

ISSN 2080-5632

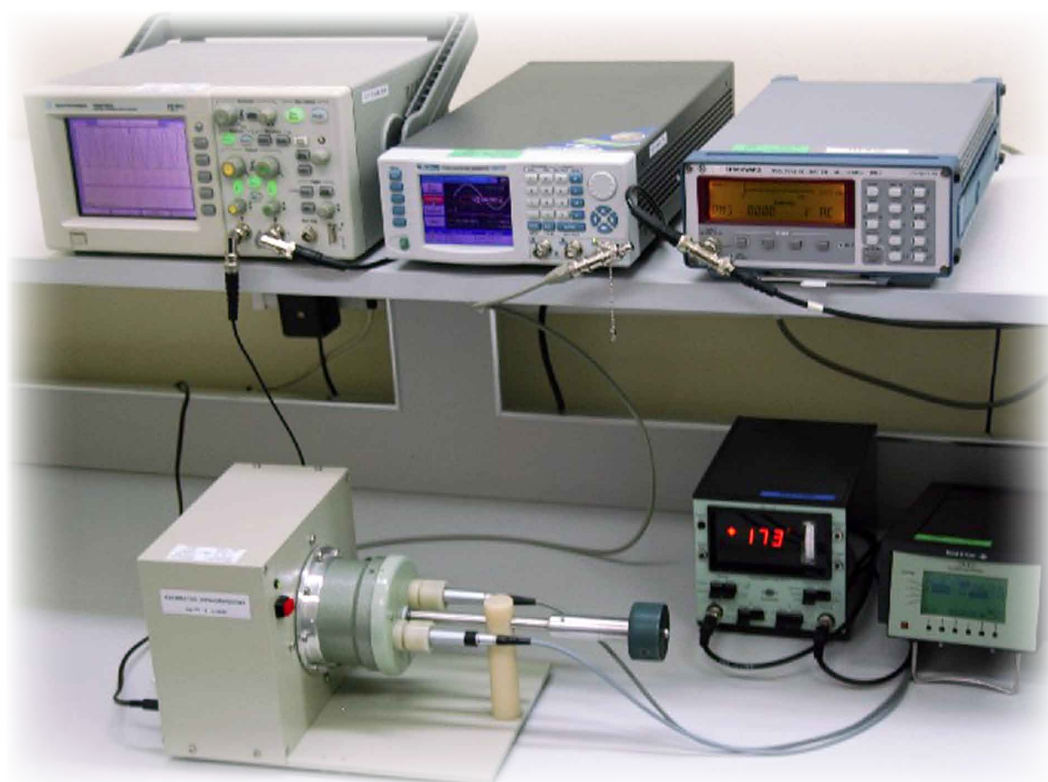


# METROLOGIA

Biuletyn Głównego Urzędu Miar

Nr 1(16)

marzec 2010



## W bieżącym numerze:

<i>Wzorcowanie akustycznej aparatury pomiarowej w zakresie częstotliwości infradźwiękowych</i> – D. Dobrowolska, T. Wąsala, T. Zmierczak .....	3
<i>Wiskozymetryczne materiały odniesienia i wzorcowanie kubków wypływowych</i> – P. Ruśkowska .....	10
<i>Omówienie raportu Dyrektora Międzynarodowego Biura Miar z działalności BIPM w roku 2009</i> – W. Chyla.....	19
<i>Teoria prawdopodobieństwa warunkowego w metrologii</i> – P. Fotowicz ....	33
<i>Informacja o Sympozjum nt. Niepewności pomiarów</i> – S. Kubisa .....	37
<i>Streszczenia referatów pracowników GUM na Sympozjum</i> .....	39
<i>Informacja o udziale GUM w EuroLab 2010</i> – D. Sochocka .....	43

# Wzorcowanie akustycznej aparatury pomiarowej w zakresie częstotliwości infradźwiękowych

Danuta Dobrowolska, Tadeusz Wąsala, Tomasz Zmierczak

Główny Urząd Miar – Zakład Mechaniki i Akustyki

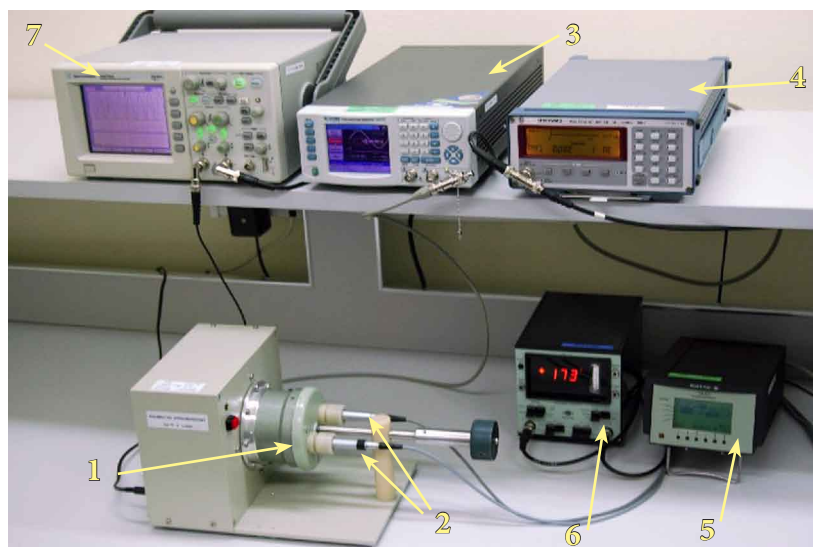
W pracy przedstawiono metodę wzorcowania akustycznej aparatury pomiarowej w zakresie częstotliwości infradźwiękowych z wykorzystaniem stanowiska pomiarowego z niskoczęstotliwościową komorą ciśnieniową. Stanowisko opracowano w Głównym Urzędzie Miar w 2006 r. w odpowiedzi na rosnące zapotrzebowanie na badanie i ocenę mierników poziomu dźwięku wyposażonych w korekcyjną charakterystykę G. Opisano sposób wyznaczania odpowiedzi częstotliwościowej miernika poziomu dźwięku ustawionego do pomiaru poziomu ciśnienia akustycznego skorygowanego według charakterystyki częstotliwościowej G oraz metodę wzorcowania zestawów mikrofonowych (zespołów składających się z mikrofonu pomiarowego i przedwzmacniacza mikrofonowego) metodą porównania jednoczesnego w zakresie małych częstotliwości. Zamieszczono również informacje na temat walidacji metod oraz rozszerzonej niepewności pomiaru.

## Low-frequency pressure chamber system for determination of low-frequency response of acoustic measuring equipment

The method of the calibration of acoustic measuring equipment in the infrasound frequency range using measurement setup with low-frequency pressure chamber is presented. The setup has been developed in Central Office of Measures in 2006 as the response to growing demand for testing and evaluation of sound level meters equipped with G frequency weighting. The method of determination of frequency response of sound level meter when set to measure G-weighted sound pressure level and the method of calibration of microphone-preamplifier units in low-frequency range by simultaneous comparison are described. The information on validation of the measurement methods and the estimated expanded uncertainty of measurements is also presented.

## 1. Wstęp

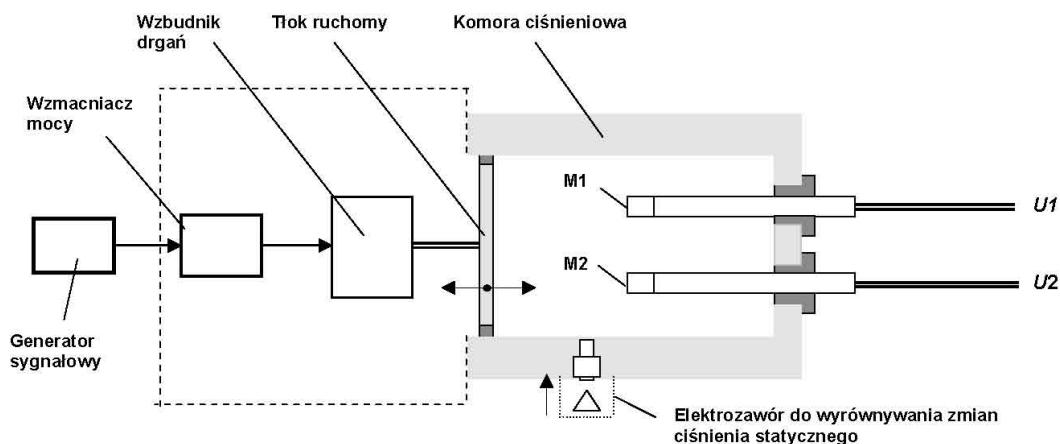
Rosnące zapotrzebowanie na badanie i ocenę mierników poziomu dźwięku wyposażonych w częstotliwościową charakterystykę korekcyjną G zgodną z wymaganiami normy PN-ISO 7196:2002 *Akustyka – Charakterystyka częstotliwościowa filtru do pomiarów infradźwięków*, zgłaszane przez użytkowników tych mierników, spowodowało w GUM podjęcie prac związanych z problematyką wzorcowania akustycznych przyrządów pomiarowych w zakresie częstotliwości infradźwiękowych. W Polsce instytucje zajmujące się ochroną środowiska naturalnego i środowiska pracy są zobowiązane do pomiaru i oceny hałasu infradźwiękowego, a zakłady naukowo-badawcze i laboratoria badań środowiskowych podejmują prace dotyczące hałasu niskoczęstotliwościowego. Jest to przyczyną obserwowanego w ostatnich latach wzrostu zainteresowania wzorcowaniem aparatury pomiarowej w tym zakresie częstotliwości. W 2006 r. opracowano w GUM metodę i zbudowano stanowisko do wzorcowania mierników poziomu dźwięku w zakresie częstotliwości poniżej 20 Hz (rys. 1). Stanowisko jest również wykorzystywane do wzorcowania zestawów mikrofonowych (zespołów składających się z mikrofonu pomiarowego i przedwzmacniacza mikrofonowego) metodą porównania jednoczesnego.



Rys. 1. Stanowisko pomiarowe do wyznaczania charakterystyk częstotliwościowych zestawów mikrofonowych i mierników poziomu dźwięku w zakresie częstotliwości poniżej 20 Hz:  
 1 – niskoczęstotliwościowa akustyczna komora ciśnieniowa, 2 – zestawy mikrofonowe: zestaw odniesienia i zestaw wzorcowany, 3 – generator sygnałowy, 4 – woltmierz niskoczęstotliwościowy, 5 – zasilacz mikrofonowy, 6 – miernik fazy, 7 – analizator widma.

## 2. Opis stanowiska pomiarowego

Głównym elementem stanowiska pomiarowego jest niskoczęstotliwościowa komora ciśnieniowa, w której sygnał ciśnienia akustycznego jest wytwarzany przez tłok pobudzany do drgań za pomocą wzбудnika elektrodynamicznego (rys. 2). Pole akustyczne wewnątrz komory działa z jednakową amplitudą na umieszczone w niej mikrofony zestawu wzorcowanego i zestawu odniesienia. Jednorodność pola akustycznego w komorze w zakresie małych częstotliwości jest bardzo dobra, co potwierdziły pomiary przesunięcia fazy pomiędzy sygnałami wyjściowymi  $U_1$  i  $U_2$  zestawów mikrofonowych (rys. 2).



Rys. 2. Główne elementy układu niskoczęstotliwościowej komory ciśnieniowej.

Podczas wzorcowania jako przyrząd odniesienia stosowany jest zestaw mikrofonowy Brüel & Kjær typ 4193-L-004. Jego charakterystyka częstotliwościowa jest wyznaczana w Danish Primary Laboratory of Acoustics (DPLA) w zakresie częstotliwości od 0,5 Hz do 250 Hz, zgodnie z metodą opisaną w [2]. Stanowisko pomiarowe jest wyposażone w dwa takie zestawy.

Poniżej przedstawiono podstawowe dane techniczne układu niskoczęstotliwościowej komory ciśnieniowej:

- ◆ Poziom ciśnienia akustycznego przy częstotliwości 10 Hz: do 120 dB
- ◆ Zniekształcenia nieliniowe: < 2 %
- ◆ Zakres częstotliwości: od 0,2 Hz do 250 Hz
- ◆ Czas trwania stanu nieustalonego po zamknięciu komory: 20 s
- ◆ Objętość komory ciśnieniowej: 460 cm<sup>3</sup>
- ◆ Wbudowany elektrozawór do wyrównywania ciśnienia statycznego wewnątrz komory z ciśnieniem statycznym w otoczeniu
- ◆ Wbudowany wzmacniacz sygnałowy mocy do zasilania wzbudnika elektrodynamicznego.

### 3. Wyznaczanie charakterystyk częstotliwościowych zestawów mikrofonowych

Charakterystykę częstotliwościową zestawu mikrofonowego, znormalizowaną względem wartości przy częstotliwości 250 Hz, wyznacza się metodą porównania jednoczesnego [4] na podstawie wyników pomiaru napięć wyjściowych zestawu wzorcowanego i zestawu odniesienia oraz wyników wzorcowania zestawu odniesienia, zgodnie ze wzorem (1)

$$L_{M2,rel}(f) = L_{M1,rel}(f) + 20 \log \frac{U_{M2}(f)}{U_{M1}(f)} - 20 \log \frac{U_{M2}(f_{ref})}{U_{M1}(f_{ref})}, \quad (1)$$

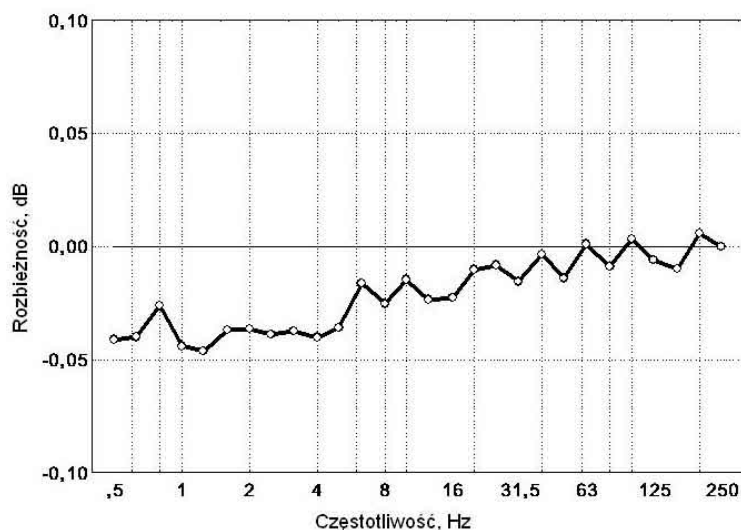
gdzie:

- $L_{M2,rel}(f)$  – charakterystyka częstotliwościowa zestawu wzorcowanego, znormalizowana względem wartości przy 250 Hz;
- $L_{M1,rel}(f)$  – charakterystyka częstotliwościowa zestawu odniesienia, znormalizowana względem wartości przy 250 Hz;
- $U_{M1}(f), U_{M2}(f)$  – napięcia wyjściowe odpowiednio zestawu odniesienia i zestawu wzorcowanego;
- $f_{ref}$  – częstotliwość odniesienia 250 Hz.

Skuteczność zestawu mikrofonowego jest wyznaczana przy częstotliwości odniesienia 250 Hz za pomocą wywzorcowanego kalibratora akustycznego.

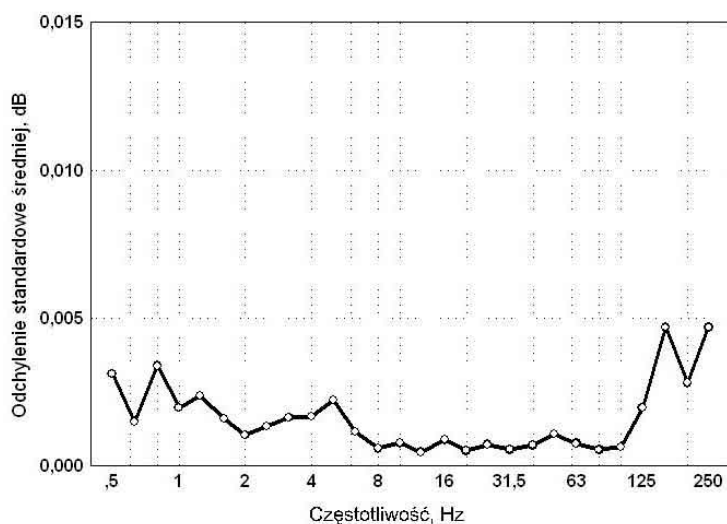
Walidację metody pomiarowej z jednoczesną weryfikacją stanowiska pomiarowego przeprowadzono, wyznaczając eksperymentalnie różnice między wartościami charakterystyk częstotliwościowych dwóch zestawów odniesienia wymienionych w rozdziale 2, a następnie porównując uzyskane rezultaty z odpowiednimi różnicami obliczonymi na podstawie wyników wzorcowania tych samych zestawów w DPLA, podanych w świadectwach wzorcowania (rys. 3). Wyniki pomiarów wykazały bardzo dobrą powtarzalność (odchylenie

standardowe średniej mniejsze niż 0,005 dB – rys. 4), a porównanie różnic wyznaczonych eksperymentalnie z różnicami obliczonymi na podstawie świadectw wzorcowania wykazało satysfakcjonującą zbieżność (wartości rozbieżności nie przekraczają 0,04 dB).



Rys. 3. Rozbieżność pomiędzy wyznaczonymi eksperymentalnie różnicami charakterystyk częstotliwościowych dwóch zestawów odniesienia i odpowiednimi różnicami obliczonymi na podstawie świadectw wzorcowania, przedstawiona jako funkcja częstotliwości.

Odchylenie standardowe średniej wyznaczonych eksperymentalnie różnic charakterystyk częstotliwościowych zestawów mikrofonowych odniesienia pokazano na rys. 4 jako funkcję częstotliwości



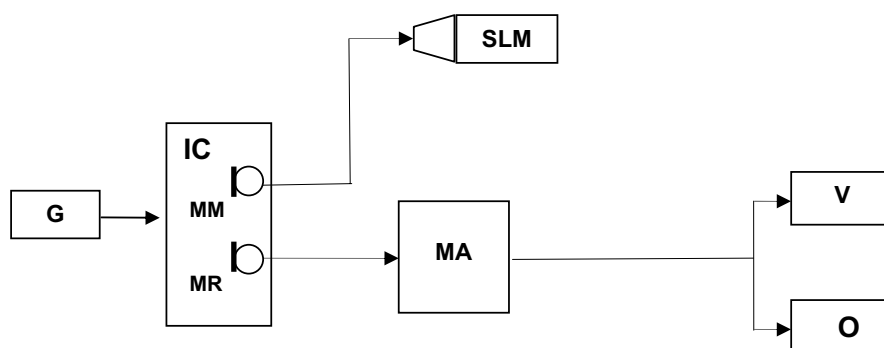
Rys. 4. Odchylenie standardowe średniej wyznaczonych eksperymentalnie różnic charakterystyk częstotliwościowych dwóch zestawów mikrofonowych odniesienia, przedstawione jako funkcja częstotliwości.

Wstępnie oszacowana niepewność rozszerzona wyznaczenia wartości charakterystyki częstotliwościowej zestawu mikrofonowego z wykorzystaniem opisanej powyżej niskoczęstotliwościowej komory ciśnieniowej oraz zestawu mikrofonowego odniesienia nie przekracza wartości określonych w tabeli:

Zakres częstotliwości	0,5 Hz do 1 Hz	1,25 Hz do 2 Hz	2,5 Hz do 4 Hz	5 Hz do 8 Hz	10 Hz do 160 Hz	200 Hz do 250 Hz
Niepewność rozszerzona	0,10 dB	0,09 dB	0,08 dB	0,07 dB	0,06 dB	0,07 dB

#### 4. Wyznaczanie częstotliwościowej charakterystyki korekcyjnej G miernika poziomu dźwięku

Stanowisko pomiarowe z niskoczęstotliwościową komorą ciśnieniową zostało opracowane głównie ze względu na potrzebę wzorcowania mierników poziomu dźwięku wyposażonych w charakterystykę korekcyjną G. Układ pomiarowy do wyznaczenia odpowiedzi częstotliwościowej miernika poziomu dźwięku z włączoną charakterystyką korekcyjną G metodą porównania jednoczesnego przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Układ pomiarowy do wyznaczenia odpowiedzi częstotliwościowej miernika poziomu dźwięku z włączoną charakterystyką korekcyjną G metodą porównania jednoczesnego: G – generator, IC – komora ciśnieniowa, MM – zestaw mikrofonowy wzorczonego miernika poziomu dźwięku, SLM – wzorczonego miernika poziomu dźwięku, MR – zestaw mikrofonowy odniesienia, MA – wzmacniacz mikrofonowy, V – woltomierz, O – oscyloskop.

Ze względu na duży zakres wartości charakterystyki korekcyjnej G (od  $-76,0$  dB przy 250 Hz do  $+9,0$  dB przy 20 Hz) charakterystykę miernika wyznacza się w trzech krokach:

- 1) wyznaczenie odpowiedzi częstotliwościowej  $L_{\text{FLAT},M}$  wzorczonego miernika z włączoną charakterystyką FLAT (znormalizowanej względem wartości przy 250 Hz) za pomocą sygnału akustycznego z wykorzystaniem niskoczęstotliwościowej komory ciśnieniowej metodą porównania z zestawem mikrofonowym odniesienia;
- 2) wyznaczenie odpowiedzi częstotliwościowych  $L_{\text{FLAT},el}$  i  $L_{G,el}$  wzorczonego miernika z włączonymi kolejno charakterystykami odpowiednio FLAT i G za pomocą sygnału elektrycznego. Sygnał ten jest doprowadzany do wejścia przedwzmacniacza mikrofonowego wzorczonego miernika przez pojemność własną mikrofonu miernika

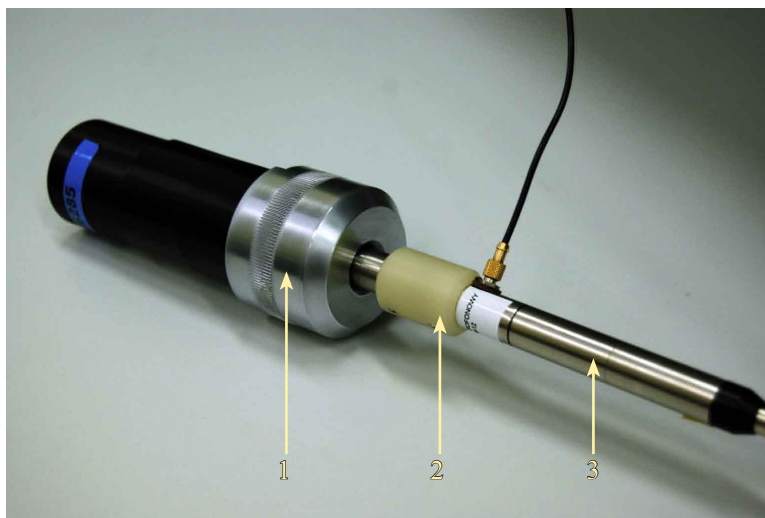
z wykorzystaniem specjalnego urządzenia dopasowującego (rys. 6) zainstalowanego między mikrofonem i przedwzmacniaczem. Podczas tych pomiarów mikrofon miernika jest odizolowany od zewnętrznych zakłóceń akustycznych za pomocą specjalnej głowicy dźwiękoizolacyjnej;

- 3) obliczenie wartości częstotliwościowej charakterystyki korekcyjnej  $G$  wzorcowanego miernika poziomu dźwięku jako superpozycji odpowiedzi miernika wyznaczonych w krokach 1 i 2, zgodnie ze wzorem (2)

$$L_{G,M}(f) = L_{G,el}(f) + L_{FLAT,M}(f) - L_{FLAT,el}(f), \quad (2)$$

gdzie:

- $L_{G,M}(f)$  – wartości częstotliwościowej charakterystyki korekcyjnej  $G$  wzorcowanego miernika poziomu dźwięku;
- $L_{G,el}(f)$  – odpowiedź częstotliwościowa wzorcowanego miernika z włączoną charakterystyką  $G$  wyznaczona za pomocą sygnału elektrycznego;
- $L_{FLAT,M}(f)$  – odpowiedź częstotliwościowa wzorcowanego miernika z włączoną charakterystyką FLAT, wyznaczona za pomocą sygnału akustycznego w niskoczęstotliwościowej komorze ciśnieniowej;
- $L_{FLAT,el}(f)$  – odpowiedź częstotliwościowa wzorcowanego miernika z włączoną charakterystyką FLAT, wyznaczona za pomocą sygnału elektrycznego.



Rys. 6. Układ do wyznaczania odpowiedzi częstotliwościowej miernika poziomu dźwięku za pomocą sygnału elektrycznego: 1 – głowica dźwiękoizolacyjna, 2 – specjalne urządzenie dopasowujące, 3 – przedwzmacniacz mikrofonowy wzorcowanego miernika poziomu dźwięku.

Niepewność rozszerzona wyznaczenia częstotliwościowej charakterystyki korekcyjnej  $G$  miernika poziomu dźwięku nie przekracza 0,3 dB w zakresie częstotliwości od 10 Hz do 250 Hz.

Duży wpływ na niepewność wyznaczenia charakterystyki częstotliwościowej wzorcowanego miernika poziomu dźwięku ma sposób doprowadzenia elektrycznego sygnału pomiarowego. Zwykle podczas takich badań sygnał ten jest doprowadzany do wejścia



przedwzmacniacza mikrofonowego miernika za pomocą adaptera zawierającego szeregową pojemność sprzęgającą o stałej wartości. Jednakże, ze względu na skończoną wartość impedancji wejściowej przedwzmacniacza mikrofonowego oraz rozrzut wartości pojemności własnej mikrofonów pomiarowych używanych w miernikach poziomego dźwięku, stosowanie takiego adaptera w zakresie częstotliwości pomiarowych mniejszych od 4 Hz może być źródłem znacznych błędów [4]. Specjalne urządzenie dopasowujące pokazane na rys. 6, które umożliwia wykorzystanie pojemności własnej mikrofonu miernika jako pojemności sprzęgającej, pozwala na wyeliminowanie tych błędów.

## 5. Podsumowanie

Opracowanie metody wzorcowania akustycznej aparatury pomiarowej w zakresie małych częstotliwości oraz budowa stanowiska pomiarowego z niskoczęstotliwościową komora ciśnieniową to pierwszy krok w kierunku zapewnienia w Polsce spójności pomiarowej w dziedzinie akustyki w zakresie małych częstotliwości. Kolejny krok został wykonany w grudniu 2009 r., kiedy to w ramach modernizacji stanowiska wzorca podstawowego jednostki miary ciśnienia akustycznego możliwości pomiarowe stanowiska zostały rozszerzone o wzorcowanie mikrofonów pomiarowych metodą bezwzględną w zakresie ograniczonym od dołu częstotliwością 2 Hz. Następnym krokiem będzie wykorzystanie mikrofonów wzorcowanych na stanowisku wzorca podstawowego jako wzorców odniesienia w zaprezentowanej w niniejszym artykule metodzie.

## Literatura

- [1] PN-ISO 7196:2002 *Akustyka – Charakterystyka częstotliwościowa filtru do pomiarów infradźwięków*.
- [2] Frederiksen E.: *Infra Sound Calibration of Measurement Microphones*, 13<sup>th</sup> ICSV, Wien, 2006.
- [3] Wong G., Embleton T.: *AIP Handbook of Condenser Microphones. Theory, Calibration and Measurements*, American Institute of Physics, New York, 1984.
- [4] Wąsala T., Wiater M.: *Zastosowanie komparatora akustycznego do wzorcowania mikrofonów metodą porównania równoczesnego*, Materiały XXXIV Zimowej Szkoły Zwalczenia Zagrożeń Wibroakustycznych, Gliwice – Ustroń, 2006.
- [5] Dobrowolska D.: *Instrukcja wzorcowania. Wzorcowanie mierników poziomego ciśnienia akustycznego w zakresie częstotliwości infradźwiękowych*, wyd. 2, GUM, 2008.

# Wiskozymetryczne materiały odniesienia i wzorcowanie kubków wypływowych

Patrycja Ruśkowska

Główny Urząd Miar – Zakład Fizykochemii

Wybór metody pomiaru lepkości oraz odpowiedniego typu przyrządu pomiarowego zależy od właściwości fizykochemicznych badanej cieczy oraz od warunków pomiarowych. Lepkość cieczy o specyficznym składzie chemicznym, takich jak farby i lakiery, jest często oznaczana za pomocą wiskozymetrów kapilarnych zwanych kubkami wypływowymi. W niniejszym artykule zdefiniowano pojęcie lepkości dynamicznej i lepkości kinematycznej cieczy oraz omówiono kapilarne wiskozymetry wypływowe. Przedstawiono metodę wzorcowania wiskozymetrycznych materiałów odniesienia wytwarzanych i stosowanych w Zakładzie Fizykochemii Głównego Urzędu Miar oraz omówiono metodę wzorcowania kubków wypływowych z dnem stożkowym.

Słowa kluczowe: pomiar lepkości; kubki wypływowe; wzorce wiskozymetryczne; czas wypływu.

## Calibration of flow cups

In the field of viscometry, the choice of an appropriate measurement method and a type of the measuring instrument depends largely on physicochemical properties of the liquid and on measurement conditions. Viscosity of liquids of specific chemical composition, such as paints and varnish materials, is often measured with the use of capillary viscometers called flow cups. In this article, I define dynamic viscosity and kinematic viscosity and describe a few types of the outflow capillary viscometers. I give the method of calibration of viscosity reference materials produced and used in the Department of Physical Chemistry of the Central Office of Measures (GUM) and discuss the method of calibration of flow cups with cone-shaped bottoms.

Key words: viscosity measurement; flow cups; viscometric standards; flow time.

## 1. Wstęp

Lepkość jest to makroskopowa właściwość fizyczna płynów charakteryzująca wewnętrzne tarcie, jakie powstaje pomiędzy sąsiadującymi warstwami płynu, poruszającymi się z różnymi prędkościami. Pojęcie to stosuje się także do materiałów plastycznych i jest podstawowym parametrem występującym w reologii czyli nauce o płynięciu (z greckiego: *rheos* znaczy płynąć), obejmującej badanie odkształceń ciał rzeczywistych pod wpływem naprężeń zewnętrznych. Niniejsza praca przedstawia tematykę związaną z badaniem lepkości cieczy.

W wyniku wewnętrznego tarcia między warstwami cieczy płynącymi z różnymi prędkościami, następuje przekaz pędu i energii między sąsiednimi warstwami. Zjawisko to rozważał Newton i w roku 1687 podał teoretyczny opis lepkości z makroskopowego punktu widzenia, który został później potwierdzony na gruncie teorii cząsteczkowej i do dziś stosuje się w przypadku przepływów laminarnych. W modelu Newtona, lepkość cieczy określa współczynnik lepkości  $\eta$ , zwany też lepkością dynamiczną, który wyraża stosunek naprężeń ścinających,  $\tau$ , w warstwie płynu, do prędkości ścinania  $\dot{\gamma} = dw/dy$ , czyli gradientu prędkości przepływu,  $w$ , sąsiadujących warstw cieczy, w kierunku normalnym do powierzchni styku obu warstw, a tym samym prostopadle do kierunku przepływu cieczy

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau}{dw/dy}, \quad (1)$$

natomiast stosunek lepkości dynamicznej  $\eta$  do gęstości badanego płynu  $\rho$  określany jest jako lepkość kinematyczna lub lepkość kinetyczna,  $\nu$

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (2)$$

W układzie SI jednostką lepkości dynamicznej  $\eta$  jest paskalosekunda, Pa · s, zaś lepkość kinematyczna  $\nu$  mierzona jest w m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup> [1] lub w mm<sup>2</sup>/s (1 mm<sup>2</sup>/s = 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>).

Cechą charakterystyczną teorii Newtona jest założenie prostej proporcjonalności naprężenia ścinającego  $\tau$  do prędkości ścinania  $\dot{\gamma}$  (innymi słowy, lepkość płynu jest jego cechą fizyczną, niezależną od  $\dot{\gamma}$ ). Założenie to implikuje laminarny przepływ cieczy, ponieważ przy przepływie turbulentnym nie jest ono spełnione. Płyny spełniające założenie newtonowskiej teorii lepkości zwane są płynami newtonowskimi. Wiele ważnych płynów, takich jak woda, powietrze, rozpuszczalniki organiczne oraz roztwory substancji organicznych i nieorganicznych, bardzo dobrze spełnia powyższy warunek i można przyjąć, że są płynami newtonowskimi.

Na poziomie mikroskopowym, źródłem lepkości cieczy są oddziaływania międzycząsteczkowe. Cząsteczki mogą pokonywać oddziaływania z sąsiednimi molekułami dzięki energii ruchów termicznych, która jest rzędu  $k_B T$ , gdzie  $k_B$  oznacza stałą Boltzmanna, a  $T$  temperaturę w skali bezwzględnej. Zależność pomiędzy temperaturą a lepkością cieczy opisuje równanie Arrheniusa-Guzmana

$$\eta = C \cdot \exp(E/RT), \quad (3)$$

gdzie  $C$  jest stałą charakterystyczną dla danej cieczy,  $E$  oznacza molową energię aktywacji przepływu lepkiego,  $R = k_B \cdot N_A$  symbolizuje stałą gazową, zaś  $N_A$  oznacza stałą Avogadro. Ponieważ lepkość cieczy zależy bardzo silnie (wykładniczo) od temperatury, pomiar lepkości cieczy, a zwłaszcza wzorcowanie wiskozymetrów kapilarnych, wymaga bardzo dokładnej kontroli temperatury całego układu pomiarowego.

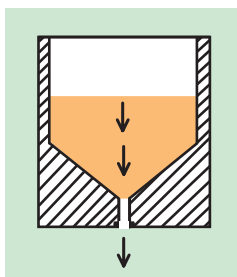
## 2. Przyrządy do pomiaru lepkości

Współcześnie stosowane przyrządy do pomiaru lepkości różnią się fizyczną zasadą działania oraz rozwiązaniami konstrukcyjnymi. Powszechnie znane są szklane kapilarne wiskozymetry przepływowe typu Ubbelohde, Ostwalda, Cannon-Fenske i Pinkevitcha oraz wiskozymetry z opadającym ciałem (np. aparat Höpplera), a także wiskozymetry tłokowe, wibracyjne, reometry oraz kubki wypływowe. Te ostatnie wyróżniają się prostotą konstrukcji, łatwością obsługi, szybkością pomiaru i dość dużym zakresem lepkości kinematycznej, w którym można je stosować. W tym rozdziale omówione zostaną wybrane typy wiskozymetrów wypływowych stosowanych w laboratoriach analitycznych i w przemyśle.

### 2.1 Wiskozymetry wypływowe grawitacyjne

Grawitacyjne wiskozymetry wypływowe są to takie wiskozymetry kapilarne, w których przyczyną wypływu cieczy przez kapilarę jest ciśnienie hydrostatyczne wypływającej

cieczy, albo innymi słowy – siła ciężkości badanej cieczy. Ważnym przykładem przyrządów tego typu są kubki wypływowe, których cechą charakterystyczną jest bardzo krótka kapilara, często w formie otworu znajdującego się w dnie zbiornika. Schemat przykładowego kubka wypływowego pokazany jest na rys. 1.



Rys. 1. Schemat kubka wypływowego.

Zbiorniki kubków wypływowych wykonane są zazwyczaj ze stali nierdzewnej, aluminium eloksalowego (anodyzowanego) lub innego materiału odpornego na korozję i nie zmieniającego właściwości pod wpływem badanych substancji. Kapilary wykonane są ze stali nierdzewnej, brązu lub mosiądzu. Ze względu na różnice w budowie, polegające głównie na różnej geometrii dna i średnicy otworu kapilarnego, wyróżniamy kilka typów kubków wypływowych.

W praktyce pomiarowej często stosowane są tzw. kubki Forda, inne typy kubków z dnem stożkowym oraz kubki z dnem płaskim. Przykłady kubków wypływowych wzorcowanych w Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej pokazano na rys. 2.



Rys. 2. (a) Kubek wypływowy z dnem stożkowym; (b) kubek Forda z wymiennymi dyszami; (c) kubek wypływowy Forda w statywie.

Wiskozymetr Forda (rys. 2b i 2c) konstrukcyjnie przypomina kubek z dnem stożkowym (rys. 2a), ponieważ jego zbiornik również ma kształt cylindra połączonego ze stożkiem ściętym. Oba typy kubków mogą mieć różne pojemności zbiornika, kąty rozwarcia stożka oraz średnice otworów wypływowych, które w przypadku kubków z dnem stożkowym mogą zawierać się w przedziale  $(2 \div 6)$  mm [2]. Tak szeroki przedział zmienności parametrów kubków pomiarowych umożliwia badanie cieczy w dość dużym zakresie lepkości kinematycznej. Dobór wiskozymetru o odpowiednich parametrach geometrycznych wiąże się z utrzymaniem czasu wypływu cieczy z kubka pomiarowego w określonych granicach, które podają

normy [2] pkt 7.2.1, [3] pkt 11.2 oraz [4] pkt 2.2.3 i 2.3.3. Poza kubkami z dnem stożkowym, często stosuje się również kubki cylindryczne z dnem płaskim.

Innym typem wiskozymetrów działających na zasadzie pomiaru czasu wypływu cieczy pod wpływem siły grawitacji są tzw. kubki zanurzeniowe, np. kubek typu Zahn, pokazany na rys. 3, oraz kubki Frikmar i Shell. Wiskozymetry tego typu umożliwiają przeprowadzanie szybkich pomiarów lepkości cieczy zarówno w laboratorium, jak i w warunkach przemysłowych, gdzie czas wypływu mierzony jest natychmiast po wynurzeniu kubka z kadzi produkcyjnej.

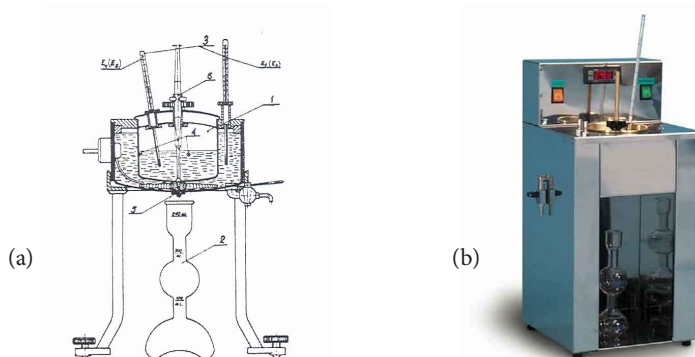


Rys. 3. Kubek zanurzeniowy typu Zahn.

Kubki wypływowe są powszechnie stosowane do pomiaru lepkości w przemyśle, również wówczas, gdy właściwości badanego płynu odbiegają istotnie od założeń doskonałego płynu newtonowskiego. Wiskozymetry te stosuje się m.in. do badania ciekłych farb i lakierów poliakrylowych, poliuretanowych i nitrocelulozowych, które są bardzo ważne w handlu i przemyśle, ze względu na zdolność tworzenia trwałych powłok ochronnych na powierzchniach metalowych, drewnianych i tynku. Można je też stosować do badania lepkości lakierów dyspersyjnych w przemyśle poligraficznym.

## 2.2 Wiskozymetr Englera

Zasada działania wiskozymetru Englera jest podobna do zasady działania wyżej wymienionych wiskozymetrów wypływowych, a mianowicie lepkość wyznaczana jest na podstawie czasu wypływu określonej ilości płynu przez skalibrowany otwór. Różnica polega na



Rys. 4. Wiskozymetr Englera: (a) schemat budowy; (b) jednomiejscowy aparat cyfrowy z łaźnią wodną wyposażoną w precyzyjny termoregulator.

tym, iż wpływ cieczy z naczynia pomiarowego przez kapilarę następuje wskutek przyłożenia z zewnątrz znanej różnicy ciśnień, a nie wskutek działania ciśnienia hydrostatycznego wypływającej cieczy. Zastosowanie wiskozymetru Englera do badania lepkości olejów, smarów, żywic, wosków i emulsji asfalt-woda [5] może stanowić praktyczną alternatywę dla skomplikowanych, a zarazem kosztownych wiskozymetrów rotacyjnych. Rysunek 4 ilustruje schemat budowy wiskozymetru Englera oraz współczesny cyfrowy aparat tego typu.

### 3. Ciekłe wzorce wiskozymetryczne

W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej Zakładu Fizykochemii GUM wytwarzane są ciekłe wzorce wiskozymetryczne [6] o właściwościach zbliżonych do doskonałych cieczy newtonowskich. Wzorce te, pokazane na rys. 5, reprezentują bardzo szeroki zakres zmienności lepkości kinematycznej i są wykorzystywane do wzorcowania wiskozymetrów różnych typów, w tym również kubków wypływowych.

Oleje mineralne (OM)		Oleje syntetyczne polibuteny (PB)	
OM-2	OM-140	PB-3	PB-30
OM-5	OM-250	PB-5	PB-40
OM-13	OM-650	PB-10	PB-60
OM-15	OM-800	PB-20	PB-150
OM-20	OM-1400		
OM-50	OM-2000		
OM-80			

zakres lepkości,  $\nu$ : (2 - 2000) mm<sup>2</sup>/s       $\nu$ : (3000 - 150 000) mm<sup>2</sup>/s

Rys. 5. Zestaw wzorców wiskozymetrycznych wytwarzanych i stosowanych w GUM.

Pod względem chemicznym, wzorce lepkości są to oleje mineralne pochodzenia naturalnego, składające się głównie z mieszanin aromatycznych i heteroaromatycznych układów wielopierścieniowych, otrzymywanych w wyniku frakcjonowanego oczyszczania ropy naftowej, oraz polibutyleny i poliizobutyleny otrzymywane syntetycznie na drodze polimeryzacji lub kopolimeryzacji  $\alpha$ -olefin. Ze względu na dość dużą odporność chemiczną oraz niską higroskopijność związków wchodzących w skład wzorców lepkości, stabilność ich właściwości fizykochemicznych jest wysoka, a okres trwałości wzorców wiskozymetrycznych wynosi co najmniej kilka miesięcy.

Zgodnie z zaleceniami ISO [7] i IUPAC [8], wzorcem podstawowym w dziedzinie metrologii lepkości jest dwukrotnie przedestylowana woda, dla której lepkość kinematyczna w temperaturze 20 °C wynosi  $\nu = 1,0034$  mm<sup>2</sup>/s, a lepkość dynamiczna  $\eta = 1,0016$  mPa · s. Aby zapewnić spójność pomiarową, wzorcowanie innych cieczy wiskozymetrycznych rozpoczyna się od wywzorcowania wodą kompletu szklanych wzorcowych wiskozymetrów kapilarnych Master typu Ubbelohde w stałej temperaturze (20 ± 0,01) °C [9, 10]. Wzorcowanie polega na pomiarze średniego czasu przepływu wody,  $t_{sr}$ , od kresy górnej do kresy dolnej zbiorników pomiarowych kompletu wiskozymetrów Ubbelohde, a następnie obliczeniu stałych wiskozymetrów,  $K$ , ze wzoru

$$\nu = K \cdot t_{sr} \cdot C_{KE}, \quad (4)$$

gdzie czynnik  $C_{KE}$  symbolizuje poprawkę ze względu na zmienną w trakcie pomiaru energię kinetyczną przepływającej cieczy, który odgrywa istotną rolę w przypadku cieczy o niskich lepkościach.

Przekazanie jednostki lepkości do coraz wyższych zakresów lepkości kinematycznej odbywa się metodą step-up. Polega ona na tym, że wiskozymetry typu Master, wywzorcowane wodą w pierwszym kroku procedury, wykorzystuje się do wywzorcowania oleju o lepkości kinematycznej nieco większej od wody, rzędu  $\nu = 2 \text{ mm}^2/\text{s}$ . Następnie olej ten używany jest do wywzorcowania pary wiskozymetrów o odpowiednio większych wartościach stałych  $K$ , tzn. przystosowanych do pomiaru lepkości cieczy o większej wartości  $\nu$ . Wiskozymetry te wykorzystywane są do wywzorcowania cieczy wiskozymetrycznej o jeszcze większej lepkości. Procedurę tę powtarza się, wzorcując kolejne wiskozymetry i oznaczając lepkość cieczy wiskozymetrycznych o coraz większych wartościach lepkości kinematycznej  $\nu$ , dochodząc do olejów o bardzo wysokich wartościach lepkości. W ten sposób powstaje cała seria ciekłych wzorców wiskozymetrycznych, spójnych pomiarowo z wodą jako wzorcem podstawowym, których lepkość kinematyczna obejmuje szeroki zakres wartości, od  $\nu = 2 \text{ mm}^2/\text{s}$  do  $\nu = 150\,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ , zaś niepewność względna wyznaczenia lepkości wzorców mieści się w granicach od 0,1 % do 0,7 % [6].

#### 4. Wzorcowanie kubków wypływowych

Wzorcowanie kubków wypływowych polega na oznaczeniu średniego czasu wypływu określonej objętości wzorca wiskozymetrycznego przez otwór (dyszę) o ściśle określonej średnicy, w stałej temperaturze ( $20,0 \pm 0,5$ ) °C. Określenie średniego czasu wypływu wzorca wymaga wielokrotnego pomiaru czasu wypływu w stałych warunkach środowiskowych. Z uśrednionego czasu wypływu oblicza się lepkość kinematyczną zgodnie z zaleceniami norm [2 – 4]. Wzorcowanie wymaga powtórzenia pomiarów dla trzech wzorców wiskozymetrycznych o różnych lepkościach kinematycznych. Wartości lepkości wyznaczone za pomocą kubka odnoszone są do wartości lepkości zastosowanych certyfikowanych materiałów odniesienia.

W Zakładzie Fizykochemii GUM opracowano instrukcję wzorcowania kubków wypływowych [11], uwzględniając wymagania techniczne zawarte w odpowiednich normach [2 – 4]. Procedura wzorcowania rozpoczyna się od napełnienia kubka wypływowego określoną objętością wzorca wiskozymetrycznego, przy szczelnie zamkniętym otworze wypływowym, tak aby utworzył się menisk wypukły nad górną krawędzią kubka. Poziom cieczy należy wyrównać za pomocą szklanej płytki, przesuwając ją po górnej krawędzi kubka. Wiskozymetr w trakcie pomiaru umieszczony jest w statywie (rys. 2c) i wypoziomowany. Stoper uruchamiany jest w momencie otwarcia otworu wypływowego. Wypływająca ciecz zbierana jest do naczynia szklanego klasy B o pojemności (100 ÷ 150) cm<sup>3</sup>, umieszczonego współosiowo względem dyszy kubka. Pomiar czasu swobodnego wypływu,  $t$ , prowadzony jest do momentu pierwszego przerwania się strumienia wypływającej cieczy i powtarzany dziesięciokrotnie [11], a następnie uśredniany. Rozrzut zmierzonego czasu wypływu nie może przekraczać 2 % dla czasu wypływu nie dłuższego niż 100 s lub 3 % dla czasu dłuższego niż 100 s [2].

Ponieważ, jak wspomniano wcześniej, temperatura istotnie wpływa na lepkość cieczy, wzorcowanie kubków wypływowych prowadzi się w stałej temperaturze, zwykle

(20,0 ± 0,5) °C, co wymaga klimatyzacji pomieszczenia i stałego monitorowania warunków środowiskowych. Ponieważ kubki wypływowe, w przeciwieństwie do bardziej zaawansowanych przyrządów, na ogół nie są wyposażone w urządzenie termostatujące, temperatura ciekłego wzorca wiskozymetrycznego powinna być sprawdzana zarówno przed, jak i po wykonaniu pomiaru czasu wypływu. Przed i po każdym pomiarze, kubek wypływowy powinien być dokładnie umyty i osuszony przy użyciu odpowiedniego rozpuszczalnika organicznego.

Procedura wzorcowania wiskozymetru wymaga wykonania trzech serii pomiarowych, dla trzech wzorców wiskozymetrycznych o różnych wartościach lepkości kinematycznej. Wybór odpowiednich cieczy wzorcowych zależy od średnicy otworu kapilarnego i kształtu dna kubka.

Zmierzony (średni) czas wypływu,  $t_{sr}$ , przeliczany jest na lepkość kinematyczną  $\nu$ , wyrażaną w mm<sup>2</sup>/s (1 mm<sup>2</sup>/s = 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>), zgodnie z równaniem

$$\nu = A \cdot t_{sr} - \left( \frac{B}{t_{sr}} \right). \quad (5)$$

Wartości współczynników  $A$  i  $B$ , podane w Tabeli 1, zależą od średnicy otworu wypływowego kubka i są określone normą [2]. Zakres pomiarowy lepkości kinematycznej dla wiskozymetrów kapilarnych typu kubek wypływowy wynosi (7 ÷ 14 000) mm<sup>2</sup>/s [11].

Tabela 1. Wartości współczynników  $A$  i  $B$  w zależności od średnicy otworu wypływowego kubka z dnem stożkowym. Tolerancja średnicy otworu wynosi ±0,01 mm.

Średnica [mm]	Współczynnik $A$ [mm <sup>2</sup> s <sup>-2</sup> ]	Współczynnik $B$ [mm <sup>2</sup> ]
3,00	0,443	200
4,00	1,37	200
5,00	3,28	200
6,00	6,90	570

Wartość lepkości kinematycznej  $\nu_{obl}$ , wyznaczona z równania (5), zostaje odniesiona do lepkości kinematycznej wzorca wiskozymetrycznego,  $\nu_{wz}$ , poprzez obliczenie względnego odchylenia procentowego

$$\Delta\nu = \left( \frac{\nu_{obl} - \nu_{wz}}{\nu_{wz}} \right) \cdot 100\% , \quad (6)$$

który jest miarą błędu systematycznego wzorcowanego kubka [12]. Obliczenia na podstawie równań (5) i (6) powtarzane są dla pozostałych dwu cieczy wzorcowych.

Celem wzorcowania jest zbadanie, czy wzorcowany przyrząd spełnia podane w normie wymagania metrologiczne, określające jego przydatność do przekazywania jednostki miary lepkości. Wartością graniczną  $\Delta\nu$  dla kubków wypływowych jest 10 % [11]. Jeżeli wartość odchylenia  $\Delta\nu$  nie przekracza 10 % dla żadnego z trzech wzorców wiskozymetrycznych, kubek wypływowy może być stosowany do pomiarów lepkości. W sytuacji, gdy wartość odchylenia przekracza 10 % tylko w jednym przypadku, należy przeprowadzić ponowne



wzorcowanie. W przypadku ponownego wykazania niezgodności przekraczającej 10 %, kubek powinien zostać zbrakowany lub, gdy istnieje taka możliwość, zalecana jest wymiana dyszy oraz powtórzenie wzorcowania.

W procedurze szacowania niepewności wzorcowania uwzględniono, zgodnie z wymaganiami zawartymi w dokumentach [13, 14], niepewność pomiaru czasu  $t$ , temperatury  $T$ , średnicy otworu kapilarnego kubka  $D$ , lepkości kinematycznej użytego wzorca  $\nu$  oraz objętości wewnętrznej kubka  $V$ . Pomiar czasu przy użyciu stopera cyfrowego obarczony jest błędami związanymi z niedokładnością wskazań stopera, jego rozdzielczością oraz, w przypadku pomiaru ręcznego, czasem reakcji osoby mierzącej. Przy wyznaczaniu niepewności związanej ze zmiennością temperatury w trakcie wzorcowania, uwzględnia się także temperaturowy współczynnik lepkości, który zależy od parametrów użytego wzorca wiskozymetrycznego. Niepewność wyznaczenia średnicy otworu wypływowego związane z wartością współczynnika  $A$ , podanego w Tabeli 1. Niepewność wyznaczenia objętości wewnętrznej przyrządu wyznaczono na podstawie danych ze świadectwa ekspertyzy. W szacowaniu niepewności wzorcowania kubka wypływowego, uwzględniono także niepewność wyznaczenia lepkości użytego certyfikowanego materiału odniesienia. Równanie niepewności pomiaru lepkości za pomocą kubka wypływowego określa zależność

$$u_{\text{crel}}^2(\nu) = u_{\text{rel}}^2(t_{\text{sr}}) + u_{\text{rel}}^2(T) + u_{\text{rel}}^2(\nu_{\text{wz}}) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(D), \quad (7)$$

gdzie dla kolejnych składowych założono odpowiednie rozkłady statystyczne: dla niepewności pomiaru czasu – rozkład trapezowy, dla temperatury – rozkład prostokątny, dla lepkości wzorca wiskozymetrycznego – rozkład normalny, dla objętości wewnętrznej kubka wypływowego – rozkład prostokątny oraz dla średnicy kubka – rozkład normalny.

Świadectwo Wzorcowania podaje wartość niepewności rozszerzonej  $U$  przy poziomie ufności 95 % i współczynnika rozszerzenia  $k = 2$ . Wynik wzorcowania podawany w Świadectwie zawiera również wartość lepkości certyfikowanego materiału odniesienia  $\nu_{\text{wz}}$ , wyznaczoną wartość lepkości  $\nu_{\text{obl}}$ , oraz względne odchylenie wartości wyznaczonej od wartości wzorcowej,  $\Delta\nu = (\nu_{\text{obl}} - \nu_{\text{wz}}) / \nu_{\text{wz}}$ , dla trzech wzorców wiskozymetrycznych użytych w procesie wzorcowania.

## 5. Podsumowanie

Zakład Fizykochemii Głównego Urzędu Miar i pracownicy jego Laboratoriów przywiązują dużą wagę do współpracy z przemysłem, wychodząc naprzeciw bieżącym i przewidywanym potrzebom rynku w dziedzinie metrologii parametrów fizykochemicznych.

Pomiar lepkości cieczy ma duże znaczenie dla rozwoju przemysłu chemicznego w Polsce, a w szczególności dla sektora produkcji farb i lakierów. Uzyskanie nie tylko dużej wydajności, ale przede wszystkim wysokiej jakości produktów przemysłu chemicznego wymaga przestrzegania warunków fizykochemicznych procesów technologicznych. Lepkość stanowi ważny parametr analityczny w systemach kontroli jakości zarówno w trakcie cyklu produkcyjnego, jak i w badaniu przydatności eksploatacyjnej wyrobów wielu gałęzi przemysłu chemicznego.

Dokładność i wiarygodność pomiarów lepkości wymaga okresowego wzorcowania wiskozymetrów. W Zakładzie Fizykochemii GUM ukończono prace badawczo-rozwojo-

we w dziedzinie wiskozymetrii, których celem było zwiększenie możliwości pomiarowych GUM w tym zakresie. W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej opracowano instrukcję wzorcowania kubków wypływowych (instrukcja IW4-M.V, [11]), które są powszechnie stosowane do pomiaru lepkości cieczy w wielkoprzemysłowej produkcji ciekłych farb i lakierów oraz w przemyśle poligraficznym do badania lepkości płynów dyspersyjnych. Nowa instrukcja wzorcowania umożliwi obecnie realizację wzorcowań kapilarnych wiskozymetrów wypływowych dla przemysłu, poszerzając tym samym zakres wysokiej dokładności wzorcowań w dziedzinie fizykochemii.

Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej bierze aktywny udział w pracach Grupy Roboczej ds. Lepkości, działającej w ramach Komitetu Doradczego ds. Masy i Wielkości Związanych (WVG – CCM BIPM). Laboratorium z powodzeniem uczestniczy w porównaniach kluczowych organizowanych przez BIPM i EURAMET (poprzednio EUROMET) oraz w wielu innych porównaniach międzynarodowych w dziedzinie pomiarów lepkości, koordynowanych przez Amerykańskie Stowarzyszenie Badań i Materiałów (American Society for Testing Materials, ASTM) we współpracy z wiodącą w tej dziedzinie firmą Cannon Instrument Company. W ciągu ostatniej dekady, Laboratorium wzięło udział w 12 takich porównaniach, potwierdzając swą kompetencję pomiarową na najwyższym poziomie metrologicznym na forum międzynarodowym.

## Literatura

- [1] Polska Norma PN-ISO 31-3. *Wielkości fizyczne i jednostki miar. Część 3: Mechanika*, październik 2000.
- [2] Norma ISO 2431. *Paints and varnishes – Determination of flow time by use of flow cups*, wyd. 4, 1993.02.15, z późniejszymi zmianami: *Technical Corrigendum 1*, 1994, oraz *Technical Corrigendum 2*, 1999.
- [3] Norma ASTM D1200-88. *Standard Test Method for Viscosity by Ford Viscosity Cup*, 1988.
- [4] Polska Norma PN-C-81701. *Oznaczanie czasu wypływu wyrobów lakierowych i farb graficznych za pomocą kubków wypływowych z dnem stożkowym i płaskim*, 1997.
- [5] Opis patentowy nr 66117. *Przyrząd do oznaczania lepkości materiałów*, 1972.
- [6] Jackowska M.: Instrukcja GUM IW2-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie wzorców lepkości cieczy*, 2008.
- [7] Raport Techniczny ISO/TR 3666, 1998.
- [8] Marsch K.N. IUPAC – *Recommended Reference Materials for Realization of Physico-chemical Properties, Section Viscosity*, Pure Appl. Chem. **52**, 2393 – 2404 (1980).
- [9] Norma ISO 3105. *Glass capillary kinematic viscometers. Specifications and operating instructions*, 1994.
- [10] Jackowska M.: Instrukcja GUM IW1-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie wzorcowych wiskozymetrów kapilarnych szklanych*, 2008.
- [11] Ruśkowska P.: Instrukcja GUM IW4-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie kubków wypływowych*, 2009.
- [12] Arendarski J.: *Niepewność pomiaru*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2003.
- [13] *Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik*. GUM 1999.
- [14] Dokument EA-4/02. *Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu*, rozdz. 7, poz. 5, 1999.

# Omówienie raportu Dyrektora Międzynarodowego Biura Miar z działalności BIPM w roku 2009

Zgodnie z wieloletnią tradycją, Dyrektor Międzynarodowego Biura Miar (*International Bureau of Weights and Measures*, BIPM), prof. Andrew Wallard, przedstawił raport z działalności BIPM w roku ubiegłym. W poniższym opracowaniu podsumowano zarówno najważniejsze przedsięwzięcia organizacyjne BIPM, jak i aktualny zakres prac badawczych sekcji naukowych Biura.

## 1. Kwestie organizacyjne

Od momentu powołania BIPM w roku 1875, organizacja ta stanowi podstawę międzynarodowego ładu w dziedzinie wzorców pomiarowych. Działalność BIPM umożliwia globalną koordynację badań naukowych w zakresie metrologii oraz przyczynia się do usuwania technicznych przeszkód w handlu światowym.

### 1.1 Członkostwo w BIPM i udział w CIPM MRA

Skuteczne wypełnianie globalnej misji BIPM jest uwarunkowane powszechnością uczestnictwa w tej organizacji; dlatego jednym z priorytetów BIPM jest zachęcanie państw do uzyskiwania statusu członka BIPM lub statusu członka stowarzyszonego Generalnej Konferencji Miar (*General Conference on Weights and Measures*, CGPM). Ta druga możliwość pozwala uzyskać niezbędne doświadczenie przed przystąpieniem do Konwencji Metrycznej i pełnym członkostwem w BIPM. Najważniejszą jednak korzyścią, jaką odnosi państwo o statusie członka stowarzyszonego CGPM jest to, że na równi z członkami BIPM może przystąpić do Porozumienia o Wzajemnym Uznawaniu (*CIPM Mutual Recognition Arrangement*, CIPM MRA), co ułatwia rodzimym przedsiębiorstwom przemysłowym i handlowym pełne uczestnictwo w globalnej gospodarce.

W ubiegłym roku do Konwencji Metrycznej przystąpiły trzy dalsze państwa, które dotychczas były członkami stowarzyszonymi CGPM, a mianowicie Kazachstan, Chorwacja i Kenia, stając się pełnoprawnymi członkami BIPM; tym samym liczba państw członkowskich wzrosła do 54. Ponieważ w tym samym okresie Ghana, Paragwaj i Peru przystąpiły do CGPM, liczba państw i organizacji mających status członków stowarzyszonych CGPM nie zmieniła się i wynosi 27.

W październiku 2009 r. istotnym wydarzeniem były obchody 10-lecia podpisania układu CIPM MRA, w którym licznie uczestniczyli dyrektorzy Krajowych Instytutów Metrologicznych (*National Metrology Institute*, NMI). Spotkanie to miało nie tylko charakter symbolicznej uroczystości, ale przede wszystkim stało się okazją do podsumowań i postawienia merytorycznych wniosków po dłuższym już okresie funkcjonowania tego układu. Z okazji uroczystości rocznicowych zorganizowano sympozjum, na którym przedstawiono spostrzeżenia na temat praktyki funkcjonowania CIPM MRA oraz podsumowano korzyści gospodarcze, jakie przynosi on państwom, których NMI są sygnatariuszami CIPM MRA. Porozumienie o Wzajemnym Uznawaniu jest obecnie podpisane przez Krajowe Instytuty Metrologiczne 47. państw członkowskich Konwencji Metrycznej, 27. członków stowarzyszonych CGPM oraz dwie organizacje międzynarodowe, a wraz z Instytutami Desygnowanymi w układzie MRA partycypuje 199 podmiotów.

### 1.2 Przygotowania do 24. Konferencji CGPM w 2011 r.

W roku 2009 rozpoczęły się przygotowania do 24. Generalnej Konferencji Miar (CGPM), która planowana jest na październik 2011 r. Przygotowywane są dokumenty konieczne do jej prze-

prowadzenia, a mianowicie dokument zwołujący Konferencję, zarys programu pracy Konferencji, dokumenty budżetowe BIPM oraz raport Przewodniczącego CIPM. Dokumenty te powinny być rozesłane do państw członkowskich na początku roku 2011, aby umożliwić wnikliwe zapoznanie się z nimi i zapewnić sprawny przebieg Konferencji. Już w październiku 2009 r., w ramach przygotowań do 24. spotkania CGPM, zastępca Dyrektora BIPM przedstawił dyrektorom NMI zarys planowanego programu pracy, z prośbą o zgłaszanie ewentualnych uwag.

Kierownictwo BIPM jest przekonane o konieczności utrzymywania stałego kontaktu z rządami państw członkowskich w trakcie czteroletnich okresów między spotkaniami CGPM. W tym celu przygotowano i rozesłano do państw członkowskich Raport Roczny (*Annual Report*) jako uzupełnienie formalnych publikacji BIPM, zaznajamiając państwa członkowskie z bieżącymi sprawami dotyczącymi BIPM i międzynarodowego środowiska metrologicznego.

Z punktu widzenia naukowego, jednym z najistotniejszych zagadnień rozpatrywanych przez CGPM w roku 2011 będzie propozycja redefinicji czterech jednostek podstawowych układu SI (kilogram, ampera, kelwina i mola). Ponieważ jednak badania naukowe będące podstawą tych redefinicji nie są jeszcze sfinalizowane, trudno w chwili obecnej przewidzieć, w jakim zakresie temat redefinicji będzie przedmiotem decyzji Konferencji w 2011 roku.

### 1.3 Sprawy personalne

W ostatnich latach znacznie powiększył się zakres odpowiedzialności i obszar działalności BIPM. Wynika to z przygotowań organizacyjnych i sprzętowych do redefinicji czterech jednostek podstawowych układu SI (np. budowa wagi Watta i udział w projekcie Avogadro), z prowadzenia projektów modernizacyjnych w BIPM (np. budowa nowego przenośnego układu złączy Josephsona, nowego kalorymetru przeznaczonego do dozymetrii wysokoenergetycznej) oraz programem ulepszania obowiązujących procedur (np. praca nad nowym algorytmem do obliczania czasu atomowego TAI, czy budowanie systemu jakości w BIPM).

Wzrost zakresu obowiązków wiąże się z koniecznością powiększenia liczebności personelu BIPM, co stanowi poważny problem w obliczu obecnych ograniczeń finansowych. Problem ten został rozwiązany poprzez przyjmowanie specjalistów na staże podoktorskie, podpisywanie umów z ekspertami na krótkoterminowe kontrakty, zależnie od aktualnych potrzeb, oraz korzystanie z pomocy pracowników delegowanych do BIPM i finansowanych przez macierzyste NMI. Dodatkową zaletą tej ostatniej inicjatywy jest nawiązanie bliższych, bezpośrednich kontaktów BIPM z wiodącymi NMI i możliwość korzystania z bogatego doświadczenia ich personelu naukowego.

Konieczność ograniczenia kosztów osobowych BIPM spowodowała również zmianę zasad emerytalnych. Na 98. konferencji CIPM podjęto decyzję, iż uprawnienia emerytalne obecnych pracowników BIPM zostaną zachowane, ale nowo zatrudniane osoby obejmie już inny plan emerytalny.

W kwietniu 2009 r. stanowisko zastępcy Dyrektora BIPM objął prof. Michael Kühne z PTB. Pełni on równocześnie funkcję Dyrektora Desygnowanego (*Director Designate*) BIPM i wkrótce przejmie obowiązki Dyrektora BIPM od obecnego Dyrektora, prof. Andrew Wallarda. Chociaż przejście obowiązków przez nowego Dyrektora BIPM nastąpi dopiero w drugiej połowie 2010 r. i formalne pożegnanie dopiero nastąpi, prof. Wallard skorzystał z okazji przygotowywania raportu za rok 2009, składając tą drogą podziękowania całemu personelowi BIPM za owocną współpracę i stawienie czoła licznym wyzwaniom w trakcie jego kadencji.

## 2. Współpraca BIPM z innymi organizacjami międzynarodowymi

Wraz z upływem czasu, BIPM przejmowało coraz to nowe obowiązki wynikające z rozwoju przemysłu i handlu światowego, wypełniając nie tylko swe tradycyjne zadania w dziedzinie metro-

logii naukowej, ale wchodząc w rolę strategicznego centrum całej metrologii światowej. Sprawne wypełnianie tej nowej roli wiąże się z potrzebą utrzymywania ścisłych kontaktów z wielu innymi organizacjami międzynarodowymi, zarówno rządowymi jak i zawodowymi.

BIPM utrzymuje od lat bliskie więzi ze swymi naturalnymi partnerami, Międzynarodową Organizacją Metrologii Prawnej (*International Organization of Legal Metrology*, OIML) i Międzynarodową Współpracą ds. Akredytacji Laboratoriów (*International Laboratory Accreditation Cooperation*, ILAC). W ostatnich latach wiele innych organizacji wykazuje chęć nawiązywania stałej współpracy z BIPM; są wśród nich Światowa Agencja Antydopingowa (*World Anti-Doping Agency*, WADA), Organizacja ds. Wyżywienia i Rolnictwa (*Food and Agriculture Organization*, FAO) oraz Międzynarodowa Federacja Chemii Klinicznej (*International Federation of Clinical Chemistry*, IFCC). Współpraca z BIPM zapewnia tym instytucjom spójność pomiarową oraz możliwość bieżącej konsultacji ze światowej klasy autorytetami w sprawie pomiarów i wzorców pomiarowych. Profil merytoryczny współpracy z tymi organizacjami wskazuje na coraz większą rolę metrologii chemicznej i potwierdza prawidłowość strategicznej decyzji podjętej przez BIPM ponad dekadę temu, aby rozszerzyć zakres swej działalności na obszary związane z chemią, przemysłem spożywczym, farmakologią i analityką medyczną.

Widoczne profity, jakie przynosi współpraca z BIPM, przyciągają i inne podmioty do korzystania z kompetencji tego światowego centrum metrologii. Na przykład, symposium na temat meteorologii i zmian klimatycznych, planowane na przełom marca i kwietnia 2010 r., będzie zorganizowane wspólnie przez BIPM i Światową Organizację Meteorologiczną (*World Meteorological Organization*, WMO). Wspólnym projektem BIPM i Organizacji Narodów Zjednoczonych ds. Rozwoju Przemysłowego (*United Nations Industrial Development Organization*, UNIDO) jest program rozwoju metrologii, infrastruktury akredytacyjnej i systemu norm (*metrology, accreditation and standardization*, MAS) w krajach afrykańskich, na obszarze objętym nowoutworzoną regionalną organizacją metrologiczną AFRIMETS.

Ponieważ współpraca z Międzynarodową Organizacją Normalizacyjną (*International Organization for Standardization*, ISO) jest coraz ściślejsza, planowane jest nawiązanie bliższych związków między Komitetami Technicznymi ISO, a Komitetami Doradczymi CIPM. Trzeba będzie jednak rozwiązać problem kompatybilności tych ciał, ponieważ Komitetów ISO jest o rząd wielkości więcej niż Komitetów BIPM.

Najbliższe związki merytoryczne łączą Międzynarodowy Komitet Miar (*International Committee for Weights and Measures*, CIPM) z Międzynarodową Organizacją Metrologii Prawnej (*International Organization of Legal Metrology*, OIML) i Międzynarodowym Komitetem Metrologii Prawnej (*International Committee of Legal Metrology*, CIML). W listopadzie 2008 r., z inicjatywy CIPM i CIML, dyrektorzy BIPM i BIML (*International Bureau of Legal Metrology*, Międzynarodowe Biuro Metrologii Prawnej) przedstawili raport w sprawie możliwości zbliżenia między tymi instytucjami, włącznie z opcją fuzji obu organizacji. Raport ten stał się przedmiotem dyskusji przedstawicieli CIPM i CIML w marcu 2009 r., ale ze względu na ujawnienie się różnic zdań państw członkowskich w tej sprawie, projekt ten został uznany za przedwczesny i dalsze rozmowy zostały zawieszono.

### 3. Działalność szkoleniowa, informacyjna i usługowa BIPM

W listopadzie 2009 r. BIPM zorganizował i gościł warsztaty szkoleniowe w dziedzinie spójności pomiarów parametrów fizjologicznych z jednostkami SI (*BIPM Workshop on Physiological Quantities and SI Units*). Wśród 70. uczestników z 22. krajów były zarówno osoby zajmujące się pomiarami, jak i osoby odpowiedzialne za tworzenie norm oraz dokumentacji technicznych w tej dziedzinie, a także legislatorzy specjalizujący się w tematyce opieki zdrowotnej i bezpieczeństwa. Większość uczestników szkolenia rekrutowała się spośród pracowników NMI, członków

komitetów technicznych i grup roboczych, pracowników instytucji rządowych oraz organizacji międzynarodowych, takich jak ISO, IEC, CIE, ICRU, IUPAC i IUPAP.

Pośród wielu zagadnień będących przedmiotem warsztatów, poczesne miejsce zajmował problem wpływu różnych form promieniowania na organizm ludzki. Przeprowadzone dyskusje doprowadziły do generalnej konkluzji, iż w tej dziedzinie niepewność pomiaru nie jest jeszcze dobrze określona, a efekty biologiczne i przydatność obecnych metod takich badań nie zawsze są precyzyjnie i zadowalająco ustalone. Stwierdzono brak dobrych modeli oddziaływania promieniowania na organizm ludzki, a w szczególności oceny skutków promieniowania o niskiej intensywności na organizm pacjenta, oceny skutków działania promieniowania na duże populacje oraz metod badania efektów nasycenia przy dużej intensywności promieniowania. Skonstatowano, by zaproponować grupie roboczej JCGM-WG1 uwzględnienie tych problemów w nowym Suplemencie do Przewodnika GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*), który dotyczy będzie modelowania.

Jak co roku, cenną okazją do promocji zagadnień metrologicznych w szerokich warstwach społecznych i na wszystkich kontynentach był Światowy Dzień Metrologii (*World Metrology Day, WMD*). W roku 2009 wiodącym motywem obchodów były „Pomiary w Gospodarce”. Temat ten wybrano, aby zwrócić uwagę rządów na wielką rolę jaką odgrywa metrologia w rozwoju gospodarczym; wybór tego tematu był również związany z obchodami 10. rocznicy podpisania układu CIPM MRA. We współpracy z kilku wiodącymi instytucjami metrologicznymi, opracowano plakat propagujący aktualny temat Światowego Dnia Metrologii i upowszechniono coroczne, okolicznościowe przesłanie Dyrektora BIPM. Na podstawie oryginalnej wersji plakatu opracowano 50 różnych jego wariantów w 25. wersjach językowych, a także przygotowano ulotkę w języku angielskim i francuskim. Z informacji zwrotnej wiadomo, że w wielu krajach członkowskich zorganizowano specjalne uroczystości i imprezy okolicznościowe z okazji Światowego Dnia Metrologii. Znamienne jest to, że w krajach niebędących członkami BIPM, ani członkami stowarzyszonymi CGPM, również zorganizowano obchody dnia metrologii, co będzie miało niewątpliwie wpływ na przekonanie rządów tych krajów do zaangażowania się w prace BIPM.

Duża i ciągle wzrastająca liczba sygnatariuszy CIPM MRA (199 podmiotów) implikuje olbrzymi wzrost liczby zapisów w bazie danych porównań kluczowych KCDB, która zawiera już 659 porównań kluczowych, 213 porównań dodatkowych i ok. 21 600 wpisów CMC (*Calibration and Measurement Capability*).

Aby promować prace BIPM, wydawany jest *KCDB Newsletter*, dostępny na stronach internetowych BIPM. Biuletyn ten ma charakter nie tylko techniczny, ale staje się istotnym źródłem informacji środowiskowych dla metrologów z całego świata. Dwunasty numer biuletynu, który wydano 12 grudnia 2009 r. zawiera nie tylko linki do wyników porównań kluczowych i wpisów CMC, ale również omówienie międzynarodowych kongresów metrologicznych, raporty z prac Komitetów Wspólnych (JC), spotkań Komitetów Konsultacyjnych (CC), kalendarz planowanych spotkań grup roboczych (WG) i innych spotkań środowiskowych, linki do informacji dla Komitetów Technicznych (TC) i Regionalnych Organizacji Metrologicznych (RMO), a także obszerny materiał na temat obchodów 10-lecia podpisania CIPM MRA wraz z linkami do prezentacji przedstawianych na sympozjum zorganizowanym z okazji uroczystości rocznicowych.

Ważnym elementem pracy BIPM jest wykonywanie wzorcowań i pomiarów, zarówno dla poszczególnych sekcji BIPM (np. wiele wzorcowań układów elektrycznych wykonuje się dla zespołu pracującego nad redefinicją jednostki masy za pomocą wagi Watta) oraz dla użytkowników zewnętrznych, szczególnie dla nowych i mniejszych NMI, które same nie dysponują wzorcami pierwotnymi. Ponieważ jednak BIPM do niedawna nie posiadał Systemu Jakości (QS), użytkownicy tak wywzorcowanych przyrządów mieli problem z wykazaniem się spójnością pomiarową z jednostkami SI i obliczaniem niepewności przy formułowaniu swych własnych CMC. Problem

został podjęty w 2008 r. poprzez opracowanie i zadeklarowanie Systemu Jakości w BIPM, zgodnego z normą ISO/IEC 17025, który pod koniec 2008 r. przeszedł pomyślnie pierwszy audyt, a na początku roku 2009 wprowadzono poprawki wynikające z pierwszego audytu. W marcu 2009 r., BIPM poprosił ekspertów z RMO o kolejny audyt swego Systemu Jakości, a obecnie wdraża otrzymane zalecenia i uwagi. Bardzo trafnym posunięciem było zatrudnienie pełnomocnika ds. jakości i ustanowienie programu audytów wewnętrznych i zewnętrznych. W ten sposób rozwiązany został problem ze spójnością pomiarową i obliczaniem niepewności dla wzorcowań wykonywanych w BIPM.

## 4. Prace Komitetów Wspólnych

Niektóre dziedziny współpracy BIPM z innymi organizacjami międzyrządowymi oraz międzynarodowymi stowarzyszeniami zawodowymi zostały sformalizowane w postaci powołania Komitetów Wspólnych (*Joint Committee, JC*), zajmujących się określonymi obszarami wspólnego zainteresowania.

### 4.1 Prace Komitetu Wspólnego ds. Spójności Pomiarowej w Medycynie Laboratoryjnej (JCTLM)

Komitet JCTLM (*Joint Committee on Traceability in Laboratory Medicine*) jest miejscem współpracy BIPM z ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*, Międzynarodowa Współpraca ds. Akredytacji Laboratoriów) oraz IFCC (*International Federation of Clinical Chemistry*, Międzynarodowa Federacja Chemii Klinicznej i Medycyny Laboratoryjnej). Na spotkaniu Komitetu w grudniu 2009 r. omówiono sprawy bieżące i zdecydowano, że laboratoria działające w sferze biomedycznej powinny brać udział w regularnych porównaniach, o ile chcą utrzymać się w bazie danych JCTLM. Postanowiono powołać grupę roboczą (*Working Group, WG*) zajmującą się zachowaniem spójności pomiarowej laboratoriów klinicznych prowadzących działalność komercyjną, laboratoriów odniesienia (*reference laboratory*) i laboratoriów NMI. Grupa ta ma wypracować metody wykonywania porównań w tej dziedzinie, tak aby zapewnić spójność pomiarową z jednostkami SI i innymi właściwymi wzorcami lub materiałami odniesienia, a tym samym podnieść zaufanie do pomiarów użytkowych w tej dziedzinie. JCTLM kontynuuje współpracę z Grupą Zadaniową ds. Harmonizacji Globalnej (*Global Harmonization Task Force*) w sprawie definicji spójności pomiarowej, która winna obejmować również obszar chemii, biologii i medycyny laboratoryjnej.

### 4.2 Prace Komitetu Wspólnego ds. Przewodników w Metrologii (JCGM)

Pomimo ukończenia prac nad trzecim wydaniem międzynarodowego słownika metrologicznego (VIM3) oraz Suplementem 1, omawiającym zastosowanie metody Monte Carlo do obliczania niepewności pomiaru, w JCGM (*Joint Committee for Guides in Metrology*) trwa intensywne prace nad kolejnymi przewodnikami. Kontynuowane są prace nad przewodnikiem dotyczącym roli niepewności pomiaru w ocenie zgodności (*Evaluation of measurement data – the role of uncertainty in conformity assessment*), z docelowym terminem zakończenia prac w 2010 r. Przewodnik ten jest szczególnie istotny, ponieważ raporty Światowej Organizacji Handlu (*World Trade Organization, WTO*) stwierdzają, że problem oceny zgodności z obowiązującymi normami stanowi obecnie jedną z najpoważniejszych przeszkód w handlu międzynarodowym. Nowy przewodnik ustali pewne zasady, które pozwolą efektywnie zwalczać tę przeszkodę w wymianie towarowej.

Grupa robocza pracująca nad nowym słownikiem metrologicznym zajmuje się obecnie usunięciem pewnych niespójności, które dostrzeżono w ostatnim wydaniu słownika (VIM3), w wersjach pochodzących z różnych źródeł (BIPM, ISO i OIML). Przygotowywany jest obecnie zestaw poprawek, a prace nad ostateczną wersją tego dokumentu wkrótce zostaną sfinalizowane.

W roku 2009 odbywały się spotkania grup roboczych, a w grudniu 2009 r. odbyła się doroczna konferencja przeglądowa JCGM.

### 4.3 Prace Komitetu Wspólnego Regionalnych Organizacji Metrologicznych i BIPM (JCRB)

Komitet JCRB (*Joint Committee of Regional Metrology Organizations and the BIPM*) bierze aktywny udział w definiowaniu polityki w dziedzinie procedur zapewniających spójność pomiarową, w kontekście wpisów CMC. Monitorując praktyczną realizację postanowień CIPM MRA, JCRB widzi pewne problemy z zapewnieniem równoważności procedur w systemach jakości sygnatariuszy CIPM MRA. Należy spodziewać się formalnych rekomendacji JCRB w tym zakresie i opracowania regulacji, które będą dotyczyć zarówno NMI jak i Instytutów Desygnowanych.

Procedury uznawania nowych regionalnych organizacji metrologicznych (np. AFRIMETS) i zasady współpracy RMO w ramach JCRB, zaaprobowane przez CIPM, są na bieżąco konsultowane przez JCRB, a w roku 2009 wprowadzono dwa ich uaktualnienia.

## 5. Postanowienia 98. Konferencji CIPM

### 5.1 Tematyka instytucjonalna

Coroczna, 98. już Konferencja CIPM odbyła się w siedzibie BIPM w październiku 2009 r. Obecny Przewodniczący CIPM, prof. Ernst O. Göbel z Niemiec złożył rezygnację w związku z przejściem na emeryturę, zaś na funkcję przewodniczącego CIPM został wybrany dr Barry Inglis z Australii. Inny wieloletni członek CIPM, prof. Gao Jie z Chin, również złożył rezygnację z pełnionej funkcji.

Konferencja CIPM zaaprobowwała kilka dokumentów, m.in. Zasady Proceduralne dla Komitetów Doradczych (*Rules of Procedure for Consultative Committees*) i powołanych przez nie grup roboczych, a także uzgodniła kryteria członkostwa w Komitecie Doradczym ds. Jednostek (*Consultative Committee for Units, CCU*). Zaaprobowano postanowienia dotyczące spójności pomiarowej w kontekście uzyskiwania wpisów zdolności wzorcowania i zdolności pomiarowej (CMC), a także zaktualizowano procedurę uznawania nowych regionalnych organizacji metrologicznych (RMO).

CIPM podjął także kilka kwestii dotyczących zarządzania BIPM-em, a w szczególności przyjął zmiany dotyczące struktury pensji pracowników BIPM oraz zaaprobował poprawki do zasad emerytalnych pracowników BIPM, które obejmą nowych pracowników, zatrudnianych od stycznia 2010 r.; zmiany te są związane z wpływem wzrostu długości życia na ubezpieczenia emerytalne. Zaaprobowano również zmiany w przepisach wewnętrznych i zasadach prowadzenia rachunkowości.

### 5.2 Rekomendacje CIPM

Część merytoryczną 98. Konferencji CIPM zdominowała tematyka związana bezpośrednio lub pośrednio z pomiarem czasu, a mianowicie sposób obliczania czasu UTC, wprowadzenie alternatywnej względem UTC skali czasu bez sekund przestępnych, równoważność skal



czasu i układów odniesienia stosowanych przez różne systemy nawigacji satelitarnej oraz określenie częstotliwości wzorcowych linii widmowych w zakresie widzialnym. Przyjęto cztery rekomendacje.

**Rekomendacja 1.** zaleca przyjęcie wspólnego globalnego układu odniesienia. Obecnie istnieje już kilka systemów nawigacji satelitarnej (*Global Navigation Satellite System*, GNSS), dających możliwość określania położenia obiektów z dokładnością od paru do kilkudziesięciu centymetrów, a w przyszłości może powstać jeszcze więcej takich systemów. Konieczne jest zatem wypracowanie jednego, wspólnego układu odniesienia, celem umożliwienia współdziałania różnych systemów GNSS i uzyskania kompatybilności ich sygnałów czasowych. Rekomendacja 1. zaleca przyjęcie ITRS (*International Terrestrial Reference System*) za wspólny międzynarodowy układ odniesienia we wszystkich zastosowaniach metrologicznych, w drodze podjęcia odpowiedniej rezolucji CGPM.

**Rekomendacja 2.** dotyczy uaktualnienia listy częstotliwości wzorcowych. Pomiar czasu i częstotliwości w oparciu o linie widmowe układów atomowych może być tym dokładniejszy, im większa jest ich częstotliwość. Rekomendacja 2. podaje listę pięciu częstotliwości wzorcowych w zakresie optycznym, a mianowicie linię widmową izotopu strontu  $^{88}\text{Sr}$  o częstotliwości  $f = 429\,228\,004\,229\,873,7$  Hz (względna niepewność standardowa  $u = 1 \cdot 10^{-15}$ ), która już obecnie jest uznana przez CIPM za wtórną realizację jednostki czasu, oraz cztery inne przejścia optyczne (w atomie strontu  $^{88}\text{Sr}$ , jonie wapnia  $^{40}\text{Ca}^+$ , atomie iterbu  $^{171}\text{Yb}$  i jonie iterbu  $^{171}\text{Yb}^+$ ), których względna niepewność standardowa jest jednak co najmniej o rząd wielkości gorsza. Chociaż pierwotną, definicyjną realizacją jednostki czasu pozostaje nadal nadsubtelna linia widmowa izotopu cezu  $^{133}\text{Cs}$ , to zmian w tej kwestii należy spodziewać się już w najbliższych latach.

**Rekomendacja 3.** wskazuje na konieczność dostosowania układów współrzędnych przestrzennych i skal czasu wykorzystywanych w różnych globalnych systemach nawigacji satelitarnej (GNSS) do wspólnych międzynarodowych wzorców. Rekomenduje się, by różne GNSS stosowały współrzędne przestrzenne jak najbliższe układowi ITRS oraz skalę czasu jak najbliższą czasowi UTC (z możliwością przesunięcia o dokładnie 1 sekundę, tzw. *leap second*). Zaleca się również, by GNSS nadawały nie tylko swój własny czas systemowy (*Internal System Time*, ST), ale także różnicę między czasem własnym (ST) a czasem UTC.

**Rekomendacja 4.** postuluje szybkie opracowanie nowej definicji skali czasu UTC, bez sekund przestępnych, ponieważ systemy nawigacji satelitarnej GNSS wymagają stosowania skali czasu płynącego jednostajnie, bez zmian skokowych. Potrzeba szybkich rozwiązań w tym zakresie wynika stąd, że pojawiło się już kilka alternatywnych, ale nieskoordynowanych przedsięwzięć w tym zakresie. Postuluje się, by agencje międzynarodowe zajmujące się międzynarodową skalą czasu oraz zainteresowane stowarzyszenia naukowe jak najszybciej zajęły się problemem redefinicji czasu UTC i wypracowały rozwiązanie, które mogłoby jak najszybciej być zaakceptowane w skali międzynarodowej.

Kwestia określenia uniwersalnej skali czasu jest zagadnieniem trudnym, ponieważ nie sprowadza się tylko do zagadnień technicznych. Jeszcze sto dziesięć lat temu, gdy nie były znane zjawiska wpływające na szybkość upływu czasu, a zegary nie odznaczały się wielką dokładnością, wszelkie różnice ich wskazań przypisywano niedoskonałości technicznej ówczesnych chronometrów; istniały wówczas doświadczalne podstawy do twierdzenia, że czas jest jeden (absolutny), a każdy zegar jest jego prorokiem. Jednak już od około stu lat wiadomo, że każda cząstka elementarna, każdy atom i każde ciało makroskopowe ma swój niepowtarzalny czas własny (*proper time*), a różnice w upływie czasu wewnętrznego (własnego) różnych obiektów wynikają z różnicy szybkości z jaką poruszają się one w inercjalnym układzie odniesienia (co wiadomo od 1905 r.) oraz od lokalnej wartości natężenia pola grawitacyjnego wzdłuż ich trajektorii (co ustalono w 1917 r.). Wystarczy zatem, że satelity systemów GNSS poruszają się po różnych orbitach,

czyli z różnymi szybkościami i w innym polu grawitacyjnym, aby powstały mierzalne i zmienne w czasie różnice szybkości „tykania” ich zegarów wewnętrznych. W sytuacji, gdy współczesne technologie pozwalają mierzyć czas z ogromną dokładnością (niepewnością względną rzędu  $10^{-15}$ ), a przesunięcie czasu o 1 mikrosekundę w systemach nawigacji satelitarnej skutkowałoby błędem określenia położenia rzędu 300 m, owe pozornie małe efekty relatywistyczne mają fundamentalne znaczenie. Można zatem mieć pewność, że tematów do dyskusji merytorycznej w kwestii pomiaru czasu, częstotliwości oraz innych wielkości fizycznych związanych z czasem, nie zabraknie ani na następnej, 99. Konferencji CIPM, która odbędzie się w dniach 11 – 15 października 2010 r., ani na jubileuszowej 100. Konferencji CIPM w dniach 10 – 14 października 2011 r., ani na wielu kolejnych Konferencjach CGPM.

## 6. Prace nad nowym układem jednostek miar SI (New SI)

Od kilku już lat trwają przygotowania do opracowania nowego międzynarodowego układu jednostek miar (*New SI*). Ideą przewodnią nowego układu jednostek miar jest redefinicja czterech spośród siedmiu jednostek podstawowych Układu SI w taki sposób, by były one związane ze stałymi fizycznymi, podobnie jak obecnie jednostka długości, metr, jest związana z prędkością światła w próżni,  $c$ . Osiągnięto konsensus, by kilogram związać ze stałą Plancka  $h$ , amper zdefiniować za pomocą ładunku elementarnego  $e$ , kelwin powiązać ze stałą Boltzmanna  $k_B$ , zaś mol ze stałą Avogadro  $N_A$ .

Największa uwaga i wysiłek badawczy jest poświęcony redefinicji jednostki masy, ponieważ kilogram jest obecnie jedyną jednostką podstawową układu SI zdefiniowaną za pomocą artefaktu. Problemowi temu poświęcone są dwa duże programy badawcze (waga Watta i projekt Avogadro, znany również jako projekt kuli krzemowej), realizowane przez BIPM równolegle lub we współpracy z kilku wiodącymi krajowymi instytutami metrologicznymi, m.in. takimi jak NIST, PTB i NPL. Oba te projekty są już w bardzo zaawansowanym stadium realizacji, ale w kwestii badań naukowych nie sposób prognozować kalendarium ostatecznego sukcesu. Przyjęcie i wdrożenie redefinicji kilograma będzie również wymagać uprzedniego opracowania *mise en pratique* realizacji i przekazywania jednostki masy. Obecny stan rzeczy pozwala przypuszczać, że waga Watta będzie stosowana do realizacji jednostki masy i badania dryftu masy wzorcowych artefaktów najwyższego rzędu, natomiast rozpowszechnianie jednostki będzie odbywać się dalej z użyciem tradycyjnych wzorców platynowo-irydowych oraz w postaci artefaktów ulepszonych pod względem materiałowym (lepszy stop), wzorcowanych za pomocą wagi Watta poprzez związek ze stałą fundamentalną  $h$ .

Dyskusja na forum CIPM w październiku 2009 r. ujawniła istotne różnice w ocenie stanu zaawansowania przygotowań do redefinicji 4 jednostek podstawowych układu SI i realnego harmonogramu wdrożenia nowego układu jednostek miar. Obecnie wydaje się mało prawdopodobne, aby tak istotna zmiana w dotychczasowym układzie jednostek miar mogła być dokonana już na następnej konferencji CGPM w 2011 r., ale będzie to niewątpliwie jeden z najważniejszych tematów dyskutowanych na tej konferencji.

## 7. Prace sekcji naukowych BIPM

### 7.1 Konstrukcja wagi Watta

Chociaż redefinicja jednostki masy, kilograma, leży w centrum zainteresowań Sekcji Masy, a w budowie wagi Watta bierze udział trzech pracowników Sekcji Masy w pełnym wymiarze czasu, to przedsięwzięcie to należy traktować jako wspólny projekt całego BIPM, którego nie moż-

na przypisywać jednej tylko sekcji naukowej BIPM. Można nawet powiedzieć, że ze względu na fizyczną naturę tego projektu, wiodącą rolę w konstrukcji wagi Watta odgrywa Sekcja Elektryczności, której szef kieruje całością tego projektu, a jego pracownicy dają główny wkład do tego przedsięwzięcia.

Konstrukcja wszystkich zasadniczych części składowych wagi Watta została ukończona pod koniec 2008 r., ale wiele elementów wymaga jeszcze ulepszeń. Dlatego równocześnie z testami poszczególnych podzespołów układu pomiarowego oraz wagi Watta jako całości, prowadzone są nadal prace projektowe i konstrukcyjne. Obecnie projektowany jest wzorzec napięcia, przeznaczony specjalnie do wagi Watta, a oparty na efekcie Josephsona. Na ukończeniu jest projekt elektromagnesu wytwarzającego centralne pole magnetyczne; prace projektowe prowadzone są wspólnie z Uniwersytetem w Aachen (Niemcy) i przewiduje się, że wkrótce będzie on wdrożony. Trwają końcowe prace nad solenoidem, który ma być wykorzystywany do badania indukcji pola magnetycznego wytwarzanego przez elektromagnes.

Jedną z charakterystycznych cech wagi Watta w wersji realizowanej w BIPM jest jednoczesny pomiar prędkości ruchu solenoidu w polu magnetycznym o symetrii centralnej i napięcia indukowanego w tym solenoidzie. Prowadzone są prace nad układem mechanicznym zapewniającym precyzyjną kontrolę kierunku ruchu solenoidu, ulepszeniem działania interferometru do pomiaru prędkości ruchu solenoidu, a także nad eliminacją szumów w układach mierzących napięcie oraz synchronizacją pomiaru napięcia i prędkości. W trakcie prób układu ważącego zaobserwowano zaburzenia lokalnego pola magnetycznego, które mogą mieć wpływ na precyzję działania całego urządzenia.

Waga Watta konstruowana w BIPM będzie docelowo umieszczona w nowym laboratorium i posadowiona na grubym betonowym fundamencie, aby uniknąć drgań mechanicznych. Tuż obok wylano drugi, nieco mniejszy fundament betonowy, na którym umieszczony będzie gravimetr do pomiaru przyśpieszenia grawitacyjnego w pobliżu wagi Watta. Wykonano już gravimetryczne pomiary pola grawitacyjnego w całym laboratorium, tak aby można było z wielką precyzją znaleźć natężenie pola grawitacyjnego w obszarze, w którym znajdować się będzie waga Watta. Nowe pomieszczenie laboratoryjne jest obecnie testowane z punktu widzenia przenoszenia drgań, a wyniki wskazują, że poziom szumów mechanicznych jest wystarczająco niski.

Chociaż kwestia redefinicji i sposobu przekazywania jednostki masy nie jest jeszcze zamknięta, nie ulega wątpliwości, że waga Watta będzie odgrywała pierwszoplanową rolę w *mise en pratique* nowej definicji kilograma.

## 7.2 Sekcja Masy

Przygotowania do redefinicji jednostki masy przebiegają dwutorowo. Równolegle do konstrukcji wagi Watta prowadzony jest projekt *International Avogadro Coordination* (IAC), w którym dwie kule krzemowe mogą posłużyć do ustalenia jednostki masy. Cel projektu IAC jest w rzeczywistości bardzo elastyczny, ponieważ poza wkładem do redefinicji kilograma, wyniki tego projektu mogą posłużyć do dokładniejszego określenia liczby Avogadro  $N_A$ , stałej Plancka  $h$  oraz redefinicji jednostki liczebności materii (mola) za pomocą liczby Avogadro. Przed paru laty, projekt IAC napotkał pewne trudności, ale po poprawieniu oceny składu izotopowego kul krzemowych, przedsięwzięcie to zbliża się już ku końcowi.

Bez względu na sposób, w jaki będzie zredefiniowana jednostka masy, przekazywanie jednostki od wzorców najwyższego rzędu wymaga niezwykle precyzyjnego porównywania mas. W tym celu w Sekcji Masy skonstruowano nową wagę próżniową z zewnętrznymi manipulacjami, służą do przemieszczania mas oraz układem grzewczym, którego zadaniem jest usuwanie pary wodnej, zaadsorbowanej na powierzchni ciała, przed jego zważeniem. Waga ta może posłu-

żyć do ważenia kul krzemowych z programu IAC, wtórnych wzorców kilograma utrzymywanych przez poszczególne NMI w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego chemicznie, a także artefaktów stanowiących planowany nowy grupowy wzorzec odniesienia jednostki masy.

Ten ostatni punkt wymaga bliższego wyjaśnienia. Nawet wówczas, gdy definicja jednostki masy będzie związana ze stałą Plancka, a jednostka realizowana będzie za pomocą wagi Watta, nie zniknie potrzeba posługiwania się wzorcami masy w postaci artefaktów, ze względu na ich dokładność i wygodę użytkowania, a także dlatego, że nie będzie potrzeby ani możliwości budowy wagi Watta w każdym NMI. Z drugiej jednak strony wiadomo, że masa takich artefaktów ulega powolnej zmianie (dryft), i choć masa obecnego wzorca pierwotnego jednostki masy jest z definicji niezmienna, to porównanie z innymi wzorcami przechowywanymi w takich samych warunkach wskazuje, że masa każdego z nich, łącznie ze wzorcem pierwotnym, ulega dryftowi i to innemu dla każdego artefaktu. Dlatego do *mise en pratique* nowej definicji kilograma planuje się dodać nowy element, będący obecnie na etapie studiów pilotażowych, polegający na utworzeniu 12-elementowego grupowego wzorca jednostki masy, w którym poszczególne artefakty wykonane z trzech różnych rodzajów materiałów będą przechowywane w próżni lub atmosferze gazu obojętnego chemicznie. Średnia masa takiego wzorca grupowego będzie lepszą materialną reprezentacją jednostki masy niż pojedynczy artefakt, jakim jest dzisiejszy międzynarodowy wzorzec kilograma.

Sekcja masy prowadzi teraz kilka projektów mających usprawnić i polepszyć wzorcowania na zamówienie państw członkowskich BIPM. Na przykład, ulepszone zostały czujniki wilgotności względnej i grawimetryczna metoda pomiaru gęstości powietrza, co pozwoli na lepsze oszacowanie poprawek na wypór powietrza i adsorpcję wilgoci na badanych artefaktach. Skorygowano masę roboczych wzorców masy. Zautomatyzowany został również komparator mas działający w zakresie od 0,05 kg do 0,1 kg. W ubiegłym roku pomyślnie zakończono porównanie międzylaboratoryjne gęstości 1-kilogramowego cylindra platynowo-irydowego (we współpracy z PTB). Ponieważ wzorce wtórne oraz wzorce niższego rzędu są wykonane ze stopów metali, EURAMET podjął program badań własności magnetycznych takich wzorców, a Sekcja Masy BIPM włączyła się do tego programu.

### 7.3 Sekcja Czasu, Częstotliwości i Grawimetrii

Jednym ze stałych zadań Sekcji Czasu jest obliczanie skali czasu TAI (*International Atomic Time*) i UTC (*Universal Coordinated Time*) oraz podawanie wyników w biuletynie *Circular T*, w którym można też znaleźć aktualne informacje na temat porównań kluczowych. Stabilność czasu TAI, której miarą jest odchylenie Allana, utrzymuje się na stałym poziomie  $4 \cdot 10^{-16}$  w skali jednego miesiąca, a całkowita względna poprawka roczna wynosi  $-5,2 \cdot 10^{-15}$ . W czerwcu 2009 r. CCTF (*Consultative Committee for Time and Frequency*, Komitet Doradczy ds. Czasu i Częstotliwości) zaaprobował nową metodę porównywania wskazań zegarów, a od października 2009 r. ta nowa metoda jest już stosowana w praktyce do obliczania czasu TAI w oparciu o dane z co najmniej 25 laboratoriów. Pomimo doskonałej stabilności czasu TAI, zauważono iż podobnej klasy zegary atomowe pracujące w przemyśle wykazują systematyczny dryft w stosunku do zegarów cezowych, których wskazania służą do obliczania czasu TAI i UTC. Efekt ten przypisuje się, przynajmniej częściowo, algorytmowi stosowanemu do wyliczania czasu i obecnie wdrażana jest nowa procedura w tym zakresie.

Sekcja współpracuje z USNO (*US Naval Observatory*) przy opracowywaniu międzynarodowego układu współrzędnych czasoprzestrzennych związanych z Ziemią (*International Earth Rotation and Reference Systems Service*, IERS). Bierze również aktywny udział w programie IUA (*International Astronomical Union*), którego celem jest opracowanie międzynarodowego układu

współrzędnych nie związanego z Ziemią, a przeznaczonego do badania ruchu obiektów naturalnych w Układzie Słonecznym (planet, asteroidów) i do ewentualnej astronawigacji.

Ze względu na to, że wielu członków Sekcji Czasu pracuje w CCTF i CCL (*Consultative Committee for Length*, Komitet Doradczy ds. Długości), Sekcja organizuje spotkania obu tych Komitetów, udziela pomocy logistycznej Grupom Roboczym (*Working Group*, WG) oraz służy radą ekspercką w prowadzeniu przez CCL porównania kluczowego laserów stabilizowanych. Ponieważ BIPM ogłosił zamiar zaprzestania produkcji komórek jodowych, wielu użytkowników (zarówno NMI jak i inne podmioty) poprosiło o dostarczenie takich komórek i otrzymało je. Sekcja Czasu kontynuuje również wzorcowania laserów i pomiary dla potrzeb wewnętrznych BIPM oraz dla użytkowników zewnętrznych. Sekcja bierze także udział we wzorcowaniu odbiorników GPS, a zwłaszcza w testowaniu nowego rosyjskiego systemu nawigacji satelitarnej GLONASS.

Do zakresu odpowiedzialności Sekcji należy też grawimetria. Ukończono już prace nad grawimetrem dla NMI Rosji (VNIIM), a wkrótce rozpocznie się porównanie międzynarodowe 25 grawimetrów oraz porównanie kluczowe, w którym uczestniczyć będzie 17 grawimetrów. Warto przypomnieć, że pomiary grawimetryczne stanowią jeden z kluczowych elementów wpływających na dokładność pomiarów za pomocą wagi Watta. Personel Sekcji uczestniczy również w innych pracach związanych z wagą Watta (np. pomiar prędkości przemieszczania solenoidu w centralnym polu magnetycznym) oraz w pracach nad kondensatorem obliczeniowym (pomiary długości).

Działalność naukowa pracowników Sekcji Czasu, Częstotliwości i Grawimetrii znajduje wyraz w licznych publikacjach. W okresie objętym ostatnim raportem opublikowano 18 prac naukowych, a ok. 10 następnych jest przygotowywanych do druku. Wielkie uznanie dla eksperckiej wiedzy pracowników Sekcji przejawia się również w licznych zaproszeniach do laboratoriów NMI oraz na międzynarodowe konferencje naukowe celem wygłoszenia referatów, wykładów i innych wystąpień.

## 7.4 Sekcja Elektryczności

Poza zaangażowaniem w budowę wagi Watta, Sekcja Elektryczności uczestniczy również w innych wspólnych projektach. Jednym z ważniejszych przedsięwzięć jest budowa dwu kondensatorów obliczeniowych (*Calculable Capacitor*, CC) o nowej, ulepszonej konstrukcji, prowadzona we współpracy z NMIA (*National Measurement Institute of Australia*). Wielką zaletą kondensatora obliczeniowego polega na tym, że z pojedynczego interferometrycznego pomiaru odległości można obliczyć pojemność takiego kondensatora. Przyrząd ten pozwoli na bardzo dokładną realizację jednostki pojemności elektrycznej, farada, a w układzie mostkowym umożliwi precyzyjne odtworzenie jednostki rezystancji, oma. Ocenia się, że przy pomocy CC można będzie określić stałą von Klitzinga z niepewnością względną rzędu  $1 \cdot 10^{-8}$ , co pozwoli zwiększyć dokładność również innych stałych fizycznych znajdujących się w bazie danych CODATA i wpłynie na zmniejszenie niepewności wielu pomiarów.

Zakres odpowiedzialności Sekcji Elektryczności w projekcie kondensatora obliczeniowego obejmuje przygotowanie części mechanicznych w warsztatach BIPM oraz polerowanie elektrod, które wkrótce będą dostarczone do BIPM przez NMIA. Jednym z najistotniejszych elementów tego projektu jest pomiar długości za pomocą interferometru Fabry-Perot'a; całość układu optycznego jest obecnie w fazie testowania i strojenia tak, by zminimalizować niepewność pomiaru odległości. W Sekcji Elektryczności budowany jest również mostek, który będzie służyć do przekazywania jednostki pojemności elektrycznej.

Sekcja Elektryczności współpracuje obecnie z PTB nad konstrukcją przenośnego wzorca pojemności elektrycznej. Przedsięwzięcie to jest jednym z elementów wspólnego projektu badaw-

czego (*Joint Research Project, JRP*) EURAMET-u pod nazwą REUNIAM, którego głównym celem jest redefinicja ampera.

Laboratorium pomiarów napięcia zostało ostatnio odnowione i wyposażone w lepszą klimatyzację (kontrola temperatury i wilgotności). Został już zainstalowany i świetnie działa nowy system automatycznego wzorcowania diod Zenera za pomocą matrycy złącz Josephsona. W ciągu paru ostatnich lat zbudowano również przenośny wzorzec napięcia w postaci matrycy złącz Josephsona, co ułatwia wykonywanie bezpośrednich porównań i wzorcowań podstawowych wzorców napięcia tych NMI, które wzorcem pierwotnym jeszcze nie dysponują. Wzorzec przenośny już działa, ale wciąż jest jeszcze testowany, aby osiągnąć wystarczającą niezawodność na poziomie  $\sim 10^{-9}$  V.

Pracownicy Sekcji Elektryczności przywiązują dużą wagę do wypełniania swych codziennych zobowiązań, wykonując pomiary i wzorcowania w zakresie rezystancji, napięcia i pojemności elektrycznej dla NMI państw członkowskich. Pewnym utrudnieniem w wykonywaniu tej misji jest długotrwała nieobecność dwu stałych pracowników Sekcji oraz konieczność wymiany elektromagnesu wraz z układem chłodzącym (kriostatem) w kwantowym wzorcu rezystancji, opartym na kwantowym efekcie Halla, ponieważ w obecnym urządzeniu zaobserwowano przeciek chłodziwa. Pomimo tych utrudnień wykonano 35 wzorcowań i jedno studium analityczne, głównie dla kilkunastu mniejszych NMI, nie posiadających swych własnych pierwotnych wzorców rezystancji. Przeprowadzono również 9 porównań w dziedzinie napięcia, oporu i pojemności elektrycznej z wiodącymi NMI.

## 7.5 Sekcja Promieniowania Jonizującego

Zmierzone w ubiegłych paru latach wartości kermy w powietrzu dla wiązek promieniowania rentgenowskiego w zakresie niskich i średnich energii, jak również kerma w powietrzu dla wiązki promieniowania gamma emitowanego przez  $^{137}\text{Cs}$ , zostały już zatwierdzone przez CCRI (*Consultative Committee for Ionizing Radiation*, Komitet Doradczy ds. Promieniowania Jonizującego) i obecnie dane te są na etapie publikacji. W roku 2009 wszystkie działy Sekcji zajmujące się promieniowaniem rentgenowskim przeszły pomyślnie audyt wewnętrzny i zewnętrzny.

W ubiegłym roku skonstruowano wnękę grafitową, która jest już stosowana jako wzorzec pierwotny do pomiaru kermy w powietrzu, a także dwie wzorcowe wnęki grafitowe do pomiaru kermy w wodzie. Badania średniej energii wzbudzenia dla grafitu, które zostały już opublikowane w *Metrologii*, dają istotny wkład do rozwiązania kontrowersji na temat zdolności hamowania elektronów w graficie, która zależy np. od struktury krystalicznej grafitu; badania te wskazują na konieczność wprowadzenia poprawek przy interpretacji danych uzyskanych za pomocą wzorcowych wnęk grafitowych. Trwają prace studyjne nad wnęką z materiałów syntetycznych do badania kermy w powietrzu rozrzedzonym.

Nowo zbudowany, grafitowy kalorymetr do pomiaru dawki absorbowanej w wodzie poddawany był licznym testom, zarówno z zastosowaniem wiązki ze źródła  $^{60}\text{Co}$ , jak i przy użyciu wiązek z akceleratorów liniowych we Francji i w Kanadzie. Wstępna analiza wyników potwierdza prawidłowość działania tego urządzenia dla obu rodzajów źródeł i wskazuje na możliwość wykorzystania go do pomiarów i porównań wiązek akceleratorowych.

Prace nad wzorcem pierwotnym dla dozymetrii mammograficznej opóźniają się ze względu na zaobserwowaną rozbieżność rzędu  $2 \cdot 10^{-3}$  w stosunku do obecnie stosowanego wzorca, której przyczyna nie została jeszcze wyjaśniona. Problem ten opóźnia uruchomienie stanowiska do badań i porównań mammografów. Natomiast prace nad silnymi źródłami i wysokimi dawkami stosowanymi w brachyterapii przebiegają pomyślnie. BIPM pilotował, a częściowo brał również udział w porównaniach silnych źródeł, których wyniki są obecnie opracowywane.

W dziedzinie dozymetrii, w ubiegłym roku przeprowadzono 23 wzorcowania krajowych wzorców wtórnych. Kontynuowane jest badanie dozymetrów stosowanych przez Międzynarodową Agencję Energii Atomowej (*International Atomic Energy Agency, IAEA*) i Światową Organizację Zdrowia (*World Health Organization, WHO*). W dziedzinie dozymetrii przeprowadzono 9 porównań kluczowych i międzynarodowych oraz 3 inne porównania, z których raporty zostały już opublikowane. Rozpoczęto prace studialne nad konstrukcją komory powietrznej dla NIS (NMI Egiptu), która będzie stanowić wzorzec podstawowy w tym kraju.

W ubiegłym roku bardzo wzrosło zainteresowanie porównaniami aktywności radionuklidów w systemie SIR (*International Reference System*), co wiąże się ze stopniowym usuwaniem z bazy danych KCDB zapisów sprzed 1984 r. W pierwszym półroczu 2009 r. otrzymano do porównań 13 ampulek, w stosunku do 8 ampulek w całym 2008 r. Od 1 stycznia 2009 r. badania prowadzone są za pomocą nowego spektrometru gamma, a wszystkie elementy systemu SIR przeszły pomyślnie audyt wewnętrzny (pod koniec 2008 r.) i zewnętrzny (w czerwcu 2009 r.).

Porównanie aktywności radionuklidów krótkożyciowych wymaga zastosowania specjalnych procedur. W ubiegłym roku, we współpracy z NPL i NIST, zakończono próbną serię porównań aktywności izotopu technetu  $^{99}\text{Tc}^m$ , którego czas połowkowy wynosi 6,01 h. Porównania wykonano za pomocą przyrządu pośredniczącego (*SIR Transfer Instrument*), a pomyślne wyniki tych porównań pozwolą zapewnić spójność pomiarową odległych geograficznie NMI, biorących udział w porównaniach aktywności  $^{99}\text{Tc}^m$  i innych krótkożyciowych radionuklidów w systemie SIR.

Innym ważnym problemem, w którego rozwiązaniu uczestniczy Sekcja Promieniowania Jonizującego, jest rozszerzenie systemu SIR na radionuklidy będące czystymi emiterami beta. W tym celu prowadzone są prace nad ciekłymi detektorami scyntylicyjnymi, oprzyrządowaniem oraz procedurami i algorytmami wykorzystywanymi do badania koincydencji potrójno-podwójnych, a także koincydencji z rozpraszaniem Compton'a. W roku 2009 BIPM pilotował i uczestniczył w porównaniach gazowych emiterów beta (trytu  $^3\text{H}$  i kryptonu  $^{85}\text{Kr}$ ) oraz emitera beta w postaci stałej (lutetu  $^{177}\text{Lu}$ ), a rezultaty porównań są opracowywane celem opublikowania raportu i powiązania wyników z KCRV (*Key Comparison Reference Value*).

## 7.6 Sekcja Chemii

Ze względu na szybki rozwój metrologii chemicznej, możliwość planowania badań na wiele lat naprzód jest ograniczona, natomiast myślenie w skali jednego roku nie pozwala na planowanie perspektywiczne. Dlatego Sekcja Chemii pracuje w cyklach 4-letnich. Początek roku 2009 był to czas podsumowania wyników i oceny programu badawczego wykonanego w latach 2005 – 2008. Prace Sekcji koncentrowały się wówczas na badaniu wzorcowych materiałów odniesienia, ważnych z punktu widzenia biologicznego i medycznego (np. badanie czystości preparatów digoksyny i teofiliny), na dokładności pomiarów ozonu w atmosferze (zgodność wyników uzyskiwanych w różnych laboratoriach jest już na poziomie  $1 \cdot 10^{-3}$ ) oraz na badaniu równoważności wzorców stężenia tlenku azotu NO, zarówno z punktu widzenia metodyki przygotowania próbek, jak i pomiaru stężenia substancji głównej (tzn. NO) oraz zanieczyszczeń w postaci podtlenku azotu  $\text{N}_2\text{O}$  i dwutlenku azotu  $\text{NO}_2$ .

Badania planowane na lata 2009 – 2012 będą kontynuacją prac w tych dwu strategicznych kierunkach. W dziedzinie organicznych związków biologicznych czynnych podjęto zagadnienie porównania czystości preparatów 17- $\beta$ -estradiolu (hormon), tetracykliny (antybiotyk) i aldrinu (pestycyd). Wyniki uzyskane w porównaniach czystości tych trzech preparatów będą podstawą oceny zdolności pomiarowej laboratoriów i uzyskiwania przez nie wpisów CMC w dziedzinie czystych, organicznych, wzorcowych materiałów odniesienia. Z inicjatywy dwu grup roboczych (GR)

Komitetu Doradczego ds. Liczności Materii (*Consultative Committee for Amount of Substance, CCQM*), a mianowicie GR ds. Analizy Związków Organicznych (*WG on Organic Analysis, OAWG*) i GR ds. Bioanaliz (*WG on Bioanalysis, BAWG*), podjęto prace nad metodami charakteryzacji czystych związków wielkocząsteczkowych o złożonej strukturze. Jest to bardzo trudny problem, ponieważ np. w białkach, oprócz struktury pierwszorzędowej, czyli składu aminokwasowego, można wyróżnić strukturę drugorzędową (konformację  $\beta$  lub strukturę  $\alpha$ -helisy), strukturę trzeciorzędową białek globularnych (stabilizowaną wiązaniami dwusiarczkowymi i wodorowymi) oraz strukturę czwartorzędową w przypadku białek oligomerycznych (wielołańcuchowych), zaś własności tak złożonych molekuł zależą silnie nie tylko od ich składu aminokwasowego, ale także od ich struktury drugo- trzecio- i czwartorzędowej, które mogą ulegać zmianie w zależności od warunków fizykochemicznych. Jako układ modelowy związków o złożonej strukturze wybrano peptydy (czyli poliaminokwasy o tej samej naturze chemicznej co białka, ale o mniejszej masie cząsteczkowej) i rozpoczęto opracowanie metod badania i wzorcowania materiałów odniesienia w tej dziedzinie.

Drugi strategiczny kierunek badań obejmuje kompleks zagadnień związanych z monitorowaniem warstwy ozonowej oraz zawartości gazów cieplarnianych i zanieczyszczeń gazowych w atmosferze. Zbadano charakterystykę stabilności mocy jonowego lasera argonowego, który wykorzystywany jest do pomiaru stężenia ozonu ( $O_3$ ) na podstawie absorpcji wiązki laserowej oraz rozpoczęto nowy cykl porównań fotometrów wzorcowych do pomiaru stężenia ozonu (*Ozone Standard Reference Photometer, SRP*). Rozpoczęto walidację metod pomiaru tlenków azotu metodami spektroskopowymi oraz budowę nowego stanowiska pomiarowego do porównań wzorców stężenia metanu i gazowego formaldehydu.

Sekcja Chemii współpracuje z Komitetem Wspólnym ds. Spójności Pomiarowej w Medycynie Laboratoryjnej (*JCTLM*) utrzymując i aktualizując bazę danych *JCTLM Database*, w której zarejestrowanych jest obecnie ponad 200 certyfikowanych materiałów odniesienia, ponad 140 metod odniesienia i procedur pomiarowych oraz ponad 120 rodzajów pomiarów odniesienia oferowanych zainteresowanym podmiotom naukowym, przemysłowym, handlowym, rządowym oraz organizacjom pozarządowym i międzynarodowym, m.in. zajmującym się ochroną środowiska.

Zróznicowanie pomiarów chemicznych w nauce i gospodarce jest tak duże, a zmiany tak szybkie, że kierownictwo i personel Sekcji Chemii widzi potrzebę współpracy z innymi podmiotami w zakresie opracowania strategii rozwoju metrologii chemicznej. W tym celu poproszono krajowe instytuty metrologiczne (NMI), inne instytuty naukowe, stowarzyszenia zawodowe, organizacje społeczne, korporacje przemysłowe, instytucje rządowe oraz organizacje międzynarodowe o opinię na temat przyszłych potrzeb w dziedzinie metrologii chemicznej, zwłaszcza w zakresie metrologii biomedycznej i biotechnologii, zarówno w aspekcie naukowym, komercyjnym, jak i legislacyjnym. Wyniki kwerendy zostaną ujęte w postaci raportu przedstawiającego strategiczne kierunki rozwoju metrologii chemicznej i przewidywane potrzeby w zakresie infrastruktury pomiarowej w wieloletniej perspektywie czasowej.

Powyższe opracowanie powstało na podstawie raportu prof. Andrew Wallarda, Dyrektora Międzynarodowego Biura Miar, zatytułowanego *News from the BIPM – 2009*, opublikowanego w czasopiśmie *Metrologia* 47 (2010) 103-111.

*Dr Wojciech Chyla*  
Główny Urząd Miar



# Teoria prawdopodobieństwa warunkowego w metrologii

Współczesna metrologia w dziedzinie opracowania wyniku pomiaru i teorii wielkości mierzonej sięga do korzeni zagadnień związanych z podstawami probabilistyki. Nawiązuje do historycznych rozwiązań wywodzących się z koncepcji prawdopodobieństwa warunkowego sformułowanego przez brytyjskiego matematyka i duchownego prezbiteriańskiego Thomasa Bayesa (1702 – 1761). Teoria prawdopodobieństwa warunkowego bowiem pozwala na łączenie informacji o wielkości mierzonej pochodzącej spoza pomiaru z danymi pomiarowymi. Wiedza o wielkości mierzonej nigdy nie jest kompletna, ale można ją jedynie przybliżyć łącząc ze sobą informacje różnej natury. Informacje te przedstawiane są w postaci funkcji gęstości prawdopodobieństwa. Funkcja ta tworzona jest na podstawie dostępnej informacji (*state of knowledge*) o wielkości mierzonej, która nigdy nie jest pełna i kompletna. Dostępna wiedza o niej jedynie charakteryzuje stopień wiary (*degree of belief*), że wielkość można wyrazić poprzez rozkład możliwych dla niej wartości. Przyjmuje się, że zbiór tych wartości opisuje wielkość mierzoną, wyrażaną poprzez jego parametry probabilistyczne w postaci wartości oczekiwanej, odchylenia standardowego i przedziału rozszerzenia. Wartość oczekiwana jest miarą estymaty wielkości, a odchylenie standardowe miarą niepewności standardowej.

Przyjmuje się, że wiedzę o wielkości mierzonej można czerpać bezpośrednio z pomiaru, na podstawie danych pomiarowych oraz spoza pomiaru, na podstawie informacji o procesie pomiarowym. Na podstawie analizy powyższej wiedzy powstają dwa zbiory informacji. Zbiór określony na podstawie wiedzy o samym pomiarze stanowi informację pierwotną (*prior information*) o wielkości mierzonej. Probabilistyczne parametry tego zbioru wyznaczone są na ogół przed wykonaniem pomiaru. W trakcie pomiaru natomiast pozyskiwane są dane, które służą do określenia drugiego zbioru, którego parametry określane są metodą statystyczną. Dane te aktualizują zbiór pierwotny tworząc nowy zbiór wynikowy (*posterior information*). Zbiór ten także charakteryzowany jest parametrami probabilistycznymi.

Wyznaczenie zbioru wynikowego opiera się na twierdzeniu Bayesa, które mówi, że prawdopodobieństwo tego zbioru jest iloczynem prawdopodobieństw zbioru pierwotnego i zbioru danych. Zasadę powyższą można zapisać w ogólnej postaci

$$p(Y|AB) = C \cdot p(Y|A) \cdot p(Y|B)$$

gdzie  $Y$  oznacza wielkość mierzoną,  $A$  oznacza zbiór danych pomiarowych,  $B$  oznacza zbiór informacji o wielkości mierzonej, wynikającą z wiedzy o procesie pomiarowym, a  $C$  jest stałą proporcjonalności. Celem działania metrologicznego jest wyznaczenie zbioru  $Y|AB$ . Zapis powyższy oznacza, że informacja o wielkości mierzonej  $Y$  jest warunkowana danymi pomiarowymi  $A$  i wiedzą wcześniejszą o pomiarze  $B$ . Równanie powyższe można zapisać w postaci funkcji gęstości prawdopodobieństwa dla wielkości mierzonej

$$g(\eta|\mu, \sigma) = K \cdot g(\eta) \cdot l(\eta; \mu, \sigma)$$

gdzie  $K$  oznacza stałą proporcjonalności,  $g(\eta)$  funkcję gęstości prawdopodobieństwa danych pomiarowych,  $l(\eta; \mu, \sigma)$  funkcję wiarygodności dotyczącą wiedzy o pomiarze na podstawie wcześniejszej analizy procesu pomiarowego. Funkcja ta ma określone parametry wynikające z posiadanej wiedzy. Na jej podstawie przyjmuje się wartość oczekiwaną  $\mu$  i odchylenie standardowe  $\sigma$ . Zakłada się również dla tej funkcji rozkład normalny w postaci

$$l(\eta; \mu, \sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} \exp\left(-\frac{(\eta - \mu)^2}{2\sigma^2}\right)$$

Dla danych pomiarowych oba parametry estymuje się odpowiednimi statystykami na podstawie serii obserwacji. Estymatą wartości oczekiwanej jest wartość średnia, a estymatą odchylenia standardowego statystyka bayesianska postaci

$$s(\bar{y})_{\text{Bayes}} = \sqrt{\frac{n-1}{n-3}} s(\bar{y})$$

gdzie  $s(\bar{y})$  to odchylenie standardowe eksperymentalne średniej,  $n$  to liczba obserwacji. Należy pamiętać, że zależność powyższa ma sens matematyczny, gdy  $n > 3$ . Zastosowanie powyższej statystyki w miejsce odchylenia standardowego eksperymentalnego średniej spowodowane jest przyjęciem założenia o normalności rozkładu dla danych pomiarowych. Jak wiadomo z podstaw statystyki matematycznej, zgodnie z wnioskowaniem Williama Gosseta (1876 – 1937), rozkładem dla średniej z ograniczonej liczebnie serii obserwacji jest rozkład zmiennej  $t$  zwany rozkładem Studenta (ściśle jest to rozkład ilorazu różnicy tej średniej i wartości oczekiwanej populacji danych, o rozkładzie normalnym, w odniesieniu do odchylenia standardowego eksperymentalnego średniej). Należy dodać, że mnożnik we wzorze powyżej jest równy odchyleniu standardowemu tego rozkładu o liczbie stopni swobody  $\nu = n - 1$ .

Przyjęcie założenia o normalności rozkładu ma również dodatkowy aspekt, a mianowicie ten że parametry rozkładu dla wielkości mierzonej są stałymi, a nie zmiennymi losowymi jak w podejściu statystycznym (gdy wielkość mierzoną ocenia się tylko na podstawie serii obserwacji). Funkcję gęstości rozkładu związanego z danymi pomiarowymi można zapisać w postaci

$$g(\eta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} s(\bar{y})_{\text{Bayes}}} \exp\left(-\frac{(\eta - \bar{y})^2}{2s(\bar{y})_{\text{Bayes}}^2}\right)$$

Aby wyznaczyć parametry rozkładu wynikowego dla wielkości mierzonej, powstałego w oparciu o twierdzenie Bayesa, przyjmijmy dla wygody następujące oznaczenia:  $y_1 = \mu$ ;  $u_1 = \sigma$  oraz  $y_2 = \bar{y}$ ;  $u_2 = s(\bar{y})_{\text{Bayes}}$ . Uzyskujemy proporcjonalność

$$g(\eta|y_1, u_1) \propto \exp\left[-\frac{(\eta - y_1)^2}{2u_1^2} - \frac{(\eta - y_2)^2}{2u_2^2}\right] \propto \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{1}{u_1^2} + \frac{1}{u_2^2}\right)\eta^2 + \left(\frac{y_1}{u_1^2} + \frac{y_2}{u_2^2}\right)\eta\right]$$

Ponieważ wzajemne przemnażanie funkcji Gaussa daje w wyniku również funkcję Gaussa to istnieje taka jej postać, że

$$g(\eta|y_1, u_1) \propto \exp\left[-\frac{(\eta - y)^2}{2u^2}\right] \propto \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{1}{u^2}\right)\eta^2 + \left(\frac{y}{u^2}\right)\eta\right]$$

Prowadzi to do wniosku, iż parametry funkcji wynikowej (*posterior function*) opisującej wielkość mierzoną powiązane są zależnościami

$$\frac{y}{u^2} = \frac{y_1}{u_1^2} + \frac{y_2}{u_2^2} \quad \text{oraz} \quad \frac{1}{u^2} = \frac{1}{u_1^2} + \frac{1}{u_2^2}$$

gdzie  $y$  jest estymatą wielkości mierzonej a  $u$  niepewnością standardową. Można te parametry zapisać w postaci

$$y = y_1 \left( \frac{u_2^2}{u_1^2 + u_2^2} \right) + y_2 \left( \frac{u_1^2}{u_1^2 + u_2^2} \right) \quad \text{oraz} \quad u^2 = \frac{u_1^2 u_2^2}{u_1^2 + u_2^2}$$

W pomiarach nazywanych porównaniami ta sama wielkość mierzona wyznaczana jest przez wielu uczestników porównań. Każdy z nich może otrzymać inną wartość estymaty wielkości i związanej z nią niepewności standardowej. Parametry te można traktować jako warunkujące nieznaną rozkład prawdopodobieństwa związanej z wielkością mierzoną

$$g(\eta|y_1, u_1, \dots, y_N, u_N) = \prod_{i=1}^N \frac{1}{\sqrt{2\pi} u_i} \exp\left(-\frac{(\eta - y_i)^2}{2u_i^2}\right)$$

Powyższe równanie ma jedynie sens, gdy każdej estymacie wielkości można przypisać rozkład normalny. Znajdując proporcjonalność

$$g(\eta|y_1, u_1, \dots, y_N, u_N) \propto \exp\left[-\frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \frac{(\eta - y_i)^2}{u_i^2}\right] \propto \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\sum_{i=1}^N \frac{1}{u_i^2}\right) \eta^2 + \left(\sum_{i=1}^N \frac{y_i}{u_i^2}\right) \eta\right]$$

oraz wiedząc, że istnieje taka funkcja Gaussa dla której

$$g(\eta|y_1, u_1, \dots, y_N, u_N) \propto \exp\left[-\frac{(\eta - y)^2}{2u^2}\right] \propto \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\frac{1}{u^2}\right) \eta^2 + \left(\frac{y}{u^2}\right) \eta\right]$$

możemy otrzymać

$$\frac{y}{u^2} = \sum_{i=1}^N \frac{y_i}{u_i^2} \quad \text{oraz} \quad \frac{1}{u^2} = \sum_{i=1}^N \frac{1}{u_i^2}$$

Na tej podstawie określa się parametry wartości odniesienia dla wyników porównań międzylaboratoryjnych

$$y = u^2 \sum_{i=1}^N \frac{y_i}{u_i^2} \quad \text{oraz} \quad u^2 = \left( \sum_{i=1}^N \frac{1}{u_i^2} \right)^{-1}$$

gdzie  $y_i$  to estymata wielkości mierzonej otrzymana w  $i$ -tym laboratorium pomiarowym, a  $u_i$  to niepewność standardowa związana z tą estymatą. Zależności powyższe stosuje się

w praktyce przy ocenie wyników pomiarów porównawczych, gdy wielkość mierzona w postaci np. wzorca bada się w różnych laboratoriach pragnąc uzyskać wynik wartości odniesienia. Wykorzystuje się je przy ocenie wartości odniesienia w porównaniach kluczowych do oceny realizacji wartości jednostki miary SI, poprzez wyznaczenie wartości odniesienia porównań kluczowych. Przyjmuje się ją jako najbliższą realizację jednostki miary SI.

Teoria prawdopodobieństwa warunkowego przedstawiona powyżej dobrze sprawdza się przy opracowaniu wyników porównań międzylaboratoryjnych. Podstawowym, stawianym tu problemem jest pytanie, jaka jest wartość i niepewność wielkości mierzonej, gdy wyniki pomiaru uzyskiwane są w różnych laboratoriach pomiarowych, z których każde wyznacza jej inną wartość wraz z niepewnością. Uzyskiwane wartości wielkości mierzonej są w rozsądny sposób uśredniane wagowo, a rolę tych wag pełnią niepewności pomiaru.

*Paweł Fotowicz*

## IX Sympozjum *Niepewność Pomiarów*

W dniach 15 – 19 lutego w Świnoujściu odbyło się IX Sympozjum *Niepewność Pomiarów*, zorganizowane przez Zakład Metrologii Katedry Sterowania i Pomiarów Wydziału Elektrycznego Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie.

Podczas otwarcia Sympozjum uczestników powitał prodziekan Wydziału Elektrycznego ZUT, prof. **Ryszard Pałka**, a wiceprezes Głównego Urzędu Miar, pan **Włodzimierz Popiołek**, odczytał list od pani prezes GUM, Janiny M. Popowskiej. Pani Prezes, która objęła Sympozjum swoim patronatem, podkreśliła w liście, że ceni rolę Sympozjum jako forum wymiany poglądów między pracownikami nauki a przedstawicielami administracji miar i życzyła uczestnikom Sympozjum owocnych obrad. Pan wiceprezes W. Popiołek przedstawił też referat nt. kierunków prac, mających na celu doskonalenie administracji miar w Polsce.

W Sympozjum wzięło udział 41 osób, w tym 12 pracowników administracji miar. Obrady przeprowadzono w sześciu sesjach pod przewodnictwem profesorów wyższych uczelni oraz pracowników GUM.

Idea wymiany doświadczeń znalazła pełne odbicie w przebiegu Sympozjum i, co istotne, okazało się, że rozróżnienie między pracownikami administracji miar a pracownikami nauki ma tylko formalny charakter. Przedstawiciele obu grup zaprezentowali zarówno referaty szczegółowe, dotyczące pomiarów konkretnych wielkości [1, 6, 8, 10, 14] lub wzorcowania konkretnej aparatury [2, 4, 9], jak i referaty o ogólniejszym charakterze, w szczególności dotyczące ogólnej problematyki niepewności pomiaru [3, 11, 15] – w tym referat [11], zwracający uwagę na problem oceny niepewności w przypadku stosowania miary logarytmicznej i referat [15] uwypuklający znaczenie problematyki niepewności w procesach produkcyjnych. Ponadto wygłoszono referaty omawiające technikę obliczeń niepewności lub przedziału rozszerzenia [5, 12, 13] – w tym technikę opartą o symulację Monte Carlo [5, 12], referaty dotyczące estymacji wartości mezurandu i rozkładu prawdopodobieństwa błędu pomiaru [7, 17, 18, 20], wreszcie referat podejmujący zagadnienie opisu niedokładności pomiaru za pomocą teorii reprezentacji w zbiorach rozmytych [16].

Przyjęte szeroko zasady oceny niedokładności pomiaru ukształtowały się przede wszystkim w środowiskach fizyków, elektryków, elektroników i mechaników, natomiast nie znajdują pełnego zastosowania w analizie chemicznej. Na ten istotny problem zwrócił uwagę referat [19].

Podczas trwania Sympozjum odbyła się też sesja poświęcona dyskusji nad formułą Sympozjum *Niepewność Pomiarów* na następne lata, a w szczególności jego roli jako forum kontaktów środowiska metrologów uczelnianych z pracownikami administracji miar. Liczni dyskutanci z obu stron opowiedzieli się za kontynuacją Sympozjum w dotychczasowej formie.

Nawiązując do referatu, wygłoszonego przez wiceprezesa GUM, pana Włodzimierza Popiołka podczas sesji otwarcia IX Sympozjum, środowisko metrologów uczelnianych wyraziło też żywe zainteresowanie problematyką doskonalenia administracji miar w Polsce.

*Prof. Stefan Kubisa*

## Wykaz ogłoszonych referatów

- [1] Błotnicki W.: *Pomiary strumienia objętości metodami znacznikowymi.*
- [2] Czerski Ł.: *Wzorcowanie komparatora częstotliwości wzorcowych – procedura i szacowanie niepewności pomiaru.*
- [3] Czubla A.: *Problem interpretacji udziału rozdzielczości w niepewności wyniku pomiaru.*
- [4] Falińska K.: *Szacowanie niepewności pomiaru podczas wzorcowania mierników pola magnetycznego.*
- [5] Fotowicz P.: *Obliczanie niepewności pomiaru zgodne z procedurą dokumentu JCGM 101:2008.*
- [6] Fotowicz P.: *Zastosowanie analitycznej metody obliczania przedziału rozszerzenia do oceny niepewności pomiaru małych średnic laserowym przyrządem skanującym.*
- [7] Galovska M., Warszawa Z. L.: *The ways of effective estimation of measurand.*
- [8] Janas R.: *Szacowanie niepewności przy pomiarach momentu obrotowego silników elektrycznych za pomocą hamulca hydraulicznego.*
- [9] Juroszek B.: *Warunki kalibracji spirometru.*
- [10] Kaźmierczak A.: *Wpływ niepewności współczynnika liniowości zakresu dawkomierza na niepewność wyznaczenia jednostki kermy i mocy kermy w powietrzu.*
- [11] Kirpluk M.: *Niepewność w pomiarach poziomu dźwięku.*
- [12] Kubisa S.: *Porządek procedur w pomiarze laboratoryjnym. Metoda Monte Carlo.*
- [13] Lisowski M.: *Metody przybliżone szacowania niepewności pomiarów pośrednich.*
- [14] Moskowicz S.: *Ocena dokładności bezstykowych pomiarów prądu.*
- [15] Tabisz R. A.: *Wpływ błędów i niepewności na ocenę jakości procesów wytwarzania.*
- [16] Urbański M.: *Algebraiczny opis pomiarów z błędem systematycznym i niesystematycznym (czyli teoria reprezentacji w strukturach rozmytych).*
- [17] Warszawa Z. L., Galovska M.: *Estymatory wartości mezurandu dla trapezowych rozkładów prawdopodobieństwa danych pomiarowych.*
- [18] Warszawa Z. L., Korczyński J.: *Podniesiona cosinusoida jako rozkład gęstości prawdopodobieństwa zastępujący funkcję Gaussa.*
- [19] Zakrzewski J. M.: *Analiza dokładności w pomiarach analitycznych.*
- [20] Zięba A.: *Efektywna liczba obserwacji i estymatory odchylenia standardowego dla danych skorelowanych (referat przeglądowy).*

# Streszczenia referatów pracowników GUM na IX Sympozjum *Niepewność Pomiarów* 15 – 19 luty 2010 r.

## Obliczanie niepewności pomiaru zgodne z procedurą dokumentu JCGM 101:2008

Dokument JCGM 101:2008 pt. *Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the Guide to the expression of uncertainty in measurement – Propagation of distributions using a Monte Carlo method* wyznacza nowy standard w dziedzinie obliczania niepewności pomiaru. Promuje metodę propagacji rozkładów realizowaną przy zastosowaniu symulacji Monte Carlo. Przedstawia praktyczny algorytm postępowania przy obliczaniu niepewności, przeznaczony do wykonywania metodą numeryczną. Algorytm pozwala na wiarygodne jej wyznaczanie z dopuszczalną liczbą dwóch cyfr znaczących, zgodnie z przyjętą definicją przedziału rozszerzenia w oparciu o zasadę propagacji rozkładów. Nie wymaga przy tym stosowania specjalnego oprogramowania do realizacji obliczeń metodą Monte Carlo. Można go stosować przy wykorzystaniu powszechnie dostępnego narzędzia obliczeniowego jakim jest arkusz kalkulacyjny, dostępny dla każdego użytkownika komputera osobistego. Umożliwia to skuteczną walidację obliczeń niepewności pomiaru realizowaną klasyczną metodą z wykorzystaniem prawa propagacji niepewności, dając poczucie pewności laboratorium pomiarowemu, że obliczenia te zostały wykonane poprawie i zgodnie z międzynarodowymi zaleceniami.

Referat przedstawia metodykę obliczania niepewności pomiaru przy budżetowaniu wielkości mierzonej. Omawia sposób generowania rozkładów prawdopodobieństwa w arkuszu kalkulacyjnym wykorzystywanych do opisu wielkości wejściowych, takich jak rozkład Studenta, normalny, trójkątny czy prostokątny. Rozkłady te standardowo używane są przy opracowaniu wyniku pomiaru związanego z wzorcowaniem przyrządów pomiarowych.

*Paweł Fotowicz*

## Zastosowanie analitycznej metody obliczania przedziału rozszerzenia do oceny niepewności pomiaru małych średnic laserowym przyrządem skanującym

Referat przedstawia analityczną metodę obliczania niepewności pomiaru i jej aplikację przy opracowaniu wyników pomiaru małych średnic zewnętrznych laserowym przyrządem skanującym. Metoda umożliwia wyznaczanie niepewności zgodnie z przyjętą nową definicją przedziału rozszerzenia dla wielkości mierzonej, rozumianą w sensie probabilistycznym, nie odwołując się przy tym do skomplikowanych technik numerycznych wymagających specjalistycznego oprogramowania. Przedstawiono ocenę dokładności metody i porównano ją z techniką obliczeniową zalecaną przez dokumenty normatywne. Metoda jest o rząd wielkości dokładniejsza od dotychczas stosowanej techniki obliczeniowej, zapewnia-

jąc wiarygodność wyrażania niepewności z zalecaną liczbą cyfr znaczących. Zastosowano ją do analizy wyniku pomiaru uzyskanego przy użyciu laserowego przyrządu skanującego. Przyrządy te należą do kategorii bezstykowych urządzeń pomiarowych wykorzystujących zogniskowaną wiązkę laserową. Na ogół stosuje się je do pomiaru elementów maszynowych, takich jak wałki, druty, włókna czy taśmy. Zasada działania przyrządów polega na pomiarze czasu przesłonięcia wiązki laserowej przemiatanej wzdłuż mierzonego wymiaru. Mierzony obiekt nie ma ustalonej pozycji i może przemieszczać się w trakcie pomiaru w określonym obszarze pomiarowym. Powoduje to powstawanie błędu systematycznego pomiaru. W pracy błąd ten traktowany jest probabilistycznie jako część przedziału rozszerzenia. Jego wartość graniczna została wyznaczona na podstawie analizy matematycznej przeprowadzonej w oparciu o poznane zjawiska związane z pomiarem, wykorzystując rozwiązania stosowane w dziedzinie optyki laserów. Porównano obliczone wartości graniczne z wartościami błędu systematycznego, otrzymanymi na podstawie danych eksperymentalnych. Odpowiednie wartości doświadczalne mieszczą się w wyznaczonych przedziałach ufności, co świadczy o poprawnym modelowaniu tego błędu. Przy obliczeniach zastosowano procedurę dotychczas wykorzystywaną jedynie dla opracowania wyników pomiaru przy wzorcowaniu. Procedura ta została adoptowana do potrzeb dowolnego pomiaru bezpośredniego. Jest czytelnym sposobem opracowania wyniku pomiaru, a przedstawiona w pracy probabilistyczna metodyka postępowania jest obecnie podstawą oceny niedokładności pomiaru, stosowaną coraz powszechniej we współczesnej metrologii.

*Paweł Fotowicz*

## **Wzorcowanie komparatora częstotliwości wzorcowych – procedura i szacowanie niepewności pomiaru**

Przedmiotem niniejszego referatu jest przedstawienie propozycji procedury wzorcowania komparatora częstotliwości wzorcowych A7-MX, obejmującej również szacowanie niepewności wyniku pomiaru. Ogólnodostępna dokumentacja techniczna tego urządzenia nie dostarcza wystarczających informacji pozwalających na optymalne precyzyjne oszacowanie niepewności realizowanego za jego pomocą wyniku pomiaru. Stąd potrzeba przeprowadzenia dodatkowych badań w celu ustalenia dokładnych charakterystyk i możliwości przyrządu niezbędnych przy tworzeniu skutecznej i dokładnej procedury wzorcowania.

W pierwszej kolejności omawiany jest sam przyrząd. Przedstawiona jest specyfikacja pomiarowa producenta, w szczególności rozdzielczość i stabilność krótkoterminowa dla różnych czasów uśredniania pomiarów oraz metoda zwielokrotniania względnej różnicy częstotliwości wykorzystana w komparatorze. Metoda ta polega na zwiększaniu względnej różnicy między badanym sygnałem a sygnałem odniesienia poprzez kilkukrotne odpowiednie mieszanie i mnożenie częstotliwości.

Omówione są i porównane wyniki przykładowych pomiarów wykonanych dla różnych układów pomiarowych. Wyniki pomiaru zerowej różnicy częstotliwości wykonane za pomocą mostka lub trójkąta z jednego źródła sygnału oraz pomiary z wykorzystaniem wzorcowych źródeł sygnału odstrojonego – generatora z syntezą cyfrową częstotliwości i precyzyjnego przesuwnika fazy sygnału sinusoidalnego.



W dalszej części rozważone jest wykorzystanie, jako metody kontrolnej dla pomiarów wykonywanych za pomocą A7-MX, metody pomiaru czasu fazowego z wykorzystaniem precyzyjnego częstotliwościomierza-czasomierza cyfrowego. W metodzie tej mierzone są różnice czasów między sygnałami sekundowymi podawanymi na wejścia przyrządu. Przedstawione zostaną wyniki pomiarów wykonanych współbieżnie za pomocą komparatora i metodą pomiaru czasu fazowego dla wspomnianych wyżej źródeł sygnału odstrojonego oraz dla kilku par zegarów atomowych. Rozważona zostanie celowość i forma stosowania metody kontrolnej w procedurze wzorcowania komparatora.

Na podstawie omówionych przykładów przedstawiona jest koncepcja procedury wzorcowania i szacowania niepewności dla omawianego przyrządu.

*Albin Czubla, Łukasz Czerski*

### Problem interpretacji udziału rozdzielczości w niepewności wyniku pomiaru

W referacie przedstawiona została próba ponownego spojrzenia na problematykę udziału rozdzielczości przyrządu pomiarowego w niepewności wyniku pomiaru, zwłaszcza w kontekście interpretacji pojęcia błędu wskazania oraz powiązania z procesem wzorcowania, bądź procesem pomiaru uwzględniającym wyniki wykonanego uprzednio wzorcowania tego przyrządu.

Pierwszy rozważany problem stanowi, przy poprawnym intuicyjnie rozumieniu pojęcia błąd wskazania i jak najbardziej właściwym uwzględnianiu udziału rozdzielczości w niepewności wyniku pomiaru, kwestia lokalnej stałości wartości błędu wskazania, a w konsekwencji odpowiedź na pytanie, co właściwie kryje się pod pojęciem wskazania przyrządu czy można je jednoznacznie zdefiniować.

Kolejnym rozważanym problemem jest zasadność i konsekwencje wielokrotnego uwzględniania rozdzielczości w niepewności wyniku pomiaru ze względu na wykorzystywanie przy wyliczaniu wartości i niepewności bieżącego wyniku pomiaru wyników wcześniejszego wzorcowania.

Następnym podejmowanym problemem jest kwestia tak skonstruowanego procesu wyznaczania błędu wskazania podczas wzorcowania, że właściwie można pominąć w niepewności wyniku pomiaru udział rozdzielczości przyrządu pomiarowego, ale jak też uniknąć nieporozumienia i ryzyka wprowadzenia użytkownika w błąd.

Na koniec przedstawione zostały powtórnie niektóre aspekty związane z arbitralnością przyjmowania wartości rozdzielczości przy szacowaniu niepewności wyniku pomiaru w sytuacjach, gdzie wynik pomiaru nie zmienia się wcale w szerokim zakresie wartości wielkości mierzonej, bądź nieregularnie zmienia się w obrębie dwu sąsiadujących wartości albo zmienia się stosunkowo szybko w obrębie kilku sąsiadujących wartości, oraz zaproponowano rozwiązania.

*Albin Czubla, Jan Stępniewski*

## Szacowanie niepewności pomiaru podczas wzorcowania mierników pola magnetycznego

Wartość liczbowa uzyskana w rezultacie wykonanego pomiaru nie jest wyznaczana dokładnie. Z pomiarem związana jest jego niepewność. Określenie niepewności pomiaru odgrywa istotną rolę przy efektywnym wykorzystaniu uzyskanego wyniku pomiaru.

W referacie omówiono stanowisko do wzorcowania mierników pola magnetycznego. Przedstawiono znajdujące się w GUM wzorce jednostki indukcji pola magnetycznego (cewki Helmholtza). Zaprezentowano budżet niepewności i omówiono poszczególne jego składowe. Przedstawiono również wpływ zewnętrznych pól magnetycznych na wyniki pomiarów.

*Katarzyna Falińska*

## Wpływ niepewności współczynnika liniowości zakresu dawkomierza na niepewność wyznaczenia jednostki kermy i mocy kermy w powietrzu

W pracy przedstawiono wpływ niepewności współczynnika liniowości dawkomierza  $k_z$  na niepewność pomiaru dla wybranych dawkomierzy, bazując na wynikach uzyskanych w czasie ich wzorcowania w Laboratorium Promieniowania Jonizującego i Wzorców Barwy Głównego Urzędu Miar. Zbadano możliwość pominięcia współczynnika  $k_z$  oraz wpływ niepewności jego wyznaczenia na budżet niepewności pomiaru.

W świetle uzyskanych wyników, można sformułować tezę, że w przypadku badanych dawkomierzy, niemożliwe jest pominięcie współczynnika poprawkowego liniowości w równaniu pomiaru (przyjęcie  $k_z = 1$ ) i konieczne jest uwzględnienie niepewności wyznaczenia tego współczynnika w budżecie niepewności.

*Andrzej Kaźmierczak, Adrian B. Knyziak*

## Udział Głównego Urzędu Miar w targach EuroLab 2010

W dniach 3 – 5 marca 2010 r. w Centrum MT Polska w Warszawie odbyły się XII Międzynarodowe Targi Analityki i Technik Pomiarowych EuroLab, które tradycyjnie objęły trzy główne sektory: analitykę chemiczną, Life Science oraz metrologię. W tym roku stu pięćdziesięciu pięciu wystawców, prezentowało profesjonalny sprzęt laboratoryjny najlepszych światowych marek, odczynniki chemiczne, aparaturę pomiarową oraz bogaty wybór akcesoriów laboratoryjnych. W trakcie targów odbyło się wiele interesujących wykładów, między innymi seminarium Polskiego Centrum Akredytacji „Nadzorowanie wyposażenia pomiarowego i informatycznego oraz badania biegłości jako elementy doskonalenia kompetencji laboratoriów”, czy konferencja „Wykorzystywanie metod analitycznych, pomiarowych i porównawczych w kryminalistyce” zorganizowana przez Centralne Laboratorium Kryminalistyczne KGP we współpracy z Instytutem Ekspertyz Sądowych im. dra Jana Sehna w Krakowie.

W oficjalnym otwarciu targów uczestniczyli ze strony GUM pani **Janina Maria Popowska** prezes GUM i pan wiceprezes **Włodzimierz Popiołek** oraz przedstawiciele świata nauki i biznesu. Głos zabrali: prof. dr hab. **Zbigniew Marciniak** – podsekretarz stanu w Ministerstwie Nauki i Szkolnictwa Wyższego, prof. dr hab. **Michał Kleiber**, prezes Polskiej Akademii Nauk, prof. dr hab. **Paweł Kulesza**, dziekan Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego oraz prof. dr hab. inż. **Jacek Namieśnik**, przewodniczący Komitetu Chemii Analitycznej PAN, dziekan Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej.



Pierwszego dnia Targów odbyła się debata dotycząca sposobów finansowania nauki, pozyskiwania funduszy kapitałowych i polityki państwa związanej z innowacyjną gospodarką z udziałem Zbigniewa Marciniaka – podsekretarza stanu w Ministerstwie Nauki i Szkolnictwa Wyższego, w której uczestniczyli przedstawiciele nauk chemicznych z uczelni wyższych i instytucji naukowych w Polsce.

Główny Urząd Miar zaprezentował wystawę pod tytułem „Metrologia Wspiera Świat”. Na wystawie przedstawiono cykl plakatów, ilustrujących wzorce jednostek miar utrzymywane



w Głównym Urzędzie Miar i metody przekazywania wartości jednostek miar na inne wzorce. W czasie trwania Targów w stoisku GUM pełnili dyżury eksperci w zakresie pomiarów: masy, gęstości, analizatorów wydechu, pomiarów czasu i częstotliwości, pomiarów temperatury, pomiarów długości oraz pomiarów spektrofotometrycznych, a także metrologii prawnej.

*Dobrosława Sochocka*

## Wystawa „Metrologia Wspiera Świat”



---

Wydawca: Główny Urząd Miar

Prezes  
**JANINA MARIA POPOWSKA**  
tel. 581 95 45, fax 620 84 11,  
e-mail: prjp@gum.gov.pl

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy  
metrologii naukowej

**WŁODZIMIERZ POPIOŁEK**  
tel. 581 95 49, fax 620 84 11, e-mail: vprwp@gum.gov.pl

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy  
metrologii prawnej

**DOROTA HABICH**  
tel. 581 93 26, fax 624 25 73,  
e-mail: vprdh@gum.gov.pl

Dyrektor Generalny Urzędu  
**ELŻBIETA SOIKA**

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

Redakcja: Stanowisko ds. Koordynacji Współpracy Naukowej  
**Dobrosława Sochocka** tel. (22) 581 92 93, e-mail: d.suchocka@gum.gov.pl  
**Paweł Fotowicz** tel. (22) 581 94 37, e-mail: uncert@gum.gov.pl