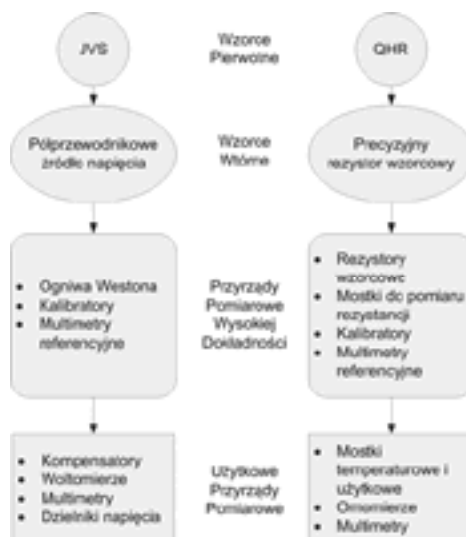


STRESZCZENIA REFERATÓW PRACOWNIKÓW GUM PRZEDSTAWIONYCH NA KONFERENCJACH KRAJOWYCH

Wykorzystanie zjawisk kwantowych w pomiarach napięcia elektrycznego i rezystancji

Rozwój współczesnej metrologii stawia przed krajowymi instytucjami metrologicznymi (NMI) wyzwanie w postaci zagwarantowania spójności pomiarowej z jak najlepszą dokładnością. Aby sprostać temu zadaniu NMI muszą dysponować wzorcami najwyższej dokładności oraz nowoczesnym wyposażeniem pomiarowym. Rozwiązanie tego problemu przynosi wyposażenie NMI we wzorce pierwotne zbudowane w oparciu o zjawiska fizyki kwantowej. Etalony tego typu są równoważnymi reprezentacjami jednostek miar, zatem wykorzystanie wzorców opartych na zjawiskach kwantowych pozwala na zapewnienie spójności pomiarowej na najwyższym poziomie dokładności.

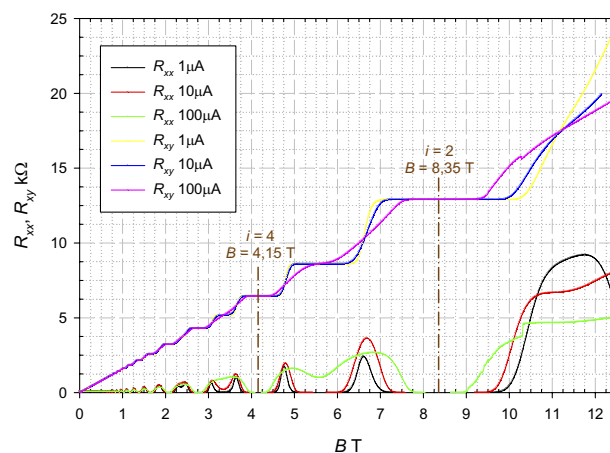
W referacie przedstawiono system przekazywania jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji w Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych Głównego Urzędu Miar, poczynając od wzorców pierwotnych opartych o zjawiska kwantowe. Opisano metody pomiaru napięcia i rezystancji, z jakich korzysta GUM oraz przedstawiono wzorce.



Omówiony został kwantowy efekt Halla wykorzystany do odtwarzania jednostki miary rezystancji oraz zjawisko Josephsona, pozwalające na odtworzenie jednostki napięcia elektrycznego.

Przedstawiono stanowiska do odtwarzania jednostek miar napięcia i oporu elektrycznego oraz do przeprowadzania wzorcowań przyrządów pomiarowych, wykonywanych w laboratorium GUM.

Referat przedstawia także sposób otrzymywania temperatury poniżej 1 K. Spełnienie tego warunku jest niezbędne do obserwacji kwantowego zjawiska Halla. Omówiono zjawi-



sko kwantowania strumienia magnetycznego wykorzystane w nadprzewodnikowym interferometrze magnetycznym (SQUID), który jest głównym elementem systemu kriogenicznego komparatora prądowego (CCC) – najdokładniejszego przyrządu do pomiaru stosunku rezystancji. Zaprezentowane zostały także prace rozwojowe związane z utrzymaniem państwowych wzorców jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji.

Marcin Orzepowski

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Komputerowe systemy w pomiarach małych prądów jonizacyjnych

System pomiarowy jest to zespół środków technicznych (przyrządy pomiarowe, urządzenia dodatkowe, oprogramowanie) podporządkowanych wspólnemu celowi działania, jakim jest odbiór informacji z obiektu, przetworzenie ich zgodnie z zadanym algorytmem oraz ich prezentacja i archiwizacja. Rozwój techniki komputerowej i powszechność stosowania komputerów sprawił, że część zadań pomiarowych została przekazana komputerom. System pomiarowy wyposażony w komputer ogólnego przeznaczenia lub w wyspecjalizowany sterownik mikroprocesorowy, nazywamy komputerowym systemem pomiarowym. Komputer lub sterownik mikroprocesorowy pełnią funkcję kontrolera systemu, czyli urządzenia zarządzającego systemem pomiarowym, którego zadaniem jest: sterowanie przebiegiem zarówno serii pomiarów, jak i pojedynczego pomiaru, zdalna obsługa nastaw przyrządów, rejestracja danych pomiarowych, przetwarzanie danych, ich transmisja, archiwizacja i prezentacja.

Metrologia promieniowania jonizującego zajmuje się pomiarami promieniowania elektromagnetycznego (promieniowanie gamma i rentgenowskie) oraz korpuskularnego (cząstki alfa, elektrony, neutrony, jony), które wywołuje jonizację ośrodka materialnego, tj. oderwanie przynajmniej jednego elektronu od atomu, cząsteczki lub wybicie go ze struktury krystalicznej. Do pomiaru i rejestracji takiego promieniowania wykorzystuje się m.in. urządzenia zwane komorami jonizacyjnymi. W gazie wypełniającej taką komorę w wyniku promieniowania powstają jony oraz uwolnione elektrony, które pod wpływem pola elek-

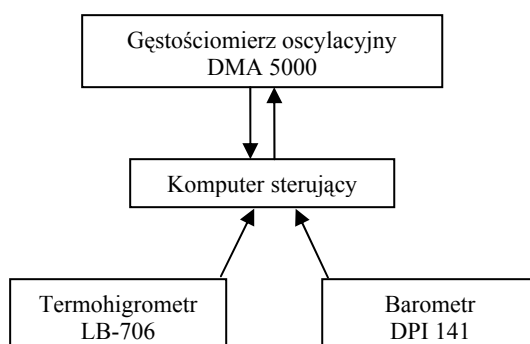
Przyrząd wirtualny do certyfikowania materiałów odniesienia – ciekłych wzorców gęstości

Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej wytwarza 11 ciekłych wzorców gęstości o wartości gęstości od $0,6 \text{ g/cm}^3$ do $1,6 \text{ g/cm}^3$ i w zakresie temperatury od $15 \text{ }^\circ\text{C}$ do $50 \text{ }^\circ\text{C}$, zwanych certyfikowanymi materiałami odniesienia CRM (*Certified Reference Material*). Wzorce gęstości są wytwarzane w partiach. Każdej partii wzorca wyznacza się cyklicznie wartość gęstości i jej stabilność.

Z powodu coraz większego zapotrzebowania na CRM Laboratorium zdecydowało się na zautomatyzowanie procesu certyfikowania ciekłych wzorców gęstości poprzez zastosowanie przyrządu wirtualnego. Zadaniem zaprezentowanego przyrządu wirtualnego jest:

- zautomatyzowanie pomiarów wykonywanych podczas badań wzorców.
 - usprawnienie procesu analizy danych pomiarowych
 - sterowanie procesem certyfikacji zgodnie z dokumentacją systemu zarządzania,
- Przyrząd wirtualny składa się z następujących elementów:

- komputer sterujący – komputer klasy PC ze standardowym interfejsem RS232, przy pomocy którego steruje się pomiarami gęstości i monitoruje się warunki środowiskowe,
- gęstościomierz oscylacyjny typu DMA 5000 firmy Anton Paar, służący do pomiaru gęstości cieczy,
- termohigrometr (LB-706 firmy LABEL) oraz barometr (DPI 141 firmy DRUCK), służące do monitorowania warunków środowiskowych. Na podstawie wskazań tych przyrządów oblicza się teoretyczną wartość gęstości powietrza.



Aplikacja obsługująca przedstawiany przyrząd wirtualny została wykonana w środowisku LabView i składa się z dwóch części:

- 1) Część pomiarowa – zainstalowana na komputerze pomiarowym sterującym pomiarami. Zadaniem tej części jest:
 - Sprawdzenie gotowości przyrządu do pracy, wykonanie pomiarów gęstości, akwizycja danych pomiarowych. Przed wykonaniem pomiarów przyrząd sprawdza swoją gotowość do pracy na podstawie dwóch pomiarów kontrolnych, tj. pomiaru gęstości powietrza oraz gęstości wody. W przypadku pomiaru gęstości powietrza przyrząd automatycznie pobiera dane z przyrządów monitorujących warunki środowiskowe, na podstawie których oblicza teoretyczną wartość gęstości powietrza

i porównuje ze zmierzoną wartością. W przypadku pomiaru gęstości wody zmierzoną wartość gęstości porównuje się z wartością tabelaryczną. Po pozytywnym zakończeniu pomiarów kontrolnych przyrząd zgłasza swoją gotowość do pracy i uruchamia procedurę pomiaru wzorca, w trakcie której zadane są parametry pomiaru, m.in. zakres temperatur oraz liczba pomiarów w każdej temperaturze.

- Obróbka i analiza danych. Aplikacja umożliwia usuwanie nieprzydatnych, budzących wątpliwości pomiarów, np. wykonanych przy nieustabilizowanej temperaturze wzorca. Następnie dane poddawane są analizie, na podstawie której:
 - szacuje się niepewność pomiaru,
 - dopasowuje się funkcję zależności wartości gęstości od temperatury,
 - określa się stabilność wzorca i na jej podstawie ustala się datę ważności wzorca oraz datę kolejnego sprawdzenia.
 - Generowanie raportów, archiwizacja danych. Ostateczne wyniki pomiarów zapisywane są w postaci raportów i drukowane. Wybrane elementy zapisywane są również w bazie danych, znajdującej się na komputerze sterującym.
- 2) Część oparta na wynikach pomiarów – umożliwiająca realizację zamówienia. Tę część aplikacji instaluje się na komputerach pracowników laboratorium w pomieszczeniu biurowym. Część ta umożliwia użytkownikowi dostęp do danych znajdujących się w bazie danych na komputerze sterującym pomiarami. Aplikacja ta pomaga w przygotowaniu świadectwa materiału odniesienia, zarządza ilością wzorców, monitoruje parametry metrologiczne, tworzy bazę klientów, którym sprzedany został dany wzorzec.

Robert Kordulasiński

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

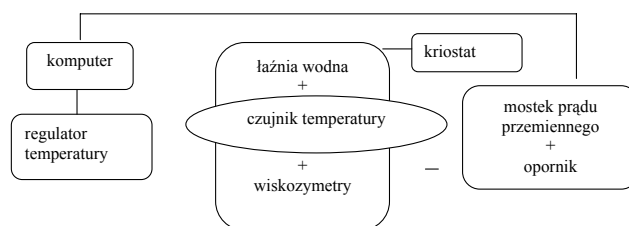
Wspomaganie komputerowe w pomiarach lepkości

W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej badania lepkości opierają się na kapilarnej metodzie pomiaru, u podstaw której leży prawo Poiseuille'a. Zgodnie z nim strumień objętościowy cieczy V przepływającej laminarnie, ruchem ustalonym przez kapilarę w jednostce czasu, jest proporcjonalny do gradientu ciśnienia ($p_1 - p_2$) powodującego przepływ oraz do promienia kapilary R w czwartej potęgzie, a odwrotnie proporcjonalny do długości kapilary L oraz do współczynnika lepkości dynamicznej cieczy η

$$V = \frac{\pi R^4}{8\eta} \frac{(p_1 - p_2)}{L}$$

Wykonanie pomiaru za pomocą lepkościomierza, takiego jak lepkościomierz Ubbelohé'a, wymaga zmierzenia czasu potrzebnego do tego, aby pewna ilość cieczy mogła przepłynąć przez kapilarę pomiędzy dwoma wyznaczonymi punktami.

Układ pomiarowy składa się z łaźni wodnej o pojemności 80 l, w której umieszczone są wiskozymetry wzorcowe MV (Master Viscometer) typu Ubbelohdego z kapilarami o długości 400 mm lub 500 mm. W łaźni wodnej zanurzony jest czujnik temperatury, który podłączony jest do mostka prądu przemiennego.



Układ pomiarowy składa się z komputera obsługującego program do regulacji nastaw regulatora temperatury. Program ten umożliwia zadanie nastawowych wartości temperatury i jej oscylacji wokół zadanej temperatury. Regulator umożliwia nastawienie temperatury rzędu jednej tysięcznej stopnia. Rozdzielczość odczytu wynosi jedną dziesięciotysięczną, natomiast wahania temperatury w łaźni wodnej są rzędu 0,06 °C.

Zarówno przy wyznaczaniu wartości lepkości kinematycznej wzorców, jak i przy wyznaczaniu stałej wiskozymetrów wykonywanych jest 10 pomiarów czasu przepływu określonej objętości wzorca przez kapilarę. W budżecie niepewności dla pomiarów lepkości jedną ze składowych jest niepewność standardowa związana z pomiarem czasu przepływu określonej objętości wzorca przez kapilarę wiskozymetru, która składa się z niepewności pomiaru czasu wypływu cieczy wyznaczona z rozrzutu wyników pomiaru czasu w serii pomiarowej oraz błędu granicznego przyrządu do pomiaru czasu, odczytany ze świadectwa wzorcowania.

W laboratorium pomiary wykonywane są w sposób ręczny. Przy użyciu lupy o odpowiednim powiększeniu odczytuje się czas cieczy wiskozymetrycznej spływającej z kapilary wiskozymetru.

Wspomaganie komputerowe w pomiarach lepkości będzie polegało na automatycznym pomiarze czasu oraz na analizie obrazu zarejestrowanego przez kamerę w środowisku LabView. Wykonano szereg pomiarów mających na celu zoptymalizowanie warunków przeprowadzania automatycznego pomiaru czasu. Start stopera następował wtedy, gdy ciecz przechodziła przez górną kresę kapilary, a zatrzymanie stopera następowało, gdy ciecz przechodziła przez dolną kresę kapilary. Obraz będzie rejestrowany za pomocą kamery z szybkością trzydziestu klatek/s, a możliwe jest zwiększenie prędkości rejestracji do 60 klatek/s. Pozwoli to na odczyt czasu z niepewnością 0,017 s w momencie przejścia menisku przez kresę. W środowisku LabView możliwa jest analiza obrazu dwóch kolejnych klatek, co umożliwiło określenie momentu przejścia menisku przez kresę, a tym samym dokładny odczyt czasu.

Izabela Cękiel

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Pomiary pH na zautomatyzowanym stanowisku państwowego wzorca jednostki miary pH

W Laboratorium Elektrochemii na stanowisku pomiarowym państwowego wzorca jednostki miary pH wyznaczone są wartości pH podstawowych materiałów odniesienia za pomocą metody opartej na pomiarze sił elektromotorycznych ogniw wodorowo-chlorosrebrowych bez przenoszenia jonów (ogniwo Harneda):



W danej temperaturze wykonywane są pomiary ogniw zawierających wzorzec pH z różnymi dodatkami jonów Cl^- . W przypadku wyznaczania potencjału standardowego elektrod Ag/AgCl elektrolitem jest kwas solny o znanej zawartości chlorków.

Państwowy wzorzec jednostki miary pH składa się z ogniw wodorowo-chlorosrebrowych, gdzie elektrody wodorowe omywane są gazowym wodorem wytwarzanym przez generator wodoru typ B 920000-220, produkcji Parker Hamilton. Ogniwka te są termostatyzowane w termostacie głównym typ D20 KP, produkcji Lauda, wspomaganym termostatem typ F20, produkcji Julabo Labortechnik. Temperatura w termostacie głównym jest monitorowana przez termometr, typ R 42/2 i czujnik temperaturowy Pt 100, produkcji Lauda. Do odczytów pomiarów napięcia służy multimetr cyfrowy typ 7081, produkcji Solartron-Schlumberger. Ciśnienie atmosferyczne mierzone jest przez ciśnieniomierz elektroniczny, typ Diptron 3, produkcji Wallace and Tiernan. Do rejestracji i wizualizacji wyników pomiarów, wartości SEM, temperatury i ciśnienia, służy program PHM_2.

Duże ułatwienie w pomiarach na państwowym wzorcu jednostki miary pH stanowi program komputerowy napisany na specjalny użytek tego stanowiska. Program ten składa się z następujących etapów:

1. Konfiguracja stanowiska pomiarowego;
2. Prowadzenie pomiarów;
3. Opracowanie wyników pomiarów;
4. Wyniki pomiarów potencjału E^0 i wartości pH.

Na stanowisku państwowego wzorca jednostki miary pH w Laboratorium Elektrochemii GUM są wykonywane porównania międzynarodowe.

Agata Mateuszuk, Monika Pawlina
Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Rozwój metrologii polskiej w świetle wyzwań stawianych metrologii europejskiej

W referacie przedstawiono Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii (EMRP). Jest on końcowym celem projektu iMERA, realizowanego obecnie w ramach 6. Programu Ramowego („Wdrażanie metrologii w Europejskiej Przestrzeni Badawczej”). EMRP jest to wspólny wielodyscyplinarny program badań naukowych integrujący istniejące programy krajowe, który objęty będzie 7. Programem Ramowym, z perspektywą uruchomienia wspólnej inicjatywy Komisji Europejskiej i zainteresowanych krajów w oparciu o Artykuł 169 Traktatu Europejskiego. Zgodnie z koncepcją ww. inicjatywy, wypracowaną przez Komisję Europejską, wspólny program ma obejmować integrację zarówno działań naukowych, jak i zarządzania (wspólne konkursy, wspólne partnerskie oceny wzajemne oraz wspólne procedury selekcyjne i wspólne projekty) oraz integrację finansową. Dzięki połączeniu odpowiednich europejskich programów i działań krajowych przyspieszony zostanie rozwój naukowego potencjału pomiarowego, a generowana wiedza będzie szerzej

rozpowszechniana i stosowana. Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii – najważniejsze przedsięwzięcie obejmujące obszar metrologii w Europie – jest wielką szansą dla rozwoju metrologii europejskiej. Stworzenie takiego programu działań w zakresie metrologii będzie niewątpliwie impulsem zwiększającym konkurencyjność gospodarki europejskiej na świecie.

Dobrosława Sochocka

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Niepewność w porównaniach międzylaboratoryjnych przy zastosowaniu średniej ważonej lub arytmetycznej jako miary wartości odniesienia

Porównania międzylaboratoryjne wykonywane są często w celu wyznaczenia wartości odniesienia określonej wielkości mierzonej. Ta sama wielkość mierzona jest wówczas w wielu laboratoriach pomiarowych przy użyciu wzorca przenośnego. Pomimo wysokich kompetencji metrologicznych uczestników porównań, uzyskiwane niepewności wyników pomiaru na ogół są różne. Dotyczy to zarówno porównań, kluczowych jak i uzupełniających. W ich wyniku otrzymuje się ostatecznie wartość odniesienia, jak i różnice pomiędzy poszczególnymi wynikami a tą wartością odniesienia. Wartość odniesienia można wyznaczać jako średnią ważoną lub średnią arytmetyczną wszystkich uzyskanych wyników porównania.

W celu zilustrowania konsekwencji stosowania miar wartości odniesienia w postaci obu średnich posłużono się danymi dotyczącymi wyników porównań zaczerpniętymi z publikacji. Przedstawiono w niej wyniki porównań z dziedziny pomiarów długości i temperatury, charakteryzujące się znacznymi różnicami niepewności standardowych związanych z poszczególnymi wartościami tej samej wielkości mierzonej. W porównaniach długości użyto płytki wzorcowej o nominalnej wartości 1 mm, a w porównaniach temperatury zastosowano komórkę realizującą punkt topnienia srebra. W obu przypadkach obliczono niepewności różnic uzyskanych wyników porównań w poszczególnych laboratoriach i wartości odniesienia. W obu porównaniach uwzględniono wyniki uzyskane w dziesięciu laboratoriach uczestniczących w pomiarach.

Można zauważyć, że im mniejsza deklarowana niepewność pomiaru przez uczestniczące w porównaniu laboratorium tym mniejsza niepewność różnicy pomiędzy otrzymaną wartością wyniku porównania a wartością odniesienia jako średnią ważoną. Nie można natomiast tego powiedzieć o niepewności tej samej różnicy, gdy wartość odniesienia jest średnią arytmetyczną. Świadczy to o lepszym dopasowaniu średniej ważonej do otrzymanych wyników porównań od średniej arytmetycznej. Szczególnie jest to widoczne przy znacznych różnicach w deklarowanych niepewnościach związanych z otrzymanymi wynikami przez uczestniczące laboratoria.

Należy pamiętać, że przy wyznaczaniu niepewności różnicy dwu wielkości nie stosuje się tu klasycznego „sumowania” ich niepewności wynikającego z prawa propagacji niepewności dla zmiennych niezależnych. W takiej sytuacji niepewność różnicy byłaby zawsze

większa od niepewności wyniku porównania i niepewności wartości odniesienia. Wartość odniesienia jest bowiem powiązana ze wszystkimi wynikami porównań i zachodzi pomiędzy nimi korelacja, co skutkuje zmniejszeniem wypadkowej niepewności. W przypadku wartości odniesienia w postaci średniej ważonej następuje wręcz „odejmowanie” niepewności standardowych.

Zagadnienie niepewności przy wyborze sposobu wyznaczania wartości odniesienia może być istotne dla laboratoriów pilotujących porównania. Staje się ono tym ważniejsze, im bardziej zróżnicowane są niepewności deklarowane przez uczestników porównań, co jak okazuje się w praktyce pomiarów realizowanych z udziałem najbardziej kompetentnych laboratoriów wzorcujących, nie jest zjawiskiem rzadkim. Różnice pomiędzy deklarowanymi niepewnościami mogą być wielokrotne. Dlatego odpowiedni wybór sposobu obliczania wartości odniesienia porównań ma zasadnicze znaczenie w metrologii wzorców jednostek miar.

Paweł Fotowicz

Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

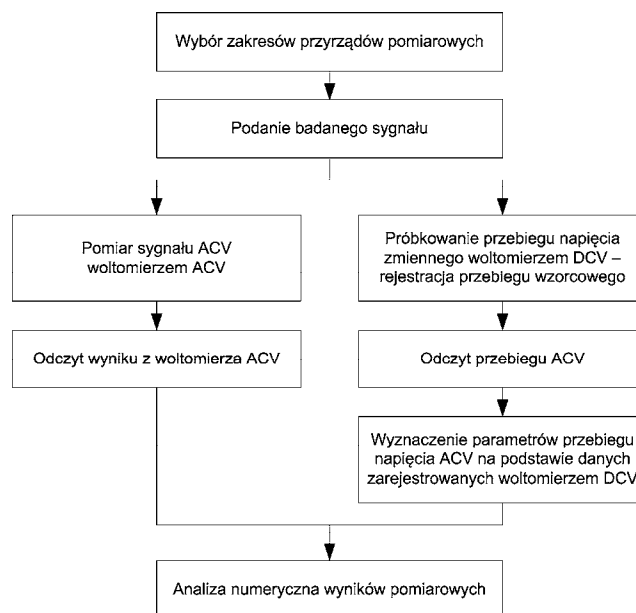
Metoda wzorcowania woltomierzy cyfrowych prądów niskich częstotliwości

Najczęściej wzorcowania mierników napięcia elektrycznego przeprowadzane są dla napięcia stałego lub zmiennego w zakresie częstotliwości powyżej 10 Hz. Jednakże w ostatnich latach pojawiło się zapotrzebowanie na wykonywanie wzorcowań mierników wartości skutecznej napięcia dla przebiegów wolnozmiennych, z zakresu częstotliwości $0,1 \div 10$ Hz i napięć poniżej 10 V. Wzorcowania tego typu są zagadnieniem nowatorskim. W celu spełnienia oczekiwań laboratoriów pomiarowych Główny Urząd Miar postanowił opracować nową metodę pomiarową umożliwiającą wykonywanie tego typu wzorcowań oraz rozszerzyć o nią swój zakres usług. W ramach prac badawczo-rozwojowych zbudowano odpowiednie stanowisko pomiarowe oraz opracowano metodę analizy wyników pomiarowych umożliwiających wzorcowanie mierników wartości skutecznej napięć o niskiej częstotliwości.

Wśród metod pomiaru i wyznaczania wartości skutecznej napięcia przebiegu wolnozmiennego wybrano metodę próbkowania przebiegów. Rozwiązanie takie pozwoliło na zachowanie wymaganej spójności pomiarowej. W łańcuchu wzorcowań opracowana metoda pomiarowa zachowuje odniesienie do Państwowego Wzorca Napięcia Elektrycznego Stałego. Jest to niezbędne dla zachowania spójności krajowego systemu miar. W referacie zaprezentowano znane metody badań napięć o niskiej częstotliwości, uzasadniono wybór metody pomiaru. Następnie opisano zautomatyzowane stanowisko pomiarowe, a także dokonano analizy jego możliwości pomiarowych.

Rysunek ilustruje algorytm wzorcowania przy zastosowaniu opracowanej metody wzorcowania. Generowany przez generator sinusoidalny przebieg napięcia o niskiej częstotliwości jest rejestrowany przez woltomierz cyfrowy napięcia stałego, w postaci kolejnych próbek reprezentujących badany przebieg.

Wynik pomiaru stanowi wzorcowy sygnał odniesienia. W drugim torze pomiarowym równoległe wykonywany jest bezpośredni pomiar wartości skutecznej badanego przebiegu



napięciowego przez miernik wzorcowany. Różnica obu sygnałów stanowi wynik wzorcowania.

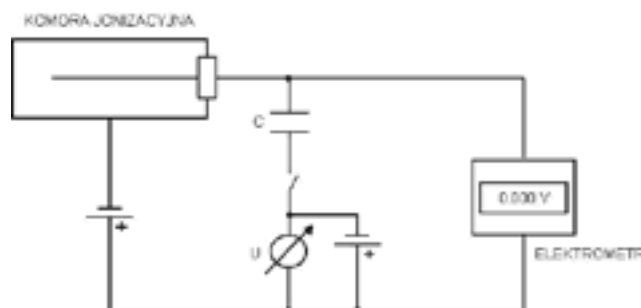
Dokładna analiza procesu pomiarowego oraz źródeł niepewności pomiarów pozwala wnioskować, że możliwe jest wzorcowanie mierników wartości skutecznej napięcia dla zakresu częstotliwości $0,1 \div 10$ Hz z niepewnością rzędu 10 ppm.

Michał Mosiądz, Marcin Orzepowski, Paweł Zawadzki
Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

Metody pomiarów małych prądów jonizacyjnych rzędu 10^{-15} A

W Głównym Urzędzie Miar w Warszawie trwają prace nad stworzeniem nowych metod pozwalających na pomiar małych prądów jonizacyjnych rzędu 10^{-15} A. W chwili obecnej są prowadzone prace badawcze nad zmodyfikowanym układem kompensacyjnym.

W metodzie tej, kompensacji dokonuje źródło stałoprądowe w postaci komory jonizacyjnej naświetlanej źródłem promieniotwórczym. Ładunek doprowadzany jest do jednej z okładek kondensatora C z elektrody komory jonizacyjnej, natomiast do drugiej okład-



ki przykładane jest napięcie kompensacji U, czerpane z wzorcowego źródła napięciowego. W metodzie kompensacyjnej jedyną wielkością mierzoną jest czas kompensacji mierzony od momentu zwarcia włącznika do momentu pokazania przez elektrometr wartości zerowej. Wartość napięcia przykładanego na jedną z okładek kondensatora U, jak i pojemność kondensatora C, są ściśle określone. W niedalekiej przyszłości planuje się również dokonywanie pomiarów małych prądów jonizacyjnych za pomocą czujników SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) czyli nadprzewodzących interferometrów kwantowych. W oparciu o te czujniki wykonane zostaną układy pozwalające mierzyć małe prądy jonizacyjne w sposób bezpośredni i w układzie komparatora.

Adrian Bożydar Knyziak

Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

Wzorcowanie spektrofotometrów – źródła błędów

Zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 pt. „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących” laboratorium ma obowiązek okresowego sprawdzania poprawności wskazań własnego wyposażenia pomiarowego.

Proponowana przez Główny Urząd Miar kontrola poprawności wskazań spektrofotometrów UV-VIS wykonywana na zlecenie klientów (na miejscu, w Laboratorium Wzorców Spektrofotometrycznych Zakładu Promieniowania i Wielkości Wpływających lub w siedzibie użytkownika przyrządu) zapisana jest w wewnętrznej procedurze wzorcowania i przewiduje:

- wzorcowanie skali fotometrycznej przy wykorzystaniu wzorców gęstości optycznej widmowego współczynnika przepuszczania: ciekłych, stałych filtrów neutralnych szarych oraz filtrów napyłanych,
- wzorcowanie skali długości fali przy wykorzystaniu filtrów optycznych domieszkowanych pierwiastkami ziem rzadkich (filtry: erbowy, holmowy, dydymowy).

Omówiono źródła błędów występujące przy wzorcowaniu skali fotometrycznej spowodowane niedoskonałością użytych wzorców, przejawiającą się w niepłaskości ich charakterystyk widmowych, połączoną z niedoskonałością wzorcowanych spektrofotometrów przejawiającą się w błędach ich skali długości.

J. Gębicka, A. Rębecka, A. Żurawski

Referat przedstawiono na konferencji POOMT i KSK

Certyfikacja gazowych materiałów odniesienia

Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia Zakładu Fizykochemii Głównego Urzędu Miar wykonuje gazowe materiały odniesienia i dokonuje ich certyfikacji.

Gazowe materiały odniesienia wykonywane są w butlach ciśnieniowych stalowych lub aluminiowych metodą grawimetryczną, która pozwala na zapewnienie spójności po-

miarowej do państwowego wzorca jednostki miary masy poprzez wprowadzanie kolejnych składników mieszaniny do butli gazowej przy jednoczesnej kontroli masy wprowadzanego składnika. Metoda grawimetryczna opisana jest w normie ISO 6142:2001. Norma przedstawia schemat postępowania przy wytwarzaniu mieszanin gazowych oraz określa warunki konieczne do uznania metody grawimetrycznej za metodę podstawową czyli metodę certyfikacji gazowych materiałów odniesienia.

Inną metodą certyfikacji gazowych materiałów odniesienia, wykorzystywaną w Zakładzie Fizykochemii GUM, jest metoda pomiaru porównawczego względem innego certyfikowanego materiału odniesienia z wykorzystaniem wielopunktowego wzorcowania mieszanin gazowych, wg normy ISO 6143:2001. Metoda ta polega na wyznaczeniu krzywej kalibracji za pomocą materiałów odniesienia posiadających spójność pomiarową do wzorca jednostki miary masy lub do innego międzynarodowego wzorca jednostki miary. Załącznikiem do normy ISO 6143:2001 jest program komputerowy B_LEAST.exe, który pomocny jest do wyznaczenia krzywej kalibracji, wyboru typu krzywej (liniowa lub nieliniowa) oraz wyznaczenia zawartości poszczególnych składników w mieszaninie gazowej wraz z niepewnościami.

Dariusz Cieciora, Dominika Kosińska, Agnieszka Hys
Referat przedstawiono na Ogólnopolskiej Konferencji
„Jakość w Chemii Analitycznej 4”

Analiza metod stosowanych przez krajowe i zagraniczne instytucje metrologiczne do wytwarzania roztworów wzorcowych do AAS

Absorpcyjna spektrometria atomowa (AAS) należy do metod, w których ilościowe oznaczanie pierwiastków w badanej próbce polega na pomiarze porównawczym absorpcji mierzonej dla próbki o nieznanym stężeniu analizowanego składnika z serią próbek o dobrze zdefiniowanym jego stężeniu. Aby uwiarygodnić stosowaną w oznaczeniach procedurę, każde laboratorium musi dysponować certyfikowanymi materiałami odniesienia (CRMs), które zawierają odpowiedni analit w ilości dokładnie znanej. Przy tworzeniu spójnego, na skalę ogólnosiwiatową, programu dotyczącego przygotowywania materiałów odniesienia decydującą rolę odegrała Międzynarodowa Organizacja Normalizacyjna (ISO). Zgodnie z jej zaleceniami materiały odniesienia do AAS (najczęściej w postaci roztworów wodnych) posiadają właściwości certyfikowane na podstawie pomiarów wykonywanych wiarygodnymi metodami i realizowanych w wyspecjalizowanych do tego celu laboratoriach. Spójność pomiarową uzyskuje się w nich poprzez nieprzerwany łańcuch porównań, który zapewnia, że wynik pomiarów jest powiązany z odniesieniem na najwyższym międzynarodowym poziomie, czyli z wzorcem pierwotnym. Wśród takich laboratoriów dominującą pozycję na świecie zajmuje Państwowy Instytut Wzorców i Technologii (NIST) w USA. Laboratoria wykonujące materiały odniesienia, zapewniające powiązanie z wzorcami międzynarodowymi, istnieją także w innych państwach, w ramach krajowych instytucji metrologicznych, m.in.: w Japonii (Krajowy Instytut Metrologii – NMII), w Niemczech (Federalny Instytut Badania Materiałów i Testowania – BAM oraz Federalny Instytut

Metrologii – PTB), na Słowacji (Słowacki Instytut Metrologiczny – SMÚ), a także w Polsce (Główny Urząd Miar w Warszawie oraz Okręgowy Urząd Miar w Łodzi). Wszystkie opisane metody wytwarzania wzorcowych roztworów do AAS opierają się na procedurach rozpuszczenia substancji wejściowych o wysokiej klasie czystości (powyżej 99,5 %), w odpowiednich matrycach. Roztwory wzorców do AAS różnią się między sobą wartościami stężeń oraz nieznacznie składem matryc (stężeniami kwasów nieorganicznych). W związku tymi właściwościami różnią się one także certyfikowanym terminem trwałości. Najistotniejszą różnicę dla procedur wytwarzania wzorcowych roztworów do atomowej spektrometrii absorpcyjnej stanowią metody używane w różnych ośrodkach metrologicznych, stosowane do oznaczania stężenia przygotowywanych serii roztworów. Wiodące ośrodki na świecie (np. NIST, BAM czy PTB) wykorzystują optyczną emisyjną spektrometrię z jonizacją w indukcyjnie sprzężonej plazmie (ICP-OES). Pozostałe ośrodki stosują, na ogół w tym samym celu, metody klasycznej chemii analitycznej, czyli miareczkowania.

Inwestycja zrealizowana w połowie roku 2007 przez Główny Urząd Miar w Warszawie wyposażała laboratorium wytwarzające wzorce do AAS w optyczny spektrometr emisyjny ICP-OES. Zastosowanie tej techniki analitycznej umożliwi stopniowe dostosowanie usług świadczonych przez GUM do standardów zagranicznych instytutów metrologicznych. Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej GUM będzie mogło przystąpić do programu krajowych lub zagranicznych porównań międzylaboratoryjnych, szczególnie tych organizowanych w ramach EURAMET-u, czy CCQM-u. Po wypełnieniu wszystkich koniecznych warunków GUM będzie się mógł ubiegać o umieszczenie wzorców wytwarzanych do AAS na listach CMC.

dr Agnieszka Zoń

*Referat przedstawiono na Ogólnopolskiej Konferencji
„Jakość w Chemii Analitycznej 4”*

Streszczenie plakatu

Gęstość jest podstawowym parametrem określającym naturę fizyczną gazów, cieczy i ciał stałych. Pomiary gęstości wykonuje się w wielu dziedzinach nauki i przemysłu w celu określenia właściwości materiałów, parametrów procesów technologicznych, ilości i jakości produktów. Spójność pomiarów gęstości w Polsce z międzynarodowym systemem miar zapewnia Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej Głównego Urzędu Miar. Państwowy wzorec jednostki miary gęstości, wykonany z monokryształu krzemu, przekazuje jednostkę miary do stałych i ciekłych wzorców niższych rzędów oraz przyrządów pomiarowych, w tym certyfikowanych materiałów odniesienia. Kompetencje techniczne i możliwości pomiarowe Laboratorium potwierdza udział w porównaniach międzynarodowych.

Elżbieta Lenard