



METROLOGIA

Biuletyn Informacyjny Głównego Urzędu Miar

Nr 3(7)

październik 2007



Szanowni Państwo,

*kolejny zeszyt Biuletynu Informacyjnego Głównego Urzędu Miar zawiera dużo ciekawych materiałów. Jednym z nich jest omówienie długo oczekiwanego przez metrologów pierwszego z serii dokumentów stanowiących uzupełnienie do *Przewodnika* dotyczącego wyrażania niepewności pomiaru. Został on wydany przez Międzynarodową Organizację Metrologii Prawnej w lipcu tego roku. Następny materiał to prezentacja państwowego wzorca jednostki miary gęstości. W kolejnych zeszytach będziemy przedstawiać pozostałe państwowe wzorce jednostek miar, utrzymywane w GUM.*

Biuletyn ponadto zawiera materiały opracowane przez przedstawicieli środowisk akademickich związanych z metrologią, za które serdecznie dziękujemy: Pani Profesor Ewie Bulskiej z Uniwersytetu Warszawskiego – za informację o Centrum Metrologii Chemicznej, Panu Profesorowi Januszowi Gajdzie z Akademii Górniczo-Hutniczej – za informację o Kongresie Metrologii i Panu Profesorowi Krzysztofowi Gniotkowi z Politechniki Łódzkiej – za informację o Międzyuczelnianej Konferencji Metrologów.

*Życzymy interesującej lektury
Redakcja*

Omówienie międzynarodowego dokumentu

Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method

Istotą niniejszego dokumentu jest przedstawienie zasady propagacji rozkładów prawdopodobieństwa realizowanej poprzez matematyczny model pomiaru jako podstawy obliczania niepewności pomiaru i jej zastosowanie przy użyciu metody Monte Carlo. Zasadę stosuje się, gdy model pomiaru zawiera dowolną liczbę wielkości wejściowych i pojedynczą wielkość wyjściową, rozumianą jako wielkość mierzona. Metoda Monte Carlo jest alternatywą dla klasycznego sposobu obliczania niepewności pomiaru wynikającej z prawa jej propagacji, szczególnie w sytuacji gdy nieuzasadniona jest linearyzacja modelu pomiaru, a rozkład związany z wielkością wyjściową jest asymetryczny. Propagacja rozkładów pozwala na opis wielkości wyjściowej w postaci jej funkcji gęstości prawdopodobieństwa, której wartość oczekiwana reprezentuje estymatę wielkości mierzonej, odchylenie standardowe reprezentuje niepewność standardową związaną z tą estymatą oraz umożliwia wyznaczenie przedziału objęcia dla tej wielkości przy określonym poziomie ufności.

Zakres

Dokument przedstawia numeryczny sposób obliczania niepewności pomiaru mogący mieć zastosowanie dla każdego modelu pomiaru, w którym wielkości wejściowe opisane są dowolną funkcją gęstości prawdopodobieństwa. Sposób ten ma zastosowanie, gdy wyznaczenie funkcji gęstości prawdopodobieństwa dla wielkości wyjściowej jest możliwe tylko na drodze numerycznej przy użyciu techniki komputerowej.

- Dokument obejmuje typowe problemy obliczeniowe niepewności w sytuacjach gdy:
- udziały niepewności mogą mieć znacznie zróżnicowane wartości,
 - pochodne cząstkowe są trudne do policzenia,
 - rozkład wielkości wyjściowej nie jest gaussowski lub *t*-Studenta,
 - estymata wielkości wyjściowej jest porównywalna z jej niepewnością standardową,
 - model matematyczny wielkości mierzonej jest dowolnie skomplikowany,
 - rozkłady wielkości wejściowych są niesymetryczne.

Dokument ma zastosowanie, gdy mamy do czynienia z przypadkiem wzajemnie niezależnych wielkości wejściowych, którym przypisane są odpowiednie rozkłady prawdopodobieństwa oraz w sytuacji wzajemnie zależnych wielkości wejściowych, dla których określana jest wspólna funkcja gęstości prawdopodobieństwa.

Dokument również omawia jak prowadzić obliczenia niepewności, aby zapewnić prawidłowe jej wyrażanie z jedną lub dwoma cyframi znaczącymi, uwiarygodniając ich poprawność.

Definicje

Przedstawiono dwadzieścia definicji podstawowych pojęć stosowanych w treści dokumentu, takich jak: rozkład prawdopodobieństwa, dystrybuanta, funkcja gęstości prawdopodobieństwa, rozkład normalny, rozkład *t*-Studenta, wartość oczekiwana, wariancja, odchylenie standardowe, moment, kowariancja, macierz niepewności, przedział objęcia, prawdopodobieństwo objęcia, długość przedziału objęcia, probabilistycznie symetryczny przedział objęcia, najkrótszy przedział objęcia, propagacja rozkładów, podstawa obliczeniowa niepewności GUM, metoda Monte Carlo i tolerancja numeryczna. Niektóre z nich wymagają przytoczenia:

przedział objęcia – przedział zawierający wartość wielkości mierzonej z określonym prawdopodobieństwem, w oparciu o dostępną informację;

długość przedziału objęcia – różnica pomiędzy największą i najmniejszą wartością z przedziału objęcia;

probabilistycznie symetryczny przedział objęcia – przedział dla którego prawdopodobieństwo, że wielkość jest mniejsza od najmniejszej wartości w przedziale, jest równe prawdopodobieństwu, że wielkość jest większa od największej wartości w przedziale;

najkrótszy przedział objęcia – przedział o najkrótszej długości ze wszystkich przedziałów mających to samo prawdopodobieństwo objęcia (poziom ufności);

propagacja rozkładów – metoda obliczeniowa (analityczna, numeryczna, dokładna lub przybliżona) służąca do określenia rozkładu prawdopodobieństwa wielkości wyjściowej na podstawie rozkładów wielkości wejściowych;

podstawa obliczeniowa niepewności GUM – zastosowanie prawa propagacji niepewności do wyznaczania przedziału objęcia, gdy wielkość wyjściowa opisana jest rozkładem normalnym lub Studenta;

metoda Monte Carlo – metoda propagacji rozkładów przy zastosowaniu losowego próbkowania rozkładów prawdopodobieństwa;

tolerancja numeryczna – połowa najmniejszego przedziału zawierającego wszystkie liczby, które są uważane za poprawne dla przyjętej ilości cyfr znaczących [przykładowo dla dwóch cyfr znaczących jak np. 1.8 wszystkie poprawne liczby zawierają się w przedziale od 1.75 do 1.85, a tolerancja numeryczna wynosi $(1.85 - 1.75)/2 = 0,05$].

Sposób zapisu

Matematyczny model pomiaru wyrażany jest zależnością funkcyjną

$$Y = f(X)$$

gdzie Y jest pojedynczą (skalarną) wielkością wyjściową, a X reprezentuje N wielkości wejściowych $(X_1, \dots, X_N)^T$. Każda X_i traktowana jest jako zmienna losowa ze zbiorem możliwych wartości ξ_i i wartością oczekiwaną x_i , a Y jako zmienna losowa ze zbiorem możliwych wartości η i wartością oczekiwaną y .

Funkcja gęstości prawdopodobieństwa dla możliwych wartości ξ wielkości wejściowej X jest oznaczana symbolem $g_X(\xi)$. Dla wektorowej wielkości wejściowej, dla której $\xi = (\xi_1, \dots, \xi_N)^T$ oznaczana jest $g_X(\xi)$, a w przypadku gdy wielkości X_i są niezależne oznaczana jest $g_{X_i}(\xi_i)$. Funkcja gęstości prawdopodobieństwa wielkości wyjściowej Y oznaczana jest symbolem $g_Y(\eta)$, a jej dystrybuanta $G_Y(\eta)$.

Należy dodać, że symbol f zarezerwowany jest tylko do oznaczania modelu matematycznego, a symbole g i G do oznaczania funkcji gęstości i dystrybuanty wielkości mierzonej.

W dokumencie symbole wielkości oznaczane są dużymi literami: X lub Y a ich estymaty małymi: x lub y . W przypadku oznaczania konkretnych wielkości mierzonych, które mogą być oznaczane zarówno dużymi jak i małymi literami symbol estymaty od symbolu wielkości odróżnia daszek, np. odchylenie długości płytki wzorcowej od jej wartości nominalnej oznacza się δL jako wielkość mierzoną, a $\delta \hat{L}$ jako estymatę odchylenia.

W dokumencie termin „prawo propagacji niepewności” stosuje się, gdy model pomiaru opisany jest szeregiem Taylora ograniczonym tylko do wyrazów pierwszego rzędu, jak również, gdy uwzględniane są wyrazy wyższych rzędów.

Indeks „c” przy oznaczeniu złożonej niepewności standardowej jest pominięty. Niepewność standardowa związana z estymatą y wielkości wyjściowej Y może być zapisywana jako $u(y)$. Użycie oznaczenia $u_c(y)$ pozostaje do przyjęcia, jeżeli jest przydatne do podkreślenia faktu, że symbolizuje złożoną niepewność standardową. Ponadto przymiotnik „złożona” w nazwie „złożona niepewność standardowa” uważa się za zbędny i może być pominięty. Jedną z przyczyn tej decyzji jest to, że y wskazuje estymatę wielkości wyjściowej, z którą związana jest niepewność standardowa. Inną przyczyną jest to, że często wyniki obliczeń jednych niepewności stają się punktem wyjścia do obliczenia następnych. Użycie indeksu „c” i przymiotnika „złożona” są niestosowne z powyższych powodów.

Termin „prawdopodobieństwo objęcia” rozumiany jest w ten sam sposób co termin „poziom ufności” (w przeciwieństwie do terminu „przedział objęcia”, który nie jest tożsamy z terminem „przedział ufności”, rozumianym tylko w sensie statystycznym).

Zasady postępowania

Postępowanie składa się z trzech etapów: opisu wielkości (*formulation*), obliczeń (*propagation*) i zapisu wyniku (*summarizing*). Opis wielkości powinien zawierać:

- 1) definicję wielkości wyjściowej jako wielkości mierzonej,
- 2) określenie wielkości wejściowych, od których zależy wielkość wyjściowa,
- 3) model matematyczny określający relacje pomiędzy wielkościami wejściowymi a wielkością wyjściową,
- 4) przyjęcie rozkładów prawdopodobieństwa dla wielkości wejściowych.

Obliczenia polegają na realizacji zasady propagacji rozkładów wielkości wejściowych poprzez model pomiaru w celu otrzymania rozkładu dla wielkości wyjściowej. Zapis wyniku polega na przedstawieniu:

- 1) wartości oczekiwanej jako estymaty wielkości wyjściowej,
- 2) odchylenia standardowego jako niepewności standardowej związanej z estymatą,
- 3) przedziału objęcia dla wielkości wyjściowej przy określonym prawdopodobieństwie (poziomie ufności).

Pierwszy etap postępowania realizowany jest przez metrologów. Pozostałe natomiast nie wymagają dodatkowej wiedzy metrologicznej, a jedynie informacji o dopuszczalnej tolerancji numerycznej obliczeń.

Propagacja rozkładów polega na wyznaczeniu dystrybuanty dla wielkości mierzonej w oparciu o zastosowanie metody Monte Carlo

$$G_Y(\eta) = \int_{-\infty}^{\eta} g_Y(z) dz$$

funkcja gęstości prawdopodobieństwa PDF formalnie zdefiniowana jest

$$g_Y(\eta) = \int_{-\infty}^{\infty} \dots \int_{-\infty}^{\infty} g_X(\xi) \delta(\eta - f(\xi)) d\xi_N \dots d\xi_1$$

Estymata y wielkości Y jest wartością oczekiwaną $E(Y)$, a niepewność standardowa $u(y)$ związana z y jest odchyleniem standardowym Y lub pierwiastkiem kwadratowym wariancji $V(Y)$.

Przedział objęcia obliczany jest z funkcji $G_Y(\eta)$. Niech α oznacza każdą wartość pomiędzy zero i $1-p$, gdzie p jest wymaganym prawdopodobieństwem objęcia (poziomem ufności). Punkty końcowe 100 p % przedziału objęcia dla wielkości wyjściowej Y są wartościami funkcji $G_Y^{-1}(\alpha)$ i $G_Y^{-1}(\alpha+p)$, tzn. są kwantylami rzędu α i $\alpha+p$ rozkładu opisanego dystrybuantą $G_Y(\eta)$. Wybór $\alpha = (1-p)/2$ daje przedział zdefiniowany kwantylami rzędu: $(1-p)/2$ i $(1+p)/2$, który jest probabilistycznie symetryczny. Wybór $\alpha \neq (1-p)/2$ ma miejsce w sytuacji asymetrycznego rozkładu, co skutkuje koniecznością wyznaczenia najkrótszego przedziału objęcia. Wartość α spełnia równanie: $g_Y(G_Y^{-1}(\alpha)) = g_Y(G_Y^{-1}(\alpha+p))$ lub kryterium minimum różnicy: $G_Y^{-1}(\alpha+p) - G_Y^{-1}(\alpha)$. Oba przedziały są jednakowe dla symetrycznego rozkładu prawdopodobieństwa.

Propagacja rozkładów może być realizowana:

- metodami analitycznymi poprzez matematyczne przedstawienie funkcji gęstości prawdopodobieństwa dla Y ,
- metodą propagacji niepewności opartą na przybliżeniu funkcji modelu pomiaru pierwszymi wyrazami szeregu Taylora,
- przez włączenie dodatkowych członów wyższych rzędów wyrazów szeregu Taylora,
- metodami numerycznymi, szczególnie z zastosowaniem metody Monte Carlo.

Przedstawienie wyniku polega na podaniu:

- estymaty y wielkości wyjściowej Y ,
- niepewności standardowej $u(y)$ związanej z estymatą y ,
- określonego prawdopodobieństwa (poziomu ufności, np. 95 %),
- granic przedziału objęcia dla określonego prawdopodobieństwa (np. 95 %),
- informacji czy jest to przedział probabilistycznie symetryczny czy najkrótszy.

Estymata, niepewność standardowa i granice przedziału powinny być zapisane z taką liczbą dziesiętnych, aby ostatnia znacząca cyfra odpowiadała pozycji cyfry znaczącej przy wyrażaniu niepewności standardowej. Wartość liczbową niepewności standardowej należy zapisywać z jedną lub dwoma cyframi znaczącymi. Przykładem może być zapis, przy uwzględnieniu dwóch cyfr znaczących:

$$y = 1.024 \text{ V}, u(y) = 0.028 \text{ V},$$

$$\text{shortest 95 \% coverage interval} = [0.983, 1.088] \text{ V}$$

a przy uwzględnieniu jednej cyfry znaczącej zapis:

$$y = 1.02 \text{ V}, u(y) = 0.03 \text{ V}$$

$$\text{shortest 95 \% coverage interval} = [0.98, 1.09] \text{ V}$$

Podstawa obliczeniowa niepewności GUM

Stosowany jest matematyczny modelu pomiaru przybliżony szeregiem Taylora, w którym wielkości wejściowe reprezentują ich wartości oczekiwane i odchylenia standardowe. Wartości oczekiwane są najlepszymi estymatami, a odchylenia standardowe niepewnościami standardowymi wielkości wejściowych. Estymata wielkości wyjściowej obliczana jest na podstawie modelu matematycznego pomiaru z estymat wielkości wejściowych, a jej niepewność standardowa na podstawie prawa propagacji niepewności. Wielkość wyjściowa opisywana jest rozkładem normalnym lub t -Studenta z określoną liczbą stopni swobody. Procedura postępowania sprowadza się do:

- a) wyznaczenia wartości oczekiwanych i odchyłeń standardowych na podstawie rozkładów wielkości wejściowych,
- b) określenia liczby stopni swobody dla każdej niepewności standardowej,
- c) obliczenia kowariancji dla par zależnych wielkości wejściowych,
- d) wyznaczenia pochodnych cząstkowych pierwszego rzędu funkcji modelu pomiaru względem wielkości wejściowych,
- e) obliczenia estymaty wielkości wyjściowej z funkcji modelu pomiaru,
- f) obliczenia współczynników wrażliwości jako pochodnych cząstkowych,
- g) obliczenia niepewności standardowej wielkości wyjściowej,
- h) obliczenia wypadkowej liczby stopni swobody z formuły Welch-Satterthwaitea,
- i) obliczenia niepewności rozszerzonej i stąd przedziału objęcia dla wielkości wyjściowej przy założonym poziomie ufności, przez odpowiednie przemnożenie złożonej niepewności standardowej przez współczynnik rozszerzenia, biorąc pod uwagę rozkład Gaussa lub Studenta.

Obliczanie metodą Monte Carlo

Metoda prowadzi do uzyskania numerycznej aproksymacji dystrybuanty G dla wielkości wyjściowej. Procedura realizowana jest w kolejnych krokach postępowania:

- a) wybór liczby próbkowania (symulacji) M ,
- b) wygenerowanie M prób N elementowego zbioru wielkości wejściowych,
- c) dla każdej próby obliczenie na podstawie funkcji modelu pomiaru odpowiadającej mu wartości wielkości wyjściowej,
- d) posortowanie wartości wielkości wyjściowych w niemalejącym porządku, używając posortowanych wartości do przybliżenia dystrybuanty wielkości wyjściowej G ,
- e) wyznaczenie z dystrybuanty G estymaty wielkości wyjściowej i związanej z nią niepewności standardowej,
- f) wyznaczenie z dystrybuanty G odpowiedniego przedziału objęcia dla określonego poziomu ufności p .

Istotą stosowania metody jest:

- a) redukcja wysiłku analitycznego związanego z wykonywaniem skomplikowanych obliczeń pochodnych cząstkowych dla nieliniowych równań pomiaru,
- b) uściślenie wyznaczenia estymaty wielkości wyjściowej dla nieliniowej funkcji modelu pomiaru,
- c) uściślenie wyznaczania niepewności standardowej związanej z estymatą wielkości wyjściowej dla nieliniowych równań modeli pomiaru, szczególnie dla niegaussowskich funkcji gęstości wielkości wejściowych,
- d) wyznaczanie przedziału objęcia odpowiadającego określonej poziomowi ufności, gdy funkcja gęstości wielkości wyjściowej nie może być przybliżona rozkładem Gaussa lub Studenta, co ma miejsce przy dominującej składowej o rozkładzie niegaussowskim lub nieliniowym modelu pomiaru,
- e) brak konieczności obliczania współczynnika rozszerzenia.

Wartość M , liczba losowań Monte Carlo, powinna być określona a priori i dużo większa, np. co najmniej 10^4 razy większa, od liczby $1/(1-p)$. Wpływa na nią zalecany stopień przybliżenia zależny od kształtu funkcji gęstości wielkości wyjściowej oraz wymaganego poziomu ufności. Liczba losowań $M = 10^6$ często wystarcza do wyznaczenia 95 % przedziału objęcia, którego długość jest poprawna przy zgodności jej wyrażenia z jedną lub dwoma cyframi znaczącymi.

Funkcja modelu pomiaru obliczana jest dla każdego z M losowań, na podstawie funkcji gęstości prawdopodobieństwa dla każdej z N wielkości wejściowych. Poszczególne losowania oznaczane są: x_1, \dots, x_M , gdzie r -te losowanie x_r zawiera wartości $x_{1,r}, \dots, x_{N,r}$, a $x_{i,r}$ jest wartością wylosowaną z funkcji gęstości wielkości wejściowej X_i . Funkcja modelu wartości ma postać:

$$y_r = f(x_r) \text{ dla } r = 1, \dots, M$$

Dyskretna reprezentacja \mathbf{G} dystrybuanty $G_Y(\eta)$ wielkości wyjściowej Y może być otrzymana następująco:

- a) sortujemy uzyskane w symulacji Monte Carlo wartości wielkości wyjściowej y_r zgodnie z niemalejącym porządkiem, oznaczając posortowane wartości $y_{(r)}$,
- b) tworzymy kompletny zbiór wartości $y_{(r)}$ reprezentujący numeryczną postać \mathbf{G} .

Histogram zbioru wartości $y_{(r)}$ stanowi przybliżenie funkcji gęstości prawdopodobieństwa $g_Y(\eta)$ dla wielkości wyjściowej Y . Umożliwia zobrazowanie tej funkcji w celu poznania jej natury, np. stopnia asymetrii.

Średnia

$$\tilde{y} = \frac{1}{M} \sum_{r=1}^M y_r$$

i odchylenie standardowe wywodzące się z zależności

$$u^2(\tilde{y}) = \frac{1}{M-1} \sum_{r=1}^M (y_r - \tilde{y})^2$$

traktowane są jako estymata i niepewność standardowa wielkości wyjściowej Y .

Przedział objęcia oznaczany $[y_{\text{low}}, y_{\text{high}}]$ otrzymywany jest z dyskretnej reprezentacji **G**. Jeżeli $q = pM$ jest liczbą całkowitą to jego granice reprezentują wartości: $y_{\text{low}} = y_{(r)}$ oraz $y_{\text{high}} = y_{(r+q)}$ dla każdego $r = 1, \dots, M-q$. Dla probabilistycznie symetrycznego przedziału jest $r = (M-q)/2$ pod warunkiem, że r jest liczbą całkowitą, a gdy nie to stanowi część całkowitą liczby $(M-q+1)/2$. Najkrótszy przedział uzyskuje się dla takiego r^* dla którego: $y_{(r^*+q)} - y_{(r^*)} \leq y_{(r+q)} - y_{(r)}$.

Niech n_{dig} oznacza liczbę cyfr znaczących służących do przedstawiania wartości z . Tolerancja numeryczna związana z tą wartością dana jest zależnością

$$\delta = \frac{1}{2} 10^e$$

gdy wartość wyrazimy jako $z = c \times 10^e$ (c liczba całkowita wyrażona n_{dig} cyframi).

Zalecana procedura postępowania:

- przyjmij n_{dig} jako małą liczbę całkowitą,
- przyjmij $M = \max(J, 10^4)$, gdzie $J \geq 100/(1-p)$ najmniejsza liczba całkowita,
- przyjmij $h = 1$ jako pierwszy krok postępowania,
- przeprowadź symulację Monte Carlo na próbie M wartości,
- używając M wartości otrzymanych z funkcji modelu pomiaru w postaci: y_1, \dots, y_M oblicz $y^{(h)}$ jako estymatę Y , $u(y^{(h)})$ jako niepewność standardową oraz dolną $y_{\text{low}}^{(h)}$ i górną $y_{\text{high}}^{(h)}$ granicę przedziału objęcia,
- jeżeli $h = 1$ to powiększ h o jeden i powtórz procedurę od kroku d),
- oblicz odchylenie standardowe s_y związane ze średnią estymat $y^{(1)}, \dots, y^{(h)}$ na podstawie

$$s_y^2 = \frac{1}{h(h-1)} \sum_{r=1}^h (y^{(r)} - y)^2, \quad \text{gdzie } y = \frac{1}{h} \sum_{r=1}^h y^{(r)}$$

- oblicz powyższe statystyki dla $u(y)$, y_{low} i y_{high} ,
- użyj wszystkich wartości funkcji modelu pomiaru $h \times M$ aby określić $u(y)$,
- oblicz tolerancję numeryczną δ związaną z $u(y)$,
- jeżeli któraś z wartości statystyk: $2s_y$, $2s_{u(y)}$, $2s_{y_{\text{low}}}$, $2s_{y_{\text{high}}}$ przekracza δ powiększ h o jeden i wróć do kroku d),
- stwierdziwszy, że wszystkie obliczenia są stabilne użyj wszystkich wartości funkcji modelu pomiaru ($h \times M$) aby wyznaczyć: y , $u(y)$ oraz $100p$ % przedział objęcia.

Walidacja obliczeń

Zalecany sposób postępowania:

- zastosowanie prawa propagacji niepewności w celu uzyskania $100p$ % przedziału objęcia: $y \pm U_p$ dla wielkości wyjściowej, gdzie p jest określonym prawdopodobieństwem (poziomym ufności),
- zastosowanie zalecanej procedury obliczeniowej dla metody Monte Carlo w celu otrzymania wartości niepewności standardowej $u(y)$ oraz granic y_{low} i y_{high} $100p$ % przedziału objęcia dla wielkości wyjściowej.

Następnie należy sprawdzić, czy otrzymane przedziały objęcia zgadzają się co do ustalonej tolerancji numerycznej δ . W tym celu oblicza się

$$d_{\text{low}} = |y - U_p - y_{\text{low}}|$$
$$d_{\text{high}} = |y + U_p - y_{\text{high}}|$$

jako bezwzględne wartości odpowiadające granicom przedziału. Jeżeli wartości te są nie większe niż δ to można uznać obliczenia wykonane na podstawie prawa propagacji niepewności za zwalidowane.

W celu walidacji obliczeń przy użyciu innych procedur numerycznych związanych z realizacją metody Monte Carlo zaleca się zmniejszenie tolerancji numerycznej do $\delta/5$.

Dokument ponadto zawiera:

- definicje wielu rozkładów prawdopodobieństwa dla wielkości wejściowych. Są nimi rozkłady: prostokątny, trójkątny, trapezowy (w tym krzywoliniowy), typu U, normalny, t -Studenta, wykładniczy i gamma, dla których podano funkcje gęstości prawdopodobieństwa i ich parametry: wartość oczekiwaną i wariancję,
- przykłady dotyczące różnych aspektów obliczeniowych, takich jak prosty model addytywny oraz związanych z wzorcowaniem: masy, miernika mocy mikrofalowej i płytki wzorcowej,
- opis próbkowania w postaci generatora liczb pseudolosowych dla rozkładu prostokątnego i normalnego.

Opracowanie powstało na podstawie dokumentu OIML G 1-101 Edition 2007 (E), zaakceptowanego przez Przewodniczącego Międzynarodowego Komitetu Metrologii Prawnej (CIML) w lipcu 2007 roku.

Paweł Fotowicz

Państwowy wzorzec jednostki miary gęstości

Pomiary gęstości

Gęstość (masy), zwana również masą właściwą, wyrażająca się stosunkiem masy ciała do jego objętości, jest podstawowym parametrem określającym naturę fizyczną gazów, cieczy i ciał stałych. Masa jest wielkością niezależną od warunków zewnętrznych, natomiast objętość, a więc i gęstość, zależy m.in. od temperatury i ciśnienia. Pomiary gęstości wykonuje się w wielu dziedzinach nauki i przemysłu w celu określenia właściwości materiałów, parametrów procesów technologicznych, ilości i jakości produktów, np. w przemyśle chemicznym, petrochemicznym, spirytusowym, farmaceutycznym, czy spożywczym.

Pomiary gęstości prowadzi się od czasów starożytnych (Archimedes sformułował i zastosował w praktyce swoje słynne prawo w III w. p.n.e). Stare metody pomiaru gęstości ciał stałych, gazów i cieczy są doskonałe, a wraz z postępem technologicznym powstają nowe. Można je dzielić według rodzajów zjawisk fizycznych, na jakich są oparte, dokładności czy zastosowań. Metody najczęściej spotykane i odgrywające istotną rolę w metrologii oparte są głównie na pomiarach masy i objętości (tzw. definicyjne) i prawie Archimedesesa.

Metodami definicyjnymi wykonuje się pomiary zarówno o bardzo wysokich, jak i o niewielkich dokładnościach (np. monokrystalicznych kul krzemowych do redefinicji kilograma i gęstości nasypowej w naczyniach o określonej objętości). Powszechnie stosowane są piknometry – szklane lub metalowe naczynia o określonej pojemności (od kilku do ok. tysiąca ml).

Metody oparte na prawie Archimedesesa to przede wszystkim ważenie hydrostatyczne, metoda flotacyjna i areometryczna. Metoda ważenia hydrostatycznego polega na ważeniu ciała stałego o znanej gęstości w powietrzu, a następnie w badanej cieczy albo na ważeniu badanego ciała stałego w powietrzu, a następnie w cieczy o znanej gęstości. Wzorcowe stanowiska ważenia hydrostatycznego służą do przekazywania jednostki miary gęstości. W pomiarach użytkowych stosuje się tzw. wagi hydrostatyczne lub przystawki do wag analitycznych. Metoda flotacyjna polega na doprowadzeniu do stanu równowagi hydrodynamicznej (flotacji) próbki zanurzonej w cieczy o zbliżonej gęstości, poprzez zmiany temperatury lub ciśnienia tej cieczy. Rzadziej stosuje się kolumny gradientowe, w których wytwarza się pionowy, liniowy gradient gęstości cieczy i obserwuje poziom zanurzenia badanego próbki (ciała stałego lub cieczy). Przydatne są zwłaszcza przy wyznaczaniu małych różnic gęstości lub przy bardzo małych ilościach badanej substancji.

Areometry, czyli swobodne pływaki, zanurzone w badanej cieczy, wywzorcowane w jednostkach miary gęstości lub innej związanej z nią jednoznacznie wielkości (np. alkoholomierze), wciąż należą do najtańszych i najbardziej rozpowszechnionych przyrządów pomiarowych. Działanie, wynalezionych w połowie ubiegłego wieku, gęstościomierzy oscylacyjnych polega na pomiarze częstotliwości drgań oscylatora o stałej pojemności napełnianego badaną cieczą albo oscylatora zanurzonego w tej cieczy. Przyrządy te stosuje się w pracach naukowo-badawczych (np. do pomiarów niewielkich próbek cieczy z wysoką dokładnością), jak również w laboratoriach i zakładach przemysłowych (np. w rafineriach naftowych).

Ostatnio intensywnie rozwija się metodę pływaka magnetycznego, polegającą na kompensacji wyporności całkowicie zanurzonego pływaka o rdzeniu ferromagnetycznym za pomocą elektromagnesu, który może być połączony z wagą. Metoda ta znajduje zastosowanie przy badaniu właściwości substancji w szerokim zakresie temperatury i ciśnienia. W pomiarach gęstości stosuje się też materiały odniesienia, zwłaszcza ciekłe, odgrywające istotną rolę przy wzorcowaniu przyrządów pomiarowych, szczególnie gęstościomierzy oscylacyjnych.

Współczesne wzorce jednostki miary gęstości

Wzorcami jednostki miary gęstości są obecnie ciała stałe, wykonane z monokryształów krzemu, stopionej krzemionki, germanu, zeroduru i szkła ULE (materiałów szklano-ceramicznych o niskim współczynniku cieplnej rozszerzalności objętościowej) lub węgla wolframu. Są to ciała o dobrze znanej termicznej rozszerzalności, wysokiej chemicznej i fizycznej odporności i stabilności, o prostym i możliwie idealnym geometrycznym kształcie (kule, sześciiany lub cylindry o najmniejszym stosunku pola powierzchni do objętości), gładkich lub precyzyjnie wypolerowanych powierzchniach. Głównymi zaletami tych wzorców są: stabilność, jednorodność, łatwość kalibracji, transportu i prowadzenia wzajemnych międzynarodowych porównań. Jako wzorce stałe niższych rzędów stosuje się również pływaki szklane i kwarcowe, które mogą być częściowo wypełnione rtęcią lub innym materiałem obciążającym.

Gęstość wzorców o regularnych kształtach można wyznaczyć metodą absolutną, przez pomiary objętości i masy, których wyniki są powiązane z podstawowymi jednostkami miary międzynarodowego układu SI. Początkowo stosowano wzorce w postaci sześcianu albo cylindra, których objętość wyznaczano poprzez interferometryczne pomiary odległości między przeciwległymi ścianami. Jednakże nawet niewielkie uszkodzenia krawędzi i wierzchołków znacznie zwiększały niepewność pomiaru. Zaczęto więc stosować kule, znacznie mniej podatne na uszkodzenia.

Kule z monokryształu krzemu wykonano w latach siedemdziesiątych XX w celu wyznaczenia stałej Avogadra N_A (liczby atomów w jednym molu substancji). Krzem ma strukturę krystaliczną diamentu (regularna sieć z ośmioma atomami w jednej komórce). Stałą Avogadra $N_A = 8 \cdot M / (\rho \cdot a^3)$ obliczono na podstawie pomiarów przeprowadzonych tzw. metodą XRCD (x-ray crystal density method), obejmującą pomiary stałej sieciowej a (za pomocą rentgenowskiego interferometru skaningowego), gęstości ρ i masy molowej M (za pomocą spektrometru masowego). Gęstość kul krzemowych określono wówczas metodą ważenia hydrostatycznego w cieczy organicznej, stosując jako wzorce kule stalowe, których objętość wyznaczono na podstawie pomiarów wielu średnic za pomocą interferometru optycznego.

Dzięki nowym technikom polerowania, opracowanym przez australijski instytut CSIRO, wykonano kule z monokryształu krzemu o bardzo wysokiej czystości i określonym składzie izotopowym, o masie zbliżonej do 1 kg, o niemal idealnym kształcie. Pozwoliło to na zmniejszenie niepewności pomiaru objętości i odniesienie wartości gęstości kul bezpośrednio do wzorców masy i długości. Wiele krajowych instytutów metrologicznych (NMI) posiada takie kule jako pierwotne wzorce gęstości. W ostatnich latach kule te wytwarza się i wykorzystuje się w tzw. projekcie Avogadro, mającym na celu redefinicję kilograma, jedynej podstawowej jednostki SI, określonej przez wzorzec materialny – międzynarodowy prototyp kilograma, przechowywany w Sèvres. Konkurencyjny projekt – wagi prądowej, wyko-

rzystuje precyzyjne pomiary napięcia i oporu elektrycznego, oparte o zjawisko Josephaona i kwantowy efekt Halla. Zakłada się, że w ciągu kilku najbliższych lat wyniki realizacji obu projektów będą na tyle zgodne, że pozwoli to na przyjęcie nowej definicji kilograma i być może innych podstawowych wielkości fizycznych.

W 2006 roku wyprodukowano w Rosji monokryształ z ultraczystego izotopu krzemu ^{28}Si (99,994 %), o długości ok. 800 mm i masie ok. 6 kg, z którego obecnie wykonuje się kilogramowe kule. Za pomocą tych kul możliwe będzie znacznie dokładniejsze wyznaczenie liczby Avogadra, z niepewnością względną rzędu 10^{-8} . W tym celu utworzono międzynarodową grupę roboczą, złożoną z ośmiu instytutów metrologicznych pod przewodnictwem niemieckiego PTB. Mniejsze próbki posłużą do badania pozostałych właściwości, takich jak obecność atomów innych pierwiastków, skład izotopowy, struktura sieci krystalicznej.

Masę kul krzemowych wyznacza się za pomocą wag-komparatorów, o konstrukcji dostosowanej do pomiaru kul o objętości kilkakrotnie większej od objętości platynowo-irydowych czy stalowych wzorców masy. Pomiary prowadzi się w próżni i w powietrzu. Przy ważeniu w powietrzu należy uwzględnić różnicę wyporu, z jakim działa ono na wzorce o różnej objętości. W kilku NMI skonstruowano tzw. ciała aerostatyczne – zestaw 1 kg stalowych artefaktów, o niemal identycznej powierzchni i dużej różnicy objętości. Ważenie w komparatorach próżniowych pozwala pominąć wpływ gęstości powietrza i oszacować zmiany masy związane z właściwościami powierzchni kuli, która się utlenia i adsorbuje zanieczyszczenia (woda, węglowodory). Grubość warstwy tlenków krzemu, wpływającą nie tylko na gęstość kuli, ale i na wyniki interferometrycznych pomiarów jej średnicy, określa się m.in. za pomocą elipsometrii i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), z dokładnością do dziesiątych części nm. Do oceny adsorpcji wody na powierzchni kul zaproponowano użycie artefaktów o niemal identycznej objętości i dużej różnicy powierzchni. Niepewność wyznaczenia masy kul krzemowych jest rzędu kilkunastu μg .

Do określenia objętości kul służą interferometry optyczne przystosowane do pomiaru kul o średnicy 94 mm, w próżni, którymi obecnie dysponują tylko cztery instytuty metrologiczne na świecie. Każdy z przyrządów ma nieco inną konstrukcję, ale uzyskiwane wyniki są spójne. Średnice kul wyznacza się z niepewnością ok. 1 nm, co odpowiada względnej niepewności objętości $3 \cdot 10^{-8}$. W wyniku pomiarów otrzymuje się także dokładną „mapę” powierzchni kuli (nierówności do kilkudziesięciu nm występują ze względu na krystaliczną strukturę krzemu). W celu obniżenia niepewności pomiaru objętości do $1 \cdot 10^{-8}$, prowadzi się obecnie prace nad zmniejszeniem wpływu rozszerzalności cieplnej (pomiary temperatury), doskonaleniem interferometrii optycznej (jakości czół falowych, technik stabilizacji układów laserowych) oraz analizą warstwy powierzchniowej. Wyznaczona w wyżej opisany sposób wartość gęstości kul krzemowych – wzorców pierwotnych, przekazywana jest ciekłym i stałym wzorcom niższych rzędów za pomocą metody flotacji ciśnieniowej lub ważenia hydrostatycznego.

Flotacja ciśnieniowa jest obecnie najdokładniejszą metodą porównań wzorców stałych o zbliżonych gęstościach, pozwalającą na wyznaczenie różnicy gęstości z niepewnością względną rzędu 10^{-8} . Stanowiska pomiarowe zbudowano w dwóch instytutach metrologicznych, w PTB w Niemczech i NMIJ w Japonii. Wzorce zanurzone są w cieczy o ustalonym składzie (przy pomiarach krzemu jest to mieszanina tribromopropanu i dibromoetanu), termostatyzowanej ze stabilnością rzędu setnych mK. Współczynniki ściśliwości i rozszerzalności cieplnej cieczy można wyznaczyć za pomocą wzorców pierwotnych o znanych

gęstościach. Zmiany ciśnienia realizuje się poprzez zmiany wysokości słupa cieczy w dodatkowym naczyniu, do momentu uzyskania flotacji, tj. stanu, w którym wzorzec unosi się w cieczy nie zmieniając swojego położenia. Metodę wykorzystuje się do porównań wzorców pierwotnych z niepewnością względną mniejszą a niż 10^{-6} , do wyznaczania wartości gęstości innych wzorców, w tym państwowych, do określania różnic gęstości wynikających z niejednorodności, składu izotopowego, defektów czy zanieczyszczeń sieci krystalicznej (badania półprzewodników i kul do projektu Avogadro). Gęstość małych próbek można określić z nieosiągalną innymi metodami niepewnością rzędu 10^{-6} .

Metodą ważenia hydrostatycznego przekazuje się jednostkę miary gęstości zarówno ciałom stałym, jak i cieczom. Nowoczesne stanowiska są zautomatyzowane i ograniczają udział operatora w pomiarach do niezbędnego minimum. Pomiarów ciał stałych wykonuje się najczęściej w wodzie, n-nonanie, tri- lub pentadekanie. Stosuje się różne systemy zawieszek hydrostatycznych i wielopozycyjne szalki w celu bezpośredniego porównania mierzonych obiektów i wyeliminowania wpływu gradientu gęstości w cieczy, związanego z gradientem temperatury i grawitacji. Niepewność zależy od masy i gęstości, dla 1 kg kul krzemowych jest rzędu 10^{-7} . Do wyznaczania gęstości cieczy stosuje się zazwyczaj wzorce krzemowe. Metodą ważenia hydrostatycznego wyznaczono wartości gęstości wody i rtęci, naturalnych, a do niedawna podstawowych ciekłych wzorców w densymetrii.

Pierwsze absolutne pomiary wody wykonano już pod koniec XIX wieku w BIPM (Międzynarodowe Biuro Miar w Paryżu). W latach 60-tych XX wieku wprowadzono pojęcie tzw. SMOW (Standard Mean Ocean Water), czyli wody o określonym składzie izotopowym. Pod koniec XX wieku w CSIRO w Australii i NMIJ w Japonii wykonano pomiary SMOW za pomocą kul ze szkła ULE i stopionego kwarcu dla zakresu temperatury od $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dla szerokiego zakresu temperatury i ciśnienia dane odniesienia określa zależność podana przez IAPWS (Międzynarodowe Stowarzyszenie do Spraw Wody i Pary Wodnej). Zależność IAPWS-95 może być stosowana dla zakresu temperatur od $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Stosuje się również zależność podaną przez Kella w 1977 r. i dostosowaną do międzynarodowej skali temperatury ITS-90. Obecnie prowadzi się pomiary gęstości wody metodą pływaka magnetycznego w PTB w Niemczech.

Gęstość rtęci, wykorzystywanej m.in. przy odtwarzaniu jednostki miary ciśnienia, napięcia, do wzorcowania piknometrów i małych naczyń miarowych, wyznaczono metodą ważenia hydrostatycznego za pomocą sześcianu z węgliku wolframu oraz piknomtru ze stopionego kwarcu o kształcie sześcianu. Obecnie w PTB w Niemczech i NMIJ w Japonii prowadzi się pomiary gęstości rtęci za pomocą kul wykonanych z tantalu, o masie 1 kg i gęstości wyznaczonej w odniesieniu do kul krzemowych.

Dane odniesienia mogą być stosowane tylko dla wody i rtęci o odpowiedniej czystości. Przy dokładnych pomiarach stosuje się wodę oczyszczoną metodą dejonizacji i odwróconej osmozy, sporządzoną bezpośrednio przed użyciem, o określonej przewodności właściwej oraz rtęć oczyszczoną przez wytrząsanie z rozcieńczonym kwasem azotowym i następnie potrójnie przedestylowaną. Przy najdokładniejszych porównaniach określa się również skład izotopowy wody. W pomiarach o większej niepewności można stosować wodę redestylowaną, odgazowaną bezpośrednio przed użyciem.

Wtórnyimi wzorcami ciekłymi (ciekłymi materiałami odniesienia) są najczęściej substancje organiczne – węglowodory alifatyczne i aromatyczne, odtwarzające wartości gęstości w określonym przedziale temperatur, najczęściej: $(15 \div 50)\text{ }^{\circ}\text{C}$. Stosuje się również oleje

mineralne, mieszaniny alkoholu etylowego i wody, roztwory sacharozy. Ciekłe materiały odniesienia są rozprowadzane przez coraz większą liczbę firm, nie tylko krajowych instytutów metrologicznych, ale również instytucji międzynarodowych. Ze względu na rosnące wymagania użytkowników, do ich wytwarzania stosuje się coraz dokładniejsze metody, pozwalające na uzyskanie mniejszych niepewności.

Wzorcem gazowym, stosowanym w pomiarach gęstości (gęstościomierze oscylacyjne, uwzględnianie waporu powietrza), jest powietrze. Jego gęstość w zakresie temperatur: $(15 \div 27) \text{ }^\circ\text{C}$ oblicza się na podstawie zależności podanej przez BIMP oraz pomiaru temperatury, ciśnienia, wilgotności i zawartości CO_2 w powietrzu. Przy pomiarach o mniejszej dokładności albo dla temperatur odbiegających znacznie od podanego zakresu, można korzystać z uproszczonych zależności, np. z równania gazu doskonałego albo przyjmować standardową wartość $1,2 \text{ kg/m}^3$.

Państwowy wzorzec jednostki miary gęstości

Główny Urząd Miar posiada państwowy wzorzec, który przekazuje jednostkę miary gęstości wzorcom stałym i ciekłym niższych rzędów na stanowisku ważenia hydrostatycznego, służącego również do wyznaczania gęstości cieczy i ciał stałych oraz do wzorcowania areometrów kontrolnych.

Laboratorium Gęstości dysponuje państwowymi wzorcami od ponad ćwierćwiecza. W 1983 r. świadectwa etalonu otrzymały dwa stanowiska: jednostki gęstości cieczy i jed-



Wzorzec gęstości WASO 9.2

stości ciała stałego. W latach dziewięćdziesiątych u zostały zastąpione monokryształem krzemu 2 w kształcie prostopadłościanu o wymiarach $39 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ i masie ok. 153 g . Jego gęznaczana była dwukrotnie wobec wzorców PTB: ważenia hydrostatycznego wobec sześcianów ru C1 i C2 w 1985 r. oraz metodą flotacji ciśnienobec kuli krzemowej Si-1 (wzorca pierwotnego) WASO 9.2 został uznany za wzorzec państwowy. Jego gęstość w temperaturze $20 \text{ }^\circ\text{C}$ i przy ciśnieniu 25 Pa wynosi: $(2,3290889 \pm 0,0000020) \text{ g/cm}^3$, o niepewności 95% ($k = 2$).

2003 r. zakupiono wykonaną z monokryształu kulę SILO2, o masie ok. 1 kg , a dokładnie: $(0,99730841 \pm 0,00000030) \text{ kg}$ i średnicy ok. $93,6 \text{ mm}$, która została wyzorcowana metodą flotacji ciśnieniowej wobec wzorców pierwotnych PTB. Gęstość kuli SILO2 w temperaturze $20 \text{ }^\circ\text{C}$ i przy ciśnieniu 101325 Pa wynosi: $(2,32911453 \pm 0,00000152) \text{ g/cm}^3$, przy poziomie niepewności 95% ($k = 2$). Laboratorium Gęstości posiada też kilka krzemowych wzorców roboczych.

Jednostkę miary gęstości przekazuje się na stanowisku ważenia hydrostatycznego. Mieści się ono w klimatyzowanym pokoju w piwnicy, na betonowym postumencie niezwiązanym z budynkiem. Na konsoli z labradorytu, leżącej na czterech granitowych kolumnach, stoi waga-komparator AT1005. Pod konsolą, w termostacie TV7000 (o pojemności 70 dm^3), stojącym na podnośniku hydraulicznym, umieszcza się cylinder szklany (o pojemności



zane w głębi hydrostatycz-
1 dm³). Pod
e zawieszenie
a albo jedno-
nsolą umiesz-
nicznie urzą-
w lub próbek.
się nonan lub
czy mierzy się
mieszczonych
owych współ-
lub MKT 25.
i przyrządów
dowiskowych
pracowanych
ch porównań
i EUROMET

drostatyczne-
Są to przyrzą-

dy o najwyższej osiągalnej obecnie dokładności. Stosuje się głównie do wzorcowania innych przyrządów do pomiaru gęstości oraz do wytwarzania certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM), które odgrywają coraz większą rolę w związku z rosnącą liczbą przyrządów elektronicznych. Certyfikowane materiały odniesienia Laboratorium Gęstości Głównego Urzędu Miar wytwarza od kilkudziesięciu lat (katalog CRM dostępny na stronie internetowej GUM). Ich charakterystyki metrologiczne wyznaczone na wzorcowych stanowiskach pomiarowych z niepewnością uwzględniają stabilność wzorców w deklarowanym okresie ważności (zazwyczaj 1 rok). CRM rozprowadzane są w szklanych ampułkach. Ponadto Laboratorium dysponuje (rzadko dziś wykorzystywanymi) piknometrami kwarcowymi z szyjką kapilarną, o pojemnościach 50 cm³ i 10 cm³ oraz areometrami wzorcowymi (w tym kompletem alkoholomierzy).

Podsumowując, można stwierdzić, że posiadanie państwowego wzorca jednostki miary gęstości pozwala na powiązanie z międzynarodowym układem jednostek miar i wielkości SI, zapewnienie spójności z innymi wzorcami państwowymi zgodnie z porozumieniem o wzajemnym uznawaniu (MRA) Międzynarodowego Komitetu Miar i Wąg (CIPM), udział w porównaniach międzynarodowych, zapewniających ostateczną walidację deklarowanych możliwości pomiarowych (baza danych KCDB BIPM, zawierająca informacje o porównaniach oraz o możliwościach pomiarowych i zakresie usług krajowych instytutów metrologicznych) oraz prowadzenie pomiarów z zadeklarowaną i potwierdzoną niepewnością w okresie między kolejnymi porównaniami.

Elżbieta Lenard

CENTRUM METROLOGII CHEMICZNEJ

Forum współpracy polskich instytucji w zakresie edukacji metrologicznej



CENTRUM METROLOGII CHEMICZNEJ jest jednostką działającą przy Wydziale Chemii Uniwersytetu Warszawskiego utworzoną przy współpracy z Głównym Urzędem Miar oraz Polskim Centrum Akredytacji.

Podstawowym celem Centrum Metrologii Chemicznej jest edukacja i upowszechnianie wiedzy w zakresie metrologii chemicznej zgodnie z aktualnie obowiązującymi dokumentami międzynarodowymi, między innymi normą ISO/IEC 17025 oraz odnośnymi dokumentami EA i ILAC.

Potrzeba ustawicznego kształcenia

Dynamiczny rozwój wielu dziedzin powoduje, że niezmiernie ważnym elementem działalności współczesnego człowieka jest konieczność ustawicznego kształcenia. Dotyczy to przede wszystkim osób czynnych zawodowo, ale również jest coraz częściej ważne dla tych, którzy zakończyli swoją aktywność zawodową. Z tego powodu organizacje edukacyjne, w tym wyższe uczelnie odgrywające istotną rolę na rynku edukacyjnym powinny dostosowywać swoją ofertę do zmieniających się wymagań. W związku z tym, dużym wyzwaniem dla środowiska akademickiego jest rozszerzenie oferty edukacyjnej tak, aby spełniała wymagania współczesnego rynku pracy i przyciągała tych, którzy poszukują możliwości podniesienia swoich kwalifikacji. Z założenia zmiany programowe studiów dziennych są stosunkowo powolne, przede wszystkim z powodów formalnych. Wszelkie zmiany programu muszą być akceptowane kolejno na poziomie Wydziału, Uczelni a potem Ministerstwa. Drugim, równie ważnym aspektem jest to, że studia dzienne z założenia muszą oferować program w dużym stopniu tradycyjny, uwzględniający zagadnienia podstawowe, bez których trudno jest wykładać przedmioty na wyższym zaawansowanym poziomie. W związku z czym konieczne jest znalezienie takiego 'medium edukacyjnego', które mogłoby szybko reagować na powstające potrzeby edukacyjne. Mocną stroną środowiska akademickiego jest duże doświadczenie dydaktyczne oraz możliwość korzystania z gotowej infrastruktury, która obejmuje wykształconą kadrę oraz pomieszczenia, często wyposażone w bardzo nowoczesne środki audiowizualne. W związku z tym wydaje się, że najlepszą formą wprowadzania nowej oferty edukacyjnej na wyższej uczelni są studia podyplomowe, które z założenia są studiami specjalistycznymi, co oznacza, że program studium może obejmować wybrany obszar wiedzy.

W ostatnich latach, czynnikiem wpływającym na rozwoju chemii analitycznej jest wzrost znaczenia wyników pomiarów chemicznych w wielu dziedzinach gospodarczej

i społecznej działalności człowieka. Podejmowanie decyzji administracyjnych lub prawnych bardzo często wymaga znajomości cech danego obiektu, na przykład składu chemicznego wody do picia, powietrza, leku czy dostępnego na rynku produktu spożywczego. Do najważniejszych decyzji w tym zakresie zaliczamy między innymi decyzje ekonomiczne, społeczne oraz polityczne, często o znaczeniu nie tylko lokalnym. Nie trzeba nikogo przekonywać, że decyzje podjęte na podstawie błędnych wyników są niezmiernie kosztowne, co oznacza, że nie warto ograniczać wysiłków i kosztów koniecznych do uzyskania poprawnych, a tym samym wiarygodnych wyników. To z kolei powoduje konieczność wprowadzenia takiego systemu, który zapewniłby otrzymywanie poprawnych i godnych zaufania wyników pomiarów chemicznych w laboratoriach analitycznych. Jednym z mechanizmów stosowanych w tym zakresie w krajach cywilizowanych jest wprowadzanie w chemicznych laboratoriach pomiarowych systemów zarządzania jakością, co z kolei powinno być potwierdzane poprzez akredytację laboratorium.

Obecnie pracownikami laboratoriów chemicznych są nie tylko chemicy o specjalności analitycznej, ale również biolodzy, geografowie, rolnicy, geolodzy tak, aby wymienić te najczęściej spotykane specjalności. Zdarza się w związku z tym stosunkowo często, że nie dysponują oni dostateczną wiedzą wymaganą przez zasady dobrej praktyki laboratoryjnej. Z tego powodu konieczne było wprowadzenie takich mechanizmów, które zagwarantują odpowiednią jakość wyników w każdym laboratorium chemicznym. Podejmowane w ostatnich latach działania są związane przede wszystkim z wdrażaniem wymagań międzynarodowej normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005, gdzie do najważniejszych zalicza się walidację procedury pomiarowej, wyznaczenie niepewności wyniku uzyskanego za pomocą tej procedury oraz zapewnienie jego spójności pomiarowej. Te trzy elementy, walidacja, niepewność oraz spójność pomiarowa, stanowiące podstawę uzyskiwania wiarygodnych wyników wynikają bezpośrednio z podstawowych zasad metrologicznych.

Analizując komentarze absolwentów Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego na temat satysfakcji z otrzymanego wykształcenia stwierdziliśmy, że większość z ankietowanych była zadowolona lub bardzo zadowolona. Natomiast najczęściej wymienianym przez absolwentów brakującym elementem wykształcenia były aspekty prawne związane z pracą i odpowiedzialnością chemika, przede wszystkim umiejętność korzystania z międzynarodowych norm prawnych oraz umiejętność stosowania systemów zarządzania. W zakresie pomiarów chemicznych zagadnienia prawne to przede wszystkim obszar metrologii, czyli nauki o pomiarach. Porównanie podnoszonych przez ankietowane osoby brakujących aspektów wykształcenia i realizowanego na Wydziale Chemii UW programu studiów, potwierdziło brak przedmiotów obejmujących zagadnienia prawne i zasady metrologii chemicznej, czyli tych wymaganych przez pracodawców. Z tego powodu stwierdzono, że nasi absolwenci nie dysponują pełną wiedzą umożliwiającą swobodne poruszanie się na rynku pracy. Analiza programów studiów realizowanych na wydziałach chemicznych innych uczelni potwierdziła, że jest to problem ogólnopolski, co oznacza, że specjalistyczna wiedza w zakresie metrologii chemicznej może być polem działalności edukacyjnej. Niezmiernie motywującym zbiegiem okoliczności było to, iż w roku 2001 pracownicy Zakładu Chemii Nieorganicznej i Analitycznej naszego wydziału zostali zaproszeni do współpracy w ramach europejskiego projektu badawczego TrainMiC. Nazwa projektu jest akronimem od angielskiej nazwy „Training in Metrology in Chemistry”. Projekt został zainicjowany przez Instytut Pomiarów i Materiałów Odniesienia (IRMM: *Institute for Reference Material*

and Measurements) działający w ramach Wspólnotowego Centrum Badawczego Komisji Europejskiej. Misją instytutu IRMM jest budowa infrastruktury oraz szerzenie wiedzy w zakresie metrologii chemicznej, czyli właśnie w obszarze naszych zainteresowań edukacyjnych. Podstawowym zadaniem projektu TrainMiC było opracowanie standardowego programu wykładów dla dwudniowych warsztatów lub kursu szkoleniowego w zakresie metrologii chemicznej. Projekt był realizowany przez międzynarodową grupę ekspertów i został wprowadzony nie tylko w Polsce, ale również w innych krajach europejskich: Austrii, Bułgarii, Chorwacji, Estonii, Finlandii, Niemczech, Grecji, Portugalii, Republice Czeskiej, Rumunii, Serbii, Słowenii, Szwecji. W Polsce projekt jest realizowany w ramach działalności Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego (UW). Kilukrotnie organizowane dwudniowe warsztaty spotkały się bardzo dużym zainteresowaniem wśród polskich chemików analityków, a uczestnikami kursów byli przede wszystkim pracownicy laboratoriów chemicznych, w tym nasi absolwenci. Poza bardzo pozytywnymi komentarzami, powtarzającą się często uwagą uczestników była prośba o możliwość uczestniczenia w szkoleniach obejmujących bardziej szczegółowe potraktowanie omawianych zagadnień i wprowadzenie zajęć praktycznych, pozwalających na sprawdzenie nabytych umiejętności poprzez realizację ćwiczeń na konkretnych przykładach.

Pierwszym efektem wynikającym z doświadczeń przy realizacji projektu TrainMiC było wprowadzenie do programu studiów Wydziału Chemii UW wykładu monograficznego połączonego z zajęciami laboratoryjnymi. Pomysł ten okazał się dużym sukcesem, zainteresowanie studentów przeszło nasze oczekiwania. To doświadczenie pozwoliło nam przypuszczać, że być może uda nam się opracować program nauczania na zaawansowanym poziomie również dla osób, które już ukończyły studia i chciałyby poszerzyć swoją wiedzę. Tak powstał pomysł na nową działalność **Poddyplomowe Studia Metrologii Chemicznej**, a to uświadomiło nam, że w tym przypadku niezbędna jest ścisła współpraca z tymi instytucjami w Polsce, które odgrywają kluczową rolę w infrastrukturze metrologicznej.

Powołanie CENTRUM METROLOGII CHEMICZNEJ (CMCh)

Ważnym etapem było nadanie opisywanym działaniom ram formalnych i stąd powstał pomysł powołania Centrum Metrologii Chemicznej (CMCh) przy Wydziale Chemii UW. Dziekan Wydziału Chemii przekonał Radę Wydziału do zasadności powołania takiego ciała, a po aprobacie Rady Wydziału powołał pełnomocnika ds. CMCh.

Podstawowym zadaniem związanym z utworzeniem CMCh było nawiązanie kontaktu i współpracy z najważniejszymi instytucjami bezpośrednio związanymi z funkcjonowaniem infrastruktury metrologicznej w Polsce, czyli z Głównym Urzędem Miar i Polskim Centrum Akredytacji.

Pierwsze oficjalne spotkanie założycielskie zostało zwołane przez Dziekana Wydziału Chemii UW w czerwcu 2003 roku. Na to spotkanie zostali zaproszeni przedstawiciele najwyższych władz Głównego Urzędu Miar oraz Polskiego Centrum Akredytacji. Poza tym udało się zaprosić szefa projektu TrainMiC, jednocześnie przedstawiciela Europejskiego Instytutu Miar (IRMM) oraz kierownika działu pomiarów chemicznych w Międzynarodowym Biurze Miar (BIPM). Udział przedstawicieli najważniejszych instytucji polskich i międzynarodowych był decydującym kryterium potwierdzającym zasadność podejmowanej inicjatywy. W czasie spotkania każda ze stron przedstawiła krótkie wystąpienie na temat roli danej in-

stytucji w budowaniu infrastruktury metrologicznej oraz odniosła się do potrzeb w zakresie edukacji w tej dziedzinie. Ostatnim etapem spotkania było uzyskanie aprobaty wszystkich obecnych stron na powołanie Centrum Metrologii Chemicznej. W ramach dyskusji uznano, że najważniejszym działaniem Centrum powinno być tworzenie i wspieranie różnorodnej oferty edukacyjnej, z tym że uczestnicy zgodzili się, że najważniejszym działaniem powinno być uruchomienie pierwszych w Polsce studiów podyplomowych w tym zakresie.

Członkowie nowo utworzonej Rady Centrum, przedstawiciele wyżej wymienionych instytucji zaproponowali również, aby do Rady Centrum powołać przedstawicieli wybranych instytutów naukowych zajmujących się pomiarami chemicznymi. W związku z tym do współpracy zaproszono przedstawicieli Instytutu Chemii i Techniki Jądrowej, Państwowego Instytutu Geologicznego oraz stowarzyszenia REFMAT.

Aktualnie Centrum Metrologii Chemicznej tworzą następujące instytucje:

- założyciele Centrum Metrologii Chemicznej: Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, Główny Urząd Miar, Polskie Centrum Akredytacji, European Commission – Joint Research Centre Institute for Reference Materials and Measurements (EC-JRC IRMM), Bureau International des Poids et Mesures (BIPM).
- instytucje aktywnie współpracujące z Centrum Metrologii Chemicznej w zakresie organizacyjnym i merytorycznym: Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, Państwowy Instytut Geologiczny, Stowarzyszenie REFMAT.

Informacje o działalności **Centrum Metrologii Chemicznej** oraz o **Studium Podyplomowym Metrologii Chemicznej** są dostępne na stronie domowej Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego www.chem.uw.edu.pl/metrologia.

Utworzenie studium podyplomowego metrologii chemicznej

Najważniejszym osiągnięciem CMCh jest uruchomienie pierwszych w Europie studiów podyplomowych dla osób zawodowo związanych z pomiarami chemicznymi i z ich interpretacją. Tematyka oraz forma poszczególnych zajęć zostały tak dobrane, aby przybliżyć słuchaczom podstawowe zagadnienia związane z wykorzystywaniem zasad metrologii w pomiarach chemicznych. Szczególną uwagę poświęcono zagadnieniom walidacji metod pomiarowych, szacowaniu niepewności oraz zapewnieniu spójności pomiarów chemicznych. Dużo miejsca poświęcono również wymaganiom normy ISO/IEC 17025. W ramach zajęć uczestnicy poznają podstawy metod statystycznych oraz uczestniczą w zajęciach komputerowych poświęconych liczeniu niepewności.

Podstawy prawne

Studium Podyplomowe Metrologii Chemicznej, uruchomione przy Wydziale Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, przy współpracy z Głównym Urzędem Miar oraz Polskim Centrum Akredytacji, działa zgodnie z następującymi aktami prawnymi:

1. Uchwała Senatu UW, nr 145 z dnia 19 kwietnia 2003 roku, w sprawie utworzenia studiów podyplomowych w zakresie metrologii chemicznej na Wydziale Chemii;
2. Regulamin Studiów w Uniwersytecie Warszawskim z dnia 20 maja 1992 roku, z późniejszymi zmianami;

3. Zarządzenie Rektora UW, nr 3 z dnia 19 marca 2003 roku, w sprawie pobierania opłat za zajęcia dydaktyczne na studiach dziennych, zaocznych, wieczorowych, eksternistycznych oraz studiach podyplomowych i innych formach kształcenia;
4. Ustawa o szkolnictwie wyższym z dnia 12 września 1992 roku, z późniejszymi zmianami.

Organizacja zajęć

- Studia Podyplomowe w zakresie Metrologii Chemicznej trwają dwa semestry i obejmują 160 godzin zajęć dydaktycznych: wykładów, seminariów.
- Zajęcia odbywają się w soboty i niedziele, w ciągu 12 sesji dydaktycznych. Większość zajęć odbywa się w gmachu Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego. Wybrane zajęcia odbywają się w laboratoriach Głównego Urzędu Miar.
- Poszczególne przedmioty kończą się zaliczeniem, co oznacza wpis do indeksu potwierdzający aktywne uczestnictwo w danych zajęciach.
- Końcowym etapem jest przygotowanie pracy dyplomowej pod kierunkiem wybranego przez każdego uczestnika wykładowcy.

Prof. Ewa Bulska

Kierownik Centrum Metrologii Chemicznej
Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego

Tematyka zajęć realizowanych w trakcie rocznym studiów podyplomowych metrologii chemicznej

Zasady metrologii	Podstawowe definicje; historia metrologii; zasady metrologii w pomiarach fizycznych i chemicznych; jednostki miar; infrastruktura oraz organizacje metrologiczne na poziomie narodowym i międzynarodowym. System norm i aktów normatywnych
Wymagania normy ISO/IEC 17025	Historia systemów jakości w pomiarach chemicznych; wymagania normy ISO/IEC 17025; akredytacja laboratoriów – wymagania i procedury; techniki auditowania
Spójność pomiarów chemicznych	Definicje; hierarchia wzorców; świadectwa wzorcowania; kalibrowanie przyrządów pomiarowych; wzorce chemiczne; certyfikowane materiały odniesienia
Walidacja metod pomiarowych	Zasady walidacji; parametry oceny procedury pomiarowej (granica wykrywalności, zakres, odporność, dokładność, niepewność); kryteria doboru parametrów walidacji; raport walidacyjny; dobór procedury do potrzeb i wymagań
Niepewność pomiarów	Podstawowe definicje (np. niepewność standardowa, złożona, rozszerzona); sposoby szacowania niepewności (typ A i B); równanie modelowe; parametry wyjściowe.
Elementy statystyki	Wprowadzenie do statystyki: wartość średnia; odchylenie standardowe; poziom ufności; prawo propagacji; rozkłady statystyczne
Certyfikowane materiały odniesienia	Definicje; substancje wzorcowe; roztwory matrycowe; dobór materiałów odniesienia; wymagania stawiane producentom; zasady wykorzystania materiałów odniesienia do kalibracji, walidacji i do zapewnienia spójności pomiarowej
Porównania międzylaboratoryjne	Rodzaje i cele porównań międzylaboratoryjnych; badania biegłości; wartości odniesienia; wskaźniki oceny laboratoriów: parametr Z oraz En; działania korygujące

Kongres Metrologii 2007

W dniach 9–13 września w Akademii Górniczo-Hutniczej odbyła się bez wątpienia najważniejsza krajowa konferencja metrologiczna – Kongres Metrologii 2007. Kongresy Metrologii odbywają się w cyklu trzyletnim. Po kolejnych Kongresach, które zostały zorganizowane przez Prof. Romualda Zielonkę w Politechnice Gdańskiej (1998), Prof. Ryszarda Jachowicza w Politechnice Warszawskiej (2001) i Prof. Janusza Mroczkę w Politechnice Wrocławskiej (2004), obecny zorganizowany przez Katedrę Metrologii Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica odbył się w Krakowie. Organizacja Kongresu Metrologii przez naszą Katedrę dobrze wpisała się w obchody 55-lecia Wydziału EAIiE oraz Złotego Jubileuszu Katedry Metrologii.

Kongres Metrologii 2007 odbywał się pod patronatem Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN oraz Prezesa Głównego Urzędu Miar. Członkami Komitetu Honorowego Kongresu byli: **Prof. Antoni Tajduś** – Rektor Akademii Górniczo-Hutniczej (Przewodniczący Komitetu), **Plk Stanisław Dąbrowski** – Dyrektor Wojskowego Centrum Metrologii MON, **Prof. Janusz Kowal** – Dziekan Wydziału IMiR AGH, **Prof. Krzysztof Jan Kurzydłowski** – Podsekretarz Stanu w MNiSzW, **Prof. Jacek Majchrowski** – Prezydent Miasta Krakowa, **Janina Maria Popowska** – Prezes Głównego Urzędu Miar, **Prof. Tomasz Słuszkiewicz** – Kierownik Katedry Metrologii AGH w latach 1957–1983, **Prof. Tomasz Szmuc** – Dziekan Wydziału EAIiE AGH oraz Przewodniczący Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN **Prof. Janusz Mroczka**.

Poprzez hasło Kongresu **Metrologia – narzędziem poznania i drogą rozwoju** oraz tematykę prac kongresowych staraliśmy się szczególnie zaakcentować w jego tematyce: nowe kierunki rozwoju metrologii, nowe narzędzia poznawania mierzonych procesów, obiektów i sygnałów oraz nowe obszary zastosowań metrologii. W zamiarze organizatorów nowość oraz interdyscyplinarność i oryginalność tematyki, powinna być głównym wyróżnikiem prac, które po wnikliwych recenzjach zostały opublikowane w materiałach Kongresu i zostały przedstawione w trakcie obrad.



y K g g 7 p - , A , K

Na Kongres Metrologii 2007 nadesłano łącznie około 270 streszczeń i 220 pełnych tekstów prac. W znakomitej większości były to prace na wysokim poziomie merytorycznym. Każda praca zgłoszona na Kongres została poddana ocenie dwóch recenzentów, którymi byli uznani specjaliści z zakresu metrologii, członkowie Komitetu Naukowego Kongresu. Komitet Naukowy pracował pod kierownictwem **Prof. Michała Szypera** (AGH). W skład tego Komitetu wchodziło 56 profesorów z różnych ośrodków akademickich i instytutów badawczych. Opracowali oni ponad 500 recenzji, wnosząc tym samym trudny do przecenienia wkład w utrzymanie wysokiego poziomu merytorycznego Kongresu.

W efekcie do programu Kongresu zostały zakwalifikowane 192 prace. Dzięki życzliwej współpracy Redaktora **Prof. Tadeusza Skubisa** prace te zostały opublikowane w dwóch tomach zeszytu 9bis/2007 miesięcznika naukowo-technicznego *Pomiary Automatyka Kontrola*. Pozwoli to zapoznać się z tymi pracami szerszemu gronu czytelników zainteresowanych problematyką metrologii. Równocześnie zamiar publikacji w czasopiśmie narzucił konieczność jeszcze surowszego oceniania nadesłanych prac.

Prezentacja wyników naszych najnowszych prac naukowych, dokonanie przeglądu kierunków i trendów występujących we współczesnej metrologii oraz merytoryczna dyskusja nad wygłaszanymi referatami była głównym celem organizacji Kongresu. Kongres jest ogólnokrajowym spotkaniem metrologów pracujących na uczelniach, w instytutach badawczych, w przemyśle. Jest to więc okazja do wymiany poglądów, do przeglądu kierunków badawczych i nowych trendów w metrologii, do zaprezentowania na szerokim forum prac badawczych, których autorami są młodzi naukowcy przygotowujący swoje prace na kolejne stopnie naukowe. Takie spotkanie jest również okazją do nawiązania nowych znajomości i przyjaźni, skutkujących często podejmowaniem wspólnych projektów badawczych.

Tematyka tegorocznego Kongresu Metrologii, obejmowała trzy zasadnicze obszary oraz kilkanaście bardziej szczegółowych grup tematycznych. W ramach **Współczesnych problemów metrologii** prezentowane były prace naukowe dotyczące:

- mikrosystemów pomiarowych, zagadnień sprzętowych i projektowych, nowych technologii;
- systemów rozproszonych i bezprzewodowych; interfejsów i protokołów, kompresji i transmisji danych;
- fuzji danych pomiarowych; identyfikacji modeli złożonych procesów i obiektów;
- metod i algorytmów analizy danych;
- nowych problemów przetwarzania a/c; granic szybkości i rozdzielczości;
- czujników i przetworników z modulacją światła, czujników elektrochemicznych i innych.

Kolejny obszar to **Nowe metody pomiarowe oraz ich zastosowania**. Wśród referatów prezentowanych w tym obszarze były prace związane z następującymi, szczegółowymi zagadnieniami:

- pomiary biomedyczne; metody diagnostyki i analizy medycznej;
- pomiary konwencjonalnych i nie konwencjonalnych źródeł i przetworników energii;
- pomiary technologiczne i transportowe; obiekty „inteligentne”;
- pomiary środowiskowe; rozpoznawanie stanów zagrożenia;
- pomiary i diagnostyka obiektów mechanicznych, pomiary akustyczne;
- pomiary w zastosowaniach militarnych.

Trzecia grupa tematów, omawianych podczas kongresu Metrologii 2007 dotyczy **Współczesnych problemów podstaw metrologii oraz dydaktyki metrologii**. W tej grupie dyskutowane były następujące zagadnienia:



y „P g – – yK ,P g
 Ratajczyk – Honorowy Przewodniczący Komitetu, Prof. Janusz Mrocza – Przewodniczący Komitetu,
 Prof. Janusz Gajda – Vice-Przewodniczący Komitetu, Prof. Anna Domańska.

- teoria i modelowanie systemów pomiarowych;
- wzorce i wielkości odniesienia; pomiary dokładne, wzorcowanie i metrologia prawna;
- pomiary kwantowe, wzorce kwantowe;
- błędy, niepewności, wrażliwość;
- dydaktyka metrologii; plany studiów, nowe treści w podręcznikach.

Oprócz prac zgłoszonych przez uczestników kongresu, w jego programie znalazły się również trzy wykłady plenarne, które zostały wygłoszone przez zaproszonych gości. Prof. Gerard Meijer z Technical University DELFT – Holandia wygłosił wykład zatytułowany „Universal Asynchronous Sensor Interfaces” (Uniwersalne asynchroniczne interfejsy dla czujników). Prof. Eugeniusz Ratajczyk z Politechniki Warszawskiej wygłosił wykład zatytułowany „Zaawansowane pomiary współrzędnościowe w technikach wytwarzania”. Trzeci wykład wygłosił Prof. Martin Burghof z Physikalich – Technische Bundesanstalt – Berlin. Wykład ten nosi tytuł „Nuclear Magnetic Precession Measured with SQUID” (Jądrowa precesja magnetyczna mierzona przy pomocy SQUID). Tak więc w programie Kongresu znalazły się zarówno prace teoretyczne i konstrukcyjne ukierunkowane na: rozwój metrologii (grupa pierwsza), opracowanie nowych narzędzi pomiarowych, o większej rozdzielczości i większej szybkości działania, opracowanie nowych, bardziej wydajnych algorytmów przetwarzania danych pomiarowych. Drugą grupę stanowią prace aplikacyjne, dotyczące zastosowań metrologii w różnych dziedzinach naszego życia. Trzecia grupa zawiera prace, które tradycyjnie są zaliczane do teorii pomiarów oraz prace związane z kształceniem nowych pokoleń specjalistów – metrologów.

Poziom zainteresowania środowiska poszczególnymi grupami tematycznymi, w jakimś stopniu ilustruje liczba zgłoszonych prac. Najliczniejszą grupę stanowiły prace z obszaru pomiarów mechanicznych (30 prac), a następnie pomiarów w medycynie (20 prac), pomiarów optycznych i światłowodowych (18 prac), transmisji i przetwarzania sygnałów (16 prac),

modelowania i badań symulacyjnych systemów pomiarowych oraz ich elementów (14 prac), błędów, niepewności pomiaru i wzorców (12 prac) oraz aparatury i systemów pomiarowych (12 prac). Różnorodność zgłoszonych prac oraz tytuły zaproszonych wykładów pokazują jak szeroki obszar tematyczny jest przedmiotem zainteresowań metrologii. W mojej opinii prace zakwalifikowane na kongres i opublikowane w czasopiśmie PAK są na wysokim poziomie merytorycznym i tworzą reprezentatywny obraz współczesnej metrologii.

Obrodom Kongresu towarzyszyły spotkania grup roboczych i ciał opiniotwórczych, działających w środowisku metrologów. Odbyło się posiedzenie Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN. Przewodniczącym Komitetu jest Prof. Janusz Mroczka z Politechniki Wrocławskiej. Celem tego posiedzenia był przede wszystkim wybór wiceprzewodniczących Komitetu Metrologii i AN, powołanie sekcji roboczych oraz wybór ich przewodniczących. W wyniku tajnego głosowania Zastępcami Przewodniczącego Komitetu zostali Prof. Remigiusz Rak (Politechnika Warszawska) oraz Prof. Janusz Gajda (AGH). Komitet powołał również następujące cztery sekcje robocze oraz ich przewodniczących:

- Sekcję Aparatury i Systemów Pomiarowych (przew. **Prof. Janusz Gajda** – AGH),
- Sekcję Inżynierii Jakości i Diagnostyki (przew. **Prof. Stanisław Adamczak** – Politechnika Świętokrzyska),
- Sekcję Mikrosystemów i Czujników Pomiarowych (przew. **Prof. Ryszard Jachowicz** – Politechnika Warszawska),
- Sekcję Podstaw Metrologii (przew. **Prof. Stefan Kubisa** – Politechnika Szczecińska).

Odbyło się również spotkanie międzynarodowego konsorcjum programu TEMPUS. Jego celem było podsumowanie dotychczasowych wyników projektu **JEP No 19010 – 2004 INTRODUCING TWO-TIER STUDIES IN THE FIELD OF METROLOGY**. Wzięli w nim udział przedstawiciele z Holandii, Macedonii i Polski. W trakcie tego spotkania **Dr inż. Marek Stencel** przedstawił multimedialną prezentację zatytułowaną *Wireless Sensor Networks*.

Komitet Organizacyjny Kongresu Metrologii 2007, pracując pod kierownictwem Dr inż. Ryszarda Sroki zadbał również o zapewnienie uczestnikom okazji do odpoczynku po wielu godzinach i dniach intensywnych obrad. Temu celowi służył niewątpliwie bankiet powitalny zorganizowany wieczorem pierwszego dnia Kongresu. Odbyło się również spotkanie, któremu nadaliśmy tytuł „Wieczór Tradycji AGH”. Korzystając z obecności tak liczного i wybitnego grona naszych gości chcieliśmy zapoznać ich z bogatą tradycją naszej Uczelni. W 2009 roku Akademia Górniczo-Hutnicza będzie obchodzić jubileusz 90-lecia. Mieliśmy, więc czym się pochwalić. Wieczór trzeciego dnia uprzyjemniał uczestnikom występ studenckiego zespołu folklorystycznego „Krakus”.

W tym miejscu, w imieniu organizatorów wyrażam podziękowanie Członkom Komitetu Naukowego za ich dbałość o wysoki poziom merytoryczny prac prezentowanych w trakcie obrad kongresu, Autorom prac za trud poniesiony przy ich przygotowaniu, Autorom zaproszonych wykładów za przyjęcie zaproszenia i wniesiony wkład merytoryczny, a wszystkim Uczestnikom za udział w obradach kongresu oraz gorącą dyskusję prowadzoną w życzliwej naukowej atmosferze.

Prof. Janusz Gajda
Przewodniczący Kongresu Metrologii 2007
Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział EAIiE, Katedra Metrologii

Wystąpienie Prezes GUM Pani Janiny Marii Popowskiej na otwarciu Kongresu Metrologii

Szanowni Państwo

Mam zaszczyt i ogromną przyjemność uczestniczyć w Kongresie Metrologii, najważniejszej imprezie metrologicznej, która odbywa się w Polsce.

Serdecznie dziękuję w imieniu Kierownictwa i pracowników Głównego Urzędu Miar za zaproszenie nas do udziału w obradach Kongresu, który ma miejsce w gościnnych murach Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Jednocześnie, z okazji 50-lecia działalności Katedry Metrologii na Wydziale Elektrotechniki, Automatyki, Informatyki i Elektroniki AGH składam na ręce jej Kierownika, Pana Profesora dr hab. inż. Janusza Gajdy, serdeczne gratulacje.

Hasło Kongresu „Metrologia – narzędzie poznania i droga rozwoju” skłania do refleksji nad rolą i zadaniami metrologii we współczesnym świecie, w tym także nad rolą Głównego Urzędu Miar jako krajowej instytucji metrologicznej odpowiedzialnej za funkcjonowanie systemu miar w Polsce.

Podstawowym obowiązkiem administracji miar w każdym kraju jest zapewnienie jednolitości miar i wymaganej dokładności pomiarów wielkości fizycznych. Idea ujednoczenia systemu miar sięga czasów Rewolucji Francuskiej. W skali międzynarodowej została urzeczywistniona przyjęciem w 1875 roku Konwencji Metrycznej. W 1960 roku Generalna Konferencja Miar przyjęła Międzynarodowy Układ Jednostek Miar – SI jako jednolity system miar na świecie.

Kolejnym krokiem w kształtowaniu i uznawaniu jednolitości miar w skali międzynarodowej było podpisanie w 1999 roku, przez dyrektorów krajowych instytucji metrologicznych, zaproponowanego przez Międzynarodowy Komitet Miar, porozumienia o wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania i świadectw pomiarów wydawanych przez krajowe instytucje metrologiczne (tzw. CIPM MRA). Prezes Głównego Urzędu Miar był jednym z sygnatariuszy tego porozumienia. W wyniku realizacji postanowień zawartych w porozumieniu wzorce jednostek miar utrzymywane przez laboratoria Głównego Urzędu Miar są uznawane jako gwarantujące zachowanie spójności w ramach międzynarodowego systemu miar. Wiele z nich ma uznaną w wymiarze międzynarodowym wysoką jakość metrologiczną.

Obecnie w większości krajów europejskich prowadzone są programy badawczo-rozwojowe w dziedzinie metrologii, charakteryzujące się wspólnymi celami. Jednak współpraca między tymi krajami jest ograniczona i prowadzona sporadycz-

nie. Ponieważ rosnące potrzeby w zakresie zaawansowanej metrologii w Europie np. w biotechnologii, nanotechnologii czy technologiach teleinformatycznych nie są w pełni zaspokajane, postanowiono zoptymalizować europejskie badania metrologiczne poprzez koordynację działań i współpracę naukową między krajowymi instytucjami metrologicznymi.

Zwiększenie efektywności współpracy naukowej między krajowymi instytucjami metrologicznymi – poprzez integrację programów krajowych – ma zapewnić wspólny wielodyscyplinarny Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii.

Pozwolą Państwo, że w tej części swojego wystąpienia w kilku słowach przedstawię tą inicjatywę. Jest to inicjatywa wspierająca badania i prace rozwojowe w metrologii. Obejmuje ona wspólne działanie Komisji Europejskiej i zainteresowanych krajów i oparta jest na Artykule 169 Traktatu Europejskiego. Artykuł ten umożliwia Komisji Europejskiej i państwom członkowskim Unii Europejskiej działanie w celu stworzenia wspólnego programu naukowo-badawczego oraz struktur zapewniających jego funkcjonowanie i zarządzanie, przy finansowaniu zarówno ze środków krajowych, jak i ze środków Komisji Europejskiej.

Dzięki stworzeniu wspólnego naukowego programu działań możliwe będzie osiągnięcie wielu korzyści, takich jak np. wymiana i połączenie myśli naukowej poprzez zaangażowanie naukowców z różnych krajów, a także przeznaczenie większej, połączonej puli środków finansowych na rozwiązywanie wspólnych problemów. Pozwoli to także na uniknięcie, mającego obecnie często miejsce, dublowania prac naukowo-badawczych prowadzonych w takim samym zakresie, w ramach programów krajowych, w kilku krajach.

Pragnę podkreślić, że Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii jest wielką szansą dla rozwoju metrologii. Stworzenie w Europie jednego, wspólnego, interdyscyplinarnego programu działań w zakresie metrologii, konsolidującego działania wielu programów krajowych, będzie niewątpliwie impulsem zwiększającym konkurencyjność gospodarki europejskiej w świecie.

Przystąpienie Głównego Urzędu Miar do Europejskiego Programu Badań Naukowych w Metrologii wiąże się z koniecznością stworzenia w Polsce krajowego programu badań naukowych w metrologii, do którego opracowujemy obecnie w Głównym Urzędzie Miar założenia.

Szanowni Państwo

Kończąc swoje wystąpienie pragnę wyrazić podziękowania Komitetowi Organizacyjnemu Kongresu za wysiłek włożony w jego przygotowanie. Myślę, że Kongres przyczyni się do wymiany myśli i poglądów istotnych dla całego środowiska metrologów w Polsce.

Życzę zatem wszystkim uczestnikom Kongresu owocnych obrad.

Streszczenia referatów z udziałem pracowników GUM przedstawionych na Kongresie Metrologii 2007

Przetworniki termoelektryczne AC/DC jako wzorce napięcia przemiennego

Nieznane są jeszcze na świecie wzorce materialne napięcia/prądu przemiennego wykorzystujące znane zjawiska fizyczne, choć prace nad zastosowaniem do tego celu efektu Josephaona znajdują się w fazie zaawansowanej. Pomiarów wspomnianych wielkości najczęściej odnoszone są do wzorców odtwarzanych przy napięciu/prądzie stałym za pośrednictwem przetworników wartości skutecznej. Wartość ta, bowiem jest najbardziej w technice pożądana, gdyż rządzi przemianą energii elektrycznej na inne jej postaci, a przyrządy pomiarowe bezpośrednio dokonują wskazań tych wielkości lub są w nich wyskalowane. Wartość skuteczną najwierniej odtwarzają przetworniki termoelektryczne, które zazwyczaj są stosowane właśnie jako wzorce napięcia/prądu przemiennego. I tak np. zestawy przetworników termoelektrycznych wzorcowych stanowią bazę odniesienia w pomiarach napięcia przemiennego do 1 kV i częstotliwości do 1 MHz. Wykonywane są one jednostkowo przez wyspecjalizowanych producentów dla potrzeb krajowych instytutów metrologicznych (NMI). Przetworniki różnych konstrukcji, produkowane w wykonaniach komercyjnych, stanowią wyposażenie laboratoriów wzorcujących. W algorytmie wiążącym całą omawianą dziedzinę pomiarów z wzorcami napięcia stałego jednym z najistotniejszych jest parametr $\delta_{AC/DC}$ – błąd różnicy AC/DC. Niepewność jego utrzymywania, wyznacza poziom pomiarów całej dziedziny w kraju. To właśnie CL są bezpośrednio zainteresowane poziomem propagacji parametru $\delta_{AC/DC}$ od bazy odniesienia w kraju do niższych szczebli hierarchii wzorcowań.

Jednym z podstawowych zadań Głównego Urzędu Miar, odpowiednika NMI w kraju, jest zapewnienie wysokiego poziomu parametru $\delta_{AC/DC}$, zaś do zadań CL należy utrzymywanie jednolitości dystrybucji jednostki, aż do niższych szczebli hierarchii wzorcowania włącznie. Jedną z form kontroli laboratoriów wzorcujących są porównania międzylaboratoryjne, potwierdzające wiarygodność wyników i ocenę ich biegłości technicznej.

*Andrzej Barański, Jacek Ratajczak
Paweł Zawadzki*

Dwukierunkowa transmisja sygnałów czasu poprzez światłowód

Zastosowanie technologii światłowodowej do transmisji sygnałów czasu i częstotliwości otwiera nowe możliwości w metrologii czasu i częstotliwości. Pozwala na przesyłanie wzorcowych sygnałów na odległość, co najmniej do kilkudziesięciu kilometrów przy zachowaniu wysokiej dokładności i jakości metrologicznej odbieranych sygnałów i umożliwia prowadzenie porównań o charakterze bezpośrednim w przypadku odległych przestrzennie zegarów

atomowych. Dodatkowe korzyści niesie użycie cyrkulatorów, dzięki którym możliwa jest dwukierunkowa transmisja sygnałów przez to samo włókno optyczne.

W referacie przedstawiono dotychczasowe wyniki badań, prowadzone w Głównym Urzędzie Miar i Telekomunikacji Polskiej S.A oraz przy współpracy z Akademią Górniczo-Hutniczą, nad dwukierunkową transmisją impulsowych sygnałów sekundowych 1pps – na bazie skonstruowanych przez AGH specjalizowanych przetworników elektryczno-optycznych oraz łącza światłowodowego zestawionego pomiędzy budynkami GUM i TP S.A. w Warszawie na odległości około 3 km. Pierwsze wyniki badań są bardzo obiecujące i pozwalają na rozważanie precyzyjnej transmisji sygnałów czasu poprzez światłowód również na odległościach powyżej 100 km.

*Albin Czubla, Janusz Konopka, Marcin Górnik
Waldemar Adamowicz, Janusz Struś, Tadeusz Pawszak
Józef Romsicki, Marcin Lipiński*

Wzorce jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji a podstawowe stałe fizyczne

Podstawowe stałe fizyczne definiują wartości fundamentalne, opisujące podstawowe cechy materii. Niektóre z tych stałych są wyznaczane metodami obliczeniowymi, inne – mogą być wyznaczone jedynie w drodze eksperymentalnej, pomiarowej. Należą do nich m.in. stała Plancka – h i wartość ładunku elementarnego elektronu – e , są one wykorzystywane przy wyznaczaniu innych stałych fizycznych. Znajomość tych stałych oraz wykorzystanie zasad mechaniki kwantowej stało się podstawą dzisiejszego rozumienia zjawisk fizycznych.

Zjawisko, odkryte i opisane przez Briana Davida Josephsona w 1962 r., polegające na tunelowaniu par Coopera między dwoma warstwami nadprzewodników oddzielonych cienką warstwą dielektryczną zostało wykorzystane do realizacji nowego typu wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego. W 1987 r. XVIII Generalna Konferencja Miar (CGPM – najwyższy organ Konwencji Metrycznej) przyjęła rezolucję, która zaleciła realizację wolta, wykorzystującą wartość stałej Josephsona K_J , wyznaczonej eksperymentalnie i stosowanie jej od 1 stycznia 1990 r. Rok później Międzynarodowy Komitet Miar (CIPM) ustanowił umowną, dokładną wartość stałej $K_{J-90} = 2e/h = 483\,597,898\text{ GHz/V}$. W 1980 r. Klaus von Klitzing wykorzystał zasady mechaniki kwantowej do opisu efektu Halla. W oparciu o jego eksperymenty ustalono wielkość reprezentującą nowy rodzaj wzorca rezystancji. Podano umowną wartość stałej Klitzinga $R_{K-90} = h/e^2 = 25812,807572\ \Omega$. W latach 90-tych Komitet Doradczy ds. Elektryczności zalecił odtwarzanie jednostki miary rezystancji w oparciu o nowy rodzaj wzorców pierwotnych tej jednostki, wykorzystujących kwantowy efekt Halla. Wprowadzenie zaleceń CCE oznaczało dla wszystkich krajowych instytucji metrologicznych konieczność zmiany wartości wzorców jednostki miary rezystancji, odnoszonych do tej pory do tradycyjnego wzorca stanowiącego grupę oporników wzorcowanych w BIPM.

Wzorce jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji, wykorzystywane w Głównym Urzędzie Miar są najdokładniejszymi realizacjami tych jednostek na świecie. Wykorzystują zjawisko Josephsona i kwantowy efekt Halla, pozwalają odtwarzać jednostki napięcia elektrycznego i rezystancji w oparciu o podstawowe stałe fizyczne z niespotykaną dotąd dokładnością i powtarzalnością. W referacie zaprezentowano budowę oraz zasadę działania systemów wykorzystujących podstawowe stałe fizyczne do odtwarzania jednostki napięcia

elektrycznego oraz rezystancji utrzymywanych w Głównym Urzędzie Miar, a także korzyści wynikające z zastosowania tych zdobyczy nauki i techniki dla potrzeb rozwoju metrologii elektrycznej.

Edyta Dudek, Michał Mosiądz

Od efektu kwantowego Halla do rezystora wzorcowego – system przekazywania jednostki miary

Odkrycie w latach 80-tych całkowitego kwantowego efektu Halla przez Klause von Klitzinga zrewolucjonizowało oblicze dzisiejszej metrologii elektrycznej i pozwoliło na wprowadzenie nowych metod odtwarzania jednostki rezystancji elektrycznej z niespotykaną dotąd dokładnością i powtarzalnością. Zjawisko to jest rozszerzeniem znanego od ponad stu lat klasycznego efektu Halla polegającego na odginaniu toru ruchu elektronów w płaskiej płytce półprzewodnikowej pod wpływem silnego zewnętrznego pola magnetycznego. W specjalnie spreparowanych strukturach półprzewodnikowych umieszczonych w niskich temperaturach (poniżej 4,2 K) zachodzi zjawisko dwuwymiarowe. W wyniku obserwacji eksperymentalnej stwierdzono, że zmiany rezystancji płytki w kierunku prostopadłym do przyłożonego pola magnetycznego nie są, jak się spodziewano, liniowo zależne od wartości przyłożonego zewnętrznego pola magnetycznego, a przybierają dyskretyzowane wartości, tworzące kolejne stopnie na charakterystyce $R = f(B)$. Tak nietypowe zachowanie płytki półprzewodnikowej wynika z faktu, że w silnym polu magnetycznym dozwolone stany energetyczne elektronów są określone poziomami Landaua. Gdy energia Fermiego elektronów osiągnie poziom kolejnego dozwolonego poziomu Landaua, możliwa jest zmiana rezystancji próbki o skwantowaną wartość, określoną przez szerokość przerwy energetycznej pomiędzy kolejnymi jego poziomami. Wskutek tego zjawiska wartość rezystancji próbki przybiera ściśle określone wartości, co umożliwia odtwarzanie jednostki rezystancji elektrycznej z ogromną dokładnością.

Kwantowe zjawisko Halla udało się wykorzystać w metrologii, co zmieniło dotychczasowe podejście do zagadnienia odtwarzania jednostki rezystancji i umożliwiło stworzenie nowej generacji systemów przenoszenia tej jednostki. Dotychczas stosowano grupowe, materialne wzorce rezystancji w postaci odpowiednio wytworzonych rezystorów, w którym materiałem oporowym był odpowiedniej czystości i wymiarów drut rezystancyjny lub rtęć. Do przenoszenia jednostki rezystancji na rezystory niższych rzędów stosowano specjalne mostki rezystancyjne oraz komparatory rezystancji. Odkrycie kwantowego efektu Halla umożliwiło odtwarzanie jednostki Ohma na podstawie zjawisk kwantowych z niemożliwą dotychczas do uzyskania innymi metodami dokładnością. Zaprzęgnięcie do potrzeb metrologii nowoczesnej techniki pozwoliło również na skonstruowanie komparatorów kriogenicznych wykorzystywanych do przenoszenia jednostki Ohma na oporniki niższych rzędów. Komparatory takie wykorzystują najdokładniejsze czujniki SQUID-owe, zbudowane w oparciu o zjawisko Josephsona występujące w materiałach nadprzewodzących. Tego typu systemy przekazywania jednostki miary są stosowane obecnie w wiodących instytucjach metrologicznych na całym świecie, a od niedawna również w Głównym Urzędzie Miar. W referacie przedstawiono nowoczesny system przekazywania jednostki rezystancji od systemu odtwarzania jednostki pracującego w oparciu o kwantowy efekt

Halla, poprzez komparator kriogeniczny i komparatory rezystancyjne na oporniki wzorcowe niższych rzędów.

*Dorota Domańska-Myśliwiec, Michał Mosiądz
Lidia Snopek*

Błędy histerezowe w pomiarach wilgotności względnej

Wilgotność względna jest jednym z parametrów istotnych dla opisu warunków środowiskowych. W pomiarach wilgotności względnej najbardziej rozpowszechnione są czujniki impedancyjne, zwłaszcza o dominującej składowej pojemnościowej. Zasada ich działania polega na zmianie pojemności czujnika – cienkowieńcowego kondensatora, w którym w warstwie dielektryka (przeważnie poliamidu) występuje sorpcja pary wodnej, zależna od wilgotności względnej i temperatury otoczenia. Im wyższa jest wilgotność w otoczeniu czujnika, tym więcej pary wodnej przenika do warstwy dielektryka, w wyniku, czego wzrasta jego pojemność elektryczna. Sorpcja pary wodnej w dielektryku ma naturę złożoną, gdyż przy niższych wilgotnościach zachodzi ona głównie na powierzchni dostępnej dla cząsteczek pary wodnej w porowatej strukturze dielektryka, a przy wyższych wilgotnościach cząsteczki zaczynają wypełniać stopniowo całą objętość warstwy dielektryka. Procesy zachodzące w warstwie dielektryka są złożone – na powierzchni porów sorpcja przebiega znacznie szybciej niż procesy objętościowe. Ponadto sorpcja przebiega szybciej niż desorpcja. W rezultacie charakterystyki takich czujników sorpcyjnych zależą od historii pomiarów i to zarówno od kolejności ich wykonywania, jak i od czasu poddawania czujnika oddziaływaniom różnych wilgotności.

W pracy przedstawione są wyniki wzorcowania dla próby kilkunastu typowych termohigrometrów użytkowych, w oparciu, o które zaproponowany został sposób oszacowania składowej niepewności złożonej związanej z histerezą charakterystyk czujników oraz forma przedstawiania wyników wzorcowania. Przedstawiona została ponadto jakościowa analiza wpływu zjawisk występujących w samym czujniku wilgotności na metrologiczne charakterystyki higrometrów.

Krzysztof Flakiewicz

Przedział ufności a błąd systematyczny pomiaru

Błąd systematyczny pomiaru należy do kategorii oddziaływań, które w praktyce metrologicznej występują pod postacią poprawek lub błędów wskazań przyrządów pomiarowych. Charakteryzują się określonym znakiem i wartością oraz wyznaczane są z określoną niepewnością. W pomiarach bezpośrednich za ogół wynik pomiaru jest korygowany o wartość tych oddziaływań systematycznych, a jedynie włączana jest do niepewności wyniku składowa przypadkowa związana z wyznaczeniem poprawki lub błędu wskazania. Możliwe jest jednak również inne postępowanie, a mianowicie włączenie w całości oddziaływania systematycznego do przedziału ufności związanego z wynikiem pomiaru i przez to traktowanie go jak składowej niepewności. Szczególnie jest to korzystne w pomiarach pośrednich, w których wprowadzona odpowiednia korekta o wartość poprawki lub błędu

wskazania może zmienić definicję samej wielkości mierzonej. Z taką sytuacją mamy do czynienia na przykład w chemii analitycznej lub probiernictwie, gdy należy przygotować określone stężenie roztworu wzorcowego lub określoną próbę stopu szlachetnego. Uwzględnienie poprawek wyznaczenia wielkości wejściowych, np. masy substancji lub kruszcu mogłoby zmienić definicję wielkości mierzonej. Na ogół są one ściśle określone poprzez normy lub przepisy metrologiczne. Aby zatem nie zmieniać definicji wielkości mierzonej można przyjąć umownie wartość poprawki jako zerową, a jej zawartość uwzględnić w przedziale ufności dla wielkości wejściowej. Zagadnienie sprowadza się wówczas do zbudowania zmiennej losowej centrowanej o parametrach uwzględniających zarówno składnik przypadkowy jak i systematyczny.

Paweł Fotowicz

Wzorce i materiały odniesienia w pomiarach gęstości cieczy i ciał stałych

Laboratorium Gęstości Głównego Urzędu Miar zajmuje się pomiarami gęstości cieczy i ciał stałych, kontrolą metrologiczną i wzorcowaniem przyrządów pomiarowych oraz wytwarzaniem certyfikowanych materiałów odniesienia. Laboratorium posiada państwowy wzorzec jednostki miary gęstości, wykonany z monokryształu krzemu i zapewniający spójność pomiarową z międzynarodowym systemem miar. Jednostka miary gęstości przekazywana jest za pomocą stałych i ciekłych wzorców niższych rzędów oraz ciekłych materiałów odniesienia, zgodnie z hierarchicznym układem sprawdzeń. Udział w porównaniach międzynarodowych potwierdza poziom kompetencji technicznych Laboratorium.

Elżbieta Lenard

Zapewnienie spójności pomiarowej w pomiarach twardości Rockwella w skali C

Stanowisko wzorcowe twardości Rockwella stanowiące wzorzec odniesienia GUM jest stosowane do wzorcowania wzorców twardości, które są używane do wzorcowania i kontroli bieżącej poprawności wskazań twardościomierzy użytkowych. Poprzez zastosowanie stanowiska wzorcowego twardości Rockwella wyniki wzorcowania wzorców twardości Rockwella są odniesione do państwowego wzorca jednostki miary długości i wzorca odniesienia jednostki miary siły GUM. Ponieważ nie istnieje matematyczna formuła opisująca zależność twardości od wielkości mających wpływ na jej wartość, szacowanie niepewności pomiaru stanowi duży problem. W referacie przedstawiono budżet niepewności pomiaru na stanowisku oraz przedstawiono sposób zapewnienia spójności pomiarowej.

Bogumiła Młodzińska

Pomiary przepływu gazu w świetle zmian w metrologii prawnej

W 2006 roku nastąpiły istotne zmiany dotyczące prawnej kontroli metrologicznej. Z dniem 30 października 2006 roku w krajach członkowskich Unii Europejskiej zaczę-

ła obowiązywać dyrektywa metrologiczna nowego podejścia – Dyrektywa 2004/22/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 31 marca 2004 roku w sprawie przyrządów pomiarowych (zwana w skrócie MID), zastępując niektóre dyrektywy starego podejścia, a ponadto obejmując zakresem działania dodatkowe przyrządy pomiarowe, dotychczas nieregulowane dyrektywami. Dyrektywa ta dotyczy 21 rodzajów przyrządów pomiarowych, m.in. gazomierzy i przeliczników do gazomierzy, dla których dotychczasowy system prawnej kontroli metrologicznej, w zakresie zatwierdzenia typu i legalizacji pierwotnej, został zastąpiony systemem oceny zgodności. Wymienione przyrządy podlegają obecnie, dokonywanej przez jednostki notyfikowane, ocenie zgodności z wymaganiami zasadniczymi dyrektywy MID. Nie są już wydawane nowe decyzje zatwierdzenia typu, jednak przyrządy pomiarowe, posiadające ważne w dniu 29 października 2006 roku decyzje zatwierdzenia typu, będą wprowadzane do obrotu i użytkowania na podstawie tych decyzji – do upływu ich terminu ważności, (ale nie dłużej niż do 29 października 2016 roku). Wdrożenie MID do prawodawstwa polskiego wiąże się z nowelizacją niektórych ustaw (m.in. ustawy z dnia 11 maja 2001 r. – Prawo o miarach), a także opracowaniem szeregu nowych przepisów wykonawczych.

Monika Kusyk

Interferometr laserowy GBI300 do pomiarów materialnych wzorców długości – płytek wzorcowych

Laboratorium Długości Zakładu Długości i Kąta GUM posiada najdokładniejszy w kraju, automatyczny interferometr laserowy do wzorcowania płytek wzorcowych, o zakresie pomiarowym 305 mm. Interferometr GBI300 służy do wzorcowania płytek wzorcowych o przekroju prostokątnym, kwadratowym i okrągłym służących następnie jako wzorce odniesienia przy pomiarach metodą porównawczą. Umożliwia on wyznaczenie takich parametrów płytek wzorcowych jak odchylenie długości środkowej od długości nominalnej, zmienność długości oraz odchylenie od płaskości powierzchni pomiarowych.

GBI300 jest zbudowany na bazie klasycznego interferometru „Twyman Green” z wykorzystaniem wysokiej jakości laserów stabilizowanych częstotliwościowo i oprzyrządowania sterowanego komputerowo. Układ pomiarowy działa w oparciu o metodę kroku fazowego (ang. phase stepping) wykorzystując techniki numerycznego przetwarzania obrazu do analizowania interferogramów otrzymanych z kamery CCD. Źródłem wzorcowych długości fal światła są dwa stabilizowane częstotliwościowo lasery helowo neonowe o długościach fal promieniowania 633 nm (czerwony) i 543 nm (zielony). Dzięki zastosowaniu napędu do stolika pomiarowego możliwe jest wykonanie pomiarów do dwunastu płytek wzorcowych w krótkim okresie czasu, co znacznie zwiększa wydajność i pozwala na wykonanie większej ilości pomiarów każdej płytki. Stanowisko pomiarowe umieszczone jest w klimatyzowanym pomieszczeniu, zapewniającym stabilizację temperatur wewnątrz komory w zakresie $(19,9 \div 20,1)$ °C. Komora pomiarowa umieszczona jest na stole z układem wibroizolacyjnym i połączona z jednostką sterująco-pomiarową, wyposażoną w urządzenia i komputer sterujące pracą całego stanowiska oraz przyrządy pomiarowe do monitorowania warunków środowiskowych. Walidacja stanowiska pomiarowego i szacowanie niepewności pomiaru przeprowadzone zostały na podstawie badań przeprowadzonych

w laboratorium oraz przy wykorzystaniu płytek wzorcowych posiadających świadectwo wzorcowania z NPL.

Robert Szumski

Wzorce transferowe pola elektromagnetycznego

Pomiary pola elektromagnetycznego (PEM) mają znaczenie w bardzo wielu dziedzinach życia, zarówno przy ocenie warunków środowiskowych na potrzeby bezpieczeństwa pracy, ochrony ludności w środowisku mieszkalnym jak i w szeroko rozumianej komunikacji elektronicznej, badaniach kompatybilności elektromagnetycznej itp.

W referacie przedstawiono wzorce pole elektromagnetycznego oraz podstawowe metody wzorcowania sond mierników pola elektromagnetycznego. Metody są metodami pośrednimi i bazują na pomiarze takich wielkości fizycznych jak np. napięcie, prąd, temperatura, czas, długość. Ma to istotny wpływ na uzyskiwane w praktyce dokładności wszystkich wzorców PEM. W celu zapewnienia odpowiedniej dokładności i rzetelności wykonywanych pomiarów niezbędne jest wykonywanie porównań międzylaboratoryjnych wzorców stosowanych przez laboratoria akredytowane wzorcujące oraz laboratoria krajowych instytutów metrologicznych, które wykonują okresowe wzorcowania użytkowych przyrządów pomiarowych. Różnorodność układów stanowisk, konstrukcji i gabaryty oraz dodatkowe bardzo drogie oprzyrządowanie z nimi związane powoduje, że pierwotne wzorce PEM nie nadają się do bezpośrednich porównań międzylaboratoryjnych zarówno z laboratoriami zagranicznymi jak i krajowymi. Do tych porównań stosowane są tzw. wzorce transferowe (wzorce pośredniczące) pola elektromagnetycznego. Wymagania metrologiczne związane z pomiarami pola elektromagnetycznego wielkiej częstotliwości narzucają bardzo specyficzne rozwiązania konstrukcyjne wzorców transferowych. Ich umieszczenie w polu elektromagnetycznym nie powinno powodować zaburzenia tego pola, jak również nie może oddziaływać na samo źródło pola poprzez np. sprzężanie.

W referacie również opisano przykładowe wzorce transferowe, stosowane w porównaniach międzynarodowych i międzylaboratoryjnych np. przez ČMI, GUM, LWiMP (Politechnika Wroclawska), NIST, NMI, NPL i PTB. Wzorce te są stosowane także do przenoszenia jednostki natężenia pola elektromagnetycznego w.cz. dla zapewnienia spójności pomiarowej, tj. powiązania ich z wzorcami państwowymi jednostek miar długości, napięcia, czasu i częstotliwości. Aktualnie bardzo ważne jest zastosowanie wzorców transferowych do weryfikacji wzorcowego pola elektromagnetycznego generowanego w układach komór bezodbiornych, liniach TEM i GTEM wykorzystywanych zarówno w układach samych wzorców, jak też na różnorodnych stanowiskach do szeroko pojętych badań kompatybilnościowych. Powyższe zastosowania są wymagane przez Polskie Centrum Akredytacji do uzyskania jak i utrzymania posiadanych już akredytacji jako laboratorium wzorcujące lub badawcze.

W referacie przedstawiono także przykładowe wyniki wyznaczania wzorcowego pola elektromagnetycznego dla częstotliwości 100 MHz, wykonane podczas porównań międzynarodowych.

Eugeniusz Grudziński, Wiesław Widłaszewski

XXXIX Międzyuczelniana Konferencja Metrologów

W dniach od 24 do 26 września 2007 roku odbyła się w Łodzi XXXIX Międzyuczelniana Konferencja Metrologów. Została zorganizowana, w 60-ciolecie Wydziału Inżynierii i Marketingu Tekstyliów Politechniki Łódzkiej, przez Katedrę Automatykacji Procesów Włókienniczych przy współpracy z Katedrą Fizyki Włókna i Metrologii Włókienniczej oraz Katedrą Odzieżownictwa. Funkcję Przewodniczącego Komitetu Organizacyjnego sprawował prof. Krzysztof Gniotek, a Komitetu Naukowego prof. Wiesław Kiciński. Gośćmi honorowymi Konferencji byli: prof. Wojciech Szmelter i prof. Witold Żurek – Dr Honoris Causa Politechniki Łódzkiej.



udział 62 osoby, których habilitowanym spotkaniem był ówczesny Urząd udział młodzi prau- diów doktoranc- drugiego stopnia feraty zgrupowa- h tematycznych: ologii, przyrządy ne, cyfrowe prze- w, zastosowania metrologia wiel- rycznych. ygłosili: prof. dr at: „Intuicja i sy- Anna Domańska młodszych uczest- ch z wykorzystania- ojennej w Gdyni,

którego opiekunem naukowym jest dr hab. inż. Wiesław Kiciński, prof. UMK.

Jedną z sesji była poświęcona pamięci dwóch niezwykłych już nestorów polskiej metrologii, profesorów Artura Metala i Andrzeja Jellonka w setną rocznicę ich urodzin. Obaj Profesorowie byli inicjatorami Międzyuczelnianych Konferencji Metrologów. Sesji towarzyszyła wystawa przygotowana przez pracowników Politechniki Wrocławskiej.

Organizatorzy postawili sobie za cel promocję współczesnej Łodzi i zorganizowali wycieczkę do najnowszej atrakcji tego miasta „Manufaktury”, która stanowi 30-sto hektarowe centrum kultury i rozrywki. W ramach imprezy uczestnicy Konferencji zwiedzili m.in. Muzeum Fabryki z działającymi maszynami włókienniczymi z końca ubiegłego wieku.

Następna, jubileuszowa, bo już XL Międzyuczelniana Konferencja Metrologów, zorganizowana zostanie przez Politechnikę Szczecińską i odbędzie się we wrześniu przyszłego roku w Świnoujściu.

Prof. Krzysztof Gniotek
Przewodniczący Komitetu Organizacyjnego Konferencji

Streszczenia referatów z udziałem pracowników GUM przedstawionych na XXXIX Międzyuczelnianej Konferencji Metrologów

Pomiar różnicy faz sygnałów napięciowych

W Polsce nie ma obecnie laboratorium akredytowanego na wykonywanie wzorcowań w zakresie pomiarów różnicy faz sygnałów napięciowych, podczas gdy tę funkcję pomiaru posiada praktycznie każdy nowoczesny wielofunkcyjny częstotłomierz-czasomierz cyfrowy, gdzie pomiar różnicy faz zwykle sprowadzony jest do bezpośrednio następujących po sobie pomiarów okresu sygnału odniesienia i przedziału czasu pomiędzy zboczącami narastającymi/opadającymi tych sygnałów. Pomiar różnicy faz można, zatem zaliczyć do pomiarów z dziedziny czasu i częstotliwości.

Ze względu na zewnętrzne i wewnętrzne zainteresowanie wzorcowaniami w tym zakresie, w Laboratorium Czasu i Częstotliwości Zakładu Metrologii Elektrycznej Głównego Urzędu Miar została poddana szczegółowej analizie dokładność i niepewność pomiaru różnicy faz przy użyciu częstotłomierza-czasomierza cyfrowego i w rezultacie podjęto się wzorcowań fazomierzy i generatorów o zadanej różnicy faz. Wyniki tych badań są prezentowane w niniejszym referacie.

Albin Czubla, Jan Stępniewski, Janusz Konopka

Wyznaczenie liniowej krzywej wzorcowania z uwzględnieniem niepewności punktów pomiarowych

Zagadnienie wyznaczania prostej kalibracji znane jest już od dawna metrologom. Stosowana jest tu klasyczna metoda regresji prowadząca do obliczenia parametrów prostej pełniącej rolę liniowej krzywej wzorcowania. W jej wyniku na ogół otrzymuje się zbiór wartości prognozowanych poprawek wskazania przyrządu pomiarowego w funkcji wartości wzorcowych. Analiza ta często nie uwzględnia niepewności wyznaczenia zarówno samych poprawek jak i niepewności wartości wzorcowych. Takie działanie natomiast umożliwia zastosowanie specjalnych algorytmów obliczeniowych umożliwiających lepsze dopasowanie prostej z uwzględnieniem tych niepewności. Dopasowanie to może przyczynić się do poprawienia wiarygodności wyniku wzorcowania i w konsekwencji zwiększenia dokładności pomiaru wykonanego przy użyciu wywzorcowanego przyrządu pomiarowego.

W referacie przedstawiono metodykę dopasowania prostej kalibracji z uwzględnieniem niepewności standardowych punktów pomiarowych oszacowanych na podstawie zalecanych procedur postępowania oraz porównanie jej z prostą kalibracją otrzymaną w wyniku zwykłej analizy regresji.

Paweł Fotowicz, Leszek Moszczyński

Porównania międzynarodowe jako główny element monitorowania miarodajności wzorcowań wykonywanych w GUM na przykładzie pomiarów chropowatości powierzchni

Warunkiem uzyskania akredytacji Polskiego Centrum Akredytacji (PCA) przez laboratorium zajmujące się wzorcowaniem przyrządów pomiarowych jest spełnienie przez to laboratorium wymagań normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005. Akredytacja nie ogranicza się jednak tylko do jednorazowego potwierdzenia kompetencji technicznych, ale wymaga stałego zapewnienia jakości wyników wzorcowania. Zgodnie z punktem 5.9 tej normy laboratorium powinno mieć procedury sterowania jakością w celu monitorowania miarodajności podejmowanych wzorcowań, pozwalającego na śledzenie kierunku zmian uzyskiwanych danych i na niedopuszczenie do podawania nieprawidłowych wyników pomiarów, w razie przekroczenia ustalonych wcześniej kryteriów. Jednym ze sposobów monitorowania miarodajności wzorcowań są porównania międzynarodowe, które zwłaszcza w przypadku krajowej instytucji metrologicznej (NMI), a taką jest Główny Urząd Miar, stanowią główny element tego monitorowania. Ustalone międzynarodowe reguły i kryteria porównań powodują, że NMIs biorący udział w porównaniach organizowanych np. przez Euromet (Europejska Współpraca w Dziedzinie Wzorców Jednostek Miar) czy BIPM (Międzynarodowe Biuro Miar) potwierdzają swoje kompetencje w wybranej dziedzinie pomiarowej. Wyniki porównań międzynarodowych wykorzystywane są również do analizowania trendów zmian uzyskiwanych wyników wzorcowania i ich przyczyn zależnych od mierzonych wzorców, zastosowanych metod i stanowisk pomiarowych.

W roku 2005 Laboratorium Geometrii Powierzchni GUM uzyskało akredytację PCA jako laboratorium wzorcujące, m.in. w zakresie wzorców chropowatości powierzchni. Fakt ten obliguje Laboratorium do monitorowania miarodajności swoich wyników wzorcowań (oferowanych również na forum międzynarodowym jako usługi CMCs – w ramach międzynarodowego porozumienia MRA o uznawaniu wyników pomiarów). Realizowane jest to przede wszystkim przez udział w porównaniach międzynarodowych. Ostatnio Laboratorium brało udział w dwóch takich porównaniach w zakresie pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, tj. Nano2 i Euromet 600. Wyniki porównań posłużyły do podjęcia przez Laboratorium szeregu działań korygujących, o czym opisano w niniejszym referacie.

Barbara Smereczyńska, Anna Okrasa, Monika Miko

Zastosowanie kriogenicznego komparatora prądowego do przekazywania jednostki miary rezystancji

Współczesnymi wzorcami jednostki miary rezystancji są systemy odtwarzania jednostki rezystancji pracujące w oparciu o kwantowy efekt Halla. Dotychczas stosowane wzorce grupowe ustępują tego typu systemom pod względem dokładności i powtarzalności odtwarzania jednostki. Dla potrzeb transferu jednostki wzorcowej na wzorce niższych rzędów konstruowane są specjalne komparatory kriogeniczne, wykorzystujące najnowsze zdobycze nauki i techniki. Dotychczas stosowane komparatory nie spełniają wymagań dokładno-

ści i niepewności przekazywania jednostki miary, jakie wynikają z parametrów systemów kwantowych. Wspomniane komparatory kriogeniczne zazwyczaj stanowią kompletne stanowisko pomiarowe wraz z systemami odtwarzania jednostki rezystancji.

Komparatory kriogeniczne są obecnie najdokładniejszymi urządzeniami pomiarowymi pozwalającymi na porównywanie rezystancji. Ich zasada działania opiera się o pomiar wartości prądów płynących przez uzwojenia komparatora. Uzwojenie pierwotne składa się z cewki głównej oraz cewki kompensacyjnej, umożliwiających bardzo precyzyjny dobór prądu potrzebnego do zrównoważenia mostka, natomiast uzwojenie wtórne stanowi pojedyncza cewka. Obie strony tego specyficznego transformatora są od siebie odizolowane za pomocą idealnego ekranu wykonanego z materiału nadprzewodzącego. Dzięki zastosowaniu tego typu ekranowania o specjalnej geometrii możliwe jest uzyskanie najwyższego poziomu dokładności pomiarowej. Czujnikiem zrównoważenia mostka jest czujnik SQUID-owy, na którego wyjściu powstaje sygnał proporcjonalny do napięcia zrównoważenia mostka. Opisany system umożliwia uzyskanie dokładności odtwarzania jednostki rezystancji na poziomie 10^{-9} .

System odtwarzania jednostki rezystancji na podstawie kwantowego efektu Halla stanowi najlepszy na świecie sposób realizacji tej jednostki. Komparator kriogeniczny, umożliwiający przenoszenie tej wartości na wzorce niższych rzędów, stanowi niezbędne ogniwo krajowego systemu przekazywania jednostki miary. Za jego pomocą przenoszona jest wartość rezystancji z kwantowego wzorca Halla na rezystor wzorcowy o wartości 100Ω . Następnie ze sprzężonego z systemem odtwarzania jednostki rezystora, jednostka jest przekazywana na wzorce kolejnych, niższych rzędów. Układ komparatora kriogenicznego jest stosowany jedynie w przypadkach, gdy wymagane są pomiary o najwyższej dokładności. Wzorcowania, które nie wymagają aż tak wysokiej dokładności, wykonywane są za pomocą nowoczesnych komparatorów prądowych.

W referacie opisano krajowy system przekazywania jednostki rezystancji. Na jej szczycie znajduje się system oparty o kwantowy wzorec rezystancji, od którego jednostka rezystancji jest przekazywana za pomocą komparatora kriogenicznego na wzorce niższych rzędów. Przedstawiono również budowę, zasadę działania i parametry komparatora kriogenicznego, stanowiącego wyposażenie Laboratorium Wzorców Napięcia i Oporu Zakładu Metrologii Elektrycznej Głównego Urzędu Miar.

Michał Mosiądz, Marcin Orzepowski

Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii szansą rozwoju metrologii europejskiej

W referacie omówiono etapy i problemy rozwoju wspólnej płaszczyzny współpracy w zakresie metrologii w Europie. Na podstawie dostępnych dokumentów przygotowano informację o najważniejszym przedsięwzięciu obejmującym obszar metrologii w Europie. Referat ma na celu przybliżenie idei związanej z powstaniem w Europie Europejskiego Programu Badań Naukowych w Metrologii (ERMP) i zadań z tego wynikających dla krajowych instytucji metrologicznych (NMI).

Anna Otczyk, Dobrosława Sochocka

Wizyta delegacji z Chin

5 września 2007 roku odbyło się w siedzibie Głównego Urzędu Miar robocze spotkanie z przedstawicielami chińskiej administracji miar. Goście reprezentowali cztery instytucje metrologiczne: Pan **Song Wei** – zastępca dyrektora Departamentu Metrologii, General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China (AQSIQ); Pani **Wang Yingjun** – naczelnik wydziału, AQSIQ; Pan **Cao Junlin** – dyrektor, Liaoning Province Bureau of Quality & Technical Supervision; Pan **Jin Zhijun** – asystent, China National Institute of Metrology oraz Pan **Yang Youtao** – konstruktor, Beijing Institute of Metrology. Ze strony GUM udział wzięli: Pani Barbara Lisowska – wiceprezes GUM, Pani Ewa Mączewska – dyrektor Zakładu Mechaniki i Akustyki, Pan Mirosław Izdebski – dyrektor Biura Metrologii Prawnej, Pani Maria Szafran – doradca prezesa GUM, Pani Monika Kusyk – kierownik Laboratorium Przepływów oraz Pan Marcin Kisielewicz – rzecznik GUM. W spotkaniu uczestniczyła w charakterze tłumacza Pani Agnieszka Wojciechowska-Gong.

Powodem wizyty w GUM były prace rządu chińskiego zmierzające do wprowadzenia w sektorze budownictwa mieszkaniowego obowiązku stosowania ciepłomierzy. Polska, obok Danii, została wybrana jako kraj, który w Europie ma w tym zakresie duże doświadczenie



Stoją od lewej: Yang Youtao, Maria Szafran, Wang Yingjun, Song Wei, Barbara Lisowska, Ewa Mączewska, Agnieszka Wojciechowska-Gong, Cao Junlin, Mirosław Izdebski, Jin Zhijun, Monika Kusyk.

i może udzielić Chinom pomocy przy opracowywaniu stosownych regulacji prawnych, zarówno w zakresie metrologii, jak i budownictwa oraz energetyki. Tematem spotkania były zagadnienia i przepisy prawne związane z wprowadzaniem do obrotu, użytkowaniem oraz legalizacją ciepłomierzy, jakie obowiązują w Polsce i w Unii Europejskiej. Duży nacisk został położony na system oceny zgodności przyrządów pomiarowych, ze szczególnym uwzględnieniem ciepłomierzy oraz związanych z tym wymogów i procedur.

Wizyta w GUM rozpoczęła się od spotkania z Panią Barbarą Lisowską, wiceprezesem GUM ds. metrologii naukowej i przemysłowej, po czym nastąpiła prezentacja, którą wygłosiła Pani Maria Szafran, doradca prezesa GUM. Prezentacja obejmowała trzy podstawowe zagadnienia: Główny Urząd Miar jako Jednostka Notyfikowana nr 1440, Wdrożenie dyrektywy MID i okres przejściowy oraz Ocena zgodności przyrządów pomiarowych z dyrektywą MID. Po dyskusji na poruszane tematy, goście zwiedzili laboratoria pomiarowe GUM, w których badane są ciepłomierze, wodomierze i gazomierze. Spotkanie zakończyło się podsumowaniem, w trakcie, którego goście wyrazili zadowolenie z owocnej wizyty i jej bogatego programu oraz podkreślili chęć zacieśnienia współpracy metrologicznej z GUM w przyszłości.

Marcin Kisielewicz

Wydawca: **Główny Urząd Miar**

Redakcja: **Stanowisko ds. Koordynacji Współpracy Naukowej**

Dobrosława Sochocka tel. (22) 581 92 93, e-mail: d.suchocka@gum.gov.pl

Paweł Fotowicz tel. (22) 581 94 37, e-mail: uncert@gum.gov.pl

Prezes

JANINA MARIA POPOWSKA

tel. 581 95 45, fax 620 84 11,

e-mail: prjp@gum.gov.pl

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy

metrologii naukowej

BARBARA LISOWSKA

tel. 581 95 49, fax 620 84 11, e-mail: vprbl@gum.gov.pl

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy

metrologii prawnej

DOROTA HABICH

tel. 581 93 26, fax 624 25 73,

e-mail: vprdh@gum.gov.pl

Dyrektor Generalny Urzędu

ELŻBIETA SOIKA

tel. 581 93 78, fax 624 02 68, e-mail: dgu@gum.gov.pl