

Główny Urząd Miar

METROLOGIA I PROBIERNICTWO

ISSN 2300-8806

Biuletyn Głównego Urzędu Miar

vol. 26, nr 1/2021

Wmurowanie aktu erekcyjnego pod budowę Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego GUM

Omówienie Przewodnika JCGM GUM-6:2020 dotyczącego podejścia modelowego przy wyznaczaniu niepewności pomiaru

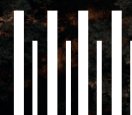
Wiedza o rozpuszczalności gazów może uratować życie

Wpływ gradientu temperatury na niepewność pomiaru w procesie wzorcowania termometrów szklanych cieczowych i elektrycznych

Właściwości magnetyczne wzorców masy w odniesieniu do wymagań zawartych w Zaleceniu Międzynarodowym OIML R 111-1

Metoda spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej alternatywą dla badań niszczących przy podejmowaniu decyzji o próbie wyrobów ze stopów metali szlachetnych

Praca Wydziału Nadzoru Okręgowego Urzędu Probierczego w Warszawie w dobie pandemii



gum.gov.pl

Spis treści

Wydarzenia	3
Wmurowanie aktu erekcyjnego pod budowę Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego GUM	7
Omówienie Przewodnika JCGM GUM-6:2020 dotyczącego podejścia modelowego przy wyznaczaniu niepewności pomiaru Paweł Fotowicz	9
Wiedza o rozpuszczalności gazów może uratować życie Iwona Misztal	19
Wpływ gradientu temperatury na niepewność pomiaru w procesie wzorcowania termometrów szklanych cieczowych i elektrycznych Helena Bodzek	23
Właściwości magnetyczne wzorców masy w odniesieniu do wymagań zawartych w Zaleceniu Międzynarodowym OIML R 111-1 Honorata Michalska, Katarzyna Kapela	29
Metoda spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej alternatywą dla badań niszczących przy podejmowaniu decyzji o próbie wyrobów ze stopów metali szlachetnych Aleksandra Górkiewicz-Malina, Paweł Kowalówka	37
Praca Wydziału Nadzoru Okręgowego Urzędu Probierczego w Warszawie w dobie pandemii Jacek Motyka	47

Wydawca: Główny Urząd Miar
ul. Elektoralna 2, 00 139 Warszawa, tel. 22 581 95 18, 581 95 31, fax: 22 581 90 91.

Redakcja: dr inż. Paweł Fotowicz (red. naczelny), Adam Żeberkiewicz (sekretarz red.).

Skład: Piotr Ozga

Wszystkie prawa zastrzeżone.

Redakcja zastrzega sobie prawo do dokonywania skrótów i zmian tytułów zgłaszanych do publikacji artykułów.

Pytania i uwagi do redakcji: biuletyn@gum.gov.pl

Wydarzenia

11.12.2020 ÓSME POSIEDZENIE RADY METROLOGII PRZY PREZESIE GŁÓWNEGO URZĘDU MIAR

Najważniejszym wydarzeniem posiedzenia Rady Metrologii było podjęcie przez Radę uchwał, dotyczących pozytywnego zaopiniowania Aneksu II do „Czteroletniego strategicznego planu działania Głównego Urzędu Miar 2018–2021” oraz wprowadzonych do Regulaminu Rady Metrologii zmian w sprawie sposobu głosowania i formy posiedzeń. Ze względu na sytuację epidemiologiczną w kraju, posiedzenie przeprowadzono w trybie hybrydowym.

31.12.2020 PODPISANIE UMOWY Z WYKONAWCĄ NA BUDOWĘ I ETAPU ŚWIĘTOKRZYSKIEGO KAMPUSU LABORATORYJNEGO GUM

W ostatnim dniu 2020 r., w siedzibie Głównego Urzędu Miar, została podpisana umowa na wykonanie robót budowlanych dla przedsięwzięcia o nazwie „Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny GUM – Etap I”. Umowa została zawarta pomiędzy partnerami projektu: Głównym Urzędem Miar oraz Politechniką Świętokrzyską a Generalnym Wykonawcą – Firmą Budowlaną ANNA-BUD sp. z o.o.

Przedmiotem umowy jest wykonanie robót budowlanych zespołu budynków laboratoryjnych o łącznej powierzchni 13 826,40 m² wraz z zagospodarowaniem terenu dla przedsięwzięcia realizowanego w Kielcach o nazwie: „Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar – Etap I”. Umowa jest efektem zamówienia publicznego, udzielonego w trybie przetargu nieograniczonego, z początku tego roku. Jego wyniki zostały ogłoszone 10 listopada br. Wartość złożonej przez Firmę Budowlaną ANNA-BUD oferty opiewa na kwotę 104 824 807,52 zł.

Ze strony zamawiającego umowę podpisał przedstawiciel konsorcjum – Dyrektor Generalny Urzędu – Łukasz Bryła. Ze strony wykonawcy budowy (FB ANNA-BUD) podpis na umowie złożyli p. Anna Bartela oraz p. Artur Bławat.

Łączna wartość projektu wynosi 188 821 329,05 PLN, zaś wysokość dofinansowania z EFRR – 165 286 784,64 PLN. Projekt realizowany jest w ramach Osi Priorytetowej I – Innowacje i nauka, Działanie 1.1 Wsparcie infrastruktury B+R Regionalnego Programu Operacyjnego Województwa Świętokrzyskiego na lata 2014–2020.

Protokolarne przekazanie terenu budowy Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego Głównego Urzędu Miar – Etap I Generalnemu Wykonawcy miało miejsce 8.01.2021 r.

Więcej informacji na temat inwestycji na stronie internetowej GUM: <https://gum.gov.pl/pl/kampus>

4.02.2021 PODPISANIE UMOWY O WSPÓŁPRACY POMIĘDZY GUM A ŚWIĘTOKRZYSKIM CENTRUM ONKOLOGII

Umowa została podpisana przez Prezesa Głównego Urzędu Miar p. Jacka Semaniaka. Celem współpracy Samodzielnego Laboratorium Promieniowania Jonizującego Głównego

Urzędu Miar i Świętokrzyskiego Centrum Onkologii jest prowadzenie wspólnie prac badawczo-rozwojowych nad realizacją mobilnych wzorców pierwotnych.

Pierwszym z realizowanych tematów badawczo-rozwojowych jest stworzenie jonometrycznego wzorca pierwotnego dawki pochłoniętej w wodzie dla wysokoenergetycznego promieniowania X stosowanego w radioterapii. To pierwsze tego typu rozwiązanie na świecie. Obecnie istnieją trzy takie wzorce, w tym jeden w GUM, ale stosowane są tylko dla promieniowania gamma nuklidu ^{60}Co .

Dzięki współpracy z Głównym Urzędem Miar, Centrum Onkologii zyska możliwości wzorcowania urządzeń dozymetrycznych bezpośrednio w wiązkach terapeutycznych, bez jakichkolwiek przeliczeń i wzorców pośrednich, co spowoduje zmniejszenie niepewności, z jednoczesnym zwiększeniem dokładności aplikacji dawek promieniowania jonizującego pacjentom. Oznacza to, że leczenie będzie bardziej efektywne i bezpieczniejsze.

Prace te umożliwią również GUM świadczenie usług bezpośrednio w szpitalach onkologicznych, prowadzących szeroko rozumianą radioterapię, bez konieczności posiadania przez GUM akceleratorów medycznych (do czasu budowy nowego laboratorium w Kampusie GUM w Kielcach). Są one również niezbędnym elementem w zmieniającej się rzeczywistości i rozwoju technik leczenia nowotworów z wykorzystaniem promieniowania jonizującego.

16.02.2021 REFERAT NA TEMAT MIĘDZYNARODOWEGO UKŁADU JEDNOSTEK MIAR W OSTATNIM WYDANIU BROSZURY SI

W GUM zorganizowano w trybie zdalnym seminarium poświęcone nowemu wydaniu Broszury SI, w związku z redefinicją Międzynarodowego Układu Jednostek Miar SI. Polska wersja językowa została opracowana w Biurze Strategii. Najważniejsze treści zawarte w Broszurze, które powinien znać każdy metrolog, przedstawiła dr Agnieszka Zoń z Wydziału Strategii i Nauki Biura Strategii GUM.

16.02.2021 PODPISANIE POROZUMIENIA POMIĘDZY GUM I POLITECHNIKĄ WARSZAWSKĄ

Przedstawiciele Głównego Urzędu Miar oraz Politechniki Warszawskiej podpisali porozumienie o współpracy w obszarze rozwoju technik pomiarowych i technologii, związanych z metrologią długości oraz metrologią czasu i częstotliwości, w tym współpracy przy projektach badawczo-rozwojowych.

Celem podpisanego porozumienia jest uszczegółowienie i rozwijanie współpracy, która została wcześniej sformalizowana w dniu 29.09.2020 r. poprzez podpisanie porozumienia ramowego pomiędzy GUM a Politechniką Warszawską. Jest to również pierwszy krok do efektywnego wykorzystania potencjału, zasobów i usług, będących wynikiem realizacji projektów CENAGIS (Centrum Naukowych Analiz Geoprzestrzennych i Obliczeń Satelitarnych) przez Politechnikę Warszawską oraz ŚKLGUM (Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar – Etap 1), przez GUM.

Sygnatariusze porozumienia uznali również, iż w ramach współpracy zostaną podjęte działania prowadzące do uruchomienia w przyszłości serwisu modelowania fizycznych i geometrycznych cech współczesnej geodynamiki regionu gór Świętokrzyskich, przy zastosowaniu aparatury pomiarowej i technik pomiarowych o wysokiej klasie dokładności, pochodzących z laboratoriów powstającego w Kielcach Kampusu GUM.

17.02.2021 ZAWARCIE POROZUMIENIA O WSPÓŁPRACY POMIĘDZY GUM A UNIWERSYTEM MORSKIM W GDYNI

Porozumienie podpisali Prezes Głównego Urzędu Miar prof. dr hab. Jacek Semaniak i Rektor Uniwersytetu Morskiego w Gdyni prof. dr hab. inż. kpt. ż.w. Adam Weintrit.

Współpraca realizowana będzie w szczególności w obszarach dotyczących: inicjowania i realizowania wspólnych badań naukowych i prac badawczo-rozwojowych w dziedzinach obopólnego zainteresowania, w szczególności w obszarze metrologii, praktycznego wykorzystania wiedzy i technologii z obszaru metrologii naukowej i przemysłowej na rzecz rozwoju społeczno-gospodarczego kraju, wzajemnej pomocy przy realizacji prac dyplomowych, doktorskich i habilitacyjnych przez studentów, doktorantów i pracowników Uniwersytetu oraz pracowników GUM.

Oba podmioty deklarują także wspólne konsultacje, doradztwo naukowo-techniczne oraz popularyzację metrologii poprzez publikacje, transfer wiedzy poprzez współorganizację szkoleń, kursów i konferencji naukowych, organizacji staży i praktyk zawodowych

dla studentów Uniwersytetu w GUM, a także podejmowanie działań informacyjno-promocyjnych w celu zwiększenia zainteresowania podmiotów sektora publicznego i prywatnego działalnością naukowo-badawczą i innowacyjną Uniwersytetu i GUM.

19.03.2021 DZIEWIĄTE POSIEDZENIE RADY METROLOGII DZIAŁAJĄCEJ PRZY PREZESIE GUM

Najważniejszym wydarzeniem 9. posiedzenia Rady Metrologii było podjęcie przez Radę uchwał dotyczących pozytywnego zaopiniowania "Sprawozdania z realizacji rocznego planu działania Głównego Urzędu Miar w 2020 r." oraz "Rocznego Planu działania Głównego Urzędu Miar na 2021 r."

Podczas spotkania Prezes GUM omówił zmiany organizacyjne, jakie nastąpiły w GUM w marcu 2021 r. Dotyczyły one, nadanego przez ministra właściwego do spraw gospodarki, nowego statutu GUM. Ze względu na sytuację epidemiologiczną w kraju, posiedzenie przeprowadzono w trybie hybrydowym.

20-28.04.2021 SEMINARIA DOTYCZĄCE PROBLEMATYKI TOWARÓW PACZKOWANYCH

Ponad 700 uczestników, w tym przedstawicieli przedsiębiorstw i pracowników instytucji państwowych, działających w obszarze towarów paczkowanych, wzięło udział w czterech turach seminariów online, zorganizowanych przez Główny Urząd Miar w drugiej połowie kwietnia.

Tematyka seminariów objęła najistotniejsze zagadnienia związane z ustawą o towarach paczkowanych, a zwłaszcza dotyczące oznaczeń na towarach paczkowanych oraz metrologii towarów paczkowanych. Podczas seminariów informowano też, jak prawidłowo stosować i egzekwować przepisy ustawy Prawo o miarach w zakresie jednostek miar i przyrządów pomiarowych.

Omówiono również zasady umieszczania na opakowaniach towarów paczkowanych znaku „e”, który świadczy o zgodności produktu z wymogami dyrektywy unijnej, dotyczącej towarów paczkowanych. W związku z tym, że częstym błędem popełnianym przez paczkujących jest niewłaściwe odwzorowanie na opakowaniu właśnie znaku „e”, prowadzący seminarium Andrzej Czechowski z Departamentu Nadzoru i Kontroli GUM pokazywał, jak powinien ów znak wyglądać i na które jego elementy należy zwrócić największą uwagę. W części metrologicznej seminariów położono szczególny nacisk na pomiary tary i wyznaczanie ilości rzeczywistej specyficznych towarów paczkowanych, jak np. aerozole, napoje gazowane, lody.

Podczas seminarium wskazywano na konieczność współpracy podmiotów odpowiedzialnych za wprowadzanie towarów paczkowanych z instytucjami publicznymi nadzorującymi i kontrolującymi takie towary, co w szczególności ma na celu rzetelne wykonywanie ustawowych obowiązków. Takie działania mają charakter prewencyjny, najważniejszym celem jest bowiem ochrona konsumentów, a więc nas wszystkich. Zdarza się bowiem, że klient znajduje w środku opakowania mniejszą ilość towaru niż ilość nominalna wskazana na opakowaniu.

W ramach wszystkich seminariów przekazano także informacje o nowym przedsięwzięciu przygotowywanym w całej administracji miar, tj. Systemie Wsparcia Informatycznego Usług Terenowej Administracji Miar zwanym „Świtez”, którego realizacja ma zakończyć się w październiku 2021 r. W ramach realizacji tego projektu planowane jest wdrożenie nowoczesnego systemu informatycznego służącego do udostępniania usług publicznych administracji miar oraz wspierającego zarządzanie, przetwarzanie i gromadzenie danych powstających w toku obsługi spraw.

17.05.2021 PODPISANIE PRZEZ PREZESA GUM DECYZJI NR 22 W SPRAWIE UZNANIA WZORCA JEDNOSTKI MIARY LEPKOŚCI KINEMATYCZNEJ ZA PAŃSTWOWY WZORZEC JEDNOSTKI MIARY LEPKOŚCI KINEMATYCZNEJ

Wzorzec jest złożony z kompletu wzorcowych wiskozymetrów kapilarnych szklanych typu Ubbelohde o równomiernie rosnących średnicach, zestawu przyrządów do precyzyjnego pomiaru temperatury, łaźni wiskozymetrycznej oraz wzorca pierwotnego – wody dwukrotnie destylowanej o przypisanych tabelarycznych wartościach lepkości kinematycznej i dynamicznej.

Miejscem stosowania i przechowywania państwowego wzorca jednostki miary lepkości kinematycznej jest Samodzielne Laboratorium Chemii GUM.

20.05.2021 ŚWIATOWY DZIEŃ METROLOGII I KONFERENCJA W KIELCACH

W Światowym Dniu Metrologii, w Gmachu Biblioteki Głównej Politechniki Świętokrzyskiej odbyła się konferencja prasowa poświęcona kwestiom związanym z kluczowym dla regionu projektem, jakim jest Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar.

Podczas konferencji zaprezentowana została oferta dydaktyczna Politechniki Świętokrzyskiej, dotycząca kształcenia na specjalnościach metrologicznych oraz program doktoratów wdrożeniowych. Zainicjowany został również proces rekrutacji do ŚKLGUM oraz zainauguowana seria spotkań rekrutacyjnych ze studentami i absolwentami potencjalnie zainteresowanymi związaniem swojej kariery zawodowej z pracą w nowo powstającym ośrodku rozwojowo-badawczym.

W konferencji udział wzięli: Rektor Politechniki Świętokrzyskiej prof. Zbigniew Koruba, Wicemarszałek Województwa Świętokrzyskiego Renata Janik, Prezes Głównego Urzędu Miar prof. Jacek Semaniak, Dyrektor Generalny Głównego Urzędu Miar Piotr Ziółkowski, Dyrektor Departamentu Innowacji i Rozwoju Głównego Urzędu Miar Andrzej Kurkiewicz.

07.06.2021 UROCZYSTE PODPISANIE AKTU EREKCYJNEGO POD BUDOWĘ KAMPUSU GUM W KIELCACH

Na placu budowy Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego GUM w Kielcach nastąpiło uroczyste podpisanie aktu erekcyjnego. Podpisy pod dokumentem złożyli: Wiceprezes Rady Ministrów, Minister Rozwoju, Pracy i Technologii Jarosław Gowin, Minister Edukacji i Nauki Przemysław Czarnek, Prezes Głównego Urzędu Miar Jacek Semaniak, Rektor Politechniki Świętokrzyskiej Zbigniew Koruba, Wojewoda Świętokrzyski Zbigniew Koniusz, Marszałek Województwa Świętokrzyskiego Andrzej Bętkowski, Prezydent Miasta Kielce Bogdan Wenta oraz Prezes Zarządu Firmy Budowlanej ANNA-BUD Artur Bławat.



Wmurowanie aktu erekcyjnego pod budowę Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego GUM

Na placu budowy Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego GUM w Kielcach, w dniu 7 czerwca 2021 r. nastąpiło uroczyste podpisanie aktu erekcyjnego

– *Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar to imponująca inwestycja – o wielkim rozmachu i znaczeniu dla regionu świętokrzyskiego – na naszych oczach staje się rzeczywistością. To przykład działania mądrego i celowego. Działania skutecznego i długofalowego, którego w Polsce tak bardzo potrzebujemy – powiedział Wicepremier, Minister Rozwoju, Pracy i Technologii Jarosław Gowin.*

Podpisy pod dokumentem złożyli: Wiceprezes Rady Ministrów, Minister Rozwoju, Pracy i Technologii Jarosław Gowin, Minister Edukacji i Nauki Przemysław Czarnek,

Prezes Głównego Urzędu Miar Jacek Semaniak, Rektor Politechniki Świętokrzyskiej Zbigniew Koruba; przedstawiciele województwa świętokrzyskiego: Wojewoda Świętokrzyski Zbigniew Koniusz, Marszałek Województwa Świętokrzyskiego Andrzej Bętkowski, Prezydent Miasta Kielce Bogdan Wenta oraz Prezes Zarządu Firmy Budowlanej ANNA-BUD Artur Bławat.

– *Wraz z Prezesem Jackiem Semaniakiem pracujemy nad programem ministra, który byłby płaszczyzną interakcji polskich metrologów z różnymi ośrodkami naukowymi. Aby na*

bazie Kielc można było rozwijać tę dyscyplinę – stwierdził Minister Edukacji i Nauki Przemysław Czarnek.

Po uroczystym podpisaniu aktu erekcyjnego przez sygnatariuszy, Prezes Głównego Urzędu Miar umieścił dokument w tubie, która spoczęła w „kapsule czasu” Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego Głównego Urzędu Miar.

W kapsule umieszczono również: kielecką gazetę codzienną z 7 czerwca 2021 r., pamiątkowy medal wydany z okazji 100-lecia Głównego Urzędu Miar, monografię pt. „100 lat Głównego Urzędu Miar”, plakietę Politechniki Świętokrzyskiej, monety oraz folder informacyjny o Kampusie.

– *Pragnę podziękować władzom krajowym i regionalnym za zaproszenie do tej inwestycji. Wiemy jakie ona ma znaczenie. Jest to też wspaniała okazja do rozwoju uczelni w aspekcie naukowo-badawczym i dydaktyczno-kształceniowym. Politechnika Świętokrzyska jest do tego doskonale przygotowana* – powiedział Zbigniew Koruba, Rektor PŚk.

List do uczestników uroczystości skierował Premier Mateusz Morawiecki. Napisał w nim, że "to ważny dzień dla polskiej metrologii, wspierającej wszystkie gałęzie gospodarki". Zaznaczył także, że wzmocni to współpracę nauki z gospodarką, a także "stworzy doskonałe warunki współpracy instytucji naukowych, a także wymianę myśli technologicznej".

– *Serdecznie dziękuję wszystkim orędownikom lokalizacji. Dziękuję za lata starań i negocjacji* – mówił Jacek Semaniak, Prezes Głównego Urzędu Miar.

W imieniu Prezydenta Rzeczypospolitej Andrzeja Dudy, doradca społeczny Piotr Serafin upamiętnił to wydarzenie, przekazując na ręce Prezesa GUM pamiątkową ikonografię.

Poświęcenia miejsca budowy dokonał Ordynariusz Diecezji Kieleckiej Ksiądz Biskup Jan Piotrowski.



Jacek Semaniak – Prezes Głównego Urzędu Miar wmurowuje akt erekcyjny

Omówienie Przewodnika JCGM GUM-6:2020 dotyczącego podejścia modelowego przy wyznaczaniu niepewności pomiaru

Description of the JCGM GUM-6: 2020 Guide concerning the use of the measurement models in evaluation of measurement uncertainty

Paweł Fotowicz
Główny Urząd Miar

W artykule omówiono podstawowe zasady tworzenia modeli pomiaru przedstawione w nowym dokumencie opublikowanym przez Wspólny Komitet ds. Przewodników w Metrologii. Celem jest przybliżenie głównych treści w nim zawartych. Dokument jest ważnym materiałem, który może być wykorzystywany w laboratoriach badawczych, wzorcujących i naukowych.

The article discusses the basic principles for creating the measurement models presented in a new document published by the Joint Committee for Guides in Metrology. The aim of the article is description of the main ideas expressing in this Guide. The document is an important material that can be used in testing, calibration and scientific laboratories.

Słowa kluczowe: niepewność pomiaru, model pomiaru, przewodnik
Keywords: measurement uncertainty, measurement model, guide

Wstęp

W 2020 roku na stronie internetowej Międzynarodowego Biura Miar ukazał się już szósty, kolejny Przewodnik dotyczący wyrażania niepewności pomiaru [1]. Opublikowany dokument JCGM GUM-6:2020 *Guide to the expression of uncertainty in measurement – Part 6: Developing and using measurement models* przedstawia podejście modelowe przy wyznaczaniu niepewności pomiaru. Jest naturalną kontynuacją problematyki zawartej w poprzednich pięciu Przewodnikach [2-6], z których dwa były już omawiane na łamach Biuletynu GUM w latach ubiegłych [7 i 8], a pierwszy i podstawowy z nich został opublikowany w polskiej wersji językowej na stronie internetowej Głównego Urzędu Miar [9]. Głównym celem tego dokumentu jest przedstawienie sposobów opracowania modelu pomiaru służącego do opisywania menzurandu, jako wielkości która ma być zmierzona [10], a więc podstawowego obiektu którym zajmuje się każdy metrolog.

W celu lepszego przybliżenia treści omawianego Przewodnika w artykule wykorzystano obszernie i najważniejsze jego fragmenty.

Model pomiaru

Model pomiaru to zależność matematyczna pomiędzy wszystkimi wielkościami, o których wiadomo, że były uwzględnione w pomiarze [10]. Jego najczęstszą postacią jest funkcja pomiaru, która w jawny sposób przedstawia relacje pomiędzy wielkością wyjściową a wielkościami wejściowymi i której wartość, gdy zostaje obliczona przy wykorzystaniu znanych wartości wielkości wejściowych w modelu pomiaru, jest zmierzoną wartością menzurandu. Najczęściej przedstawiana jest w różnych zapisach metrologicznych jako równanie pomiaru uwzględniające najważniejsze wielkości wpływające na menzurand.

W omawianym dokumencie używana jest przede wszystkim ta najbardziej ogólna nazwa, czyli model pomiaru. Należy pamiętać, że każdy model pomiaru jest również funkcją pomiaru, tak jak każda funkcja pomiaru jest równaniem pomiaru, lecz odwrotna relacja nie zawsze istnieje. Przez równanie pomiaru na ogół rozumiemy linearyzowaną lub liniową funkcję pomiaru, najczęściej przedstawianą w postaci addytywnej. Często jest to też najdogodniejsza dla metrologa postać modelu pomiaru.

Model pomiaru umożliwia opracowanie wyniku pomiaru, gdyż służy do wyznaczenia wartości mierzand i związanej z nim niepewności. Można powiedzieć, że we współczesnej metrologii bez modelu pomiaru niemożliwym jest otrzymanie poprawnego i wiarygodnego wyniku, gdyż umożliwia on uwzględnienie wszystkich możliwych do oszacowania oddziaływań na wielkość mierzoną. Na podstawie modelu pomiaru dokonuje się proces propagacji niepewności, bądź bezpośrednio z równania niepewności pomiaru, bądź pośrednio z równania pomiaru poprzez propagację rozkładów realizowaną np. przy użyciu metody Monte Carlo. Dlatego dokument koncentruje się na sposobach opracowania modelu i jego praktycznego wykorzystania.

Jak twierdzą autorzy dokumentu model pomiaru może przybierać różne formy: teoretyczną lub empiryczną albo hybrydową (częściowo teoretyczną i częściowo empiryczną). Może charakteryzować się jedną lub wieloma wielkościami wyjściowymi (taki zbiór wielkości wyjściowych wyrażany jest w postaci macierzy jednokolumnowej i nazywany wielkością wyjściową wektorową). Wielkość wyjściowa może być wyrażona bezpośrednio w funkcji wielkości wejściowych lub w sposób pośredni. Wielkości w modelu pomiaru mogą przyjmować wartości rzeczywiste lub zespolone. Modele te mogą być wielostopniowe, gdy wielkości wejściowe jednego stopnia są wielkościami wyjściowymi pochodzącymi z poprzedniego stopnia. Modele mogą opisywać szeregi czasowe obserwacji, w tym dryf czy pomiary dynamiczne. Model pomiaru może również przybrać postać modelu statystycznego. W tym dokumencie pojęcie *model pomiaru* jest rozumiane w tym szerokim znaczeniu.

Dokument wyjaśnia, w jaki sposób uwzględnić w modelu pomiaru dane dotyczące wielkości. Wielkości te odnoszą się do zjawiska lub zjawisk, na których opiera się pomiar, do oddziaływań powstających podczas wykonywania pomiaru oraz do interakcji z artefaktem lub próbką podlegającą pomiarowi.

Podczas korzystania z modelu pomiaru mogą pojawić się problemy numeryczne. Pokazano jak często takie problemy można złagodzić przedstawiając model w inny sposób, aby dobrze sprawdzał się przy obliczeniach. Pokazano również jak można czasami zastosować reformułowanie modelu w celu wyeliminowania niektórych skutków korelacji zachodzących pomiędzy wielkościami wejściowymi, gdy takie zależności mogą zaistnieć.

Podstawowe zasady

Obiektem zainteresowania metrologicznego jest mierzand. Jak wspomniano we wstępie mierzand to wielkość, która ma być zmierzona, określana też jako wielkość wyjściowa w modelu pomiaru [3]. W wielu przypadkach

nie jest on mierzony bezpośrednio, ale jest określany pośrednio na podstawie innych wielkości, z którymi powiązany jest przez model pomiaru. Wiele pomiarów jest modelowanych przez zależność funkcyjną między wielkościami wejściowymi o wartościach rzeczywistych i pojedynczą wielkość wyjściową. Ta prosta forma nazywana jest rzeczywistym, jawnym i jednowymiarowym modelem pomiaru. Rzeczywistym, ponieważ wszystkie zawarte w nim wielkości przyjmują wartości rzeczywiste (a nie zespolone) i jawnym, ponieważ wartości wielkości wyjściowej można obliczyć bezpośrednio przy danych wartościach wejściowych oraz jednowymiarowym, ponieważ wielkość wyjściowa jest pojedynczą wielkością skalarną. Jednak nie dotyczy to wszystkich pomiarów. Model pomiaru może być złożony i wielowymiarowy, gdy istnieje więcej niż jeden mierzand (mierzand wektorowy).

Proces opracowania modelu pomiaru można podzielić na etapy, do których należą: zdefiniowanie mierzand, zamodelowanie pomiaru poprzez wybór odpowiedniej postaci matematycznej oraz określenie oddziaływań związanych z pomiarem i uwzględnienie ich w modelu podstawowym. Występujące wielkości w modelu są zmiennymi losowymi, których rozkłady prawdopodobieństwa opisują dostępną o nich wiedzę. Dlatego też model pomiaru można również uznać za model obejmujący zmienne losowe, podlegający regułom statystyki matematycznej. Podczas tworzenia modelu pomiaru, odpowiedniego dla celu zastosowania, należy wziąć pod uwagę wszystkie znane oddziaływania wpływające na wynik pomiaru. Pomińnięcie określonego udziału może prowadzić do nierealistycznie małej niepewności związanej z wartością mierzand.

Zasada pomiaru umożliwia ustalenie podstawowego modelu, często opartego na prawie naukowym. Z zasady pomiaru wynika zbiór wielkości wejściowych, czyli wielkości występujących w modelu w następstwie tych praw.

Opracowując model pomiaru, należy wziąć pod uwagę zakresy możliwych wartości wielkości wejściowych i wyjściowych. Model powinien zapewnić wiarygodne estymaty i związane z nimi niepewności dla wszystkich wielkości wyjściowych w wymaganych zakresach, które zostały właściwie dobrane. Model pomiaru powinien być stosowany tylko w tych zakresach wielkości, dla których został opracowany.

Większość modeli pomiarowych jest hybrydowych, to znaczy łączą aspekty modeli teoretycznych i empirycznych. Nawet jeśli cała zasada pomiaru opiera się na teorii naukowej, w pomiarze często występują wielkości, które należy uwzględnić i modelować empirycznie.

Wiele modeli teoretycznych stosowanych w różnych dziedzinach pomiarowych jest formułowanych w postaci równań różniczkowych. W niektórych przypadkach

równanie różniczkowe służy jedynie jako podstawa do tworzenia prostszych modeli. W modelach pomiaru, które obejmują równania różniczkowe, menzurand jest zwykle funkcją współczynników w tych równaniach. Współczynniki te są szacowane na podstawie danych empirycznych, zwykle przy zastosowaniu metody statystycznej. Równania te są rozwiązywane zwykle przy użyciu metod numerycznych, a do wyznaczania niepewności stosuje się wówczas metodę Monte Carlo.

Model pomiaru powinien umożliwiać uwzględnienie wszystkich istotnych i dostępnych informacji. Przy wyborze formy modelu należy brać pod uwagę poniższe aspekty.

- *Dostępność rzetelnej postaci teoretycznej.* Należy wziąć pod uwagę zakres, w jakim model może opierać się na zasadzie pomiaru, zwykle ugruntowanym prawie naukowym. Model oparty na rzetelnej podstawie naukowej będzie prawdopodobnie wymagał mniej pracy w celu sprawdzenia jego adekwatności niż model empiryczny lub hybrydowy.
- *Niepewność pomiaru docelowa.* Wpływa na odpowiedni stopień przybliżenia, a także na liczbę uwzględnionych korekcyjnych poprawek, branych pod uwagę.
- *Prostota.* Istotą jest, aby opracować model, który można implementować przy minimalnym wysiłku. Prostsze jego postaci mogą również pomóc przy unikaniu błędów przy zastosowaniu. W tym względzie przydatne może być wykorzystanie podmodeli.
- *Zakres pomiaru.* Model powinien mieć zastosowanie w całym zakresie wartości wielkości wejściowych i wyjściowych, w odniesieniu do których ma być użyty. Właściwe może być podzielenie zakresu na podzakresy, w każdym z których obowiązuje inny model.
- *Dominujące źródła niepewności.* Tam gdzie dominujące niepewności wynikają z pomiaru wielkości wejściowych, najbardziej odpowiednie są modele, które wiążą niepewności z wielkościami wejściowymi. Tam gdzie dominujące niepewności odnoszą się do nieprzewidywalnych lub losowych odchyłeń w obserwacjach, zazwyczaj bardziej odpowiednie są modele uwzględniające dane wykonawcze.
- *Stosowność.* Model który generuje wartości współczynników lub parametrów, które mogą być interpretowane w kategoriach wielkości fizycznych, może być łatwiejszy do zastosowania przez użytkowników niż model, który dla prostoty matematycznej wykorzystuje abstrakcyjne funkcje wielkości fizycznych.
- *Oszczędność.* Jeśli model statystyczny jest dopasowany do danych, model nie powinien zawierać więcej członów niż jest to konieczne. Ten aspekt jest często uwzględniany w procesie statystycznego wyboru modelu.

- *Dostępne informacje.* Dostępność wyczerpujących danych na temat wykonania procedury pomiarowej pozwala na zastosowanie uproszczonych modeli pomiaru.
- *Dokładność numeryczna.* Model powinien być numerycznie jak najbardziej „dobrze ułożony”, to znaczy nie powinien mieć negatywnego wpływu na ograniczenia dostępnej precyzji obliczeniowej.
- *Stabilność rozwiązania.* Niektóre modele wymagające rozwiązania numerycznego mogą prowadzić do niestabilnej wydajności numerycznej. Preferowane są modele prowadzące do stabilnych rozwiązań.
- *Koszt obliczeniowy.* Modele, które są łatwiejsze do oceny lub rozwiązania z odpowiednią dokładnością, są często bardziej preferowane od tych, które mogą wymagać znacznego wysiłku obliczeniowego.

Nadrzędnym problemem jest to, czy model jest w stanie zapewnić prawidłową estymatę wielkości wraz ze związaną z nią niepewnością pomiaru. Gdy dostępna jest docelowa niepewność pomiaru, model powinien być w stanie dostarczyć zgodnych z nią wyników.

Należy rozważyć wybór najbardziej odpowiedniej postaci modelu, ponieważ różne modele mogą być odpowiednie do różnych celów. Przykładowo, przy wzorcowaniu, związek między zmienną odpowiedzi a zmienną odniesienia można często modelować za pomocą wielomianu niskiego stopnia, często linii prostej. W przypadkach gdy istnieje więcej niż jedna wielkość wyjściowa, model powinien być zwykle traktowany jako wielowymiarowy, a nie jako oddzielne modele jednowymiarowe, ponieważ często wymagana jest wiedza na temat kowariancji związanych z estymatami wielkości wyjściowych. Przypadki takie pojawiają się podczas określania obszarów rozszerzenia. Nieuwzględnianie kowariancji na ogół prowadzi do niewłaściwych ocen niepewności.

Dopasowanie modelu

W idealnym przypadku podstawowy model pomiaru powinien opisywać prawo naukowe lub związek dotyczący prawdziwych wartości wielkości wejściowych i wyjściowych. Zazwyczaj, w praktyce, model przedstawia jedynie wykonalne, dopasowane do celu przybliżenie idealnej zależności. Dzieje się tak dlatego, gdyż zależność ta może być zbyt skomplikowana lub niewygodna do praktycznego zastosowania. Alternatywnie, związek może być nieznan, ale empiryczne przybliżenie może być wystarczające do zamierzonego celu. W niektórych przypadkach możliwe jest zastosowanie bliskiego przybliżenia idealnej zależności. Natomiast niewskazane jest wybieranie modelu wyłącznie dla wygody, gdy skutkuje to prostszą analizą lub dostępne jest oprogramowanie do jego realizacji. W wyjątkowych przypadkach przyjmuje

się, że analiza może być trudna lub oprogramowanie jest niedostępne albo trudne do opracowania. W przypadku zastosowania prostszego modelu pojawi się niepewność związana z estymatą menzurandu wynikająca z tego uproszczenia.

Przekształcenia modeli

Jeśli istnieje możliwość przekształcenia wyrażenia niejawnego w wyrażenie jawne, może istnieć preferowany wybór zależny od konkretnych okoliczności. Czasami preferowana jest postać niejawna, ponieważ może być korzystniejsza numerycznie niż postać jawna.

W wielu etapowych procesach metrologicznych wielkości z pomiarów pośrednich są wykorzystywane w kolejnych pomiarach. Każdy etap procesu można opisać za pomocą modelu pomiaru z wielkościami wejściowymi i wyjściowymi. Ten zbiór modeli stanowi wielostopniowy model pomiaru i może być używany jako taki. Cały proces można czasami wygodnie opisać za pomocą jednostopniowego modelu, nieraz obejmującego inną liczbę wielkości.

Modele wielostopniowe powstają również jako naturalna konsekwencja łańcucha spójności pomiarowej. Niekiedy, aby poprawnie oszacować niepewność związaną z estymatą wielkości wyjściowych na danym etapie, konieczne jest uwzględnienie poprzednich etapów w powiązaniu z obecnym. W efekcie może być konieczne rozważenie odpowiednich modeli pomiaru jako pojedynczego, wielostopniowego modelu. Przykładowo w pomiarach masy i siły pojawia się sytuacja, w której kowariancje między objętością a masą, na różnych etapach łańcucha spójności pomiarowej, muszą być brane pod uwagę w celu prawidłowej oceny wpływu korekcji w poru na niepewność związaną z estymatą wielkości wyjściowej przy wzorcowaniu. Wzorcowanie jest ważnym przykładem modelu wielostopniowego, w którym po określeniu funkcji wzorcowania następuje jej zastosowanie. Podział na etapy jest konieczny, gdy jedno laboratorium wyznacza funkcję wzorcowania, a inne ją stosuje. Gdy istnieje kilka parametrów wzorcowania, kowariancje parametrów, jak również ich niepewności standardowe, muszą być uwzględnione w następnym etapie. Łączenie etapów, gdy jest to możliwe, pozwala uniknąć konieczności uwzględniania kowariancji. Czasami zmiana zmiennych może spowodować alternatywne przedstawienie modelu, która pozwala pominąć te kowariancje.

Utrata dokładności numerycznej

Niedokładność może wystąpić w obliczeniach numerycznych w wyniku użycia formuły lub algorytmów, które są matematycznie poprawne, ale nie są odpowiednie dla danego zadania. Taka niedokładność może wystąpić

w wielu przypadkach, na przykład przy obliczaniu podstawowych statystyk, jak średnia czy odchylenie standardowe eksperymentalne. Konkretnie przyczyny takiego zachowania obejmują błędy numeryczne spowodowane utratą cyfr znaczących, wynikające z narastania błędu zaokrąglania.

Potrzeba oceny funkcji pomiaru podawanych w postaci wzoru matematycznego jest szeroko rozpowszechniona w metrologii. Formuły są podawane w dokumentach, raportach, procedurach, specyfikacjach, przewodnikach czy normach. Służą do wyrażania zarówno teoretycznych, jak i empirycznych związków między wielkościami. Metrologicy mają prawo oczekiwać, że formuła dana z sprawdzonego źródła jest odpowiednia do celu, dla którego została opracowana. Innymi słowy, formuła może być bezpośrednio obliczana lub implementowana numerycznie. Nie zawsze jest tak, że wierna realizacja danego wzoru daje wynik z oczekiwaną dokładnością numeryczną, zwłaszcza w porównaniu z zastosowaniem alternatywnych matematycznie równoważnych formuł. W niektórych przypadkach utrata dokładności numerycznej może być nie do zaakceptowania.

Często można zrekompensować utratę dokładności numerycznej, zwłaszcza jeśli przewiduje się, że może to mieć negatywny wpływ na obliczone wyniki. Ponowna parametryzacja wyrażenia matematycznego może, w niektórych przypadkach, znacznie poprawić dokładność obliczeniową ocenianego wyniku. Zalecane jest też korzystanie z dobrej jakości bibliotek oprogramowania matematycznego.

Rozpoznanie oddziaływań pochodzących z pomiaru

Identyfikacja oddziaływań pojawiających się przy praktycznej realizacji pomiaru jest jednym z najtrudniejszych zadań przy konstruowaniu modelu zgodnego z przeznaczeniem. Należy brać pod uwagę następujące oddziaływania dotyczące:

- realizacji specyfikacji menzurandu,
- przybliżeń i założeń w modelowaniu pomiaru,
- warunków pomiaru,
- wpływów zewnętrznych (w tym środowiskowych),
- dryfu układu pomiarowego,
- wzorców pomiarowych i certyfikowanych materiałów odniesienia,
- artefaktów, przedmiotów lub materiałów, dla których ma zastosowanie wynik pomiaru,
- niestabilności lub niejednorodności artefaktów lub materiałów podlegających pomiarowi,
- próbkowania,
- przygotowania próbki,
- wzorcowania,

- odczytu analogowych i cyfrowych układów pomiarowych,
- rozdzielczości systemu lub progu dyskryminacji,
- zerowania przyrządu,
- różnic i korelacji między obserwacjami.

Zasadniczo wszystkie powyższe oddziaływania należy uwzględnić w modelu pomiaru. Istnieją różne sposoby rozszerzenia podstawowego modelu, aby uwzględnić określone oddziaływania. Celem opracowania podstawowego modelu pomiaru jest uzupełnienie go tak, aby stał się modelem obejmującym wszystkie wielkości i oddziaływania wpływające na wynik pomiaru. Oddziaływania należy opisać na tyle dobrze, aby można było je skorygować.

Oddziaływania wynikające z pomiaru można często opisać jako wpływ na jedną lub więcej wielkości wejściowych. W związku z tym właściwe jest modelowanie takich oddziaływań w odniesieniu do wielkości wejściowych, których one dotyczą. Inna, często występująca, sytuacja ma miejsce, gdy oddziaływania nie można łatwo opisać jako wpływ na wielkość wejściową. Takie oddziaływania należy uwzględnić w modelu pomiaru jako wpływ na wielkość wyjściową. Te sytuacje mają miejsce we wszystkich rodzajach badań produktów i materiałów, a także przy wytwarzaniu materiałów odniesienia, w ocenie jednorodności lub stabilności partii.

Rozważając, czy oddziaływanie można opisać dostatecznie dobrze, aby umożliwić korekcję, można wyróżnić dwie szerokie kategorie.

- **Dobrze zrozumiane oddziaływania.** Wiele oddziaływań można z powodzeniem zmierzyć lub oszacować przy wystarczająco małej niepewności, aby poprawić wynik pomiaru. Inne mogą być scharakteryzowane małymi niepewnościami w porównaniu z docelową niepewnością pomiaru.
- **Słabo zrozumiane oddziaływania.** Istnieją inne oddziaływania, ale niewiele można powiedzieć o ich wartości, a nawet o ich znaku w danym pomiarze. Niektórych oddziaływań systematycznych nie można łatwo zmierzyć lub scharakteryzować w sposób wystarczający do skorygowania w konkretnym pomiarze. Nie jest możliwe dokonanie korekcji dla żadnego z tych oddziaływań. Mogą one natomiast przyczynić się znacznie do niepewności pomiaru.

Postać matematyczna, w której modelowane jest oddziaływanie, zależy przede wszystkim od tego, czy oddziaływanie jest stałe w zakresie odpowiednich wartości dla odpowiedniej wielkości, czy też jest określone pewną zależnością. W przypadkach gdy istnieje ustalony związek funkcjonalny, należy go zastosować lub uprościć taki związek, jeśli można wykazać, że jest on odpowiedni do zastosowanego celu.

Dobrze zrozumiane oddziaływania wywierają wpływ na estymatę menzurandu, której wartość można określić i dla której można z powodzeniem rozważyć korekcję. Są one włączane do modelu pomiaru poprzez wprowadzenie wielkości wejściowych, jako poprawek lub mnożników poprawkowych, w celu skompensowania odpowiednio oddziaływań addytywnych (bezwzględnych) lub multiplikatywnych (proporcjonalnych do menzurandu). Związane z nimi niepewności opisują wątpliwości co do tego, jak dobrze znane są poprawki lub mnożniki poprawkowe. Wiadomo że niektóre wielkości wejściowe zależą od innych wielkości, dlatego model pomiaru byłby wyrażony w postaci powiększonego zbioru wielkości wejściowych.

W wielu przypadkach poprawki lub mnożniki poprawkowe można opisać za pomocą wyrażeń matematycznych, które reprezentują zjawiska fizyczne powodujące oddziaływanie.

Jeśli nie ma określonego związku między oddziaływaniem a daną wielkością, to często zależność określa się eksperymentalnie. Należy również wziąć pod uwagę możliwość, że składowa niepewności wynikająca z badanego oddziaływania niekoniecznie jest stała w zakresie rozważanych wartości wielkości wywołującej to oddziaływanie. Dobrze opracowany eksperyment dostarcza danych w tym zakresie, dzięki czemu można ocenić, czy składowa niepewności jest najlepiej przybliżona przez udział, który jest niezależny lub proporcjonalny do wartości menzurandu lub ma jakiś inny związek z menzurandem. W pierwszej sytuacji oddziaływanie należy modelować jako składnik addytywny, natomiast w drugiej właściwym wyborem jest mnożnik poprawkowy.

Korekcja odpowiadająca dobrze zrozumiałemu oddziaływaniu powinna zawsze znajdować się w modelu pomiaru w postaci wyrażenia matematycznego. Sposób określenia (nieznanej) wartości korekcji jest kwestią wyboru, w dużej mierze zależną od niepewności docelowej. Wartość jej można określić eksperymentalnie podczas pomiaru lub oszacować na podstawie innych informacji lub przyjąć jako równą zero, jeśli jest addytywna, lub jedności, jeśli jest multiplikatywna, w którym to przypadku korekcja nie wpływa na estymatę menzurandu. Niezależnie od jej wartości, poprawka w modelu pomiaru przyczynia się do niepewności związanej z estymatą menzurandu.

Im większy wysiłek włożymy w wyznaczenie korekcji, tym lepsza jest dostępna wiedza na jej temat i tym bardziej wiarygodna jest wynikająca z tego niepewność. Uproszczenie modelu pomiaru, poprzez zaniedbanie korekcji lub włączenie tylko prostej, przybliżonej jej postaci dla bardziej złożonego oddziaływania, może znacznie

zmniejszyć wysiłek wymagany do scharakteryzowania pomiaru i oceny jego niepewności.

Słabo poznawalne oddziaływania, w przeciwieństwie do tych dobrze poznanych oddziaływań, są znane, ale niewiele można powiedzieć w konkretnych pomiarach o ich wartości, a nawet o ich znaku. Chociaż nie można w użyteczny sposób dokonać korekcji tych oddziaływań, ważne jest, aby uwzględnić je w modelu pomiaru, ponieważ przyczyniają się one do niepewności związanej z estymatą mierzandru.

Przypadki słabo poznanych oddziaływań obejmują oddziaływania spowodowane przez operatorów, warunki pomiarowe utrzymywane w określonych granicach, różne artefakty i próbki. Oddziaływania te, które powodują rozproszenie wartości uzyskanych dla mierzandru, powinny być włączone do modelu pomiaru.

Dostępna wiedza na temat słabo poznanych oddziaływań jest formalnie ujęta w zmiennej losowej o zerowej wartości oczekiwanej oraz odpowiednio w addytywnym lub multiplikatywnym oddziaływaniu, a także odchyleniu standardowym, zapewniającym racjonalną reprezentację niepewności związaną z tym oddziaływaniem. Taka zmienna losowa nie modyfikuje pomiaru, ale przyczynia się do niepewności związanej z tą estymatą.

W wielu przypadkach to samo oddziaływanie wpływa na dwie lub więcej wielkości wejściowych w modelu pomiaru, wprowadzając w ten sposób korelację. Takie oddziaływanie wynika, na przykład, z tego samego układu pomiarowego, wzorca pomiarowego lub danych odniesienia. Niemniej jednak w niektórych sytuacjach może być wygodniejsze zachowanie kowariancji, a nie zwiększanie liczby wielkości wejściowych. W wielu przypadkach nie jest możliwe usunięcie korelacji z powodu niewystarczających informacji. Taka sytuacja może mieć miejsce, gdy wzorce pomiarowe są wzorcowane w określonym laboratorium a stosowane w innym laboratorium do kolejnych wzorcowań.

Korelacja wyodrębnionych oddziaływań wpływa na budowę stosownego modelu pomiaru i na wyznaczenie niepewności związanej z estymatą mierzandru. Warto opisać te wspólne oddziaływania w ramach modeli wielostopniowych.

Dryf i inne oddziaływania zależne od czasu

Wiele wzorców pomiarowych wykazuje dryf w czasie. Wzorec pomiarowy wykorzystywany jako odniesienie zazwyczaj nie jest wzorcowany bezpośrednio przed użyciem. Za każdym razem konieczne jest uaktualnienie jego wartości i niepewności standardowej odzwierciedlającej możliwe zmiany w wzorcu pomiarowym od czasu jego ostatniego wzorcowania. Poprzez dopasowanie

odpowiedniego modelu do zapisanych wartości w zależności od czasu, wartość wzorca pomiarowego i związanej z nim niepewności można określić w momencie jego użycia.

Znając historię wzorca można dostrzec, czy zmienia się on losowo lub czy istnieje tendencja, że zmiany mają charakter liniowy. W przypadku dobrze utrzymanego wzorca pomiarowego model dryfu liniowego jest często właściwy.

Model powinien zawierać człony reprezentujące oddziaływania czasowe. Człony te mogą opisywać korekcje do obserwacji, tak aby odnosiły się one do pojedynczej wielkości zmierzonej w dogodnym czasie odniesienia. Alternatywnie, człony mogą stanowić parametry w modelu obserwacji jako funkcja czasu. Korekcje (w pierwszym przypadku) oraz parametry funkcji (w drugim przypadku) są scharakteryzowane przez estymaty i związane z nimi niepewności oraz kowariancje, czy bardziej ogólnie przez wspólny rozkład prawdopodobieństwa.

Modele statystyczne stosowane w metrologii

Modele statystyczne wykorzystują rozkłady prawdopodobieństwa do ustalenia zmienności powtarzanych obserwacji tej samej właściwości, która zależy od mierzandru, lub rozproszenia wielokrotnie zmierzonych wartości uzyskanych dla tego samego mierzandru, przy nieznannej, pojedynczej prawdziwej wartości mierzandru. Modele tego rodzaju są podstawą wszystkich ocen niepewności typu A, nawet jeżeli nie są wyraźnie sformułowane. Modele statystyczne są matematycznymi lub algorytmicznymi opisami relacji między obserwacjami empirycznymi a wartością jakiejś istotnej właściwości. Cechą charakterystyczną modeli statystycznych, która odróżnia je od innych rodzajów modeli matematycznych, jest to, że rozkłady prawdopodobieństwa są wykorzystywane do uwzględnienia faktu, że obserwacje empiryczne dokonywane wielokrotnie w odniesieniu do tej samej właściwości zazwyczaj się różnią, nawet jeśli wartość tej właściwości pozostaje stała.

Modele statystyczne wykorzystują rozkłady prawdopodobieństwa do opisanie zmienności próbkowania lub bardziej ogólnie niepewności, które sprawiają, że szczegółowe informacje na temat obserwacji (dane empiryczne) są nieprzewidywalne. Jako modele pomiaru można stosować wiele różnych typów modeli statystycznych. Modele statystyczne wiążą dane wejściowe pomiarowe (obserwacje) z prawdziwą wartością mierzandru w sposób probabilistyczny. Na przykład tak zwane *równanie obserwacji* wyraża obserwacje, jako zrealizowane wartości zmiennych losowych, których rozkład prawdopodobieństwa zależy od prawdziwej wartości mierzandru,

a dokładniej gdzie taka wartość prawdziwa jest znaną funkcją jednego lub kilku parametrów, które określają rozkład prawdopodobieństwa obserwacji.

Modele przy wzorcowaniu i analizach

Wzorcowanie przyrządu pomiarowego służy do scharakteryzowania tego, jak zareaguje przyrząd, gdy zostanie zastosowany wzorzec pomiarowy. Ta charakterystyka obejmuje ustalenie relacji (*funkcja wzorcowania*) między wartościami wzorców pomiarowych a wskazaniem przyrządu. Aby zastosować przyrząd w praktyce, potrzebna jest odwrotna zależność, która odwzorowuje wskazanie przyrządu na wartość mierzand. Model statystyczny, zwykle najbardziej odpowiedni przy wzorcowaniu, to regresja, która może być wykorzystywana do tworzenia funkcji analizy bezpośrednio, a nie przez odwrócenie funkcji wzorcowania. Gdy niepewności związane z wartościami wzorców są pomijalne w porównaniu z niepewnościami związanymi ze wskazaniem przyrządu, wystarczająca może być zwykła regresja, gdzie dopasowana krzywa wzorcowania minimalizuje różnice między obserwowanymi a przewidywanymi wartościami wskazań przyrządu. W niektórych przypadkach funkcja analizy (lub pomiaru) jest określana bezpośrednio podczas wzorcowania, a nie poprzez matematyczne odwrócenie odpowiedniej funkcji wzorcowania.

Modele dla korygowania obserwacji

W pomiarach geodezyjnych i astronomicznych, a także w konwencjonalnej metrologii wymiarowej, *korygowanie obserwacji* polega na zastosowaniu modelu pomiarowego i procedury redukcji danych w celu uzyskania wzajemnie spójnych estymat wartości prawdziwych mierzandów. Zastosowania obejmują „wygładzenie” chmur punktów zmierzonych przez różne współrzędnościowe maszyny pomiarowe i wyrażane w odniesieniu do różnych układów odniesienia. We wszystkich przypadkach wymagana jest ocena wyników pomiaru za pomocą wyznaczenia niepewności.

Model, który jest najczęściej używany do korygowania obserwacji, wyraża każdą obserwację jako sumę nieznannej wartości prawdziwej i nieobserwowalnego błędu (który może być skalarem lub wektorem) ze średnią równą zero, gdzie zakłada się, że wartość prawdziwa spełnia określone „równania warunków”. Korygowanie jest zwykle przeprowadzane przy użyciu metody najmniejszych kwadratów, która jest równoważna metodzie największego prawdopodobieństwa, kiedy zakłada się, że błędy są wynikiem niezależnych zmiennych losowych o rozkładzie normalnym.

Bayesowskie modele statystyczne

Bayesowskie modele statystyczne odzwierciedlają rozumienie niepewności, jako charakteryzujące stany niepełnej wiedzy o prawdziwej wartości wielkości wejściowych i mierzand. Są szczególnie przydatne, gdy istnieje informacja o rzeczywistej wartości mierzand przed uzyskaniem wyników nowego pomiaru, umożliwiając aktualizację takich informacji o dane, które zostaną uzyskane w tym nowym pomiarze.

Charakterystyczną cechą podejścia bayesowskiego jest to, że dane eksperymentalne są modelowane jako zrealizowane wartości lub wyniki zmiennych losowych z rozkładami prawdopodobieństwa obejmującymi parametry, których wartości są nieznane lub znane niecałkowicie. Parametry te są modelowane jako zmienne losowe, stąd też mierzand jest funkcją tych parametrów. Jednak żadna z tych zmiennych losowych nie jest dostępna do bezpośredniej obserwacji, a wiedzę o ich wartościach uzyskuje się jedynie na podstawie danych empirycznych. Estymaty i wyznaczone niepewności dla parametrów są wyprowadzane z warunkowego rozkładu prawdopodobieństwa parametrów dla zadanych danych (*rozkład a posteriori*). Rozkład przypisany mierzandowi i wszelkim innym wielkościom, których wartości są nieznane, nazywa się *rozkładem a priori*. Przekazuje on istniejącą wiedzę na temat mierzand, zanim jakiegokolwiek nowe dane zostaną uzyskane w nowym eksperymencie pomiarowym. Wiedza ta może pochodzić z danych historycznych, opisuje przykładowo w tym przypadku przypisanie wartości do materiałów odniesienia czy wzorców pomiarowych, lub może odzwierciedlać subiektywną ekspercką ocenę tego co wiadomo o wartości mierzand.

Opracowanie modelu bayesowskiego w praktyce obejmuje wybór rozkładu a priori. Ten wybór jest zazwyczaj wymagający. Ponadto implementacja i stosowanie modelu bayesowskiego w praktyce wymaga znajomości odpowiedniego specjalistycznego oprogramowania do obliczeń statystycznych.

Procedury bayesowskie tworzą rozkład prawdopodobieństwa dla parametrów rozkładu leżących u podstaw danych wejściowych (lub arbitralnie dużej próby pobranej z tego rozkładu), z którego można w prosty sposób wyprowadzić rozkład prawdopodobieństwa dla mierzand. Rozkład ten zależy nie tylko od modelu zastosowanego dla obserwacji, ale także od wcześniejszego rozkładu wybranego dla parametrów mierzand.

Ocena adekwatności modelu pomiaru

Model pomiaru jest odpowiedni, jeżeli estymata mierzand, otrzymana przy jego zastosowaniu, jest

skorygowana o wszystkie znane oddziaływania, a związana z nią niepewność odzwierciedla wszystkie czynniki, które mogłyby w uzasadniony sposób wpłynąć na estymatę. W takim przypadku wartości dla tej samej mierzand, uzyskane przy użyciu modeli alternatywnych, powinny być zgodne w ramach określonych niepewności. Ponadto model pomiaru powinien zapewnić estymaty i związane z nimi niepewności dla całego zakresu mierzand i wartości wielkości wejściowych, dla których został opracowany.

Doświadczalna realizacja pomiaru w układzie pomiarowym to najbardziej ogólne sprawdzenie adekwatności wybranego modelu. Takie dowody są zwykle uzyskiwane podczas walidacji procedury pomiarowej. Istnieją różne sposoby eksperymentalnej oceny modelu pomiarowego, takie jak:

- udział w porównaniach międzylaboratoryjnych i wykorzystanie estymaty i niepewności z modelu pomiarowego przy ich ocenie,
- stosowanie certyfikowanego materiału odniesienia (CRM) lub metody odniesienia do oceny wykonania procedury pomiarowej,
- porównanie wyników modelu pomiarowego z danymi literaturowymi lub odniesieniami.

Poprzez wykazanie zgodności między wartościami zmierzonymi i wartościami odniesienia, w ramach odpowiednich niepewności, zapewniona jest adekwatność modelu. Podobnie nieoczekiwana niezgodność zwykle wymaga dalszych badań i powinna skutkować udoskonaleniami preferowanego modelu pomiaru.

Dane odniesienia, dokładne lub nie, są szeroko stosowane w celach porównań. „Dokładne” dane można często uzyskać poprzez odwrócenie proponowanego modelu w celu wygenerowania przykładowych danych z zadanych wartości dla mierzand. Proces ten daje pewność, że model został prawidłowo zastosowany. Tam gdzie możliwe jest wygenerowanie przykładowych danych z bardziej kompletnego modelu lub z danych dotyczących dobrze scharakteryzowanych pozycji badawczych, wykazanie, że oczekiwany wynik zostanie zwrócony, zapewni dodatkowe zaufanie do faktycznie używanego modelu. W wielu przypadkach przykładowe dane i obliczenia są publikowane w postaci odpowiednich metod pomiarowych lub badawczych. Porównanie obliczonych wyników z tymi dla odpowiednich wzorców dostarcza dowodów na adekwatność modelu. Oceniając adekwatność w zakresie lub podzakresie zwykle wystarczy zbadać zamierzone ekstrema i niewielką liczbę przypadków pośrednich. Szczególną uwagę należy zwrócić na strefy, w których zmieniają się założenia modelowania. Jeżeli liczba członów w modelu obliczeniowym jest dostosowywana w zależności od zmierzonej odpowiedzi,

adekwatność modelu należy potwierdzić w pobliżu każdego takiego punktu decyzyjnego. Należy zwrócić uwagę na wrażliwość wyniku pomiaru na wybór modelu.

Oprócz sprawdzania wielkości wyjściowych modelu pomiaru istnieje kilka innych, które są szczególnie pomocne w weryfikacji poprawności tego modelu. Działania te obejmują następujące czynności:

- przegląd składowych w modelu pomiaru,
- sprawdzenie, czy model uproszczony odpowiednio odtwarza wyniki bardziej kompletnego modelu, który aproksymuje się przy użyciu np. docelowej niepewności pomiaru,
- potwierdzenie, że dokładność numeryczna komputera jest wystarczająca dla określonego zastosowania,
- w przypadku modeli dopasowanych do danych, weryfikacja poprawności modelu i przyjętych założeń dotyczących rozkładu,
- uzyskanie dowodów przydatności modelu na podstawie literatury naukowej,
- uzyskanie eksperymentalnych dowodów na to, że model działa odpowiednio do zamierzonego zastosowania,
- potwierdzenie, że niepewności przewidywane przez model są zgodne z obserwowaną wykonalnością procedury pomiarowej.

Należy zweryfikować składowe w modelu pomiaru. Obejmują one składowe uzyskane na podstawie ustalonych zasad naukowych oraz oddziaływania wynikające z rozważań metrologicznych. Gdy proponowany model jest celowym uproszczeniem bardziej złożonego modelu, który można również zastosować, porównanie wyników uzyskanych przez oba modele będzie wskazywać na zgodność między nimi. Jeżeli niepewności pomiaru i różnice w obliczonych wartościach są małe w porównaniu z docelową niepewnością pomiaru, uproszczony model można uznać za odpowiedni.

Wykorzystanie modelu pomiaru

Głównym zastosowaniem modelu pomiaru jest obliczenie estymaty mierzand i związanej z nią niepewności. W zależności od wymagań niepewność może być podawana jako niepewność standardowa lub przedział rozszerzenia dla określonego prawdopodobieństwa rozszerzenia. Zwłaszcza, w przypadku stosowania metod Monte Carlo lub bayesowskich, bardziej odpowiednie może być przedstawienie rozkładu prawdopodobieństwa dla mierzand. To ostatnie jest szczególnie przydatne, gdy wielkość wyjściowa modelu pomiaru jest używana do późniejszego obliczenia niepewności, przyjmując rozkład prawdopodobieństwa, jako wielkość wejściowa.

Przy danych wartościach wielkości wejściowych w modelu pomiaru odpowiadająca im wartość

menzurandu jest uzyskiwana poprzez obliczenie wzoru lub rozwiązanie równania. Niektóre wielkości mogą mieć wartości zespolone. Może istnieć pojedynczy (skalarny) menzurand lub wiele takich menzurandów (menzurand wektorowy). Narzędzia matematyczne, statystyczne lub numeryczne, zastosowane do uzyskania estymaty menzurandu i wyznaczenia niepewności, zależą od postaci modelu pomiaru.

Prawo propagacji niepewności obowiązuje dla liniowego modelu pomiaru, to znaczy modelu, który jest liniowy pod względem wielkości wejściowych. Dla pojedynczej wielkości wyjściowej Y przyjmuje liniową postać:

$$Y = c_0 + c_1 X_1 + \dots + c_N X_N \quad (1)$$

gdzie c_i to stałe a X_i to wielkości wejściowe. Wyrażenie to w prosty sposób jest uogólniane na modele wielowymiarowe i na modele obejmujące wielkości zespolone.

Nieliniowy model pomiaru to model, którego nie można wyrazić w postaci równania (1). Przy pewnym stopniu przybliżenia model nieliniowy można wyrazić lokalnie w postaci liniowej w sąsiedztwie estymat x_i wielkości wejściowych. Na podstawie tej postaci liniowej można zastosować prawo propagacji niepewności, aby uzyskać przybliżenie niepewności standardowej związanej z estymatą y wielkości wyjściowej.

Stosowanie modelu pomiaru do ekstrapolacji poza przedział, w którym jest on uznawany za ważny, jest niewskazane. Zasadniczo nie jest bezpieczne dopasowanie modelu empirycznego lub hybrydowego do danych i używanie modelu poza zakresem dopasowanych danych. Ekstrapolacja z funkcjami czysto empirycznymi, takimi jak wielomiany czy splajny, jest szczególnie niebezpieczna. Takie funkcje mogą wykazywać fałszywe zachowanie poza zakresem danych i nie powinny być używane do tego celu. W pewnych okolicznościach model teoretyczny może być stosowany z ostrożnością do ekstrapolacji poza zakres danych, który go definiuje, gdy ocenia się, że model odpowiednio opisuje określone zjawisko.

Ogólna klasyfikacja modeli pomiaru

Modele pomiaru klasyfikowane są na jedno i wielowymiarowe, jawne i niejawne oraz skalarnie i zespolone (złożone).

Model pomiaru odnoszący się do pojedynczej wielkości wyjściowej Y i do wielkości wejściowych X_i jest określany jako jednowymiarowy i jawny. Podając wartości dla wielkości wejściowych model jawny umożliwia bezpośrednie określenie odpowiadającej wartości wielkości wyjściowej. Model pomiaru w postaci:

$$Y_1 = f_1(X_1, \dots, X_N), \dots, Y_m = f_m(X_1, \dots, X_N) \quad (2)$$

gdzie Y_1, \dots, Y_m to m wielkości wyjściowych, a f_1, \dots, f_m oznacza m funkcji pomiaru, jest określany jako wielowymiarowy i jawny. Model pomiaru przyjmujący postać:

$$h(Y, X_1, \dots, X_N) = 0 \quad (3)$$

gdzie Y jest skalarną wielkością wyjściową, a h oznacza funkcję Y i wielkości wejściowych X_1, \dots, X_N , jest określany jako jednowymiarowy i niejawny. W szczególności równania (3) nie można łatwo przedstawić w postaci funkcji pomiaru. Na ogół jest to rozwiązywane numerycznie, realizowane za pomocą procedury iteracyjnej. Z kolei model pomiaru postaci:

$$h_1(Y_1, X_1, \dots, X_N) = 0, \dots, h_m(Y_m, X_1, \dots, X_N) = 0 \quad (4)$$

z pośrednio definiowanymi wielkościami wyjściowymi Y_1, \dots, Y_m , pod względem wielkości wejściowych X_1, \dots, X_N , jest określany jako wielowymiarowy i niejawny. Zwykle równanie (4) nie można łatwo przedstawić w postaci funkcji pomiaru f_1, \dots, f_m , jak w jawnym przypadku wielowymiarowym.

Natomiast złożony model pomiaru obejmuje co najmniej jedną wielkość o wartości zespolonej. Modele złożone można również sklasyfikować jako jednowymiarowe i jawne, wielowymiarowe i jawne, jednowymiarowe i niejawne oraz wielowymiarowe i niejawne.

Dodatkowe rozważania

Dokument zawiera pięć uzupełnień dotyczących:

- modelowania pomiarów dynamicznych za pomocą liniowych układów niezmiennych w czasie, w tym modele czasu ciągłego i modele dyskretne,
- modelowania zmiennej losowej, w tym obejmującego:
 - włączanie zmiennych losowych do modelu pomiaru,
 - zmienne losowe związane z wielkością wyjściową,
 - zmienne losowe jako oddziaływania związane z menzurandem,
 - źródła zmiennych losowych,
 - asymetryczne rozkłady dla oddziaływań,
- przedstawiania wielomianów,
- analizy przyczynowo-skutkowej,
- linearyzacji modelu pomiaru i sprawdzenie jego adekwatności.

Podsumowanie

Przedstawiony dokument ukazuje się po dłuższej przerwie od ostatniego [6], którego publikacja miała miejsce w 2012 roku. Jest szczególnie istotny, ze względu na zawarte w nim podejście modelowe przy opracowaniu danych pomiarowych, lansowane szczególnie w przewodnikach [4] i [5]. Wychodzi naprzeciw oczekiwaniu

potwierdzenia tego, że model pomiaru, w każdej możliwej postaci, jest warunkiem koniecznym przy obliczaniu wyniku pomiaru. Współczesna postać wyniku ma charakter probabilistyczny, wyznaczany bezpośrednio za pośrednictwem modelu, którego dopiero parametry określają wartość mierzalną wraz z jego niepewnością. Dokument znacząco część miejsca poświęca oddziaływaniom, rozumianym jak wielkości wpływające. Przy tworzeniu modelu pomiaru należy je uwzględniać, gdyż w istotny sposób wpływają na niepewność pomiaru. Często liczba uwzględnianych oddziaływań i sposób ich oszacowania wpływa zasadniczo na wynik pomiaru, nawet bardziej niż statystyczne rozproszenie wartości obserwacji w przeprowadzonym pomiarze. Szczególnie dotyczy to pomiarów wykonywanych na stabilnym obiekcie w stabilnych warunkach pomiarowych, takich jak przy wzorcowaniu.

Omówiony Przewodnik jest naturalną kontynuacją rozważań zawartych w klasycznym już dziele dotyczącym wyrażania niepewności pomiaru [2], od którego pierwszego wydania upłynęło już ponad 25 lat. Jest świadectwem ewolucji jaka dokonuje się w obszarze metrologii, nastawionej na probabilistyczne podejście w dziedzinie opracowania danych pomiarowych. Model pomiaru stał się podstawą przy opracowaniu wyniku pomiaru, niezależnie od dziedziny pomiarowej, w laboratoriach badawczych i wzorcujących, jak również przy opracowaniu wyników badań naukowych.

Bibliografia

- [1] JCGM GUM-6:2020 Guide to the expression of uncertainty in measurement – Part 6: Developing and using measurement models.
- [2] JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [3] JCGM 104:2009 Evaluation of measurement data – An introduction to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” and related documents.
- [4] JCGM 101:2008 Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method.
- [5] JCGM 102:2011 Evaluation of measurement data – Supplement 2 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Extension to any number of output quantities.
- [6] JCGM 106:2012 Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment.

- [7] P. Fotowicz: Omówienie międzynarodowego dokumentu Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method. Biuletyn GUM, nr 3 (2007), s. 3-10.
- [8] P. Fotowicz: Omówienie międzynarodowego dokumentu JCGM 102:2011 dotyczącego wyrażania niepewności pomiaru. Biuletyn GUM nr 3 (2014), s. 17-20.
- [9] JCGM 100:2008 Ewaluacja danych pomiarowych – Przewodnik wyrażania niepewności pomiaru.
- [10] PKN-ISO/IEC Guide 99. Międzynarodowy słownik metrologii. Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM).



Paweł Fotowicz

Doktor nauk technicznych, redaktor naczelny Biuletynu *Metrologia i Probiernictwo* i wykładowca w Głównym Urzędzie Miar. Prowadzący seminaria GUM i kursy szkoleniowe dotyczące podstaw metrologii i praktyki obliczania niepewności pomiaru. Autor ponad stu pięćdziesięciu publikacji dotyczących teoretycznych zagadnień metrologii, m. in. w międzynarodowych i krajowych czasopismach naukowych takich jak: *Metrologia, Measurement, Measurement Science and Technology, Metrology and Measurement Systems, PAK* czy *PAR*. Redaktor i współredaktor opracowań monograficznych: *Niepewność pomiarów w teorii i praktyce* oraz *Polska Administracja Miar – Vademecum*.

Wiedza o rozpuszczalności gazów może uratować życie

Knowledge of gas solubility can save lives

Iwona Misztal

Okręgowy Urząd Miar w Katowicach

W artykule opisano prawo Henry'ego dotyczące rozpuszczalności gazów w cieczach w zależności od ciśnienia i temperatury. Znajomość stałej Henry'ego odgrywa bardzo ważną rolę w procesie oddychania, na przykład podczas nurkowania czy przy produkcji napojów gazowanych. Od 200 lat wiedza o rozpuszczalności gazów ratuje ludzkie życie.

The article is about Henry's law on the solubility of gases in liquids depending on pressure and temperature. Knowing the Henry's constant plays a very important role in the breathing process, for example when you are diving or in the production of sodas. For 200 years, knowledge of gas solubility had saved lives.

Słowa kluczowe: rozpuszczalność, stała Henry'ego, teoria dekompresji w nurkowaniu

Keywords: solubility, Henry's constant, decompression theory in diving

Wstęp

Rozpuszczalność to zdolność substancji chemicznych w postaci stałej, ciekłej i gazowej (substancji rozpuszczalnej) do rozpuszczania się w stałej, ciekłej, gazowej fazie dyspergującej (rozpuszczalniku) tworząc roztwór, czyli mieszaninę homogeniczną [1]. Rozpuszczalność określa, jak dużo danego składnika można rozpuścić w rozpuszczalniku w pewnych warunkach, w celu uzyskania roztworu nasyconego. Może dochodzić do przekroczenia rozpuszczalności danej substancji, prowadząc do powstawania roztworów przesyconych, to znaczy, ciecz jest przesycona gazem, gdy ciśnienie wewnętrzne jest wyższe niż ciśnienie zewnętrzne.

Ciecz jest nienasycona, gdy jest w stanie rozpuścić więcej gazu. Dzieje się tak, gdy ciśnienie zewnętrzne jest większe niż ciśnienie wewnętrzne cieczy. Rozpuszczalność zależy od rodzaju substancji rozpuszczonej, rodzaju rozpuszczalnika, temperatury, a dla gazów również od ciśnienia.

Prawo Henry'ego

William Henry (1775–1836), angielski fizyk i chemik, przemysłowiec z Manchesteru, właściciel fabryki

produkującej mleko magnezjowe (lek przeciw nadkwasocie), w wyniku przeprowadzonych badań dotyczących rozpuszczalności gazów w cieczach, w 1803 roku, wykrył zależność rozpuszczalności gazów w cieczach w zależności od ciśnienia w stałej temperaturze, według którego masa gazu, rozpuszczająca się w określonej ilości cieczy, jest wprost proporcjonalna do ciśnienia gazu nad cieczą.

Zależność tę określa równanie:

$$m = k \cdot p \quad (1)$$

w którym:

m	masa gazu rozpuszczona w określonej ilości cieczy
p	ciśnienie gazu nad cieczą
k	współczynnik proporcjonalności (rozpuszczalności)

Stała k , nazywana stałą Henry'ego, zależy od natury gazu, rozpuszczalnika i temperatury. Prawo Henry'ego nazywa się „prawem” dlatego, że wyjaśnia zjawiska

William Henry był nauczycielem dla wielu fizyków i chemików, cenił sobie „metodę, porządek i czystość”.

Jego zdaniem:

*Jedno doświadczenie,
dobrze przeprowadzone
od początku do końca,
dostarczy więcej wiedzy niż
uważne przeczytanie
całego tomu.*

Painted by James Lonsdale.

Engraved by Henry Cousins

William Henry. M.D. F.R.S.

Vice President of the Literary and Philosophical Society of Manchester &c. &c.

P.64

przyrody w najbardziej naukowy i matematycznie ścisły sposób. Prawo Henry'ego stosuje się w sytuacji, gdy substancji rozpuszczonej jest dużo mniej niż rozpuszczalnika. Przez rozpuszczalnik rozumiemy tę substancję, której jest najwięcej.

Nie możemy mówić o rozpuszczalniku i substancji rozpuszczonej, jeżeli ilość obu substancji mało się od siebie różnią, powstały roztwór określamy wówczas terminem mieszanina. Rozpuszczalnik przyjmuje się według zasady, że *podobne rozpuszcza się w podobnym*. Z prawa tego wynika, że w stałej temperaturze podwojenie ciśnienia cząstkowego powoduje dwukrotne zwiększenie rozpuszczalności.

Wszelkie układy, w których w roztworze rozpuszcza się gaz, są układami idealnie pasującymi do opisującego prawa. Wraz ze wzrostem temperatury rozpuszczalność gazu maleje, dotyczy to przede wszystkim rozpuszczalności gazów w wodzie. Woda wrząca jest praktycznie wolna od gazów rozpuszczonych. Dlatego też życie organiczne nie może odbywać się w wodzie przegotowanej. Wraz ze wzrostem temperatury rozpuszczalność gazu maleje, również gdy zmniejsza się ciśnienie nad roztworem. Przykładem może być odkręcenie butelki z wodą gazowaną, wówczas ciśnienie nad roztworem spada, obniżając rozpuszczalność CO_2 . Powstały układ zaczyna się pienić, ponieważ nagle z całej objętości wydostaje się gaz. Rozpuszczalność gazów w cieczach rośnie wraz z obniżaniem temperatury i wzrostem ciśnienia.

Znajomość stałej Henry'ego dla gazów w tłuszczach i lipidach odgrywa ważną rolę w analizie procesu oddychania podczas nurkowania, górskich wspinaczek czy też działania gazowych środków anestetycznych.

Produkcja napojów gazowanych i szampana jest kolejnym przykładem działania prawa Henry'ego. Każdy z tych napojów zawiera dwutlenek węgla rozpuszczony pod zwiększonym ciśnieniem. Gdy otwieramy butelkę szampana, ciśnienie cząstkowe CO_2 nad roztworem zostaje nagle obniżone i roztwór musuje (pieni się), a gaz wydziela się z roztworu, ze świątecznym wystrzałem. Kolejnym przykładem są zgazowane napoje bezalkoholowe, które zawierają CO_2 , który rozpuszcza się pod wpływem wysokiego ciśnienia, utrzymując każdy z połączonych składników, które go tworzą, zachowując smak napoju na dłużej. Bieżąca woda w płytkich strumieniach ma lepsze stężenie tlenu niż woda niegazowana, ponieważ może dobrze mieszać się z powietrzem. Istnieje również silna zależność między temperaturą a stężeniem tlenu. Ciśnienie atmosferyczne jest niższe na większych wysokościach, więc woda na wyższych wysokościach zawiera mniej rozpuszczonego tlenu niż woda na poziomie morza. Ilość rozpuszczonego tlenu jest największa w ciągu dnia, ponieważ wtedy organizmy wytwarzają

tlenu. Wraz ze wzrostem temperatury wody jej zdolność rozpuszczania tlenu w sobie staje się trudniejsza. Może to być szczególnie niebezpieczne dla zwierząt wodnych, ponieważ są one podatne na obniżenie poziomu tlenu w ciągu dnia lub podczas upalnych letnich dni. Stężenie tlenu na powierzchni jezior i oceanów jest wyższe niż na większych głębokościach. Istnieją inne zastosowania prawa Henry'ego, takie jak nasycenie dwutlenkiem węgla w wodzie, a nawet obliczenia tlenu w ludzkim krwiobiegu.

Teoria dekompresji w nurkowaniu

Wiedza o rozpuszczalności gazów może uratować życie. Szczególnie nurek musi znać te zagadnienia, ponieważ one mogą decydować o jego przeżyciu. Podczas zanurzania, za każdym razem wciągając powietrze do płuc, azot, jako główny składnik powietrza, kontaktuje się z krwią, która przepływa wokół pęcherzyków płucnych. Azot rozpuszcza się w krwi i wędruje do wszystkich tkanek organizmu. W naszym ciele przez całe życie znajduje się pewna ilość gazu, dlatego mówi się, że nasze tkanki są nasycone azotem.

W czasie nurkowania, kiedy oddychamy sprężonym powietrzem, w naszej krwi w tkankach rozpuszcza się dodatkowa porcja azotu, a głębokość i czas nurkowania wpływa na jego ilość. Cały ten proces zachodzi zgodnie z prawem Henry'ego. W naszych tkankach, zawierających prawie 80 % wody, rozpuszcza się tym więcej azotu, im głębiej i dłużej nurkujemy. Szybko nasycy się krew, a prędkość nasycania zależy od kontaktu tkanki z układem krwionośnym. Im większa jest różnica ciśnień parcyjnych między tkankami naszego ciała a otoczeniem, nasycamy się szybciej i im dłuższy czas tym nasycenie jest coraz większe. Najszybciej nasycamy się na początku, kiedy różnica ciśnień parcyjnych jest największa, ponieważ z upływem czasu prędkość nasycania spada. Jest granica, przy której tkanka nasyci się całkowicie i nie będzie już nasycać się, a takie pełne nasycenie nazywa się saturacją. Nasycenie jest to ilość tlenu, jaką może pomieścić jeden litr wody w stosunku do całkowitej ilości tlenu, jaką woda może pomieścić w danej temperaturze.

Modele dekompresyjne (odsycanie) zakładają, że nurkowanie nie będzie chaotycznym pływaniem góra dół, a bardzo przemyślanym działaniem polegającym na zaplanowaniu, że zaczyna się nurkowanie od największej głębokości, aby później stopniowo wynurzać się. Prawidłowy profil nurkowania zaczyna się od największej głębokości i powoli się wyptyca, bez dodatkowych zanurzeń i wynurzeń. Podczas wynurzania ciśnienie wokół wyptywającego nurka spada, zawarty w płynach tkankowych azot nie może dłużej utrzymywać się w postaci

rozpuszczonej i wówczas wydziela się z tkanek w formie mikropęcherzyków. Taką sytuację można porównać do otwartej butelki szampana, z której wydziela się CO₂, po wyjęciu korka spada ciśnienie. Rozprężające się pęcherzyki gazu, podczas szybkiego wynurzenia, mogą blokować naczynia krwionośne w różnych częściach organizmu, powodując chorobę dekompresyjną. W związku z powyższym wynurzenie nurka musi przebiegać z określoną prędkością, którą wylicza się na podstawie tabel dekompresyjnych lub komputerów nurkowych. Dlatego komputer nurkowy powinien stanowić wyposażenie każdego nurka, pozwalając na wydłużenie czasu nurkowania. Gdy występuje wysokie nasycenie azotem, należy przerwać wynurzenie, wykonując tzw. przystanek dekompresyjny na głębokości od 3 m do 5 m w czasie 3 minut, podczas którego szkodliwy dla organizmu nadmiar azotu zostanie wydzielony, a który następnie jest transportowany z krwią do płuc, tam przenika do pęcherzyków płucnych i usuwany jest na zewnątrz z wydychanym powietrzem. Proces usuwania azotu z organizmu zwany jest desaturacją. Chociaż nie cały azot zostaje usunięty w trakcie wynurzenia, zalegającą w tkankach ilość azotu należy brać pod uwagę podczas planowania następnego nurkowania.

Bibliografia

- [1] <https://pl.wikipedia.org/wiki/Rozpuszczalność>
- [2] A. Bielański, J. Haber: Chemia fizyczna. PWN 1966, Kraków.
- [3] A. Danek: Chemia fizyczna. PZWL 1977, Warszawa.
- [4] L. Jones, P. Atkins: Chemia ogólna, PWN.
- [5] L. Pajdowski: Chemia ogólna, PWN.
- [6] F. Donka, J. Janiczak: Chemia ogólna - Analiza Jakościowa.
- [7] Słownik Encyklopedyczny Europa Wydawnictwo „Chemia”, 1999.
- [8] K. Pigoń, Z. Ruziewicz: Chemia fizyczna. Biblioteka chemii tom IV PWN 1980, Warszawa.
- [9] P. Atkins: Chemia fizyczna.
- [10] W. H. Brock: Historia chemii.
- [11] R. Brdicka: Podstawy chemii fizycznej.



Iwona Misztal

Absolwentka Wyższej Szkoły Bankowej w Poznaniu – Wydział Zamiejscowy w Chorzowie, kierunek Politologia – specjalność Administracja oraz Zarządzanie Zasobami Ludzkimi. Uzyskała Certificate of postgraduate studies, range of studies Personnel Management. W Okręgowym Urzędzie Miar w Katowicach pracuje od 2000 roku w Laboratorium Masy. Autorka artykułu dotyczącego historii odważników opublikowanego w Zeszytcie Historycznym Głównego Urzędu Miar.

Wpływ gradientu temperatury na niepewność pomiaru w procesie wzorcowania termometrów szklanych cieczowych i elektrycznych

Impact of temperature gradient on measurement uncertainty in the calibration process of liquid glass and electric thermometers

Helena Bodzek

Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy

Artykuł przybliży zagadnienie badania gradientu temperatury w termostatach i w komorach klimatycznych oraz jego wpływ na niepewność pomiaru. Na podstawie badań przeprowadzonych w termostacie Julabo F12, wykonanych w Laboratorium Długości i Termometrii OUM w Bydgoszczy, opracowano analizę uzyskania optymalnych warunków pomiaru, pozwalających na utrzymanie wymaganego poziomu CMC w laboratorium.

The article presents the problem of studying temperature gradient in thermostats and climatic chambers and their impact on measurement uncertainty. Based on the tests of gradients in the Julabo F12 thermostat, carried out at the Length and Thermometry Laboratory of the Regional Office of Measures in Bydgoszcz, an analysis of obtaining optimal measurement conditions allowing to maintain the required level of CMC in the laboratory was developed.

Słowa kluczowe: gradient temperatury, niepewność pomiaru, termometry

Keywords: temperature gradient, measurement uncertainty, thermometers

Wprowadzenie

Termometry należą do przyrządów mających szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach życia codziennego. Wykorzystywane są w licznych instytucjach i przedsiębiorstwach, w których kontrola temperatury jest podstawą prawidłowego przebiegu realizowanych procesów. Wymagania temperaturowe dla procesów produkcji, przechowywania i użytkowania różnych wyrobów są często ściśle określone i dlatego muszą być regularnie monitorowane. Dotyczy to zarówno pomiarów temperatury konkretnych ciał i substancji, jak również pomiarów warunków środowiskowych w pomieszczeniach, magazynach, halach produkcyjnych, chłodniach itp. Powszechność użytkowania termometrów oraz konieczność regularnego sprawdzania ich działania przyczynia się do dużego zainteresowania usługą wzorcowania termometrów szklanych cieczowych i elektrycznych.

Każdy pomiar realizowany w procesie wzorcowania jest obarczony niepewnością pomiaru, która wynika z braku pełnej znajomości wartości wielkości mierzonej. W celu przedstawienia kompletnego wyniku pomiaru należy wcześniej określić, jakie czynniki mogą wpłynąć na różnice między wartością zmierzoną a wartością rzeczywistą. Te czynniki są źródłami niepewności pomiaru. Podstawowymi jej składowymi są te wynikające z konstrukcji lub budowy samych przyrządów pomiarowych. W przypadku wzorcowania termometrów metodą porównawczą dotyczy to zarówno termometrów wzorcowych, jak i wzorcowanych. Pozostałe składowe mogą wynikać np. z wpływu personelu przeprowadzającego wzorcowanie, jak ma to miejsce przy odczytywaniu wartości temperatury w termometrach szklanych z działką elementarną.

W pomiarach temperatury jednym ze znaczących czynników jest jej gradient, spowodowany zmiennym rozłożeniem temperatury w przestrzeni pomiarowej.

Zakres pracy laboratorium

Pomiary temperatury w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy wykonywane są w Laboratorium Długości i Termometrii. W 2006 roku laboratorium uzyskało akredytację PCA w dziedzinie termometrii i od tego czasu wzorcuje termometry elektryczne z czujnikami oraz termometry szklane cieczowe metodą porównawczą w termostatach, w zakresie od $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $360\text{ }^{\circ}\text{C}$. W roku 2019 laboratorium poszerzyło swoje kompetencje i uzyskało akredytację na wzorcowanie przyrządów elektronicznych do pomiaru temperatury powietrza i wilgotności względnej w komorze klimatycznej.

Z racji wieloletniego doświadczenia nabytego przy realizacji dużej liczby wzorcowań, na bazie Laboratorium Długości i Termometrii OUM w Bydgoszczy, w 2019 roku zostało utworzone Centrum kompetencyjne w dziedzinie termometrii. Przyczynia się ono do jeszcze większego zaangażowania w rozwój laboratorium w tej dziedzinie. W celu poszerzenia zakresu pracy i rozbudowy laboratorium został wprowadzony do użytkowania nowy termostat Fluke 7381 (rys. 1), który pracuje w zakresie temperatur od $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $110\text{ }^{\circ}\text{C}$. W planach laboratorium jest uzyskanie akredytacji w zakresie wzorcowania termometrów w ujemnych temperaturach do $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pozwoli to odpowiedzieć na potrzeby klientów, którzy pracują w tych zakresach temperatur i wymagają sprawdzenia swojego wyposażenia pomiarowego.



Rys. 1. Termostat Fluke 7381

Metoda wzorcowania termometrów

Termometry szklane cieczowe i elektryczne w Laboratorium Długości i Termometrii wzorcowane są metodą porównawczą. Metoda polega na porównaniu wartości zmierzonej przez przyrząd wzorcowany z wartością temperatury odniesienia, która wyznaczona jest przy pomocy przyrządu wzorcowego z uwzględnieniem jego poprawki ze świadectwa wzorcowania. Obydwa termometry zanurza się w studni termostatu, która jest wypełniona określonym medium, np. wodą destylowaną, alkoholem lub olejem. Analogicznie wygląda wzorcowanie termometrów do pomiaru temperatury powietrza w komorze klimatycznej. Termometry wzorcowane i termometr wzorcowy umieszczone są w przestrzeni pomiarowej komory. Zarówno termostaty, jak i komora, skonstruowane są w taki sposób, aby uzyskać zadaną temperaturę, a następnie utrzymać jej stabilizację. Na pojawiające się różnice wartości temperatury w całej przestrzeni pomiarowej wpływa wiele czynników. Wielkość gradientu temperatury zależy od rodzaju urządzenia. Jego konstrukcja i zastosowane rozwiązania techniczne determinują zdolność do utrzymania stabilnej temperatury i wyrównanych warunków w całej jego przestrzeni pomiarowej. Parametry te mogą ulegać zmianom z upływającym czasem i intensywnością eksploatacji urządzenia. Dlatego, w celu rzetelnego przeprowadzenia wzorcowania, należy wyznaczyć różnice w wartościach temperatury i regularnie powtarzać przeprowadzane badania jej gradientów.

Gradient temperatury jako składowa niepewności pomiaru

Gradient temperatury w rozpatrywanej przestrzeni pomiarowej można zdefiniować jako zmianę wartości temperatury w zależności od odległości. W praktyce wzorcowania w termostatach i komorze klimatycznej należy wyznaczyć maksymalną różnicę temperatury, która występuje w tej przestrzeni. W czasie badania wyznacza się gradient:

- poziomy Δt_{poz} – przedstawiający różnice temperatur przy tej samej głębokości zanurzenia czujników,
- pionowy Δt_{pion} – przedstawiający różnice temperatur przy różnej głębokości zanurzenia czujników.

Niepewności standardowe spowodowane tymi gradientami temperatury są wyznaczone metodą typu B, przy założeniu równomiernego (prostokątnego) rozkładu prawdopodobieństwa:

$$u(\delta t_{\text{poz}}) = \frac{\Delta t_{\text{poz}}}{\sqrt{3}} \quad (1)$$

$$u(\delta t_{\text{pion}}) = \frac{\Delta t_{\text{pion}}}{\sqrt{3}} \quad (2)$$

Zakładając równomierność rozkładu temperatur w całej przestrzeni pomiarowej uzasadnione jest przyjęcie, że niepewność standardowa związana z wypadkowym gradientem temperatury spełnia równanie:

$$u^2(\delta t) = u^2(\delta t_{\text{poz}}) + u^2(\delta t_{\text{pion}}) \quad (3)$$

Ponieważ wielkość δt związana z gradientem temperatury jest jedną z dominujących składowych w budżecie niepewności, dlatego przeprowadzono badania tych gradientów.

Badania gradientów temperatury dla termostatu przenośnego Julabo F12

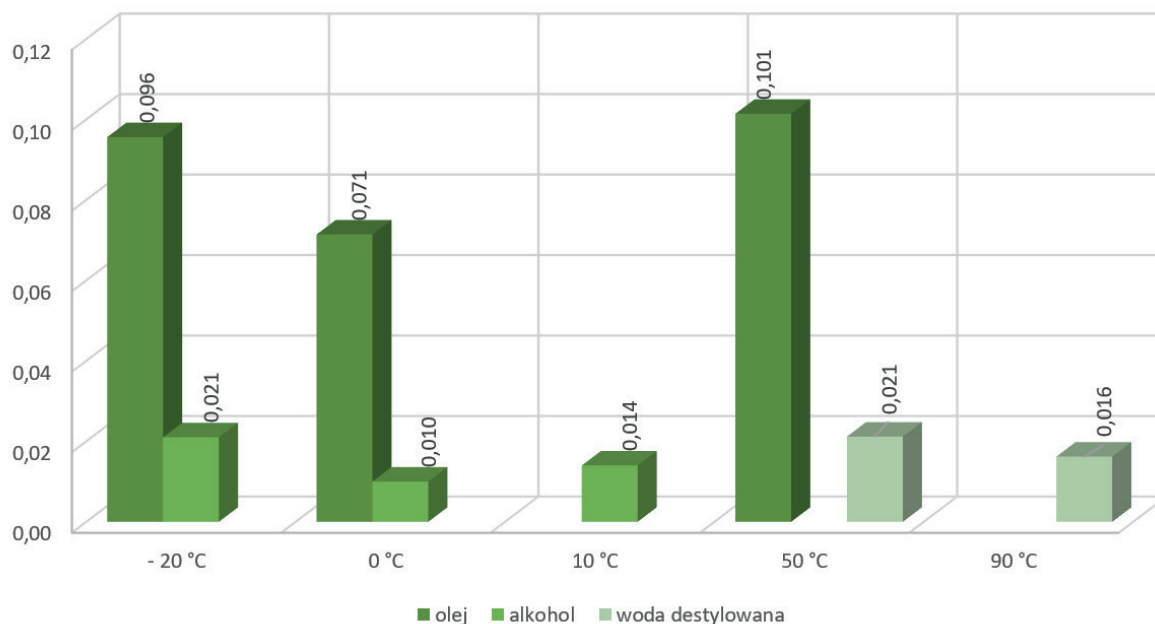
W 2020 roku przeprowadzono pełne badania gradientów temperatury dla termostatu przenośnego Julabo F12 (rys. 2), w celu włączenia go do wzorcowania w zakresie akredytacji PCA. Wielką zaletą tego termostatu są jego kompaktowe gabaryty, z czego wynika również

jego mobilność. Pozwala to na stosowanie termostatu poza siedzibą laboratorium. Wzorcowanie niektórych termometrów wymaga, aby odbywało się ono w miejscu zamontowania przyrządów. Wynika to często z konstrukcji przyrządów i braku możliwości odłączenia ich od reszty aparatury.

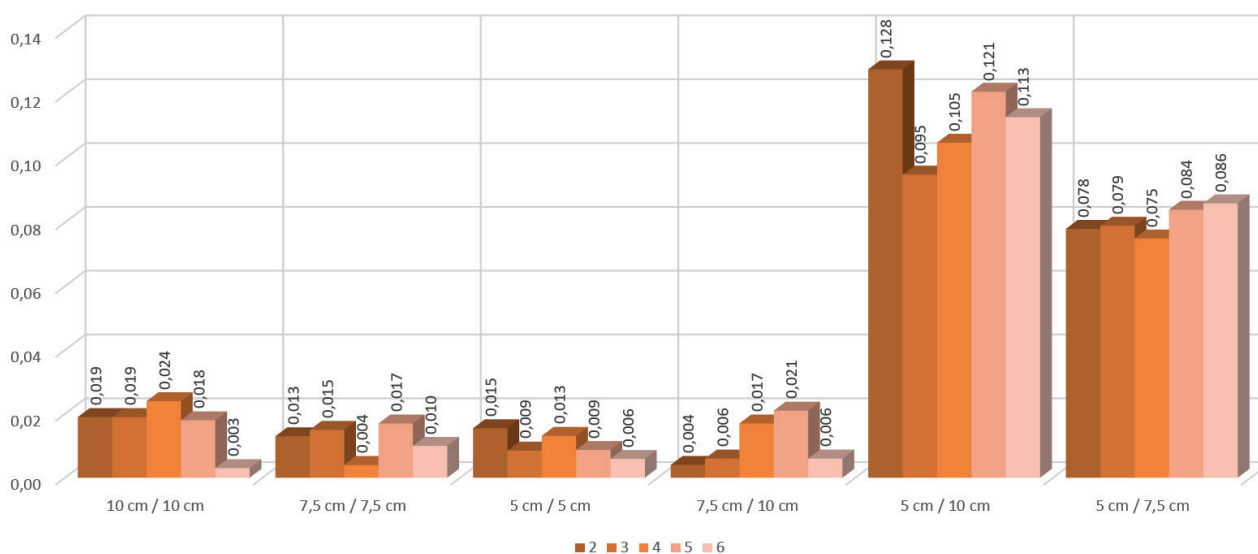
Badania gradientów temperatury przeprowadzane były na podstawie dokumentu określającego kryteria zapewniające jakość wzorcowań (KZJ/LW1/03), który doprecyzowuje sposób i częstość ich przeprowadzania oraz ostateczne kryteria oceny wyników ww. badań. Polegały one na wyznaczeniu gradientów poziomych i pionowych przy użyciu różnych mediów dla temperatur: $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, $10\text{ }^{\circ}\text{C}$, $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, $90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dla temperatury $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ i $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ wyznaczono gradient w oleju i alkoholu. Dla temperatury $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ w czasie badania użyto oleju i wody destylowanej. Gradienty dla temperatury $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ badano w alkoholu, natomiast dla $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ w wodzie destylowanej. Do badań wykorzystano termometr



■ Rys. 2. Termostat przenośny Julabo F12



Rys. 3. Maksymalne wartości gradientów wyznaczone dla różnych temperatur, zależnie od zastosowanego medium, przy zanurzeniu czujników na głębokości 7,5 cm i 10 cm

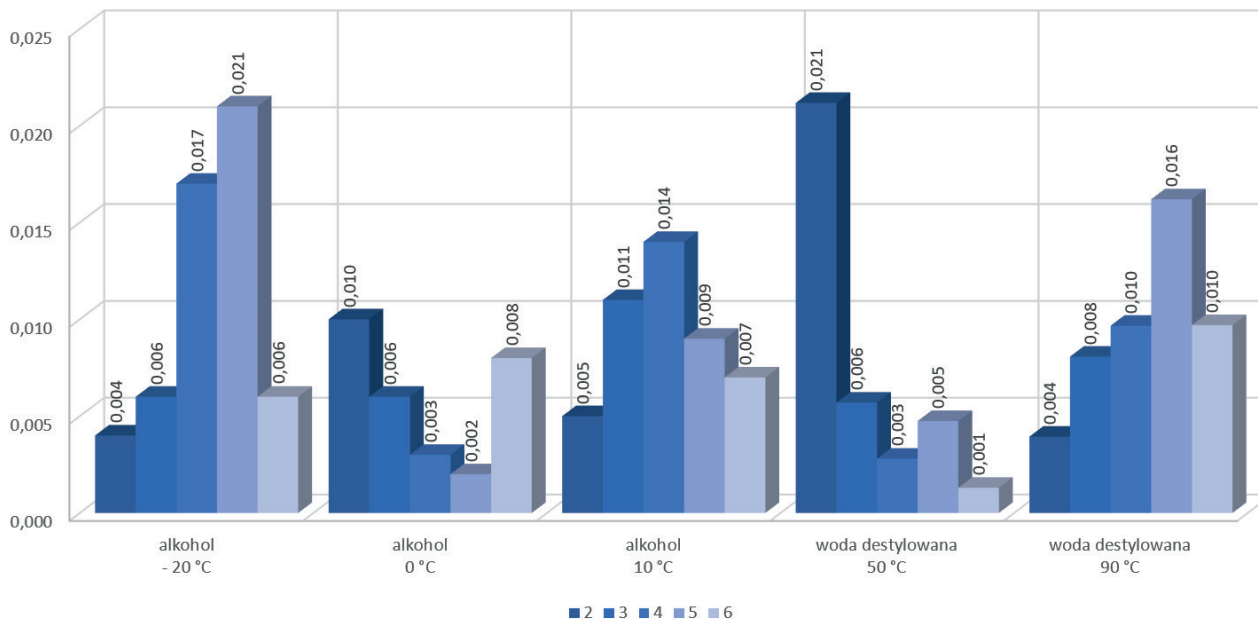


Rys. 4. Maksymalne wartości gradientów wyznaczone dla alkoholu w temperaturze -20 °C w zależności od głębokości zanurzenia czujników i umiejscowienia drugiego czujnika (numery 2-6 określają umiejscowienie drugiego czujnika w studni)

elektryczny Fluke 1524 z dwoma czujnikami typu 5615. W celu wyznaczenia maksymalnej wartości gradientu poziomego czujniki zanurzone na głębokości 5 cm, 7,5 cm i 10 cm, licząc od górnej granicy medium. Gradient pionowy badano przy głębokościach 5 cm i 7,5 cm, 7,5 cm i 10 cm oraz 5 cm i 10 cm. Czujniki zanurzane były w sześciu otworach umiejscowionych na planie okręgu, w którym pierwszy czujnik zanurzony był w pierwszym otworze na stałe, a drugi czujnik ustawiono w kolejnych otworach oznaczonych numerami od 2 do 6.

W trakcie badań zaobserwowano wyraźne różnice w stabilizacji i wartości maksymalnego gradientu, zależnie od wykorzystanego medium. Na rys. 3 porównano wyniki pomiarów dla różnych temperatur, zależnie od zastosowanego medium, przy zanurzeniu czujników na głębokości 7,5 cm i 10 cm.

W temperaturze 0 °C i temperaturach ujemnych alkohol okazał się dużo lepszym medium od oleju. Stabilizacja w oleju była gorsza, a różnice w wartościach temperatury, w różnych miejscach studni, wyraźnie wyższe. Prawdopodobną przyczyną takiej sytuacji była



Rys. 5. Maksymalne wartości gradientu wyznaczonego dla wszystkich badanych temperatur w zależności od umiejscowienia drugiego czujnika (zanurzenie czujników na głębokości 7,5 cm i 10 cm)

większa lepkość oleju oraz określona konstrukcja mieszadeł w termostacie. Podobnie sytuacja przedstawia się dla wyższych temperatur. Porównano gradienty dla oleju i wody destylowanej w temperaturze 50 °C. Woda destylowana cechowała się dobrą stabilizacją, a wartości gradientów były kilkakrotnie mniejsze niż w przypadku oleju. Wyniki kolejnych pomiarów, wykonanych przy innych głębokościach zanurzenia czujników, przedstawiały analogiczną sytuację, co pozwala wysnuć wniosek, że w termostacie przy wzorcowaniu należy używać alkoholu dla temperatur niższych i wody destylowanej dla temperatur wyższych.

W trakcie badań zaobserwowano ponadto, że przy niskich temperaturach należy umieszczać czujniki w dolnej części studni pomiarowej. Jak przedstawiono na rys. 4, przy głębszym zanurzeniu czujników, wartości gradientu nie przekraczały 0,025 °C. Natomiast przy płytkim zanurzeniu jednego z czujników, na głębokość 5 cm, wyraźnie wzrastały wartości wyznaczonych gradientów. Jedynym wyjątkiem było zanurzenie czujników na tej samej głębokości 5 cm. W tej sytuacji wartości gradientów również były zadowalające. W dodatknych temperaturach, przy badaniu gradientów dla wody destylowanej, nie zaobserwowano tak znacznych różnic w zależności od zanurzenia czujników. Maksymalny gradient temperatury w 50 °C i 90 °C wynosił 0,03 °C.

Nie zaobserwowano również istotnych różnic w wartościach gradientów temperatury, zależnie od umiejscowienia drugiego czujnika w kolejnych miejscach studni.

Gradienty w różnych temperaturach dla alkoholu i wody destylowanej przyjmowały zbliżone wartości nie przekraczające 0,03 °C. Na rys. 5 przedstawione zostały maksymalne wartości gradientów, wyznaczone dla każdego ułożenia czujników, przy zanurzeniu pierwszego czujnika na głębokość 7,5 cm oraz drugiego na głębokość 10 cm (w kolejnych badanych miejscach oznaczonych numerami 2-6).

Podsumowanie

W pracy wskazano na istotny wpływ składowej związanej z gradientem temperatury w przestrzeni pomiarowej na niepewność przy wzorcowaniu termometrów szklanych i elektronicznych metodą porównawczą. Wysoki udział tej składowej wynika z konstrukcji urządzenia, a w przypadku termostatów również z zastosowanego medium.

Z powyższych rozważań wynika, że w celu wykonywania rzetelnych pomiarów należy przeprowadzić badania, pozwalające poznać możliwości danego urządzenia i wyznaczyć maksymalny gradient temperatury, który występuje w czasie jego pracy. Przeprowadzenie badań gradientów temperatury pozwala na dogłębne poznanie specyfikacji działania urządzenia, co wydaje się konieczne do użytkowania go jako wyposażenia pomiarowego przy przeprowadzaniu wzorcowania, zwłaszcza w zakresie akredytacji.

Wzorcowanie termometrów jest dziedziną niezwykle ważną w każdym obszarze gospodarki. Obecnie ta dziedzina metrologii wydaje się jeszcze bardziej istotna.

Przykładowo instytucje związane z ochroną zdrowia, jak np. szpitale, laboratoria i stacje sanitarno-epidemiologiczne, sprawują kontrole nad swoim wyposażeniem i korzystają z usług akredytowanych laboratoriów. Dlatego w procesie wzorcowania przyrządów do pomiaru temperatury konieczna jest jak najwyższa staranność i rzetelność, co staje się priorytetem w działalności laboratorium.

Bibliografia

- [1] Wyznaczanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu. EA-4/02 M:2013.
- [2] IW/LW1/07 Instrukcja wzorcowania. Termometry elektryczne OUM Bydgoszcz, wyd. 19.
- [3] IN/LW1/07 Instrukcja szacowania niepewności pomiaru. Termometry elektryczne OUM Bydgoszcz, wyd. 21.



Helena Bodzek

Absolwentka Uniwersytetu Technologiczno-Przyrodniczego im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich w Bydgoszczy, kierunek fizyka techniczna, specjalność miernictwo komputerowe z informatyką. Pracuje w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy w Laboratorium Długości i Termometrii. Na co dzień zajmuje się wzorcowaniem przyrządów do pomiarów temperatury i wilgotności względnej.

Właściwości magnetyczne wzorców masy w odniesieniu do wymagań zawartych w Zaleceniu Międzynarodowym OIML R 111-1

Magnetic properties of mass standards in relation to the requirements of the International Recommendation OIML R 111-1

Honorata Michalska, Katarzyna Kapela
Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy

Niniejsza publikacja przybliża pojęcia: polaryzacja i podatność magnetyczna. Przedstawia sposoby badania właściwości magnetycznych wzorców masy.

This publication introduces to the concepts of magnetic polarization and susceptibility. It presents methods of studying the magnetic properties of mass standards.

Słowa kluczowe: wzorce masy, polaryzacja i podatność magnetyczna
Keywords: mass standards, magnetic polarization and susceptibility

Wprowadzenie

Z inicjatywy GUM w lutym 2018 r. rozpoczęła się realizacja szóstego celu strategicznego planu działania na lata 2018–2021, w odniesieniu do infrastruktury z obszaru pomiarów masy. Szósty cel strategii, odnoszący się bezpośrednio do terenowej administracji miar, posiada brzmienie: „Dobrze zorganizowana sieć wyspecjalizowanych placówek terenowych, posiadająca odpowiednie do zadań zaplecze techniczne i kadrowe”.

W listopadzie 2018 r., na drodze wspólnego zakupu, administracja miar pozyskała 31 komparatorów masy, które miały zastąpić kilkudziesięcioletnie przestarzałe wagi mechaniczne. Do placówek terenowej administracji miar na terenie całego kraju trafiło wówczas:

- 17 sztuk komparatorów masy ($\max \geq 25$ kg),
- 14 sztuk komparatorów masy ($\max \geq 2$ kg / 10 kg).

Użytkownicy nowo zakupionych komparatorów mieli możliwość porównania błędów wzorców masy, wyznaczonych przy ich pomocy, z wynikami uzyskanymi przy wykorzystaniu powszechnie użytkowanych w wydziałach zamiejscowych wag legalizacyjnych.

Magnetyzm

Celem podsumowania projektu zakupu komparatorów oraz na potrzeby artykułu opublikowanego na łamach Biuletynu GUM [1], OUM w Bydgoszczy zebrał od wszystkich użytkowników pozyskanych przyrządów uwagi dotyczące pracy z komparatorami oraz dokonał analizy tych uwag. Jedno z przekazanych spostrzeżeń dotyczyło rozbieżności w wynikach pomiarów uzyskanych na komparatorach masy oraz wagach legalizacyjnych. Należy zaznaczyć, że przed wykonaniem pomiarów sprawność komparatorów i wag legalizacyjnych została potwierdzona w testach weryfikujących ich parametry metrologiczne, a mimo to wyniki wzorcowania tego samego wzorca z zastosowaniem komparatora i wagi legalizacyjnej znacznie się od siebie różniły. Przyczyną takiego zjawiska może być, charakterystyczna dla komparatorów masy, ich wrażliwość na działanie sił magnetycznych. Wzorce masy, z uwagi na materiał z którego są wykonane, mogą wykazywać znaczną podatność magnetyczną i polaryzację magnetyczną.

W systemach pomiarowych wag elektronicznych podczas pomiaru nie ma bezpośredniego porównywania z wzorcem masy. Żeby uzyskać wynik pomiaru masy, mierzone są wielkości pośrednie takie jak natężenie prądu (dla wag z przetwarzaniem magnetoelektrycznym) lub zmiana rezystancji mostka (w wagach tensometrycznych). Te wielkości są następnie przetwarzane poprzez układy elektroniczne na wynik pomiaru. Podczas wyznaczania błędu masy namagnesowanej próbki może nastąpić zakłócenie pola magnetycznego. To z kolei może przyczynić się do uzyskania błędnego wyniku.

Siły magnetyczne, które wpływają na pomiar, mogą pochodzić zarówno z wzajemnych oddziaływań dwóch wzorców masy, jak też z oddziaływań między wzorcem masy, komparatorem masy używanym do ważenia oraz innymi obiektami magnetycznymi znajdującymi się w pobliżu.

Wymagania OIML R 111-1

Zalecenie Międzynarodowe OIML R 111-1 [2] określa wymagania techniczne i metrologiczne odważników o masie nominalnej od 1 mg do 50 kg. W zakresie magnetyzmu rozróżnia dwa pojęcia podane poniżej.

Polaryzacja magnetyczna, trwałe namagnesowanie – parametr określający stan magnetyczny ciał stałych, np. wzorców masy. Namagnesowane ciało wytwarza niejednorodne pole magnetyczne w przestrzeni, a tym samym może wytwarzać siły magnetyczne na innych materiałach.

Podatność magnetyczna – zdolność substancji do zmian jej namagnesowania pod wpływem zewnętrznego pola magnetycznego.

Zgodnie z OIML R 111-1 magnetyzacja oraz podatność magnetyczna wzorców masy powinny zostać określone przed zastosowaniem wzorca, aby upewnić się, że oddziaływania magnetyczne w procesie wzorcowania są pomijalnie małe. Wzorce masy, które nie przejdą badania na magnetyczność, nie powinny być użytkowane.

Wartości dopuszczalnej polaryzacji i podatności magnetycznej zostały ustalone w taki sposób, żeby ich wpływ na wynik wzorcowania powodował zmianę masy mniejszą niż 1/10 wartości błędu granicznego dopuszczalnego wzorcowanego wzorca masy.

Jeżeli wartości magnetyzmu zastosowanych w procesie wzorcowania wzorców masy nie przekraczają przedstawionych poniżej wartości granicznych, składową niepewności związaną z magnetyzacją pomija się.

Tab. 1. Maksymalna dopuszczalna trwałość magnetyzacja

Klasa wzorca masy	E ₁	E ₂	F ₁	F ₂	M ₁
Dopuszczalna polaryzacja / μT	2,5	8	25	80	250

Tab. 2. Maksymalna dopuszczalna podatność magnetyczna

Klasa wzorca masy	E ₁	E ₂	F ₁	F ₂
$m \leq 1 \text{ g}$	0,25	0,9	10	–
$2 \text{ g} \leq m \leq 10 \text{ g}$	0,06	0,18	0,7	4
$20 \text{ g} \leq m$	0,02	0,07	0,2	0,8

Problem magnetyzmu użytkowanych w OUM wzorców masy pojawił się również w przebiegu porównań międzylaboratoryjnych. W lipcu 2019 r. Laboratorium Masy OUM w Bydgoszczy wzięło udział w badaniach biegłości z Samodzielnym Laboratorium Masy GUM, jako laboratorium odniesienia. Obiektem porównań były wzorce masy, klasy dokładności F₁, w zakresie od 1 kg do 10 kg, rok produkcji 1984, stanowiące własność OUM w Bydgoszczy. Porównania zakończyły się wynikiem pozytywnym, jednak wartość wskaźnika E_n, będąca kryterium porównań, mocno zbliżyła się do wielkości granicznej. Po konsultacji z Samodzielnym Laboratorium Masy przedmiotowe wzorce przekazano do GUM celem określenia ich właściwości magnetycznych. Na podstawie przeprowadzonej ekspertyzy stwierdzono, że wzorce nie spełniają wymagań metrologicznych dla wzorców masy klasy dokładności F₁ określonych w Zaleceniu Międzynarodowym OIML R 111-1.

Wzorce masy użytkowane w jednostkach terenowych administracji miar

Komplet wzorców masy, będący obiektem porównań, został wycofany ze stosowania. Jednak po raz drugi, w niewielkim odstępie czasu, pojawiło się zagadnienie dotyczące stanu wzorców masy, szczególnie w odniesieniu do ich właściwości magnetycznych.

Wzorce masy, w które wyposażono w latach 80 ubiegłego wieku terenową administrację miar, spełniały swoje zadania w stopniu wystarczającym, jeśli były użytkowane we współpracy z wagami mechanicznymi. Pomiar masy wykonany z wykorzystaniem wagi mechanicznej i wagi elektronicznej odbywa się na zupełnie odmiennych zasadach. W wagach mechanicznych masę wzorca wyznacza się poprzez równoważenie jej odważnikiem o znanej masie, wyznaczonej z odpowiednią dokładnością. Namagnesowanie wzorców nie ma większego wpływu na wyniki pomiarów masy uzyskane przy pomocy wag legalizacyjnych.

Wymiana wag legalizacyjnych na komparatory masy oraz coraz większa przewaga w użytkowaniu wag elektronicznych nad wagami mechanicznymi, wymusza na użytkowniku nie tylko weryfikację parametrów metrologicznych, ale również weryfikację parametrów technicznych stosowanych wzorców masy, szczególnie w zakresie ich właściwości magnetycznych.

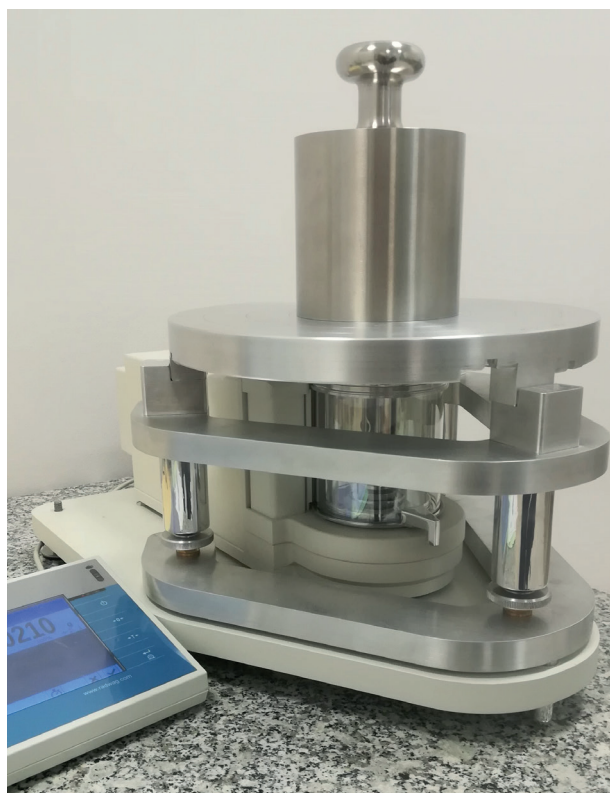
Tab. 3. Wyniki badań kompletu wzorców masy o numerze fabrycznym 260, klasy dokładności F₁, z roku 1984, producent PKNiM

lp.	masa nominalna g	polaryzacja μT	dopuszczalna polaryzacja wg OIML μT	podatność magnetyczna	dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML
1	10 000	2317	25	4,8	0,2
2	5 000	658	25	0,9	0,2
3	2 000	434	25	0,5	0,2
4	1 000	1112	25	1,6	0,2

Badanie właściwości magnetycznych wzorców użytkowanych w OUM w Bydgoszczy

W związku z przedstawionymi powyżej sygnałami dotyczącymi braku zgodności wzorców masy z wymaganiami technicznymi OIML R 111-1, pojawiła się konieczność kompleksowej weryfikacji wzorców będących w użytkowaniu OUM, w kierunku określenia ich charakterystyk magnetycznych z użyciem susceptometru.

Susceptometr to przyrząd służący do pomiaru sił działających na wzorec umieszczony w gradiencie pola magnetycznego silnego magnesu trwałego. Metoda badania magnetyzmu wzorców masy z wykorzystaniem tego przyrządu wymieniona jest jako jedna z metod referencyjnych w zaleceniu OIML R 111-1.



Rys. 1. Susceptometr wykorzystywany w trakcie badań

Zastosowany w OUM susceptometr (rys. 1) w pełni umożliwiał określenie właściwości magnetycznych wzorców masy klasy dokładności E₁, E₂, F₁ oraz F₂. Przyrząd wyposażony był dodatkowo we wzorec o znanej podatności magnetycznej, służący do jego sprawdzania oraz adiustacji.

W październiku 2020 r., w wyniku przeprowadzenia wielu serii pomiarowych przy użyciu wyżej opisanego przyrządu, Laboratorium Masy zbadało właściwości magnetyczne wszystkich własnych wzorców masy oraz większości wzorców stosowanych w codziennej pracy wydziałów zamiejscowych OUM w Bydgoszczy.

Pomiar właściwości magnetycznych wzorców

Wyniki badań kompletów wzorców masy zestawiono w tabelach. Wszystkie wzorce z kompletów 258 i 260 mają znacznie przekroczone wartości dopuszczalne polaryzacji i podatności magnetycznej. Wzorce zostały wycofane z eksploatacji.

Dwa 20 kg wzorce masy (tab. 5) pomimo swoich 34 lat nie przekraczają granicznych wartości namagnesowania i podatności magnetycznej określonych w OIML R 111-1. Również prowadzona w Laboratorium Masy, w ramach nadzoru nad wyposażeniem pomiarowym, obserwacja zmiany błędów wzorca masy w czasie potwierdza jego stabilność i przydatność do wykonywania czynności metrologicznych.

Przedstawiony w tab. 6 komplet wzorców masy klasy dokładności E₂, rok produkcji 2008, charakteryzuje się zerową podatnością magnetyczną. Wzorce posiadają zatwierdzenie typu RP T 95 364. Wykonane są ze stali nierdzewnej i niemagnetycznej typu OH22N24M4TCu.

Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy

Wydział Usług Metrologicznych
Laboratorium Masy
ul. Królowej Jadwigi 25, 85-959 Bydgoszcz
tel. (52) 322-06-06, fax (52) 322-04-26, e-mail: l28@poczta.gum.gov.pl

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY

Data wydania: 25 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.5.1.2020 Strona 1/2

OBIEKT EKSPERTYZY Wzorce masy od 10 kg do 1 kg, ozn. F₁ i nr fabryczny 260 umieszczone na skrzynce; wytwórca PKNiM; rok produkcji 1984.

ZGŁASZAJĄCY Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

UŻYTKOWNIK Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy, Wydział Zamiejscowy w Inowrocławiu
88-100 Inowrocław, ul. Grabskiego 14.

MIEJSCE EKSPERTYZY Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

DATA WYKONANIA EKSPERTYZY 29 września 2020 r.

ZAKRES I CEL EKSPERTYZY Ekspertyzę wykonano w zakresie sprawdzenia własności magnetycznych wzorców masy w celu stwierdzenia zgodności z wymaganiami ustalonymi w Załączeniu Międzynarodowym OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r., dla wzorców masy klasy dokładności F₁.

WYNIKI EKSPERTYZY Podano na stronie drugiej niniejszego świadectwa.

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA Właściwości magnetyczne wzorców zostały określone poprzez zastosowanie susceptometru firmy Radwag, typu: SM-MYA-5.4Y, nr fabr. 1 i odniesione do wzorca podatności magnetycznej PTB (Niemcy) poprzez wzorec podatności magnetycznej o nr fabrycznym 10311017 – 1 kg.

ZGODNOŚĆ Z WYMAGANIAMI Na podstawie przeprowadzonej ekspertyzy stwierdzono, że wzorce nie spełniają wymagań metrologicznych dla wzorców masy klasy dokładności F₁ określonych w punkcie 9 Załączenia Międzynarodowego OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r.

ORZECZENIE Namagnesowanie wzorców masy przekracza wartość graniczną określoną w Załączeniu Międzynarodowym OIML R 111-1.

Z upoważnienia Dyrektora
Kierownik Laboratorium
Katarzyna Knapka

Niniejsze świadectwo może być okazywane lub kopiowane tylko w całości.

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY wydane przez Wydział Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy

Data wydania: 25 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.5.1.2020 Strona 2/2

WYNIKI EKSPERTYZY

Masa nominalna wzorca [kg]	Oznaczenie wzorca	Namagnesowanie [μT]	Dopuszczalne namagnesowanie wg OIML R 111-1 [μT]	Podatność magnetyczna	Dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML R 111-1
10000	10 kg	2317	25	4,8	0,2
5000	5 kg	658		0,9	
2000	2 kg	434		0,5	
1000	1 kg	1112		1,6	

Autoryzowała:
Starszy Inspektor
Honorata Michalska
Honorata Michalska

Rys. 2. Świadectwo ekspertyzy kompletu wzorców masy o numerze fabrycznym 260

Tab. 4. Wyniki badań kompletu wzorców masy o numerze fabrycznym 258, klasy dokładności F₁, z roku 1984, producent PKNiM

lp.	masa nominalna g	polaryzacja μT	dopuszczalna polaryzacja wg OIML μT	podatność magnetyczna	dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML
1	10 000	511	25	0,7	0,2
2	5 000	582	25	0,7	0,2
3	2 000	459	25	0,5	0,2
4	1 000	448	25	1,6	0,2

Wnioski

Modernizacja wyposażenia pomiarowego z dziedziny masy, użytkowanego w placówkach terenowej administracji miar, powinna być realizowana dwutorowo. Wymianie kilkudziesięcioletnich wag mechanicznych na nowoczesne komparatory masy powinna towarzyszyć wymiana wzorców masy niespełniających wymagań OIML R 111-1. Weryfikację użytkowanych dotychczas wzorców masy należy rozszerzyć o sprawdzenie właściwości technicznych tych wzorców, w tym w szczególności ich charakterystyk magnetycznych. Magnetyzm materiałów, z których wytwarzane są wzorce masy, był często zaniedbywanym czynnikiem. Z tego względu

wzorce, wprowadzone do użytkowania w latach wcześniejszych, powinny zostać sprawdzone na zgodność z wymaganiami OIML R 111-1. Przy zakupie nowych wzorców masy należy zwrócić szczególną uwagę, aby pozyskane przyrządy posiadały odpowiednio małe, w odniesieniu do ich masy oraz klasy dokładności, wartości trwałej magnetyzacji i podatności magnetycznej.

Trzeba również pamiętać o tym, że wymagania OIML R 111-1 nie odnoszą się wyłącznie do obszaru wzorcowania. Zalecenie Międzynarodowe OIML R 111-1 zawiera wymagania techniczne i metrologiczne dla wzorców używanych w procesie legalizacji wag, w procesie

Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy

Wydział Usług Metrologicznych
Laboratorium Masy
ul. Królowej Jadwigi 25, 85-959 Bydgoszcz
tel. (52) 322-06-06, fax (52) 322-04-26, e-mail: i28@poczta.gum.gov.pl

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY

Data wydania: 25 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.3.3.2020 Strona 1/2

OBIĘKT EKSPERTYZY Wzorce masy od 10 kg do 1 kg; ozn. F₁ i nr fabryczny 258 umieszczone na skrzynce; wytwórca PKNiM; rok produkcji 1984.

ZGŁASZAJĄCY Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

UŻYTKOWNIK Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy, Wydział Zamiejscowy we Włocławku
87-800 Włocławek, ul. Dziewińska 13a.

MIEJSCE EKSPERTYZY Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

DATA WYKONANIA EKSPERTYZY 29 września 2020 r.


ZAKRES I CEL EKSPERTYZY Ekspertyzę wykonano w zakresie sprawdzenia własności magnetycznych wzorców masy w celu stwierdzenia zgodności z wymaganiami ustalonymi w Załączniku Międzynarodowym OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r., dla wzorców masy klasy dokładności F₁.

WYNIKI EKSPERTYZY Podano na stronie drugiej niniejszego świadectwa.

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA Właściwości magnetyczne wzorców zostały określone poprzez zastosowanie susceptometru firmy Radwag, typu: SM-MYA-5.4Y, nr fabr. 1 i odniesione do wzorca podatności magnetycznej PTB (Niemcy) poprzez wzorec podatności magnetycznej o nr fabrycznym 10311017 – 1 kg.

ZGODNOŚĆ Z WYMAGANIAMI Na podstawie przeprowadzonej ekspertyzy stwierdzono, że wzorce nie spełniają wymagań metrologicznych dla wzorców masy klasy dokładności F₁ określonych w punkcie 9 Załącznika Międzynarodowego OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r.

ORZECZENIE Namagnesowanie wzorców masy przekracza wartość graniczną określoną w Załączniku Międzynarodowym OIML R 111-1.

 Z upoważnienia Dyrektora Kierownika Laboratorium *Katarzyna Kapela*

Niniejsze świadectwo może być wykazywane lub kopiowane tylko w całości.

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY wydane przez Wydział Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy
Data wydania: 25 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.3.3.2020 Strona 2/2

WYNIKI EKSPERTYZY

Masa nominalna wzorca	Oznaczenie wzorca	Namagnesowanie [μT]	Dopuszczalne namagnesowanie wg OIML R 111-1 [μT]	Podatność magnetyczna	Dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML R 111-1
10 kg	10 kg	511	25	0,7	0,2
5 kg	5 kg	582		0,7	
2 kg	2 kg	459		0,5	
1 kg	1 kg	448		1,6	

Autoryzowała:
Stary Inspektor
Honorata Michalska

Rys. 3. Świadectwo ekspertyzy kompletu wzorców masy o numerze fabrycznym 258

Tab. 5. Wyniki badań kompletu wzorców masy klasy dokładności F₁, z roku 1987, producent PKNiM

lp.	masa nominalna g	oznaczenie	polaryzacja μT	dopuszczalna polaryzacja wg OIML μT	podatność magnetyczna	dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML
1	20 000	II 20 kg	10	25	0,1	0,2
2	20 000	II 20 kg *	17	25	0,1	0,2

wzorcowania wzorców masy i odważników oraz wzorców, które użytkowane są z wagami (wzorce stosowane do adiustacji wag, do sprawdzania bieżącego wag elektronicznych). Istotnym elementem wszystkich ww. czynności metrologicznych wykonywanych z udziałem wzorców masy jest posiadanie rzetelnej informacji na temat ich parametrów magnetycznych. Tylko pewność i całkowite zaufanie w stosunku do użytkowanych wzorców masy pozwoli zapewnić wysoki poziom pomiarów realizowanych w jednostkach terenowej administracji miar.

Uwaga praktyczna

Nietrudnym i ogólnodostępnym sposobem na sprawdzenie, czy wzorec masy wykazuje właściwości magnetyczne, jest zastosowanie igły magnetycznej. Kompas

składający się z namagnesowanej igły, której orientacja zmienia się w odpowiedzi na otaczające pole magnetyczne, jest prostym typem magnetometru, który może wykazać namagnesowanie wzorca.

Kompas należy ustawić tak, aby wskazywał północ, następnie należy zbliżyć do niego wzorec masy. Siły magnetyczne wzorca będą oddziaływały na igłę kompasu, powodując jej wychylenie. Metodą z zastosowaniem kompasu można dokonać wstępnej selekcji wzorców. Wytypowane w ten sposób wzorce masy można przekazać do laboratorium GUM lub innego laboratorium wykonującego pomiary magnetyzmu wzorców masy celem przeprowadzenia ekspertyzy.

Tab. 6. Wyniki badań kompletu wzorców masy klasy dokładności E₂, z roku 2008, producent GRAMET

lp.	masa nominalna g	oznaczenie	polaryzacja μT	dopuszczalna polaryzacja wg OIML μT	podatność magnetyczna	dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML
1	200		0	8	0,00	0,07
2	200	*	0	8	0,00	0,07
3	100		0	8	0,00	0,07
4	50		0	8	0,00	0,07
5	20		0	8	0,00	0,07
6	20	*	0	8	0,00	0,07
7	10		0	8	0,00	0,18
8	5		1	8	0,00	0,18
9	2		1	8	0,00	0,18
10	2	*	0	8	0,00	0,18
11	1		0	8	0,0	0,9

Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy

Wydział Usług Metrologicznych
Laboratorium Masy
ul. Królowej Jadwigi 25, 85-959 Bydgoszcz
tel. (52) 322-06-06, fax (52) 322-04-26, e-mail: l28@poczta.gum.gov.pl

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY

Data wydania: 27 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.1.12.2020 Strona 1/2

OBIEKT EKSPERTYZY
Wzorce masy od 200 g do 1 g; ozn. i nr fabryczny 7451 umieszczone na skrzynce; wytwórca GRAMET; rok produkcji 2008.

ZGŁASZAJĄCY
Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

MIEJSCE EKSPERTYZY
Okresowy Urząd Miar w Bydgoszczy
Zespół Laboratoriów Wzorcujących – Laboratorium Masy
85-959 Bydgoszcz, ul. Królowej Jadwigi 25.

DATA WYKONANIA EKSPERTYZY
30 września 2020 r.

ZAKRES I CEL EKSPERTYZY
Ekspertyze wykonano w zakresie sprawdzenia własności magnetycznych wzorców masy w celu stwierdzenia zgodności z wymaganiami ustalonymi w Załączniku Międzynarodowym OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r., dla wzorców masy klasy dokładności E₂.

WYNIKI EKSPERTYZY
Podano na stronie drugiej niniejszego świadectwa.

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA
Właściwości magnetyczne wzorców zostały określone poprzez zastosowanie susceptometru firmy Radwag, typu: SM-MYA-5.4Y, nr fabr. 1 i odniesione do wzorca podatności magnetycznej PTB (Niemcy) poprzez wzorzec podatności magnetycznej o nr fabrycznym 10311017 – 1 kg.

ZGODNOŚĆ Z WYMAGANIAMI
Na podstawie przeprowadzonej ekspertyzy stwierdzono, że wzorce spełniają wymagania metrologiczne dla wzorców masy klasy dokładności E₂ określone w punkcie 9 Załącznika Międzynarodowego OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” – 2004 r.

ORZECZENIE
Namagnesowanie wzorców jest mniejsze od wartości granicznej określonej w Załączniku Międzynarodowym OIML R 111-1.

Niniejsze świadectwo może być okazywane lub kopiowane tylko w całości.

Z upoważnienia Dyrektora
Kierownik Laboratorium
[Podpis]

ŚWIADECTWO EKSPERTYZY wydane przez Wydział Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy
Data wydania: 27 listopada 2020 r. Nr świadectwa: WUM.4111.1477.1.12.2020 Strona 2/2

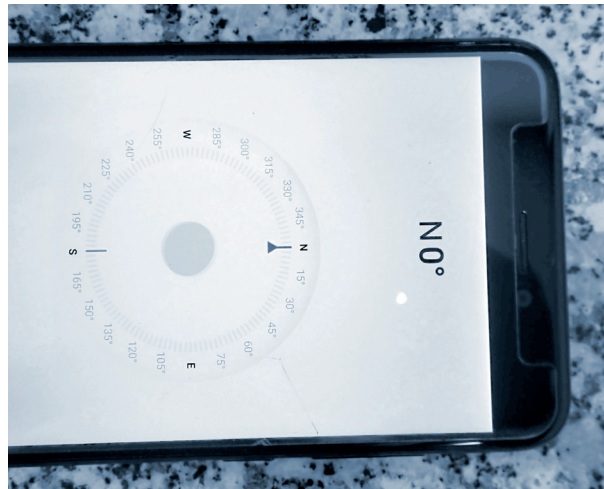
WYNIKI EKSPERTYZY

Masa nominalna wzorca	Oznaczenie wzorca	Namagnesowanie [μT]	Dopuszczalne namagnesowanie wg OIML R 111-1 [μT]	Podatność magnetyczna	Dopuszczalna podatność magnetyczna wg OIML R 111-1
200 g		0	8	0,00	0,07
200 g	*	0			
100 g		0			
50 g		0			
20 g		0			
20 g	*	0			
10 g		0	8	0,00	0,18
5 g		1			
2 g		1			
2 g	*	0			
1 g		0		0,0	0,9

Autoryzowała:

[Podpis]
Starszy Inspektor
Honorata Michalska

Rys. 4. Świadectwo ekspertyzy kompletu wzorców masy klasy dokładności E₂, z roku 2008, producent GRAMET



Rys. 5. Kierunek w kompasie wskazuje północ



Rys. 6. Wzorzec masy 10 g, klasy dokładności E₂. Polaryzacja zmierzona za pomocą susceptometru wynosi -27 μT



Rys. 7. Wzorzec masy 10 g, klasy dokładności E₂. Polaryzacja zmierzona za pomocą susceptometru wynosi 25 μT

Bibliografia

- [1] K. Kapela: Wnioski wynikające z eksploatacji komparatorów masy pozyskanych dla terenowej administracji miar. Biuletyn GUM, nr 1/2020, s. 24-29.
- [2] OIML R 111-1 Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃. Part 1: Metrological and technical requirements, 2004.



Honorata Michalska

Absolwentka Wydziału Technologii i Inżynierii Chemicznej Uniwersytetu Technologiczno-Przyrodniczego w Bydgoszczy. W Administracji Miar od 2019 r. Obecnie zajmuje stanowisko Starszego Inspektora i Zastępcy Kierownika w Laboratorium Masy w Wydziale Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy.



Katarzyna Kapela

Absolwentka Wydziału Technologii i Inżynierii Chemicznej Akademii Techniczno-Rolniczej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich w Bydgoszczy (obecnie Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy). W administracji Miar od 2008 r. Obecnie zajmuje stanowisko Kierownika Laboratorium Masy w Wydziale Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy. Nadzoruje prace wykonywane w laboratorium oraz podejmuje działania związane z jego rozwojem. Zapewnia właściwą realizację działań OUM w Bydgoszczy w zakresie realizacji zadań wynikających ustawy o tachografach oraz pełni funkcję Kierownika Technicznego Jednostki Notyfikowanej JN 1442.

Metoda spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej alternatywą dla badań niszczących przy podejmowaniu decyzji o próbie wyrobów ze stopów metali szlachetnych

The method of X-ray fluorescence spectrometry as an alternative to destructive testing when making a decision on the standards of articles of precious metal alloys

Aleksandra Górkiewicz-Malina, Paweł Kowalówka
Okręgowy Urząd Probierczy w Krakowie

W artykule rozważano przypadki możliwości podejmowania decyzji o próbie stopów, z których wykonane są wyroby jubilerskie, z pominięciem analitycznych metod niszczących, na podstawie badań metodą spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej oraz powszechnie stosowanej metody przybliżonej, na kamieniu probierczym.

The article considers cases of the possibility of making a decision on the testing of alloys from which jewelry is made, bypassing the destructive analytical methods and on the basis of X-ray fluorescence spectrometry and commonly used touchstone method.

Słowa kluczowe: metale szlachetne, wyroby ze złota, probiernictwo, metoda fluorescencji rentgenowskiej
Keywords: precious metals, gold articles, hallmarking, method of X-ray fluorescence spectrometry

Wprowadzenie

Rozwój technologii wytwarzania stopów metali szlachetnych, związany z zastosowaniem nietypowych dodatków stopowych, które mają istotny wpływ nie tylko na ich własności wytrzymałościowe, ale również względy estetyczne (kolorystykę) sprawia, że urzędy probiercze napotykają na wiele trudności związanych z badaniem wyrobów wykonanych z tego typu stopów i z podejmowaniem decyzji o próbie. Ta różnorodność składu stopów powoduje sytuację, w której urzędy nie dysponują wystarczającym asortymentem wzorców (iglic probierczych), stosowanych w metodzie przybliżonej na kamieniu probierczym. Dotychczas, dodatkowo stosowana jest również, jako metoda pomocnicza, spektrometria fluorescencji rentgenowskiej (XRF). Jest to analiza ilościowo-jakościowa, która w niektórych przypadkach, szczególnie przy badaniu pojedynczych sztuk, jest pomocna

przy podejmowaniu decyzji o próbie z uwagi na informacje o składzie stopów.

Dla wyrobów zgłaszanych przez krajowych producentów i importerów stosowane są w urzędach obowiązkowe, inwazyjne metody analityczne: analiza kupelacyjna dla wyrobów ze stopów złota i analiza potencjometryczna dla wyrobów ze stopów srebra.

Badanie wyrobów z metali szlachetnych, z zastosowaniem wyżej wymienionych metod, związane jest z pobraniem próbki z wyselekcjonowanego ze zgłoszonej pozycji wyrobu, co związane jest z jego uszkodzeniem i nie zawsze może on zostać odtworzony.

Przepisy prawa probierczego dopuszczają zgłoszenie przez wytwórcę materiału, z którego wykonano wyroby i jeżeli badanie porównawcze potwierdza, że pod względem składu i jednorodności jest to ten sam materiał, to

można poddać go analizie, bez pobierania próbki gotowego wyrobu. Sprawdzenia dokonuje się przy użyciu spektrometrów fluorescencji rentgenowskiej, w które wyposażone są wszystkie wydziały techniczne i wydziały zamiejscowe okręgowych urzędów probierczych. Jest to jednak możliwe w badaniu dużych partii wyrobów wykonanych z tego samego stopu. Taką praktykę stosuje się głównie dla krajowych producentów, którzy od lat bazują na sprawdzonym atestowanym surowcu.

Doświadczenia, jakie posiadają polscy probierze oraz sygnały napływające z urzędów probierczych państw członkowskich Konwencji o kontroli i cechowaniu wyrobów z metali szlachetnych, skłaniają do działań umożliwiających podejmowanie decyzji o próbie po badaniach metodą spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej, bez konieczności zastosowania analitycznych metod niszczących. Oczywiście, takie decyzje poparte musiałyby być kompleksowymi badaniami pod kątem składu stopów metali szlachetnych.

W prowadzonym obecnie procesie nowelizacji ustawy z dnia 1 kwietnia 2011 roku Prawo probiercze (t.j. Dz. U. z 2020 r. poz. 265) przewidziano zmianę przepisów, polegającą na podniesieniu rangi metody spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej z pomocniczej na obowiązkową, pozwalającą na podjęcie decyzji o próbie.

Planowane zmiany skłoniły do podjęcia w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie wstępnych badań, pozwalających dokonać oceny wiarygodności wyników uzyskiwanych metodą spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej przy podejmowaniu decyzji o próbie stopu, z którego wykonany jest wyrób.

Przeprowadzone kompleksowe badania rozpoznawcze

Działalność pracowników administracji probierczej polega głównie na badaniu i oznaczaniu wyrobów ze stopów metali szlachetnych, czemu towarzyszy stale konieczność terminowej realizacji zleceń. Przy dużym obciążeniu w skali każdego dnia, a małej liczbie zatrudnionej kadry, utrudnione jest podjęcie prac badawczych nad doskonaleniem metod badania i oznaczania wyrobów ze stopów metali szlachetnych.

Bardzo pomocna okazała się wieloletnia współpraca z Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej. Absolwentka tego Wydziału, po odbytym stażu w urzędzie probierczym, podjęła realizację pracy inżynierskiej o tematyce zaproponowanej przez nasz Urząd, związanej z badaniem stopów metali szlachetnych, eliminującym niszczące metody analityczne.

Praca pod tytułem „Ocena możliwości wykorzystania metody fluorescencji rentgenowskiej jako potencjalnego narzędzia w badaniu stopów metali szlachetnych” [1] zmierza w kierunku udzielenia odpowiedzi, czy możliwe jest podjęcie decyzji o próbie stopu, z którego wykonany jest wyrób, na podstawie badania metodą fluorescencji rentgenowskiej wraz z metodą przybliżoną, z pominięciem niszczącej metody kupelacyjnej lub potencjometrycznej. Cała część badawcza realizowana była w Wydziale Technicznym krakowskiego Urzędu, a wyniki badań, poszerzone o doświadczenia własne Wydziału, zamieszczone zostały w niniejszym artykule.

Kompleksowe badania przeprowadzono na wytypowanych stopach złota, z zastosowaniem zarówno metody spektralnej (poprzedzonej badaniem na kamieniu probierczym), jak również analitycznej, co pozwoliło porównać wyniki i znaleźć przypadki, w których podjęcie decyzji administracyjnej o próbie wyrobu wyłącznie na podstawie pomiarów XRF jest możliwe.

Do prowadzonych badań wykorzystane zostały dwie grupy stopów:

- a) próbki atestowane – stopy użyczone od wytwórcy, który wytwarza swoje wyroby od lat, bazując na tych samych składnikach i powtarzalnej technologii wytwarzania. Prowadzona przez Urząd dokumentacja potwierdza powtarzalność uzyskiwanych wyników przy każdorazowym zgłoszeniu wyrobów;
- b) próbki z wyrobów – przeznaczone do badań próbki zostały pobrane z gotowych, przypadkowo wybranych wyrobów, które były w depozycie urzędu.

W obu przypadkach przeprowadzono kompleksowe badania:

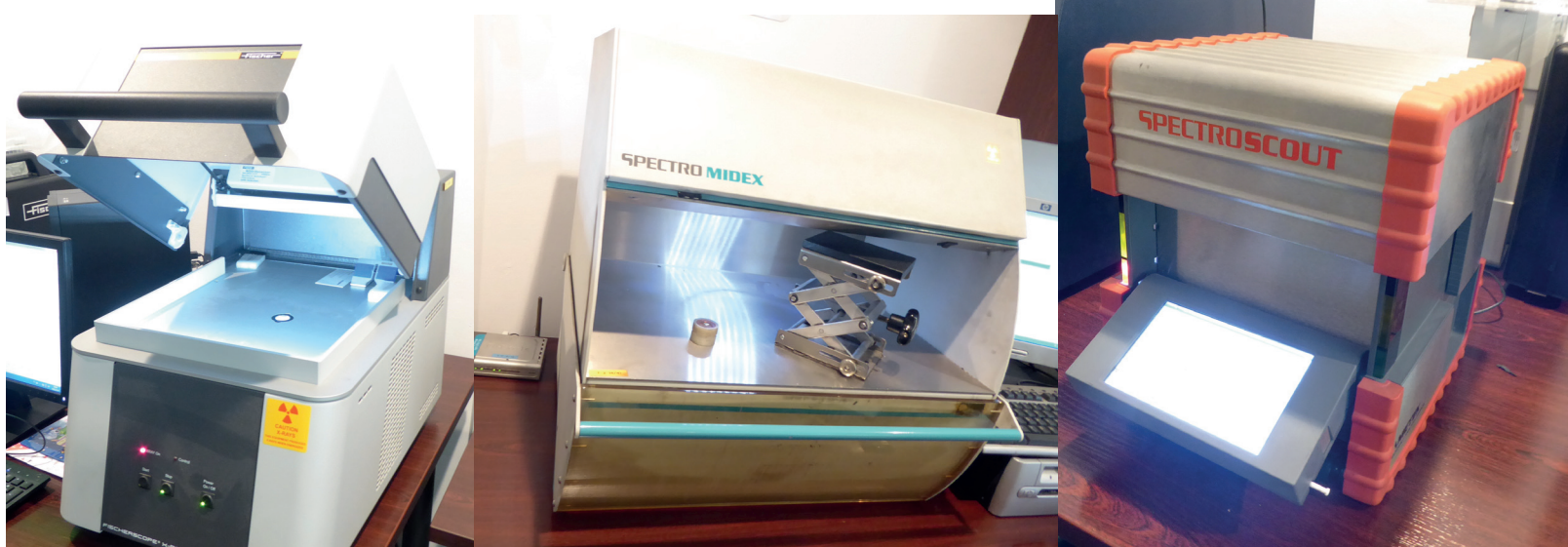
- metodą przybliżoną na kamieniu probierczym,
- pomocniczą metodą spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej, która w artykule nazywana jest „metodą XRF”,
- metodami analitycznymi: metodą kupelacji (obowiązkową przy badaniu stopów złota), jak również metodą potencjometryczną (obowiązkową przy badaniu stopów srebra).

Serie pomiarowe metodą XRF przeprowadzono przy użyciu trzech spektrometrów (rys. 1):

- Fischerscope X-Ray XAN,
- Spectro Scout,
- Spectro Midex.

Badania atestowanych próbek stopów

W badaniu stopów atestowanych wykorzystano 10 próbek (rys. 2) w postaci krążków reprezentujących materiały do produkcji wyrobów jubilerskich o deklarowanych przez producenta próbach:



Rys. 1. Zastosowane w badaniach spektrometry fluorescencji rentgenowskiej, w kolejności od lewej Fischer X-RAY XAN, Spectro Scout, Spectro Midex



Rys. 2. Przykłady atestowanych próbek zastosowanych w prowadzonych badaniach

- 0,333 Au (próbki nr 1, 2, 3),
- 0,585 Au (próbki nr 4, 5, 6, 7),
- 0,750 Au (próbki nr 8, 9),
- 0,925 Ag (próbka nr 10).

Badanie metodą przybliżoną na kamieniu probierczym pozwoliło na określenie próby tylko dla trójskładnikowych stopów złota (próbki: 2, 5, 8) oraz stopu srebrnego (próbka nr 10). Pozostałe stopy Au-Ag-Cu zawierały dodatki cynku, niklu i palladu, a Urząd nie posiada wzorców, które pozwoliłyby na określenie próby z zastosowaniem tej metody.

W kolejnym etapie wykonano serie pomiarów przy użyciu trzech spektrometrów (rys. 1) eksploatowanych w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie.

Zestawienie otrzymanych wyników badań próbek stopów metali szlachetnych (tab. 1) w badaniu metodą XRF pokazuje, że każdy ze spektrometrów charakteryzuje się odmienną specyfiką, którą można zauważyć na wybranych stopach, dających odbiegające od pozostałych urządzeń rezultaty pomiarowe:

- zaobserwowano, że wyniki dla stopów złota próby 0,333 Au, uzyskane na spektrometrze Spectro Scout, są wyższe nawet o 1,2 % (12 pkt) – rezultaty dotyczą próbek o numerach 2 i 3,
- w przypadku stopów deklarowanych przez producenta jako 0,585 Au uzyskano wyniki, które należy uznać jako zawyżone i dotyczą one spektrometru Midex.

Różnice wynoszą ok. 1,4 % (14 pkt) i dotyczą próbki nr 7 o dużej zawartości palladu,

- próbka stopu złota o numerze 8, badana przy użyciu spektrometru Fischer, daje wyniki niższe o ok. 1 % (10 pkt w przeliczeniu na próbę).

Ostatni etap stanowiły badania analityczne: próbki stopów złota 1-9 przebadano metodą kupelacyjną (termiczną), natomiast próbkę 10 metodą potencjometryczną.

Wyniki analiz atestowanych stopów złota (tab. 2) różniły się od siebie o maksymalnie 0,3 punktu lub nie różniły się wcale (próbki stopów trójskładnikowych nr 2, 5, 8), a średnia różnica dwóch równoległych próbek to 0,12 punktu. Można założyć, iż potwierdza to jednorodność badanych stopów i dokładność wykonywanych analiz. Przeprowadzone próby porównawcze dla każdej analizowanej serii krążków pozwoliły na naniesienie korekty przed otrzymaniem ostatecznego wyniku badania.

Porównanie wyników metody XRF z wynikami z analizy kupelacyjnej dla stopów atestowanych

Porównanie uzyskanych wyników, przy zastosowaniu tych dwóch metod dla konkretnych próbek, zamieszczono na rys. 3, 4 i 5.

W przypadku krążków próby 0,333 Au, które są stopami atestowanymi, większość wyników uzyskanych przy badaniu metodą XRF w zestawieniu z wynikami z analizy kupelacyjnej, ma wyższe wartości (max. o 3 pkt). Pozwala to na podjęcie decyzji o próbie na podstawie wyników badań metodą XRF dla stopów, które zawierają oprócz miedzi i srebra dodatki palladu lub cynku.

W przypadku krążków, które są stopami atestowanymi o próbie 0,585 Au, większość wyników uzyskanych przy badaniu metodą XRF w zestawieniu z wynikami z analizy kupelacyjnej, ma wyższe wartości (max. o 4 pkt).

Wyjątek stanowią próbki złota o nr 4 i 6 (wartości niższe odpowiednio o 1, 2 i 7 pkt). W zestawieniu

Tab. 1. Zestawienie wyników stopów atestowanych po badaniu metodą XRF

Próbka	Spektrometr	Zawartość					
		Au (%)	Ag (%)	Pd (%)	Cu (%)	Zn (%)	Ni (%)
1	Fischer	33,50	7,57	-	46,44	12,43	-
	Scout	33,37	7,13	-	45,87	13,60	-
	Midex	33,64	7,49	-	45,98	12,85	-
2	Fischer	33,28	2,70	-	63,69	-	-
	Scout	34,54	2,71	-	62,73	-	-
	Midex	33,54	2,69	-	63,62	-	-
3	Fischer	33,26	55,55	0,96	4,73	5,44	-
	Scout	34,38	53,57	0,93	5,20	5,78	-
	Midex	33,49	55,62	0,93	4,58	5,28	-
4	Fischer	58,21	8,27	-	27,28	6,07	-
	Scout	58,64	7,65	-	27,20	6,50	-
	Midex	58,72	7,38	-	27,41	6,33	-
5	Fischer	58,64	3,98	-	37,01	-	-
	Scout	58,61	3,83	-	37,53	-	-
	Midex	58,75	3,59	-	37,33	-	-
6	Fischer	58,23	-	-	30,43	3,03	8,26
	Scout	58,60	-	-	30,27	2,80	8,32
	Midex	58,28	-	-	30,32	3,16	8,17
7	Fischer	58,47	11,57	18,94	10,62	-	-
	Scout	58,30	11,40	19,53	10,70	-	-
	Midex	59,93	10,47	17,80	11,35	-	-
8	Fischer	74,72	14,55	-	10,57	-	-
	Scout	75,80	13,87	-	10,23	-	-
	Midex	75,75	13,65	-	10,55	-	-
9	Fischer	75,08	3,16	12,23	9,32	-	-
	Scout	75,74	2,99	12,13	9,13	-	-
	Midex	75,32	2,84	11,98	9,42	-	-
10	Fischer	-	92,66	-	7,10	-	-
	Scout	-	92,63	-	7,02	-	-
	Midex	-	92,69	-	7,08	-	-

z wynikami pochodzącymi z kupelacji, możemy zauważyć, że wyłącznie wynik próbki nr 6 (rys. 4), reprezentującej stop zawierający nikiel (tzw. białe złoto niklowe) kwalifikuje do oznaczenia niższą próbę (0,500 Au). Pozwala to na stwierdzenie, że w przypadku stopów zawierających nikiel, metoda XRF nie jest wiarygodna przy podjęciu decyzji o próbie stopu złota 0,585 Au. Natomiast dodatki cynku i palladu nie mają istotnego wpływu na wyniki badań.

W przypadku krążków, które są stopami atestowanymi w próbie 0,750 Au, większość wyników uzyskanych przy badaniu metodą XRF w zestawieniu z wynikami z analizy kupelacyjnej, ma wyższe wartości (max. o 5 pkt). Uzyskane wyniki pozwalają podjąć decyzję o próbie zarówno dla stopów złota trójskładnikowych, jak również dla zawierających dodatkowo pallad.

Inaczej należy natomiast interpretować wynik badania próbki srebra, który pomimo zgodności co do ostatecznie ustalonej próby dla wyrobu (0,925 Ag) różni się dla

Tab. 2. Wyniki badań analitycznych (kupelacyjnych) dla stopów reprezentujących próbki atestowane

Próbka	Wyniki z kupelacji	Próba
1	334,1	0,335
	334,2	
2	332,6	0,334
	332,6	
3	334,2	0,335
	334,1	
4	585,7	0,586
	586	
5	586,2	0,586
	586,2	
6	586,3	0,586
	586	
7	586,9	0,586
	587	
8	750,8	0,751
	750,8	
9	751,7	0,752
	751,8	

wszystkich 9 pomiarów dokonanych przy użyciu 3 spektrometrów, w stosunku do wyniku z badania metodą potencjometryczną o 7 pkt.

Badanie stopów z wyrobów z różnego źródła pochodzenia

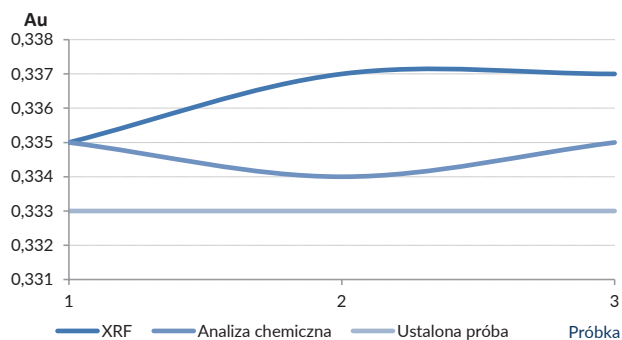
Do badań wykorzystano 16 próbek o nieznanym składzie i próbie finalnej. Były to:

- obrączki (próbka 11, 20),
- łańcuszki (próbka 12, 13, 14, 21, 22),
- kolczyki (próbka 16),
- bransoletki (próbka 15, 17, 18, 19, 23),
- pierścionki (próbki 24, 25, 26).

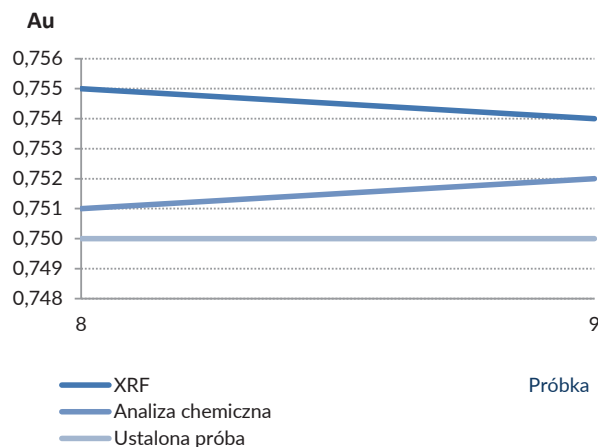
Wstępne badanie powyższych próbek metodą na kamieniu probierczym wykazało, że próbka nr 11 wykonana została z metalu nieszlachetnego.

Badanie na kamieniu probierczym pozwoliło określić próbę tylko trzech stopów (odpowiadającą odpowiednio próbkom o numerach: 16, 25 i 26). Zarówno wyroby łańcuszkowe, jak też kolczyki, z których pobrano próbki do kupelacji, wymagały wykonania dużej liczby pomiarów metodą XRF z uwagi na:

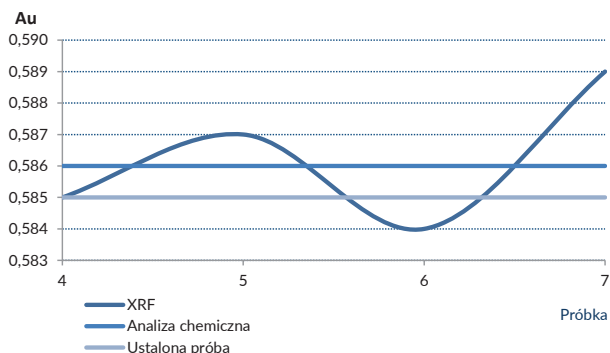
- brak możliwości dopasowania iglic probierczych w badaniu wstępnym do badanych stopów,
- dużą liczbę elementów (o różnych próbach), z których wykonane były wyroby.



Rys. 3. Zestawienie wyników dla próbki 0,333 Au po badaniu metodą XRF i kupelacyjną



Rys. 5. Zestawienie wyników dla próbki 0,750 Au po badaniu metodą XRF i kupelacyjną



Rys. 4. Zestawienie wyników dla próbki 0,585 Au po badaniu metodą XRF i kupelacyjną



Rys. 6. Przykłady wyrobów, zgłoszonych do urzędu probierczego, objętych badaniami

Tab. 3. Zestawienie wyników z metody XRF przy użyciu trzech spektrometrów fluorescencji rentgenowskiej

Próbka	Część badana	Spektrometr	Au (%)	Ag (%)	Cu (%)	Zn (%)	Ni (%)	Sn (%)
11	Obrączka	Fischer	-	-	93,24	2,972	-	3,603
		Scout	-	-	92,10	4,15	-	3,59
		Midex	-	-	92,59	2,80	-	4,45
12	Plakietka	Fischer	58,20	7,17	28,28	6,22	-	-
		Scout	59,02	6,73	27,90	6,39	-	-
		Midex	58,82	6,63	28,21	6,29	-	-
	Łańcuszek	Fischer	59,26	7,16	24,29	9,11	-	-
		Scout	60,21	7,05	23,10	9,60	-	-
		Midex	60,66	6,72	23,38	9,16	-	-
13	Plakietka	Fischer	58,74	4,43	31,32	5,44	-	-
		Scout	59,32	4,16	30,90	5,67	-	-
		Midex	58,94	4,04	31,32	5,62	-	-
	Łańcuszek	Fischer	58,69	6,10	30,01	5,07	-	-
		Scout	59,45	5,52	29,80	5,22	-	-
		Midex	59,31	5,63	28,70	5,23	-	-
14	Plakietka	Fischer	58,87	4,35	31,16	5,49	-	-
		Scout	59,37	4,25	30,80	5,59	-	-
		Midex	59,08	4,039	31,16	5,65	-	-
	Łańcuszek	Fischer	58,43	5,41	30,83	5,22	-	-
		Scout	58,56	5,09	30,60	5,55	-	-
		Midex	Brak możliwości pomiaru ze względu na wielkość łańcuszka					
15	Błaszki kończące	Fischer	58,86	5,24	31,86	3,93	-	-
		Scout	59,12	4,76	31,90	4,19	-	-
		Midex	59,59	4,70	31,72	3,97	-	-
	Bransoleta	Fischer	60,27	4,89	30,21	4,57	-	-
		Scout	60,32	4,67	30,30	4,72	-	-
		Midex	59,24	4,56	31,67	4,47	-	-
16	Baranek	Fischer	58,69	2,55	32,12	5,44	1,10	-
		Scout	59,14	2,95	31,70	5,73	1,05	-
		Midex	58,78	2,27	32,11	5,63	1,12	-
	Szyft	Fischer	58,79	5,11	26,83	6,78	2,43	-
		Scout	59,72	3,86	28,00	6,58	1,88	-
		Midex	58,98	4,52	27,07	6,87	2,47	-
	Kolczyk	Fischer	58,74	5,99	29,49	5,61	-	-
		Scout	59,26	5,57	29,40	5,74	-	-
		Midex	59,17	5,41	29,68	5,58	-	-
17	Błaszki kończące	Fischer	58,53	5,05	32,60	3,91	-	-
		Scout	58,59	4,82	32,10	4,48	-	-
		Midex	58,84	4,61	32,28	4,25	-	-
	Bransoleta	Fischer	60,24	5,29	29,60	4,75	-	-
		Scout	60,43	4,87	29,70	5,03	-	-
		Midex	59,61	4,59	31,11	4,63	-	-

18	Błaszki kończące	Fischer	58,66	5,16	32,00	4,13	-	-
		Scout	59,18	4,90	31,30	4,59	-	-
		Midex	59,07	4,74	31,84	4,25	-	-
	Bransoleta	Fischer	59,07	5,04	30,97	4,82	-	-
		Scout	60,11	4,76	30,20	4,97	-	-
		Midex	59,83	4,54	30,64	4,89	-	-
19	Błaszki kończące	Fischer	58,08	5,20	32,18	4,42	-	-
		Scout	59,12	4,85	31,20	4,78	-	-
		Midex	59,04	4,64	31,79	4,49	-	-
	Bransoleta	Fischer	58,92	5,01	31,39	4,65	-	-
		Scout	58,99	44,76	31,20	5,04	-	-
		Midex	59,81	4,78	30,67	4,64	-	-
20	Obrączka	Fischer	58,83	3,22	31,39	7,01	-	-
		Scout	58,29	2,98	30,90	7,86	-	-
		Midex	58,79	2,90	31,14	7,15	-	-
21	Łańcuszek	Fischer	58,62	4,44	30,70	6,32	-	-
		Scout	59,13	4,52	29,60	6,70	-	-
		Midex	Brak możliwości pomiaru ze względu na wielkość łańcuszka					
22	Łańcuszek	Fischer	60,02	4,55	29,05	6,32	-	-
		Scout	59,89	4,41	29,00	6,68	-	-
		Midex	Brak możliwości pomiaru ze względu na wielkość łańcuszka					
23	Błaszki kończące	Fischer	58,46	4,25	31,84	5,41	-	-
		Scout	58,83	4,08	31,50	5,60	-	-
		Midex	58,72	3,96	31,84	5,40	-	-
	Bransoleta	Fischer	58,48	4,33	31,76	5,35	-	-
		Scout	58,73	4,14	31,20	5,94	-	-
		Midex	58,89	3,90	31,50	5,65	-	-
24	Fragment pierścionka	Fischer	58,17	9,28	30,03	2,04	-	-
		Scout	58,23	8,79	30,90	2,06	-	-
		Midex	58,53	8,38	30,94	1,98	-	-
25	Fragment pierścionka	Fischer	57,66	9,40	30,65	1,92	-	-
		Scout	56,70	8,70	29,80	0,51	-	-
		Midex	58,70	8,43	30,91	1,86	-	-
26	Fragment pierścionka	Fischer	59,23	9,42	30,52	-	-	-
		Scout	59,80	8,76	30,80	-	-	-
		Midex	59,92	8,63	30,71	-	-	-

Pomiary próbek metodą XRF wykazały:

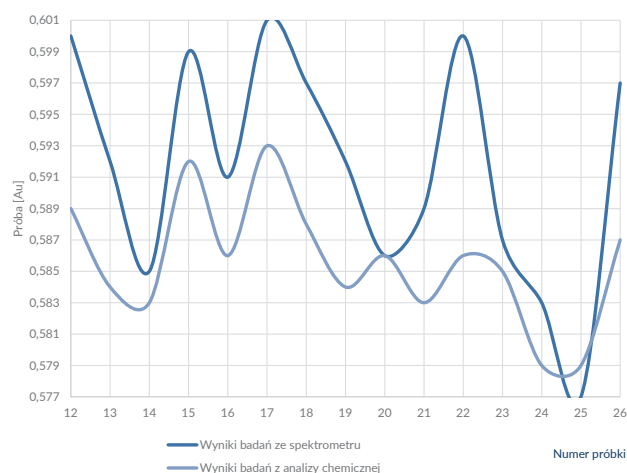
- 14 stopów, z których wykonane zostały badane wyroby, są czteroskładnikowe, natomiast próbka nr 26 reprezentuje stop trójskładnikowy,
- bardzo mały rozmiar ogniów łańcuszka uniemożliwił w przypadku próbek 21 i 22 wykonanie pomiaru,
- z uwagi na duże odchylenie w przypadku próbki nr 25 dla pomiarów wykonanych na spektrometrze Scout uznano, że wynik ten jest obarczony błędem związanym z polem pomiarowym, które uwzględniło otoczenie próbki w trakcie wykonania badania,



Rys. 7. Wykres zbiorczy uśrednionych wyników dla wyrobów badanych metodą XRF

- analizując wartości brzegowe dla każdej z serii próbek można zauważyć, że z wyjątkiem opisanego powyżej przypadku oraz próbki nr 20 najniższe wartości pomiarowe zostały zarejestrowane za każdym razem na urządzeniu Fischer (tab. 3),
- trójskładnikowy stop nie odznacza się większą dokładnością pomiarową od pozostałych czteroskładnikowych.

Do badań analitycznych (metoda kupelacji) przekazane zostały te próbki, które badane metodą XRF wykazały najniższą zawartość metalu szlachetnego w każdym wyrobie. Wyniki kupelacji dla próbek pochodzących z wyrobów charakteryzują się większym, niż w przypadku stopów atestowanych, rozproszeniem wyników między dwiema próbkami z tego samego stopu (max. do 1,5 punktu przy średniej wynoszącej 0,53 pkt). Wynika to z mniejszej jednorodności stopu. Mniejsza homogeniczność analizowanych stopów była również powodem konieczności powtórzenia badania próbki nr 16 oraz 21.



Rys. 8. Zestawienie wyników badań dla próbek pochodzących z wyrobów z zastosowaniem metody XRF i kupelacyjnej

Zestawienie zaprezentowane na rys. 8 wskazuje na wyraźną tendencję do zawyżenia wyników otrzymanych metodą XRF w odniesieniu do wyników z metody kupelacyjnej. Spośród 15 próbek, pochodzących z wyrobów poza jednym przypadkiem (próbka nr 25, której uśredniona wartość jest związana z zaniżeniem wyniku z urządzenia Scout), otrzymane wyniki z badania metodą XRF są wyższe od niszczącej metody kupelacyjnej (max. o 14 pkt).

Ocena i podsumowanie uzyskanych wyników w kierunku możliwości podjęcia decyzji o próbie badanego stopu metodą XRF

Wyniki dla badanych stopów atestowanych trójskładnikowych (Au-Ag-Cu) są zbliżone i powtarzalne przy pomiarach wykonywanych metodą XRF. Odniesienie ich do rozstrzygającej obecnie metody kupelacyjnej daje przewidywalne różnice pomiarowe wynoszące ok. 2,5 punktu (przy różnicach dla próbek pochodzących z wyrobów wynoszących nawet 14 punktów).

W przypadku trzech łańcuszków i bransolety (próbki 13, 14, 19 i 21) zaobserwowano, że ostateczna próba wynikająca z przeprowadzonych badań na stopach jest odmienna dla dwóch porównywanych metod badawczych. Dla tych stopów podjęcie decyzji o próbie wyłącznie po zbadaniu metodą XRF prowadziłoby do błędnego zawyżenia próby wyrobu (tab. 4). Również przypadek próbki zawierającej nikiel poddaje w wątpliwość pewność wyników przy pomiarach XRF.

Zastosowanie analizy kupelacyjnej dało bardzo dokładne i powtarzalne wyniki w sytuacji, gdy próbka była stopem trójskładnikowym. Niestety, w stopach wieloskładnikowych obecność domieszek innych metali może powodować, że otrzymane wyniki będą różnić się na tyle, aby konieczne było wykonanie kolejnej analizy, a co za tym idzie ponowne pobranie z wyrobu próbek, jeśli nie dostarczono materiału do badań.

W przypadku stopów srebrnych metoda XRF nie daje gwarancji uzyskania jednoznacznego wyniku, co ma istotne znaczenie w sytuacji, gdy zmierzone wartości mogą być graniczne.

W przypadku pomiarów wykonywanych metodą XRF, na próbkach pochodzących z wyrobów złotych używanych, na ocenę wyniku końcowego bardzo istotny wpływ ma urządzenie, na którym wykonywany jest pomiar. W zależności od modelu urządzenia wyniki badania tej samej próbki będą różniły się, co w kontekście ostatecznej oceny wyniku należy każdorazowo uwzględnić.

Tab. 4. Zestawienie wyników badań z zastosowanych metod XRF i analizy kupelacyjnej w odniesieniu do ustalonej próby

Nr próbki	Wynik badania XRF	Hipotetyczna próba po badaniu XRF	Wynik badania z analizy kupelacyjnej	Ustalona próba
1	0,335	0,333	0,335	0,333
2	0,337	0,333	0,334	0,333
3	0,337	0,333	0,335	0,333
4	0,585	0,585	0,586	0,585
5	0,587	0,585	0,586	0,585
6	0,584	0,500	0,586	0,585
7	0,589	0,585	0,586	0,585
8	0,755	0,750	0,751	0,750
9	0,754	0,750	0,752	0,750
10	0,927	0,925	0,934 (potencj.)	0,925
11	Metal	MET	Metal	MET
12	0,600	0,585	0,589	0,585
13	0,592	0,585	0,584	0,500
14	0,585	0,585	0,583	0,500
15	0,599	0,585	0,592	0,585
16	0,591	0,585	0,586	0,585
17	0,601	0,585	0,593	0,585
18	0,597	0,585	0,588	0,585
19	0,592	0,585	0,584	0,500
20	0,586	0,585	0,586	0,585
21	0,589	0,585	0,583	0,500
22	0,600	0,585	0,586	0,585
23	0,587	0,585	0,585	0,585
24	0,583	0,500	0,579	0,500
25	0,577	0,500	0,579	0,500
26	0,597	0,585	0,587	0,585

Podsumowanie

- Celem przeprowadzonych badań była próba eliminacji metody analitycznej – kupelacji dla sprawdzonych, atestowanych stopów złota, przy podejmowaniu decyzji o próbie i cel ten został osiągnięty.
- Realizacja tego celu jest możliwa w przypadku dużych krajowych producentów, od lat bazujących na sprawdzonych, atestowanych stopach, które zostały kompleksowo przebadane z zastosowaniem metody analitycznej – kupelacji, których wyniki są powtarzalne i gromadzone w dokumentacji urzędów probierczych.
- Wzorem Urzędu Probierczego w Pradze dobrze byłoby utworzyć, w każdym z wydziałów technicznych i wydziałów zamiejscowych OUP, bank stopów pochodzących od stałych klientów, co pozwoliłoby na dokonanie okresowo sprawdzających analiz.
- Wyposażenie urzędów probierczych w lepszej klasy spektrometry może ograniczyć liczbę próbek pobieranych do niszczącej metody analitycznej oraz przyspieszyć wydawanie decyzji związanej z ustaleniem próby stopu metalu szlachetnego.
- Rezygnacja z analitycznej metody badania nie dotyczy stopów uzyskanych ze stopienia złomu oraz wyrobów pochodzących z importu, z uwagi na różnorodność składów i brak powtarzalności stopów.

Bibliografia

- [1] A. Batorska: Ocena możliwości wykorzystania metody fluorescencji rentgenowskiej jako potencjalnego narzędzia w badaniu stopów metali szlachetnych. Praca dyplomowa-inżynierska.
- [2] Badania własne, prowadzone w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie.



Aleksandra Górkiewicz-Malina

Magister inżynier metalurg, absolwentka Wydziału Metali Nieżelaznych AGH, zatrudniona w OUP w Krakowie od 1987 r. jako Naczelnik Wydziału Probierczo-Cechowniczego, od 1996 r. na stanowisku Dyrektora OUP w Krakowie.



Paweł Kowalówka

Magister inżynier, absolwent Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie Wydziału Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska.
Zatrudniony od 2008 roku w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie.
Aktualnie na stanowisku Specjalista ds. Jakości.

Praca Wydziału Nadzoru Okręgowego Urzędu Probierniczego w Warszawie w dobie pandemii

How the Supervision Division of Regional Assay Office in Warsaw works during global pandemic time

Jacek Motyka

Okręgowy Urząd Probierniczy w Warszawie

W artykule opisano zmiany oraz nowe zadania, które wykonywane są w Wydziale Nadzoru OUP w Warszawie w związku z panującą epidemią.

The article describes changes and new tasks caused by the global pandemic, that are performed in the Supervision Division of Regional Assay Office in Warsaw.

Słowa kluczowe: probiernictwo, nadzór, pandemia

Keywords: hallmarking, supervision, pandemic

Okręgowy Urząd Probierniczy w Warszawie, tak jak niemal wszystkie urzędy administracji państwowej oraz samorządowej w kraju, bezpośrednio świadczące usługi dla klientów, od marca ubiegłego roku znalazł się w bardzo trudnym położeniu z powodu panującej epidemii koronawirusa SARS-CoV-2, która w bardzo krótkim czasie radykalnie odmieniła otaczającą nas rzeczywistość.

Zmieniły się, funkcjonujące od lat w niezmiennionej formie, zasady utrzymywania relacji społecznych. Zmieniła się sytuacja gospodarcza w kraju i dla wielu ludzi, w tym pracowników służby cywilnej, zmienił się również sposób, w jaki pracują. Okazało się, że nie wszystko jesteśmy w stanie kontrolować, a sposób wykonywania codziennych, rutynowych obowiązków zawodowych, musiał ulec poważnej modyfikacji. W okręgowych urzędach probierniczych szczególnie wyraźnie zmiany te widać na przykładzie, funkcjonujących w tych urzędach, wydziałów nadzoru. W Wydziale Nadzoru OUP w Warszawie pracuje pięć osób, które dotychczas wykonywały zadania opisane w Regulaminie organizacyjnym OUP w Warszawie oraz w zakresach obowiązków. Rozwój pandemii i sytuacja stałego, realnego

zagrożenia epidemicznego wymusiła zmianę dotychczas obowiązującego modelu pracy, jej trybu i rodzaju wykonywanych zadań.

Zawieszenie wykonywania kontroli probierniczych

Po krótkotrwałym, całkowitym zamknięciu urzędów probierniczych dla klientów, co miało miejsce na przełomie marca i kwietnia ubiegłego roku, należało szybko przystąpić do pracy w zmienionych warunkach. Właściwość terytorialna Okręgowego Urzędu Probierniczego w Warszawie, obowiązująca w dziedzinie nadzoru, obejmuje obszar siedmiu województw, stanowiący około połowę terytorium RP. Wykonywanie czynności kontrolnych wiąże się zatem z koniecznością odbywania dalekich podróży, nocowania w hotelach, a także spożywania posiłków w barach lub restauracjach. Specyfika pracy wydziału wymagała ze strony zespołów kontrolujących utrzymywania stałych kontaktów z klientami - spotkań „twarzą w twarz” z poddawanymi kontroli przedsiębiorcami, dokonywania oględzin eksponowanej do sprzedaży

biżuterii z metali szlachetnych, przyjmowania dokumentów, które przechodziły przez wiele rąk. Wykonywanie tych czynności w okresie epidemii stanowiłoby zagrożenie dla pracowników urzędów i dla kontrolowanych.

Z tych przyczyn już ponad rok temu całkowicie zrezygnowano z wykonywania kontroli probierczych w tradycyjnej formie, choć – licząc się z negatywnymi konsekwencjami tej sytuacji – wielokrotnie rozważano możliwość ich wznowienia. Ustalano nawet wstępne terminy przywrócenia kontroli, ale uniemożliwiły to kolejne, nasilające się fale pandemii.

Wprowadzenie systemu pracy zdalnej

Zgodnie z wytycznymi Ministra Zdrowia, Szefa Służby Cywilnej, KPRM i normami prawnymi zawartymi w rozporządzeniu Rady Ministrów z dnia 2 listopada 2020 r., zmieniającym rozporządzenie w sprawie ustanowienia określonych ograniczeń, nakazów i zakazów w związku z wystąpieniem stanu epidemii (Dz.U. 2020, poz. 1931), wprowadzającymi w urzędach administracji publicznej pracę zdalną, powinna ona być dominującą formą świadczenia pracy, jednak specyfika działalności i rodzaj zadań, jakie realizuje administracja probiercza, nie pozwalają na przyjęcie jej jako jedynego sposobu funkcjonowania instytucji. W Wydziale Nadzoru wprowadzono tryb pracy hybrydowej, to znaczy system mieszany – zarówno pracy stacjonarnej w urzędzie, jak i zdalnej, wykonywanej w miejscu zamieszkania. Wyposażenie pracowników w odpowiedni sprzęt i narzędzia do pracy on-line umożliwiły pracę w tym systemie.

Nowe zadania wykonywane w Wydziale Nadzoru

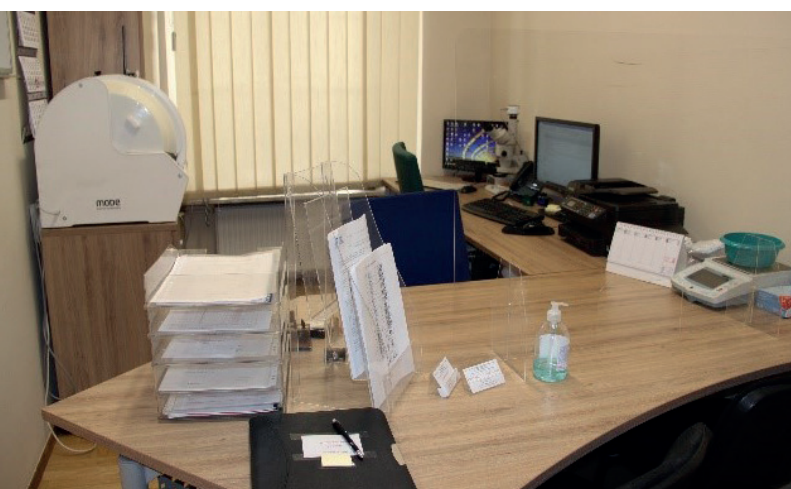
Z powodu zawieszenia kontroli w terenie pracownikom Wydziału Nadzoru przydzielono nowe zadania,

skorelowane z bieżącymi potrzebami urzędu. W pierwszej kolejności zaangażowano ich do pomocy innych wydziałów urzędu. Na przykład, dla Wydziału Budżetowego wprowadzali i aktualizowali oni dane klientów w systemie finansowo-księgowym QNT.

W Wydziale Technicznym pracownicy WN wykonywali zadania na stanowisku kontroli końcowej, służącym ocenianiu poprawności prowadzonej dokumentacji i jakości umieszczanych cech probierczych. Uczestniczyli też w pracach nad wystawianiem świadectw badania dla wyrobów z metali szlachetnych. W trakcie wspólnej pracy z pracownikami Wydziału Technicznego i w wyniku prowadzonych z nimi rozmów, wyłoniła się potrzeba przygotowania odpowiedniego programu i zorganizowania szkolenia dla pracowników obsługujących klientów w zakresie przyjmowania do badania i oznaczania wyrobów z metali szlachetnych, zakwestionowanych w trakcie kontroli probierczych. Takie szkolenie odbyło się w grudniu ubiegłego roku.

W ramach wzajemnego edukowania rozpoczęto szkolenia pracowników wydziałów zamiejscowych, wchodzących w skład zespołów kontrolujących, z prawidłowego wypełnienia protokołu kontroli probierczych. Jest to dobry i praktyczny przykład edukowania młodych stażem pracowników przez bardziej doświadczonych kolegów – z wykorzystaniem modelu tzw. szkolenia kaskadowego.

Ważnym wydarzeniem usprawniającym obsługę klientów urzędów probierczych stało się zainstalowanie i wprowadzenie do użytkowania terminali płatniczych, umożliwiających dokonywanie opłat przy użyciu kart. Pracownicy Wydziału Nadzoru znacząco przyczynili się do wprowadzenia tego korzystnego usprawnienia w skali całego urzędu, wyszukując na rynku odpowiednie oferty oraz prowadząc elektroniczną korespondencję, w celu



■ Stanowisko przeznaczone do obsługi klientów w Wydziale Nadzoru OUP w Warszawie

znalezienia i wyboru najkorzystniejszej propozycji w tym zakresie.

Rejestracja znaków imiennych oraz wykonywanie ekspertyz

Procedury dotyczące rejestracji znaków imiennych uległy mniejszym zmianom niż inne dziedziny pracy Wydziału Nadzoru. Formularze wniosków o wpis znaku imiennego do rejestru są nadal przyjmowane od klientów w tradycyjny sposób, w siedzibie OUP w Warszawie, to znaczy klient dostarcza papierowy formularz i metalową blaszkę z wizerunkiem znaku imiennego. Dla ułatwienia realizacji procedury wnioskodawca może przedstawić znak w każdym wydziale zamiejscowym właściwego terytorialnie OUP, bez konieczności podróżowania do OUP w Warszawie. Wydziały zamiejscowe przekazują odbitki do Wydziału Nadzoru OUP, który prowadzi Rejestr znaków imiennych. Istnieje również możliwość składania dokumentu drogą elektroniczną poprzez platformę ePUAP, pod warunkiem, że przyszły posiadacz znaku imiennego ma założony profil zaufany. W takich wypadkach blaszkę z umieszczonym na niej wizerunkiem znaku imiennego może dostarczyć kurier.

Wydział Nadzoru zachęca interesantów OUP do korzystania z usług urzędu przez Internet, ponieważ jest to szybki i wygodny, a w czasie pandemii najbardziej bezpieczny dla stron, sposób załatwiania spraw urzędowych. W tym celu informuje się klientów o procedurze ustalania znaków imiennych wytwórców drogą elektroniczną.

Jeden z pracowników Wydziału Nadzoru, odpowiedzialny za stronę internetową OUP, jest upoważniony do zamieszczania komunikatów, które – szczególnie w okresie pandemii – są bardzo istotne, bo często zmienia się system obsługi, godziny przyjęć czy wydawania wyrobów. Wydział Nadzoru wspomaga Sekretariat OUP w obsłudze platformy ePUAP.

W niezmiennym trybie wykonuje się ekspertyzy, które polegają na identyfikacji oznaczeń probierczych, wydawaniu opinii o autentyczności krajowych cech probierczych oraz badań określających próbę, we współpracy z Laboratorium Analiz Chemicznych lub Wydziałem Technicznym OUP w Warszawie. Zakres wykonywanych ekspertyz jest określany we wniosku o ich przeprowadzenie, składanym przez osoby fizyczne, przedsiębiorców albo instytucję.

Do wykonania kompleksowej ekspertyzy niezbędna jest współpraca specjalistów oraz odpowiedni sprzęt, znajdujący się w siedzibie OUP. W bieżącym roku w OUP wykonano już osiem ekspertyz różnego rodzaju wyrobów. Przykłady zgłaszanych do ekspertyzy wyrobów ilustrują fotografie.



Bransoleta o masie 20,6 g, wykonana ze stopu metali nieszlachetnych. Badania wykazały, że powłoka zewnętrzna została wykonana ze srebra (0,903 – 0,908) Ag. Co ciekawe, zawiera śladowe ilości bizmutu, ołowiu i cyny. Wnętrze wyrobu – metal nieszlachetny



Sztabka o masie 31,0 g, dostarczona w opakowaniu australijskiej mennicy (Perth Mint Australia). Według oznaczeń złoto próby 0,999. Badania wykazały, że została wykonana ze stopu metali nieszlachetnych

Przygotowania do prowadzenia nadzoru i kontroli internetowych

Na początku roku 2021 należało opracować sprawozdania z działalności kontrolnej wydziału za rok 2020 oraz ułożyć kalendarz planowych działań na rok bieżący, mając na uwadze ryzyka i stale zmieniającą się sytuację epidemiczną w kraju. W planowaniu działań kontrolnych, uwzględniających przyszłe zmiany w prawie probierczym, dużo uwagi poświęcono na przygotowanie zespołu do przeprowadzania kontroli przedsiębiorców prowadzących obrót wyrobami z metali szlachetnych za pośrednictwem Internetu. Członkowie tego zespołu zajmują się zbieraniem informacji o podmiotach gospodarczych, prowadzących e-obrót wyrobami z metali

szlachetnych. Są one ogólnodostępne w bazach CEDIG, KRS oraz na branżowych stronach „www”. Po uzyskaniu tego rodzaju danych do przedsiębiorców, dokonujących obrotu w Internecie, rozsyłane są pisma informacyjne o zasadach sprzedaży takich wyrobów.

W zamieszczonych w Internecie ofertach sprzedaży sprawdza się, czy podana jest informacja o masie i próbie wyrobu oraz o tym, że wyrób jest oznaczony zgodnie z wymogami prawa probierczego. E-obrót wyrobami z metali szlachetnych podlega tym samym przepisom ustawy Prawo probiercze co handel tradycyjny. Wnioski zebrane przez zespół kontrolujący, na podstawie przeglądu witryn internetowych, nie są optymistyczne. Handlowcy prowadzący działalność w cyberprzestrzeni nie przestrzegają skrupulatnie norm prawa probierczego i zdarza się, że popełniają wykroczenia, a nawet dopuszczają się oszustw. Przykładem nieuczciwego, internetowego handlu jest zakupiona na jednym z portali aukcyjnych bransoleta zrobiona rzekomo ze stopu złota,

a w rzeczywistości wykonana z metalu nieszlachetnego. Potwierdziła to wykonana w urzędzie ekspertyza.

Inne zadania Wydziału Nadzoru

Kierownictwo Wydziału Nadzoru zaangażowane jest w koordynację wielu istotnych procesów funkcjonowania OUP – takich jak system zarządzania jakością, system kontroli zarządczej, procedury dotyczące bezpieczeństwa i obrony cywilnej, procedury likwidacyjne dotyczące mienia OUP. Pracownicy Wydziału uczestniczą także w przygotowaniu projektów wewnętrznych regulaminów, zarządzeń i procedur.

W ciągu ostatniego roku szczególnie dużo czasu poświęcono na udział w żmudnych, wymagających wielu uzgodnień, pracach legislacyjnych związanych z nowelizacją ustawy Prawo probiercze oraz aktów wykonawczych do ustawy. Projektowane zmiany obejmują w części działalność nadzorczą organów administracji probierczej, co automatycznie wymaga aktywnego zaangażowania w kształtowaniu nowych, dostosowanych



Bransoleta o masie 61,7 g. Na elemencie zapięcia bransolety (języku) zidentyfikowano oznaczenia liczbowe 18K, 0750 oraz 100. Bransoleta wykonana ze stopu metali nieszlachetnych

do aktualnej sytuacji, norm prawnych w zakresie kontroli i innych czynników kształtujących nadzór nad rynkiem wyrobów z metali szlachetnych. Proces legislacyjno-nowelizacyjny ustawy jest kontynuowany do chwili obecnej. Jego uzupełnieniem były prace nad zarządzeniami wewnętrznymi, regulującymi pracę urzędu oraz prawa i obowiązki pracowników służby cywilnej.

W Wydziale Nadzoru, oprócz wyżej wymienionego zarządzenia o zasadach wykonywania pracy zdalnej, na nowo opracowano zarządzenia dyrektora OUP, dotyczące zasad sporządzania opisów i wartościowania stanowisk pracy w OUP w Warszawie oraz sprawy powołania nowego zespołu wartościującego stanowiska pracy. Przygotowano także projekt nowego regulaminu dysponowania funduszem świadczeń socjalnych. Opracowanie treści tych zarządzeń wymagało uważnego monitorowania zmian w ustawach i rozporządzeniach oraz pogłębienia wiedzy.

Pracownicy Wydziału Nadzoru biorą udział w przygotowaniu projektów odpowiedzi na pytania klientów, dotyczące zasad obrotu wyrobami z metali szlachetnych na terytorium RP oraz na temat przepisów prawa probierczego w innych krajach. Niektóre odpowiedzi przygotowywane są w języku angielskim.

Udział w pracach generowanych przez Komisję Europejską

W związku z inkorporowaniem do krajowego systemu prawnego rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2019/515 z dnia 19 marca 2019 r. w sprawie wzajemnego uznawania towarów, zgodnie z prawem wprowadzonych do obrotu w innym państwie członkowskim, pracownicy Wydziału Nadzoru zapoznawali się z regulacjami, wytycznymi, opiniami w tym zakresie. Część materiałów opublikowanych przez Komisję Europejską jest dostępna wyłącznie w języku angielskim, w związku z czym należało przetłumaczyć je na język polski w celu szerszego rozpowszechnienia, czego pracownicy Wydziału dokonali w koniecznym, wyjątkowo szybkim, tempie.

W związku z planami realizacji pilotażowego projektu w zakresie wzajemnego uznawania wyrobów z metali szlachetnych, będących w obrocie na obszarze UE, OUP w Warszawie został zaproszony do udziału w Telekonferencji zespołu ekspertów, która odbyła się w dniu 23 lutego bieżącego roku. Pracownicy WN pomogli w przygotowaniu prezentacji na to spotkanie, a Naczelnik Wydziału wziął w nim udział.

Równolegle do opisanych wyżej działań dotyczących wspólnego rynku, od listopada ubiegłego roku trwają w Unii Europejskiej prace wdrożeniowe, mające określić szczegóły i funkcje systemu informacyjnego

i komunikacyjnego ICSMS (Information and Communication System for Market Surveillance). Ma on być stosowany do celów wyżej wymienionego rozporządzenia. Krajowe urzędy probiercze należą do grupy polskich instytucji zgłoszonych do ogólnoeuropejskiego systemu, a obsługi tego systemu ze strony OUP w Warszawie będzie dokonywał przedstawiciel Wydziału Nadzoru.

Przygotowywanie publikacji informacyjnych

Pokłosiem tych działań oraz reakcją na planowane zmiany, dotyczące zasad wzajemnego uznawania towarów na rynku europejskim, stała się konieczność przedagowania materiałów z informacjami o cechach umieszczanych na wyrobach z metali szlachetnych w krajach członkowskich UE i państwach członkowskich Konwencji o kontroli i cechowaniu wyrobów z metali szlachetnych. Jest to zbiór wizerunków cech probierczych, stanowiący drukowane kompendium wiedzy dla nabywców wyrobów jubilerskich. Pierwsza tego rodzaju publikacja została przygotowana w 2004 roku, wspólnie z OUP w Krakowie, obecnie w Wydziale Nadzoru trwają przygotowania do wydania kolejnej, poprawionej i rozszerzonej wersji. Bieżące zaangażowanie Wydziału jest ukierunkowane także na przygotowanie informacji dotyczących OUP w Warszawie do nowego opracowania „Vademecum administracji miar i administracji probierczej”.

Szkolenia

Pracownicy Wydziału Nadzoru pewną część czasu pracy poświęcają na samokształcenie, biorąc czynny udział w szkoleniach e-learningowych, organizowanych w ramach służby cywilnej. Ich zakres tematyczny jest bardzo szeroki. Dotyczą one, między innymi, stosowania k.p.a. w praktyce, zabezpieczenia i ochrony danych osobowych, sprawnej i asertywnej komunikacji w pracy urzędnika, sposobów radzenia sobie ze stresem i efektywnym zarządzaniem czasem, umiejętności tworzenia zrozumiałych i dopasowanych do odbiorcy komunikatów, wprowadzania nowoczesnych standardów obsługi klienta, a także projektowania usług publicznych, dostępnych dla osób z niepełnosprawnościami.

Nabywane w ten sposób umiejętności poszerzają kompetencje kadry Wydziału oraz służą sprawniejszej obsłudze klientów. Przykładem praktycznego wykorzystania zdobytej wiedzy było opracowanie informacji do Biuletynu Informacji Publicznej oraz raportów do wojewodów – o działalności probierczej na terenie danego województwa oraz o stanie zapewnienia dostępności podmiotu publicznego dla osób ze szczególnymi potrzebami.

Zakończenie

Reasumując, mimo wstrzymania wykonywania kontroli probierczych i radykalnej zmiany sposobu funkcjonowania Wydziału Nadzoru, jego pracownicy wykonują liczne, bardzo różnorodne zadania, wspomagające pracę całego urzędu. Szkoląc się, przygotowują się do wznowienia czynności kontrolnych zarówno w formie tradycyjnej, jak też – po wejściu w życie znowelizowanego prawa – w formie kontroli internetowej.

Podstawowych zadań urzędów probierczych, polegających na badaniu wyrobów z metali szlachetnych i oznaczaniu ich cechami probierczymi, nie można wykonywać w trybie zdalnym i dlatego wydziały techniczne obydwu OUP oraz wszystkie wydziały zamiejscowe pozostają nadal otwarte dla klientów. Pomimo utrudnionych warunków pracy starają się one godzić, przy konieczności dostosowania się do obowiązujących zaostrzonych założeń sanitarnych, troskę o zdrowie pracowników z jednej strony, a z drugiej – potrzebę zachowania ciągłości pracy i utrzymania przyjętych standardów obsługi klientów.



Jacek Motyka

Naczelnik Wydziału Nadzoru w Okręgowym Urzędzie Probierczym w Warszawie oraz Pełnomocnik Dyrektora OUP w Warszawie ds. Jakości.
Absolwent Wydziału Prawa i Administracji UMCS w Rzeszowie. Studia wyższe ukończył w 1998 r. W OUP w Warszawie pracuje od 1998 r. Do zadań naczelnika należy nadzór nad sprawnym przeprowadzaniem kontroli zewnętrznych, rejestrem znaków imiennych, przeprowadzaniem ekspertyz autentyczności cech i oznaczeń probierczych, a także udział w opracowywaniu projektów aktów prawnych, dotyczących działalności administracji probierczej i wykonywanie zadań w ramach systemu kontroli zarządczej oraz systemu zarządzania jakością.

Biuletyn Głównego Urzędu Miar „Metrologia i Probiernictwo” przedstawia w możliwie obszerny sposób działalność polskiej administracji miar, jak również administracji probierczej. Dzięki temu czytelnicy mają okazję poznać dorobek laboratoriów pomiarowych, 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 krajowej 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.

The bulletin of the Central Office of Measures “Metrology and Hallmarking” 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 measurement laboratories 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 national 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.

Pomiary dla zdrowia

