sup>3</sup> Wasser bei 4 °C übereinstimmt. Heute haben die genauesten primären Dichtenormale eine Unsicherheit von ca. 4 · 10<sup>-8</sup>, wobei für die nächsten Jahre eine Verbesserung auf 1 · 10<sup>-8</sup> im Rahmen des Avogadroprojekts angestrebt wird. Aber die Entwicklung kann noch weiter gehen: In der "Roadmap" für das Kilogramm im Europäischen Metrologie-Forschungsprogramm (European Metrology Research Programme EMRP) ist bis 2020 eine Verringerung der Unsicherheit der Avogadro-Konstante auf 1 · 10<sup>-9</sup> geplant, was - bei unveränderter Methode - eine ähnliche Unsicherheit für die Dichte bedeuten würde.

Entsprechend wurden auch die Messmethoden verbessert, mit denen die Dichteeinheit überwacht und weitergegeben wird. Insbesondere Flotationsmethoden haben das Potenzial, relative Messunsicherheiten unter  $1 \cdot 10^{-8}$ zu erreichen. Damit eröffnen sich auch neue Anwendungsgebiete. So konnte mit Hilfe der Druckflotation schon die Dichte einer 0,1 µm dicken Oxidschicht auf einer Siliziumkugel mit einer Unsicherheit unter 1 % gemessen werden. Wenn außerdem die Masse und die Fläche der Schicht bekannt sind, kann die mittlere Dicke der Schicht angegeben werden.

Insgesamt wird damit die Dichtemessung auch in Zukunft den ständig steigenden Anforderungen aus Wirtschaft und Wissenschaft gerecht werden können.

#### Literatur

- Becker, P. et al.: Large-scale production of highly enriched <sup>28</sup>Si for the precise determination of the Avogadro constant. Meas. Sci. Technol. 17 (2006), 1854–1860
- [2] Borys, M.; Scholz, F.; Firlus, M.: Darstellung der Masseskala. PTB-Mitteilungen 118 (2008), 71–76
- [3] Schwartz, R.; Borys, M.; Scholz, F.: Leitfaden für Massebestimmungen hoher Genauigkeit. PTB-Bericht PTB-MA-80, Oktober 2006
- Picard, A.; Davis, R. S.; Gläser, M.; Fujii, K.: Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007). Metrologia 45 (2008), 149–155
- [5] Borys, M.; Gläser, M.; Mecke, M.: Mass determination of silicon spheres used for the Avogadro project. Measurement 40 (2007), 766–771
- [6] *Picard, A.:* Mass determinations of a 1 kg silicon sphere for the Avogadro project. Metrologia 43 (2006), 46–52
- [7] Creath, K.: Phase-measurement interferometry techniques. Progress in optics XXVI, E. Wolf (Ed.) (1988), 349–393
- [8] Saunders, J. B. sr.: Ball and Cylinder Interferometer. Journal of Research of the NBS (J. Res. Nat. Bur. Stand.) 76C (1972), 11–12
- [9] Nicolaus, R. A.; Bönsch, G.: A Novel Interferometer for Dimensional Measurement of a Silicon Sphere. IEEE Trans. Instrum. Meas. 46 (1997), 563–565
- Bettin, H.; Gläser, M.; Spieweck, F.; Toth, H.; Sacconi, A.; Peuto, A.; Fujii, K.; Tanaka, M.; Nezu, Y.: International Intercomparison of Silicon Density Standards. IEEE Trans. Instrum. Meas. 46 (1997), 556–559
- [11] Bettin, H.; Toth, H.: Solid density determination by the pressure-of-flotation method. Meas. Sci. Technol. 17 (2006), 2567–2573
- Spieweck, F.; Bettin, H.: Methoden zur Bestimmung der Dichte von Festkörpern und Flüssigkeiten.
   PTB-Bericht PTB-W46, 2. Nachdruck Februar 1998
- [13] Fujii, K.: Precision density measurements of solid materials by hydrostatic weighing. Meas. Sci. Technol. 17 (2006), 2551–2559
- [14] Becker, P.; Bettin, H.; Kuetgens, U.; Hallmann-Seiffert, B.; Riemann, H.: Silicon for primary metrology: the effect of hydrogen on its perfection. J. Phys. D: Appl. Phys. 38 (2005), 4109–4114
- [15] Wolf, H.; Bettin, H.; Gluschko, A.: Water density measurement by a magnetic flotation apparatus. Meas. Sci. Technol. 17 (2006), 2581–2587
- [16] Wagner, W.; Kleinrahm, R.: Densimeters for very accurate density measurements of fluids over large ranges of temperature, pressure, and density. Metrologia 41 (2004), S24–S39

## Massebestimmungen und Wägetechnik im gesetzlich geregelten Bereich

## Roman Schwartz<sup>1</sup>, Panagiotis Zervos<sup>2</sup>, Oliver Mack<sup>3</sup>, Karsten Schulz<sup>4</sup>

#### 1 Einleitung

Der nationale und internationale Handel, der geschäftliche Verkehr und industrielle Prozesse sind heutzutage ohne Massebestimmungen und Wägetechnik undenkbar. Die Wägetechnik beschränkt sich dabei nicht mehr nur auf einfache Wägungen mit Einzelgeräten; heutzutage steuern intelligente und vernetzte Wägesysteme viele Prozess- und Verfahrensabläufe in Handel und Industrie, wo das Gewicht bzw. die Masse häufig als Führungsgröße benötigt wird. Beispiele hierfür sind die Zählung von kleinen Bauteilen auf der Grundlage ihrer Masse, die Bestimmung der Länge von Pressteilen basierend auf Durchmesser und Masse und die Dosierung von Schüttgutmischungen und flüssigen Produkten durch kontinuierliche und diskontinuierliche Wägung.

Waagen werden in nichtselbsttätige und selbsttätige Waagen eingeteilt. Während bei nichtselbsttätigen Waagen das Eingreifen einer Bedienperson während der Wägung erforderlich ist, folgen selbsttätige Waagen einem vorgegebenen Programm charakteristischer, automatischer Abläufe. Manchmal ist es nicht leicht, die genaue Grenze zwischen einer nichtselbsttätigen und einer selbsttätigen Waage zu finden. Nichtselbsttätige Waagen weisen heutzutage sehr kurze Wägezyklen und quasi selbsttätige Wägefunktionen auf, so dass das Eingreifen einer Person während der Wägung auf ein Mindestmaß reduziert ist. In Zweifelsfällen gilt die international festgelegte Definition nach [1]. Eins ist aber allen Waagen gemein: Sie bestimmen die Masse aufgrund der Kraftwirkung, die das Wägegut im Schwerefeld der Erde auf seine Unterlage ausübt.

Die Wägetechnik hat sich entsprechend dem allgemeinen technischen Fortschritt in den letzten 30 Jahren radikal weiterentwickelt; moderne Waagen haben mit der traditionellen, mechanischen Balkenwaage fast nichts mehr gemeinsam. Etwa seit 1980 haben elektronische Waagen, deren "Herz" die sogenannte Wägezelle bildet, mechanische Waagen fast vollständig ersetzt. Mit der rasant fortschreitenden Mikroprozessortechnologie wurden bestehende Waagenfunktionen stark erweitert und konnten neue realisiert werden, was aufgrund deutlich kürzerer Messzeiten und wesentlich verbesserter Störgrößenkompensation zu einer enormen Steigerung der Funktionssicherheit und Bedienerfreundlichkeit bei gleichzeitiger Kostenreduktion führte. So erweiterten die Ein- und Ausgabe von Wägedaten über digitale Schnittstellen die Anwendungsgebiete von Waagen erheblich. Fast gleichzeitig setzten sich vor allem bei industriellen Anwendungen modular aufgebaute Wägesysteme durch, bei denen verschiedene Lastaufnehmer und Zusatzgeräte mit einem einzigen Auswertegerät betrieben werden können. Natürlich sind die meisten Waagen modernster Bauart inzwischen auch internetfähig.

Waagen ermöglichen Massebestimmungen in einem sehr großen Anwendungsbereich, der sich von etwa 0,1 µg bis nahezu 1000 t, also über fast sechzehn Größenordnungen, erstreckt. Für bestimmte Anwendungsfälle, insbesondere bei Wägungen für geschäftliche und amtliche Zwecke, müssen geeichte Waagen mit Bauartzulassung bzw. Baumusterprüfbescheinigung – z.B. durch die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) - verwendet werden. Hierbei müssen nichtselbsttätige und selbsttätige Waagen europäischen und internationalen Vorschriften, Normen, Empfehlungen und Leitlinien genügen, wodurch sichergestellt wird, dass "Waagen im gesetzlich geregelten Bereich" innerhalb bestimmter Fehlergrenzen immer richtig und zuverlässig arbeiten.

Im Folgenden werden die wichtigsten Wägezellenprinzipien und Bauarten von nichtselbsttätigen und selbsttätigen Waagen vorgestellt, wie sie insbesondere im gesetzlich geregelten Bereich eingesetzt werden.

#### 2 Wägezellen

Herzstück einer jeden elektronischen Waage ist – wie schon erwähnt – die Wägezelle. Vom physikalischen Prinzip her gesehen unterscheiden sich Wägezellen nicht von Kraftaufnehmern [2–4]. Allerdings unterscheiden sich die Anwendungsgebiete, die technischen Anforderungen und nicht zuletzt auch die anwendbaren Vorschriften teilweise erheblich voneinander, so dass sich in der Wägetechnik die eigene Bezeichnung "Wägezelle" durchgesetzt hat. In eichfähigen Waagen werden meist nach der internationalen Empfehlung OIML R60 [5] oder dem WELMEC-

Leiter der Abteilung "Mechanik und Akustik". Fmail roman.schwartz@ ptb.de Dr. Panagiotis Zervos, Leiter des Fachbereichs "Masse' Email: panagiotis.zervos @ptb.de Oliver Mack, Mitarbeiter der Arbeitsgruppe "Waagen' Email: oliver.mack@ptb.de

Dr. Roman Schwartz,

Karsten Schulz, Leiter der Arbeitsgruppe "Dynamisches Wägen" Email: karsten.schulz@ptb.de Leitfaden 2.4 [6] geprüfte und zertifizierte Wägezellen eingesetzt. Diese erfüllen je nach Genauigkeitsklasse bestimmte Anforderungen bezüglich der Empfindlichkeit, der Linearität und Reproduzierbarkeit, des Kriech- und Hystereseverhaltens und der Nullpunktstabilität in einem festgelegten Temperaturbereich (meist – 10 °C bis + 40 °C) sowie des Feuchte- und Luftdruckverhaltens. Die Kenngrößen für Wägezellen sind sowohl in OIML R60 als auch in der Richtlinie VDI/VDE 2637 definiert [7]. Die Prüfung von Wägezellen nach OIML R60 ist nicht trivial; sie erfordert neben einer Belastungseinrichtung mit ausreichend hoher Nennlast und ausreichend geringer, relativer Messunsicherheit (in der Regel  $\leq 1 \cdot 10^{-5}$ ) eine geeignete Temperierkammer, die in die Belastungseinrichtung eingebaut werden kann. Bild 1 zeigt eine solche Temperierkammer, die für Prüfungen von Wägezellen bis 200 t Höchstlast in die 2-MN-Kraft-Normalmesseinrichtung (K-NME) der PTB eingebaut werden kann [8].



#### Bild 1:

In die 2-MN-K-NME der PTB eingebaute Temperierkammer (s. Bildmitte, mit Sichtfenster) für die Prüfung von Wägezellen bis 200 t Höchstlast nach OIML R60 (Temperaturbereich: – 20 °C bis + 55 °C).

Die meisten im Handel und in der Industrie eingesetzten Waagen arbeiten mit Dehnungsmessstreifen-(DMS-)Wägezellen. Hier werden die DMS auf einen geeignet geformten Metallkörper, der als Federkörper bezeichnet wird, appliziert. Die Gewichtskraft bewirkt eine elastische Verformung des Federkörpers, die von den DMS erfasst und in eine elektrische Widerstandsänderung umgesetzt wird. Diese wiederum kann leicht in ein der Gewichtskraft proportionales, elektrisches Signal umgeformt werden [2,9–11]. Genauere Waagen mit relativen Auflösungen kleiner  $1 \cdot 10^{-5}$  nutzen dagegen meist das Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation (EMK). Hier bewirkt die Gewichtskraft eine proportionale Änderung eines Spulenstroms [2, 11]. Im Folgenden werden beide Prinzipien näher erläutert.

#### 2.1 Waagen mit DMS-Wägezellen

Den prinzipiellen Aufbau einer Waage mit einer DMS-Wägezelle zeigt Bild 2 [11].



Bild 2:

Prinzipieller Aufbau einer Waage mit einem Doppelbiegebalken als DMS-Wägezelle und der Auswerteelektronik [11] (*Erläuterungen im Text*).

Der Federkörper der Wägezelle besteht aus einem Parallel-Lenkersystem und wird als Doppelbiegebalken bezeichnet, der sich unter der aufgelegten Last geringfügig durchbiegt. Die Gegenkraft zur aufgelegten Last wird durch die elastische Deformation des Federkörpers (1) aufgebracht, der 4 Dünnstellen (= Biegelager) enthält, an denen 4 DMS (2-5) appliziert sind. Zwei DMS (2, 3) werden gestaucht (Widerstandserniedrigung) und zwei (4, 5) gestreckt (Widerstandserhöhung). Die gesamte, lastabhängige Widerstandsänderung wird in einer Wheatstone'schen Brückenschaltung als Spannungssignal detektiert und elektronisch weiterverarbeitet. Mit digitaler Messwertverarbeitung erreichen DMS-Waagen heutzutage Auflösungen bis zu etwa 105 Teilungswerten. Je nach Bauform der DMS-Wägezelle und Anwendungsbereich der Waage gibt es eine Vielzahl von möglichen Waagenkonstruktionen; weitere Beispiele würden jedoch den Rahmen dieses Beitrags sprengen, so dass auf weiterführende Literatur verwiesen wird [12-15].

DMS-Wägezellen benötigen ein sehr geringes Einbauvolumen; auf Hebelwerke kann in der Regel verzichtet werden. Dies ist besonders vorteilhaft für den Bau von Kranwaagen, Hängebahnwaagen, großen Behälterwaagen und Straßenfahrzeugwaagen. Hermetisch metallisch gekapselte oder anders geschützte DMS-Wägezellen sind auch bei hoher Luftfeuchte langzeitstabil. Bild 3 zeigt typische, handelsübliche DMS-Wägezellen: Bild 3a) zeigt eine Doppelbiegebalken-Wägezelle mit einem Metall-Faltenbalg zur hermetischen Kapselung, während in Bild 3b) eine Scherbiegebalken-Wägezelle dargestellt ist, deren DMS durch eingegossene Metallabdekungen bzw. eingeschweißte Kappen vor Umwelteinflüssen geschützt sind [15].

Bild 3:

Beispiele typischer, handelsüblicher DMS-Wägezellen (Werkfotos Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM)).

- a) Doppelbiegebalken-Wägezelle mit einem Metall-Faltenbalg zur hermetischen Kapselung
- b) Scherbiegebalken-Wägezelle mit eingegossenen Metallabdeckungen bzw. eingeschweißten Kappen zum Schutz der DMS vor Umwelteinflüssen.



Verschmutzungen sind relativ unkritisch, abgesehen von agressiven Medien oder mechanischen Klemmungen der Waagenbrücke. Der für den Wägebereich der Waage ausgenutzte Messbereich (Anwendungsbereich) einer DMS-Wägezelle darf in der Regel bis auf 30 %, in einigen Fällen sogar bis auf 15 % der Nennlast der Wägezelle reduziert werden, ohne dass die gegebene Anzahl der Teilungswerte  $n_{\rm LC}$  vermindert werden muss. Auf diese Weise wird ein hoher Schutz gegen mechanische Überlastung erreicht. DMS-Wägezellen sind in der Regel so ausgelegt, dass sie bis mindestens 150 % ihrer Nennlast  $E_{\rm max}$ belastet werden können.

Die gegenwärtige Entwicklung bei DMS-Wägezellen ist von der Verbesserung der messtechnischen Eigenschaften bei gleichzeitiger Senkung der Herstellungskosten geprägt. Die Nennlasten handelsüblicher DMS-Wägezellen reichen von ca. 5 kg bis etwa 500 t; berücksichtigt man Sonderfälle, so erweitert sich dieser Bereich sogar auf ca. 0,2 kg bis über 1000 t. Stand der Technik für Standardanwendungen sind DMS-Wägezellen der Klasse C mit  $n_{\rm LC}$  = 3000; für höhere Genauigkeitsanforderungen stehen DMS-Wägezellen



Bild 4: Funktionsprinzip einer Waage mit EMK-Wägezelle [11] (*Erläuterungen im Text*).

bis zu  $n_{\rm LC}$  = 6000 zur Verfügung. Einige wenige DMS-Wägezellen-Typen erfüllen auch die Anforderungen für  $n_{\rm LC}$  = 7500, wobei die Wägezellen im gesamten Temperaturbereich von – 10 °C bis + 40 °C die Fehlergrenzen nach OIML-R60 einhalten. Aus Kostengründen werden für Ladentischwaagen meist DMS-Wägezellen aus legiertem Aluminium oder rostfreiem Stahl mit integrierten Führungen (Plattform-Wägezellen oder Single-Point-Wägezellen) hergestellt, die ohne große Messabweichungen Torsionsmomente aufnehmen können, so dass auf weitere Lenker oder Führungen in der Waage verzichtet werden kann [15].

#### 2.2 Waagen mit EMK-Wägezellen

Bei Waagen mit elektromagnetisch-kraftkompensierten (EMK-) Wägezellen werden Änderungen der Gewichtskraft in proportionale Stromänderungen umgewandelt. Die prinzipielle Funktionsweise einer Waage mit EMK-Wägezelle ist in Bild 4 dargestellt [11].

Der Lastaufnehmer (1) ist durch ein Parallel-Lenkerpaar (2, 3), das über zwei robuste Federgelenke (4, 5) gelagert ist, mit der am Hebel befestigten Spule (6) verbunden. Die von der Masse des Wägegutes ausgeübte Gewichtskraft wird durch die elektromagnetische Kraft der stromdurchflossenen Spule (6) kompensiert, die sich im Spalt eines Permanentmagneten (7) befindet. Mit Hilfe eines optischen Positionsdetektors am Ende des Hebels wird der Spulenstrom in einem Regelkreis so geregelt, dass der Hebel unabhängig von der Belastung immer dieselbe Position einnimmt. In den Regelkreis ist ein Präzisionswiderstand (8) integriert, an dem das lastproportionale Signal abgegriffen, über einen A/D-Wandler (9) und Mikroprozessoer (10) weiterverarbeitet und schließlich zur Anzeige (11) gebracht wird.

Moderne Laborwaagen mit EMK-Wägezellen erreichen heutzutage im Höchstlastbereich von etwa 100 g bis 10 kg relative Messunsicherheiten von etwa 1 · 10-7 bei direkter Ablesung der Masse des Wägegutes. So genannte Komparatorwaagen (oder auch Massekomparatoren), mit denen Substitutionswägungen, also Massevergleiche eines Prüflings gegen ein Referenznormal, durchgeführt werden, erreichen sogar relative Messunsicherheiten von 1 · 10<sup>-8</sup> und darunter. Für eichfähige Waagen der höchsten Genauigkeitsklasse (Klasse I), sogenannte Feinwaagen, kommen ausschließlich EMK-Wägezellen in Frage. Auch für eichfähige Präzisionswaagen (Klasse II) werden fast ausschließlich EMK-Wägezellen eingesetzt. Es gibt weit über 100 verschiedene, kommerzielle, eichfähige EMK-Wägezellentypen [15]; die Tendenz geht zu monolithischen, d.h. aus einem Stück hergestellten, EMK-Wägezellen, wie Bild 5 am Beispiel einer Monolith-EMK-Wägezelle mit Winkelhebelsystem zeigt.



Bild 5: Ansicht einer Monolith-EMK-Wägezelle mit Winkelhebelsystem (*Werkfoto Sartorius AG*).

EMK-Wägezellen mit extrem hohen Auflösungen sind nur unter stabilen Umgebungsbedingungen sinnvoll einsetzbar; so ist z. B. für Massekomparatoren ein klimatisierter Messraum mit einer Temperaturstabilität von mindestens  $\pm$  0,2 K erforderlich und es sind neben der Temperatur einige weitere Einflussgrößen zu berücksichtigen, wie z.B. Luftauftrieb, magnetische und elektrostatische Einflüsse, Konvektion [13, 16]. Eichfähige Feinwaagen müssen die messtechnischen Anforderungen in einem Temperaturbereich von mindestens  $\pm$  2,5 K erfüllen, während für Präzisionswaagen ein Mindestbereich von  $\pm$  7,5 K vorgeschrieben ist [1, 17–19].

Um relative Messunsicherheiten  $\leq 1 \cdot 10^{-5}$  zu erzielen, müssen mit EMK-Wägezellen ausgerüstete Fein- und Präzisionswaagen regelmäßig entweder mit einem fest eingebauten (internen) Justiergewicht oder mit einem externen Massenormal justiert werden. EMK-Wägezellen werden aber auch für Industrie- und Handelswaagen (Klasse III) mit Höchstlasten bis zu maximal 10 t eingesetzt. Ab Höchstlasten von etwa 10 kg bis maximal etwa 50 kg ist eine Direktbelastung nicht mehr möglich und es müssen hybride Konstruktionen mit Hebelwerk gewählt werden, die die relativen Messunsicherheiten auf etwas weniger als 1 · 10<sup>-4</sup> begrenzen [2, 15]. Die obere Grenze von etwa 10 t hat ihre praktischen Gründe darin, dass bei höheren Belastungen die Einsatzbedingungen meist nicht mehr stabil genug sind und auch keine genügend genauen Massenormale zur Justierung mehr zur Verfügung stehen. Besonders geeignet sind EMK-Wägezellen auch für den Einsatz in selbsttätigen Waagen mit dynamischer Wägung, wie z.B. selbsttätigen Kontrollwaagen. Hier haben sich für den Wägebereich von etwa 10 g bis 5 kg insbesondere Monolith-Bauarten mit integriertem Lenk- und

Hebelsystem sowie Überlastfedern mit Auflösungen bis zu 10<sup>5</sup> Teilungswerten bewährt. Auch für sogenannte Mehrteilungswaagen [1, 19] sind EMK-Wägezellen gut geeignet.

#### 3 Nichtselbsttätige Waagen

Nichtselbsttätige Waagen (NSW) sind wegen ihrer großen Bedeutung im geschäftlichen Verkehr und Handel meist eichpflichtig, unterliegen also strengen gesetzlichen Regelungen. Beispielsweise gilt für NSW die europäische Richtlinie 90/384/EWG [18], die mit der Eichordnung [17] in nationales Recht umgesetzt ist, in Verbindung mit der harmonisierten Europäischen Norm DIN EN 45501 [19]. Weiterhin sind die Empfehlung R76 [1] der Internationalen Organisation für Gesetzliches Messwesen (OIML) und Leitlinien der europäischen Zusammenarbeit im Gesetzlichen Messwesen (WELMEC) zu beachten [6, 20]. So werden bei Bauartprüfungen von NSW nicht nur die Messabweichungen bei verschiedenen Temperaturen (in der Regel - 10 °C bis + 40 °C) und verschiedenen relativen Luftfeuchten ermittelt, sondern z.B. auch die Reproduzierbarkeit (Wiederholbarkeit), die Beweglichkeit, das Ansprechvermögen, das Kriechen, die Ecklastfehler bei außermittiger Belastung, die elektromagnetische Störfestigkeit, die Langzeitstabilität (Kennwertbeständigkeit) und der Einfluss durch Schrägstellung. Bild 6 zeigt Beispiele typischer Messabweichungen und Fehlergrenzen einer Handelswaage der Höchstlast Max = 15 kg bei verschiedenen Temperaturen. Ebenfalls, zum Vergleich, dargestellt ist die 0,7-fach geringere Fehlergrenze für die betreffende Wägezelle.



#### Bild 6:

Beispiele typischer Messabweichungen und Fehlergrenzen einer Handelswaage der Höchstlast Max = 15 kg bei verschiedenen Temperaturen. Zum Vergleich (gestrichelt) ist die 0,7-fach geringere Fehlergrenze der betreffenden Wägezelle dargestellt; e = Eichwert [1, 19].

Für die Bauartprüfung von NSW ist in Deutschland die PTB, und hier der Fachbereich "Masse", in Zusammenarbeit mit der PTB-Zertifizierungsstelle zuständig. Eine Beschreibung aller für NSW vorgeschriebenen, messtechnischen Prüfungen findet sich beispielsweise in der OIML-Empfehlung R76 [1].

Eichfähige NSW werden – abhängig vom sogenannten Eichwert e und der Anzahl der Teilungswerte n – in vier Genauigkeitsklassen unterteilt:

- Feinwaagen (Klasse I)
- Präzisionswaagen (Klasse II)
- Handelswaagen (Klasse III)
- Grobwaagen (Klasse IIII)

Der Eichwert *e* ist ein für die Fehlergrenze der Waage charakteristischer Bezugswert in einer Masseneinheit. Bei Handels- und Grobwaagen ist *e* gleich dem digitalen Teilungswert *d*, bei Fein- und Präzisionswaagen gilt  $d \le e$ .

Bild 7 zeigt die Genauigkeitsklassen I bis IIII für nichtselbsttätige Waagen in Abhängigkeit vom Eichwert *e*, der Anzahl der Teilungswerte *n* und der Höchstlast *Max*.



Bild 7:

Genauigkeitsklassen I bis IIII nichtselbsttätiger Waagen in Abhängigkeit vom Eichwert *e*, der Anzahl der Teilungswerte *n* und der Höchstlast *Max*.

Fein- und Präzisionswaagen werden häufig auch unter dem Oberbegriff Laborwaagen zusammengefasst und je nach Ablesbarkeit und Höchstlast als Ultramikro-, Mikro-, Semimikround Makrowaagen bezeichnet. Die Klassifizierung von Laborwaagen zeigt Tabelle 1.

Tabelle 1: Klassifizierung von Laborwaagen

Bezeichnung	Teilungswert d	Höchstlast Max
Ultramikrowaage Mikrowaage	0,1 μg 1 μg	≤ 5 g 1 g bis 25 g
Halbmikrowaage = Semimikrowaage	10 µg	30 g bis 200 g
Makrowaage = Analysenwaage Präzisionswaage	0,1 mg ≥ 1 mg	50 g bis 500 g ≥ 100 g

Eine Auswahl handelsüblicher Laborwaagen mit Höchstlasten zwischen 50 g und 8 kg zeigt Bild 8.

NSW umfassen ein außerordentlich breites Spektrum an Bauarten und Anwendungsbereichen; hier einige Beispiele (in Klammern jeweils Genauigkeitsklasse(n) und typische Höchstlasten):

- Laborwaagen (I und II / 2 g bis 2 kg)
- Ladentisch- und Preisauszeichnungswaagen (III / 6 kg bis 15 kg)
- Plattformwaagen für Handel und Industrie (überwiegend III, teilweise II / 1 kg bis 3 t)
- Behälterwaagen (III / 100 kg bis 300 t)
- Waagen für hängende Lasten, z.B. Kran- und Hängebahnwaagen (III / 0,1 kg bis 400 t)
- Waagen zur Bestimmung von Beförderungsentgelten, z.B. Briefwaagen und Fluggepäckwaagen (III / 1 kg bis 100 kg)
- Personenwaagen für medizinische Anwendungen, z.B. Bett-, Stuhl- und Säuglingswaagen (III / 10 kg bis 200 kg)
- Waagen für Straßen- und Gleisfahrzeuge (III / 20 t bis 100 t)



Bild 8: Auswahl handelsüblicher Laborwaagen mit Höchstlasten zwischen 50 g und 8 kg (Werkfoto Sartorius AG).

- Mobile Waagen, z.B. Paletten- und Gabelhubwaagen (III / 500 kg bis 25 t)
- Baustoffwaagen und Grobwaagen zur Müllverwiegung (IIII / 0,3 t bis 30 t)
- Waagen zur Achslastbestimmung von Fahrzeugen (Radlastmesser) (IIII / 0,3 t bis 20 t)

Eine Überflurausführung einer Straßenfahrzeugwaage zur Verwiegung von Lastzügen bis zu 100 t ist in Bild 9 dargestellt.



Bild 9:

Überflurausführung einer Straßenfahrzeugwaage zur Verwiegung von Lastzügen bis zu 100 t (*Werkfoto Schenck Process).* 

#### 4 Selbsttätige Waagen

Auch selbsttätige Waagen (SW) sind in Deutschland – wie in den meisten Ländern der EU – in der Regel eichpflichtig. Für SW gilt seit 2006 die europäische Messgeräte-Richtlinie 2004/22/EG (die so genannte "MID") [21], die in Deutschland mit der Eichordnung in nationales Recht umgesetzt worden ist. Dazu kommen mehrere messtechnische Empfehlungen der OIML für SW [22-27] als sogenannte "normative Dokumente" im Sinne der MID und es sind - wie bei den NSW - auch bestimmte WELMEC-Leitlinien zu beachten [28-31]. Die meisten SW müssen zusätzlich zu den Anforderungen an den statischen Betrieb auch die Anforderungen an den dynamischen Wägebetrieb erfüllen. Beispielsweise erreichen moderne, eichfähige, selbsttätige Kontrollwaagen (Höchstlasten ≤ 100 kg) bei dynamischen Wägungen mit bis zu 100 Packungen pro Minute relative Messunsicherheiten von etwa  $1 \cdot 10^{-3}$ .

Auch bei den SW gibt es eine Vielzahl verschiedener Bauarten und Messprinzipien, wie beispielsweise Förderbandwaagen (FBW), selbsttätige Waagen für Einzelwägungen (SWE), selbsttätige Kontrollwaagen (SKW), selbsttätige Gleiswaagen (SGW) und Straßenfahrzeugwaagen (SWF) zum Wägen in Fahrt, selbsttätige Waagen zum Abwägen (SWA) sowie totalisierende Behälterwaagen (SWT). Angesichts des Marktwertes der gewogenen Produkte haben FBW, SWT, SKW und SWA die größte wirtschaftliche Bedeutung und sollen daher im Folgenden kurz vorgestellt werden. Ansonsten wird auf weiterführende Literatur verwiesen [12, 32].

#### 4.1 Förderbandwaagen (FBW)

FBW – auch selbsttätige Waagen zum kontinuierlichen Totalisieren genannt – sind SW, die ein Schüttgut (Massengut) auf einem Förderband kontinuierlich wägen, ohne systematische Unterteilung der Masse und ohne Unterbrechung der Bewegung des Förderbandes. Die kontinuierliche, totalisierende Wägung beinhaltet die fortlaufende Messung der Förderbandlast q (z.B. in kg/m) und der Bandgeschwindigkeit v (z.B. in m/s). Die Multiplikation von q und v ergibt den Massestrom (z.B. in kg/s), dessen Integration über die Zeit die zu bestimmende Masse m (z.B. in kg) liefert. Die Ansicht einer Förderbandwaage ist in Bild 10 zu sehen.



FBW dienen vor allem der Massengutwägung von Kohle, Erz und anderen Rohstoffen in der Schwerindustrie, z.B. in Häfen, Bergwerken oder im Tagebau. Mit eichfähigen Förderbandwaagen können für Masseströme bis ca. 20 000 t/h und Bandgeschwindigkeiten bis ca. 5 m/s relative Unsicherheiten von 0,5 % bis 1 % erreicht werden.

#### 4.2 Totalisierende Behälterwaagen (SWT)

Totalisierende Behälterwaagen – auch selbsttätige Waagen zum diskontinuierlichen Totalisieren genannt – sind SW, die ein Schüttgut (Massengut) durch Unterteilung in diskrete Lasten nacheinander wägen, wobei die Masse jeder einzelnen Last bestimmt, die Wägeergebnisse summiert und die einzelnen Lasten nach der Wägung der Gesamtmasse wieder zugeführt werden. SWT werden eingesetzt, wenn eine höhere Genauigkeit als die von Förderbandwaagen erforderlich ist. Eine typische Anwendung ist die Bestimmung der Masse von wertvollen Schüttgütern, wie z.B. Getreide, wenn diese aus Schiffen in Häfen entladen werden. Es können Bild 10: Ansicht einer Förderbandwaage (Werkfoto *Schenck Process*). relative Unsicherheiten von 0,2 % und weniger erreicht werden.

#### 4.3 Selbsttätige Kontrollwaagen (SKW)

Selbsttätige Kontrollwaagen sind SWE, die bestimmte Artikel – in der Regel Fertigpackungen gleicher Nennfüllmenge – daraufhin überprüfen, ob das tatsächliche Gewicht einer Packung mit dem Sollgewicht (der Nennfüllmenge) innerhalb der zulässigen Toleranz übereinstimmt. Packungen, die außerhalb der Toleranz liegen, werden automatisch aussortiert. Die Wägungen können statisch oder dynamisch ausgeführt werden. Selbsttätige Kontrollwaagen sind in der Regel mit zusätzlichen statistischen Funktionen ausgestattet, wie z.B. Berechnung von Mittelwerten und Standardabweichungen zur Überwachung und Steuerung von Füllprozessen.

Selbsttätige Kontrollwaagen haben große Bedeutung für die Herstellung von Fertigprodukten, wie Lebensmittel, Spraydosen und Tabletten. Eine handelsübliche SKW zeigt Bild 11.

Die wichtigsten Komponenten sind das zuführende Förderband, das Band zur Trennung (Vereinzelung) der Artikel, das Förderband für die Wägung, das abführende Förderband und die



Sortiereinrichtung, mit der Packungen außerhalb des Toleranzbereiches aussortiert werden. SKW haben in der Regel Höchstlasten von weniger als 100 kg und erreichen Wägegeschwindigkeiten von mehr als 400 Packungen pro Minute. Abhängig z.B. von der Bandgeschwindigkeit, dem mechanischen Aufbau, den verwendeten Wägezellen sowie Form und Inhalt der Packungen, können relative Unsicherheiten von 0,1 % und weniger erreicht werden.

## 4.4 Selbsttätige Waagen zum Abwägen (SWA)

Selbsttätige Waagen zum Abwägen - auch Abfüllwaagen genannt - sind SW, mit denen bestimmte, vorgegebene Mengen von losem Material (Massengut) aus einer Vorratsmenge in Behälter oder Packungen abgefüllt werden. Im Unterschied zu SWE steht bei SWA der Abfüllprozess (das "Abwägen") im Vordergrund, d.h. das zielgenaue Erreichen einer vorgegebenen, meist bereits auf der Packung aufgedruckten Nennfüllmenge. Dementsprechend sind neben einer oder mehreren Wägeeinheiten auch die automatischen Zuführ- bzw. Dosiereinheiten und die erforderlichen Einstell-, Kontroll- und Entleerungseinrichtungen wesentliche Bestandteile von SWA.

SWA spielen sowohl in der Lebensmittelindustrie als auch in der Non-Food-Industrie eine äußerst wichtige Rolle, und zwar überall dort, wo Schüttgüter oder Flüssigkeiten aus Behältern, Tanks, Silos oder Mischanlagen entnommen und in Packungen, Säcke, Dosen oder Kisten von vorgegebener Nennmasse abgefüllt werden. Es gibt eine Vielzahl von verschiedenen Produkten, die mit selbsttätigen Waagen zum Abwägen in Fertigpackungen gefüllt werden, wie beispielsweise Lebensmittel, Getreide, Milchpulver, Tierfutter, Flüssigkeiten, landwirtschaftliche Produkte, chemische bzw. pharmazeutische Produkte und Baustoffe. Bild 12 zeigt eine moderne SWA mit Hochgeschwindigkeits-Verpackungslinie und Drehkarussell.





Selbsttätige Waagen zum Abwägen haben in der Regel Höchstlasten zwischen 1 kg und 50 kg, es gibt jedoch auch Absackwaagen für große Säcke mit 200 kg und mehr. Mit SWA werden relative Unsicherheiten von 1 %, je nach Füllmenge und Produkt teilweise auch deutlich darunter, erreicht.

Bild 11: Ansicht einer handelsüblichen SKW mit Förderband für die dynamische Wägung (Werkfoto Sartorius AG). Neue Entwicklungen beim selbsttätigen Wägen zeigen sich vor allem bei der mobilen Wägung und bei der Wägung in Fahrt. Darüber hinaus sind deutliche Tendenzen zur Integration von nichtselbsttätigen Waagen in automatische, industrielle Prozesse festzustellen.

#### 5 Internationale Harmonisierung

Wegen der großen Bedeutung im Handel und grenzüberschreitenden Verkehr ist es nicht verwunderlich, dass Waagen weltweit die am stärksten harmonisierte Messgeräteart darstellen. Harmonisierung auf dem Gebiet der Messtechnik – auch und insbesondere im gesetzlich geregelten Bereich – beinhaltet im wesentlichen die beiden Aspekte

- Anpassung nationaler **Vorschriften** für Messgeräte an regionale bzw. internationale Regelungen und Empfehlungen, z.B. europäische Richtlinien oder OIML-Empfehlungen,
- Anwendung international einheitlicher **Prüfverfahren** und **Prüfberichte**.

In jedem Fall ist es das Ziel der Harmonisierung, unnötigen Zeit- und Kostenaufwand durch Mehrfachprüfungen zu vermeiden und technische Handelshemmnisse bei möglichst gleichbleibend hohem messtechnischen Niveau abzubauen.

Auf europäischer Ebene wird diese Entwicklung durch EU-Richtlinien nach dem sogenannten "Neuen Konzept" und "Gesamtkonzept" wesentlich vorangetrieben. Die Waagen-Richtlinie 90/384/EWG [18] für nichtselbsttätige Waagen ist eine solche EU-Richtlinie und trat bereits 1993, mit Einführung des Europäischen Binnenmarktes, in Kraft. Seitdem gibt es für NSW nur noch europäische Bauartzulassungen. NSW-Hersteller können frei wählen, bei welcher europäischen "Benannten Stelle" sie eine solche europäische Bauartzulassung beantragen wollen.

Seit dem 30.10.2006 gilt dies nun auch für SW. Seit diesem Zeitpunkt wird in allen EU-Mitgliedsstaaten die europäische Messgeräte-Richtlinie 2004/22/EG [21] angewendet, die in Fachkreisen auch kurz "MID" (Measuring Instruments Directive) genannt wird und die die Regelungen des "Neuen Konzeptes" und "Gesamtkonzeptes" neben den SW auch auf neun weitere Messgerätearten anwendet.

Um Wettbewerbsverzerrungen der "Benannten Stellen" zu vermeiden und eine weitestgehend harmonisierte Anwendung der europäischen Messgeräte-Vorschriften zu erreichen, wurde im Jahr 1990 die European Legal Metrology Cooperation (WELMEC), die europäische Zusammenarbeit auf dem Gebiet des gesetzlichen Messwesens, gegründet. Im Rahmen von WEL-MEC erfolgt ein ständiger, regelmäßiger Austausch über bestimmte messgerätespezifische Fragen, aber auch über messgeräteübergreifende Fragestellungen, wie z.B. die Durchführung von Softwareprüfungen. Speziell zu dieser Problematik wurde im Jahr 2005, rechtzeitig zum Inkrafttreten der MID, der WELMEC-Leitfaden 7.2 veröffentlicht [31], der alle wesentlichen Anforderungen zur Softwareprüfung von MID-Messgeräten, also auch von SW, behandelt. Für NSW gilt weiterhin der spezielle Software-Leitfaden 2.3 [29].

Auch auf internationaler Ebene hat die Harmonisierung der Vorschriften und Prüfverfahren für NSW und SW dank der Arbeit der OIML-Arbeitsgruppen TC9/SC1 und TC9/SC2 in den letzten Jahren sehr gute Fortschritte gemacht. Die weltweit wichtigste OIML-Empfehlung R76 für NSW, die bereits 1992 veröffentlicht wurde, konnte inzwischen revidiert und an den heutigen Stand der Technik angepasst werden; sie ist seit Ende 2007 auf der Webseite der OIML veröffentlicht und kann kostenlos heruntergeladen werden. Auch für alle Arten von SW wurde auf internationaler Ebene mittlerweile mit sechs verschiedenen OIML-Empfehlungen der höchstmögliche messtechnische Standard für Anwendungen im gesetzlichen Bereich definiert [22-27].

Hinsichtlich der gegenseitigen Anerkennung von Prüfergebnissen und Prüfberichten auf der Basis von OIML-Empfehlungen konnten seit 1999 speziell für NSW bilaterale Kooperationsabkommen zwischen der PTB und einigen Zertifizierungsbehörden von Japan, China und Russland erfolgreich abgeschlossen und angewendet werden. So beinhaltet z.B. das am 5. Juni 2007 unterzeichnete, erweiterte Abkommen mit Japan deutlich höhere Höchstlasten als bisher (Max = 5 t). Darüber hinaus sind jetzt Wägezellen nach der OIML- Empfehlung R60 mit einbezogen, sofern sie die Spezifikationen der Genauigkeitsklassen C und D erfüllen, Höchstlasten bis 20 t haben, die Anzahl der Teilungswerte maximal 6000 beträgt und sie eine der Feuchteprüfungen gemäß SH oder CH bestanden haben.

#### 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Zukunft der Massebestimmung und Wägetechnik im gesetzlich geregelten Bereich wird sicherlich im Zeichen neuer Technologien, insbesondere auf dem Gebiet der Software und Informationstechnologie, stehen. In diesem Zusammenhang sei beispielhaft die mögliche Einführung digitaler Signaturen und kryptographischer Methoden zur eichfähigen Übermittlung von Wägeergebnissen per Internet erwähnt. Eine wichtige metrologische Herausforderung ist die Entwicklung neuer Sensoren (Wägezellen) für die Wägetechnik, die auch künftigen Anforderungen gerecht werden. Bereits jetzt finden im Fachbereich "Masse" im Rahmen von Industriekooperationen Forschungsaktivitäten statt, (Si-)Wägezellen für ihren Einsatz in eichfähigen Waagen zu untersuchen. Der Prototyp einer solchen, in der PTB entwickelten Wägezelle mit einer maximalen Nennlast von 6 kg ist in Bild 13 dargestellt.





Prototyp einer Wägezelle mit Silizium-Federkörper und aufgesputterten DMS mit einer Nennlast von 6 kg.

Erste Ergebnisse bestätigen bezüglich des messtechnischen Verhaltens die deutlich besseren Materialeigenschaften von Si im Vergleich zu Stahl oder Aluminium [33].

Bei der internationalen Zusammenarbeit ist zu erwarten, dass die bilateralen Abkommen der PTB mit einigen außereuropäischen Partnerinstituten mittelfristig durch das neue OIML Mutual Acceptance Arrangemant (MAA) [34] abgelöst werden.

#### 7 Literatur

- [1] International Recommendation OIML R 76-1: Non-automatic weighing instruments, Part 1: Metrological and technical requirements - Tests. OIML, Paris, 2007
- [2] Schwartz, R.: Kraft, Masse, Drehmoment. In: Gevatter, H.-J.; Grünhaupt, U. (Hrsg.): Handbuch der Mess- und Automatisierungstechnik in der Produktion. Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, 2. Aufl., 2006
- [3] *Kumme, R., Illemann, J., Nesterov, V., Brand, U.:* Kraftmessung von Mega- bis Nanonewton PTB-Mitteilungen **118** (2008) nächstes Heft
- [4] Kochsiek, M; Meißner, B.: Wägezellen Prinzipien, Genauigkeit, praktischer Einsatz für eichfähige Waagen, Teil 1 und Teil 2. wägen + dosieren, Heft 6/1997 und 1/1998, S. 6–16
- International Recommendation OIML R 60: Metrological regulation for load cells, OIML, Paris, 2000
- [6] WELMEC 2.4 (Issue 2): Guide for Load Cells. Deutsche Fassung: Leitfaden für Wägezellen, 2. Ausgabe, 2001 [http://www. welmec.org/]

- [7] VDI/VDE-Richtlinie 2637: Kenngrößen für Wägezellen, Begriffe und Definitionen.
   VDI/VDE-Gesellschaft Mess-und Automatisierungstechnik (GMA), Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1999
- [8] Mack, O.: Add-on of the 2-MN-Force Standard Machine for testing load cells. Proceedings of the 20th Conference on Measurement of Force, Mass and Torque (together with 3rd Conference on Pressure Measurement & 1st Conference on Vibration Measurement) Cultivating Metrological Knowledge. Merida, Mexico, 2007, ID-056
- [9] Hoffmann, K.: Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmessstreifen. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, 1987 (Neuaufl. 2000)
- [10] Giesecke, A.: Dehnungsmessstreifentechnik.
   Vieweg Verlag, Braunschweig Wiesbaden, 1984
- [11] *Weyhe, S.:* Wägetechnik im Labor. Verlag moderne Industrie, Landsberg/Lech, Sartorius AG, Göttingen, 2. Aufl., 2001
- [12] *Kochsiek, M.* (Hrsg.): Handbuch des Wägens. Vieweg, Braunschweig Wiesbaden,2. Aufl., 1989
- [13] Kochsiek, M.; Gläser, M. (Hrsg.): Massebestimmung. VCH Verlagsgesellschaft GmbH, Weinheim, 1997
- [14] Kochsiek, M.; Gläser, M. (Hrsg.): Comprehensive Mass Metrology. Wiley-VCH, Berlin, 2000
- [15] Kochsiek, M.; Meißner, B.: Wägesensorik

   Prinzipien, Genauigkeit, praktischer Einsatz für (eichfähige) Waagen. In: Vetter, G. (Hrsg.): Handbuch Dosieren. Vulkan-Verlag, Essen, 2. Aufl., 2001, S. 246–272
- [16] Schwartz, R., Borys, M., Scholz, F.: Leitfaden für Massebestimmungen hoher Genauigkeit. PTB-Bericht MA-80, Wirtschaftsverlag NW, Bremerhaven, 2006.
  Englische Fassung: Schwartz, R., Borys, M., Scholz, F.: Guide to Mass Determination with High Accuracy. PTB-Bericht MA-80e, Wirtschaftsverlag NW, Bremerhaven, 2007
- [17] Eichordnung: Allgemeine Vorschriften mit Anlage 9 "Nichtselbsttätige Waagen" und Anlage 10 "Selbsttätige Waagen", 1988, zuletzt geändert durch die 4. Verordnung zur Änderung der Eichordnung vom 8. Februar 2007, Bundesgesetzblatt I, Bundesanzeiger Verlagsgesellschaft mbH, Köln, S. 70
- [18] Richtlinie des Rates 90/384/EWG vom 20.06.1990 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedsstaaten über nichtselbsttätige Waagen. Amtsblatt der EG Nr. L189/1, 20.07.1990
- [19] Norm DIN EN 45501: Metrologische Aspekte nichtselbsttätiger Waagen. Beuth, Berlin, 1992

- [20] WELMEC 2 (Issue 4): Directive 90/384/EEC: Common Application, 2004
- [21] Richtlinie 2004/22/EG des europäischen Parlaments und des Rates vom 31.03.2004 über Messgeräte, Arb.-Bl. EU Nr. L 135, S. 1
- [22] International Recommendation
   OIML R 50-1: Continuous totalizing automatic weighing instruments (belt weighers),
   Part 1: Metrological and technical requirements Tests. OIML, Paris, 1997. Deutsche Fassung: DIN 8132 (Entwurf): Selbsttätige
   Waagen zum kontinuierlichen Totalisieren,
   Förderbandwaagen (FBW). Beuth, Berlin,
   2001
- [23] International Recommendation
  OIML R 51-1: Automatic catchweighing instruments, Part 1: Metrological and technical requirements – Tests. OIML, Paris, 2006. *Deutsche Fassung*: DIN 8128-1 (Entwurf): Selbsttätige Waagen für Einzelwägungen, Teil 1: Metrologische und technische Anforderungen – Prüfung. Beuth, Berlin, 1997
- [24] International Recommendation
  OIML R 61-1: Automatic gravimetric filling instruments, Part 1: Metrological and technical requirements – Tests. OIML, Paris, 2004. Deutsche Fassung: DIN 8131 (Entwurf): Selbsttätige Waagen zum Abwägen (SWA). Beuth, Berlin, 2001
- [25] International Recommendation
   OIML R 106-1: Automatic rail-weighbridges, Part 1: Metrological and technical requirements Tests. OIML, Paris, 1997.
   Deutsche Fassung: DIN 8129 (Entwurf):
   Selbsttätige Gleiswaagen (SGW). Beuth, Berlin, 2001
- [26] International Recommendation OIML R 107-1: Discontinuous totalizing automatic weighing instruments (totalizing hopper weighers), Part 1: Metrological and technical requirements – Tests. OIML, Paris, 2007. Deutsche Fassung: DIN 8130 (Entwurf): Selbsttätige Waagen zum diskontinuierlichen Totalisieren (totalisierende Behälterwaagen) (SWT). Beuth, Berlin, 2001
- [27] International Recommendation OIML R 134-1: Automatic instruments for weighing road vehicles in motion and axleload measuring. Part 1: Metrological and technical requirements – Tests. OIML, Paris, 2006
- [28] WELMEC 2.1 (Issue 4): Guide for Testing Indicators (Non-Automatic Weighing Instruments), 2001; *Deutsche Fassung*: Leitfaden zur Prüfung von Auswertegeräten, 4. Ausgabe, 2001
- [29] WELMEC 2.3 (Issue 3): Guide for Examining Software (Non-Automatic Weighing Instruments), 2005

- [30] WELMEC 2.5 (Issue 2): Guide for modular approach and testing of PCs and other digital peripheral devices (Non-Automatic Weighing Instruments), 2000; *Deutsche Fassung*: Leitfaden zum Modulkonzept und zur Prüfung von PCs und anderen digitalen Zusatzeinrichtungen, 2. Ausgabe, 2000
- [31] WELMEC 7.2 (Issue 2): Software Guide (Measuring Instruments Directive 2004/22/ EC), 2008
- [32] Schwartz, R.: Automatic Weighing Principles, Applications & Developments. In: Osanna, P.H.; Durakbasa, M.N.; Afjehi-Sadat, A. (eds.): Proc. XVI IMEKO World Congress (IMEKO 2000), Vol. III, Wien, 2000, S. 259–267
- [33] Mäuselein, S.; Mack, O.; Schwartz, R.; Jäger, G.: Investigations of load cells made of singlecrystalline silicon with sputtered-on strain gauges. Proceedings of the 20th Conference on Measurement of Force, Mass and Torque (together with 3rd Conference on Pressure Measurement & 1st Conference on Vibration Measurement). Merida, Mexico, 2007, ID-004
- [34] Basic Publication OIML B 10-1: Framework for a Mutual Acceptance Arrangement on OIML Type Evaluations. OIML, Paris, 2005





## Zur Verabschiedung vonMichael Gläser in den Ruhestand



Am 30. Oktober 2007 wurde Dr. rer. nat. Michael Gläser in den wohlverdienten Ruhestand verabschiedet. In den 22 Jahren seiner aktiven Zeit in der PTB hat Herr Gläser die Geschicke der Masse und anderer mechanischer Größen, wie die Kraft und das Drehmoment, in besonderem Maße geprägt. Grund genug, ihm an dieser Stelle dafür zu danken und im Rahmen des Schwerpunktthemas "Masse und abgeleitete mechanische Größen" seine Verdienste auf diesem Gebiet zu würdigen.

Herr Gläser übernahm im Februar 1987 die Leitung des Laboratoriums "Masseneinheit", nachdem er zuvor im Laboratorium "Längeneinheit" (1979–1980) und im Internationalen Büro für Maße und Gewichte (BIPM) (1981-1987) unter anderem auf dem Gebiet der Laser-Interferometrie mit Jod-stabilisierten Lasern gearbeitet hatte.

Als äußerst vielseitiger Wissenschaftler mit umfangreichen Kenntnissen in Physik und Messtechnik arbeitete er sich schnell in das Gebiet der Darstellung und Weitergabe der SI-Basiseinheit Kilogramm ein. Er entwickelte schon bald neue Ideen und Forschungsprogramme zur systematischen Untersuchung aller wesentlichen Einfluss- und Störgrößen bei hochpräzisen Massevergleichen von Massenormalen aus Edelstahl mit dem nationalen Kilogrammprototyp und anderen Platin-Iridium-Prototypen. Seine Arbeiten, insbesondere auf den Gebieten der experimentellen Luftdichtebestimmung, der magnetischen Wechselwirkungen zwischen Waage und Gewichtstück, des Konvektionseinflusses, aber auch theoretische Untersuchungen über die Optimierung von Wägezyklen bei Substitutionswägungen, haben national und international hohe Beachtung und ihren Niederschlag nicht nur in zahlreichen Veröffentlichungen, sondern auch in mehreren internationalen messtechnischen Empfehlungen gefunden.

Ganz besonders deutliche und nachhaltige Spuren hat Herr Gläser im Zusammenhang mit der "Neudefinition des Kilogramm" und dem Experiment "Ionenakkumulation" zur Anbindung der atomaren Masseneinheit an das Kilogramm hinterlassen. Die Idee dieses weltweit einmaligen Experimentes ist es, Ionen eines bestimmten Elements, z.B. Gold oder Wismut, zu einer wägbaren Masse zu akkumulieren und den während der Akkumulation gemessenen Ionenstrom über die Zeit zu integrieren. Mit der bekannten Ladung eines einzelnen Ions ergibt sich dann die Masse eines Atoms oder – mit der relativen Atommasse - die atomare Masseneinheit. Trotz enormer experimenteller Herausforderungen hat es Herr Gläser mit seinen Mitarbeitern geschafft, die atomare Masseneinheit mit einer relativen Messunsicherheit von etwa 1 · 10-4 zu bestimmen, und das mit einer direkt auf die Masseneinheit rückgeführten, wägbaren Masse von immerhin 0,3 g Wismut! Es ist verständlich, dass dieses Experiment nicht nur in der internationalen Fachwelt, sondern auch in der Presse große Aufmerksamkeit erregt hat.

Herrn Gläsers herausragende wissenschaftliche Tätigkeit verdeutlichen seine nahezu 100 Veröffentlichungen, darunter etwa die Hälfte in referierten Zeitschriften, und mehr als 70 Vorträge. Das unter maßgeblicher Beteiligung von Dr. Gläser in zwei Sprachen herausgegebene Buch "Massebestimmung" ist in Fachkreisen weltweit bekannt und inzwischen zum Standardwerk auf diesem Gebiet geworden. Herrn Gläsers Verdienste liegen aber nicht nur im wissenschaftlichen Bereich, sondern auch in der ganz praktischen, anwendungsbezogenen Arbeit in verschiedenen nationalen und internationalen Gremien sowie bei zahlreichen Begutachtungen. Als gefragter und geschätzter DKD-Fachbegutachter und technischer Experte für die Masse und abgeleitete, mechanische Größen hat Herr Gläser zahlreiche DKD-Laboratorien in Deutschland und in aller Welt, aber auch viele metrologische Staatsinstitute im Rahmen von Akkreditierungen und "Peer Assessments" begutachtet.

Über viele Jahre hat Herr Gläser aktiv u.a. im DKD-Fachausschuss "Masse", als Vorsitzender der Arbeitsgruppe "Massenormale" des "Comité Consultatif pour la Masse et les Grandeurs Apparentées" (CCM), im Technischen Komitee "Masse" von EUROMET (jetzt EURAMET) sowie in der Arbeitsgruppe TC9/SC3 der Internationalen Organisation für Gesetzliches Messwesen (OIML) mitgewirkt, wo er die lange fällige Revision der Internationalen Empfehlung für Gewichtstücke (R111) ganz wesentlich mitgestaltet und zum erfolgreichen Abschluss gebracht hat.

Es könnten noch viele weitere Spuren erwähnt werden, die Herr Gläser auf seinem langjährigen Arbeitsgebiet hinterlassen hat. Dies würde aber nicht zu seiner Bescheidenheit, einer seiner wesentlichen Charaktereigenschaften, passen. So soll am Ende dieses Abschieds der Dank aller Kolleginnen und Kollegen für das über viele Jahre sehr große Engagement, die dabei immer ruhige, sorgfältige und zuverlässige Art und die angenehme Zusammenarbeit stehen, verbunden mit den besten Wünschen für einen erfüllten, gesunden und zufriedenen Ruhestand! **Roman Schwartz** 

# Recht und Technik

## Vollversammlung für das Eichwesen 2007

#### I Allgemeiner Teil

Die 139. Vollversammlung für das Eichwesen (VV) wurde am 21. November 2007 durch den Vizepräsidenten der PTB (VP), Herrn Prof. Dr. Peters eröffnet. Er begrüßte die Mitglieder der Vollversammlung sowie deren Vertreter und die weiteren interessierten Gäste. Als neue Mitglieder der VV wurden vorgestellt Herr Dr. Spelten, der erstmalig das BMWi in der VV vertrat und Herr Dr. Bosch, der seit November 2007 mit der Leitung des Landesbetriebes Mess- und Eichwesen Niedersachsen (MEN) beauftragt ist.

Im allgemeinen Teil der VV informierte Herr Dr. Spelten (BMWi) über die derzeitigen Vorstellungen einer Neuordnung des gesetzlichen Messwesens. Herr Dr. Schulz (PTB) berichtete über die Zusammenarbeit Europäischer Gremien des gesetzlichen Messwesens. Herr Dr. Mengersen (PTB) gab einen Überblick über die abgestimmten Empfehlungen zu den MID- Konformitätsbewertungsverfahren in den Leitfäden der WELMEC-Arbeitsgruppe "Measuring Instruments Directive (WG8). Über die Arbeitsergebnisse der WELMEC-Arbeitsgruppe "Measuring Equipment for Liquids other than Water" (WG10) berichtete Herr Dr. Rinker (PTB). Herr Dr. Kramer erläuterte die Arbeit der WEL-MEC-Arbeitsgruppe "Utility Meters" (WG11) zur Harmonisierung der Anwendung der MID für Verbrauchsmessgeräte.

#### II Arbeitssitzung

Herr Prof. Dr. Peters begrüßte als Vorsitzender die Herren Dr. Spelten, Vertreter des BMWi, und Dr. Bosch, Leiter des MEN, die erstmals an der VV teilnahmen und wies daraufhin, dass ab dem 1. Januar 2008 die Bundesländer Hamburg, Mecklenburg-Vorpommern und Schleswig-Holstein gemeinsam durch die Eichdirektion Nord (EDN) vertreten werden.

Die Sitzung begann mit der Annahme der Tagesordnung. Die Tätigkeitsberichte der Vollversammlungs-Arbeitsausschüsse (VV-AA) "Volumenmessgeräte für strömendes Wasser", "Wärmezähler", "Gasmessung", "Elektrizitätsmessung"; "Volumenmessanlagen", "Lagerbehälter und deren Messgeräte", "Waagen und Gewichtstücke", "Stationäre Geschwindigkeitsmessanlagen / Rotlichtüberwachungsanlagen", "Getreideanalytik", "Abgasmessgeräte", "Software bei eichpflichtigen Messgeräten", "Druckmessgeräte" und "Geschäftsordnung der VV" wurden zustimmend zur Kenntnis genommen. Die VV-AA arbeiten gemäß ihrer Zielsetzung weiter. Die VV benannte den VV-AA "Volumenmessanlagen für strömendes Wasser" in VV-AA "Wasserzähler" um.

Der VV-AA "Befundprüfung" wurde aufgelöst. Das Thema "Qualitätsmonitoring, Eichgültigkeitsdauer und Verfahren zu deren Verlängerung bei modernen Messgeräten", soll ein neu eingesetzter VV-AA untersuchen. Vorsitz und Name des VV-AA werden auf der konstituierenden Sitzung festgelegt. Der Fachbereich "Metrologische Informationstechnik" (FB 8.5) koordiniert die Einrichtung des VV-AA.

Die Regelung des § 12 der Eichordnung (EO) zur Eichgültigkeitsdauer (EGD) von MID-gekennzeichneten Messgräten ergibt eine um ein Jahr verkürzte erste EGD gegenüber Messgeräten mit nationaler Bauartzulassung. Die VV folgte der Auslegung, dass MID-gekennzeichnete Messgeräte bezüglich ihrer ersten EGD in gleicher Weise zu behandeln sind wie Messgeräte mit nationaler Bauartzulassung. Die Deutsche Akademie für Metrologie (DAM) hat zur Klarstellung ein Merkblatt verfasst, welches von der DAM bezogen werden kann (Adresse siehe nächste Seite).

Zur Vermeidung unterschiedlicher Auslegungen der EGD bei Atemalkoholmessgeräten beschloss die VV, dass im Eichschein neben dem Datum auch das Datum des Ablauf der EGD, das nach 180 Tagen ab dem Datum der Eichung endet, anzugeben ist.

Die VV stimmte zu, die EGD von Gaszählern auf fünf Jahre festzulegen, sofern in der EO, Anhang B, nicht etwas anderes festgelegt ist. Dies entspricht der bisherigen Praxis bei Gaszählern mit nationaler Bauartzulassung.

Die VV vertrat die Auffassung, dass Mengenumwerter und Gaszähler mit jeweils MID-Kennzeichnung oder nationaler Bauartzulassung kombiniert werden können, sofern aus den Unterlagen die Kompatibilität der Geräte hervorgeht. Ebenso können Teilgeräte von Wärmezählern unter bestimmten Einschränkungen kombiniert werden. Die Regelungen hierzu werden gesondert in den PTB-Mitteilungen veröffentlicht.

Die VV stimmte den Anpassungen in den PTB-Anforderungen PTB-A 23.3 "Strahlenschutzmessgeräte" zu <sup>[1]</sup>.

Ebenfalls verabschiedete die VV die neu erarbeitete Technische Richtlinie TR-G 14 "Einspeisung von Biogas in das Erdgasnetz" und die überarbeitete TR-W 19 "Befundprüfungen durch Eichbehörden oder staatlich anerkannte Prüfstellen", die die bisherige Version vom November 2006 <sup>[1]</sup> ersetzt.

Die Prüfanweisungen GM-P10.1 "Prüfanweisung für Selbsttätige Waagen zum Abwägen", GM-P10.2 D "Prüfanweisung für Selbsttätige Waagen an Abfallsammelfahrzeugen" GM-P10.4 "Prüfanweisung für Selbsttätige Kontrollwaagen" und die GM-P18.8 "Prüfanweisung für Reifendruckmessgeräte" wurden ebenfalls angenommen <sup>[2]</sup>. Die GM-P10.1 wird künftig unter der Bezeichnung GM-P10 SWA und die GM-P10.4 unter GM-P10 SKW veröffentlicht. Die nächste VV wurde für den 26. November 2008 in Braunschweig festgesetzt <sup>[1]</sup> Die PTB-Anforderungen und Technischen Richtlinien können als pdf-Datei von der Homepage der PTB (www.ptb.de) unter der Rubrik "Publikationen/Publikationen des Gesetzlichen Messwesens" heruntergeladen oder bezogen werden vom

Buch Express, Geranienweg 53 A, 22549 Hamburg Tel: (040) 800 1722 Fax: (040) 800 1422

<sup>[2]</sup> Die Prüfanweisungen GM-P können von der

Deutsche Akademie für Metrologie (DAM) beim Bayerischen Landersamt für Maß und Gewicht (LMG) Franz-Schrank-Straße 9, 80638 München, Email: dam@lmg.bayern.de

bezogen werden.

#### AG Q.31 Gesetzliches Messwesen

## Prüfungen der staatlich anerkannten Prüfstellen für Messgeräte für Elektrizität, Gas, Wasser und Wärme im Jahr 2007

#### Anzahl der Eichungen, Befundprüfungen, Vorprüfungen, sonstigen Prüfungen

Prüfstellen für Messgeräte für	Anzahl der Prüfstellen	Art der Messgeräte	I	Eichungen	Befundprüfun	gen Vorprüfungen sonstige Prüfungen
Elektrizität	118	Wechselstromzähler		271914	515	0
		Drehstromzähler		926304	2969	0
		Stromwandler		99435	22	0
		Spannungswandler		14355	6	0
		Zusatzeinrichtungen		3654	0	0
		Summe		1315662	3512	0
Gas	99	Balgengaszähler	≤ G 6	2156276	1752	0
			G 10 bis G 25	124774	152	0
			> G 25	12811	56	0
		Summe		2293861	1960	0
		Drehkolben-, Turbinen	rad- und			
		Wirbelgaszähler		29859	53	818
		Statische Gaszähler		0	0	0
		Wirkdruckgaszähler, Te	eilgeräte	55	0	189
		Mengenumwerter, Teilg	geräte	7803	20	5838
		Gaskalorimeter, Teilger	äte	226	0	94
		Gasdruckregelgeräte		665	0	0
		Zusatzeinrichtungen		12098	1	1137
		Prüf- und Kalibriergase	2	843	0	29
		Summe		51549	74	8105
Wasser	81	Kaltwasserzähler	$Q_n \leq 10$	6420685	5417	0
			$Q_n > 10$	76598	255	0
		Warmwasserzähler	$Q_n \le 10$	2573007	79	0
			$Q_n > 10$	80	0	0
		Zusatzeinrichtungen		6	0	0
		Summe		9070376	5751	0
Wärme	40	Volumenmessteile von	Wärmezählern			
		Prüfung mit Warmwass	$\operatorname{er} \mathbf{Q}_{n} \leq 10$	409598	205	0
		-	$Q_{n}^{"} > 10$	9397	32	0
		Prüfung mit Kaltwasse	r Q <sub>n</sub> <sup>"</sup> ≤10	383	0	0
			Q <sub>n</sub> > 10	10247	6	0
		Temperaturfühler: Einz	elfühler	1078744	345	0
		Rechenwerke ohne Temperaturfühler		345438	144	0
		mit Tem	- oeraturfühler	14481	70	0
		Kompaktwärmezähler		798298	777	0
		Zusatzeinrichtungen		0	0	0
		Energiebewertende Wa	rmwasserzähler	0	0	0
	Summe					
		Summe		2666586	1579	0

Bemerkungen

Größenbezeichnungen von Gaszählern

Nenndurchfluß von Wasserzählern in m³/h

 $<sup>\</sup>substack{G...\\Q_n}$