

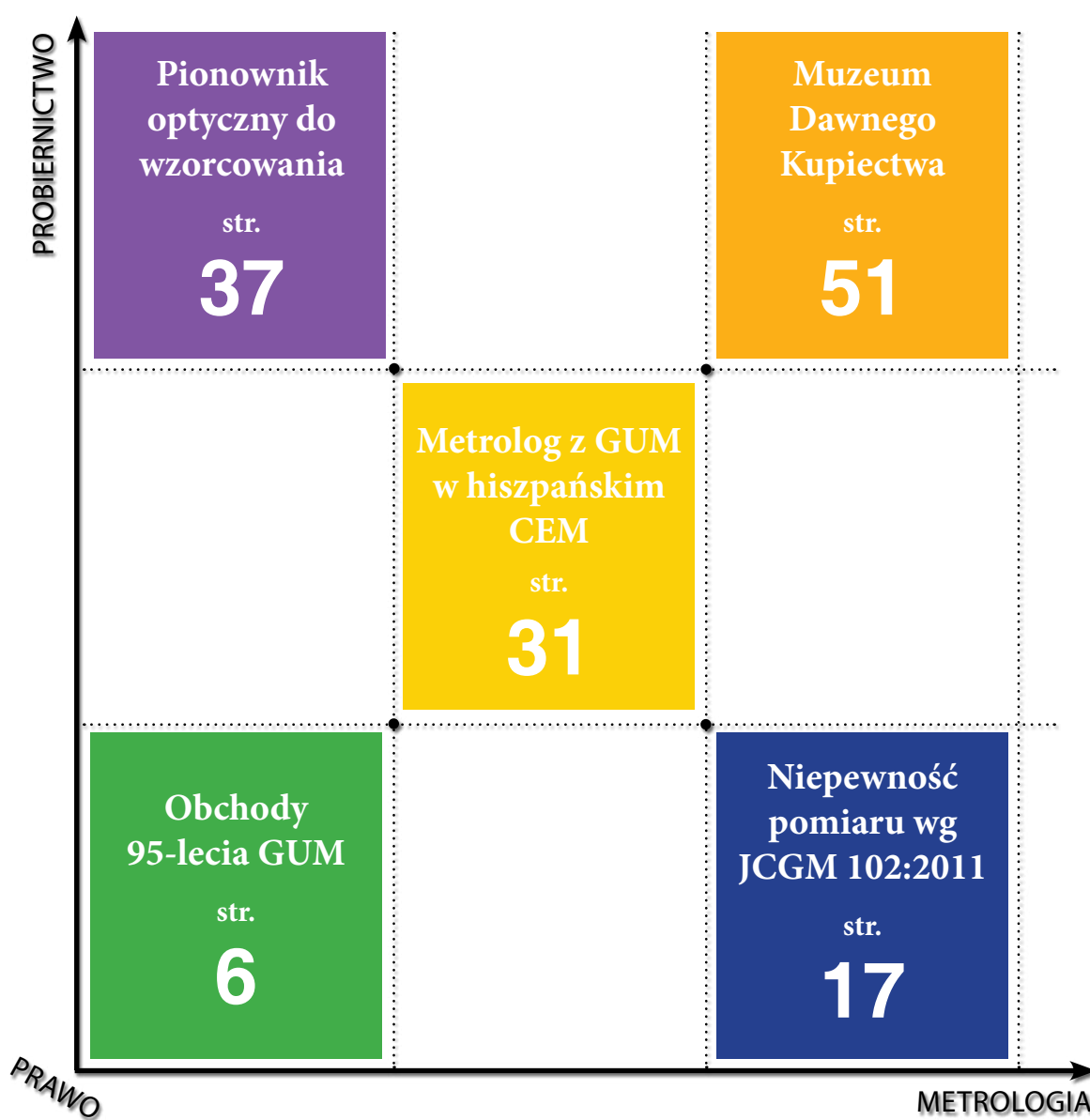


METROLOGIA I PROBIERNICTWO

ISSN 2300-8806

Biuletyn Głównego Urzędu Miar

nr 3 (6)/2014



Znajdziesz nas także na www.gum.gov.pl

W numerze:

Słowo wstępne

WYDARZENIA 5-16

TECHNIKA I POMIARY 17-30

- Omówienie międzynarodowego dokumentu JCGM 102:2011 dotyczącego wyrażania niepewności pomiaru
- Gazowe materiały odniesienia – wytwarzanie i certyfikacja
- Program komputerowy do wzorcowania pehametrów i konduktometrów

WSPÓŁPRACA 31-36

- Wpływ zanieczyszczeń na punkt potrójny rtęci
- Wizyta przedstawiciela kirgiskiej inspekcji metrologicznej

PRAWNA KONTROLA METROLOGICZNA 37-42

- Pionownik optyczny stosowany do wzorcowania zbiorników pomiarowych do cieczy

TERMINOLOGIA 43-45

- Nadzór i kontrole probiercze – pojęcia podstawowe

PROBIERNICTWO 46-50

- Badanie wyrobów ze stopów metali szlachetnych z zastosowaniem obligatoryjnych w probiernictwie analitycznych metod badania

CZY WIESZ, ŻE... 51-58

In this issue:

Foreword

EVENTS 5-16

TECHNOLOGY AND MEASUREMENTS 17-30

- Presentation of international document JCGM 102:2011 concerning expression of measurement uncertainty
- Gas reference materials – production and certification
- Software for pH meters and conductometers calibration

COOPERATION 31-36

- Impurity influence on triple point of mercury
- Visit of Kyrgyz metrological inspection representative

LEGAL METROLOGICAL CONTROL 37-42

- Optical instrument for calibration of water volume measure

TERMINOLOGY 43-45

- Hallmark supervision and control – basic concepts

HALLMARK 46-50

- Assaying of precious metal alloy products using obligatory analytical test methods in hallmark

DO YOU KNOW ... 51-58

Biuletyn Głównego Urzędu Miar „Metrologia i Probiernictwo” jest wydawany, w obecnej formule, od czerwca 2013 r. Kwartalnik pokazuje w możliwie obszerny sposób działalność polskiej administracji miar, jak również administracji probierczej. Dzięki temu czytelnicy mają okazję poznać dorobek laboratoriów dokonujących pomiarów, a także dowiedzieć się więcej o zadaniach realizowanych przez terenową administrację miar. W Biuletynie prezentowane są zagadnienia związane z techniką i pomiarami, prawną kontrolą metrologiczną czy współpracą w zakresie międzynarodowych programów naukowo-badawczych. Swoje miejsce w publikacji znajduje również przegląd najważniejszych wydarzeń w świecie metrologii.

Staramy się być blisko wszystkiego, co ważne w metrologii. Przekazujemy treści interesujące zarówno dla profesjonalistów, jak też i dla osób nie zajmujących się metrologią. Stąd też w Biuletynie pojawiają się artykuły na temat aktualnych zagadnień technicznych w metrologii, omówienia aktów prawnych, ale także wywiady i artykuły popularyzatorsko-historyczne. Artykuły zostały poprzedzone krótkimi opisami zawartości w języku angielskim.

Łamy pisma są otwarte dla wszystkich, którzy chcieliby poruszyć ciekawy temat metrologiczny czy podzielić się wiedzą z jakiejś konkretnej specjalizacji. Zachęcamy Państwa do współredagowania pisma i przysyłania swoich propozycji. Dla autorów przewidujemy wynagrodzenie. Zapraszamy do kontaktu z redakcją: biuletyn@gum.gov.pl.

In the current shape the bulletin of the Central Office of Measures „Metrology and Hallmarking” has been issued since June 2013. The “Metrology and Hallmarking” quarterly presents as broadly as possible the activity of the Polish administration of measures and hallmarking administration as well. Thanks to this fact the readers have the opportunity to familiarize themselves with the output of the laboratories dealing with measurements and learn more about tasks fulfilled by the local administration of measures. In the bulletin there are presented issues connected with technology, measurements, legal metrological control and cooperation in the field of the international research and development programs as well. In the publication there is also place for review of the important events in the world of metrology.

We try to be close to everything what is important for metrology. We transfer contents interesting for both professionals and persons who deal not with metrology. Hence in the bulletin there appear papers on current technology issues in metrology, legislation reviews, interviews and contributions with promoting and historical contents. The contributions are introduced by abstracts in English.

The bulletin is open for everybody who wants to rise an interesting metrology issue or to share with the knowledge in some specific area. We would like to encourage you to participate in the edition of the bulletin and to send us your proposals. As foreseen, the authors of contributions will be paid. We would like to invite you to make contact with the redaction: biuletyn@gum.gov.pl.

Wydawca: Główny Urząd Miar
ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa, tel.: 22 581 93 99, fax: 22 581 93 92.

Redakcja: Karol Markiewicz (red. naczelny), Adam Żeberkiewicz (sekretarz red.),
Maria Magdalena Ulaczyk (Probiernictwo), dr Jerzy Borzymiński (Terminologia), dr Paweł Fotowicz (Technika i pomiary), Aniceta Imielowska (Czy wiesz, że), Agnieszka Goszczyńska (Wydarzenia), Joanna Sękała (Współpraca), Tadeusz Lach (Prawna kontrola metrologiczna).

Druk: ArtDruk Zakład Poligraficzny, ul. Napoleona 4, 05-230 Kobyłka.

Wszystkie prawa zastrzeżone. Redakcja nie zwraca materiałów nie zamówionych oraz zastrzega sobie prawo do skrótów i zmian tytułów. Pytania i uwagi do redakcji: biuletyn@gum.gov.pl



Drodzy Czytelnicy!

Za nami obchody 95-lecia GUM oraz Światowego Dnia Metrologii. 20 maja br. wspólnie z wieloma gośćmi, także z zagranicy, wysłuchaliśmy ciekawych wystąpień, byliśmy świadkami dekoracji pracowników administracji miar odznaczeniami przyznanymi przez Prezydenta Rzeczypospolitej Polskiej oraz obserwowaliśmy moment podpisania przez Wicepremiera Rządu Polskiego, Rektora Uniwersytetu Warszawskiego i Prezes Głównego Urzędu Miar, porozumienia o współpracy. Jeszcze raz pragnę wyrazić podziękowanie Panu Bronisławowi Komorowskiemu, Prezydentowi Rzeczypospolitej Polskiej za przyznanie odznaczeń naszym pracownikom. Słowa gorącego podziękowania należą się też Panu Januszowi Piechocińskiemu, Wiceprezesowi Rady Ministrów, Ministrowi Gospodarki za patronat honorowy, użyczenie siedziby ministerstwa oraz osobiste wręczenie odznaczeń. Myślę, że dzięki temu uroczystość ta była wyjątkowa. Nieczęsto zdarza się, a może nawet to był pierwszy taki przypadek, aby odznaczenia Prezydenta Rzeczypospolitej Polskiej wręczał osobiście Wicepremier. Akt podpisania porozumienia dotyczącego współpracy UW i GUM także nadał obchodom wyjątkową rangę, m.in. dzięki obecności Pana prof. Marcina Pałysa, JM Rektora UW. Dziękujemy Panie Profesorze! Dziękuję też wszystkim gościom i prelegentom, za ich czas i zaangażowanie. Zapraszam do zapoznania się z relacją z tych obchodów na str. 6 biuletynu.

W numerze znajdą Państwo jak zwykle artykuły techniczne, a wśród nich m.in. omówienie przez p. dr. Pawła Fotowicza niepewności po-

Dear Readers!

The celebration of the 95th Anniversary of GUM and the World Metrology Day 2014 is over. On 20th of May with many guests also from abroad we heard interesting presentations, we witnessed the decoration of the employees of the Polish administration of measures granted by the President of the Republic of Poland and we accompanied the signing of the collaboration agreement by the Deputy Prime Minister, the Rector of Warsaw University and the President of the Central Office of Measures. Once again, I would like to express my deepest gratitude to Mr Bronisław Komorowski, the President of the Republic of Poland for awarding medals to our employees, to Mr Janusz Piechociński, Deputy Prime Minister, Minister of Economy, for His patronage, providing of the premises of the Ministry and personal handing the decorations. I think that thanks to that our celebration was unique. Not often, probably for the first time it was that the Deputy Prime Minister in person decorated with medals granted by the President of the Republic of Poland. The act of signing of the Agreement on the cooperation between the Warsaw University and the Central Office of Measures, especially due to the presence of Prof. Marcin Pałys the Rector of Warsaw University, made our celebration exceptional too. Our deep gratitude to Professor Marcin Pałys! I would like also to thank all guests and speakers for their time and engagement. I invite you to acquaint yourself with the celebration report on page 6 of the Bulletin.

miaru, wg dokumentu JCGM 102:2011 (str. 17). Zainteresowani prawną kontrolą metrologiczną mogą zapoznać się ze sposobem wzorcowania zbiorników pomiarowych do cieczy za pomocą optycznej linii odniesienia, opisanym przez p. Tadeusza Lacha oraz p. Andrzeja Lewickiego z Biura Metrologii Prawnej GUM (str. 37). Swoją pracę badawczą w Hiszpańskim Centrum Metrologicznym (CEM) opisuje też p. Andrzej Wełna z Zakładu Fizykochemii GUM (str. 31).

Po raz pierwszy zamieściliśmy fragmenty tekstów w języku angielskim. Mamy nadzieję, że w ten sposób biuletyn stanie się też dostępny dla czytelników spoza Polski. Każdy artykuł opatrzoney został, obok polskiego, także angielskim opisem jego zawartości. Na stałe rozszerzyliśmy notę redakcyjną o polski i angielski opis biuletynu. Wyjątkowo, relacja z wizyty w GUM gościa z Kirgizji (str. 35), została przygotowana także w języku rosyjskim.

Kończąc, chciałbym zachęcić osoby zainteresowane publikacją na naszych łamach do kontaktu z: biuletyn@gum.gov.pl. Dla autorów przewidziano honoraria.

Z zyczeniami inspirującej lektury,

Karol Markiewicz
Redaktor naczelny

This issue of the Bulletin as usual contains technical articles and among them: the description of uncertainty of measurement according to the JCGM 102:2011 document, by dr Paweł Fotowicz (p. 17). Those interested in the legal metrological control may study the calibration of vertical cylindrical tanks using optical reference line method described by Tadeusz Lach and Andrzej Lewicki from Legal Metrology Department (p. 37). Andrzej Wełna from the Physical Chemistry Department of GUM presented on p. 31 the summary of his scientific work in Centro Español de Metrología (CEM).

For the first time, we have included in the Bulletin the parts of text in English version. We hope that it should make the Bulletin accessible for foreign readers. Each article was preceded by an abstract both in Polish and English. Exceptionally, the report on the Kyrgyz guest visit in GUM was presented also in Russian see p. 35.

Finally, I would like to encourage persons interested in publication in our Bulletin to contact us: biuletyn@gum.gov.pl. The royalties are foreseen.

With wishes of inspiring reading,

Karol Markiewicz
Chief Editor

- 24-26.06 → **TARGI BALT MILITARY EXPO**
OUM w Gdańsku wziął udział w 13. targach Balt Military Expo.
- 24.06 → **PROBLEMY POMIARÓW W METEOROLOGII**
W Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu odbyło się seminarium „Problemy pomiarów w meteorologii”, organizowane w ramach realizacji projektu o nazwie *ENV07 MeteoMet Metrology for pressure, temperature, humidity and airspeed in the atmosphere* (Metrologia ciśnienia, temperatury, wilgotności i prędkości powietrza w atmosferze). W realizacji projektu bierze udział 18 europejskich instytutów metrologicznych, 3 ośrodki uniwersyteckie i kilkadziesiąt instytucji meteorologicznych. Polska reprezentowana jest przez Główny Urząd Miar, Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN i Zakład Klimatologii i Obserwacji Atmosfery Uniwersytetu Wrocławskiego.
- 11-13.06 → **POSIEDZENIE GV4**
Dyrektorzy okręgowych urzędów probierczych w Warszawie i Krakowie wzięli udział w Posiedzeniu przedstawicieli urzędów probierczych państw Grupy Wyszehradzkiej (GV4), które odbyło się w słowackiej Tatrzańskiej Łomnicy.
- 11.06 → **SEMINARIUM W GUM**
W GUM odbyło się kolejne seminarium, którego tytuł brzmiał „Gazowe materiały odniesienia – wytwarzanie i certyfikacja”. Autorami przygotowanej prezentacji byli: Dariusz Cieciora, Agnieszka Hys, Grzegorz Ochman z Zakładu Fizykochemii. Szczegółowe omówienie tematu znajduje się w na str. 21.
- 10-11.06 → **WIZYTA PRZEDSTAWICIELA KIRGISKIEJ INSPEKCJI METROLOGICZNEJ**
Główny Urząd Miar gościł, w ramach wizyty studyjnej, przedstawiciela Państwowej Inspekcji ds. Nadzoru Metrologicznego przy Ministerstwie Gospodarki Republiki Kirgizji, Pana Kochkenbaia Asanova, naczelnika Wydziału Nadzoru Metrologicznego kirgiskiej inspekcji. Więcej informacji o wizycie na str. 35 oraz stronie internetowej www.gum.gov.pl.
- 4-5.06 → **SPOTKANIE PARTNERÓW PROJEKTU EMRP SIB58 ANGLES**
W Głównym Urzędzie Miar odbyło się spotkanie partnerów wspólnego projektu EMRP SIB58 Angles „Angle Metrology”. Wzięło w nim udział 14 gości z zagranicy oraz 2 metrologów z Laboratorium Kąta Zakładu Długości i Kąta GUM. W trakcie spotkania zaprezentowano i omówiono efekty już przeprowadzonych prac, przedyskutowano zagadnienia związane z pracami aktualnie prowadzonymi oraz uzgodniono harmonogram zadań do wykonania w najbliższym czasie. Zostaną one podsumowane w raporcie pośrednim, podczas kolejnego spotkania.
- 2-6.06 → **ZGROMADZENIE OGÓLNE EURAMET W CAVTAT (CHORWACJA)**
Z udziałem Prezes GUM, Pani Janiny Marii Popowskiej oraz Dyrektora Zakładu Długości i Kąta, Pana Zbigniewa Ramotowskiego, odbyło się Zgromadzenie Ogólne (GA) Europejskiego Stowarzyszenia Krajowych Instytucji Metrologicznych EURAMET. Do najważniejszych decyzji podjętych przez Zgromadzenie należy wybór nowego Przewodniczącego organizacji na lata 2015–2018 – będzie nim Beat Jeckelmann ze szwajcarskiego Federal Institute of Metrology METAS. Podjęto również decyzję o utworzeniu nowego stanowiska – Sekretarza Generalnego, który będzie podlegał Radzie Dyrektorów. Uzgodniono, że przyszłoroczne Zgromadzenie Ogólne EURAMET-u odbędzie się w Krakowie od 1 do 5 czerwca.
- 1.06 → **DZIEŃ DZIECKA W OGRODACH KPRM**
Główny Urząd Miar wziął udział w rodzinnym pikniku w ogrodach Kancelarii Prezesa Rady Ministrów. Więcej na ten temat na str. 16.
- 31.05 → **18. PIKNIK NAUKOWY POLSKIEGO RADIA I CENTRUM NAUKI KOPERNIK**
Główny Urząd Miar wziął udział w 18. Pikniku Naukowym Polskiego Radia i Centrum Nauki Kopernik, organizowanym na Stadionie Narodowym. Na swoim stoisku GUM prezentował m.in. ćwiczenia i pokazy związane z czasem. Więcej dowiesz się z relacji na str. 14.
- 27-30.05 → **X KONFERENCJA SZKOLENIOWA „METROLOGIA WSPOMAGANA KOMPUTEROWO”, WAPLEWO**
W konferencji wzięła udział Prezes GUM, Pani Janina Maria Popowska, która zasiadła też w Komitecie Naukowym. Podczas konferencji dwa referaty wygłosili również pracownicy GUM. Dariusz Czulek przygotował referat pt. „Zwiększenie możliwości pomiarowych państwowego wzorca jednostki miary długości”, a Mariusz Wiśniewski, Dariusz Czulek i Robert Szumski przedstawili „Udział GUM w projekcie EMRP JRP IND53 Luminar „Large volume metrology in industry”.
- 20.05 → **ŚWIATOWY DZIEŃ METROLOGII I JUBILEUSZ 95-LECIA GUM**
Relacja z obchodów w Ministerstwie Gospodarki na str. 6.
- 6.05 → **EMPIR FORMALNIE PRZYJĘTY PRZEZ RADĘ UE**
Rada Unii Europejskiej przyjęła akty prawne dla nowej generacji partnerstwa publiczno-prywatnego, które pozwala realizować innowacyjne, długoterminowe i o wielkiej skali projekty pod skrzydłami Horizon 2020 – unijnego ramowego programu w zakresie badań i innowacji. Oznacza to potwierdzenie legalnej ścieżki i perspektywy rozwoju również dla programu EMPIR (Europejskiego Programu Badań i Innowacyjności w Metrologii).
- 8.04 → **RAPORT KOŃCOWY Z PORÓWNAŃ DOTYCZĄCYCH DALMIERZY LASEROWYCH**
Na stronie KCDB (baza porównań kluczowych) został opublikowany raport końcowy z porównań międzynarodowych (uzupełniających) EURAMET.L-S20 „Comparison of laser distance measuring instruments”. Były to pierwsze porównania dotyczące wzorcowania dalmierzy laserowych. Pilotem porównań było Laboratorium Długości Zakładu Długości i Kąta GUM. Wielkością mierzoną była długość odcinków pomiarowych równomiernie rozłożonych na odległości 50 m. Pomiaru przeprowadzane w poszczególnych NMI trwały od lutego 2011 r. do sierpnia 2012 r.

Światowy Dzień Metrologii i jubileusz 95-lecia GUM – uroczystość w Ministerstwie Gospodarki

20 maja 2014 r. w Ministerstwie Gospodarki niezwykle uroczysto obchodziliśmy Światowy Dzień Metrologii i jubileusz 95-lecia Głównego Urzędu Miar. Święto wszystkich metrologów, a w szczególności byłych i obecnych pracowników polskiej administracji miar, miało miejsce w bardzo eleganckiej Sali Pod Kopułą.

Na uroczystość przybyło blisko 300 gości, wśród których był Wicepremier, Minister Gospodarki, Pan Janusz Piechociński, przedstawiciele międzynarodowych organizacji metrologicznych, władze akademickie, naukowcy, dziennikarze i liczne grono osób zawodowo związanych z metrologią. Silną reprezentację stanowiła delegacja pracowników terenowych jednostek administracji miar oraz Głównego Urzędu Miar na czele z Kierownictwem Urzędu: Prezes GUM Panią Janiną Marią Popowską, Wiceprezes ds. Metrologii Prawnej Panią Dorotą Habich i Wiceprezesem ds. Metrologii Naukowej Panem Włodzimierzem Popiołkiem.

Przypomnijmy, że Światowy Dzień Metrologii obchodzimy dla upamiętnienia zawarcia pierwszego na świecie porozumienia w sprawie ujednoczenia systemu metrycznego. 20 maja 1875 r. uchwalona została Konwencja Metryczna. Polska przystąpiła do niej w 1925 r. Wcześniej, bo 1 kwietnia 1919 r. powołano, jako jedną z pierwszych instytucji w wolnej Polsce, Główny Urząd Miar.



Prezes GUM Janina Maria Popowska

fol. arch. GUM

Przemówienia i referaty

Hasło tegorocznego Światowego Dnia Metrologii brzmiało: „Pomiary i globalne wyzwania energetyczne”. Niektóre z problemów współczesnej metrologii zostały omówione podczas wystąpień zaproszonych gości. Wszyscy, którzy mieli okazję zabrać głos, oprócz gratulacji pod adresem Głównego Urzędu Miar, prezentowali poglądy na aktualny rozwój różnych obszarów metrologii, nie pomijając wyzwań, jakie stoją przed tą dziedziną nauki. Zgromadzonych gości

powitała Prezes GUM, Pani Janina Maria Popowska, która w swoim wystąpieniu omówiła w skrócie działalność Głównego Urzędu Miar. Pani Prezes w szczególności skupiła się na międzynarodowej współpracy metrologicznej, bardzo silnie akcentując rolę tej sfery działań GUM jako Krajowej Instytucji Metrologicznej. – *Wiedza i doświadczenie nabierają coraz bardziej międzynarodowego charakteru i niezbędne jest łączenie myślenia na globalną skalę z działalnością na skalę regionalną, krajową.* Prezes Popowska dość sze-



Goście jubileuszu 95-lecia GUM i ŚDM

fol. arch. GUM



Wicepremier, Minister Gospodarki, Pan Janusz Piechociński
 fot. arch. GUM

roko przedstawiła wymierne korzyści, jakie płyną z aktywności na arenie międzynarodowej i udziału GUM w programach metrologicznych: EMRP i EMPIR, nie zapominając wszakże, iż korzyści te nie mają wyłącznie wymiaru finansowego. – *Najistotniejsze jest, że otrzymujemy dostęp do unikalnej wiedzy i doświadczeń płynących z najnowszych badań i projektów realizowanych w ramach tych programów. Z wiedzy tej korzystają i korzystać będą nie tylko metrologzy GUM, ale także krajowe jednostki badawcze prowadzące prace w obszarze metrologii.*

O szczególnej roli największej polskiej instytucji metrologicznej w rozwoju krajowej gospodarki mówił także Wicepremier Janusz Piechociński, który objął jubileusz patronatem honorowym. – *Technologie pomiarowe są podstawą rosnącej liczby ludzkich czynności i decyzji. Znajdują zastosowanie w nowoczesnych laboratoriach, nowych obszarach nauki, powiązanych z trendem miniaturyzacji i rozwojem nanotechnologii. Premier Piechociński zauważył, że zapotrzebowanie na niezawodne i dokładne pomiary w energetyce jest ogromne. – Hasło tegorocznego święta metrologii skłania do debaty na temat rozwoju technologicznego, nowych źródeł energii, zwiększonego zapotrzebowania na energię konsumentów i gospodarek wschodzących.*

Kolejne prezentacje były dziełem zaproszonych gości, w tym również prelegentów zagranicznych. Przedstawiamy ich w kolejności pojawiania się na scenie:

- **prof. dr hab. Czesław Radzewicz (Uniwersytet Warszawski):** „Polski optyczny zegar atomowy”;
- **dr Kamal Hossain (Prezes EURAMET):** „Metrology in Europe”;
- **Willem Kool (Assistant Director – BIML):** „International cooperation in metrology. The role of the OIML”;
- **prof. dr hab. Ewa Bulska (Uniwersytet Warszawski):** „Pomiary chemiczne a rozwój nowych technologii energetycznych”;
- **dr Robert Wielgosz (Dyrektor Wydziału Chemii BIPM):** „GUM’s contribution to the International Metrology in Chemistry Programme at the BIPM”;



prof. dr hab. Czesław Radzewicz
 fot. arch. GUM



Od lewej: Jerzy Majchrzak, dr Jörn Stenger, dr Kamal Hossain, Janina Maria Popowska, Willem Kool, Anneke van Spronsen

fot. arch. GUM



prof. dr hab. Ewa Bulska

fol. arch. GUM



dr hab. Jacek Guliński

fol. arch. GUM

- **dr Jörn Stenger (wiceprezes PTB/EMRP):** „Opportunities for European Metrology Development”.

Pojawiły się także wystąpienia okolicznościowe. Z okazji 95-lecia GUM głos zabrali:

- **dr hab. Jacek Guliński** (Podsekretarz Stanu, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego),
- **Anneke van Spronsen** (Prezes WELMEC),
- **Jiří Tesař** (z-ca dyrektora ČMI),
- **Włodzimierz Sanocki** (były prezes Głównego Urzędu Miar w latach 2003–2007, aktualnie w PGNiG).

Odnaczenia

Szczególnie podniosłym momentem uroczystości było wręczenie przez Pana Premiera Piechocińskiego odznaczeń państwowych pracownikom administra-

cji miar. Złote, srebrne i brązowe medale za długoletnią służbę otrzymało 89 osób, z czego 79 odebrało je osobiście w dniu jubileuszu. Wszystkim wyróżnionym raz jeszcze serdecznie gratulujemy.



Wręczenie odznaczeń

fol. arch. GUM



Uroczystość wręczenia odznaczeń państwowych pracownikom administracji miar

fol. arch. GUM



Wręczenie odznaczeń

fol. arch. GUM



Podpisanie porozumienia o współpracy pomiędzy Ministerstwem Gospodarki, GUM i Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych UW

fot. arch. GUM

Porozumienie podpisane

Ważnym punktem obchodów było podpisanie porozumienia o współpracy pomiędzy Ministerstwem Gospodarki, Głównym Urzędem Miar i Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych Uniwersytetu Warszawskiego. Porozumienie, które dotyczy metrologii chemicznej, podpisali: Wicepremier, Minister Gospodarki Pan Janusz Piechociński, Prezes GUM Pani Janina Maria Popowska i JM Rektor UW Pan Marcin Pałys.

Celem porozumienia jest m.in. przygotowanie, w oparciu o współpracę sygnatariuszy, odpowiedzi na potrzeby gospodarki krajowej w zakresie wytwarzania certyfikowanych materiałów odniesienia o najwyższej klasie jakości, zapewniających spójność pomiarową z jednostkami miar układu SI dla nowoczesnych metod badawczych i diagnostycznych. Planowane jest podjęcie wspólnych projektów badawczo-rozwojowych w zakresie budowy, utrzymywania i modernizacji krajowych wzorców pomiarowych w obszarze chemii i biochemii. Mamy nadzieję, że wzajemne udostępnianie infrastruktury pomiarowej stosowanej do badań i prowadzenia prac naukowych, zapewni partnerom porozumienia nieograniczoną możliwość dalszego rozwoju oraz transferu zdobywanej wiedzy metrologicznej. Ważnym zadaniem jest zaktywizowanie krajowej współpracy metrologicznej w dziedzinie chemii i bio-

chemii, w celu opracowywania i zgłaszania polskiego udziału we wspólnych tematach badawczych, realizowanych i współfinansowanych w ramach startującego w tym roku Europejskiego Programu Badań i Innowacyjności w Metrologii (EMPIR).

Z okazji jubileuszu wszyscy goście otrzymali upominkowe torby, których zawartość stanowiły: najnowsza wersja Informatora GUM, jubileuszowy podwójny numer Biuletynu GUM „Metrologia i Probiernictwo”, „Raport z wykonania celów strategicznych GUM na lata 2010–2015” oraz drugi numer branżowego czasopisma „Analityka”.

Dziękujemy!

Pragniemy podziękować wszystkim, dzięki którym uroczystość 95-lecia GUM mogła dojść do skutku, a w szczególności: Panu Prezydentowi RP za przyznanie odznaczeń państwowych „Medal za Długoletnią Służbę”, Panu Premierowi za uświetnienie jubileuszu swoją obecnością, Ministerstwu Gospodarki za pomoc organizacyjną, Uniwersytetowi Warszawskiemu za współpracę, która zaowocowała podpisaniem porozumienia, gościom zagranicznym za interesujące prezentacje i udział w polskim jubileuszu. Dziękujemy również wszystkim uczestnikom obchodów za przyjęcie zaproszenia i życzenia pomyślności dla polskiej administracji miar. Promocja święta metrologów i całej administracji miar nie byłaby możliwa bez wsparcia medialnego patronów: Polskiego Radia i czasopisma Analityka. Dziennikarzom tych mediów, jak również wszystkim pozostałym reporterom relacjonującym obchody, gorąco dziękujemy. Mamy nadzieję spotkać się ponownie na jubileuszu 100-lecia GUM.

I na koniec jeszcze jedno podziękowanie. Główny Urząd Miar w osobie Pani Prezes, a także całego Kierownictwa, składa serdeczne podziękowania za wszystkie życzenia, które napłynęły na adres urzędu w związku z jubileuszem 95-lecia. To dla wszystkich pracowników administracji miar niezwykle cenne dowody pamięci.

Międzynarodowa współpraca metrologiczna – rola OIML

International cooperation in metrology – The role of the OIML

Streszczenie prezentacji p. Willema Koola, Zastępcy Dyrektora BIML, (Willem.Kool@oiml.org) wygłoszonej 20 maja 2014 r. w Głównym Urzędzie Miar w Warszawie z okazji uczczenia 95. rocznicy powstania GUM, połączonej z obchodami Światowego Dnia Metrologii.

Summary of the presentation given by Mr. Willem Kool, BIML Assistant Director (Willem.Kool@oiml.org) on 20 May 2014 at GUM (Central Office of Measures), Warsaw, Poland on the occasion of the celebration of the 95th anniversary of GUM, in conjunction with World Metrology Day.



Willem Kool

10

Współcześnie, metrologia jest jednym z filarów naszego zglobalizowanego społeczeństwa. Niezawodne pomiary i ich wiarygodne wyniki w handlu międzynarodowym, służbie zdrowia, ochronie środowiska etc. wymagają prawdziwie globalnego systemu miar. Tworzy go kilka organizacji międzynarodowych. Dwie z nich są organizacjami traktatowymi: BIPM (Międzynarodowe Biuro Miar – *Bureau International des Poids et Mesures*, ustanowione Konwencją Metryczną w 1875 r.) oraz OIML (Międzynarodowa Organizacja Metrologii Prawnej – *International Organization of Legal Metrology*, ustanowiona Konwencją w 1955 r.). BIPM odpowiada za utrzymanie SI, Międzynarodowego Układu Jednostek Miar, a OIML harmonizuje międzynarodowe wymagania prawne dla przyrządów pomiarowych i pomiarów. W proces zaangażowanych jest kilka innych organizacji międzynarodowych: ILAC (Międzynarodowa Organizacja do Spraw Współpracy Laboratoriów Akredytowanych – *International Laboratory Accreditation Cooperation*), IAF (Międzynarodowe Forum Akredytacji – *International Accreditation Forum*), ISO (Międzynarodowa Organizacja Normalizacyjna – *International Standardization Organization*), IEC (Międzynarodowa Komisja Elektrotechniczna – *International Electrotechnical Commission*). Te orga-

Metrology is one of the pillars of our modern, globalized society. Reliable measurements and credible measurement results in international trade, commerce, health care, environmental protection, etc. require a truly global measurement system. This is achieved by several international organizations. Two of them are treaty organizations: the BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*, established by the *Metre Convention* in 1875) and the OIML (*Convention establishing an International Organization of Legal Metrology*, 1955). The BIPM is responsible for maintaining the SI, the International System of units of measurement) and the OIML harmonizes international legal requirements for measuring instruments and measurements. Some of the other international organizations involved are: ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*), the IAF (*International Accreditation Forum*), ISO (*International Standardization Organization*) and the IEC (*International Electrotechnical Commission*). These, and many other organizations, together form a global network based on cooperation agreements (Memoranda of Understanding).

nizacje, a także wiele innych, tworzą wspólnie globalną sieć, opierającą się na porozumieniach o współpracy (protokoły ustaleń).

Dobrym przykładem współpracy między organizacjami międzynarodowymi w dziedzinie metrologii jest Komitet Wspólny ds. Przewodników w Metrologii (*Joint Committee for Guides in Metrology*). JCGM odpowiada za dwa podstawowe dokumenty z wytycznymi dla metrologii: Międzynarodowy Słownik Metrologii – Pojęcia Podstawowe i Ogólne Terminy z nimi związane (VIM – *International vocabulary of metrology*) oraz Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik (GUM).

Pierwsze wydanie Międzynarodowego Słownika Podstawowych i Ogólnych Terminów Metrologii ukazało się w 1984 r. i opierało się w dużej mierze na wydany w 1978 r. Słowniku Metrologii Prawnej (VML – *Vocabulary of legal metrology*) opracowanym przez OIML. Zapotrzebowanie na uzgodniony międzynarodowo zbiór terminów i definicji metrologicznych dostrzeżono wcześniej i słownik umieszczono na pierwszej liście spraw do realizacji przez OIML. Praca nad pierwszym wydaniem rozpoczęła się w 1961 r. pod kierownictwem profesora Jana Obalskiego z Głównego Urzędu Miar w Warszawie. Publikacja nastąpiła w 1969 r. Ostatnie wydanie z 2013 r. nosi tytuł Międzynarodowy Słownik Terminów Metrologii Prawnej (VIML – *International vocabulary of legal metrology*).

OIML skupia obecnie 60 Państw Członkowskich oraz 67 członków korespondujących. Jest międzynarodową organizacją ustalającą normy na warunkach Porozumienia w Sprawie Technicznych Barrier w Handlu Światowej Organizacji Handlu (WTO/TBT Agreement). Publikacje OIML obejmują rekomendacje (regulacje modelowe), przewodnik, słowniki i raporty eksperckie. OIML wydaje także biuletyn kwartalny.

W strukturze OIML są komitety techniczne, podkomitety i grupy projektowe, za które odpowiedzialność biorą Państwa Członkowskie OIML dostarczając zasoby (sekretarzy, organizatorów i ekspertów). W pracach technicznych mogą uczestniczyć jako ob-

A good example of the cooperation between international organizations in metrology is the *Joint Committee for Guides in Metrology*. The JCGM is responsible for two basic guidance documents in metrology: the *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms* (VIM) and the *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (GUM).

The first edition of the VIM was published in 1984 and was based largely on the 1978 edition of the *Vocabulary of legal metrology* (VML) developed by the OIML. The need for an internationally agreed set of terms and definitions in metrology was recognized early on and was on the first list of work items for the OIML. Work on the first edition of the VML started in 1961 under the leadership of Professor Jan Obalski from GUM, the *Central Office of Measures* in Poland, and was published in 1969. The latest edition is the 2013 *International vocabulary of terms in legal metrology* (VIML).

The OIML currently has 60 Member States and 67 Corresponding Members. It is an international standards setting organization under the terms of the World Trade Organization's Agreement on Technical Barriers to Trade (WTO/TBT Agreement). OIML publications include Recommendations (model regulations), guidance documents, vocabularies and expert reports. The OIML also publishes a quarterly Bulletin.

The OIML comprises technical committees, subcommittees and project groups, for which OIML Member States take the responsibility and provide resources (secretaries, conveners and experts). Corresponding Members and liaison international organizations, including federations of manufacturers' associations, may participate in the technical work as observers. The CIML (*International Committee of Legal Metrology*), consisting of one representative of each of the

serwatorzy członkowie korespondujący i związane organizacje międzynarodowe, łącznie z przedstawicielami federacji stowarzyszeń wytwórców. Międzynarodowy Komitet Metrologii Prawnej (CIML), w skład którego wchodzi po jednym przedstawicielu z każdego Państwa Członkowskiego, jest odpowiedzialny za kierowanie pracami technicznymi. Międzynarodowe Biuro Metrologii Prawnej BIML (*The International Bureau of Legal Metrology*) w Paryżu jest biurem wykonawczym OIML.

Polska, reprezentowana przez Główny Urząd Miar, była aktywnym członkiem OIML od samego początku i odpowiada za sekretariat Komitetu Technicznego 1 *Terminologia*.

Obchody 95. rocznicy utworzenia GUM, połączone ze Światowym Dniem Metrologii 2014, stanowią znakomitą okazję do podkreślenia polskiego (Głównego Urzędu Miar) wkładu i zaangażowania w międzynarodową współpracę metrologiczną.

W przyszlórocznych obchodach można uwzględnić następujące rocznice:

- ◆ Podpisania Konwencji Metrycznej (1875);
- ◆ Przystąpienia Polski do Konwencji Metrycznej (1925);
- ◆ Podpisania Konwencji OIML (1955);
- ◆ Przyjęcia Międzynarodowego Układu Jednostek Miar SI (1960).

Informację na temat technicznych działań OIML można uzyskać na stronie internetowej (www.oiml.org), skąd można bezpłatnie pobrać wszystkie publikacje OIML, w tym Międzynarodowy Słownik Metrologii (VIM) oraz Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik (GUM) i Międzynarodowy Słownik Terminów Metrologii Prawnej (VIML).

Member States, is responsible for managing the technical work. The BIML (*The International Bureau of Legal Metrology*) in Paris is the executive office of the OIML.

Poland, represented by GUM, the *Central Office of Measures*, has been an active Member State of the OIML from the very beginning and is responsible for the secretariat of OIML TC 1 *Terminology*.

The celebration of GUM's 95th anniversary, in conjunction with World Metrology Day 2014 formed an excellent occasion to highlight Poland's (and GUM's) commitment and important contribution to international cooperation in metrology.

For next year's celebration, the following may be considered:

- ◆ Signing of the Metre Convention (1875);
- ◆ Poland's accession to the Metre Convention (1925);
- ◆ Signing of the OIML Convention (1955);
- ◆ Adoption of the SI (1960),

Information about the technical activities of the OIML may be obtained from the OIML website (www.oiml.org), where all OIML publications, including the VIM, the GUM and the VIML, are available for download, free of charge.

Porozumienie o współpracy Ministerstwa Gospodarki, Głównego Urzędu Miar i Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych Uniwersytetu Warszawskiego w dziedzinie metrologii chemicznej

dr Agnieszka Zoń (Zakład Fizykochemii, GUM)

Ważnym punktem uroczystych obchodów Światowego Dnia Metrologii i 95-lecia Głównego Urzędu Miar w dniu 20 maja br. było podpisanie porozumienia o współpracy pomiędzy Ministerstwem Gospodarki, Głównym Urzędem Miar i Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych Uniwersytetu Warszawskiego. Treść porozumienia podpisanego przez Wicepremiera, Ministra Gospodarki Pana Janusza Piechocińskiego, Prezesa GUM Panią Janinę Marię Popowską i JM Rektora UW Pana prof. Marcina Pałysa, dotyczy metrologii chemicznej, która jest obecnie jednym z najbardziej dynamicznie rozwijających się działów metrologii naukowej i przemysłowej. Ścisła i interdyscyplinarna współpraca sygnatariuszy w tej dziedzinie ma na celu przygotowanie odpowiedzi na potrzeby gospodarki krajowej w zakresie certyfikowanych materiałów odniesienia o najwyższej klasie jakości, zapewniających spójność pomiarową z jednostkami miar układu SI dla nowoczesnych metod badawczych i diagnostycznych. Planowane jest podejmowanie wspólnych projektów badawczo-rozwojowych w zakresie budowy, utrzymywania i modernizacji krajowych wzorców pomiarowych w obszarze chemii nieorganicznej, organicznej i biochemii. Wzajemne udostępnianie infrastruktury pomiarowej stosowanej do nowoczesnych badań, wzorcowań i prowadzenia zaawansowanych prac naukowych, zapewni partnerom porozumienia nieograniczoną możliwość dalszego rozwoju oraz transferu zdobywanej wiedzy metrologicznej. Jednym z priorytetowych zadań jest zaktywizowanie krajowej współpracy metrologicznej w dziedzinie metrologii chemicznej, w celu opracowania i zgłaszania polskiego udziału we wspólnych tematach badawczych, realizowanych i współfinansowanych w ramach rozpoczętego w połowie 2014 r. Europejskiego Programu na Rzecz Innowacji i Badań w Dziedzinie Metrologii (EMPIR).

Próby aktywizowania krajowych ośrodków naukowych i badawczo-rozwojowych do współpracy w ramach programu EMPIR rozpoczął GUM jeszcze przed oficjalnym podpisaniem porozumienia. Pracownicy urzędu prezentowali referaty dotyczące kierunków rozwoju metrolo-

gii chemicznej, wytyczanych przez „mapy drogowe” opracowane w ramach Europejskiego Stowarzyszenia Krajowych Instytucji Metrologicznych (EURAMET), starając się dotrzeć do jak najszerzego grona zainteresowanych tą tematyką. Na przełomie 2013 i 2014 r. metrologrzy z Głównego Urzędu Miar wzięli więc aktywny udział poprzez wystąpienia m.in. w: konferencji „Jakość w chemii analitycznej 6”, XVI Międzynarodowych Targach Analityki i Technik Pomiarowych EUROLAB i w międzynarodowym seminarium POLLAB-EUROLAB. Bezpośrednie podpisanie porozumienia poprzedziły także wzajemne wizyty studyjne przedstawicieli sygnatariuszy w laboratoriach GUM (m.in. w Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia, Laboratorium Elektrochemii oraz Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej) i CNBCh UW (m.in. w Analitycznym Centrum Eksperymentalnym, Laboratorium Fotoelektrochemii, Laboratorium Fizykochemii Powierzchni, Laboratorium Krystalochemii, Laboratorium Radiochemii dla medycyny i przemysłu, Laboratorium Nowych Metod Spektrometrii NMR w badaniach strukturalnych biomolekuł) oraz możliwość bezpośredniej wymiany doświadczeń w dziedzinie metrologii chemicznej z Panem dr. Robertem Wielgoszem, Dyrektorem Wydziału Chemii w Międzynarodowym Biurze Miar (BIPM).

Pierwszym etapem realizacji postanowień porozumienia pomiędzy GUM i CNBCh UW jest wspólna deklaracja zgłoszenia udziału obu instytucji do jednego z projektów proponowanych w ramach wezwań do programu EMPIR 2014 Research Potential SRT-r08 „Matrix reference materials for environmental analysis” (tj. „Matrycowe materiały odniesienia dla chemii analitycznej w ochronie środowiska”). W projekcie tym planowane jest wytwarzanie i certyfikowanie matrycowych materiałów odniesienia dla analizy nieorganicznej (metale ciężkie, np. rtęć, kadm, nikiel, ołów i arsen) lub organicznej do badań próbek zawierających wodę pitną, ścieki lub osady. Ostateczna decyzja EURAMET-u, co do zakwalifikowania tego projektu, jako wspólnego projektu badawczego (JRP) do realizacji w 2014 r. ma zapadnąć 9 października.

GUM na 18. Pikniku Naukowym

31 maja Główny Urząd Miar wziął udział w 18. Pikniku Naukowym Polskiego Radia i Centrum Nauki Kopernik. Impreza, organizowana po raz kolejny na Stadionie Narodowym, przyciągnęła wielu uczestników, zainteresowanych poszerzeniem wiedzy naukowej, zdobyciem nowych umiejętności czy przetestowaniem nowinek technicznych. Najliczniejszą grupę stanowiły oczywiście dzieci, których nie trzeba było specjalnie namawiać do obejrzenia ciekawych ćwiczeń lub samodzielnego przeprowadzenia eksperymentu.

W tym roku hasłem przewodnim Pikniku był „Czas”. Główny Urząd Miar, jako instytucja zajmująca się m.in. utrzymywaniem państwowego wzorca jednostki miary czasu, przygotował kilka ćwiczeń związanych z tym tematem. Każdy zwiedzający mógł sprawdzić swój czas reakcji i przekonać się, czy może zostać kierowcą rajdowym. Przy pomocy chronokomparatora można było również sprawdzić zegarek i upewnić się, czy na pewno dobrze odmierza czas. Okazuje się, że to, czy dany zegarek precyzyjnie pokazuje czas, rzadko ma związek z jego marką, a co za tym idzie ceną. – *Na tym stanowisku sprawdzamy jakość kwarcu, czyli serca takiego zegarka, ewentualnie sprężynę w przypadku zegara starego typu. Dzięki temu wyznaczamy przyrost błędu wskazania* – mówił Łukasz Czerski z Laboratorium Czasu i Częstotliwości.



fot. arch. GUM

– *Na podstawie przebadanych egzemplarzy można powiedzieć, że zarówno zegarek tani może chodzić bardzo precyzyjnie i mało się rozstrajać, jak i zegarek drogi może mieć dużo słabszy kwarc i szybko się rozregulować.* Pracownicy Laboratorium Czasu i Częstotliwości Zakładu Elektrycznego demonstrowali też działanie kieszonkowego zegara słonecznego oraz możliwości zegara atomowego cezowego. Oprócz zegara rozłożona była na części tuba cezowa, więc można było zobaczyć, jak cały mechanizm wygląda w środku.

Niezwykłe atrakcyjne dla dzieci okazały się ćwiczenia, przy pomocy których wyznaczano współczynniki lepkości i gęstości. – *Pomiar lepkości odbywa się poprzez pomiar czasu opadającej w rurce kulki.* – omawiał ćwiczenie Robert Kordulasiński, główny metro-



Sprawdzanie czasu reakcji

fot. arch. GUM



Sprawdzanie precyzji zegarka

fot. arch. GUM



Pomiar lepkości

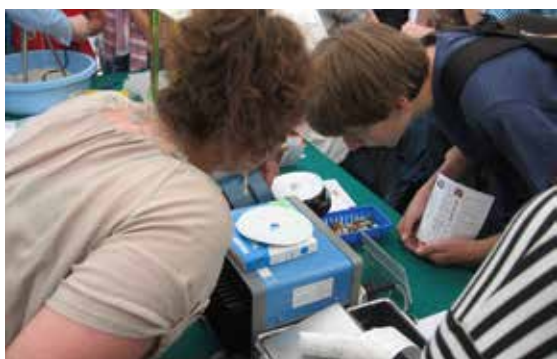
fot. arch. GUM



Badanie biżuterii z metali szlachetnych na stoisku OUP Warszawa

fot. arch. GUM

log w Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej Zakładu Fizykochemii. – *W rurce znajdują się 3 płyny do mycia naczyń różnej jakości, przez co opadanie kulki następuje w różnym czasie, co oznacza, że lepkość cieczy jest różna.* Gdzie tego rodzaju pomiary na dużą skalę znajdują zastosowanie? – *Wykorzystywane są przede wszystkim w przemyśle, lepkość jest parametrem technologicznym, świadczącym o jakości produktu.*



Poznanie zasady pracy tachografów

fot. arch. GUM

Kierowców interesowały też tachografy różnych generacji (analogowe i cyfrowe), czyli urządzenia rejestrujące czas pracy kierowców. Młodzież chciała wiedzieć, czym jest tachograf i jak powstaje wykres czasu pracy kierowcy.

Tradycyjnie już na wspólnym stoisku z GUM swoją działalność prezentował Okręgowy Urząd Probierczy z Warszawy. Każdy, kto akurat tego dnia miał przy sobie jakąś część biżuterii z metali szlachetnych, mógł przebadać ten wyrób dzięki metodzie przybliżonej na kamieniu probierczym. To jedna z najstarszych nieniszczących metod badania stopów jubilerskich.

– *Z reguły badamy wyroby ze srebra i złota.* – wyjaśniała Beata Wytrykus z Okręgowego Urzędu Probierczego w Warszawie. – *Najpierw oglądamy, czy przedmioty, z którymi przychodzą klienci, a więc pierścionki, obrączki, mają cechy probiercze. Następnie identyfikujemy je i pokazujemy na naszych tablicach. Wtedy właściciel może porównać to, co jest uwiecznione na wyrobie z wizerunkiem w tabeli. Jak często jeszcze można się spotkać z wyrobami z metali szlachetnych bez legalnych cech probierczych? – Zdarzają się jeszcze wyroby bez cech probierczych, dużo rzadziej natomiast ujawniane są wyroby ze sfalszowaną cechą. Warszawski Urząd Probierczy posiada zmodernizowane stanowiska do identyfikacji cech probierczych, m.in. mikroskop z monitorem o dużej przekątnej i program do porównań i identyfikacji.*

Wszystkie prezentacje Głównego Urzędu Miar i Urzędu Probierczego z Warszawy cieszyły się dużym zainteresowaniem widzów, a obecność na 18. Pikniku Naukowym stworzyła okazję do przedstawienia niewielkiego choćby wycinka działalności urzędu.



Goście na stoisku GUM

fot. arch. GUM

Dzień Dziecka w ogrodach KPRM

1 czerwca w „Dniu Dziecka” Główny Urząd Miar wziął udział w rodzinnym pikniku w ogrodach Kancelarii Prezesa Rady Ministrów. Impreza przygotowana przez instytucje rządowe, z myślą o dzieciach, obfitowała w liczne atrakcje. Nic dziwnego, że zainteresowanie ćwiczeniami i przyrządami związanymi z pomiarami czasu również było duże. Każdy zwiedzający mógł sprawdzić swój czas reakcji i przekonać się, czy może zostać kierowcą rajdowym. Przy pomocy chronokomparatora można było sprawdzić swój zegarek i upewnić się, czy dokładnie odmierza czas. Pracownicy Laboratorium Czasu i Częstotliwości GUM demon-



GUM w namiocie Ministerstwa Gospodarki

fol. arch. GUM



Premier Donald Tusk podczas krojenia okolicznościowego tortu

fol. arch. GUM



Minister Radosław Sikorski przy stoisku GUM

fol. arch. GUM

strowali działanie kieszonkowego zegara słonecznego oraz możliwości zegara atomowego. Na ofertę Głównego Urzędu Miar zwrócił uwagę m.in. **Pan Radosław Sikorski, Minister Spraw Zagranicznych RP.**

Imprezę uświetnił swoją obecnością **Pan Donald Tusk, Premier RP**, a z okazji zbliżającej się 25 roczni-

cy pierwszych w Polsce wolnych wyborów, można było skosztować biało-czerwonego tortu.

W ogrodach KPRM GUM skorzystał z zaproszenia Ministerstwa Gospodarki i ulokował swoje stanowisko w namiocie MG. Specjalnie dla dzieci Główny Urząd Miar przygotował edukacyjną prezentację.



Goście na stoisku GUM

fol. arch. GUM



Prezentacja działania kieszonkowego zegara słonecznego

fol. arch. GUM

Omówienie międzynarodowego dokumentu JCGM 102:2011 dotyczącego wyrażania niepewności pomiaru

dr Paweł Fotowicz (Zakład Promieniowania i Drgań, GUM)

Dokument JCGM 102:2011 jest rozwinięciem metodyki opracowania danych pomiarowych przedstawionej w opracowaniu JCGM 101:2008. Dotyczy wielowymiarowego modelu pomiaru, czyli takiego w którym występuje dowolna liczba wielkości wyjściowych. Wielkości te są wzajemnie skorelowane, gdyż zależą od tych samych wielkości wejściowych. Dokument przedstawia prawo propagacji niepewności w postaci macierzowej. Uogólnia też zastosowanie metody Monte Carlo w celu numerycznego wyznaczania wspólnego rozkładu prawdopodobieństwa dla wielkości wyjściowej wielowymiarowego modelu pomiaru. Na ich podstawie można wyznaczyć obszar rozszerzenia, będący odpowiednikiem przedziału rozszerzenia dla jednowymiarowego modelu pomiaru, który odpowiada określonemu prawdopodobieństwu. Obszar ten może przybierać postać hiperelipsy lub hiperprostokąta. Dokument przedstawia również procedurę obliczeniową wyznaczania najmniejszego obszaru rozszerzenia.

The document describes a generalization of the Monte Carlo method for measurement models having any number of input quantities and any number of output quantities. Two approaches are considered for treating such models. The first approach is a generalization of the Guide uncertainty framework. The second is a Monte Carlo method as an implementation of the propagation of distributions. Guidance is also given on the determination of a coverage region for the output quantities of a multivariate model, the counterpart of a coverage interval for a single scalar output quantity, corresponding to a stipulated coverage probability. The guidance includes the provision of coverage regions that take the form of hyper-ellipsoids and hyper-rectangles. A calculation procedure is also described for obtaining an approximation to the smallest coverage region.

Wprowadzenie

Wspólny Komitet ds. Przewodników w Metrologii JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology), działający pod egidą Międzynarodowego Biura Miar, wydał w 2011 roku kolejny dokument [1] dotyczący wyrażania niepewności pomiaru. Jest on kontynuacją i uogólnieniem podejścia przedstawionego w dokumencie [2], opracowanym w 2008 roku. Oba te materiały w znaczący sposób rozwijają metodykę opracowania danych pomiarowych, opisaną w klasycznym już dla metrologów dokumencie [3], opartą na prawie propagacji niepewności.

Omawiany dokument dotyczy wielowymiarowego modelu pomiaru, czyli takiego w którym występuje dowolna liczba wielkości wyjściowych. Wielkości te są wzajemnie skorelowane, gdyż zależą od tych samych wielkości wejściowych. Materiał przedstawia uogólnienie podejścia GUM (Guide Uncertainty Measurement), służącego do wyznaczania estymat

wielkości wyjściowych, związanych z nimi niepewności standardowych i kowariancji par tych wielkości. Wielkości wejściowe i wyjściowe mogą być rzeczywiste, jak i zespolone. Dokument uogólnia zastosowanie metody Monte Carlo w celu numerycznego wyznaczania wspólnego rozkładu prawdopodobieństwa dla wielkości wyjściowej wielowymiarowego modelu pomiaru. Na jego podstawie można wyznaczyć obszar rozszerzenia, będący odpowiednikiem przedziału rozszerzenia dla jednowymiarowego modelu pomiaru, który odpowiada określonemu prawdopodobieństwu. Obszar ten może przybierać postać hiperelipsy lub hiperprostokąta. Dokument przedstawia również procedurę obliczeniową wyznaczania najmniejszego obszaru rozszerzenia.

Sposób zapisu

Wielowymiarowy model pomiaru może być zapisany w postaci:

$$Y = f(X) \quad (1)$$

gdzie $Y = (Y_1, \dots, Y_m)^T$ jest wielowymiarową wielkością wyjściową, $f = (f_1, \dots, f_m)^T$ jest wielowymiarową funkcją pomiaru, a X reprezentuje N wielkości wejściowych $(X_1, \dots, X_N)^T$. Estymatą X jest $x = (x_1, \dots, x_N)^T$, macierz o wymiarze $N \times 1$. Macierzą kowariancji U_x wielkości wejściowych jest macierz o wymiarze $N \times N$. Estymatą Y jest $y = (y_1, \dots, y_m)^T$, macierz o wymiarze $m \times 1$. Macierzą kowariancji U_y wielkości wyjściowych jest macierz o wymiarze $m \times m$.

Zasady postępowania

Główne etapy postępowania to: opis wielkości (*Formulation*), obliczenia (*Propagation*) i zapis wyniku (*Summarizing*). Opis wielkości dotyczy:

- 1) definicji wielkości wyjściowej Y jako wektora,
- 2) określenia wielkości wejściowej X , od której zależy wielkość wyjściowa Y ,
- 3) zbudowanie modelu pomiaru lub funkcji pomiaru f określającej relacje pomiędzy X i Y ,
- 4) przyjęcie rozkładów prawdopodobieństwa (na ogół normalnych lub prostokątnych) dla składowych wielkości wejściowej X , a dla skorelowanych par składowych X wspólnych funkcji gęstości prawdopodobieństwa.

Obliczenia polegają na realizacji zasady propagacji rozkładów składowych wielkości wejściowej X , poprzez model pomiaru, w celu otrzymania wspólnego rozkładu dla wielkości wyjściowej Y . Zapis wyniku polega na przedstawieniu:

- 1) wartości oczekiwanej Y jako estymaty y wielkości wyjściowej,
- 2) macierzy kowariancji U_y wielkości Y ,
- 3) obszaru rozszerzenia dla wielkości wyjściowej Y przy określonym prawdopodobieństwie.

Podstawa obliczeniowa niepewności (GUF)

Propagacja niepewności jest uogólnieniem prawa propagacji niepewności stosowanego w dziedzinie jednowymiarowych modeli pomiaru. Opiera się na rachunku macierzowym, wykorzystując estymatę $x = (x_1, \dots, x_N)^T$ wielkości wejściowej X oraz macierz kowariancji U_x związaną z estymatą x , zawierającą kowariancje $u(x_p, x_j)$ wielkości x_p, x_j .

Propagacja niepewności dla jawnych wielowymiarowych modeli pomiaru polega na określeniu relacji pomiędzy wielkością wyjściową $Y = (Y_1, \dots, Y_m)^T$ a wielkością wejściową $X = (X_1, \dots, X_N)^T$ w postaci $Y = f(X)$, gdzie $f = (f_1, \dots, f_m)^T$ oznacza wielowymiarową funkcję pomiaru. Dla estymaty x wielkości X estymata wielkości Y dana jest zależnością $y = f(x)$. Macierz kowariancji o wymiarze $m \times m$, związana z estymatą y , ma postać:

$$U_y = \begin{bmatrix} u^2(y_1) & \dots & u(y_1, y_m) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ u(y_m, y_1) & \dots & u^2(y_m) \end{bmatrix} \quad (2)$$

i jest obliczana na podstawie równania:

$$U_y = C_x U_x C_x^T \quad (3)$$

gdzie C_x jest macierzą wrażliwości o wymiarze $m \times N$, dana zależnością:

$$C_x = \begin{bmatrix} \frac{\partial f_1}{\partial X_1} & \dots & \frac{\partial f_1}{\partial X_N} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial f_m}{\partial X_1} & \dots & \frac{\partial f_m}{\partial X_N} \end{bmatrix} \quad (4)$$

Propagacja niepewności dla niejawnych wielowymiarowych modeli pomiaru polega na określeniu relacji pomiędzy wielkością wyjściową $Y = (Y_1, \dots, Y_m)^T$ a wielkością wejściową $X = (X_1, \dots, X_N)^T$ w postaci $h(Y, X) = 0$, gdzie $h = (h_1, \dots, h_m)^T$. Estymata x wielkości X i estymata y wielkości Y spełnia równanie $h(y, x) = 0$. Macierz kowariancji o wymiarze $m \times m$, związana z estymatą y , jest obliczana z równania:

$$C_y U_y C_y^T = C_x U_x C_x^T, \quad (5)$$

gdzie C_y jest macierzą wrażliwości o wymiarze $m \times m$ zawierającą pochodne cząstkowe $\partial h_i / \partial Y_j$, a C_x jest macierzą wrażliwości o wymiarze $m \times N$, zawierającą pochodne cząstkowe $\partial h_i / \partial X_j$. Wszystkie pochodne będą obliczane dla $X = x$ i $Y = y$.

Formalnie, macierze kowariancji U_x i U_y są powiązane zależnością:

$$U_y = C U_x C^T, \quad (6)$$

gdzie:

$$C = C_y^{-1} C_x \quad (7)$$

jest macierzą wrażliwości o wymiarze $m \times N$.

Obszar rozszerzenia dla wektorowej wielkości wyjściowej

Rozważane są w szczególności dwa rodzaje obszaru rozszerzenia:

- a) hiperelipsa lub elipsa wielowymiarowa o liczbie wymiarów m , która to dana jest zależnością:

$$(\boldsymbol{\eta} - \mathbf{y})^T \mathbf{U}_y^{-1} (\boldsymbol{\eta} - \mathbf{y}) = k_p^2, \quad (8)$$

gdzie k_p jest stałą określającą wielowymiarowy obszar rozszerzenia z prawdopodobieństwem p , a gdy $m = 1$ to $(\eta - y)^2 = k_p^2 u_y^2$, co daje $\eta = y \pm k_p u_y$,

- b) hiperprostokąt lub prostokąt wielowymiarowy o liczbie wymiarów m , centrowany estymatą \mathbf{y} z bokami równymi długości oddzielnie określanych przedziałów rozszerzenia dla każdego z wymiarów \mathbf{Y}_j . Przedziały te określane są dla prawdopodobieństwa rozszerzenia $q = 1 - (1 - p)/m$. Wielowymiarowy rozkład prostokątny określa obszar rozszerzenia dla wielkości \mathbf{Y} z prawdopodobieństwem p .

Ogólnie istnieje wiele dowolnych obszarów rozszerzenia dla \mathbf{Y} o określonym prawdopodobieństwie. Każdy z nich oparty jest na dystrybucji \mathbf{G} , czyli zbiorze M punktów \mathbf{y}_r przypadkowo losowanych z rozkładu wielkości \mathbf{Y} , które mogą być otrzymane przy zastosowaniu metody Monte Carlo:

- a) hipereliptyczny obszar rozszerzenia, który będzie najmniejszym obszarem rozszerzenia dla \mathbf{Y} , gdy dobrym przybliżeniem \mathbf{Y} jest rozkład normalny,
 b) hiperprostokątny obszar rozszerzenia, który jest najprostszą interpretacją tego obszaru, ale nadmierny,
 c) najmniejszy obszar rozszerzenia, który nie ma szczególnej geometrycznej definicji i jest otrzymywany jako stopień przybliżenia zależny od M .

Najmniejszy obszar rozszerzenia

Postępowanie przy wyznaczaniu najmniejszego obszaru rozszerzenia:

- a) zbudowanie hiperprostokątnego obszaru w przestrzeni wielkości wyjściowej,
 b) podzielenie tego prostokątnego obszaru na sieć mniejszych prostokątów,
 c) przypisanie każdej wartości wielkości wyjściowej do tego mniejszego prostokąta, który ją zawiera,
 d) użycie części wartości wielkości wyjściowych przypisanych do każdego prostokąta jako przybliże-

nia prawdopodobieństwa, że \mathbf{Y} należy do tego prostokąta,

- e) wylistowanie prostokątów w porządku malejącego prawdopodobieństwa,
 f) utworzenie skumulowanej sumy prawdopodobieństw dla tych wylistowanych prostokątów, gdy suma ich nie jest mniejsza od prawdopodobieństwa p ,
 g) przyjęcie zbioru odpowiednich prostokątów do zdefiniowania najmniejszego obszaru rozszerzenia.

Metoda Monte Carlo (MCM)

Metoda MCM może być realizowana krok po kroku:

- a) wybór liczby próbek M ,
 b) wygenerowanie M wektorów poprzez losowanie z funkcji gęstości prawdopodobieństwa, przypisanych wielkościom wejściowym \mathbf{X}_j ,
 c) dla każdego takiego wektora wyznaczenie odpowiadających mu wartości \mathbf{Y} , uzyskując M wartości wektorowej wielkości wyjściowej,
 d) przyjęcie jako reprezentacji dystrybucji \mathbf{G} zbioru M wartości wektorowych \mathbf{Y} ,
 e) użycie \mathbf{G} do utworzenia estymaty \mathbf{y} wielkości \mathbf{Y} i macierzy kowariancji \mathbf{U}_y związanej z \mathbf{y} ,
 f) użycie \mathbf{G} do utworzenia odpowiedniego obszaru rozszerzenia dla \mathbf{Y} z określonym prawdopodobieństwem p .

Zalecana procedura Monte Carlo

Skuteczność procedury MCM, wyznaczającej estymatę \mathbf{y} wielkości wyjściowej \mathbf{Y} , związaną z nią macierz kowariancji \mathbf{U}_y oraz obszar niepewności \mathbf{Y} , zależy od użycia adekwatnie dużej liczby M próbek. Procedura prowadzi do:

- a) estymaty $\mathbf{y} = (y_1, \dots, y_m)^T$ wielkości wektorowej \mathbf{Y} ,
 b) wektora $\mathbf{u}(\mathbf{y}) = (u(y_1), \dots, u(y_m))^T$ niepewności standardowych związanych z estymatami,
 c) macierzy \mathbf{R}_y , o wymiarze $m \times m$, współczynników korelacji $r_{ij} = r(y_i, y_j)$ związanych z parami estymat,
 d) współczynnika rozszerzenia k_p zdefiniowanego dla obszaru rozszerzenia w postaci m wymiarowej hiperelipsy, dla którego oczekuje się, że wartości te mogą być zgodne z określoną tolerancją numeryczną.

Tolerancja numeryczna: $\delta = \frac{1}{2}10^l$ związana z wielkością z , gdy wielkość ta wyrażana jest w postaci: $z = c \times 10^l$, c to mantysa z określoną liczbą cyfr znaczących, a l to wykładnik.

Zalecana procedura postępowania:

- przyjmij n_{dig} jako małą liczbę całkowitą,
- przyjmij $M = \max(J, 10^4)$, gdzie $J \geq 100/(1-p)$ to najmniejsza liczba całkowita,
- przyjmij $h = 1$ jako pierwszy krok postępowania,
- przeprowadź symulację Monte Carlo na próbie M wartości,
- używając M wartości wielkości wyjściowej wektorowej $\mathbf{y}_1, \dots, \mathbf{y}_M$ oblicz $\mathbf{y}^{(h)}$, $\mathbf{u}(\mathbf{y}^{(h)})$, $\mathbf{R}_y^{(h)}$ i $k_p^{(h)}$ jako estymatę \mathbf{Y} , w postaci niepewności standardowych, macierzy korelacji, współczynnika rozszerzenia dla 100p % obszaru rozszerzenia,
- jeżeli $h \leq 10$ to powiększ h o jeden i powtórz procedurę od kroku d),
- dla $j = 1, \dots, m$ oblicz odchylenie standardowe s_{y_j} związane ze średnią estymat $y_j^{(1)}, \dots, y_j^{(h)}$ wielkości Y_j na podstawie:

$$s_{y_j}^2 = \frac{1}{h(h-1)} \sum_{r=1}^h (y_j^{(r)} - y_j)^2, \text{ gdzie } y_j = \frac{1}{h} \sum_{r=1}^h y_j^{(r)} \quad (9)$$

- oblicz powyższe statystyki dla $\mathbf{u}(\mathbf{y}^{(h)})$, λ_{\max} i $k_p^{(h)}$,
- użyj wszystkich wartości funkcji modelu pomiaru $h \times M$, aby określić $\mathbf{u}(\mathbf{y})$, \mathbf{R}_y i k_p ,
- dla $j = 1, \dots, m$ oblicz tolerancję numeryczną δ związaną z $u(y_j)$,
- oblicz tolerancję numeryczną związaną z macierzą współczynników korelacji \mathbf{R}_y ,
- oblicz tolerancję numeryczną związaną ze współczynnikiem rozszerzenia k_p ,
- jeżeli dla każdego $j = 1, \dots, m$ któraś z wartości statystyk: $2s_{y_j}$, $2s_{u(y_j)}$, $2s_{\lambda_{\max}}$, $2s_{k_p}$ przekracza odpowiednią tolerancję numeryczną, to powiększ h o jeden i wróć do kroku d),
- stwierdziwszy, że wszystkie obliczenia są stabilne, użyj wszystkich wartości wielkości wyjściowej wektorowej ($h \times M$), aby wyznaczyć: \mathbf{y} , \mathbf{U}_y oraz k_p dla 100p % obszaru rozszerzenia.

Walidacja obliczeń

Dokument przedstawia zalecany sposób postępowania przy walidacji obliczeń tradycyjną metodą, sprowadzający się do dwóch działań:

- zastosowanie propagacji niepewności w celu uzyskania estymaty \mathbf{y}^{GUF} , niepewności standardowych $\mathbf{u}(\mathbf{y}^{\text{GUF}})$, macierzy korelacji $\mathbf{R}_y^{\text{GUF}}$ i współczynnika rozszerzenia k_p^{GUF} dla 100p % obszaru rozszerzenia w postaci m wymiarowej hiperelipsy,
- zastosowanie zalecanej procedury obliczeniowej dla metody Monte Carlo w celu otrzymania odpowiednio: \mathbf{y}^{MCM} , $\mathbf{u}(\mathbf{y}^{\text{MCM}})$, $\mathbf{R}_y^{\text{MCM}}$ i k_p^{MCM} .

Następnie należy sprawdzić, czy otrzymane wartości estymat, niepewności standardowych, współczynników korelacji i rozszerzenia metodą GUF (Guide Uncertainty Framework) i MCM (Monte Carlo Method) zgadzają się co do ustalonych tolerancji numerycznych. W tym celu oblicza się:

$$d_{y_j} = |y_j^{\text{GUF}} - y_j^{\text{MCM}}| \text{ dla } j = 1, \dots, m \quad (10)$$

$$d_{u(y_j)} = |u(y_j^{\text{GUF}}) - u(y_j^{\text{MCM}})| \text{ dla } j = 1, \dots, m \quad (11)$$

$$d_{\lambda_{\max}} = |\lambda_{\max}^{\text{GUF}} - \lambda_{\max}^{\text{MCM}}| \quad (12)$$

$$d_{k_p} = |k_p^{\text{GUF}} - k_p^{\text{MCM}}| \quad (13)$$

Jeżeli wartości te są nie większe niż odpowiednie tolerancje numeryczne, to można uznać obliczenia wykonane metodą propagacji niepewności za zwalidowane.

Zakończenie

Dokument [1] jak i pozostałe opracowania, w tym [2] i [3], wydane pod wspólnym tytułem „Evaluation of measurement data”, dostępne są na stronie internetowej Międzynarodowego Biura Miar (BIPM) w dziale dotyczącym Przewodników w Metrologii (Guides in Metrology). Dokument zawiera również szereg przykładów obliczeniowych mających zastosowanie w metrologii.

Literatura

- Supplement 2 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – *Extension to any number of output quantities*. JCGM 102:2011.
- Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – *Propagation of distributions using a Monte Carlo method*. JCGM 101:2008.
- Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008. ISO 1995 (*Wyrażanie niepewności pomiaru*. Przewodnik. Wydawca Główny Urząd Miar 1999).

Gazowe materiały odniesienia – wytwarzanie i certyfikacja

Dariusz Cieciora, Agnieszka Hys, Grzegorz Ochman (Zakład Fizykochemii, GUM)

W artykule przedstawiono metody stosowane w Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia do wytwarzania wzorców gazowych. Zwrócono uwagę na ich ograniczenia i źródła niepewności określenia zawartości składników w mieszaninie gazowej. Dodatkowo opisano wzorcowanie gazowych materiałów odniesienia. W Głównym Urzędzie Miar gazowe materiały odniesienia wytwarzane są zgodnie z normą PN-EN ISO 6142 oraz PN-EN ISO 6145-7. Natomiast ich wzorcowanie wykonywane jest zgodnie z PN-EN ISO 6143 metodą chromatograficzną i przy użyciu analizatorów gazów.

The methods for the gas reference materials preparation in Laboratory of Gas Reference Materials were presented. The attention was paid to limitations of methods and the sources of uncertainty. Additionally calibration of the gas reference materials was described. In the GUM the gas reference materials are made in accordance with PN-EN ISO 6142 and PN-EN ISO 6145-7. The gas standards are calibrated according to PN-EN ISO 6143 using the chromatographic method and by using gas analysers.

Wstęp

Gazowe materiały odniesienia wykorzystywane są do prawnej kontroli metrologicznej analizatorów spalin samochodowych, wzorcowania analizatorów mierzących zanieczyszczenia imisyjne i emisyjne powietrza atmosferycznego, tlenomierzy mierzących tlen rozpuszczony w wodzie, analizatorów kontrolujących stan zanieczyszczeń gazowych na stanowiskach pracy, analizatorów mierzących stężenie gazów toksycznych i wybuchowych np. w kopalniach, łodziach podwodnych oraz przyrządów pomiarowych kontrolujących procesy technologiczne w warunkach przemysłowych i służących do wyznaczania składu gazu ziemnego. Szeroka gama zastosowań, a także różne właściwości składników mieszanin gazowych spowodowały opracowanie różnych metod ich wytwarzania oraz metod wyznaczania zawartości poszczególnych składników.

Wytwarzanie gazowych materiałów odniesienia

Podział metod wytwarzania gazowych materiałów odniesienia

Metody wytwarzania gazowych materiałów odniesienia można podzielić na:

- ▶ metody statyczne:
 - grawimetryczna,
 - objętościowa,

- ciśnieniowa;
- ▶ metody dynamiczne:
 - pomp objętościowych,
 - ciągłego wstrzykiwania składników do strumienia gazu,
 - okresowego wstrzykiwania składników do strumienia gazu,
 - kapilarna,
 - dysz sonicznych,
 - masowych regulatorów przepływu,
 - dyfuzyjna,
 - nasycania,
 - membranowa – permeacyjna;
- ▶ metody inne:
 - z zastosowaniem desorpcji,
 - zjawisk elektrochemicznych,
 - przebieg reakcji chemicznych.

Wzorcowe mieszaniny gazowe wykonywane metodami statycznymi mogą być przechowywane w zbiornikach ciśnieniowych. Metody dynamiczne pozwalają generować mieszaniny gazowe w dużym zakresie zmian zawartości składników i mieszaniny, które nie mogą być przechowywane w zbiornikach ciśnieniowych, ponieważ mogłyby zmieniać swoje właściwości.

W Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia GUM do wytwarzania wzorców gazowych wykorzystywane są metody:

- grawimetryczna (wg normy PN-EN ISO 6142:2010);
- dynamiczna z wykorzystaniem masowych regulatorów przepływu (wg normy PN-EN ISO 6145-7:2012);
- dynamiczna przenikania – permeacyjna (wg normy PN-EN ISO 6145-10:2008).

Wytwarzanie gazowych materiałów odniesienia metodą grawimetryczną

Wytwarzanie mieszanin gazowych metodą grawimetryczną polega na kolejnym dodawaniu składników mieszaniny gazowej do zbiornika ciśnieniowego przy jednoczesnej kontroli masy dodawanych składników. Masę wprowadzonego składnika do zbiornika ciśnieniowego określa się przy użyciu wagi legalizacyjnej lub komparatora mas.

Wytwarzając mieszaniny gazowe należy wziąć pod uwagę: ciśnienia dostępnych gazów i możliwość kondensacji, maksymalne ciśnienie napełnienia używanego cylindra, składy mieszanin pośrednich i mieszaniny końcowej, metodę napełnienia (bezpośrednia, wielokrotne rozcieńczenie, metoda ubytku masy), charakterystykę użytej wagi (rozdzielczość, udźwig), wymagania co do końcowego składu i niepewności pomiaru. Wytworzenie mieszanin gazowych wieloskładnikowych oraz o niskich zawartościach składników polega na wykonaniu pre-mieszanin, które następnie są rozcieńczane dożądanego poziomu stężeń.

Stabilność wytworzonej mieszaniny gazowej zależy m.in. od tego, czy poszczególne składniki mieszaniny gazowej nie będą reagować pomiędzy sobą, materiałem butli gazowej czy też zaworem butlowym. Aby tego uniknąć należy stosować butle gazowe odpowiednio do składników mieszaniny.

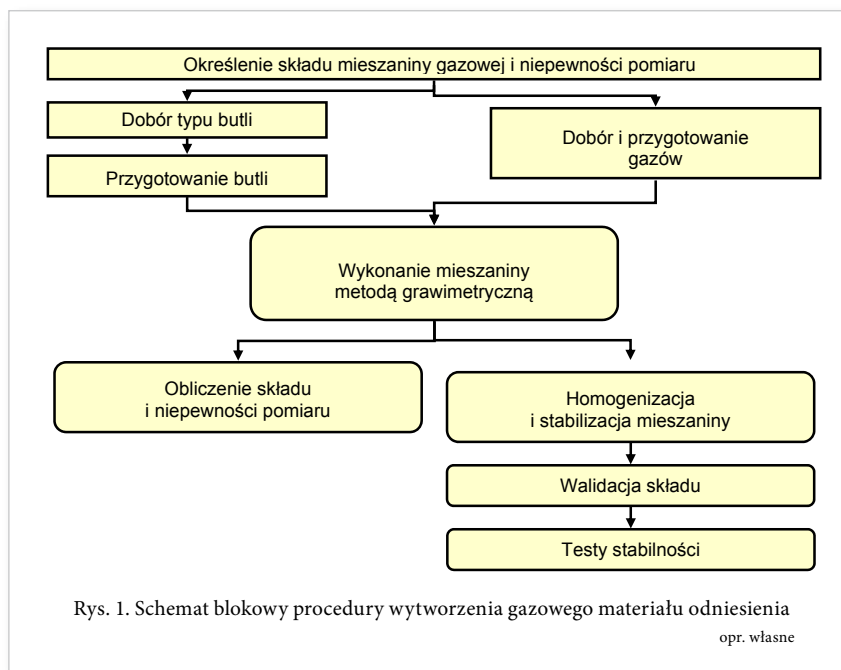
Czystość gazów używanych do wykonywania mieszanin gazowych wpływa na dokładność określenia składu mieszaniny gazowej wytworzonej metodą grawimetryczną. Zanieczyszczenia znajdujące się w gazach, stanowią znaczący wkład do budżetu niepewności końcowej mieszaniny. Udział niepewności zależy od ilości zanieczyszczeń w czystych gazach i dokładności ich wyznaczenia.

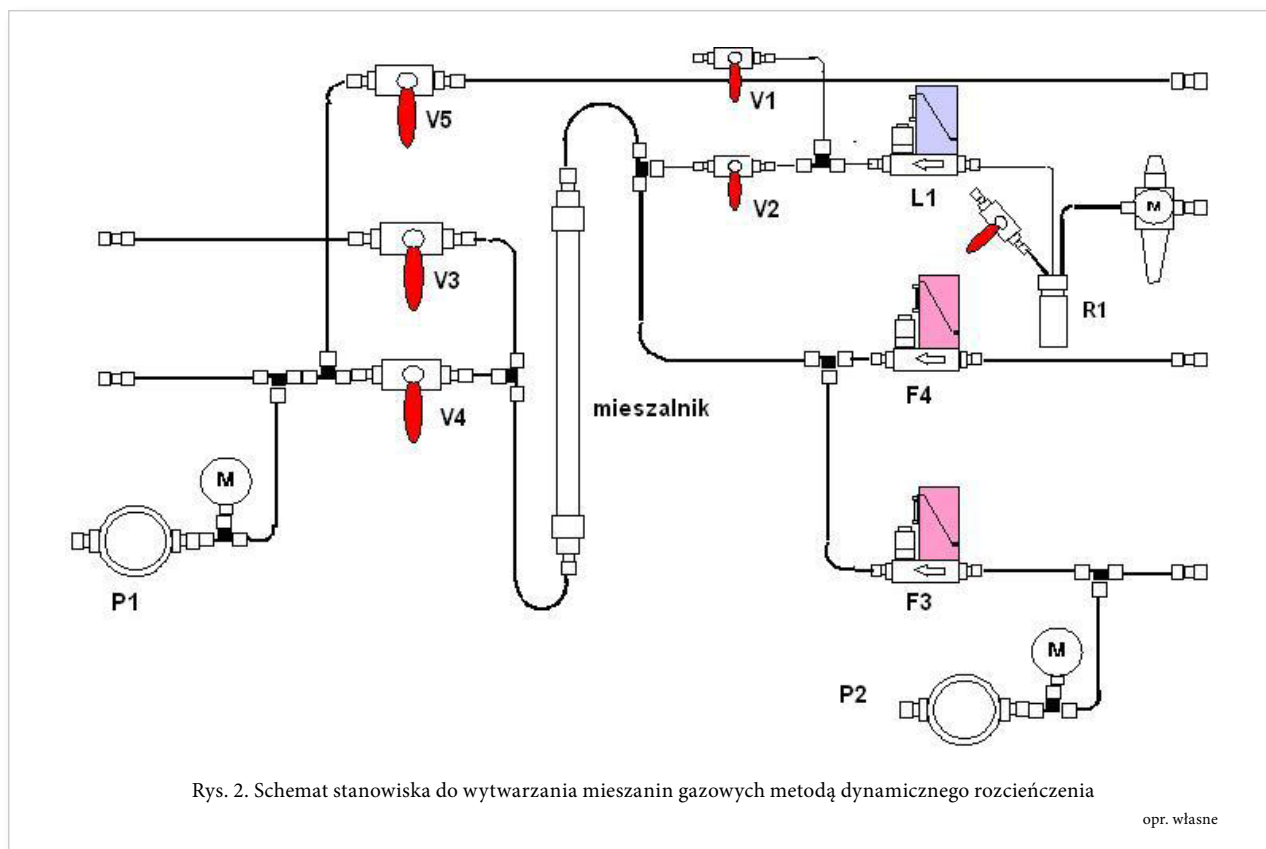
Źródła niepewności wykonania mieszaniny gazowej wg PN-EN ISO 6142:2010:

- waga (rozdzielczość wagi, dryft, punkt zerowy, położenie butli na szalce),
- odważniki (niepewność masy odważników oraz wypór powietrza),
- różnica objętości butli ważonej i tary,
- zmiana objętość butli pod wpływem ciśnienia,
- pozostałości gazu po uzyskaniu próżni,
- czystość gazu,
- masa molowa gazu,
- inne (temperatura butli, adsorpcja).

Sposoby walidacji składu mieszaniny gazowej:

- udział w porównaniach międzylaboratoryjnych,





- wzorcowanie mieszanin gazowych np. w innych instytutach metrologicznych,
- sprawdzenie analityczne z innymi wzorcami znajdującymi się w laboratorium.

Wytwarzanie gazowych materiałów odniesienia metodą dynamicznych rozcieńczeń przy użyciu regulatorów masowego przepływu

Norma PN-EN ISO 6145-7:2012 opisuje procedurę wytwarzania mieszanin gazowych w jednym stopniu rozcieńczenia z zastosowaniem masowych regulatorów przepływu, które regulują niezależne strumienie gazu: rozcieńczanego i rozcieńczającego. W mieszalniku wytwarzana jest jednorodna mieszanina z dwóch niezależnych strumieni gazu. Metoda ta nie jest metodą bezwzględną i każdy z masowych regulatorów powinien być wzorcowany gazem, którego przepływ będzie mierzyl.

Sposoby wzorcowania regulatorów opisane są w instrukcjach producentów oraz w normie PN-EN ISO 6145-1:2011.

Możliwe źródła niepewności wyznaczenia strumienia gazu wytworzone przez termiczne kontrolery przepływu:

- liniowość kontrolera,
- powtarzalność i odtwarzalność,
- stabilność kontrolera,
- wpływ zmian ciśnienia atmosferycznego i obciążenia wyjścia kontrolera,
- wpływ nadciśnienia na wejściu kontrolera.

Wzorcowanie gazowych materiałów odniesienia

Wzorcowanie gazowych materiałów odniesienia powinno odbywać się z zastosowaniem metody wielopunktowej kalibracji zgodnie z normą PN-EN ISO 6143:2010. Metoda ta polega na przyjęciu założenia, że funkcja pomiaru to:

- funkcja liniowa $x = b_0 + b_1y$,
- wielomian drugiego rzędu $x = b_0 + b_1y + b_2y^2$,
- wielomian trzeciego rzędu $x = b_0 + b_1y + b_2y^2 + b_3y^3$,
- funkcja potęgowa $x = b_0 + b_1y^{b_2}$,
- funkcja wykładnicza $x = b_0 + b_1e^{b_2y}$.

Parametry b_j funkcji pomiaru określone są na podstawie odpowiedzi układu pomiarowego zebranych w czasie wzorcowania i zawartości składników

wziętych ze specyfikacji gazowych materiałów odniesienia użytych do wzorcowania.

Wzorcowanie przy użyciu analizatorów gazów

W Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia używane jest m.in. stanowisko do wzorcowania mieszanin gazowych wykorzystywanych do kontroli zanieczyszczeń emisyjnych i imisyjnych powietrza. Stanowisko to składa się z układu dynamicznych rozcieńczeń, realizujących metodę opisaną w normie PN-EN ISO 6145-7:2012 oraz analizatorów gazów do określenia zawartości składników, takich jak CO, CO₂, NO, NO₂, SO₂, wykorzystujących metody niedyspersyjnej absorpcji w podczerwieni (NDIR) oraz metodę chemiluminescencyjną. Taki układ, wykorzystujący masowe regulatory przepływu, pozwala na generowanie dowolnej liczby mieszanin o różnej zawartości, przy zastosowaniu małej ilości wzorców, czyli dwóch lub trzech mieszanin wykonanych metodą grawimetryczną i posiadających spójność pomiarową z jednostką masy lub międzynarodowymi wzorcami o zawartościach składników gwarantujących ich stabilność.

Wzorcowanie mieszanin gazowych metodą chromatograficzną

W Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia wykonywane są wzorcowania mieszanin gazowych przy wykorzystaniu chromatografów gazowych wyposażonych w detektor ciepłno-przewodnościowy TCD (czuły na takie gazy jak CO, CO₂, O₂, H₂), detektor płomieniowo-jonizacyjny FID (do oznaczenia węglowodorów) oraz detektor pulsacyjno-wyładowczy PDD (do wzorcowania mieszanin, zawierających SO₂ i mieszanin gazowych o zawartości składników rzędu pojedynczych μmol/mol).

Podsumowanie

W artykule zostały przedstawione podstawowe informacje dotyczące wytwarzania oraz certyfikacji gazowych materiałów odniesienia, stosowanych w Głównym Urzędzie Miar. Szczegółowe informacje dotyczące stosowanych metod zawarte są w wymienianych wyżej normach.

Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia GUM posiada doświadczenie i technikę pomiarową

pozwalającą na wykonanie gazowych materiałów odniesienia metodą grawimetryczną, która jest metodą podstawową.

Pomiary objętościowe gazów zależą od wartości temperatury i ciśnienia. Stosowana aparatura winna zapewniać kontrolę tych wielkości. Aczkolwiek wpływ adsorpcji na ściankach jest akcentowany silniej przy analizie źródeł niepewności w określeniu zawartości składników w metodach statycznych, to i w metodach dynamicznych nie można tego problemu pominąć, zwłaszcza przy znacznych rozcieńczeniach gazu.

W metodach statycznych najbardziej istotny jest problem stabilności wytworzonych mieszanin. Należy uwzględnić tu zarówno adsorpcję na ściankach, przemiany chemiczne z materiałem zbiornika i pomiędzy składnikami mieszaniny, jak i możliwość kondensacji. Zatem metoda grawimetryczna, powszechnie uznawana jest za metodę najbardziej poprawną metrologicznie. Jednak pamiętając o mogących zachodzić w zbiorniku zjawiskach adsorpcji, kondensacji i przemianach chemicznych, należy dla wszystkich nowych warunków wytwarzania mieszaniny przeprowadzić badania potwierdzające poprawność metodyki.

Literatura

- [1] PN-EN ISO 6142:2010 – „Analiza gazu – Przygotowanie gazowych mieszanin wzorcowych – Metoda wagowa”.
- [2] PN-EN ISO 6143:2010 – „Analiza gazu – Metody porównawcze do określenia i sprawdzania składu gazowych mieszanin wzorcowych”.
- [3] PN-EN ISO 6145-1:2011 – „Analiza gazu – Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych z zastosowaniem dynamicznych metod objętościowych – Część 1: Metody kalibracji”.
- [4] PN-EN ISO 6145-7:2012 – „Analiza gazu – Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych z zastosowaniem dynamicznych metod objętościowych – Część 7: Termiczne regulatory masy”.
- [5] Ochman G., Kowalczyk M., Kolasiński P., Cieciora D.: „Gazowe materiały odniesienia wykonywane metodami dynamicznymi – zakres i metodyka wytwarzania, budżet niepewności”. Materiały V Kongresu Metrologii, Łódź, 6–8 września 2010 r.
- [6] Cieciora D., Ochman G.: „Gazowe materiały odniesienia: wytwarzanie, zastosowanie, spójność pomiarowa”. Metrologia. Biuletyn Głównego Urzędu Miar; Nr 2, vol. 6, 2011.

Program komputerowy do wzorcowania pehametrów i konduktometrów

Anna Orleańska-Szymczyk (OUM we Wrocławiu)

Aplikacja o nazwie „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” jest napisana w języku „Delphi”. Celem napisania aplikacji było ułatwienie obliczeń oraz generowanie wymaganych dokumentów. Aplikacja została napisana dla konkretnych stanowisk pomiarowych pehametrii i konduktometrii. Algorytmy obliczeń są napisane na podstawie procedur oraz specyfiki stanowisk. Wartości poprawne wzorców oraz ich niepewności pomiarów ze „Świadectwa wzorcowania” są wpisywane w odpowiednie tablice na serwerze. Aplikacja jest wielostanowiskowa. Wszystkie potrzebne dane, budżety i wyniki obliczeń z wielu stanowisk są generowane automatycznie i zapisywane w odpowiednich katalogach na serwerze.

„Calibration of pH meters and conductivity meters” is an application software written in Delphi programming language. Its main objective is to facilitate the calculations and to generate automatically all required documents. Regarding the scope of the application, it serves as a useful tool for the measurement worksites of pH meters and conductivity meters. The calculation algorithms are adapted to the procedures and characteristics of the measurement worksites. The proper values of the standards and their measurement uncertainty are transferred from the „Calibration Certificate” to the defined arrays on the server. The application can be implemented on several worksites. All data, budgets and calculation results which are produced on each worksite are saved in the automatically – generated folders on the server.

Wstęp

Podczas prac na stanowiskach pomiarowych posiadanie sprawnych narzędzi do wzorcowania jest niezwykle użyteczne. W tym celu w 1996 roku powstał program napisany w języku Delphi firmy Borland „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” (*wzr_pHkon*). Przez ostatnie 15 lat był on modyfikowany i ulepszany, uzyskując wysoką sprawność i efektywność. Powyższy program jest wykorzystywany w pracy w Okręgowym Urzędzie Miar we Wrocławiu w Wydziale Elektroniki od 1997 roku.

Program Komputerowy

Program „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” (*wzr_pHkon*) służy do wzorcowania urządzeń pomiarowych pH, napięcia i przewodności właściwej oraz szacowania niepewności pomiarów.

Program w swojej strukturze zawiera wpisy wartości wzorcowych, błędów podstawowych oraz niepewności

rozszerzonych w skojarzonych tablicach z punktami pomiarowymi, na podstawie świadectw wzorcowania wzorców (rys. 1). Wpisy należy wymieniać wraz z otrzymaniem nowych świadectw, zgodnie ze strukturą tablic.

Powyższe dane są przechowywane w bazie danych na serwerze urzędu i odtwarzane w trakcie uruchamiania aplikacji. Aplikacje mogą być uruchamiane na kilku komputerach, współpracując z jedną bazą danych w sieci urzędu. W czasie wykonywania

	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność	przewodność
0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020
0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030	0.030
0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040	0.040
0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050
0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060
0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070
0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080	0.080
0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090	0.090
0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100	0.100

Rys. 1. Przykładowa tablica z wartościami wzorca

opr. własne

pomiarów zmierzone wielkości elektryczne są wpisywane do odpowiednich okienek.

Program posiada takie możliwości działania, jak:

- wykonywanie obliczeń wg określonych algorytmów na podstawie dokumentów (procedur),
- zapamiętywanie budżetów niepewności i wszystkich obliczeń, gromadzenie ich w tablicach i zapisywanie w odpowiednich katalogach zgodnych z numerami zgłoszeń,
- bezpośredni wydruk ekranu z budżetem oraz wielkościami wejściowymi,
- bezpośredni wydruk ekranu z tablicą wyników oraz wykresami,
- generowanie gotowych dokumentów „Protokół wzorcowania” i „Świadectwo wzorcowania” z możliwością drukowania,
- odtwarzanie dokumentów wraz z obliczeniami w dowolnym czasie po ponownym uruchomieniu aplikacji,
- gromadzenie opisów przyrządów wzorcowanych oraz sposobów ich obsługi,
- dostęp do poczty e-mail celem np. wysyłania zapytań do klienta.

Tryby pracy interfejsu programowego (dotyczy tylko symulatora CSP-501)

Opcje podstawowe interfejsu programowego symulatora CSP-501 obejmują:

- a) automatyczne sterowanie symulatora (sekwencja pomiarowa) oraz odczyt z miernika (automatyczne wpisywanie wartości pomiarowych oraz ich obliczanie),
- b) automatyczne sterowanie symulatora (sekwencja pomiarowa) oraz ręczne wpisywanie wartości pomiarowych,
- c) ręczne sterowanie symulatora i automatyczne wpisywanie wartości pomiarowych,
- d) ręczne sterowanie symulatora i ręczne wpisywanie wartości pomiarowych.

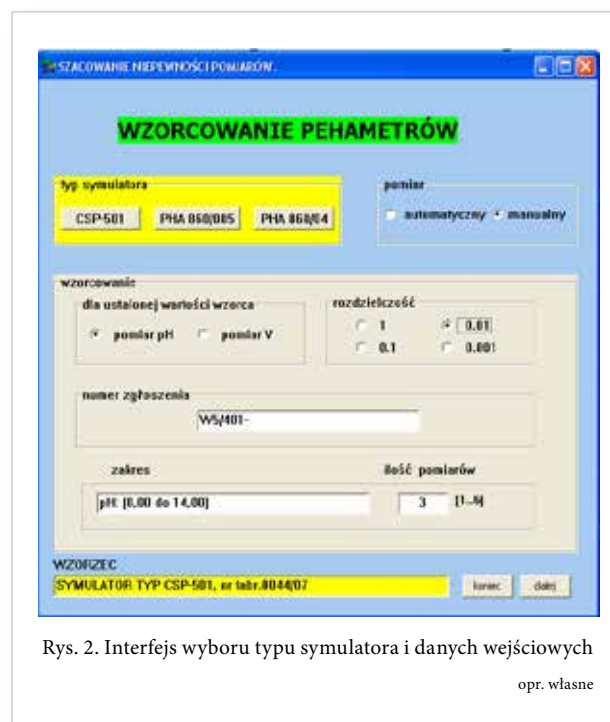
Manualna obsługa programu

Niezbędna obsługa programu może być ograniczona do wpisywania przez operatora w postaci odchylek danych wejściowych, umożliwiających dokonanie oszacowań niepewności standardowych typu B oraz wpisanie odczytów wyników pomiarów zgodnie z zadeklarowaną ich ilością. Dalsze czynności program realizuje automatycznie po naciśnięciu przez operatora klawisza „Enter”.

Przeznaczenie programu

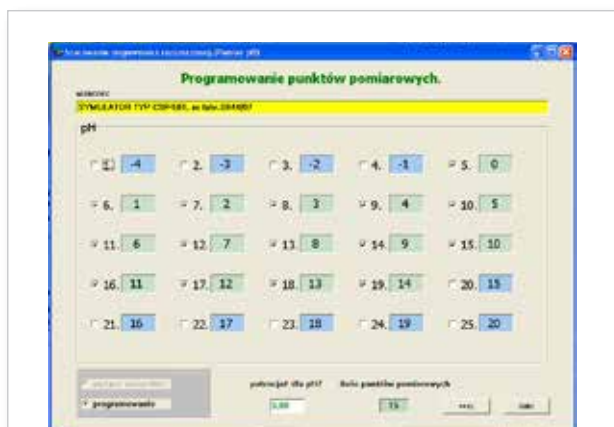
Program jest przeznaczony do:

- a) obliczania błędów pomiarów,
- b) obliczania odchylenia standardowego eksperymentalnego (rozzrut wyników pomiarów),
- c) obliczania współczynnika rozszerzenia,
- d) obliczania niepewności rozszerzonej,
- e) tworzenia budżetu niepewności (możliwość wydruku w czasie pracy programu oraz automatyczne zapamiętywanie),
- f) symulowania wyników celem dobrania lepszej metody pomiarowej lub parametrów pomiarów,
- g) kontroli wpisywanych wyników pomiarów (sygnalizowanie błędnego wpisu),
- h) automatycznego samoczynnego tworzenia tabel i ich wypełniania (możliwość wydruku w czasie pracy programu oraz ich automatyczne zapamiętywanie),
- i) automatycznego tworzenia „Protokołu wzorcowania” z dostępem do korekty słów, za wyjątkiem wyników obliczeń,
- j) automatycznego tworzenia „Świadectwa wzorcowania” z dostępem do korekty słów, za wyjątkiem wyników obliczeń,
- k) odtwarzania dokumentów celem korekty,
- l) gromadzenia opisów przyrządów oraz sposobów ich ustawiania (baza mierników wzorcowanych),
- m) tworzenia bazy danych użytkowników oraz przyrządów.

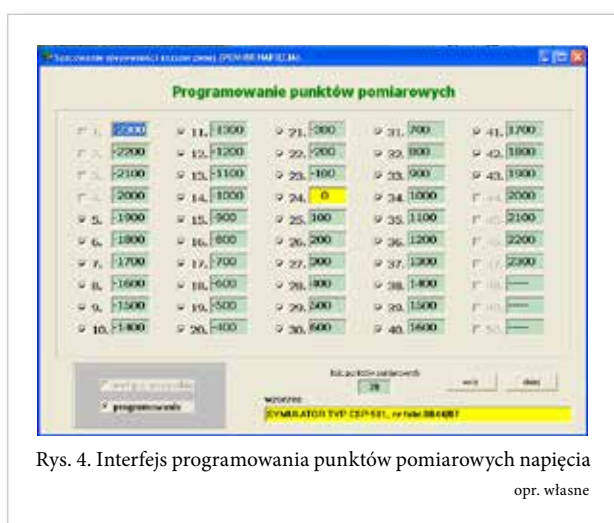


Rys. 2. Interfejs wyboru typu symulatora i danych wejściowych

opr. własne



Rys. 3. Interfejs programowania punktów pomiarowych pH
opr. własne



Rys. 4. Interfejs programowania punktów pomiarowych napięcia
opr. własne

Program automatycznie zapamiętuje wszystkie potrzebne dane oraz budżety i tabele obliczeń, tworząc systemową bazę danych na serwerze urzędu. Jest wyposażony dodatkowo w kalkulator obliczenia niepewności (własny tor obliczeniowy), który ułatwia walidację w każdym dowolnym punkcie pomiarowym, gdyż uwidacznia pośrednie wyniki obliczeń. Kalkulator umożliwi szacowanie niepewności typu A i typu B dla dużej ilości pomiarów.

Interfejsy aplikacji

W przypadku wzorcowania pehametrów należy zaprogramować punkty pomiarowe przy pomocy odpowiednich interfejsów (rys. 2, 3, 4 i 5).

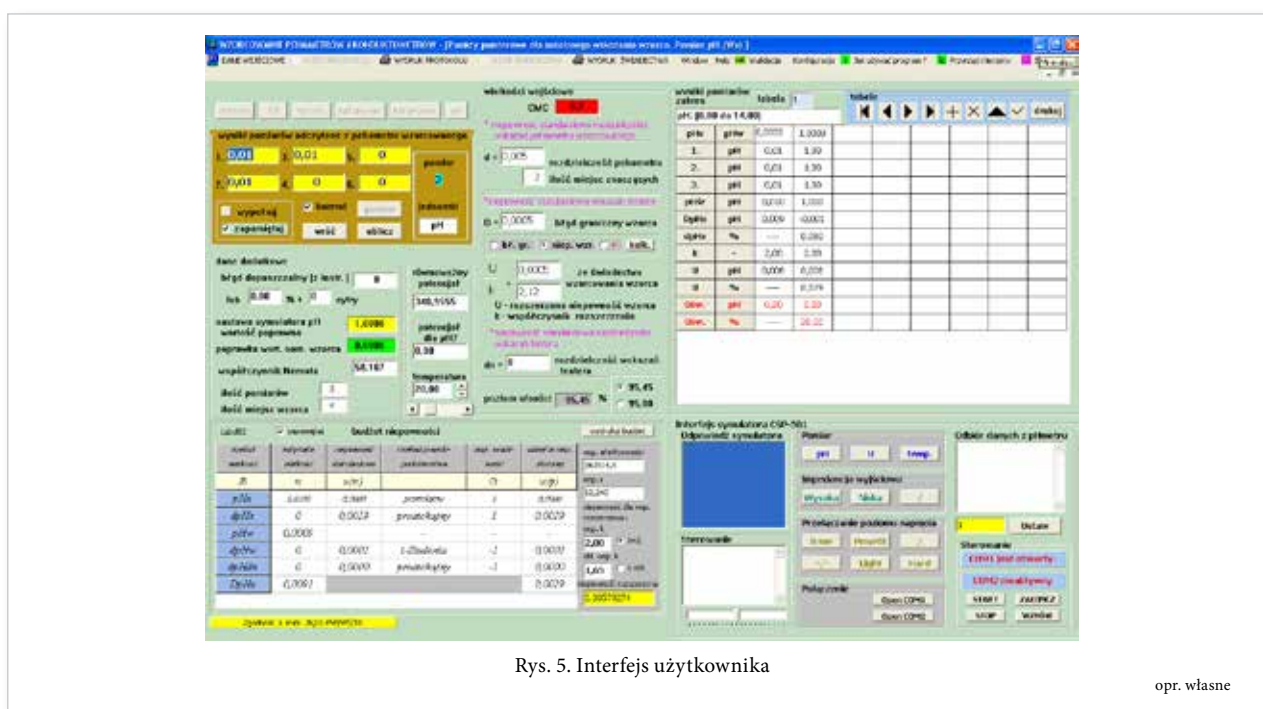
W przypadku pomiarów przewodności właściwej wykorzystywane są interfejsy jak na rys. 6 i 7.

Wzorcowanie pehametru w zakresie pomiaru pH

Praktyczna definicja pH oparta jest na metodzie pomiaru SEM ogniwi posiadających cechy elektrody wodorowej (elektroda wskaźnikowa), tj:

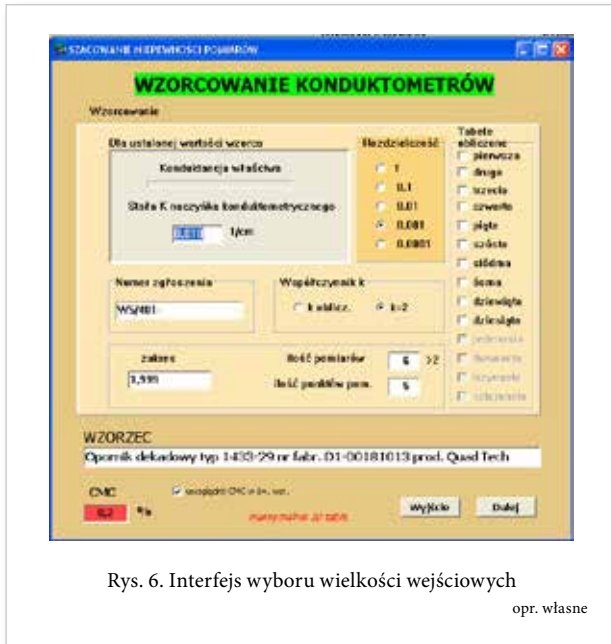
- posiada precyzyjnie odtwarzalny potencjał,
- spełnia teoretyczną zależność potencjału od pH przewidzianej równaniem Nernsta.

Wartość wskazań pehametru jest wyrażona wzorem:



Rys. 5. Interfejs użytkownika

opr. własne



Rys. 6. Interfejs wyboru wielkości wejściowych
opr. własne

$$pH(X) = pH(S) + \frac{E_s - E_x}{k} \quad (1)$$

- pH(X) – pH roztworu badanego,
- pH(S) – pH wzorca,
- E_x – SEM ogniwa z roztworem badanym,
- E_s – SEM ogniwa z wzorcem pH,
- k – współczynnik Nernsta, ($k = \frac{RT \ln 10}{F}$),
- R – stała gazowa ($R = 8,314472 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$),
- F – stała Faradaya ($F = 96485,3415 \text{ Cmol}^{-1}$),

T – temperatura termodynamiczna.

Błąd wskazań ΔpH_x pehametru wzorcowanego w warunkach odniesienia dla ustalonej wartości napięcia wzorcowego odpowiadającego danej wartości wskazania pH opisuje równanie:

$$\Delta pH_x = pH_x - pH_w \quad (2)$$

pH_x – wskazanie pehametru wzorcowanego, odpowiadające ustalonej wartości wzorca napięcia wzorcowego,

pH_w – ustalone wskazanie symulatora pH lub ustalona wartość pH, wynikająca z nastawy symulatora, uwzględniając poprawkę dla jego wartości nominalnej:

$$pH_w = pH_n + \delta pH_n \quad (3)$$

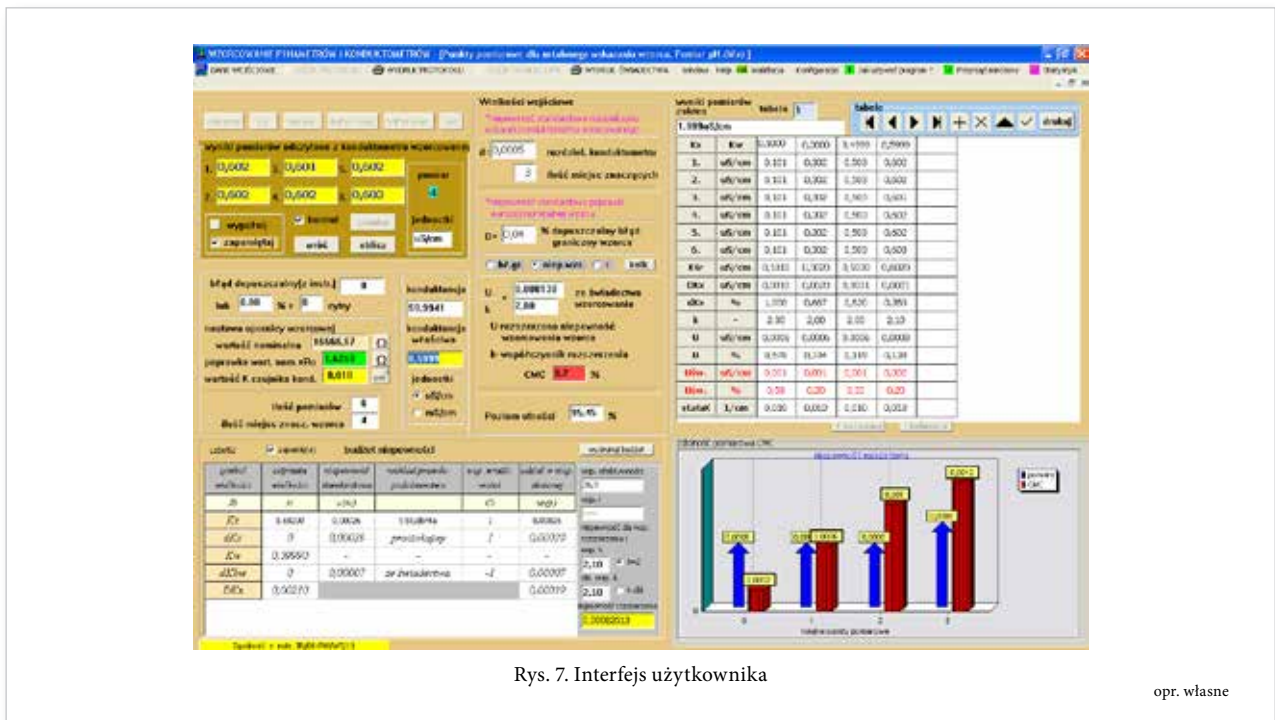
pH_n – ustalone nominalne wskazanie wzorca,
 δpH_n – poprawka wartości wzorcowej.

Równanie pomiaru

Błąd wskazania ΔpH_x pehametru wzorcowanego określa zależność:

$$\Delta pH_x = ph_x + \delta ph_{dx} - ph_n - \delta ph_{bn} \quad (4)$$

- ph_x – wskazanie pehametru,
- δph_{dx} – rozdzielczość pehametru,
- ph_n – wskazanie testera pH lub wartość pH odpowiadająca napięciu symulatora,



Rys. 7. Interfejs użytkownika
opr. własne

δph_{bn} – poprawka wynikająca z błędu wskazań testera pH lub kalibratora napięcia.

Estymaty wielkości wejściowych δph_{dx} , δph_{bn} przyjmuje się za równe zero.

Równanie niepewności pomiaru

Złożoną niepewność standardową wyznaczenia błędu wskazania pehametru można wyznaczyć na podstawie równania:

$$u_c^2(\Delta ph_x) = u^2(ph_x) + u^2(\delta ph_{dx}) + u^2(ph_n) + u^2(\delta ph_{bn}) \quad (5)$$

- a) $u(ph_x)$ – niepewność standardowa wskazań pehametru, wynikająca z rozrzutu jego wskazań, oszacowana metodą typu A:

$$u(ph_x) = s(\overline{ph}_x) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (ph_{xi} - \overline{ph}_x)^2} \quad (6)$$

ph_{xi} – kolejny odczyt wskazań pehametru,
 n – ilość powtórzeń pomiaru,

- b) $u(\delta ph_{dx})$ – niepewność standardowa związana z rozdzielczością wskazań pehametru:

$$u(\delta ph_{dx}) = \frac{d}{\sqrt{3}} \quad (7)$$

d – rozdzielczość miernika analogowego pehametru lub wartość odpowiadająca połowie ostatniej cyfry znaczącej wskazań pehametru cyfrowego,

- c) $u(ph_n)$ – niepewność standardowa dla ustalonej wartości pH,

- d) $u(\delta ph_n)$ – niepewność standardowa wskazań testera pH lub kalibratora napięcia:

- gdy w świadectwie wzorcowania testera lub kalibratora potwierdzone są jego błędy graniczne

$$u(\delta ph_{bn}) = \frac{E_{\max}}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

E_{\max} – błąd graniczny testera lub kalibratora napięcia wynikający z danych producenta,

- gdy w świadectwie wzorcowania testera lub kalibratora podana jest niepewność jego wzorcowania

$$u(\delta ph_{bn}) = \frac{U}{k} \quad (9)$$

U – rozszerzona niepewność wzorcowania testera lub kalibratora,

k – współczynnik rozszerzenia.

Niepewność rozszerzona pomiaru

Niepewność rozszerzoną wyznaczenia błędów wskazań pehametru oblicza się z zależności:

$$U = k \cdot u_c(\Delta ph_x) \quad (10)$$

Współczynnik rozszerzenia k przyjmuje wartość dla poziomu ufności ok. 95 %.

Wzorcowanie konduktometru

Wartość przewodności elektrycznej właściwej rezystancji wzorcowej określona jest wzorem:

$$\kappa = \frac{K}{R} \quad (11)$$

R – rezystancja opornika wzorcowego,

K – wybrana na konduktometrze stała naczynia konduktometrycznego.

Błąd wskazań konduktometru wzorcowanego w warunkach odniesienia dla ustalonego wskazania wyznacza się z zależności:

$$\Delta \kappa_x = \kappa_x - \kappa_w \quad (12)$$

κ_x – przewodność elektryczna właściwa wskazana przez konduktometr,

κ_w – wzorcowa przewodność elektryczna właściwa, określona wzorem:

$$\kappa_w = \frac{K}{R_w} \quad (13)$$

R_w – rezystancja opornicy kontrolnej,

K – wartość stałej czujnika konduktometrycznego.

Równanie pomiaru

Błąd wzorcowanego konduktometru $\Delta \kappa_x$ określa zależność:

$$\Delta \kappa_x = \kappa_x - \delta \kappa_{dx} - \kappa_w - \delta \kappa_{bw} \quad (14)$$

κ_x – wskazanie konduktometru,

$\delta \kappa_{dx}$ – rozdzielczość konduktometru,

κ_w – wzorcowa przewodność elektryczna właściwa,

$\delta\kappa_{bw}$ – poprawka wynikająca z niepewności pomiaru opornicy wzorcowej.

Estymaty wielkości wejściowych $\delta\kappa_{dx}$ i $\delta\kappa_{bw}$ przyjmuje się za równe zero.

Równanie niepewności pomiaru

Złożoną niepewność standardową wyznaczenia błędu wskazania pehametru można wyznaczyć z zależności:

$$u_c^2(\Delta\kappa_x) = u^2(\kappa_x) + u^2(\delta\kappa_{dx}) + u^2(\kappa_w) + u^2(\delta\kappa_{bw}) \quad (15)$$

- a) $u(\kappa_x)$ – niepewność standardowa wskazań konduktometru wynikająca z rozrzutu wskazań konduktometru oszacowana metodą typu A:

$$u(\kappa_x) = s(\bar{\kappa}_x) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (\kappa_{xi} - \bar{\kappa}_x)^2} \quad (16)$$

κ_{xi} – kolejny odczyt wskazań konduktometru,
 n – ilość powtórzeń pomiaru.

- b) $u(\delta\kappa_{dx})$ – niepewność standardowa związana z rozdzielczością wskazań wzorcowanego konduktometru

$$u(\delta\kappa_{dx}) = \frac{d}{\sqrt{3}} \quad (17)$$

d – rozdzielczość miernika analogowego lub wartość odpowiadająca połowie ostatniej cyfry znaczącej wskazań konduktometru cyfrowego.

- c) – niepewność standardowa wartości nominalnej wzorca:
 – gdy w świadectwie wzorcowania wzorca potwierdzone są jego błędy graniczne lub klasa dokładności:

$$u(\delta\kappa_{bw}) = \frac{E_{\max}}{\sqrt{3}} \quad (18)$$

E_{\max} – dopuszczalny błąd graniczny wzorca, wynikający z danych producenta lub obliczony z jego klasy dokładności,
 – gdy w świadectwie wzorcowania wzorca podane są jego rzeczywiste wartości wraz z oszacowaniami niepewności pomiaru:

$$u(\delta\kappa_{bw}) = \frac{U}{k} \quad (19)$$

U – rozszerzona niepewność wzorcowania wzorca,
 k – współczynnik rozszerzenia.

Niepewność rozszerzona pomiaru

Niepewność rozszerzoną wyznaczenia błędu wskazań konduktometru oblicza się z zależności:

$$U = k \cdot u_c(\Delta\kappa_x) \quad (20)$$

Współczynnik rozszerzenia k przyjmuje wartość dla poziomu ufności ok. 95 %.

Podsumowanie

Opracowany program jest typem aplikacji specjalistycznej obejmującej specyfikację stanowiska pomiarowego i stanowi kompleksową obsługę klienta. Aplikacja pozwala na skupienie się tylko na pomiarach, mając jednocześnie wgląd do wszystkich wyników obliczeń. Program czuwa nad poprawnością poprzez komparację przy wpisywaniu wartości mierzonych. Dokumenty końcowe powstają samoczynnie, ograniczając możliwość pomyłek.

Wszystkie wymienione powyżej cechy sprawiają, że program stanowi wygodne i efektywne narzędzie pracy. Jest z powodzeniem wykorzystywany praktycznie w Okręgowym Urzędzie Miar we Wrocławiu w Wydziale Elektroniki.

Literatura

- [1] Procedura ogólna P/OUM3/17, Szacowanie niepewności pomiaru.
- [2] Procedura wzorcowania PW/W5/10, Wzorcowanie pehametrów.
- [3] Instrukcja IN1-PW/W5/10, Szacowanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu pehametrów.
- [4] Procedura PW/W5/11, Wzorcowanie konduktometrów.
- [5] Instrukcja IN1-PW/W5/11, Szacowanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu konduktometrów.

Wpływ zanieczyszczeń na punkt potrójny rtęci

Andrzej Wełna (Zakład Fizykochemii, GUM)

Artykuł jest podsumowaniem czterech miesięcy pracy badawczej w Hiszpańskim Centrum Metrologicznym (CEM). Badania były wykonane w ramach indywidualnego grantu (Researcher Mobility Grant), realizowanego w Europejskim Programie Badań Naukowych w Metrologii, współfinansowanym przez Unię Europejską. Celem tych badań było dostarczenie dodatkowych wyników do wspólnego projektu badawczego JRP SIB10 NOTED (Novel Techniques for Traceable Temperature Dissemination), poprzez wykonanie eksperymentów z domieszkowaniem komórek. Głównym zadaniem było badanie wpływu zanieczyszczeń metalicznych o znanych stężeniach na realizację punktu potrójnego rtęci i potwierdzenie poprawności wyników uzyskanych wcześniej przez CEM. W artykule omówiono przebieg prac, od wykonania komórek punktu potrójnego rtęci, poprzez domieszkowanie znanymi wartościami zanieczyszczeń, do wykonania pomiarów.

The article is a summary of four months of scientific work in Centro Español de Metrología (CEM). Research were realised under an individual grant (Researcher Mobility Grant) performed within European Metrology Research Programme, co-funded by the European Union. The aim of this study was to provide additional results to the joint research project JRP SIB10 NOTED (Novel Techniques for Traceable Temperature Dissemination), by performing experiments with doped cells. The main task was to study the influence of metal impurities with known concentrations on the realization of the triple point of mercury and validation measurements previously performed by CEM. The article discusses the progress of work from the performance of the triple point of mercury cells, doping by impurities with known values and the measurements.

Wstęp

Punkt potrójny rtęci ($-38,8344\text{ }^{\circ}\text{C}$) jest definicyjnym punktem stałym Międzynarodowej Skali Temperatury z 1990 r. Do produkcji punktów stałych temperatury używa się pierwiastków najwyższej czystości. Rtęć jest jednym z pierwiastków, który możemy otrzymać z czystością przekraczającą 8N (99,999 999 %), a pomiary temperatury w punkcie potrójnym rtęci charakteryzują się bardzo dużą dokładnością, co powoduje, że zanieczyszczenia występujące w rtęci są dominującym źródłem niepewności. W przypadku dostępności analizy zanieczyszczeń do obliczenia korekcji oraz szacowania niepewności, przy realizacji ITS-90 rekomendowana jest metoda SIE (Sum of Individual Estimates) [2]. Do analizy SIE potrzebne są jednak dane o wpływie niskich koncentracji zanieczyszczeń na dany punkt stały temperatury. W tym kierunku, w CEM, kilka lat temu podjęto prace nad badaniem wpływu zanieczyszczeń na tempe-

ratwę punktu potrójnego rtęci. Są one kontynuowane m.in. w projekcie JRP NOTED.

Przygotowanie komórek rtęci

Pierwszym etapem było napełnienie komórek, co zostało przeprowadzone z zastosowaniem stanowiska destylacji rtęci zbudowanego w CEM (rys. 1). Procedura napełniania komórek poprzez destylację zapobiega napełnianiu komórek pęcherzykami powietrza i chroni przed procesem utleniania.

Komórki zostały wykonane ze szkła borokrzemianowego lub zamiennie kwarcowego. Czyszczenie przeprowadzono za pomocą kwasu azotowego, pozostawiając wypełnione kwasem komórki na 24 godziny. Następnie komórki płukano wodą destylowaną i przez 72 godziny przepuszczano parę wodną przechodzącą przez komórki, w celu uniknięcia ługowania szkła. Następnie puste komórki były ważone w Laboratorium Masy CEM. Komórki rtęci były



Rys. 1. Stanowisko do produkcji komórek oparte na zasadzie destylacji rtęci

fot. arch. GUM



Rys. 2. Komórka punktu potrójnego rtęci wykonana na stanowisku CEM

fot. arch. GUM

napełniane w zamkniętym układzie do destylacji, pod ciśnieniem na poziomie co najmniej 10^{-2} mbar podczas całego procesu napełniania. Aby uniknąć utraty ciepła, naczynie z rtęcią zostało dodatkowo zaizolowane oraz zastosowano dodatkowy przewód grzewczy owinięty na rurze łączącej kolbę z rtęcią i chłodnicę układu, aby uniknąć zbyt wczesnej kondensacji pary rtęci. Po napełnieniu odpowiednią ilością rtęci (czas destylacji około 4 h), komórki były zamykane poprzez stopienie szkła palnikiem wodorotlenowym nieco poniżej zaworu połączeniowego. Po zamknięciu sprawdzana była próżnia wewnątrz komórek, przez odwracanie komórki ostrożnie z pozycji pionowej do poziomej, kiedy to powinien być słyszalny charakterystyczny trzask (brak powietrza wewnątrz komórki powoduje znikomy opór i silne uderzenie rtęci w ścianki komórki), co oznacza, że próżnia jest wystarczająca. Po napełnieniu komórki (rys. 2) ważono, aby poznać dokładną ilości rtęci, mierzono również wysokość słupa rtęci, w celu obliczenia korekcji na ciśnienie hydrostatyczne, które w przypadku rtęci daje znaczącą poprawkę. Rtęć stosowana do napełniania komórek dostarczana była przez hiszpańską firmę. Była to rtęć o czystości 8N+ (99,999 999 %), potwierdzonej analizą chemiczną.

Domieszkowanie komórek

Pierwiastki użyte do zanieczyszczenia zostały wybrane na podstawie wcześniejszych badań, danych o rodzaju najczęściej występujących zanieczyszczeń w rtęci [3], rozpuszczalności danych pierwiastków



Rys. 3. Ampułki z zanieczyszczoną rtęcią

fot. arch. GUM

w rtęci [4] oraz informacji od dostawcy rtęci. W tym eksperymencie wybrano domieszkowanie manganem (Mn) oraz kadmem (Cd). Ilość domieszki została obliczona przy użyciu prawa Raoula, które jest przydatnym narzędziem do uzyskania teoretycznej różnicy temperatury punktu potrójnego rtęci, w zależności od ilości zanieczyszczeń [1]. Metoda domieszkowania opracowana przez CEM polegała na wykonaniu małych ilości zanieczyszczonej rtęci i dodanie obliczonej ilości do docelowych komórek. Przed domieszkowaniem małe ampułki (rys. 3) umieszczano w łaźni ultradźwiękowej w celu homogenizacji roztworu. Domieszkowanie było wykonywane w atmosferze argonu, w celu ochrony przed utlenianiem się pierwiastków.

Pomiary

Pomiary przeprowadzono za pomocą precyzyjnego mostka rezystancyjnego MI 6015, dwóch termometrów rezystancyjnych SPRT 25 Ω (Hart Scientific 1210 i Tinsley 5187SA) oraz rezystora wzorcowego (Tinsley 5685A). Komórką wzorcową w tym przypadku była komórka od komercyjnego dostawcy Isotech. Komórki umieszczane były w termostacie cieczowym, wypełnionym alkoholem etylowym. Pomiary wykonywane były przy dwóch prądach pomiarowych (1 mA i 1,414 mA), aby skompensować samonagrzewanie się czujników. Po każdym cyklu dziennym sprawdzano stabilność czujników poprzez pomiar w punkcie potrójnym wody (0,01 °C). Pierwszym krokiem w charakteryzacji komórek było zarejestrowanie przebiegów po wolnym i szybkim krzepnięciu. Wykonano to ze względu na fakt, że zanieczyszczenia są bardziej rozpuszczalne w fazie ciekłej, więc przy wolnym krzepnięciu zanieczyszczenia przemieszczają się w kierunku studni pomiarowej, natomiast przy szybkim zamrażaniu tworzy się bardziej jednoli-

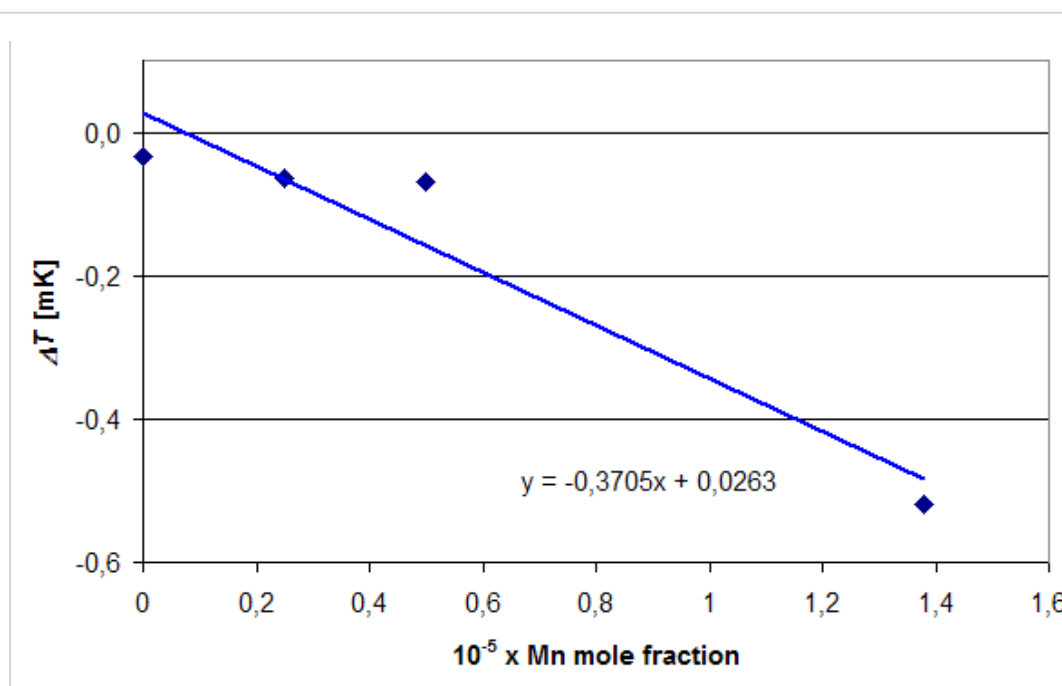
ty rozkład zanieczyszczeń w przestrzeni komórki [1]. Następnym krokiem było porównanie komórek z wzorcem. Komórki pozostawiane były na co najmniej 12 godzin w temperaturze około -45 °C, aby upewnić się, że rtęć jest całkowicie zamrożona. Po czym ustawiano temperaturę termostatu cieczowego powyżej punktu potrójnego, w celu rozpoczęcia topnienia rtęci. Po godzinie od stabilizacji temperatury rozpoczynano pomiary. Wykonano co najmniej po trzy przebiegi i porównania po każdym domieszkowaniu komórek. Niepewność standardowa przy porównaniu dwóch komórek wyniosła 48 μ K.

Wyniki

Tabela 1 Podsumowanie domieszkowania manganem (Mn) oraz kadmem (Cd).

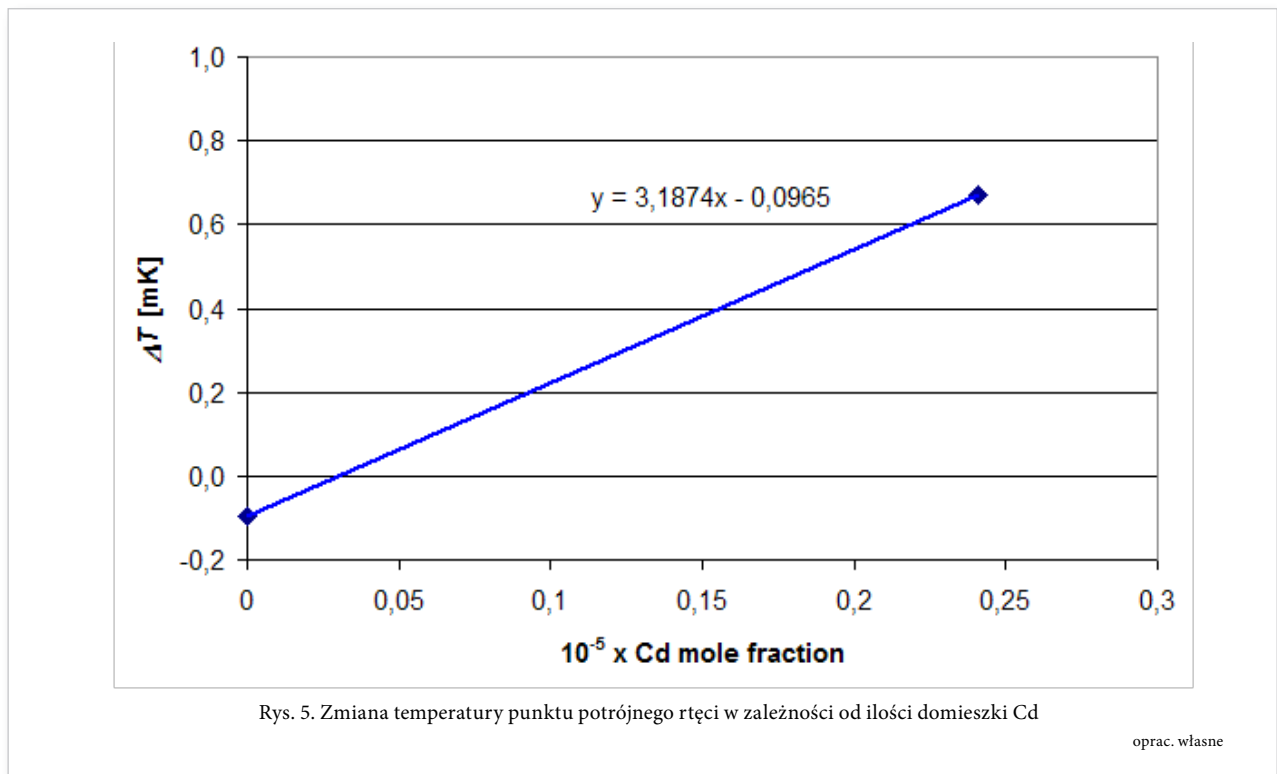
Rodzaj domieszki	Etap	Ułamek molowy (x_i)	$\Delta T_{\text{zmierzone}}$ [mK]	$\Delta T_{\text{wyliczone}}$ [mK]
Mn	0	0	-0,033	0
	1	$2,5 \cdot 10^{-6}$	-0,063	0,49
	2	$5,0 \cdot 10^{-6}^{(1)}$	-0,070	0,99
	3	$13,8 \cdot 10^{-6}^{(1)}$	-0,518	2,74
Cd	0	0	-0,096	0
	1	$2,41 \cdot 10^{-6}$	0,672	0,48

⁽¹⁾ Wartości z dwóch etapów zostały zsumowane.



Rys. 4. Zmiana temperatury punktu potrójnego rtęci w zależności od ilości domieszki Mn

oprac. własne



Rys. 5. Zmiana temperatury punktu potrójnego rtęci w zależności od ilości domieszki Cd

oprac. własne

Wnioski

Wyniki z domieszkowania manganem (Mn) nie były satysfakcjonujące. Wyraźnie można zauważyć (rys. 4), że dwa pierwsze etapy zanieczyszczania rtęci manganem nie dały prawie żadnej zmiany temperatury, dopiero ostatni etap przyniósł efekty. Jednakże zmiana dała tylko oczekiwany kierunek spowodowany reakcją eutektyczną Hg-Mn, natomiast wielkość zmiany znacząco odbiegała od wartości wyliczonej. W przypadku kadmu (Cd) kierunek i wartość zmiany zgodziły się z teorią, a także pokryły się z wynikami prac przeprowadzonymi w CEM w 2010 r. Niezadawalające wyniki z pomiarów Mn mogły wynikać m.in. z braku homogeniczności w ampulce Hg-Mn, z czym wiąże się ryzyko pracy na bardzo małych stężeniach zanieczyszczeń lub możliwym utlenieniem się Mn.

Literatura

- [1] Tabacaru C., Gómez E., del Campo D.: *Doping Experiments in Mercury Triple-Point Cells* Int J Thermophys (2011) 32:1563–1572.
- [2] Fellmuth B., Hill K. D., Bloembergen P., de Groot M., Hermier Y., Matveyev M., Pokhdum A., Ripple D., Steur P. P. M.: *Methodologies for the Estimation of Uncertainties and the Correction of Fixed-Point* 123 1572 Int J Thermophys (2011) 32:1563–1572 Temperatures Attributable to the Influence of Chemical Impurities, Working Document CCT/05-08 (BIPM, Sévres, France, 2005).
- [3] Ripple D., Pokhodun A., Steur P., Strouse G., Tamura O.: *Recommended List of Common Impurities for Metallic Fixed-point Materials of the ITS-90*.
- [4] Gumiński C.: *Contribution of Electrochemistry to the Knowledge on structure and Properties of Amalgams*.

Wizyta przedstawiciela kirgiskiej inspekcji metrologicznej

10 i 11 czerwca 2014 r. Główny Urząd Miar gościł w ramach wizyty studyjnej, koordynowanej przez Gabinet Prezesa, przedstawiciela Państwowej Inspekcji ds. Nadzoru Metrologicznego przy Ministerstwie Gospodarki Republiki Kirgizji. Rozpoczynając pierwszy dzień wizyty Naczelnik Wydziału Nadzoru Metrologicznego kirgiskiej inspekcji pan Kochkenbai Asanov odbył spotkanie z Prezes GUM panią Janiną Marią Popowską. W spotkaniu wzięła udział także Wiceprezes GUM ds. Metrologii Prawnej pani Dorota Habich. Następnie kirgiski gość uczestniczył w zajęciach z dziedziny prawnej kontroli metrologicznej, zorganizowanych przez specjalistów Biura Metrologii Prawnej. Wiodącym tematem szkolenia była generalna charakterystyka prawnej kontroli metrologicznej w Polsce, a w szczególności kontroli zbiorników pomiarowych do cieczy, oraz instalacji pomiarowych do cieczy innych niż woda.

W drugim dniu wizyty pracownicy GUM zaprezentowali system kontroli metrologicznej w zakresie

towarów paczkowanych. Wraz z przedstawicielami Biura Nadzoru GUM oraz Okręgowego Urzędu Miar w Warszawie kirgiski gość wziął udział w symulacji procedur kontrolnych, przeprowadzonej w jednej z warszawskich firm paczkujących. Dodatkowo, Zakład Fizykochemii GUM zaprezentował teoretyczne i praktyczne aspekty stosowania dowodowych analizatorów wydechu. Każdej z przedstawionych prezentacji towarzyszyła dyskusja i wymiana doświadczeń.

Zdaniem gościa z Kirgizji, wizyta była bardzo pożyteczna dla kirgiskiej inspekcji metrologicznej. Pan Asanov podkreślił, że wiele rozwiązań i regulacji stosowanych przez polską administrację miar kirgiska administracja powinna zastosować niezwłocznie. Gość wysoko ocenił prezentacje i wizytę w terenie, przeprowadzone przez pracowników GUM. Dziękując za polską gościnność, Kochkenbai Asanov wyraził także nadzieję na kontynuację współpracy.



Wizyta w siedzibie GUM

fot. arch. GUM



Wizyta u przedsiębiorcy

fol. arch. GUM

Визит представителя Государственной инспекции по метрологическому надзору

10–11 июня 2014 Главное Управление по мерам (ГУМ) приняло в рамках скоординированной Кабинетом Председателя метрологической переподготовки представителя Государственной инспекции по метрологическому надзору при Министерстве Экономики Кыргызской Республики. Господин Кочкенбай Асанов, Начальник управления метрологического надзора кыргызской инспекции встретился с Председателем Главного Управления по мерам, госпожой Марией Поповской и Заместителем Председателя ГУМ по законодательной метрологии, госпожой Данутой Хавих. Кыргызский гость принял также участие в занятиях по законодательной метрологии организованных специалистами Бюро законодательной метрологии. Ведущей темой переподготовки являлась общая характеристика законодательной метрологии в Польше и особенно проверка резервуаров для хранения жидкостей и мерительного оборудования для жидкостей кроме воды. Господин Асанов ознакомился также с системой метрологического надзора в области расфасованных товаров, а в физико-химическом заведении с теоретическими и практическими вопросами использования доказательных анализаторов выдоха.

Study visit of the representative of the State Inspection on Metrological Supervision

10–11 June 2014, the Central Office of Measures (GUM) hosted a coordinated by the Cabinet of the President study visit of the representative of the State Inspection on Metrological Supervision at the Ministry of Economy of the Kyrgyz Republic. The Head of the Metrological Supervision Department of the Kyrgyz Inspection Mr. Kochkenbai Asanov had a meeting with the President of GUM Ms Janina Popowska and Vice-president of GUM for Legal Metrology Ms Dorota Habich. The Kyrgyz guest also participated in a training on legal metrological control organized by specialists from the Legal Metrology Department of the GUM. The tutorial focused on the general introduction to the legal metrological control in Poland and the legal metrological control of measuring tanks for liquids and measuring systems for liquids other than water in particular. Mr. Asanov familiarized himself with the system of metrological control of pre-packages and in the Physical Chemistry Department of GUM with the theoretical and practical aspects of the application of evidential breath analysers.

Pionownik optyczny stosowany do wzorcowania zbiorników pomiarowych do cieczy

Tadeusz Lach, Andrzej Lewicki (Biuro Metrologii Prawnej, GUM)

W artykule przedstawiono sposób wzorcowania zbiorników pomiarowych do cieczy za pomocą metody optycznej linii odniesienia, dokonywanego podczas prawnej kontroli metrologicznej tych przyrządów pomiarowych. Metoda wykorzystuje pomiary obwodu zbiornika stanowiącego obwód odniesienia, za pomocą przymiaru wstęgowego oraz pomiary odchyłek ściany zbiornika, za pomocą optycznego przyrządu pomiarowego na zadanej liczbie pionowych optycznych linii odniesienia. Metoda ta jest stosowana przez Obwodowy Urząd Miar w Warszawie.

This article describes calibration of vertical cylindrical tanks using optical reference line method. The method uses measurement of one reference circumference by strapping line. Then other circumferences are determined at different levels from measurements of radial offsets from the reference one. The article also describes equipment used for those measurements. The optical reference line method is one of the method used by Local Verification Offices in Warsaw.

Wprowadzenie

Zbiorniki pomiarowe do cieczy posadowione na stałe, służące do pomiaru objętości cieczy, podlegają prawnej kontroli metrologicznej. Są to zbiorniki naziemne i podziemne, wyposażone w urządzenia do pomiaru wysokości napełnienia. Mogą być one wyposażone w dach stały, dach stały i wewnętrzny dach pływający oraz w dach pływający.

Prawna kontrola metrologiczna, obejmująca zatwierdzenie typu i legalizację pierwotną oraz legalizację ponowną, jest wykonywana w miejscu zainstalowania zbiorników. Zarówno podczas badań typu, legalizacji pierwotnej oraz legalizacji ponownej zbiorników pomiarowych do cieczy posadowionych na stałe, administracja miar przeprowadza wzorcowanie zbiornika. Wzorcowanie służy do wyznaczenia tablicy objętości zbiornika, w której podane są wartości objętości cieczy zawartej w zbiorniku, w zależności od wysokości jego napełnienia. Może być ono dokonywane metodą objętościową, metodami geometrycznymi oraz kombinacją metody objętościowej i jednej z metod geometrycznych.

Ogólnie, metody geometryczne, tj:

- metoda opasania z użyciem przymiaru wstęgowego,
- metoda optycznej linii odniesienia,
- metoda optyczno-triangulacyjna,
- metoda wewnętrznego elektrooptycznego pomia-

ru odległości albo metoda zewnętrznego elektrooptycznego pomiaru odległości

polegają na pomiarze wymiarów geometrycznych, niezbędnych do obliczenia powierzchni poziomego przekroju carg zbiornika, wysokości carg, wewnętrznych urządzeń zbiornika i pochylenia zbiornika. W przypadku zbiorników z dachem pływającym konieczne jest dokonanie częściowego zalewu zbiornika i odczytanie wskazania wysokości napełnienia oraz ewentualne wyznaczenie wyporności dachu pływającego.

W dalszej części zostanie omówiona metoda optycznej linii odniesienia do obliczenia powierzchni poziomego przekroju carg zbiornika.

Metoda optycznej linii odniesienia – ogólna charakterystyka. Przyrządy pomiarowe stosowane w tej metodzie

Metoda optycznej linii odniesienia należy do grupy metod geodezyjnych (geometrycznych). Została opisana w normie ISO 7507-2:2005 *Petroleum and liquid petroleum products – Calibration of vertical cylindrical tanks – Part 2: Optical-reference-line method*. Polska nazwa metody – metoda optycznej linii odniesienia. Norma ta była poprzedzona normą ISO 7507-2 z 1993 r., pierwsze wydanie.

Norma przewiduje wzorcowanie zbiorników w kształcie cylindra stojącego, których średnica jest

większa od 8 m. Jednakże zgodnie z przepisami rozporządzenia Ministra Gospodarki z dnia 22 stycznia 2008 r. w sprawie wymagań, którym powinny odpowiadać zbiorniki pomiarowe, oraz szczegółowego zakresu badań i sprawdzeń wykonywanych podczas prawnej kontroli metrologicznej tych przyrządów pomiarowych (Dz. U. z 2014 r., poz. 1094), zbiorniki posadowione na stałe w kształcie cylindra mogą być zamontowane w pozycji stojącej, przy której główna oś symetrii zbiornika jest prostopadła do powierzchni swobodnej cieczy zawartej w zbiorniku z odchyleniem od pionu nie większym niż 3 %. W takim przypadku norma ta uwzględnia poprawki przy odchyleniu dochodzącym do 3 %, opisane w normie ISO 7507-1.

Przyrządy pomiarowe stosowane przy tej metodzie

Wyposażenie pomiarowe, które może być stosowane przy wykorzystaniu metody optycznej linii odniesienia, to:

- optyczny przyrząd pomiarowy (pionownik optyczny),
- pion,
- poziomnica,
- teodolit,
- wózek z podzielnia,

Układ pomiarowy złożony z ww. przyrządów powinien zapewniać utrzymanie linii odniesienia w pionie. Do zapewnienia usytuowania linii odniesienia w pionie, optyczny przyrząd pomiarowy – pionownik optyczny może wykorzystywać urządzenia do wypoziomowania ręcznego albo urządzenia do wypoziomowania automatycznego. Ogniskowa zastosowanych przyrządów optycznych (pionowników) powinna umożliwiać ich zogniskowanie na „poziomie” dokonywanych pomiarów na wysokości roboczej.

Przyrządy optyczne (pionowniki optyczne) powinny mieć rozdzielczość wynoszącą co najmniej 1:20 000 i być wyposażone w teleskop o powiększeniu nie mniejszym niż 20x. Pryzmatyczna nasadka pentagonalna, stosowana do współpracy z poziomnicą lub teodolitem, nie może wprowadzać żadnych uchybów kolimacji.

Pionowniki optyczne mogą być wyposażone w pojedynczy układ optyczny, tj. w pion zenitalny lub w podwójny układ optyczny albo w pojedynczy



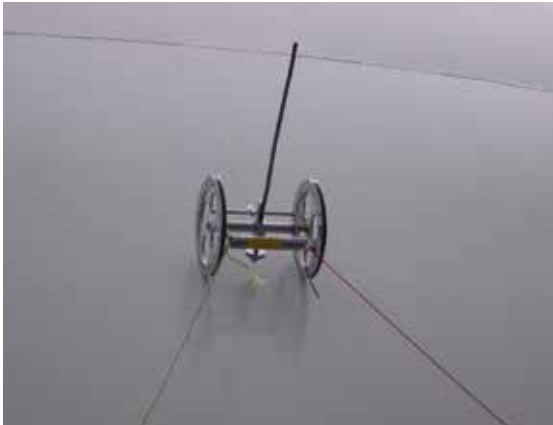
Zdjęcie pionownika optycznego będącego na wyposażeniu administracji miar. Na zdjęciu jest widoczny również wózek magnetyczny z podzielnia.

fol. arch. własne

superpozycyjny układ optyczny wyznaczający linie optyczne w górę i w dół, w odniesieniu do poziomu linii obserwacji. Dla stabilności linii odniesienia zaleca się, aby zastosowany pionownik nie miał żadnych ruchomych elementów w swym układzie optycznym, takich jak pryzmaty i lusterka.

Urządzenia pomocnicze

Wózek magnetyczny o solidnej konstrukcji mechanicznej powinien być wyposażony w magnesy, które zapewnią jego stały kontakt z płaszczem zbiornika, uchwyt do przymocowania linki oraz wyskalowaną w jednostkach długości *mm* podzielnia. Podzielnia ta powinna być tak zamontowana na wózku, aby gwarantowało to prostopadłe jej usytuowanie do płaszcza zbiornika. Jednocześnie podzielnia ta powinna znajdować się jak najbliżej układu jezdnego wózka, aby zapewnić jak najmniejsze błędy spowodowane odkształceniem płaszcza zbiornika. W przypadku doboru długości podzielni, należy mieć na względzie odległość ustawienia od ściany zbiornika optycznego przyrządu pomiarowego (pionownika).



Na zdjęciu wózek magnetyczny z podzielnia.
Podzielnia jest naniesiona na dolnej części przymiaru.
fot. arch. własne



Zdjęcie uchwyty. Uchwyt posiada możliwość regulacji
położenia górnego punktu odniesienia linii pionu.
W górnym prawym rogu uchwyty znajduje się bloczek do
nawinięcia linki (konstrukcja własna administracji miar).
fot. arch. własne



Zdjęcie uchwyty zamontowanego na koronie zbiornika
fot. arch. własne

Do zawieszenia wózka magnetycznego na ścianie zbiornika służy specjalny uchwyt, który jest mocowany na koronie zbiornika. Uchwyt w skrajnym położeniu posiada bloczek do nawinięcia linki utrzymującej wózek magnetyczny w pionie.

Do utrzymywania wózka magnetycznego w położeniu roboczym oraz do jego przemieszczania w górę i w dół służy wciągarka z urządzeniem zapadkowym do ustawienia wózka na danym poziomie.

Procedura wzorcowania

Metodę optycznej linii odniesienia oparto na dokładnym pomiarze obwodu stanowiącego obwód odniesienia, wykonanego za pomocą wyzorcowanego przymiaru wstęgowego na jednym danym poziomie. Pomiar stanowiący obwód odniesienia jest dokonywany na takim poziomie, aby był wiarygodny i dokonany bez jakichkolwiek przeszkód.

Obwody pochodne oblicza się z obwodu odniesienia i z pomiarów offsetu, wykonywanych na danych poziomach i na obwodzie odniesienia. Offsety te stanowią miarę odchyłki ściany zbiornika. Mierzy się je na zadanej liczbie pionowych optycznych linii odniesienia, równomiernie rozmieszczonych wokół zbiornika.

Przed dokonaniem pomiaru za pomocą metody optycznej linii odniesienia, zbiornik powinien być napełniony do pojemności nominalnej i tak pozostawiony na co najmniej 24 godziny przed przystąpieniem do wzorcowania. Za pomocą tej metody można wzorcować zbiorniki z dachem pływającym, przy



Zdjęcie wciągarki

fot. arch. własne

czym dach pływający powinien być usytuowany w najniższym jego położeniu, spoczywając na podporach.

Wyznaczenie obwodu odniesienia

Wyznaczenie obwodu odniesienia powinno zostać wykonane metodą odniesienia, opisaną w normie ISO 7507-1, z uwzględnieniem następujących czynników:

- 1) należy wykonać pomiar obwodu odniesienia przed rozpoczęciem pomiarów optycznych;
- 2) należy dokonać pomiaru obwodu odniesienia w miejscu leżącym w zasięgu ogniskowej przyrządu optycznego. Należy opasać przymiarem wstęgowym zbiornik na jednym z następujących poziomów:
 - a) 1/5 do 1/4 wysokości cargi zbiornika nad dolnym poziomym łączeniem blach zbiornika (poziomym spawem),
 - b) 1/5 do 1/4 wysokości cargi zbiornika pod górnym poziomym łączeniem blach zbiornika (poziomym spawem)

oraz powtórzyć pomiar. Pomiar obwodu powinien być wykonany z tolerancją wynoszącą do 25 m równą ± 2 mm, od 25 m do 50 m ± 3 mm, od 50 m do 100 m ± 5 mm, od 100 m do 200 m ± 6 mm oraz powyżej 200 m ± 8 mm.

Norma dopuszcza przypadek, w którym jeżeli wyznaczenie obwodu nie będzie możliwe do jego wykonania na zewnątrz zbiornika, można dokonać niezbędnych pomiarów od wewnątrz zbiornika metodą zapewniającą stopień dokładności nie gorszy niż w metodzie zewnętrznego pomiaru opasania zbiornika za pomocą przymiaru wstęgowego;

- 3) po zakończeniu pomiarów optycznych należy powtórzyć pomiar obwodu odniesienia. Pomiar obwodu odniesienia powinien być wykonany z przedstawioną powyżej tolerancją;
- 4) jeżeli nie uzyska się wymaganej zgodności, należy dalej wykonywać pomiary obwodu odniesienia, aż do momentu, kiedy uzyska się dwa kolejne odczyty zapewniające taką zgodność;
- 5) jako średnią odniesienia należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch pomiarów wykonanych w sposób prawidłowy.

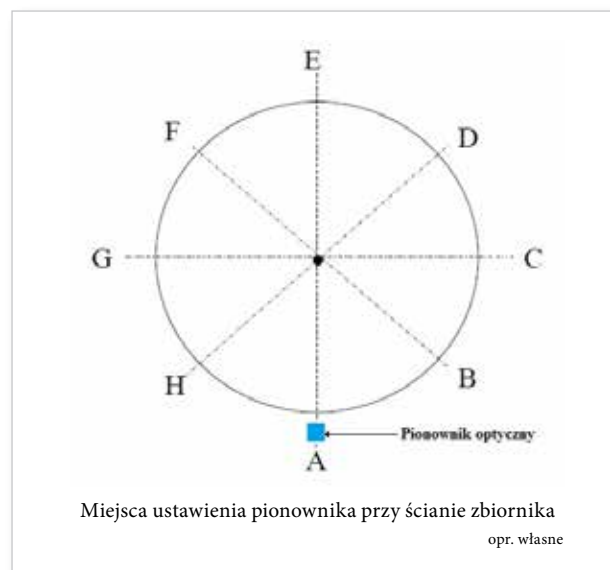
Pomiary offsetu

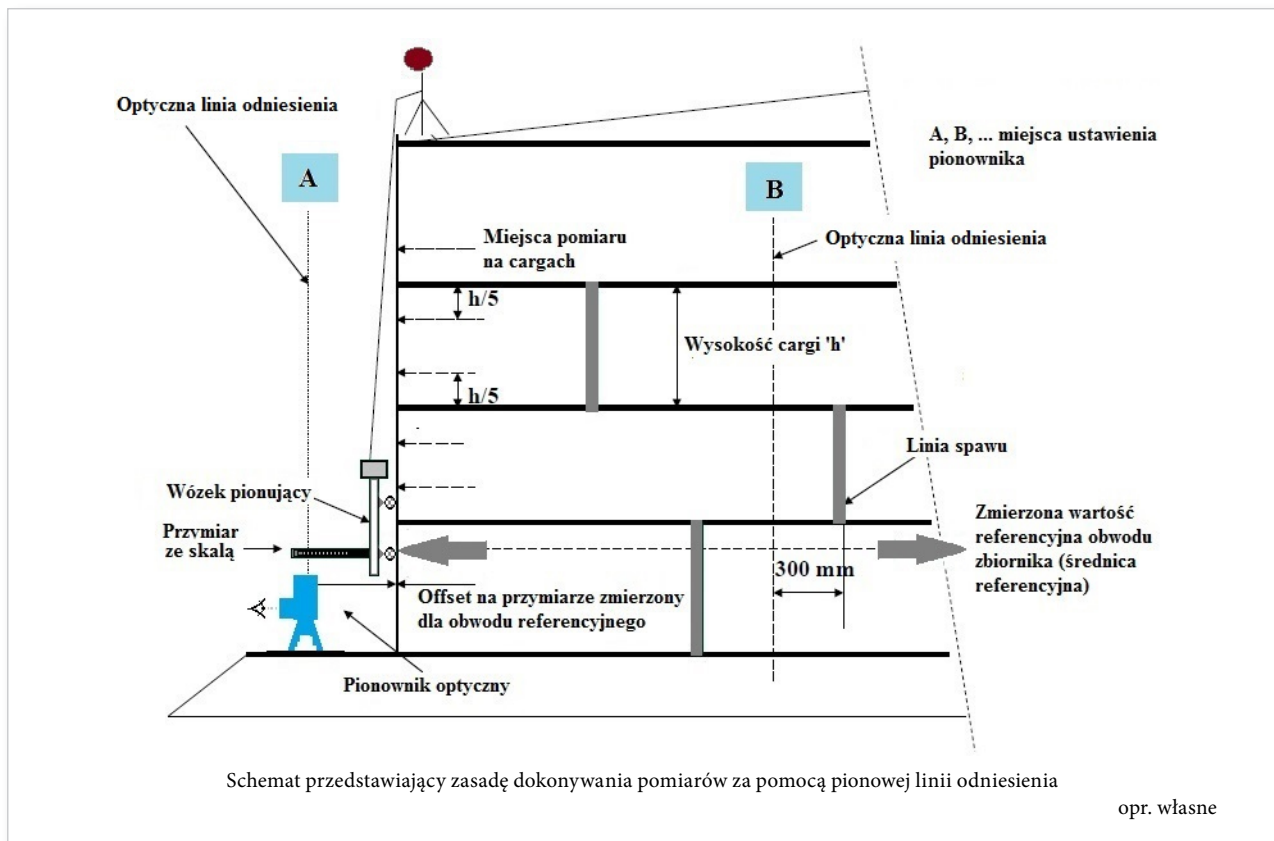
Należy przygotować stanowisko pomiarowe składające się z optycznego przyrządu pomiarowego, wózka magnetycznego z podzielną oraz wyposażenia pomocniczego na stanowiskach pomiarowych równo rozmieszczonych względem zbiornika, możliwie jak najbliżej, ale nie bliżej niż 100 mm od ściany zbiornika. Żadna z linii odniesienia nie może leżeć bliżej niż 300 mm od pionowego łączenia blach zbiornika (spawów pionowych zbiornika). Minimalna liczba stanowisk pomiarowych w zależności od obwodu zbiornika, jest przedstawiona w poniższej tabeli.

Obwód, w m	Minimalna liczba stanowisk
do 50	8
od 50 do 100	12
od 100 do 150	16
od 150 do 200	20
od 200 do 250	24
od 250 do 300	30
powyżej 300	36

Miejsca ustawienia stanowisk pomiarowych z pionownikiem optycznym przedstawiono na schemacie zamieszczonym poniżej. Na schemacie tym przedstawiono również kolejność dokonywania pomiarów na stanowiskach.

Przed rozpoczęciem pomiaru należy sprawdzić pion optycznej linii odniesienia, obracając przyrząd optyczny na pierwszym stanowisku pomiarowym o kąt wynoszący 180°. Różnica między dwoma po-





miarami dla pozycji przeciwnych nie powinna być większa niż 1 do 20 000. Należy jednocześnie sprawdzać pion optycznej linii odniesienia, poprzez wskazania urządzenia poziomującego. Dla każdego stanowiska pomiarowego należy wykonać co najmniej dwa pomiary offsetu dla każdej z cargi zbiornika – jeden na 1/5 do 1/4 wysokości cargi zbiornika nad dolnym poziomym łączeniem carg zbiornika, drugi na 1/5 do 1/4 wysokości cargi zbiornika pod górnym poziomym łączeniem carg zbiornika. Powyższa zasada dokonania pomiarów jest przedstawiona na powyższym schemacie.

Pomiar z podzielnicy należy odczytywać z dokładnością najbliższą wartości działki podzielnicy wyrażonej w milimetrach. Odczyt z podzielnicy powinien być powtarzalny z dokładnością 1 mm. Dla wszystkich stanowisk pomiarowych należy dokonać pomiarów offsetu, przemieszczając wózek magnetyczny z najniższego punktu pomiarowego do najwyższego. Po wykonaniu najwyższego punktu pomiarowego offsetu należy wózek magnetyczny opuścić do najniższego punktu pomiarowego i powtórzyć procedurę pomiaru. Początkowe i końcowe odczyty offsetu nie mogą się różnić od siebie o więcej niż 1 mm. Jeżeli nie uzyska się takiej różnicy, należy pomiary powtó-

żyć. Jako offset należy przyjąć średnią arytmetyczną tych dwóch pomiarów. Linie odniesienia nie powinny odchyłać się od pionu o więcej niż 1:20 000. Odstęp pomiędzy ścianą zbiornika a odczytem punktu referencyjnego podzielnicy wózka magnetycznego nie powinien być większy niż 1 mm. Należy go kontrolować podczas wzorcowania.

W zależności od konstrukcji zbiornika wynikającej ze sposobu łączenia blach zbiornika, norma przewiduje możliwość dokonywania pomiaru pionowej linii odniesienia na zewnątrz albo wewnątrz zbiornika.

Metoda obliczenia obwodu zbiornika do wyznaczenia tabeli objętości zbiornika

Korzystając z poniższych równań można obliczyć obwód zewnętrzny z odczytów offsetu i pomiaru obwodu odniesienia, korzystając z poniższego równania:

$$R + a = R' + m$$

$$R' = R + (a - m),$$

gdzie:

R – jest promieniem obwodu odniesienia, w metrach,

R' – jest promieniem obwodu zbiornika na danym poziomie pomiarowym, w metrach,
 a – jest offsetem odniesienia mierzonym od obwodu odniesienia do linii odniesienia, w metrach,
 m – jest offsetem mierzonym na tym samym poziomie pomiarowym co R' , w metrach.

Stąd obwód zbiornika C' obliczony na dowolnym poziomie pomiarowym dla pojedynczego stanowiska wynosi:

$$C' = 2\pi R' = 2\pi R + 2\pi(a - m) = C + 2\pi(a - m),$$

gdzie:

C – jest obwodem odniesienia, w metrach.

Obwód odniesienia C'' na dowolnym poziomie pomiarowym dla wszystkich stanowisk pomiarowych – dla pomiarów zewnętrznych oblicza się z wzoru:

$$C'' = C + ((2\pi\Sigma(a - m))/n)$$

– dla pomiarów wewnętrznych oblicza się z wzoru:

$$C'' = C + ((2\pi\Sigma(m - a))/n),$$

gdzie:

n – liczba stanowisk pomiarowych.

Z otrzymanych obwodów odniesienia oblicza się powierzchnie przekroju ciał zbiornika, a z tych powierzchni posiadając odpowiednie wysokości, sporządza się tabelę objętości zbiornika.

Podsumowanie

Administracja miar posiada stanowisko pomiarowe, które jest zaopatrzone w pionownik optyczny wraz z wyposażeniem. Stanowisko to jest na wyposażeniu Obwodowego Urzędu Miar w Warszawie. Wykorzystanie tego stanowiska w prawnej kontroli

metrologicznej zbiorników pomiarowych do cieczy posadowionych na stałe w kształcie cylindra stojącego, powoduje:

- znaczące skrócenie czasu wykonywania badań,
- zmniejszenie dodatkowych kosztów obciążających wnioskodawców, w szczególności związanych z koniecznością budowania rusztowań do wykonywania pomiarów zewnętrznych obwodów zbiornika za pomocą przymiaru wstęgowego,
- brak wpływu czynników powodujących wydłużenie przymiaru przy pomiarze zewnętrznego obwodu zbiornika, w szczególności spowodowanych nierównomiernym ułożeniem przymiaru wstęgowego na pionowej ścianie zbiornika, różnym naciągami przymiaru wstęgowego, zewnętrznymi elementami konstrukcji zbiornika,
- możliwość wzorcowania metodą geometryczną zbiorników izolowanych termicznie przy zastosowaniu metody pionowej linii odniesienia wewnątrz zbiornika. Dotychczas w większości przypadków zbiorniki izolowane wzorcowane były metodą objętościową. Jedną z wad metody objętościowej była konieczność utylizacji wody do niej wykorzystywanej, ze względu na możliwość jej zanieczyszczenia. Obecnie zbiorniki izolowane, jeśli pozwala na to ich konstrukcja i wyposażenie wewnętrzne, wzorcuje się między innymi metodą opisaną w niniejszym artykule, jak również opisywaną wcześniej metodą EODR (wewnętrznego elektrooptycznego pomiaru odległości).

Jednym z czynników ograniczających stosowanie metody opisaną w niniejszym artykule są warunki atmosferyczne, w szczególności silne porywy wiatru, uniemożliwiające utrzymanie wózka pionującego w stabilnej pozycji podczas dokonywania pomiarów offsetu.

Nadzór i kontrole probiercze – podstawowe pojęcia

Jacek Motyka (Naczelnik Wydziału Nadzoru OUP w Warszawie)

Celem artykułu jest uporządkowanie i zdefiniowanie podstawowych pojęć związanych z wykonywaniem przez organy administracji probierczej zadań w dziedzinie nadzoru, którego sprawowanie jest jednym z podstawowych obowiązków tych organów. Tematyka ta wydaje się interesująca z uwagi na powszechność użytkowania wyrobów z metali szlachetnych.

This article aims to systematize and define the basic concepts related to the supervisory tasks of the assay authorities, whose execution is one of the primary responsibilities of these bodies. This subject seems to be interesting because of the widespread use of the articles made of precious metals.

Nadzór probierczy, sprawowany w ramach uprawnień nadanych ustawą z dnia 1 kwietnia 2011 roku Prawo probiercze (Dz. U. Nr 92, poz. 529), polega przede wszystkim na analizie działalności gospodarczej przedsiębiorcy w zakresie obrotu wyrobami z metali szlachetnych oraz ocenie jej legalności. Nadrzędnym celem funkcji nadzorczej jest wyeliminowanie ze sprzedaży wyrobów nieodpowiadających próbom ustalonym w przywołanej wyżej ustawie oraz zagwarantowanie klientom salonów i sklepów jubilerskich, że oferowany do sprzedaży towar spełnia wymagania prawne. Nadzór to także możliwość władczej ingerencji w przypadku stwierdzenia nieprawidłowości i prawo żądania przywrócenia stanu zgodnego z obowiązującymi przepisami.

W ustawie Prawo probiercze zdefiniowane są pojęcia „wprowadzenie do obrotu” oraz „obrót”. Ich jednoznaczna interpretacja jest bardzo ważna, bowiem inne obowiązki nałożono na podmioty wprowadzające do obrotu wyroby z metali szlachetnych, a inne na podmioty dokonujące obrotu tymi wyrobami.

Wprowadzenie do obrotu polega na udostępnieniu, nieodpłatnie lub za opłatą, po raz pierwszy, wyrobu z metalu szlachetnego w celu jego używania lub sprzedaży.

Obrót jest to każdorazowe udostępnienie już wprowadzonego do obrotu wyrobu z metalu szlachetnego w celu jego używania lub sprzedaży.

Nadzór nad wykonywaniem przepisów ustawy Prawo probiercze sprawowany jest przede wszystkim przez **kontrolę działalności gospodarczej przedsiębiorcy**, która polega na porównaniu stanu faktycznego ze stanem wymaganym przez przepisy prawa.

Kontrole probiercze przeprowadzane w miejscach przetwórstwa, naprawy oraz obrotu wyrobami z metali szlachetnych stanowią ważny element ochrony praw konsumentów.

Zasady przeprowadzania kontroli określone są w ustawie Prawo probiercze oraz w ustawie z dnia 2 lipca 2004 roku o swobodzie działalności gospodarczej (Dz. U. z 2013 r., poz. 672, z późn. zm.). Zgodnie z tymi przepisami organ administracji probierczej ma obowiązek zawiadomić pisemnie przedsiębiorcę o zamiarze przeprowadzenia kontroli, wyznaczyć skład zespołu kontrolującego i upoważnić go do przeprowadzenia kontroli.

Zawiadomienie o zamiarze przeprowadzenia kontroli jest to dokument przesyłany do przedsiębiorcy, zawierający:

- oznaczenie organu,
- datę i miejsce wystawienia,
- oznaczenie przedsiębiorcy,
- wskazanie zakresu przedmiotowego kontroli,
- podpis osoby upoważnionej do zawiadomienia.

Ważnym elementem dla stron są **terminy postępowania kontrolnego**, ponieważ uwzględniają one prawo kontrolowanego do informacji, a organom kontrolującym zapewniają czas na powołanie zespołu kontrolującego i jego przygotowanie merytoryczne. Zaplanowaną kontrolę rozpoczyna się nie wcześniej niż po upływie 7 dni i nie później niż przed upływem 30 dni od momentu doręczenia zawiadomienia o zamiarze wszczęcia kontroli. Jeżeli kontrola nie zostanie rozpoczęta we wskazanym terminie, jej przeprowadzenie wymaga dostarczenia ponownego za-

wiadomienia. Jednak na wniosek przedsiębiorcy kontrolę można przeprowadzić przed upływem 7 dni od dnia doręczenia zawiadomienia.

Organ administracji probierczej powołuje i wyznacza skład **zespołu kontrolującego**, wskazując jednocześnie jego przewodniczącego, który kieruje pracami zespołu. Zespół powinien składać się z co najmniej dwóch pracowników administracji probierczej.

Upoważnienia do przeprowadzania kontroli są to wydawane, wraz z legitymacjami służbowymi, przez organ administracji probierczej, imienne upoważnienia okazywane kontrolowanemu przedsiębiorcy przez kontrolujących. Ma to miejsce przed przystąpieniem do czynności kontrolnych. Upoważnienie zawiera co najmniej:

- wskazanie podstawy prawnej,
- oznaczenie organu kontroli,
- datę i miejsce wystawienia,
- imię i nazwisko pracownika organu kontroli uprawnionego do wykonania kontroli oraz numer jego legitymacji służbowej,
- oznaczenie przedsiębiorcy objętego kontrolą,
- określenie zakresu przedmiotowego kontroli,
- wskazanie daty rozpoczęcia i przewidywanego terminu zakończenia kontroli,
- podpis osoby udzielającej upoważnienia z podaniem zajmowanego stanowiska lub funkcji,
- pouczenie o prawach i obowiązkach kontrolowanego przedsiębiorcy.

W miejscu kontroli powinna znajdować się przynajmniej jedna osoba spośród personelu, posiadająca **pisemne upoważnienie od kontrolowanego** przedsiębiorcy do uczestnictwa w kontroli.

Uprawnienia zespołu kontrolującego określone w ustawie Prawo probiercze obejmują:

- wstęp do obiektów i pomieszczeń na terenie kontrolowanego przedsiębiorcy oraz poruszanie się w nich bez obowiązku uzyskiwania przepustki,
- zbieranie w trakcie kontroli informacji i wyjaśnień oraz gromadzenie dowodów i dokonywanie na tej podstawie ustaleń,
- dokonywanie oględzin wyrobów z metali szlachetnych wprowadzonych do obrotu,
- badanie dokumentów,
- nakładanie grzywien w drodze mandatu karnego albo kierowanie wniosków o ukaranie do właściwego organu orzekającego w sprawach o wykroczenia.

Zakres kontroli probierczej obejmuje następujące czynności:

- sprawdzenie, czy wprowadzone do obrotu wyroby z metali szlachetnych są oznaczone cechami probierczymi, upoważniającymi do obrotu na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej oraz czy oznaczenia są autentyczne,
- sprawdzenie, czy kontrolowany posiada świadectwa badania dla wyrobów, które nie mogły być oznaczone cechami probierczymi,
- sprawdzenie, czy wyroby z metali szlachetnych wyłączone z obowiązku zgłaszania do badania i oznaczania cechą probierczą spełniają kryteria wyłączenia z tego obowiązku,
- sprawdzenie, czy kontrolowany umieścił w miejscu widocznym dla klienta graficzne wizerunki cech probierczych,
- sprawdzenie, czy cechy probiercze umieszczone na wyrobach nie zostały podrobione,
- sprawdzenie, czy znaki imienne oraz inne oznaczenia są czytelne i możliwe do identyfikacji,
- sprawdzenie, czy nowo wytworzone wyroby z metali szlachetnych są oznaczone znakami imiennymi wytwórców oraz czy znaki te zostały zgłoszone do rejestru we właściwych terytorialnie okręgowych urzędach probierczych.

Kolejną formą ustawowego nadzoru organów administracji probierczej nad prawidłowym wykonywaniem przepisów ustawy przez przedsiębiorców działających w branży jubilerskiej jest, stosowane podczas kontroli probierczych, wycofywanie z obrotu oraz zabezpieczanie wyrobów z metali szlachetnych.

Wycofanie z obrotu w drodze decyzji administracyjnej, czyli wyłączenie z użycia, jest stosowane wówczas, jeżeli zespół kontrolujący odkryje, że wyroby z metali szlachetnych oferowane do sprzedaży są nieoznaczone cechami probierczymi albo nie posiadają świadectwa badania.

Zabezpieczenie w formie postanowienia administracyjnego wyrobów z metali szlachetnych stosuje się w przypadkach, gdy autentyczność cech probierczych albo świadectw badania budzi podejrzenia, że mogą być sfałszowane. Celem zabezpieczenia jest utrzymanie dowodów w ich dotychczasowym stanie, bez możliwości dokonania jakichkolwiek zmian przez strony. Wycofane z obrotu albo zabezpieczone w formie postanowienia dowody naruszenia przepisów ustawy, zespół kontrolujący umieszcza w opieczęto-

wanym pakiecie, który oddaje kontrolowanemu przedsiębiorcy z poleceniem niezwłocznego dostarczenia do właściwego okręgowego urzędu probierczego w celu przeprowadzenia badań i dalszych czynności sprawdzających.

Odrębne zasady zabezpieczania obowiązują w przypadku wyrobów z metali szlachetnych zwolnionych z obowiązku badania i oznaczania cechami probierczymi z powodu małej masy. Wyroby zabezpiecza się również w formie postanowienia i umieszcza w pakiecie, ale zespół kontrolujący pobiera je za pokwitowaniem i dostarcza do urzędu w celu przeprowadzenia ekspertyzy określającej próbę.

Zabezpieczeń dokonuje się na czas niezbędny do przeprowadzenia czynności mających na celu wyjaśnienie okoliczności sprawy, nie dłużej niż na okres 30 dni, licząc od dnia dostarczenia pakietu do wskazanego urzędu albo pobrania go za pokwitowaniem przez kontrolujących.

Podczas kontroli probierczych sporządzany jest **protokół kontroli**, opisujący jej przebieg i wyniki. Protokół spisywany jest na odpowiednim formularzu, zawierający następujące informacje:

- datę rozpoczęcia i zakończenia czynności kontrolnych,
- oznaczenie organu kontrolującego,
- imiona i nazwiska członków zespołu kontrolującego,
- wskazanie numeru upoważnienia do przeprowadzenia kontroli,
- nazwę i adres kontrolowanego przedsiębiorcy,
- określenie zakresu kontroli,
- wskazanie ustaleń kontroli,
- pouczenie o prawie, sposobie i terminie zgłoszenia zastrzeżeń, co do ustaleń zawartych w protokole kontroli,
- pouczenie o prawie do odmowy podpisania protokołu,
- podpisy członków zespołu kontrolującego.

Protokół sporządza się w dwóch jednobrzmiących egzemplarzach, z których jeden otrzymuje kontrolowany przedsiębiorca albo osoba przez niego upoważniona, a drugi jest zabierany przez kontrolujących. Protokół jest podpisywany przez strony uczestniczące w czynnościach. Przedsiębiorca może odmówić podpisania protokołu, co jednak nie wstrzymuje realizacji ustaleń kontroli. W razie odmowy podpisania protokołu kontroli, przewodniczący zespołu sporządza adnotację w tej sprawie.

Książka kontroli służy do dokumentowania liczby i czasu trwania wszystkich kontroli, przeprowadzanych przez organy administracji państwowej. Może ona mieć formę zbioru dokumentów albo być prowadzona w formie elektronicznej; wówczas istnieje domniemanie, że dane w niej zawarte znajdują potwierdzenie w dokumentach przechowywanych przez przedsiębiorcę. Przedsiębiorca jest zobowiązany do prowadzenia takiej książki i przechowywania jej w swojej siedzibie. Fakt przeprowadzenia kontroli probierczej jest potwierdzany wpisem zespołu kontrolującego.

Zalecenia pokontrolne stanowią dokument sporządzany przez przewodniczącego zespołu kontrolującego. Znajduje się tam opis stwierdzonych nieprawidłowości oraz pouczenie, w jaki sposób należy przywrócić stan zgodny z prawem. Sposób wykonania zaleceń jest monitorowany przez organ administracji probierczej. Niewykonanie lub niewłaściwe wykonanie zaleceń skutkuje wezwaniem przedsiębiorcy do ich wypełnienia.

Niniejszy artykuł nie kończy cyklu publikacji dotyczących terminologii z zakresu probiernictwa, planowane jest bowiem opracowanie materiału poświęconego terminom angielskojęzycznym, powszechnie stosowanym w kontaktach z europejskimi urzędami probierczymi oraz z branżą jubilerską działającą na obszarze wspólnego rynku.

Badanie wyrobów ze stopów metali szlachetnych z zastosowaniem obligatoryjnych w probiernictwie analitycznych metod badania

Aleksandra Górkiewicz-Malina (Dyrektor OUP w Krakowie)

Artykuł jest kontynuacją publikacji, która ukazała się w Biuletynie GUM (nr 3/2013). Szczegółowo została tam omówiona metoda przybliżona badania stopów metali szlachetnych. Poniższy artykuł zawiera opis analitycznych metod badania stopów metali szlachetnych, obligatoryjnych do stosowania w polskich urzędach probierczych.

This article is a continuation of a publication which was published in the Bulletin of GUM (No 3/2013), where the approximate testing method of precious metal alloys was discussed in details. This article includes a description of the analytical testing methods of precious metal alloys, obligatory used at the Polish assay offices.

Wprowadzane w złotnictwie zmiany w kolorystyce stopów, wzornictwie, technologiach ich otrzymywania oraz technikach wytwarzania wyrobów sprawiły, że do stopów metali szlachetnych zaczęto dodawać, oprócz miedzi, inne niż dotychczas dodatki stopowe. Zaczęto też korzystać z gotowych ligur, co sprawiło, że wyniki badania z zastosowaniem metody przybliżonej na kamieniu probierczym, zaczęły być obarczone zbyt dużym błędem.

Z tych przyczyn, już od 1993 r. obligatoryjnymi metodami przy badaniu wyrobów z metali szlachetnych stały się w polskich urzędach probierczych metody analityczne. Jak już zasygnalizowano w poprzednim artykule, metody określania zawartości metali szlachetnych w stopach jubilerskich wyszczególnione zostały w przepisach obowiązującego prawa, tzn. w ustawie Prawo probiercze z dnia 1 kwietnia 2011 r. (Dz. U. Nr 92, poz. 529) oraz w rozporządzeniu Ministra Gospodarki z dnia 31 maja 2012 r. w sprawie wyrobów z metali szlachetnych (Dz. U. poz. 681).

Zgodnie z tymi przepisami do badania wyrobów stosuje się:

a) metodę kupelacji – dla stopów złota,

b) metodę potencjometryczną – dla stopów srebra,
c) metodę wagową – dla stopów platyny i palladu,
d) metodę atomowej spektrometrii emisyjnej z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (ICP – AES) – dla stopów złota, srebra, platyny i palladu.

W każdym przypadku, przed przystąpieniem do wykonywania analiz dla stopów metali szlachetnych musi zostać przeprowadzone badanie wstępne każdej zgłoszonej partii wyrobów, pozwalające na wybór próbki lub próbek reprezentatywnych. Przy wyborze próbek do analizy stosuje się metodę przybliżoną na kamieniu probierczym oraz metody pomocnicze, takie jak: metodę fluorescencji rentgenow-



Fot. 1. Przykłady wypełnienia sztabki złotej wolframem

fol. arch. własne

skiej (ilościowo-jakościową) oraz, w szczególnych przypadkach, pomiar gęstości stopu.

Wstępne zastosowanie ww. metod pomocniczych stanowi źródło cennych informacji dla pracowników laboratoriów chemicznych w zakresie: jednorodności i składu stopu, orientacyjnej próby. Pozwala też na stwierdzenie, czy wyrób lub zlewki, z którego próbki są pobierane, nie zawiera metali nieszlachetnych. Zdarzają się bowiem przypadki oszustw, np.: wypełnienia sztabek miedzią, ołowiem, węglikiem wolframu itp., co ilustruje zdjęcie nr 1.

Należy podkreślić, że stosowane metody analityczne są metodami niszczącymi, co sprawia, że pobranie próbki z gotowego wyrobu powoduje jego trwałe uszkodzenie. Aby ograniczyć do minimum zniszczenia wyrobów dopuszcza się, aby wytwórcy do zgłaszanej partii wyrobów dołączali próbki stopów, które zostały zastosowane w wyrobach. Po stwierdzeniu, w drodze badania metodą przybliżoną oraz przy użyciu spektrometru fluorescencji rentgenowskiej, zgodności składu i jednorodności stopu tych próbek ze stopem zastosowanym w gotowych wyrobach, analizy wykonuje się z tych dostarczonych próbek (fot. 2).

Metoda kupelacji dla stopów złota

Dla stopów złota stosuje się metodę analizy kupelacyjnej (metoda termiczna – niszcząca) zgodnie z obowiązującą normą PN-EN ISO 11426. Jest to aktualnie najdokładniejsza metoda oznaczania złota w badanej próbce.

Proces polega na usunięciu metali nieszlachetnych z próbki stopu poprzez stopienie jej w atmosferze utleniającej z odpowiednimi dodatkami srebra oraz ołowiu, na kupelce magnezytowej, w muflowym piecu zwanym kupelacyjnym, z temperaturą około 1200 °C. Bardzo istotna jest jakość wymurówki pieca, gdyż zastosowana ceramika winna być odporna na szoki termiczne. Skupelowane ziarno jest bowiem wyjmowane z otwartej komory pieca przy maksymal-

nej temperaturze, około 1100 °C. Istotne jest również zapewnienie profesjonalnej instalacji odciągowej, dla powstałych w trakcie procesu kupelacji szkodliwych dla zdrowia tlenków ołowiu. Kupelki, są to grubościennne tygielki, które są wykonane z reguły z mieszanki magnezytowej. Metale nieszlachetne, stanowiące dodatki stopowe w badanym stopie złota (Cu,



Fot. 2. Stanowisko do badania składu stopów metodą fluorescencji rentgenowskiej
fot. arch. własne

Fe, Zn, Sn) są stapiane w panującej w piecu atmosferze utleniającej i łatwo przechodzą w tlenki, które wraz z powstałym tlenkiem ołowiu wsiąkają w porowatą kupelkę, na której wierzchu pozostaje metal szlachetny. Zastosowana do procesu kupelacji ilość ołowiu musi być zgodna z zawartością metalu szlachetnego w badanym stopie. W przeciwnym wypadku następują straty metalu szlachetnego, które są spowodowane parowaniem metalu oraz procesem rozpuszczania się go w powstałym tlenku ołowiu (PbO), a w konsekwencji wsiąkaniem w porowatą kupelkę. Zarówno nadmiar jak i niedomiar ołowiu, mają istotny wpływ na prawidłowość uzyskanego wyniku. Ziarno, które po kupelacji pozostaje na kupelce, składa się tylko z metali szlachetnych. Jest to stop złoto-srebrny, który na drodze mokrej zostaje rozdzielony na złoto i srebro.

Gwarancją uzyskania prawidłowego wyniku jest inkwartacja stopu przed procesem kupelacji, która gwarantuje, że stosunek złota do srebra w ziarnie po



Fot. 3. Piec kupelacyjny

fot. arch. własne



Fot. 4. Wnętrze pieca kupelacyjnego z kulkami

fot. arch. własne

procesie kupelacji był 1:2,5, nie przekraczając stosunku 1:2,7, czyli udział złota w stopie złoto-srebrnym stanowić musi czwartą część stopu. W przypadku, gdy jest zachowany taki stosunek, mamy gwarancję, że cała masa srebra w stopie złoto-srebrnym, pod działaniem kwasów azotowego lub siarkowego, zostaje rozpuszczona, a w efekcie pozostaje czyste złoto, które po zważeniu daje informację o próbie badanego stopu (fot. 3 i fot. 4).

Dla przeprowadzenia jednej analizy korzysta się z próbek o masie po 250 mg, umieszczonych w dwóch kulkach. Gdy po przeprowadzeniu kupelacji wyniki dla obydwu próbek są identyczne, w oparciu o nie można podjąć decyzję o próbie. Gdy wyniki różnią się, należy powtórzyć analizę. Jeżeli kolejny wynik potwierdzi różnicę w wynikach po kupelacji, mamy informację, że stop jest niejednorodny. W kontrowersyjnych przypadkach, gdy należy wykonać analizę sprawdzającą, wykonuje się ją równoległe z próbką o znanym składzie. Jest to tzw. kontrpróba (świadek). Uzyskane wyniki pozwalają na podjęcie prawidłowych decyzji o próbie.

Należy podkreślić, że w zależności od koloru złota, jak też od próby badanego stopu, niektóre procedury procesu kupelacji muszą być nieznacznie zmienne.

I tak:

- typowe procedury obowiązują dla stopów żółtego złota (Au + Cu + Ag) oraz dla stopów złota zawierających powyżej 40 % srebra, gdyż wymagają jedynie zwiększenia zawartości srebra do inkwartacji;
- dla stopów białego złota niklowego w próbie 0,585 do 0,833 Au, należy zastosować kupelację ze zwiększonym o 50 % dodatkiem ołowiu lub tzw. od-

zużłanie, gdyż nikiel jako pierwiastek trudno utleniający się, wchodzi w skład stopów;

- w przypadku białego złota palladowego należy kupelację przeprowadzać dwukrotnie, gdyż po pierwszej kupelacji ślady palladu mogą pozostać w zwitkach i mieć wpływ na prawidłowość uzyskanych wyników.

Podsumowując:

aby uniknąć ewentualnych błędów przy wykonywaniu analiz kupelacyjnych niezbędne jest:

- stosowanie wszelkich materiałów i odczynników chemicznych o wymaganej wysokiej czystości;
- prawidłowe naliczenie masy srebra do inkwartacji;
- zapewnienie dokładności ważenia;
- utrzymanie wymaganych reżimów temperaturowych i czasowych;
- dokładne przemywanie i wyżarzanie zwitków;
- eliminacja domieszek platynowców.

Po przeprowadzeniu całego procesu kupelacji, zgłaszający otrzymuje zwrot pobranego materiału w postaci zwitków próby 0,999 Au, a masa, która jest mu zwracana, pomniejszona jest o występujące w badanej próbce dodatki stopowe, które uległy odparowaniu i jak w przypadku srebra rozpuszczeniu.

Metoda potencjometryczna dla stopów srebra

Dla srebra stosuje się metodę potencjometryczną (objętościową) z użyciem bromku potasu, zgodnie z obowiązującą normą PN-EN 31427 + AC (odpowiednik ISO 11427). Jest to również metoda niszcząca, wymagająca rozpuszczenia próbek stopu w celu zmierzenia różnicy potencjału między roztworem zawierającym jony srebra a elektrodą wzorcową.



Fot. 5. Stanowisko do badania stopów srebra metodą potencjometryczną

fot. arch. własne

Znając masę rozpuszczonych próbek, możliwe jest obliczenie procentowej zawartości srebra z ustalonego w trakcie badań stężenia jonów aktywnych w roztworze. Urządzenie do potencjometrycznego oznaczania srebra wykonuje tę czynność automatycznie, po uprzednim wprowadzeniu danych liczbowych, dotyczących masy poszczególnych próbek przeznaczonych do analizy. Aby przyspieszyć proces rozpuszczania badanych próbek, należy zapewnić jak największą powierzchnię kontaktu metalu z rozpuszczalnikiem, przy jego możliwie najmniejszej grubości (fot. 5).

Naważone próbki stopu srebra umieszcza się w zlewkach i zalewa stężonym kwasem azotowym. Są one podgrzewane na łaźni piaskowej, celem ich rozpuszczenia, oczywiście pod wyciągiem, z uwagi na szkodliwość wydzielających się w trakcie rozpuszczania tlenków azotu. Po całkowitym rozpuszczeniu, dopełnia się je wodą destylowaną, a następnie w każdej z nich umieszcza się mieszadło magnetyczne. Zlewki umieszcza się w automatycznym podajniku. Potencjometr wyposażony jest w kombinowaną srebrną elektrodę do miareczkowania strąceniowego, które przeprowadza się przy użyciu bromku potasu KBr. Po każdym procesie miareczkowania elektroda jest dokładnie automatycznie płukana. W wyniku miareczkowania całe srebro zawarte w roztworze wydzielą się do osadu, a proces ten wspomagany jest dodatkowo pracą mieszadła magnetycznego. Po prze-

prowadzonej analizie, w zlewkach pozostaje rozcieńczona sól kwasu azotowego i dodatków stopowych, natomiast srebro wydzieli się w postaci gąbczastego osadu.

Dla zapewnienia prawidłowego przebiegu analizy i uzyskania poprawnych wyników należy:

- przed każdym wykonaniem analizy oznaczyć miarę roztworu bromku potasu;
- w stopach, w których występuje dodatek palladu, należy go usunąć przez dodanie wodnego roztworu dwumetyloglioksymianu dwusodu (dodatki stopowe, takie jak: miedź, cynk, kadm i pallad nie przeszkadzają przy tej metodzie oznaczenia);
- stosować odczynniki o uznanym analitycznie stopniu czystości oraz wyłącznie wodę destylowaną.

Możliwość wykonywania równocześnie 15 analiz w tych samych warunkach gwarantuje prawidłowość i porównywalność uzyskiwanych wyników, a także w znaczący sposób przyspiesza realizację zleceń.

Metoda wagowa dla stopów platyny i palladu

1. Dla platyny stosuje się metodę wagową po strąceniu sześciochloroplatinianem dwuamoniaku, zgodnie z obowiązującą normą PN-EN ISO 11210. Metoda polega na rozpuszczeniu badanej próbki w wodzie królewskiej, która stanowi mieszaninę kwa-

su chlorowodorowego i kwasu azotowego w stosunku 3:1. Gdy nastąpi zmiana odczynu na lekko kwaśny, następuje strącenie platyny w postaci sześciochloroplatinianu dwuamoniu. Powstały osad przeprowadza się w metaliczną platynę. Po ponownym rozpuszczeniu gąbki platynowej sprawdza się roztwór na obecność współstrąconych składników stopowych, których analizę ilościowo-jakościową określa się metodą absorpcji atomowej lub spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w płazmie indukcyjnej i wprowadza odpowiednią poprawkę. Stosuje się różne procedury, w zależności od tego, czy stopy platyny zawierają poniżej 5 % irydu, rodu, rutenu lub wolframu bądź gdy zawierają powyżej 5 % irydu, rodu lub rutenu albo więcej niż 0,5 % złota. Niemniej jednak, w każdym z wymienionych powyżej przypadków, konieczne jest określenie współstrąconych wraz z platyną pierwiastków, z wykorzystaniem spektrometru absorpcji atomowej lub spektrometru emisyjnego ICP.

2. Dla palladu stosuje się metodę wagową z dwumetylogliksydem, zgodnie z obowiązującą normą PN-EN ISO 11490.

Metoda polega na rozpuszczeniu badanej próbki w wodzie królewskiej. Pallad zostaje strącony dwumetylogliksydem. Jeśli w stopie występuje srebro, jest ono oddzielone w postaci chlorku srebra. Związek palladu z dwumetylogliksydem ulega przemianie w metaliczny pallad w wyniku spalania, a otrzymany metal jest oznaczany wagowo. Jeżeli zachodzi przypuszczenie, że badana próbka palladu jest zanieczyszczona, to należy ją rozpuścić w wodzie królewskiej, a pierwiastki stanowiące zanieczyszczenia, oznaczyć metodą spektrometryczną i ich masę odjąć od masy końcowej palladu.

Metoda atomowej spektrometrii emisyjnej z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (ICP – AES) dla stopów złota, srebra, platyny i palladu

ICP – AES, atomowa spektrometria emisyjna z wzbudzeniem plazmowym polega na badaniu widm atomowych. Atomy wykazują zdolność do emisji promieniowania, które jest charakterystyczne dla poszczególnych pierwiastków. Dla wywołania emisji atomowej konieczne jest dostarczenie energii, która spowoduje odparowanie próbki, dysocjacji zawartych w niej cząsteczek i wzbudzenia powstałych atomów na wyższe poziomy stanów energetycznych. W tej me-

todzie wykorzystywana jest plazma generowana indukcyjnie, za pomocą zmiennego pola elektromagnetycznego. Przy użyciu tej techniki można oznaczyć większość pierwiastków z układu okresowego. Metoda ta charakteryzuje się dużą dokładnością i odtwarzalnością oraz możliwością jednoczesnego oznaczania podczas jednego wzbudzenia prawie wszystkich pierwiastków.

Aktualnie z polskich urzędów probierczych jedynie OUP w Warszawie posiada spektrometr ICP. Szczegółowe omówienie tej metody badawczej będzie tematem innego artykułu.

Podsumowanie

Należy podkreślić, że w prezentowanych analitycznych metodach badania stopów metali szlachetnych w polskich urzędach probierczych, znaczące ilości analiz to analizy złota i srebra. Dlatego też przy omówieniu analitycznych metod badania stopów metali szlachetnych skoncentrowano się przede wszystkim na metodzie analizy kupelacyjnej i potencjometrycznej.

Literatura

- [1] Franciszek Zastawniak, *Złotnictwo i probiernictwo*, Kraków 1995 r.
- [2] Polska Norma PN-EN ISO 11426.
- [3] Polska Norma PN-EN 31427+AC.
- [4] Polska Norma PN-EN ISO 11490.
- [5] Polska Norma PN-EN ISO 11210.
- [6] Materiały OUP Kraków.

Wagi, łokcie i piwne beczki – z wizytą w Muzeum Dawnego Kupiectwa w Świdnicy

Adam Żeberkiewicz (Gabinet Prezesa, GUM)

Świdnica już od średniowiecza była jednym z najważniejszych miast śląskich, a położenie sprzyjało rozwojowi gospodarczemu miasta i intensywnej wymianie towarowej. Nic dziwnego, że w 1967 r. powstało tutaj Muzeum Dawnego Kupiectwa. Dzisiaj jest to jeden z obowiązkowych punktów na turystycznej mapie Świdnicy. Obok działów poświęconych właśnie kupiectwu oraz historii miasta, dumą muzeum jest Dział Metrologiczny z niezwykle bogatą kolekcją narzędzi mierniczych i przyrządów metrologicznych. Istnieje on w dużej mierze dzięki dr. Radosławowi Skowronowi, który nie tylko opiekuje się zbiorami, systematycznie je powiększając, ale również organizuje wystawy kolekcjonerskie i spotkania dla entuzjastów tematu.

The article is about Museum of Ancient Trade in Świdnica, which was established in 1967. Today it is one of the mandatory points on the tourist map in this town. In addition to sections dedicated to trade business and history of the old Silesian town, the museum is proud of its metrological department with reach collection of tools and measuring instruments. We speak to Mr Radoslaw Skowron – the man who knows everything about this collection. He takes care about measuring instruments and organizes special exhibitions.

Zanim z dr. Skowronem zwiedzimy zasoby Działu Metrologicznego, przedstawmy w skrócie, co udało się zgromadzić w placówce, znajdującej się na świdnickim rynku. Najpokaźniejszą część zbiorów, należących do zabytków kultury materialnej związanej z wymianą towarową, stanowią wagi i odważniki. Poza tym możemy tu oglądać łokcie, miary nasypane i nalewne, narzędzia miernicze do cechowania, wzorcowania i legalizacji różnych przyrządów. Są tu np. gęstościomierze zbożowe do badania gęstości zboża w stanie zsypanym. Szczególną ekspozycję stanowi aranżacja stacji benzynowej z lat 20. i 30. ubiegłego wieku, gdzie podziwiać można historyczne dystrybutory – odmierzacze paliw.

– Panie Doktorze, proszę powiedzieć, na czym polega wyjątkowość świdnickiej placówki muzealnej.

Radosław Skowron: – Od początku muzeum zostało powołane jako Muzeum Dawnego Kupiectwa, początkowo śląskiego, z czasem rozszerzono zakres terytorialny zbiorów. Drugi filar działalności to oczywiście historia miasta – muzeum zostało ulokowane w dawnym ratuszu i domu kupieckim. Jeśli chodzi o zbiory metrologiczne, to mamy tutaj 2600 obiektów. W większości są to odważniki, zarówno zwy-

czajne, handlowe, ale również techniczne, laboratoryjne, właściwie z całego świata: angielskie, francuskie, niemieckie, rosyjskie, belgijskie. Jesteśmy zatem w posiadaniu odważników, które, biorąc pod uwagę strefy wpływów największych państw w poprzednich wiekach, były stosowane na niemalże całym świecie. Są również wagi wszelkich typów i różnego przeznaczenia. Muszę w tym miejscu powiedzieć, że taką różnorodnością, jeśli chodzi o wagi, może pochwalić się w Polsce tylko GUM.

– W jaki sposób weszliście w posiadanie tych przedmiotów? Z tego, co Pan mówił wynika, że przyrzędy, które kończą „służbę” w metrologii, czy innym określonym sektorze działalności, nie są przekazywane do muzeum.

– Tak, niektóre eksponowane tutaj przyrzędy to efekt moich zabiegów i kontaktów – zarówno z GUM, jak i z okręgowymi urzędami miar. W Niemczech jest to zupełnie inaczej zorganizowane. Przyrzędy wychodzące z użycia są sprzedawane na aukcjach. Istnieją też stowarzyszenia kolekcjonerskie. Muzeum w Świdnicy należy do *Verein fuer Metrologie* „Mass und Gewicht” z siedzibą w Solingen. Wynika to z faktu, że większość kolekcji stanowią przyrzędy pochodzące z te-



Aranżacja Domu Wagi

fol. arch. własne



Aranżacja Domu Wagi – siedemnastowieczna waga miejska z Bolkowa

fol. arch. własne

renów należących przed 1945 r. do Niemiec. Są też przyrządy, które trafiły na Dolny Śląsk wraz z Polakami, przybyłymi na te tereny po II wojnie światowej z Kresów lub Belgii i Francji. Muzeum jest w posiadaniu takich odważników, które wędrowały wraz z właścicielem. Mają one cechy lwowskie, rumuńskie, węgierskie i dolnośląskie. Można powiedzieć, że stanowi to pewien opis zdarzeń, jakie miały miejsce w tej części Europy na przestrzeni lat 30. i 40. XX w.

– *Interesujące wydaje się, jak kiedyś uznawano prawnie przyrządy pomiarowe pochodzące z różnych części Europy, w takich miastach jak Świdnica, która leżała przecież w bardzo „handlowym” miejscu – na przecięciu kilku szlaków?*

– Wielość miar to problem w historii gospodarczej, ponieważ legalne w danym miejscu były tylko lokalne miary. Każdy ośrodek miejski, w momencie lokacji, otrzymywał prawo do własnych miar: łokcia, korca i funta. Ale wykorzystywano ten fakt w momencie, kiedy jakaś działalność gospodarcza powodowała, że dany łokiec czy znana w Świdnicy miara piwna – świdnicka beczka (*schweidnitzer Fass*) była niezbędna jako punkt odniesienia do przeliczeń. Natomiast nie zawsze było tak, że miasto posiadało własny zespół miar. Aby ułatwić handel, z czasem pojawiły się miary decydujące w danym regionie, potem państwie i odpowiednie tabele przeliczeniowe.

Istniały przywileje, na przykład przymus drożny, nakazujący poruszanie się wyznaczonym szlakiem. Przejeżdżający przez miasto kupiec musiał wystawić albo cały towar albo część, w zależności od tego, jakie prawo na danym obszarze obowiązywało. W Domu Wagi cały ten towar odmierzano według lokalnej miary i za to pobierano opłatę. Różnice w miarach bywały spore. W przypadku łokcia dochodziły do kilku centymetrów. W przypadku korca rozpiętości były bardzo poważne, bo np. świdnicki miał 82,2, wrocławski 74,5, pruski 54,7, a warszawski 120,6 litra, czyli ponad dwa razy więcej. Do tego dochodziły również różne systemy monetarne. Ponieważ nie można było uprawiać lichwy, to pożyczano np. w cekinie weneckim, a oddawano w dukacie węgierskim, co rzecz jasna nie było równoważne. Gra miar była więc niezwykła. Oczywiście z czasem te miary się unifikowały, a państwa same zmierzały do tego, żeby ułatwić obrót gospodarczy. W efekcie większość państw przyjęła system metryczny.

– *Jak precyzyjne były ówczesne przyrządy?*

– Starano się zachować jak największą precyzję. Dzisiejsza dokładność jest oczywiście nieporównywalna, posługujemy się przecież laserami, próżniami. Ale dbano o to, aby pomiar dokonywany był narzędziami, które formalnie edyktem zostało zalegalizowane. Te legalizacje odbywały się w Domach



Zbiory łokci (XVIII–XIX w.)

fot. arch. własne



Stacja Paliw – dystrybutor paliwa firmy DAPG oraz dystrybutor oleju silnikowego firmy Shell

fot. arch. własne

Wagi. Bywało też, że niektóre wzorce miar przechowywano w kościołach. Na przykład w Niemczech zdarzało się, że misa chrzcielna była wzorcem korca. W Gdańsku, przy ratuszu wisiały wzorce miar: stopy łokcia i pręta, które, zniszczone w czasie ostatniej wojny, współcześnie odtworzono. Edykt przewidywał, że końcówka łokcia musi być okuta. Jak widzimy, tak wykonano osiemnastowieczny łokieć frankfurcki, ale także i inne mają takie okucia. Łokcie odnoszą się do bardzo ważnej dziedziny – handlu tkaniną, mierzono nimi długość płótna, sukna. Postaw

sukna liczył nawet 64 łokcie i więcej. Znajduje się tutaj także mosiężny łokieć lwówecki, który jest łokciem wzorcowym. Etalony (wzorce) zachowane w całości są wyjątkowe i niezwykle rzadkie, ponieważ przy odgórnym wprowadzaniu nowej miary edykty nakazywały ich niszczenie, czyli łamanie. Tak też się stało z łokciem krakowskim, przechowywanym w Muzeum Książąt Czartoryskich. W XIX w. został niezbyt precyzyjnie zlutowany i dlatego dziś nie znamy dokładnego jego wymiaru.

– *A jak sobie radzono z dużymi gabarytami, odległościami czy zbiornikami?*

– Aby sprawdzić pojemność beczki lub innego zbiornika używano głębokościomierza. Wiadomo, że taka miara, zwana *viziersztabem* była w świdnickim Domu Wagi, co zaświadcza eksponowany w Muzeum dokument. Były tam m.in. waga i młotki do rozbijania brył soli wielickiej. Wiemy, jaką wielkość posiadał bałwan soli. Mieścił się na wozie konnym i ważył 690 kg.

W piwowarstwie, jednym z podstawowych rzemiosł w Świdnicy, główną jednostką rozrachunkową była licząca prawie 5 hektolitrową świdnicka beczka. Z ostatnich badań wiemy, że praktycznie każda ka-



Przedmetryczne i metryczne odważniki

fot. arch. własne

mienica w centrum miasta była przystosowana do produkcji piwa.

W kupieckim kantorze podróz, jaką miał przebyć przedstawiciel kupca, czyli faktor, obliczano za pomocą tablicy triangulacyjnej, która podawała odległości pomiędzy miastami. Odległość była wyrażona w milach.

– Które z miejscowych eksponatów uważa Pan za najciekawsze czy najbardziej wartościowe?

– Na tej sali mamy zgromadzone miary, których używano na przestrzeni dziejów. Takich zbiorów jest niewiele, nie tylko w Polsce, ale i w Europie. W Kołobrzegu istnieje Muzeum Oręża Polskiego, ale tam aspekt metrologiczny został podporządkowany historii miasta.

Z ciekawostek muszę powiedzieć, że pokazujemy jedyną zachowaną w całości wagę miejską w Polsce. Eksponat ten nie pochodzi wprawdzie ze Świdnicy, a z Bolkowa, ale aranżacja miejskiej ważnicy jest prawie w tym samym miejscu, w którym znajdował się Dom Wagi.

Poza tym posiadamy duży zbiór łokci. Jeśli jesteśmy przy jednostkach długości, ciekawostką jest francuska stopa królewska, wykonana z kości ze złotymi okuciami. Jej podwielokrotna – linia, znana jako interlinia była przez stulecia stosowana w druku.

Ciekawym zabytkiem w naszych zbiorach jest też miara kapeluszu. Dzisiaj właściwie wyszła już z użytku, ale są jeszcze pracownie modniarskie wykorzystujące tę miarę do określania rozmiaru głowy i jednocześnie kapelusza. Są też miary szewskie do zdejmowania wielkości stopy.

Na szczególną uwagę zasługuje jedyny publicznie dostępny na świecie egzemplarz wagi stołowej Rademachera. Tę wagę wyprodukowano w ilości 496 egzemplarzy. Należy ona do rodziny wag stołowych, albo mówiąc bardziej fachowo – wag równoramiennych złożonych. W drodze rozwoju wag równoramiennych powstały różne systemy, w tym system Rademachera. Z tego systemu zachował się tylko jeden egzemplarz. Wyjątkowość tej wagi polega na tym, że noże oporowe i ładunkowe są jednocześnie podporami szal. Waga ma bardzo wysokie właściwości metrologiczne, dlatego moment zrównoważenia następuje niemal natychmiast. Rademacher zgłosił swoją wagę do legalizacji w latach 80. XIX w., a więc w okresie, kiedy tryumfy święcił system Berangera. Systemowi Rademachera trudno było się przebić.



Waga systemu „D”, J. Rademachera

fol. R. Skowron

W Niemczech, do oficjalnego stosowania dopuszczono go tylko na obszarach nowych kolonii. Taką kolonią niemiecką był Kamerun i tylko tam waga mogła być legalnie stosowana. Nieznane są nam kulisy tego, jak ten egzemplarz trafił na Dolny Śląsk. Możliwe, że był nielegalnie wykorzystywany na terenie Niemiec.

Ozdobą całej kolekcji jest waga do wzorcowania odważników użytkowych angielskiej firmy Oertling. Jest ona niezwykle precyzyjnie wykonana, przez co zasługuje na miano wagowego Rolls Royce’a. Niestety nie mamy informacji, kiedy waga została wyprodukowana. Wcześniej służyła w Poznaniu do legalizowania odważników II rzędu. Kilka sztuk takich wag zostało przekazanych do Polski po 1945 r. w ramach programu pomocowego UNRRA. (W GUM, w holu głównym na parterze również możemy podziwiać egzemplarz tej wagi – przyp. Autora).

– Bardzo oryginalną ekspozycją jest aranżacja stacji benzynowej z przełomu lat 20. i 30. XX wieku...

– Rzeczywiście, mamy tutaj dystrybutory paliw, pompę do oleju. Na wystawie, na tle stacji, wybudowanej ok. 1938 r. przy obecnej ulicy Krakowskiej we Wrocławiu, znajdują się dystrybutory DAPG, późniejszego Standard Oil, potem ESSO, Schwelmertankanlage z Zakładu Wyrobów Stalowych Müller&Co oraz dystrybutor do olejów silnikowych firmy Shell. Można również zobaczyć fotografię salonu samochodowego W. Illmanna, który funkcjonował w Świdnicy już w 1923 r. oraz reklamę świdnickiej firmy G. Bohna, produkującej karoserie samochodowe.

O muzealnych eksponatach i historii kupieckiego rzemiosła mój przewodnik mógłby opowiadać jeszcze długo. Najlepiej jednak po prostu wybrać się do Świdnicy i odwiedzić Muzeum Dawnego Kupiectwa. Naprawdę warto.

1,5-tonowa jajecznicia w Kartuzach

26 lipca 2014 r. w ramach Dni Kultury Kaszubskiej w Kartuzach odbyła się Oficjalna Próba Bicia Rekordu Guinnessa w Kategorii „Największa Jajecznicia Świata”. Pomysłodawcą i głównym organizatorem przedsięwzięcia był Marek Leyk z Grzybna.

Smażenie gigantycznej jajecznicy na kartuskim rynku trwało ponad dwie godziny. Zużyto na nią 30 tys. jaj, 100 kg smalca, 100 kg boczku, 50 litrów mleka oraz 20 kg szczypiorku. Przedsięwzięcie wymagało kilku miesięcy przygotowań, stworzenia specjalnej patelni o powierzchni 24 m² (408 cm x 573 cm) i 10 kucharzy. Potrawę zważono na wadze nieautomatycznej elektronicznej jednej z firm z Gdańska, zawieszanej na HDS.

Kartuska jajecznicia ważyła 1566 kg, co jest nowym rekordem Guinnessa. Tym samym poprzedni,

ustanowiony 1 grudnia 2009 r. w Nowej Zelandii przez McDonald's, został pobity o 326 kg. Po oficjalnym zważeniu, danie zostało podzielone na porcje i rozdane publiczności, która miała ocenić czy jajecznicia jest jadalna – jest to jeden z warunków postawionych przez Komisję Rekordów Guinnessa. Razem z jajecznicą były także rozdawane kawałki specjalnie upieczonego bochenku chleba, którego długość sięgała 2,2 m.

Nad prawidłowym przebiegiem bicia rekordu czuwała specjalnie powołana komisja, w skład której wchodził przedstawiciel Obwodowego Urzędu Miar w Gdańsku, p. Janusz Graboś. Na oficjalny zapis rekordu w księdze Guinnessa trzeba będzie poczekać około 6 miesięcy, tyle trwa weryfikacja rekordu.

(Tekst i zdjęcia: OUM Gdańsk)



„Metrologia” w cytatach

wybór i opracowanie: Karol Markiewicz

Poniżej wybór cytatów zawierających określenia nawiązujące, wprost albo pośrednio, do miar i mierzenia. Oczywiście to rodzaj zabawy intelektualnej i wędrówki literackiej po miarach.

Miary i pomiary

Mierzyć swe siły z równym – niepewny wynik, z silniejszym – szaleństwo, ze słabszym – hańba (łac.)
„Cum pare contendere anceps est, cum superiore furiosum, cum inferiore sordidum” Seneka. [1]

Kara jest **miarą** przestępstwa – (łac.) „Poena est aestimatio delicti” (prawniczy). [1]

„Rzeźbiarz **robi pomiary** na drzewie, kreśli ołówkiem figurę, obrabia ją dłutami i nakreśla przy pomocy cyrkla;...”
Proroctwo Izajasza 44, 13, str. 921. [2]

„Uważajcie na to, czego słuchacie. Taką samą **miarą**, jaką wy **mierzycie**, **odmierzą** wam, i jeszcze wam dołożą.”
Ewangelia Św. Marka 4, 24, str. 1263. [2]

„Jeżeli kto poświęci dla Jahwe część swej dziedzicznej posiadłości, to oszacowanie jej będzie zależne od ilości ziarna używanego na siew – jeden **chomer*** jęczmienia będzie się równał pięćdziesięciu **syklom** srebra.”
Księga Kapłańska 27, 16, str. 146. [2]

„Nieszczęście tym, którzy oszukują **na wadze i mierze**.” [3]

„Za **garść*** dolarów”. [5]

M a s a

Zważ Hannibala: w największym wodzu ile znajdziesz **funtów**? (łac.)
„Expend(e) Hannibalem: quo libra in duce summo invenies?” Persjusz. [1]

Czasami łzy mają taką wagę jak słowa – (łac.) „Interdum lacrimae pondera vocis habent.”
Owidiusz. [1]

Kropla szczęścia cenniejsza niż **beczka** mądrości – (łac.) „Gutta fortunae prae dolio sapientiae”.
Owidiusz. [1]

„Kto zmierzył [mórz] wody swą **garścią i piędźią** wymierzył niebiosą?
Kto zawarł całą ziemię w **miarce**?
Kto **zważył** góry **na wadze**? I pagórki **na szalach**?”
Proroctwo Izajasza 40, 12, str. 916. [2]

„Obrzydła dla Jahwe **waga** fałszywa,
upodobaniem Jego – **ciężarek** uczciwy.”
Księga Przysłów. 11, 1, str. 733. [2]

„Nie będziesz miał w torbie podwójnego **ciężarka**: cięższego i lżejszego; (...)
Będziesz miał **ciężarek** nie umniejszony i dokładny”.
Księga Powtórzonego Prawa 24, 13, str. 212. [2]

„Coraz więcej ludzi, coraz więcej wozów, aż nareszcie utworzył się jeden wielki potok uliczny, z którego co chwila ktoś wpadał do nas za sprawunkiem.

- Pieprzu za trojaka...
- Proszę **funt** kawy...
- Niech Pan da ryżu...
- **Pół funta** mydła”. [6]

D ł u g o ś ć

„Hrabia samotny wzdychał, poglądał na mury,
Wyjął papier, ołówek i kreślił figury.
Wtem, spójrzawszy w bok, ujrzał o dwadzieścia **kroków**
Człowieka, (...)”.

Księga II: Zamek, str. 48 [4]

„Że Hrabia, mając lepsze konie od szlachciców
I chcąc spotkać się pierwszy, zostawił ich w tyle
I biegł przed resztą jazdy, przynajmniej **o milę**,”
Księga VIII: Zajazd, str. 233. [4]

„Stała w ogrodzie, prawie pod samym parkanem, (...)
Wielka, stara sernica, budowana w kratki (...)
W niej świeciły się białych serów **mnoгие kopy**;
Wkoło zaś wahały się suszące się snopy
Szałwiji, benedykty kardy, macierzanki, (...)
Sernica w górze miała wszereż **sążni półczwarta**,”
Księga IX: Bitwa, str. 263. [4]

P o w i e r z c h n i a

„Na **morgach** chłopskich bronię robić polowanie (...)
Wskoczy chart; niech otrząśnie dziesięć kłosek żyta,
To Pan mu **kopę** oddasz, i jeszcze nie kwita,”
Księga II: Zamek, str. 64. [4]

P o j e m n o ś ć*

„«Hulać to hulać! Sędzio, daj **beczkę** siwuchy,
Major pozwoli, niechaj piją jegry zuchy!»
«Prosiłbym, rzecze Major, lecz w tym nie ma musu».
«Daj, Sędzio, szepnął Robak, **beczkę** spirytusu»”
Księga IX: Bitwa, str. 250. [4]

Czas

„Jak wryty stoi tłum. Nie dyszy.
A cisza taka, że w tej ciszy
Słyszysz, jak szybkim biegiem tyka
Szybka wskazówka **sekundnika**,”
str. 54 [7]

Ciśnienie

„Niepewna, czy się niebo przetrze,
Waha się igła w **barometrze**...”
str. 207 [7]

Objaśnienia:

Barometr – przyrząd do pomiaru ciśnienia atmosferycznego;

Beczka – miara objętości pomiaru cieczy. Np. beczka koronna 27 litrów;

Cetnar – jednostka masy. Używano różnych cetnarów. Cetnar koronny (1764–1818) ok. 65 kg;

Chomer – czyli KOR – miara pojemności ciał sypkich i płynów; ok. 450 litrów. (wyjaśnienie w: [2]);

Funt – jednostka masy. Używano różnych funtów. W Królestwie Polskim do 1849 r. używano funta tzw. nowopolskiego (warszawskiego) równego 405,5 g, a później funta rosyjskiego równego 409,5 g (objaśnienia w: [6]);

Garść – tu chodzi o ilość mieszczącą się w garści. To przykład miary antropometrycznej, z wykorzystaniem ludzkiego ciała;

Kopa – określenie liczby 60;

Krok – jednostka długości stosowana od starożytności. Ok. 0,75 m;

Mila – jednostka długości; Wśród mil staropolskich wyróżniano: wielka – ok. 7,8 km, średnia – ok. 7,0 km, mała – ok. 6,25 km. Ten dystans wydaje się zbyt duży i można zgadywać, że Wieszczeni chodziło raczej o milę zbliżoną do francuskiej czy angielskiej, a więc ok. 1609 m albo 1949 m;

Morga – (także **mórg**) – historyczna jednostka powierzchni używana w rolnictwie. Jej wielkość wahała się od 0,33 do 1,07 hektara. W Polsce mórg koronny (1764–1818) wynosił ok. 0,6 ha;

Piędź – dawna jednostka długości określana jako odległość między końcami kciuka i palca środkowego (lub małego) rozwartych dłoni. W dawnej Polsce jej wartość, zróżnicowana lokalnie. Ok. 20 cm;

Sążnia (siąg, sążeń) – niemetryczna, antropometryczna jednostka długości. Miała długość rozpostartych ramion dorosłego mężczyzny. Prawdopodobnie chodzi o sążeń staropolski – ok. 1,79 m;

Sykl – (hebrajskie Szekel) – dawniej (Stary Testament) zasadnicza jednostka wagowa ok. 11,4 g; jednostka monetarna; (wyjaśnienia w: [2]).

Literatura

[1] Landowski Zb., Woś. K.: *Słownik cytatów łacińskich*. Wydawnictwo Literackie. Kraków 2002.

[2] *Biblia Tysiąclecia*. Wydawnictwo Pallottinum, Poznań 1965.

[3] Mahomet. Koran w: „Miary i ludzie”: Witold Kula. Książka i Wiedza. Warszawa 2004, str. 15.

[4] Mickiewicz A.: *Pan Tadeusz*. Czytelnik. Warszawa 1979.

[5] Tytuł włoskiego filmu (western) w reżyserii Sergia Leone. 1964.

[6] Prus B.: *Lalka*. Biblioteka GW. 2005, str. 44 i 45.

[7] Tuwim J.: *Kwiaty Polskie*. Czytelnik. Warszawa 1978.

KALENDARIUM NADCHODZĄCYCH WYDARZEŃ 2014

Wrzesień	
22–23	Lizbona, Portugalia – 75. Posiedzenie Stałego Komitetu Konwencji o kontroli i cechowaniu wyrobów z metali szlachetnych oraz 14. Posiedzenie Międzynarodowego Stowarzyszenia Urzędów Probierczych IAAO. Udział wezmą dyrektorzy OUP w Warszawie i Krakowie.
23	Kraków, Politechnika Krakowska – Warsztaty pt. „Europejskie programy metrologiczne: EMRP i EMPIR – szanse dla polskiej metrologii”, współorganizowane z GUM.
Październik	
15	Warszawa – Seminarium w GUM pt. „Wykorzystanie przetwornika analogowo-cyfrowego do automatyzacji pomiarów metodą porównawczą”.
25/26	Odwołanie czasu letniego środkowoeuropejskiego, czyli zmiana czasu letniego na zimowy.
Listopad	
2–7	Auckland, Nowa Zelandia – 49. posiedzenie CIML (Międzynarodowego Komitetu Metrologii Prawnej). Polskę reprezentować będą: p. Dorota Habich, członek CIML, Wiceprezes GUM ds. Metrologii Prawnej oraz p. Mirosław Izdebski, Dyrektor Biura Metrologii Prawnej GUM.
18–19	Sarajewo, Bośnia i Hercegowina – kolejny etap seminarium szkoleniowego „Proficiency Testing in Chemistry” („Badania biegłości w chemii”), organizowanego przez Instytut Metrologii Bośni i Hercegowiny. Udział wezmą pracownicy okręgowych urzędów probierczych w Warszawie i w Krakowie.
18–20	Paryż – 25. posiedzenie CGPM (Generalnej Konferencji Miar). W posiedzeniu weźmie udział polska delegacja z prezes GUM, p. Janiną Marią Popowską i przedstawicielem Ministerstwa Gospodarki.
Grudzień	
10	Warszawa – Seminarium w GUM pt. „Pomiary mocy wielkiej częstotliwości”.
Czerwiec 2015	
1–5	Kraków – Zgromadzenie Ogólne EURAMET.

POLSKA

ADMINISTRACJA MIAR

1919-2014

Jubileusz



- GŁÓWNY URZĄD MIAR
- 9 OKRĘGOWYCH URZĘDÓW MIAR
- 58 OBWODOWYCH URZĘDÓW MIAR

1 kg