

Wspomnienia i fakty z dziewięćdziesięciu lat historii Laboratorium Gęstości

Laboratorium zajmujące się pomiarami gęstości cieczy i ciał stałych istnieje w Głównym Urzędzie Miar od blisko dziewięćdziesięciu lat. Powstało jako jedno z pierwszych. W ciągu tych lat zmieniły się nie tylko struktury organizacyjne, ale też instytucje – kolejno GUM, CUJiM, COBR WZORMAT, PKNMij i wreszcie znowu GUM, a laboratorium, ulokowane od kilkudziesięciu lat w pomieszczeniach nr 342, 343, 344, 345 i 346 na trzecim piętrze budynku E, kontynuuje swoją działalność, obecnie jako integralna część Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej.

Niestrudzenie podążamy śladami Archimedes (ważenie hydrostatyczne, III w. p.n.e) i Hypatii z Aleksandrii (areometria, IV w.), choć współczesne stanowiska pomiarowe wyposażone są w najnowocześniejszą aparaturę. Wiele nowych przyrządów i układów pomiarowych, których działanie oparte jest na różnych zjawiskach fizycznych, pozwala wyznaczać gęstość z dokładnością spełniającą wymagania współczesnej nauki, techniki i przemysłu. Przez nasze laboratorium przewinęło się wielu znakomitych naukowców-metrologów, niektórzy odeszli już na zawsze, a wraz z nimi wspomnienia. Z dokumentów i z opowiadań naszych emerytowanych koleżanek i kolegów staraliśmy się odtworzyć fragmenty historii, dodając własne wspomnienia z ostatniego ćwierćwiecza – kolejne rozdziały działalności naszego Laboratorium.

Próbowałyśmy usystematyzować ważniejsze zdarzenia, niejako „kamienie milowe” historii pomiarów gęstości. Nasze skromne notatki nie odzwierciedlają w pełni zakresu działań i osiągnięć dziewięćdziesięciolecia, a zwłaszcza okresu przedwojennego, który możemy opisać jedynie na podstawie nielicznych zachowanych dokumentów. Znajomość powojennych dziejów pracowni również pozostawia wiele do życzenia, gdy tymczasem spośród naszych własnych doświadczeń, mnóstwa zadań i prac wykonanych od początku lat osiemdziesiątych, trudno wybrać te najważniejsze.

Lata pięćdziesiąte i sześćdziesiąte

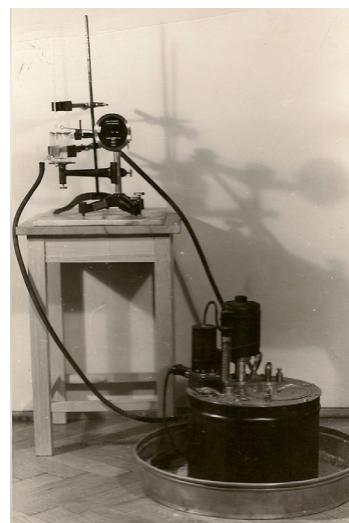
Tuż przed jubileuszem 75-lecia GUM trochę wspomnień przekazał nam nasz niezapomniany kolega mgr Włodzimierz Wnukowski. Fizyk z wykształcenia, w latach 1953–1965 zajmował się zagadnieniami pomiarów gęstości, lepkości i napięcia powierzchniowego. Jego prace w dziedzinie areometrii przyczyniły się do reformy alkoholometrii w Polsce oraz wprowadzenia nowych metod sprawdzania i wzorcowania tych przyrządów. Pracował najpierw w Laboratorium Gęstości i Lepkości, a od 1961 r. w Laboratorium Gęstości, w utworzonym wówczas pod kierownictwem dr. Tomasza Plebańskiego (tytuł profesora otrzymał w 1972 r.) Zakładzie Metrologicznym Fizyko-Chemii (tak kiedyś pisano tę nazwę) GUM. Zakład ten, oprócz densymetrii, zajmował się wiskozymetrią, polarymetrią, refraktometrią, higrometrią, pehametrią, konduktometrią, spektrografią i spektrofotometrią.

Po rozmowie tej pozostała nam następująca notatka.

„Wiosną 1945 roku, w jedynym niezniszczonym budynku G siedziby Głównego Urzędu Miar, odrodziło się, jako pierwsze, Laboratorium Areometrii. Sprawdzano w nim areometry w warunkach stosunkowo prymitywnych – bez termostatyacji, w temperaturze pokojowej. Gęstość cieczy wzorcowych wyznaczano za pomocą piknometrów (pobierając próbkę z cylindra, w którym pływał

wzorcowany areometr, po ustaleniu się temperatury) i na tej podstawie obliczano poprawki dla areometrów wzorcowych. W latach późniejszych gęstość cieczy wzorcowych wyznaczano przy użyciu wzorcowych pływaków szklanych, a następnie kwarcowych, metodą hydrostatycznego ważenia. Stosowano również metodę piknometrów bliźniaczych. Pomiar napięcia powierzchniowego, niezbędnego do wyznaczenia stosowanych wtedy tzw. stałych kapilarnych, prowadzono metodami: tensjometryczną du Nouya, kapilarną i stalagmometryczną. Powstały komplety areometrów wzorcowych (w tym: alkoholomierzy, densymetrów uniwersalnych i do olejów mineralnych) obciążonych rtęcią, o temperaturze odniesienia 15 °C, dla których poprawki wyznaczono metodą hydrostatycznego ważenia z dokładnością $\pm 2 \cdot 10^{-5}$.

Pan Włodzimierz Wnukowski przez pierwsze lata pracował w pokoju nr 346, w którym prowadzono również pomiary przy użyciu spektrografu, pH-metru, polarografu, bomby kalorymetrycznej, refraktometru, polarymetru. Laboratorium kierował wówczas dr Waldemar Leeg, który został następnie dyrektorem Zakładu V – Gęstości, Ciepła i Światła. Od 1 kwietnia 1956 r. w laboratorium tym zaczęła pracować pani Eliza Milewska. We wrześniu 1961 r. utworzono dwa osobne laboratoria: Gęstości oraz Lepkości, którymi kierowali: pan Włodek i pani Eliza. Pod koniec 1962 r. kierownikiem został pan Józef Noworyta (zastępcą – pani Irena Szymańska), a od 1 stycznia 1964 r. – pan Andrzej Koźdoń. Następnie funkcję tę pełnili: pan Marek Ziegman i pani Krystyna Wilanowska.”



Ilustr. 1. Pomiary napięcia powierzchniowego za pomocą tensometru du Nouya (obecnie w muzeum GUM).

Dziewięćdziesiąt lat alkoholometrii polskiej

Polska była jednym z pierwszych krajów, który uporządkował pomiary alkoholometryczne. Początki areometrii i alkoholometrii w Głównym Urzędzie Miar to lata 1922 – 1930. Pierwszy etap stanowiło wydanie w 1934 r. „Tablic gęstości roztworów wodno-alkoholowych”, opracowanych przez dr. Witolda Kasperowicza, inż. Tadeusza Smoleńskiego i inż. Antoniego Kwiatkowskiego



Ilustr. 2. Komplet alkoholomierzy wzorcowych z 1937 r.

i zatwierdzonych przez Komisję Alkoholometryczną przy Głównym Urzędzie Miar pod przewodnictwem dyrektora, dr. inż. Zdzisława Rauszera, ustalającą zasady dla polskiej alkoholometrii. Dane w nich zawarte posłużyły do opracowania i wydania praktycznych tablic alkoholometrycznych dla temperatury odniesienia 15 °C. Zadanie to wykonała Podkomisja Alkoholometryczna przy Głównym Urzędzie Miar pod kierunkiem zasłużonego pracownika Służby Miar, prof. dr inż. Józefa Rolińskiego, przy współudziale przedstawicieli Ministerstwa Skarbu. W latach 1936 – 1937 ukazały się m.in. tablice użytkowe do wyznaczenia mocy spirytusu, do rozcieńczania spirytusu i poprawek do wskazań alkoholomierzy, niezbędne władzom skarbowym, kontrolującym wyrób i obrót spirytusu. Najnowocześniejsze na owe czasy tablice zapoczątkowały tradycje alkoholometrii polskiej, peł-

niąc poważną rolę gospodarczą i likwidując na terenie państwa polskiego różne, odziedziczone z okresu rozbiorów i wzajemnie sprzeczne, skale.

Wszystkie dokumenty, obliczenia i protokoły spłonęły doszczętnie w Głównym Urzędzie Miar, zrujnowanym po nalocie bombowym na początku sierpnia 1944 r. i podpalonym przez okupantów w połowie sierpnia tegoż roku. W 1946 r. w ruinach budynku odnaleziono rękopis pracy pisanej w 1940 r. pt. „O metodach obliczania tablic alkoholometrycznych”, zawierającej wzory i schematy obliczeniowe i streszczenie wyników prac przy obliczaniu praktycznych tablic alkoholometrycznych. W 1947 r. ukazały się „Praktyczne tablice alkoholometryczne. Podstawy, metody i schematy obliczeń, według materiałów Podkomisji Alkoholometrycznej”, opracowane przez Zdzisława Gajewskiego, najbliższego współpracownika prof. dr. inż. Józefa Rolińskiego.

W trzydzieści lat po wydaniu pierwszej edycji tablic (1967 r.) ukazały się „Wzorcowe tablice alkoholometryczne w temperaturze odniesienia 20 °C”, autorstwa dr. Tomasza Plebańskiego i Bogumiły Ogonowskiej, oparte o podstawowe dane gęstości spirytusu podane w wydaniu międzywojennym, ale rozszerzone znacznie pod względem zakresu i dokładności, dostosowane do ówczesnych wymagań metrologii, potrzeb przemysłu, handlu i nauki oraz wiążących Polskę uchwał organizacji międzynarodowych (ISO, XII CGPM). Te z kolei tablice przyczyniły się do unifikacji alkoholometrii światowej, zakończonej opracowaniem Międzynarodowych Tablic Alkoholometrycznych, przyjętych w 1973 r. przez OIML i wdrożonych od 1976 r. do prawodawstwa europejskiego.

Lata trzydzieste

Oprócz tablic alkoholometrycznych, w latach przedwojennych wydano również tablice gęstości olejów mineralnych i poprawek do wskazań areometrów (1931 r.) opracowane przez dr Witolda Kasperowicza, pracownika naukowego i zastępcę naczelnika Wydziału Metrologicznego GUM w latach 1920–1939.

W latach trzydziestych, w Wydziale I Głównego Urzędu Miar działały pracownie, zajmujące się densymetrią (z wyłączeniem densymetrii zbóż w stanie zsypanym), badaniami areometrów oraz przepływomierzy spirytusu. Legalizowano areometry, w tym do olejów mineralnych i cukromierze, uwierzytelniano alkoholomierze i termoalkoholomierze wagowe i objętościowe, solomierze. W zbiorach „Zarządzeń administracyjnych dla urzędów miar” znajdują się liczne dokumenty, takie jak wyjaśnienia dotyczące uwierzytelniania alkoholomierzy objętościowych z podwójną skalą temperatury (w stopniach Celsjusza i Reaumura) z 1930 r. oraz uwierzytelniania alkoholomierzy objętościowych z niejednostajną podziałką z 1934 r.; „Klasyfikacja narzędzi mierniczych” z 1932 r., obejmująca alkoholomierze i termoalkoholomierze wagowe i objętościowe, cukromierze i termocukromierze, areometry i termoareometry do olejów mineralnych oraz inne areometry i termoareometry; „Instrukcja legalizacyjna dla areometrów” z 1933 r.; „Instrukcja o sprawdzaniu solomierzy, wzorcowanych w kg soli w 1 hl solanki” z 1934 r.

Lata osiemdziesiąte

W dalszej części pozwolimy sobie przytoczyć fragmenty wspomnień jednej z autorek, mgr inż. Elżbiety Lenard – zachowany w pamięci obraz laboratorium z początku lat osiemdziesiątych.

„Rok 1982, moja pierwsza praca i pierwsze zetknięcie z metrologią fizykochemiczną. Laboratorium Pomiarów Gęstości mieści się, jak już wcześniej wspomniano, w pokojach nr 343, 344, 345 i 346 na III piętrze i jest częścią Zakładu Fizyko-Chemii Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Wzorców Materiałów COBR „WZORMAT”, kierowanego przez prof. dr. Tomasza

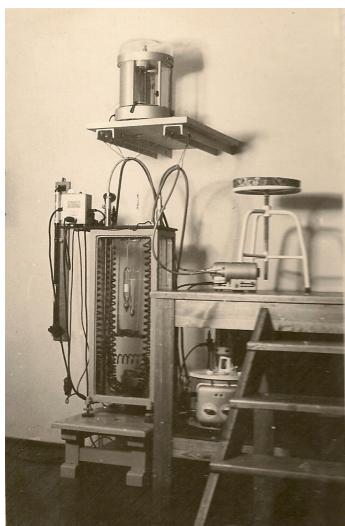
Plebańskiego. W sąsiednim pokoju nr 342 rezyduje wieloletni kierownik Laboratorium, doc. dr inż. Andrzej Koźdoń, zatrudniony wówczas w PKNMij, który, jako wybitny międzynarodowy ekspert w dziedzinie gęstości, nigdy nie odmawia nam pomocy merytorycznej. Na długich, ciężkich, solidnych, drewnianych konsolach, z odpowiednio wyprofilowanymi blatami, mieszczą się różne układy pomiarowe.

Pierwsze ze stanowisk – do pomiarów piknometrycznych – tworzą trzy połączone ze sobą NRD-owskie termostaty, z zaworem elektromagnetycznym, sterującym na podstawie sygnału z regulatora rtęciowo-toluenowego dopływem ciepłej i zimnej wody z termostatów wstępnych do termostatu głównego, w którym, w naczyniu z przelewem (wymuszonym obiegiem wody), umieszcza się piknometry kwarcowe. Temperatura, odgrywająca jak zawsze kluczową rolę w pomiarach gęstości, jest monitorowana i rejestrowana – pisak wielkiego rejestratora, stanowiącego integralną część stanowiska, zapisuje wskazania czujników termistorowych, stabilne w granicach kilku tysięcznych stopnia. Cały róg pokoju nr 344 zajmuje solidny mostek oporowy Smitha, produkcji angielskiej firmy Tinsley, współpracujący z 25 Ω czujnikami platynowymi, tymi samymi, które dzisiaj podłączamy do automatycznego mostka F700B firmy ASL. Komplet piknometrów kwarcowych, wykonane przez naszego szklarza-artystę, pana Władysława Głomba, o pojemności 10 cm³ i 50 cm³ z szybką kapilarną oraz o pojemności 50 cm³ z dodatkowym zbiorniczkiem do pomiarów w rozszerzonym zakresie temperatury (0 ÷ 60) °C, wywzorcowane rtęcią, pozwalają mierzyć gęstość cieczy z niepewnością rzędu 5 · 10⁻⁶ g/cm³. Wyniki pomiarów piknometrycznych, wykonywanych głównie przez panią Danutę Gemel, wykorzystywane do wyznaczania charakterystyk metrologicznych ciekłych wzorców gęstości, jeszcze kilkanaście lat później posłużyły panu Andrzejowi Koźdoniowi, do opracowania i opublikowania w wydawanym przez Międzynarodowe Biuro Miar (BIPM) dwumiesięcznika „Metrologii” ciekawej procedury wzorcowania kompletów piknometrów.

W skład drugiego ze stanowisk – gęstościomierza oscylacyjnego DMA 601 + DMA60, również wchodzi kaskada termostatów, połączona z regulatorem temperatury Unipan 650. Termostatyżacja zajmuje mnóstwo czasu, dokładne ustawienie temperatury nie jest łatwe, ale jej stabilność w trakcie pomiaru jest również rzędu kilku tysięcznych stopnia. Gęstościomierz jest przystosowany do pomiarów w zakresie (0 ÷ 80) °C, ale wymaga wzorcowania w danej temperaturze pomiaru, za pomocą dwóch wzorców, najczęściej wody i powietrza.

W pokoju nr 343, pod wyciągiem, mieści się etalon jednostki gęstości cieczy. Unikalne stanowisko, opracowane pod kierunkiem doc. dr. inż. Andrzeja Koźdonia i przy współpracy mgr. inż. Marka Ziegmana, działa w oparciu o zjawisko maksymalnej gęstości wody w temperaturze ok. 4 °C. Obejmuje urządzenie pomiarowe do porównań gęstości wody metodą flotacyjną w temperaturze 4 °C oraz trzy zestawy destylacyjne do otrzymywania wody metodą Coxa. Woda ta, pozbawiona powietrza, o przewodności elektrycznej właściwej nie większej niż 1 μ S/cm, ma stały skład izotopowy w odniesieniu do tzw. wody oceanicznej (SMOW – standard mean ocean water), potwierdzany przez AGH w Krakowie. Termostat z regulatorem toluenowym oraz kriostat sprężarkowy, zapewniają, w specjalnie skonstruowanym zbiorniku, stabilność temperatury rzędu $\pm 0,002$ °C w zakresie (2 ÷ 6) °C. Temperatura flotacji powyżej i poniżej 4 °C mierzona jest za pomocą sond termometru kwarcowego Hewlett-Packard 2801 (stosujemy go do dzisiaj). Położenie flotujących pływaków kwarcowych określa mikrokatetometr KM6 (obecnie stosowany przy pomiarze wysokości wzniesienia kapilarnego). Stanowisko uzyskuje status państwowego wzorca jednostki gęstości cieczy w 1983 r.

W pokoju nr 345 mieści się stanowisko wzorcowe do sprawdzania alkoholomierzy kontrolnych I i II klasy. Wysoki szklany termostat, którego temperaturę steruje układ optyczny z pływakiem szklanym. Gęstość cieczy immersyjnej wyznacza się poprzez ważenie hydrostatyczne kwarcowego pływaka, napięcie powierzchniowe cieczy – za pomocą tensjometru du Nouya (dopiero w 1984 r. zakupiono przyrząd nowszej generacji). Waga hydrostatyczna, pod którą podwiesza się



Ilustr. 3. Stanowisko ważenia hydrostatycznego w pokoju nr 345, do wzorcowania areometrów

areometry, stoi na wysoko na ścianie umocowanej konsoli, tak, że stanowisko wykonującej pomiary pani Teresy Grabowskiej znajduje się na specjalnym podwyższeniu, na które wchodzi się po schodkach.

W pokoju nr 346 mieści się etalon jednostki gęstości ciała stałego, obejmujący zestaw monokrystalicznych wzorców krzemowych o masie ok. 5 g, gęstości wyznaczonej metodą ważenia hydrostatycznego i potwierdzonej metodą różnicowych pomiarów flotacyjnych oraz stanowisko do hydrostatycznych pomiarów gęstości, złożone z dwóch wag analitycznych, kompletu termometrów immersyjnych oraz wody densymetrycznej. Naczynie kwarcowe o podwójnych ściankach umieszczone na podnośniku pod stołem wagowym o specjalnej konstrukcji i mechaniczny układ podnoszenia wzorców i próbek, z wymiennymi szalkami, służy nam do dzisiaj w innym już stanowisku. Wazeniem zajmuje się pani Barbara Sokołowska, jak zawsze miła, spokojna i uśmiechnięta.

W tym samym pokoju, na przeciwległej konsoli, działa stanowisko do wyznaczania współczynników rozszerzalności cieplnej cieczy: piec dylatometryczny, o temperaturze sterowanej za pomocą regulatora Unipan 650. Ciecze, najczęściej termometryczne, umieszcza się w kwarcowym dylatometrze, zaprojektowanym i wykonanym w GUM, wzorcowanym rtęcią. Gęstość określa się mierząc masę cieczy, wypływającej z kapilary dylatometrze w miarę wzrostu temperatury. Zapasowe komplety alkoholomierzy wzorcowych, densymetrów do alkoholu i uniwersalnych przechowywane są w specjalnych drewnianych statywach”.

Dalsze dzieje

Przez kolejne dziesięć lat, pod kierownictwem pani mgr inż. Krystyny Wilanowskiej, na stanowiskach tych prowadzone są dalsze prace badawczo-rozwojowe, takie jak opracowanie kolejnych ciekłych wzorców densymetrycznych (o wyższych gęstościach) oraz trzech wzorców



Ilustr. 4. 1994 r. – we trzy w pokoju nr 344, od lewej: Jolanta Wasilewska, Marie Jelińska, Elżbieta Lenard

tenzjometrycznych (napięcia powierzchniowego cieczy na granicy ciecz-gaz), wzorcowanie alkoholomierzy kontrolnych w cieczach immersyjnych o gęstościach określanych na stanowisku gęstościomierzy oscylacyjnych, badanie gęstości i napięcia powierzchniowego cieczy w szerokim zakresie temperatury (do 150 °C). Bada się nowe metody i konstruuje się nowe stanowiska pomiarowe, np. kolumny gradientowej do pomiaru małych próbek ciał stałych i cieczy (wykonano pomiary małych kryształów krzemu i ciekłych kryształów), opracowuje kolejne edycje przepisów i instrukcji metrologicznych. Włączamy się też w problematykę związaną z badaniem analizatorów wydechu.

Od 1992 r., pod kierownictwem dr inż. Jolanty Wasilewskiej, która dołączyła do grona pracowników w 1985 r., przez blisko dziesięć lat działamy we trzy, razem z mgr inż. Marie Jelińską (w laboratorium od 1987 r.). Lata te, to przede wszystkim gwałtowny rozwój działalności związanej z wzorcowaniem przyrządów pomiarowych (gęstościomierzy oscylacyjnych i areometrów) oraz wytwarzaniem materiałów odniesienia. Ze względu na nowe możliwości współpracy międzynarodowej oraz rosnące potrzeby gospodarki modernizujemy stanowiska pomiarowe. Dotychczasowe etalony jednostki gęstości cieczy i ciała stałego zostają zastąpione jednym wzorcem, wykonanym z monokryształu krzemu prostopadłością WASO 9.2. Wzorcowe stanowisko ważenia hydrostatycznego zostaje przeniesione do klimatyzowanego pomieszczenia w piwnicy. Wzbogacamy się o nowoczesną aparaturę: 1 kg komparator, termostaty, mostki do pomiaru temperatury. W 2003 r. udaje się zakupić nowy monokryształ krzemu – 1 kg kulę SILO2, nowe naczynia hydrostatyczne i wykonać automatyczne układy zawieszzeń. W 2001 r. po raz pierwszy uczestniczymy w porównaniach międzynarodowych w ramach EUROMET-u (projekt nr 627 Pomiary gęstości cieczy). Do 2003 r. zajmujemy się sprawdzaniem analizatorów wydechu – przez kilka lat temat ten prowadzi mgr inż. Małgorzata Skoczylas.

Na okres 2003–2007 Laboratorium zostaje przeniesione do Zakładu Masy i Siły, a po kolejnej reorganizacji wraca do Zakładu Fizykochemii, jako jedno z czterech tworzących Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej.

Historia niewątpliwie dopisze dalsze karty do dotychczasowych dziejów pomiarów gęstości w Polsce. Miejmy nadzieję, że w stulecie istnienia GUM kolejne pokolenie metrologów nie będzie miało problemów z ich odtworzeniem.

mgr inż. Elżbieta Lenard

*główny metrolog w Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej
Zakładu Fizykochemii GUM*

dr inż. Jolanta Wasilewska

*kierownik Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej
Zakładu Fizykochemii GUM*

Bibliografia

1. *Słownik biograficzny pracowników Głównego Urzędu Miar, GUM, Warszawa 2007 r.*
2. *Tablice gęstości roztworów wodno-alkoholowych, GUM, Warszawa 1934 r.*
3. *Praktyczne tablice alkoholometryczne. Podstawy, metody i schematy obliczeń, według materiałów Podkomisji Alkoholometrycznej GUM, Bytom 1947*
4. Plebański T., Ogonowska B.: *Wzorcowe tablice alkoholometryczne w temperaturze odniesienia 20 °C, CUJiM, WNT, Warszawa 1967 r.*