

ISSN 2080-5632



METROLOGIA

Biuletyn Głównego Urzędu Miar

Nr 3(18)

październik 2010





Bieżący zeszyt Biuletynu w całości poświęcamy V Kongresowi Metrologii, który odbył się w dniach od 6 do 8 września 2010 roku w Łodzi. W Kongresie uczestniczyła liczna grupa pracowników administracji miar, prezentując swój dorobek. Na łamach biuletynu zamieszczamy obszerne streszczenia referatów przedstawionych przez pracowników Głównego Urzędu Miar.

Życzymy owocnej lektury

Redakcja

W bieżącym numerze:

<i>List do Uczestników Kongresu Metrologii</i> – J. M. Popowska	5
<i>Kongres Metrologii – Łódź, 2010</i> – Z. Kuśmierk.....	7
<i>Ocena dokładności obliczania niepewności pomiaru metodą Monte Carlo zgodnie z zalecanym algorytmem postępowania</i> – P. Fotowicz.....	9
<i>Alternatywne metodyki obliczania niepewności pomiaru</i> – P. Fotowicz.....	13
<i>Znaczenie wzorców jednostek miar w rozwoju gospodarki</i> – D. Sochocka	17
<i>Porównania międzylaboratoryjne wzorców wielkości elektrycznych</i> – E. Dudek, J. Jursza, M. Mosiądz, L. Snopek.....	21
<i>Problemy w pomiarach wysokich rezystancji</i> – E. Dudek, M. Mosiądz, M. Orzepowski, L. Snopek.....	25
<i>Odtwarzanie jednostki miary indukcyjności z wykorzystaniem komparatora RLC, przy częstotliwości 1 kHz</i> – J. Jursza, M. Koszarny, A. Ziółek.....	29
<i>Porównanie transferu czasu metodą GPS CV i metodą dwukierunkową z zasto- sowaniem włókien światłowodowych</i> – A. Czubła, R. Osmyk, P. Szterk.....	33
<i>Zmodernizowane stanowisko Państwowego Wzorca Jednostki Kąta Płaskiego</i> – J. Przybylska	37
<i>Gazowe materiały odniesienia wykonywane metodami dynamicznymi – zakres i metodyka wytwarzania, budżet niepewności</i> – D. Cieciora, G. Ochman, M. Kowalczyk, P. Kolasiński.....	41
<i>Modernizacja państwowego wzorca jednostki długości poprzez zastosowanie syntezera częstotliwości</i> – D. Czulek, R. Szumski	44
<i>Odtwarzanie i przekazywanie jednostki kermy w powietrzu dla promieniowania rentgenowskiego</i> – A. B. Knyziak, E. Kaczorowska	48
<i>Odtwarzanie i przekazywanie jednostki mocy kermy w powietrzu dla promienio- wania gamma</i> – A. B. Knyziak, M. Derlaciński.....	50
<i>Bilateralne porównania komórek do realizacji punktu potrójnego wody i rtęci w GUM i INTiBS PAN</i> – A. Szmyrka-Grzebyk, E. Grudniewicz, H. Manuszkiewicz, W. Roszkowski, D. Jancewicz, A. Kowal.....	52

List do Uczestników Kongresu Metrologii

Szanowny Panie Przewodniczący, Szanowni Państwo

Przypadł mi zaszczyt i przyjemność uczestniczenia w Kongresie Metrologii, który jest jedną z ważniejszych imprez metrologicznych odbywających się w Polsce.

W imieniu Kierownictwa i pracowników Głównego Urzędu Miar pragnę złożyć organizatorom serdeczne podziękowania za zaproszenie do udziału w Kongresie.

Z okazji przypadającej 65. rocznicy powołania do życia Politechniki Łódzkiej, w imieniu swoim i pracowników administracji miar w Polsce, pragnę złożyć na ręce JM Rektora prof. dr. hab. inż. Stanisława Bieleckiego serdeczne gratulacje i życzenia dalszej owocnej pracy zarówno na polu naukowym jak i dydaktycznym.

Od ponad 90. lat Główny Urząd Miar i terenowa administracja miar stoi na straży spójności i jednolitości miar w Polsce, współpracując w tym zakresie z wieloma krajowymi i zagranicznymi instytucjami metrologicznymi. Dowodem aktywności w tym obszarze jest udział w międzynarodowych porównaniach wzorców jednostek miar utrzymywanych w Głównym Urzędzie Miar, a także w wielu ważnych porównaniach międzylaboratoryjnych.

Udział w Kongresie tak liczego grona pracowników administracji miar umożliwia zaprezentowanie prowadzonych w GUM prac badawczo-rozwojowych, których głównym celem jest modernizacja państwowych wzorców jednostek miar, jak i opracowywanie nowych metod pomiarowych i zwiększenie dokładności odtwarzania i przekazywania jednostek miar.

W trakcie obrad Kongresu spektrum przedstawianych przez GUM zagadnień będzie bardzo szerokie. Pozwolę sobie tutaj wymienić tylko niektóre z nich.

Pracownicy z Zakładu Długości i Kąta będą mieli możliwość zapoznania Państwa z wynikami prac związanych z modernizacją stanowiska do odtwarzania jednostki w zakresie kąta pełnego i opracowaniem metody wzorcowania płytek kątowych przywieralnych. Omówią zasady działania syntezer częstotliwości oraz zaprezentują wyniki pomiarów przeprowadzonych z jego wykorzystaniem.

Pracownicy Zakładu Elektrycznego zaprezentują Państwu swoje osiągnięcia w badaniach nad stałym doskonaleniem transmisji sygnału czasu. Od prawie pięciu lat Główny Urząd Miar prowadzi badania nad precyzyjną transmisją czasu poprzez



włókna światłowodowe w oparciu o skonstruowane przez AGH specjalizowane przetworniki elektrooptyczne.

Przedstawione zostaną Państwu także zagadnienia ogólne, mające fundamentalne znaczenie w pomiarach, a związane z obliczaniem niepewności pomiaru.

Cieszy również zaproszenie do grona prelegentów przedstawiciela terenowej służby miar, pracownika Okręgowego Urzędu Miar w Warszawie, który zapozna Państwa z zagadnieniem związanym z nowymi kierunkami rozwoju stanowisk wzorcowych objętości przepływu wody, w aspekcie wymagań dyrektywy MID, które są istotne z punktu widzenia metrologii prawnej i badania przyrządów użytkowych, jakimi są wodomierze.

Codzienne życie i rozwój cywilizacji stawia przed metrologią coraz to nowe wyzwania. Do rozwoju metrologii w Polsce przyczynia się wiele czynników, ale jednym z ważniejszych jest niewątpliwie wieloletnia współpraca Głównego Urzędu Miar z ośrodkami naukowymi z całej Polski, czego dowodem jest nasze dzisiejsze spotkanie, które zgromadziło tak liczne grono znakomitych metrologów. Cieszą takie spotkania, które stwarzają możliwości wymiany doświadczeń osób zajmujących się metrologią w różnych instytucjach: jednostkach naukowych, agendach państwowych i w przemyśle.

Szanowni Państwo

Na zakończenie pragnę raz jeszcze wyrazić podziękowania Komitetowi Organizacyjnemu Kongresu za jego przygotowanie. Uczestnikom Kongresu życzę, aby ogólnokrajowe spotkanie metrologów pracujących na uczelniach, w instytutach naukowych i laboratoriach pomiarowych przyczyniło się do poszerzenia ich wiedzy oraz było przydatne w pracy zawodowej.

Wszystkim życzę owocnych obrad.

Janina Maria Popowska
Prezes Głównego Urzędu Miar

Kongres Metrologii Łódź, 2010

W dniach 6 – 8 września 2010 r. odbył się kolejny, już V Kongres Metrologii. Jest to jedna z najważniejszych konferencji metrologicznych w naszym kraju. Organizację tej ważnej imprezy naukowej Komitet Metrologii i Aparatury Naukowej PAN powierzył Politechnice Łódzkiej. W organizacji Kongresu wzięły udział trzy jednostki organizacyjne Politechniki Łódzkiej:

- Instytut Elektrotechniki Teoretycznej, Metrologii i Materiałoznawstwa,
 - Instytut Maszyn Przepływowych,
 - Katedra Automatyzacji Procesów Włókienniczych,
- a także Stowarzyszenie Elektryków Polskich, Oddział Łódzki.

Kongres odbywał się pod patronatem;

- JM Rektora Politechniki Łódzkiej,
- Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN,
- Wojewody Łódzkiego,
- Prezydenta Miasta Łodzi.

Podczas sesji otwarcia Kongresu Pani Janina Maria Popowska, Prezes Głównego Urzędu Miar, przedstawiła i scharakteryzowała cele i zadania jakie stoją przed Urzędem Miar.

W kongresie wzięło udział 165. uczestników reprezentujących wyższe uczelnie, instytuty naukowe, jak i zakłady przemysłowe. Wygłoszono 131 referatów, w tym trzy referaty plenarne:

- *Bezprzewodowe sieci sensorowe – aspekty metrologiczne, telekomunikacyjne i energetyczne* – prof. Włodzimierz Kulesza z Uniwersytetu w Blekinge, Szwecja,
- *Komunikacja człowieka z komputerem za pomocą wzrokowych sygnałów wywołanych* – prof. Andrzej Materka z Politechniki Łódzkiej,
- *Etyczne aspekty badań empirycznych* – prof. Roman Morawski z Politechniki Warszawskiej.

Tematyka powyższych referatów wzbudziła szeroką i ożywioną dyskusję. Szczególne zainteresowanie, mając na uwadze problemy i wyzwania przed jakimi staje polska nauka, wzbudził wykład prof. Romana Morawskiego, dotyczący etycznych problemów badań naukowych.

Problematyka Kongresu była bardzo szeroka i obejmowała praktycznie wszystkie dziedziny techniki pomiarowej. Na pierwszym miejscu można wymienić zagadnienia dotyczące nowych kierunków rozwoju i zastosowań metrologii (np. wykorzystanie nowych zjawisk fizycznych do budowy wzorców jednostek miar), nowych sposobów pozyskiwania informacji metrologicznej, a także nowych metod pomiaru właściwości obiektów wytworzonych przy zastosowaniu innowacyjnych technologii oraz wykorzystania wybranych dziedzin matematyki do poznania obiektów metrologicznych i analizy sygnałowej.

Obrady kongresu prowadzone były w 12. sesjach, w których zgrupowano referaty o zbliżonej tematyce, jak na przykład: wzorce jednostek miar, ocena jakości pomiaru, pomiary wielkości elektrycznych, mechanicznych, chemicznych, cieplnych, a także o tematyce dotyczącej systemów pomiarowych, pomiarów biomedycznych i analizy sygnałowej.

Na podkreślenie zasługuje fakt dużej liczby (11) referatów dotyczących realizacji wzorców jednostek miar różnych wielkości fizycznych, a także duża liczba (14) referatów z dziedziny oceny dokładności pomiaru. Są to zagadnienia kluczowe dla rozwoju techniki pomiarowej, co znalazło wyraz w tym, że sesje, w których były one prezentowane cieszyły się bardzo dużym zainteresowaniem. Podczas obrad Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN zwrócono uwagę na dużą liczbę referatów, o liczącej się randze naukowej, wygłoszonych przez pracowników Głównego Urzędu Miar.

Zagadnienie pomiarów wielkości elektrycznych prezentowane było w 20. referatach, w których przedstawiono, między innymi, problematykę pomiarów parametrów jakościowych energii elektrycznej. Pomiary wielkości mechanicznych dotyczyły w dużym stopniu pomiarów przepływu cieczy i gazów, a także pomiarów wilgotności. Duże zainteresowanie i szeroką dyskusję wzbudziła tematyka pomiarów w medycynie. W referatach prezentowano, między innymi, zagadnienie telemetrycznego systemu monitorowania pacjentów, jako tematykę z zakresu e-zdrowie. Pomiary płaskości i prostoliniowości były prezentowane w sesji poświęconej pomiarom geometrycznym.

Teksty wszystkich referatów, wygłoszonych podczas obrad Kongresu, zostały zamieszczone na płycie CD, natomiast streszczenia tych referatów opracowano i wydano w wersji książkowej, jako materiały konferencyjne. Poza tym teksty referatów, w postaci artykułów, zostały już opublikowane, bądź będą opublikowane w jednym z czasopism: Przegląd Elektrotechniczny, PAK oraz Metrology and Measurement Systems.

Na zebraniu Komitetu Metrologii i Aparatury Pomiarowej PAN, które odbyło się 7 września, podczas trwania Kongresu, Wiceprezes Głównego Urzędu Miar, Pan Włodzimierz Popiołek przedstawił problematykę dotyczącą ustawy „Prawo o Miarach”, która ze względu na swoją wagę i znaczenie, wywołała długą i ożywioną dyskusję.

W drugim dniu Kongresu, w ramach prezentacji Regionu Łódzkiego, uczestnicy Kongresu zwiedzili Muzeum Historii Włókiennictwa. Stanowiło to swego rodzaju atrakcję, ponieważ jest to jedyne muzeum o tej tematyce w Polsce, a prezentowane były urządzenia włókiennicze z XVIII i XIX wieku.

Organizatorem następnego Kongresu Metrologii będzie Politechnika Świętokrzyska.

*Przewodniczący Kongresu
Prof. Zygmunt Kuśmierek*

Ocena dokładności obliczania niepewności pomiaru metodą Monte Carlo zgodnie z zalecanym algorytmem postępowania

Paweł Fotowicz

Główny Urząd Miar

Przedstawiono analizę dokładności algorytmu obliczeniowego niepewności pomiaru zalecanego przez najnowszy dokument Supplement 1 do Przewodnika. Można stwierdzić, że przedstawiona tam procedura numeryczna pozwala na wiarygodne wyznaczanie niepewności z dopuszczalną liczbą dwóch cyfr znaczących, zgodnie z przyjętą definicją przedziału rozszerzenia w oparciu o propagację 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.

Evaluation of accuracy calculation of measurement uncertainty using Monte Carlo method according to adaptive procedure

Accuracy analysis of measurement uncertainty calculation using Monte Carlo method according to adaptive procedure is presented. The adaptive procedure is described in Supplement 1 to the Guide to the expression of uncertainty in measurement. Numerical algorithm enables calculation of uncertainty with recommended two significant digits according to the definition of the coverage interval based on propagation of distributions. The procedure does not require advanced and specialized computing programs to perform the Monte Carlo simulation. The algorithm may be realized using common computational tools, such as spreadsheet software. It enables validation of uncertainty calculation that realized classical method using law of uncertainty propagation. The procedure ensures credibility of uncertainty calculation corresponding to the recommended coverage probability.

1. Wprowadzenie

W 2008 roku na stronach internetowych Międzynarodowego Biura Miar (BIPM) i Międzynarodowej Organizacji Metrologii Prawnej (OIML) został upubliczniony nowy dokument dotyczący wyrażania niepewności pomiaru, promujący metodę propagacji rozkładów realizowaną przy zastosowaniu symulacji Monte Carlo [1]. Dokument przedstawia praktyczny algorytm postępowania przy obliczaniu niepewności, przeznaczony do wykonywania metodą numeryczną. Jak wiadomo metoda Monte Carlo charakteryzuje się określonym rozrzutem obliczeniowym, w zależności od liczebności próby losowej. Powstaje zatem zagadnienie, jakiej należy oczekiwać dokładności obliczeniowej niepewności pomiaru, przy zastosowaniu powszechnie dostępnego narzędzia informatycznego stosowanego w laboratoriach pomiarowych, jakim jest arkusz kalkulacyjny, wykorzystując wbudowany w nim generator liczb losowych.

2. Zalecany algorytm postępowania

Pierwszym krokiem postępowania jest wybór liczby próbkowania M . Wybór wartości tej liczby zależy od przyjętego prawdopodobieństwa rozszerzenia, dla którego obliczana jest niepewność pomiaru. Dla prawdopodobieństwa $p = 95\%$ liczba ta wynosi $M = 10\,000$. Jest

ona słusznym kompromisem, gdy do obliczeń chcemy użyć standardowego narzędzia informatycznego, pomiędzy dokładnością a jego możliwościami obliczeniowymi. Drugim krokiem postępowania jest wygenerowanie zbiorów wartości dla wielkości wejściowych zgodnie z przyjętym dla nich rozkładem prawdopodobieństwa. Na ogół przyjmuje się dla tych wielkości standardowe rozkłady: Studenta, normalny, trójkątny lub prostokątny. Następnie wyznacza się zbiór możliwych wartości dla wielkości wyjściowej na podstawie równania pomiaru i przyjętych rozkładów dla wielkości wejściowych. W celu wyznaczenia dystrybuanty rozkładu dla wielkości wyjściowej sortuje się uzyskane wartości w porządku niemalejącym. Tworzą one dziedzinę tej funkcji. Argumentom przypisuje się kolejne prawdopodobieństwa, tworzące zbiór wartości dystrybuanty rozkładu wyjściowego. Dla wartości dystrybuanty równej prawdopodobieństwu 0,975 i 0,025 odczytuje się wartości jej argumentów, których różnica wyznacza przedział rozszerzenia. Połowa tego przedziału jest miarą niepewności rozszerzonej dla prawdopodobieństwa 95 %, przy założeniu liniowego lub linearyzowanego modelu funkcji pomiaru. Ze zbioru argumentów dystrybuanty wyznacza się również średnią jako miarę estymaty wielkości wyjściowej oraz oblicza się odchylenie standardowe eksperymentalne, będące miarą niepewności standardowej wielkości wyjściowej.

3. Generowanie rozkładów dla wielkości wejściowych

Korzystając ze standardowego narzędzia obliczeniowego jakim jest arkusz kalkulacyjny EXCEL można do wygenerowania standardowych rozkładów prawdopodobieństwa wykorzystać wbudowaną funkcję o nazwie: los. Funkcja ta pozwala na wyznaczenie zbioru wartości losowych o rozkładzie równomiernym w zakresie od 0 do 1. Aby wygenerować dowolny zbiór wartości o rozkładzie prostokątnym i symetrycznym względem zera (jako wartości oczekiwanej) oraz dowolnej wartości odchylenia standardowego, można zastosować równanie

$$P(0, u) = 2 \cdot \sqrt{3} \cdot (\text{los} - 0,5) \cdot u \quad (1)$$

gdzie u to dowolna wartość niepewności standardowej związanej z wielkością wejściową. W przypadku rozkładu trójkątnego, o tych samych parametrach, można zastosować formułę, która realizuje złożenie dwóch jednakowych rozkładów prostokątnych

$$T(0, u) = \sqrt{6} \cdot (\text{los} + \text{los} - 1) \cdot u \quad (2)$$

Aby uzyskać rozkład normalny, można dokonać złożenia go z 12. rozkładów prostokątnych. Jest to o tyle efektywne działanie w arkuszu, iż pozwala na otrzymanie zbioru wartości losowych o odchyleniu standardowym równym 1. Dlatego rozkład normalny, o tych samych parametrach co powyżej, otrzymujemy stosując równanie

$$N(0, u) = \left(\underbrace{\text{los} + \dots + \text{los}}_{12} - 6 \right) \cdot u \quad (3)$$

W celu otrzymania rozkładu t -Studenta o określonej liczbie stopni swobody $\nu = n - 1$ należy postępować zgodnie z rozumowaniem W. S. Gosseta, pomysłodawcy tego rozkładu. Z populacji o rozkładzie normalnym losujemy n wartości, dla których obliczamy średnią

i odchylenie standardowe eksperymentalne średniej. Zmienna t jest ilorazem tych dwóch wartości. Zatem rozkład można zrealizować w dwóch krokach postępowania

$$S(0, u) \begin{cases} = \frac{\log + \dots + \log - 6}{12} \\ = u \cdot \sqrt{n} \cdot \bar{x} (1 \div n) / s (1 \div n) \end{cases} \quad (4)$$

gdzie $\bar{x} (1 \div n)$ to średnia z n kolejnych wylosowanych wartości, a $s(1 \div n)$ to odchylenie standardowe eksperymentalne tych wartości.

Biorąc pod uwagę przedstawione zależności można wyznaczyć numeryczne dystrybucje rozkładów, zgodnie z przedstawionym algorytmem postępowania, sortując otrzymane wartości argumentów w porządku niemalejącym, a następnie przypisując im kolejne prawdopodobieństwa.

4. Dokładność obliczania niepewności pomiaru

Symulacja Monte Carlo charakteryzuje się rozrzutem wyników obliczania. Za każdym razem przy jej wykonywaniu otrzymujemy inny wynik. Wyniki te na ogół się nie powtarzają, lecz ich zmiany mieszczą się w określonym zakresie, wyznaczającym dokładność obliczeniową. Dokładność ta powinna zapewnić wiarygodność obliczania niepewności rozszerzonej z dwiema cyframi znaczącymi przy jej wyrażaniu. W tym wypadku przyjmuje się błąd obliczania niepewności do 5 % wyznaczonej jej wartości [2].

O dokładności obliczeniowej metody Monte Carlo przy użyciu arkusza kalkulacyjnego można się przekonać wykonując obliczenia dla prostego addytywnego modelu pomiaru zawierającego cztery składowe, z których każda opisana jest innym rozkładem prawdopodobieństwa. Brano pod uwagę rozkłady: Studenta o liczbie stopni swobody $\nu = 2$, normalny, trójkątny i prostokątny. Przeprowadzono obliczenia gdy wszystkie udziały są jednakowe oraz gdy mamy do czynienia z dominującą składową.

Największe rozrzuty wyników można odnotować dla modelu pomiaru z dominującą składową o rozkładzie Studenta, dla którego rozrzut obliczania niepewności rozszerzonej przekracza 2 % jej wartości. Najmniejszy rozrzut odnotowano dla dominującej składowej o rozkładzie prostokątnym, którego wartość nie przekroczyła 0,5 %. Natomiast dla dominujących składowych z rozkładem normalnym i trójkątnym wartość ta nie przekroczyła 1 %.

Dodatkowo wykonano obliczenia dla powyższych przypadków przy użyciu szybkiej transformaty Fouriera [3], w celu wyznaczenia niepewności rozszerzonej metodą splotu matematycznego rozkładów składowych. We wszystkich analizowanych przypadkach obliczeniowych błąd ów nie przekraczał wartości 1 %, a przy dominujących składowych o rozkładzie normalnym, trójkątnym czy prostokątnym nawet wartości 0,5 %.

Przeprowadzone obliczenia dowodzą, że we wszystkich analizowanych przypadkach błąd nie przekracza 5 % obliczonej wartości, co pozwala stwierdzić, że metoda zapewnia wiarygodność wyznaczania niepewności rozszerzonej z dwiema cyframi znaczącymi. Co więcej, zwiększenie liczby powtarzanych symulacji nie powoduje zwiększonego rozrzutu otrzymywanych wartości. To samo dotyczy większej liczby składowych, niezależnie od tego czy mamy do czynienia z brakiem lub występowaniem dominacji jakiegokolwiek składowej niepewności. Największy wpływ na rozrzut uzyskiwanych wartości ma składowa opisana rozkładem Studenta, przy czym ten wpływ maleje wraz z rosnącą liczbą stopni swo-

body, co jest o tyle logiczne, iż większa liczba stopni swobody oznacza większe zaufanie do samej składowej w związku ze zmniejszającym się udziałem statystycznej niepewności w niepewności standardowej składowej budżetu (tzn. niepewność niepewności [4]). Podobne obliczenia przeprowadzone dla dziesięciu składowych w budżecie niepewności wykazały, że rozrzut nieznacznie przekraczał 1 % obliczanej niepewności rozszerzonej, niezależnie od dominacji jakiegokolwiek składowej.

5. Podsumowanie

Numeryczny algorytm obliczania niepewności pomiaru zalecany przez dokument [1] pozwala na wiarygodne jej wyznaczenie 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 poprawnie i zgodnie z międzynarodowymi zaleceniami.

Literatura

- [1] Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method. JCGM 101:2008.
- [2] *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration*. European co-operation for Accreditation. Publication Reference EA-4/02, 1999.
- [3] M. J. Korczyński, A. Hetman, P. Fotowicz: *Fast Fourier Transformation – An Approach to Coverage Interval Calculation vs. Approximation Methods*. International Workshop on Advanced Methods for Uncertainty Estimation in Measurement, 2005.
- [4] *Wyrażanie niepewności pomiaru*. Przewodnik. Główny Urząd Miar 1999.

Alternatywne metodyki obliczania niepewności pomiaru

Paweł Fotowicz

Główny Urząd Miar

Przedstawiono dwie alternatywne metodyki obliczania niepewności pomiaru stosowane wspólnie w metrologii. Pierwsza z nich opiera się na zaleceniach Przewodnika i zawartym tam prawie propagacji niepewności. Druga opiera się na prawdopodobieństwie warunkowym wynikającym z zastosowania twierdzenia Bayesa. Obie metodyki prowadzą do różnych wyników, bowiem wykorzystują inne podstawy obliczeniowe. Pierwsza opiera się na splocie rozkładów wielkości wejściowych, a druga na ich iloczynie. Pierwsza chętnie stosowana jest przy ocenie wyników określonego pomiaru, a druga przy opracowaniu wyników porównań.

Alternative methodologies for calculating measurement uncertainty

The alternative methodologies for calculating measurement uncertainty used in modern metrology are presented. The first method is based on recommendation of the Guide and the law of uncertainty propagation. The second method is based on conditional probability and application of the Bayes theorem. Those methodologies lead to different results because of using different basis of calculations. The calculation of the first method is connected with convolution of input quantity distributions but the calculation of the second method is connected with multiplication of input quantity distributions. The coverage interval calculated with the GUM method is larger than the coverage interval calculated with the Bayesian method. In the first method the estimate of the measurand is an arithmetic average of observations, but in the second method the estimate is a weighted average, modified by the standard uncertainty attributed to the specified result of observation. The Bayesian method is willingly utilized at inter-laboratory comparisons, but the GUM method is commonly used in evaluation of any other result of measurement.

1. Wprowadzenie

W dziedzinie opracowania wyniku pomiaru współczesną metrologię zdominowała metodyka, którą można nazwać „niepewnościową”. Metodyka ta znalazła wyraz w klasycznym już międzynarodowym dokumencie, wydanym w ostatniej dekadzie ubiegłego wieku, zwanym powszechnie Przewodnikiem [1]. Podejście powyższe polega na zastosowaniu, przy opracowaniu wyniku pomiaru, prawa propagacji niepewności. Równoległe z tą metodyką, przez wielu autorów [2-6], rozwijany jest alternatywny sposób opracowania danych pomiarowych, zwany metodyką „bayesianowską”. Podejście to opiera się na twierdzeniu Thomasa Bayesa o prawdopodobieństwie warunkowym. Polega na opracowaniu wyniku pomiaru na podstawie wcześniejszej wiedzy na jego temat, zanim zostały otrzymane konkretne dane pomiarowe. Dane te służą jedynie do korekty wyniku opracowanego na podstawie informacji pierwotnej dotyczącej określonego pomiaru. Metodyka ta może budzić wśród metrologów pewne kontrowersje, tym niemniej warto przyjrzeć się jej bliżej, aby móc je porównać.

W celu rozróżnienia sposobów obliczania niepewności obiema metodykami, przy oznaczeniach odpowiednich parametrów związanych z jej wyrażaniem, zastosowano indeks „a” dla metody niepewnościowej i indeks „b” dla metody bayesianowskiej.

2. Metoda niepewnościowa

W pomiarze zazwyczaj mamy do czynienia z dwoma rodzajami oddziaływań: przypadkowym i systematycznym. Oba traktowane są probabilistycznie. Niepewność pierwszego z nich wyznacza się metodą typu A, na drodze analizy statystycznej serii obserwacji, a niepewność drugiego metodą typu B, na drodze innej niż analiza statystyczna, na podstawie dostępnych źródeł informacji o błędzie systematycznym, np. ze świadectwa wzorcowania. W metodzie niepewnościowej obie informacje traktuje się jako niezależne, a niepewność standardową złożoną wyznacza się z zależności

$$u_a = \sqrt{u_{Aa} + u_{Ba}} \quad (1)$$

Do oceny niepewności standardowej typu A używa się statystyki nazywanej odchyleniem standardowym eksperymentalnym średniej

$$u_{Aa} = s(\bar{q}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

gdzie q_i to wartości obserwacji, a n to ich liczba. Niepewność standardową typu B można wyznaczyć na podstawie informacji zawartej w świadectwie wzorcowania na podstawie

$$u_{Ba} = \frac{U}{k} \quad (3)$$

gdzie U to niepewność rozszerzona, a k to współczynnik rozszerzenia, podawane zawsze w świadectwie wzorcowania każdego przyrządu pomiarowego. Wynik pomiaru przedstawiany jest w postaci estymaty wielkości mierzonej oraz niepewności rozszerzonej, będącej iloczynem współczynnika rozszerzenia i złożonej niepewności standardowej. W metodyce tej zakłada się, że rozkładem wielkości mierzonej jest w przybliżeniu rozkład normalny, stąd na ogół współczynnik rozszerzenia dla poziomu ufności ok. 95 % przyjmuje się jako $k = 2$. Wynik pomiaru można zapisać zatem

$$y = y_a \pm 2 \cdot u_a = y_a \pm U_a \quad (4)$$

gdzie $y_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n q_i$

3. Metoda bayesianska

Metodyka ta opiera się na twierdzeniu Thomasa Bayesa o prawdopodobieństwie warunkowym. Twierdzenie to mówi o tym, jakie jest prawdopodobieństwo zdarzenia A pod warunkiem zaistnienia innego zdarzenia B

$$p(A|B) = \frac{p(B|A)p(A)}{p(B)} = \frac{p(B|A)p(A)}{\int p(B|A)p(A)dA} \quad (5)$$

Twierdzenia powyższe można zapisać w postaci funkcji gęstości prawdopodobieństwa

$$g(\eta|e) = \frac{g(e|\eta)g(\eta)}{\int g(e|\eta)g(\eta) d\eta} \quad (6)$$

gdzie: $g(\eta)$ – funkcja gęstości prawdopodobieństwa związanego ze zdarzeniem A (danych eksperymentalnych), $g(e|\eta)$ – funkcja gęstości prawdopodobieństwa związanego ze zdarzeniem B|A (po wyeliminowaniu błędu systematycznego pomiaru e).

Przyjmując założenie o rozkładzie normalnym dla funkcji gęstości prawdopodobieństwa możemy, stosując powyższe twierdzenie, po odpowiednich przekształceniach, doprowadzić do końcowej postaci

$$\frac{y_b}{u_b^2} = \frac{y_a}{u_{Ab}^2} + \frac{y_p}{u_{Bb}^2} \quad (7)$$

$$\frac{1}{u_b^2} = \frac{1}{u_{Ab}^2} + \frac{1}{u_{Bb}^2} \quad (8)$$

gdzie $y_p = y_a - e$ jest estymatą wielkości pozbawioną błędem systematycznym, u_{Ab} jest niepewnością standardową wyznaczaną metodą typu A, a $u_{Bb} = u_{Ba}$ jest niepewnością standardową wyznaczaną metodą typu B.

Do obliczania niepewności typu A używa się statystyki bayesianowskiej w postaci

$$u_{Ab} = \sqrt{\frac{n-1}{n-3}} s(\bar{q}) \quad (9)$$

Należy pamiętać, że zastosowanie powyższej formuły możliwe jest tylko dla $n > 3$. Wynik pomiaru zapisuje się w postaci estymaty wielkości, wynikającej z przekształcenia (7), danej zależnością

$$y_b = y_a \left(\frac{u_{Bb}^2}{u_{Ab}^2 + u_{Bb}^2} \right) + y_p \left(\frac{u_{Ab}^2}{u_{Ab}^2 + u_{Bb}^2} \right) \quad (10)$$

oraz wynikowej niepewności standardowej, powstającej z przekształcenia (8)

$$u_b = \sqrt{\frac{u_{Ab}^2 u_{Bb}^2}{u_{Ab}^2 + u_{Bb}^2}} \quad (11)$$

W metodyce tej zakłada się, że rozkładem wielkości mierzonej jest rozkład normalny, stąd na ogół współczynnik rozszerzenia dla poziomu ufności ok. 95 % przyjmuje się jako $k = 2$, a wynik pomiaru można zapisać w postaci

$$y = y_b \pm 2 \cdot u_b = y_b \pm U_b \quad (12)$$

4. Podsumowanie

Przedstawione rozważania miały na celu pokazanie alternatywnych metodyk opracowania wyniku pomiaru stosowanych we współczesnej metrologii. Metodyka bayesianow-

ska, choć nie jest nowa, raczej rzadko jest stosowana przy opracowaniu wyniku pomiaru. Wymaga większej rozważliwości i pewniejszej informacji o błędzie systematycznym przyrządu pomiarowego, gdyż otrzymywany przedział ufności jest na ogół węższy niż dla każdej z funkcji gęstości współtworzących rozkład wyników. Wynika to z zastosowania w obliczeniach iloczynu funkcji gęstości prawdopodobieństwa, w odróżnieniu do metodyki niepewnościowej, gdzie te same funkcje podlegają operacji splotu matematycznego, w wyniku którego zawsze otrzymujemy szerszy przedział ufności niż dla każdej funkcji oddzielnie. Pewnym natomiast podobieństwem obu metodyk jest przyjęcie założenia o normalności rozkładów dla funkcji gęstości prawdopodobieństwa. Należy dodać, że jest to praktyczny, najprostszy przypadek stosowania obu metodyk, ponieważ w zaawansowanej analizie naukowej funkcje gęstości mogą mieć przypisane inne rozkłady niż rozkład Gaussa. Wynikowy rozkład normalny w metodyce niepewnościowej stosuje się tylko w sytuacji, gdy do obliczeń odchylenia standardowego wykorzystujemy prawo propagacji niepewności. W metodyce bayesianowskiej można do ceny niepewności, na podstawie wiedzy wcześniejszej o pomiarze, wykorzystać informację o warunkach środowiskowych, w których ma być przeprowadzony pomiar oraz innych czynnikach wpływających na wielkość mierzoną. Metodyka niepewnościowa jest chętniej stosowana do opracowania wyniku pomiaru, ze względu na szeroki przedział ufności budowany wokół wartości średniej. Daje większe poczucie bezpieczeństwa, że wynik obejmie wartość prawdziwą wielkości mierzonej. Rozwiązania płynące z zastosowania metodyki bayesianowskiej natomiast chętniej wykorzystywane są przy opracowaniu wyników porównań międzylaboratoryjnych.

Literatura

- [1] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*. ISO 1995.
- [2] K. Weise, W. Woger: *A Bayesian theory of measurement uncertainty*. Measurement Science and Technology, vol. 4 (1993), s. 1-11.
- [3] R. Kacker, A. Jones: *On use of Bayesian statistics to make the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement consistent*. Metrologia, vol. 40 (2003), s. 235-248.
- [4] I. Lira: *Bayesian evaluation of comparison data*. Metrologia, vol. 43 (2006), s. S231-S234.
- [5] G. A. Kyriazis: *Comparison of GUM Supplement 1 and Bayesian analysis using a simple linear calibration model*. Metrologia, vol. 45 (2008), s. L9-L11
- [6] I. Lira: *Evaluating the Measurement Uncertainty*. Institute of Physics Publishing 2002.

Znaczenie wzorców jednostek miar w rozwoju gospodarki

Dobrosława Sochocka

Główny Urząd Miar, Zakład Promieniowania i Wielkości Wpływających

W związku z dynamicznym rozwojem współczesnej gospodarki światowej i związanym z tym rozwojem infrastruktury metrologicznej w referacie podjęto próbę przedstawienia znaczenia wzorców jednostek miar i ich rozwój w ostatnim okresie. Omówiono rolę wzorców w światowym systemie miar oraz znaczenie porozumienia o „Wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania i świadectw pomiarów wydawanych przez krajowe instytucje metrologiczne”. Referat przedstawia omówione w dużym skrócie wzorce jednostek miar utrzymywane przez Główny Urząd Miar.

The role of measurement standards in the economical development

Metrology is the science of measurement and its applications. Metrology comprises all theoretical and practical aspects of measurements, irrespective of the value of measurement uncertainty and the field of application. The fast development of the contemporary global economy based on innovative technologies poses new challenges to modern metrology. Economical progress requires reliable measurements and tests that are internationally accepted, so that they do not constitute a technical barrier to trade and industrial development. The prerequisite for reliability of measurements and tests is availability of the metrological infrastructure. One of the most important elements of that infrastructure are measurement standards of possibly highest accuracy. This paper presents measurement standards maintained in the Central Office of Measures and their role in the national metrological infrastructure.

1. Wprowadzenie

Sukcesy gospodarcze krajów zależą od zdolności wytwórczych przemysłu oraz dokładności wytwarzania i testowania produktów i ich komponentów. Systemy nawigacji satelitarnej i uniwersalny czas koordynowany, umożliwiają dokładne określenie położenia, a ogólnoswiatowe systemy sieci komputerowych pozwalają na lądowanie samolotów nawet w złych warunkach pogodowych. Ludzkie zdrowie zależy od możliwości postawienia właściwej diagnozy, dla której odpowiednio dokładne pomiary są coraz bardziej istotne. Konsument ma zaufanie do wskazań licznika energii elektrycznej i do paliwa dostarczanego mu przez dystrybutor. Tak, więc wszystkie formy fizycznych i chemicznych pomiarów wpływają na jakość życia.

2. Wzorce

Wzorce jednostek miar są jednym z narzędzi pozwalającym metrologii realizować jej zadania i pełnią znaczącą rolę w życiu gospodarczym krajów. Bez nich nie byłaby możliwa produkcja i wymiana towarowa. Wzorce pozwalają na jednoznaczne ustalanie relacji ilościowej pomiędzy produktami, ich ocenę i wycenę, a stale rosnąca dokładność odtwarzania jednostek miar umożliwia rozwój przemysłowy we wszystkich obszarach gospodarczych i wspiera postęp we wszystkich dyscyplinach związanych z naukami technicznymi i przyrodniczymi. Dlatego tak ważne jest utrzymywanie wzorców jednostek miar o najwyższej

dokładności pomiarowej, w każdym państwie pragnącym uczestniczyć w globalnym rozwoju cywilizacyjnym i dążącym do zapewniania swoim obywatelom powszechnego dobrobytu.

Metrologia określa wzorce jako urządzenia przeznaczone do definiowania, realizowania, zachowania lub odtwarzania jednostki miary jednej lub wielu wartości wielkości mierzonej i służące jako odniesienie. Wśród wzorców o najwyższej dokładności wyróżnia się państwowe wzorce jednostek miar i wzorce odniesienia. Przez wzorzec państwowy należy rozumieć wzorzec uznany urzędowo w danym kraju za podstawę do przypisywania wartości innym wzorcom jednostki miary danej wielkości, a przez wzorzec odniesienia wzorzec miary o najwyższej zazwyczaj jakości metrologicznej dostępny w danym miejscu lub danej organizacji, który stanowi odniesienie dla wykonywanych tam pomiarów. Wzorce te służą do przekazywania jednostki miary innym wzorcom i przyrządom pomiarowym wykorzystywanym w gospodarce narodowej. Zdolność powyższą określa się mianem spójności pomiarowej, bez której żaden wynik pomiaru nie może być uznany na świecie za zgodny z obowiązującym układem jednostek miar. Takim uniwersalnym, międzynarodowym systemem jest układ SI (Systeme International). Aby zapewnić spójność pomiarową wzorce należy porównywać w ramach porównań kluczowych i uzupełniających organizowanych przez Komitety Doradcze (CC), Międzynarodowe Biuro Miar (BIPM) lub Regionalne Organizacje Metrologiczne (RMO) na przykład w Europie: Europejskie Stowarzyszenie Krajowych Instytutów Metrologicznych (EURAMET). We współczesnej metrologii na podstawie wyników takich porównań ustala się wartości odniesienia dla wszystkich jednostek miar układu SI, które uznaje się za najbliższe realizacje dla przyjętych definicji tych jednostek. Ustala się również stopnie równoważności wzorców jednostek miar utrzymywanych w krajach biorących udział w porównaniach, potwierdzające ich równoważność pomiarową na arenie międzynarodowej, co wynika z realizacji międzynarodowego porozumienia o „Wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania i świadectw pomiarów wydawanych przez krajowe instytucje metrologiczne (CIPM-MRA).

Porozumienie CIPM-MRA, podpisane przez sygnatariuszy 15 października 1999 r. w Paryżu, pozwoliło na określenie równoważności wzorców (załącznik B) oraz określenie najlepszych możliwości pomiarowych tzw. „tabel CMC” (załącznik C) do tego porozumienia. Do dnia dzisiejszego porozumienie MRA podpisało 71 krajów z całego świata.

Wzorce jednostek miar, świadectwa wzorcowania i świadectwa pomiarów uznawane są przez wszystkie krajowe instytucje krajów sygnatariuszy porozumienia. Podpisanie porozumienia CIPM-MRA jest kolejnym krokiem do zapewnienia jednolitości miar w świecie i ma kolosalne znaczenie między innymi dla ogólnoświatowej wymiany handlowej. Jednym z warunków uznawania wzorców jednostek miar danego kraju oraz wyników wzorcowań przez pozostałe kraje (sygnatariuszy CIPM MRA) jest wdrożenie i utrzymywanie przez krajową instytucję metrologiczną systemu zarządzania zgodnego z normą EN ISO/IEC 17025:2005.

Obecnie rozwój i utrzymywanie najdokładniejszych wzorców jednostek miar władze państwowe powierzają specjalnie do tego celu powołanym krajowym instytucjom metrologicznym (NMI). W Polsce rolę takiej instytucji na mocy Ustawy z dnia 11 maja 2001 r. „Prawo o miarach”, z późniejszymi zmianami, pełni Główny Urząd Miar (GUM).

3. Wzorce Głównego Urzędu Miar

Podstawowym zadaniem każdej krajowej instytucji metrologicznej jest rozwój i utrzymanie wzorców jednostek miar. Na mocy obwieszczeń Prezesa Głównego Urzędu Miar zostało ustanowionych 17 wzorców państwowych. W posiadaniu laboratoriów Głównego Urzędu Miar jest 15 z nich, a tylko dwa znajdują się w laboratoriach krajowych instytucji naukowych i badawczych: w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu oraz w Ośrodku Radioizotopów POLATOM w Świerku.

Państwowe wzorce jednostek miar utrzymywane w Głównym Urzędzie Miar:

- Państwowy wzorzec jednostki długości,
- Państwowy wzorzec jednostki kąta płaskiego,
- Państwowy wzorzec jednostki kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji płasko-spolaryzowanej fali świetlnej w widzialnym zakresie widma,
- Państwowy wzorzec jednostki współczynnika załamania światła,
- Państwowy wzorzec jednostki strumienia świetlnego,
- Państwowy wzorzec jednostki światłości,
- Państwowy wzorzec jednostki masy,
- Państwowy wzorzec jednostki napięcia elektrycznego stałego,
- Państwowy wzorzec jednostki rezystancji (oporu elektrycznego),
- Państwowy wzorzec jednostki miary indukcyjności,
- Państwowy wzorzec jednostki pojemności elektrycznej,
- Państwowy wzorzec jednostek czasu i częstotliwości,
- Państwowy wzorzec jednostki gęstości,
- Państwowy wzorzec jednostki temperatury,
- Państwowy wzorzec jednostki pH.

4. Podsumowanie

Utrzymywanie wzorców zarówno państwowych jak i odniesienia ma wielkie znaczenie dla rozwoju nauki i innowacyjnej gospodarki w Polsce. Wzorce pozwalają na zachowanie spójności pomiarowej. Państwowe wzorce jednostek miar są zatem gwarantem spójności pomiarowej, bez której żaden użytkownik przyrządów pomiarowych w gospodarce narodowej nie mógłby mieć pewności, że wytwarzane lub sprzedawane przez niego produkty będą spełniały wymagania niezbędne do zapewnienia jakości oraz konkurencyjności na rynku krajowym i międzynarodowym.

Jak ważnym jest utrzymywanie i rozwój wzorców na najwyższym poziomie metrologicznym niech świadczy fakt, że dwudziesta trzecia Generalna Konferencja Miar, która odbyła się w październiku 2007 roku podjęła w dwunastej rezolucji decyzję o udoskonaleniu międzynarodowego układu miar SI poprzez realizację podstawowych jednostek miar w oparciu o stałe fizyczne. Redefinicji poddane będą: kilogram (kg), amper (A), kelvin (K) i mol (mol), które zdefiniowane będą w oparciu o dokładniej wyznaczone stałe fizyczne:

- stałą Plancka: $h = 6,6260693(11) \cdot 10^{-34} \text{ kg m}^2 \text{ s}^{-1}$
- stałą Avogadro: $N_A = 6,0221415(10) \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
- stałą Boltzmanna: $k = 1,3806505(24) \cdot 10^{-23} \text{ kg m}^2 \text{ s}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

Literatura

- [1] A. Wallard: *News from the BIPM – 2009*. Metrologia 47 (2010), s. 103-111.
- [2] *NMIs and other designated institutes*. CIPM 2005 – dokument BIPM.
- [3] K. Patej: *Stanowisko państwowego wzorca jednostki miary współczynnika załamania światła*. Materiały konferencji PPM, Ustroń 14 – 17 maja 2006.
- [4] E. Dudek, E. Michniewicz, D. Sochocka: *Kwantowa realizacja jednostki miary napięcia elektrycznego*. Elektronika, wyd. maj 2006.
- [5] A. Czubla, J. Konopka, J. Nawrocki: *Realization of atomic SI second definition in the context of UTC(PL) and TA(PL)*. Metrology and Measurement Systems, vol. 13, nr 2(2006).
- [6] Z. Ramotowski, J. Walczuk: *Państwowy wzorzec jednostki miary długości jako przykład praktycznej realizacji metra*. Metrologia. Biuletyn Informacyjny GUM nr 4(8), 2007.
- [7] E. Grudniewicz: *Państwowy wzorzec jednostki miary temperatury*. Metrologia. Biuletyn Informacyjny GUM, nr 3(11), 2008.

Porównania międzylaboratoryjne wzorców wielkości elektrycznych

Edyta Dudek, Jolanta Jursza, Michał Mosiądz, Lidia Snopek

Główny Urząd Miar, Zakład Elektryczny, Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych

Porównania międzylaboratoryjne są podstawowym elementem wykazania kompetencji technicznych laboratoriów. Są niezależnym, obiektywnym i dobrze udokumentowanym miernikiem jakości pracy laboratorium. Stale wzrastająca świadomość znaczenia porównań międzylaboratoryjnych zwiększyła zainteresowanie udziałem w tego typu badaniu biegłości. Wychodząc naprzeciw oczekiwaniom klientów Zakład Elektryczny Głównego Urzędu Miar stał się organizatorem i koordynatorem porównań międzylaboratoryjnych w dziedzinie wielkości elektrycznych. W referacie są przedstawione zasady postępowania przy projektowaniu, organizowaniu i prowadzeniu porównań międzylaboratoryjnych. Ponadto zostaną zaprezentowane wyniki zakończonych krajowych porównań międzylaboratoryjnych, a także status porównań obecnie realizowanych.

Interlaboratory comparison of standards of electrical quantities

Interlaboratory comparisons are an essential element in demonstrating the technical competence of laboratories. They are an independent, objective and well-documented indicator of the quality of work of the laboratory and an important element in assessing the quality of the management system, which objectively documents the process of improvements. Results of comparisons play an important role in evaluation of laboratories; they are the primary (although not the sole) criterion for awarding and maintaining accreditation and the key factor in the continuous surveillance of laboratories. The growing awareness of the importance of collaborative studies has greatly increased the interest in this type of proficiency testing. To meet customer expectations, the Electric Department of the Central Office of Measures (GUM) has organized and coordinated a collaborative study in the field of electrical quantities. In this paper, the way of designing, organizing and conducting the collaborative study is discussed. The results of the completed national collaborative study of electrical standards of resistance and voltage are given in a comprehensive form.

1. Wprowadzenie

Porównania międzylaboratoryjne są podstawowym elementem wykazania kompetencji technicznych laboratoriów. Są niezależnym, obiektywnym i dobrze udokumentowanym miernikiem jakości pracy laboratorium, są zatem ważnym elementem oceny systemu zarządzania i odgrywają ważną rolę w procesie jego doskonalenia. Wyniki pozwalają na identyfikowanie problemów oraz inicjowanie działań naprawczych.

2. Zalecenia międzynarodowe

Rezolucja nr 2 Generalnej Konferencji Miar (CGPM) z 1995 r., dotycząca ogólnoświatowej spójności wzorców jednostek miar, zaleca aby krajowe instytucje metrologiczne we współpracy z BIPM zapewniały niezbędną do zademonstrowania międzynarodowej spójności państwowych wzorców jednostek miar liczbę porównań międzylaboratoryjnych, aby były zapewnione powiązania między porównaniami prowadzonymi przez BIPM, a także aby wyniki porównań prowadzonych przez organizacje regionalne były przekazywane do BIPM w formie umożliwiającej publikację oraz międzynarodowe uznanie.

3. Analiza wyników

Ocena wyników pomiarów polega na porównaniu osiągniętych wyników z wartością odniesienia. W przypadku porównań międzynarodowych wynik osiągnięty przez laboratorium biorące udział w porównaniu jest opisany przez dwie wartości: odchylenie od wartości odniesienia i niepewność wyznaczenia odchylenia na poziomie ufności wynoszącym 95 %. W przypadku porównań krajowych najczęściej wyznacza się współczynnik E_i , którego wartość określa się ze wzoru:

$$E_i = \frac{X_i - X_r}{\sqrt{U_i^2 + U_r^2}} \quad (1)$$

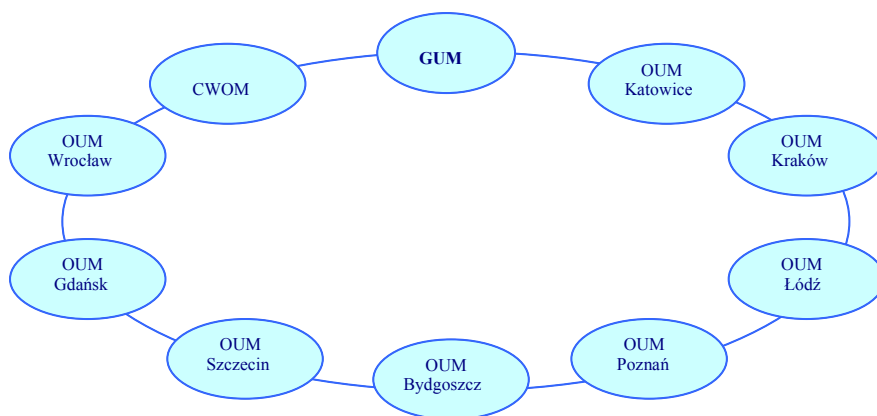
gdzie: X_i – wartość poprawna wzorca wyznaczona w i-tym laboratorium, X_r – wartość poprawna wzorca (wyznaczona w laboratorium GUM, przyjęta jako wartość odniesienia), U_i – niepewność rozszerzona dla $p = 95 \%$ wyniku i-tego laboratorium, U_r – niepewność rozszerzona dla $p = 95 \%$ wartości odniesienia.

4. Krajowe porównania międzylaboratoryjne zorganizowane przez Zakład Elektryczny GUM

Wychodząc naprzeciw oczekiwaniom naszych klientów Zakład Elektryczny Głównego Urzędu Miar organizuje krajowe porównania w dziedzinie wielkości elektrycznych. Porównania te są wzorowane na porównaniach międzynarodowych realizowanych pod auspicjami BIPM, organizowane zgodnie z wytycznymi w zakresie planowania, przeprowadzania porównań i sporządzania sprawozdań.

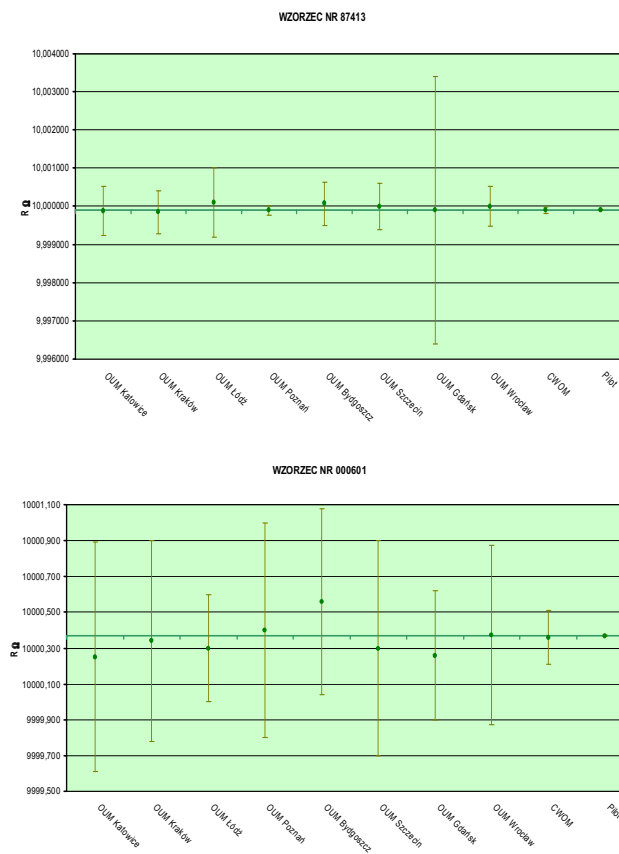
5. Porównanie wzorców rezystancji M41-EM.R1-I

W porównaniu uczestniczyły laboratoria wzorcujące Okręgowych Urzędów Miar (OUM w Bydgoszczy, Gdańsku, Katowicach, Krakowie, Łodzi, Poznaniu, Szczecinie i we Wrocławiu) oraz Centralny Wojskowy Ośrodek Metrologii (CWOM) w Zielonce. Obiektem porównań międzylaboratoryjnych były dwa wzorce o wartości nominalnej 10Ω oraz dwa wzorce rezystancji o wartości nominalnej $10 \text{ k}\Omega$.



Rys. 1. Schemat komparacji M41-EM.R1-I

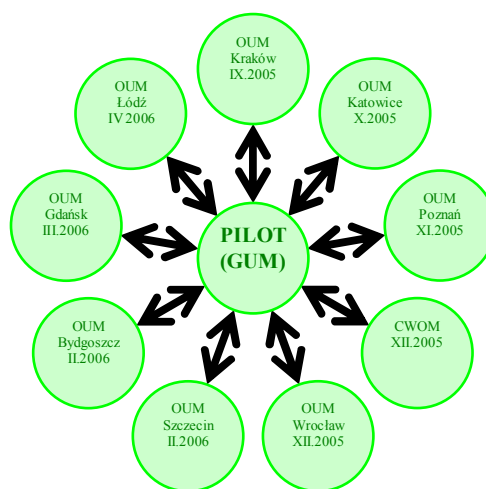
Poniżej zamieszczono zbiorcze zestawienie i porównanie.



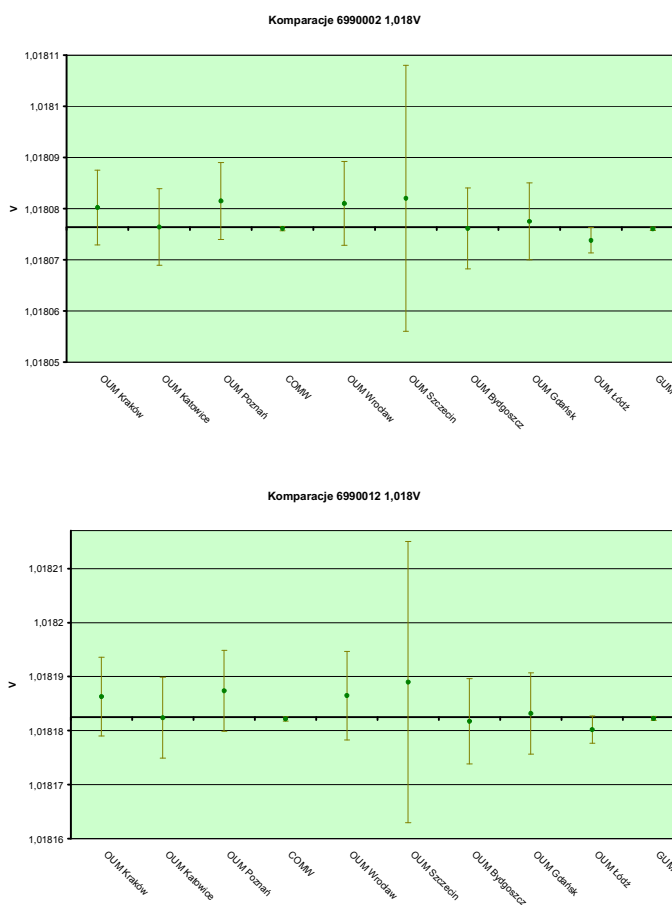
Rys. 2. Wyniki komparacji M41-EM.R1-I

6. Porównanie wzorców napięcia M41-EM.V-I

Obiektem porównań międzylaboratoryjnych były dwa półprzewodnikowe źródła napięcia oparte na diodach Zenera typu Fluke 732B.



Rys. 3. Schemat komparacji M41-EM.V-I



Rys. 4. Wyniki komparacji M41-EM.V-I

7. Program porównań międzylaboratoryjnych – II cykl

W 2010 roku planowany jest kolejny cykl porównań międzylaboratoryjnych organizowanych przez laboratoria Zakładu Elektrycznego Głównego Urzędu Miar. Szczegółowe informacje o porównaniach wzorców wielkości elektrycznych oraz czasu i częstotliwości, organizowanych przez Zakład Elektryczny można znaleźć na stronie internetowej Głównego Urzędu Miar.

Literatura

- [1] *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. ISO 13528: 2005, Sept. 1 2005.
- [2] W. Bich, M. Cox, T. Ester: *Proposed guidelines for the evaluation of key comparison data*. BIPM Director's Advisory Group on Uncertainties, 16 April 2002.
- [3] M. Cox: *The evaluation of key comparison data*. Metrologia, vol. 39 (2002), s. 589-595.

Problemy w pomiarach wysokich rezystancji

Edyta Dudek, Michał Mosiądz, Marcin Orzepowski, Lidia Snopek

Główny Urząd Miar, Zakład Elektryczny, Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych

W Głównym Urzędzie Miar (GUM) rozwijana jest dziedzina pomiarów wysokich rezystancji. Wyposażenie pomiarowe umożliwia wzorcowanie rezystorów do 1 PΩ. Specyfika takich pomiarów wymaga stosowania specjalnych rozwiązań w projektowaniu układów pomiarowych, znajomości budowy i właściwości rezystorów wysokoomowych. Bardzo ważne jest zastosowanie specjalnej metody ekranowania przewodów pomiarowych i rezystorów. W referacie opisano metody pomiarowe stosowane w GUM, konstrukcję wzorców oraz niektóre problemy występujące podczas takich wzorcowań.

Problems in the high-resistance measurements

In the Central Office of Measures (GUM) high resistance measurements and calibrations are being developed. Measurement equipment in the GUM gives the possibility of resistor calibrations of up to 1 PΩ. Such measurements require the use of specific measurement circuits, familiarity with design and properties of high-ohmic resistors, as well as the specialized knowledge. In this article, construction of the high-resistance comparator with binary voltage divider is described. During high-resistance measurements, we solved a lot of problems specific for this branch of metrology. To achieve the best accuracy in calibrations, the use of correction factors is necessary to account for variability of voltage and temperature. One of the most important challenges is the necessity of decreasing the leakage current to minimize the contribution of this effect to the uncertainty budget.

1. Wstęp

W Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych GUM pomiary wysokich rezystancji są wykonywane podczas transferu jednostki miary rezystancji na wzorce odniesienia z zakresu od 1 MΩ do 1 PΩ. Możliwe jest przekazanie jednostki od grupowego wzorca jednostki miary rezystancji (6 wzorców o wartości nominalnej 1 Ω), lub wzorca pierwotnego [1, 2]. Zastosowanie układów pomiarowych zależy od wartości i niepewności.

Jednostka rezystancji z wzorca pierwotnego przekazywana jest komparatorem kriogenicznym (CCC) na stabilny wzorzec wtórny o wartości nominalnej 100 Ω. Następnie przy pomocy CCC jednostka przenoszona jest na wzorce 1 Ω, 10 Ω, 100 Ω, 1 kΩ i 10 kΩ. Przeniesienie jednostki na rezystory > 10 kΩ odbywa się komparatorem 6000B firmy Measurement International (MiL). Umożliwia on transfer jednostki na rezystory 10 kΩ ÷ 1 GΩ z niepewnością 0,1 ppm ÷ 5 ppm, a w specjalnej konfiguracji od 10 GΩ do 1 TΩ z niepewnością 20 ppm ÷ 500 ppm. Do wzorcowania rezystorów 10 GΩ ÷ 1 PΩ z niepewnością 0,025 % ÷ 1 % stosowany jest teraomierz.

2. Układy pomiarowe

Komparator 6000B jest to układ mostkowy zbudowany w oparciu o binarny dzielnik napięcia (Binary Voltage Divider – BVD). Rysunek 1 przedstawia schemat komparatora wysokich rezystancji. Rezystory R_x oraz R_s tworzą jedną gałąź mostka prądu stałego, natomiast drugą – BVD. Istotne jest by wartość nominalna rezystora R_x była nie mniejsza niż wartość nominalna R_s . Zwykle stosuje się rezystory o stosunku wartości 1 : 10 ze względu na optyma-

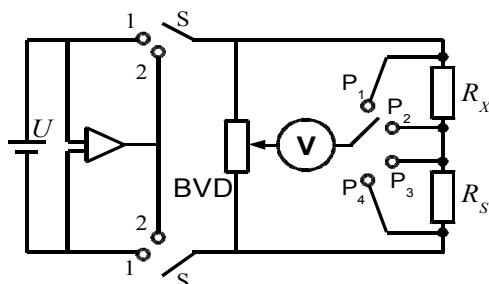
lizację niepewności układu. Możliwy jest również pomiar rezystorów o stosunkach 1:100 i 1:1000.

Istotą pomiaru jest wymuszenie przy pomocy stabilnego źródła napięcia stałego U o zakresie 1 ÷ 100 V przepływu prądu I poprzez oporniki R_X oraz R_S i pomiar stosunku spadków napięć na rezystorach.

$$r = \frac{R_X}{R_S} = \frac{U_{12}}{I} \cdot \frac{I}{U_{34}} = \frac{V_1 - V_2}{V_3 - V_4} \quad (1)$$

Stosunek rezystancji zależy od spadków napięć U_{12} i U_{34} na opornikach R_X oraz R_S . Napięcie U_{12} to różnica potencjałów $V_1 - V_2$, zaś U_{34} to różnica potencjałów $V_3 - V_4$. BVD pozwala wyznaczyć stosunki r_1, r_2, r_3, r_4 potencjałów V_1, V_2, V_3, V_4 , w punktach P_1, P_2, P_3, P_4 , do potencjału U dodatniej elektrody źródła napięcia. Wzór (2) pokazuje zależność stosunku rezystancji od wyznaczonych stosunków potencjałów.

$$r = \frac{\frac{V_1 - V_2}{U} - U}{\frac{V_3 - V_4}{U} - U} = \frac{r_1 - r_2}{r_3 - r_4} \quad (2)$$



Rys. 1. Schemat systemu do pomiaru wysokich rezystancji z BVD

W komparatorze 6000B w przypadku pomiarów i autokalibracji układu przełącznikami steruje mikrokontroler. W związku z możliwością częstej autokalibracji dzielnika, a także z tym, iż pomiar stosunku dwóch rezystorów wysokoomowych zależy od wyznaczenia stosunku napięć, a nie od ich wartości rzeczywistych, możliwe jest wzorcowanie osiągające niepewność względną rzędu 10^{-7} .

3. Wzorce odniesienia

Wzorce odniesienia wysokich rezystancji w laboratorium to rezystory produkcji ZSRR oraz MiL. Są to rezystory drutowe wykonane ze stopów typu manganin. Konstrukcja zabezpiecza je przed zmianami temperatury oraz zapewnia małe wartości współczynników korekcyjnych.

Stosowane w GUM wzorce wysokich rezystancji typu: „P4013”, „P4023”, „P4033”, „P4085” są rezystorami odniesienia dzięki powiązaniu wartości rezystora 1 MΩ z państwowym wzorcem jednostki miary rezystancji.

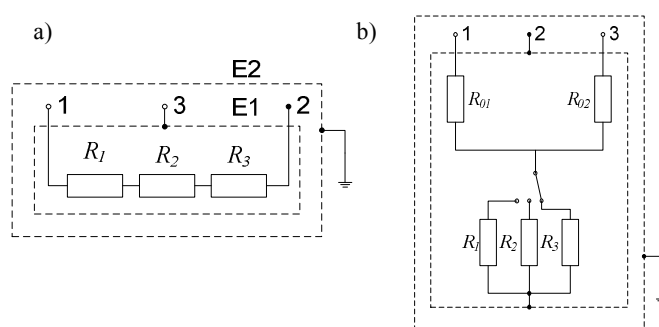
Konstrukcję rezystorów (rys. 2a) o wartościach nominalnych 1 MΩ ÷ 100 MΩ oparto o układ trzech elementów rezystancyjnych – główny rezystor (R_1) wykonany z drutu rezy-

stacyjnego o niewielkim przekroju w izolacji szklanej, podobny rezystor dopasowujący (R_2) oraz regulacyjny (R_3). Układ umieszczono w podwójnym ekranie – ekran wewnętrzny (E1) zapobiega upływowi ładunku, oraz ekran zewnętrzny (E2), zabezpiecza przed zakłóceniami zewnętrznymi.

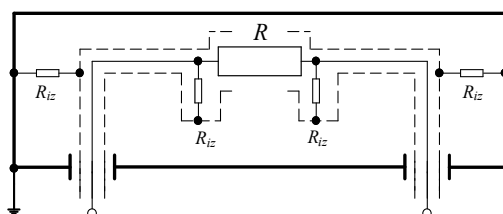
Konstrukcję rezystorów „P4085” (rys. 2b) wymusza trudność wykonania rezystorów wysokiej dokładności o wartości $> 1 \text{ G}\Omega$. Przekształcając one napięcie wejściowe na prąd. Rezystory R_{01} i R_{02} o wartościach ok. $500 \text{ M}\Omega$ są głównymi rezystorami układu. Z rezystorami $R_1 \approx 25 \text{ M}\Omega$, $R_2 \approx 2,5 \text{ M}\Omega$, $R_3 \approx 250 \text{ k}\Omega$ w układzie gwiazdy („T”) tworzą imitator rezystancji $10 \text{ G}\Omega$, $100 \text{ G}\Omega$, $1 \text{ T}\Omega$ [4]. Wartości rezystorów R_1 , R_2 , R_3 zapewniają rezystancję układu bliską nominalnej. Po transfiguracji układu „T” w trójkąt („II”) rezystancja R_{12} między zaciskami 1 i 2 wynosi

$$R_{12} = R_{01} + R_{02} + \frac{R_{01} \cdot R_{02}}{R_x} = R_{01} + R_{02} \cdot \left(1 + \frac{R_{01}}{R_x} \right) \quad (3)$$

gdzie R_x oznacza rezystor R_1 , R_2 lub R_3 .



Rys. 2. Konstrukcja rezystorów typu a) „P4013;23;33”, b) „P4085”



Rys. 3. Konstrukcja wewnętrzna rezystorów typu 9331G

Wzorcami odniesienia są też rezystory MiL typu 9331G, posiadające pojedynczy ekran i rezystancję $< 100 \text{ M}\Omega$, o stabilności czasowej $(5 \div 25) \text{ ppm/rok}$ dla wartości $1 \text{ M}\Omega \div 100 \text{ M}\Omega$. Rozszerzeniem ich zakresu są rezystory 9331G ($100 \text{ M}\Omega \div 100 \text{ T}\Omega$). Ich budowę pokazuje rys. 3. Są one hermetycznie zamknięte, z opcją wbudowanego czujnika temperatury i osobnymi ekranami obu stron rezystora.

4. Problemy pomiarowe

Pomiary wysokich rezystancji wykonywane są przy niskich prądach pomiarowych – pomiar rezystora $1 \text{ G}\Omega$ przy napięciu 1 kV wymaga prądu $1 \mu\text{A}$, a przy napięciu 100 V –

– 0,1 μA . Przy pomiarze należy eliminować wszelkie możliwe zakłócenia oraz właściwie ekranować wzorce i przewody.

Głównym problemem przy pomiarze rezystorów wysokoomowych jest eliminacja upływności izolacji. Często stosowana jest mało podatna na procesy starzeniowe izolacja szklana lub polimerowa w szczelnie zamkniętej obudowie. Istotna jest jakość przewodów. Narażenia mechaniczne powodują ich szybką degradację.

Metodą minimalizacji upływności izolacji jest połączenie ekranu przewodu „high” i wewnętrznego ekranu do potencjału pomiarowego [5]. Prąd upływności to

$$I_{iz} = \frac{V_A - V_B}{R_{iz}} \quad (4)$$

gdzie V_A , V_B – potencjał żyły przewodzącej i ekranu, R_{iz} – rezystancja izolacji. Prąd upływu $I_{iz} \rightarrow 0$ przy $(V_A - V_B) \rightarrow 0$, co pozwala zapobiec upływowi ładunku przez izolację zdegradowaną przez efekty starzenia i uszkodzenia mechaniczne.

Podłączenie ekranu do wysokiego potencjału pomiarowego zmniejsza błąd o kilka rzędów wielkości.

5. Podsumowanie

Wzorcowanie rezystorów wysokich rezystancji wymaga zmierzenia się z problemami specyficznymi dla pomiarów bardzo niskich prądów. Kluczowym zagadnieniem staje się minimalizacja wpływu upływności izolacji. Dzięki specjalnemu sposobowi ekranowania przewodów oraz rezystorów, a także dzięki specjalnym rozwiązaniom konstrukcyjnym przyrządów pomiarowych, możliwe jest zmniejszenie udziału tego zjawiska w niepewności wyników.

Literatura

- [1] D. Domańska-Myśliwiec, M. Mosiądz, L. Snopek: *Od kwantowego efektu Halla do rezystora wzorcowego – system przekazywania jednostki miary*. PAK nr 9 (2007), s. 78-81.
- [2] R. E. Elmquist, N. M. Zimmerman, W. H. Huber: *Using a high-value resistor in triangle comparisons of electrical standards*. IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement 52 (2003), s. 590-593.
- [3] T. B. Roždestvenskaja, W. L. Žutovskij: *Miery bol'sogo soprotivlenija*. Izmeritel'naja Tehnika nr 3 (1968).
- [4] P. Madej: *Analiza niepewności pasywnego wzorca imitującego bardzo duże rezystancje*. PAR nr 10 (2006), s. 72-77.
- [5] M. Lisowski: *Pomiary rezystywności i przenikalności elektrycznej dielektryków stałych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.

Odtwarzanie jednostki miary indukcyjności z wykorzystaniem komparatora *RLC* przy częstotliwości 1 kHz

Jolanta Jursza, Maciej Koszarny, Adam Ziółek

Główny Urząd Miar, Zakład Elektryczny, Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych

Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych GUM posiada kilka zestawów wzorców odniesienia, z których wybrane elementy są wzorcowane w laboratoriach referencyjnych. Laboratorium doskonali swoje metody pomiarowe poprzez powiązanie ze sobą wielkości elektrycznych i uzyskiwanie jak najdokładniejszych wyników pomiarów. Przy użyciu automatycznego komparatora *RLC* istnieje możliwość odtworzenia jednostki indukcyjności za pośrednictwem wzorca jednostki pojemności elektrycznej. Dzięki zastosowaniu systemu *RLC* laboratorium będzie mogło ograniczyć ilość wzorcowań w laboratoriach referencyjnych, a jednocześnie częściowo wyeliminować niepożądany wpływ transportu na wzorce. Stabilność temperatury wzorców jest kluczowym składnikiem niepewności, mającym istotny wpływ na najlepszą możliwość pomiarową, dlatego kolejnym etapem rozwoju laboratorium będzie wyposażenie wzorców w indywidualne termostaty.

The realization of the inductance unit using the *RLC* comparator at 1 kHz

The Electrical Quantities Standards Laboratory of the Central Office of Measures has several sets of standards. Some of them are calibrated in reference laboratories. The Laboratory improves measurement methods by establishing relationships between standards of electrical quantities and obtains the most accurate measurement results. By using an automatic *RLC* comparator, it is possible to obtain the relation between inductance and capacitance units. With the *RLC* system, the laboratory will be able to limit the number of calibrations in reference laboratories and partially eliminate the undesirable transportation impact on the standards. The instability of temperature of standards is the main source of uncertainty which affects the best measurement capabilities. Therefore, in the next stage of the laboratory development, the standards will be equipped with individual thermostats. The measurement results of inductance standards 1482-L-type with nominal values of 100 mH confirmed that the *RLC* comparator type 2100 is a device which allows the optimization of measurements.

1. Wstęp

W Głównym Urzędzie Miar, w Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych przechowywany jest państwowy wzorzec indukcyjności. Stanowi go grupa czterech cewek indukcyjnych typu 1482-H, firmy General Radio, o wartości nominalnej 10 mH, umieszczonych w powietrznym termostacie stacjonarnym. Laboratorium posiada również grupy wzorców odniesienia. Wzorce te są okresowo wzorcowane w jednym z laboratoriów uznanych za referencyjne (NPL w Wielkiej Brytanii lub PTB w Niemczech).

Wartością poprawną wzorca państwowego jest wartość średnia indukcyjności z wartości poszczególnych elementów grupy. Wzorcowanie jest procesem długotrwałym, wymagającym czasu na ustalanie się charakterystyk metrologicznych wzorców. Warunki termiczne, występujące podczas transportu mogą w sposób trwały zmienić wartość wzorca, co wpływa niekorzystnie na niepewność związaną z wyznaczoną wartością poprawną. Jednym z rozwiązań może być zastąpienie termostatu stacjonarnego termostatami indywidualnymi dla każdego wzorca z grupy, z możliwością ich bateryjnego zasilania podczas transportu. Jednak metodą radykalnie zmieniającą podejście do odtwarzania jednostki indukcyjności

jest jej odtwarzanie na podstawie wzorców i przyrządów dostępnych w Laboratorium, bez pośrednictwa laboratoriów referencyjnych.

2. Metody pomiarowe

Pomiar indukcyjności może być wykonywany na kilka sposobów. Jednym z nich jest pomiar indukcyjności w odniesieniu do wzorca pojemności elektrycznej. W Laboratorium od lat 80-tych do takich pomiarów stosowany był komparator $L-C$, wykonany na Politechnice Wrocławskiej, pod kierunkiem prof. Andrzeja Mućka. Komparator ten ma ograniczony zakres pomiarowy oraz dosyć skomplikowaną procedurę uzyskiwania wyniku, dlatego do pomiarów stosowano również mostek cyfrowy typu 1689M.

Od roku 2007, w laboratorium przeprowadzane są pomiary indukcyjności z wykorzystaniem automatycznego systemu przenoszenia jednostek R , C i L . Jest to system RLC typu 2100, składający się z dwóch komparatorów: sinusoidalnego (współfazowo – przeciwfazowego) oraz kwadraturowego, które umożliwiają przenoszenie jednostek tego samego rodzaju ($R-R$, $C-C$, $L-L$, $C-L$) oraz ortogonalnych do siebie ($R-C$).

System pozwala na przeprowadzanie porównań parametrów wzorców jednostek miar przy różnych stosunkach impedancji przy dowolnej wartości parametru dodatkowego (tangensa kąta fazowego i tangensa kąta stratności), ale także umożliwia przekazanie wartości tych jednostek od odpowiednich wzorców pierwotnych do wzorców miar wielkości fizycznych.

Laboratorium posiada zestaw termostatyzowanych wzorców pojemności i rezystancji CA-5200RC, dla których zapewnione jest utrzymanie temperatury ze stałością ok. 0,002 °C/dobę oraz przyrządy pomiarowe o wysokiej dokładności, pozwalające na wyznaczenie wartości poprawnych tych wzorców z odpowiednio małą niepewnością pomiaru, dlatego możliwości systemu RLC są szczególnie cenne przy przenoszeniu jednostki indukcyjności w oparciu o pojemność elektryczną.

System RLC umożliwia przeprowadzanie porównań przy częstotliwościach 1,592 kHz i 1 kHz. Przekazywanie jednostki $C \rightarrow L$ przy częstotliwości 1 kHz, wykonywane jest od wzorców pojemności z przedziału 2,5 nF ÷ 250 nF do wzorców indukcyjności 10 mH ÷ 1 H, przy wykorzystaniu komparatora sinusoidalnego. System RLC stanowi generator napięcia sinusoidalnie zmiennego U_0 , komparator kwadraturowy oraz sinusoidalny, obwód kalibracji i woltomierz wektorowy. System sterowany jest przy pomocy komputera klasy PC. W przypadku porównania ze sobą wzorca o charakterze reaktancyjnym z wzorcem rezystancji wykorzystywany jest komparator kwadraturowy. W tym przypadku pozwala on na wyznaczenie wartości impedancji mierzonej Z_x oraz jej parametrów w odniesieniu do wzorca rezystancji, dzięki wykorzystaniu w konstrukcji komparatora układów generujących napięcia testowe, przesunięte o kąt $\pi/4$. Za dokładność generowania napięć odpowiada układ kalibracji. Pozwala on na wyznaczenie poprawek związanych ze zmianami fazy napięć w układzie oraz amplitudy generowanego napięcia.

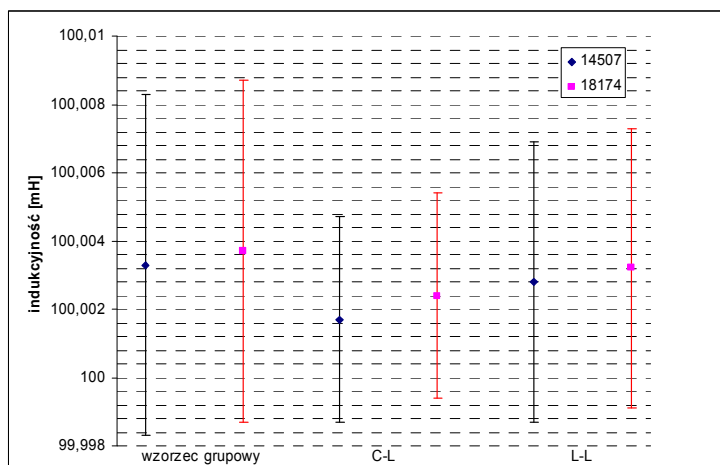
W przypadku porównań wartości elementów o charakterze zbliżonym do reaktancyjnego wykorzystywany jest komparator sinusoidalny. Układ ten stanowi mostek transformatorowy, który może pracować w konfiguracji synfazowej (porównanie $C-C$, $L-L$) jak i w układzie przeciwfazowym (porównanie $C-L$).

Równoważenie komparatorów sterowane jest komputerowo. Detektorem równowagi w przypadku systemu RLC jest wspólny dla obu komparatorów wektorowy woltomierz cyfrowy. Błędy porównania parametru głównego w przedziałach podstawowych wy-

noszą poniżej 0,0001 %. Niepewność przenoszenia jednostki $C \rightarrow L$ jest mniejsza niż 10×10^{-6} . Wartości poprawne wykorzystywanych wzorców pojemności wyznaczone są tuż przed dokonywaniem operacji przenoszenia jednostki, z wykorzystaniem precyzyjnego mostka C.

3. Wyniki

Po wzorcowaniu cewek indukcyjnych o wartościach nominalnych 1 mH, 10 mH, 100 mH i 1 H w PTB w 2005 roku, wyznaczono wartości odpowiednich grup wzorców (L_{gr}) dla 1 kHz, które przyjęto następnie jako stałe. To pozwala wyznaczać wartości poszczególnych wzorców indukcyjności (L_s), przy wykorzystaniu metody wzorca grupowego, przez okresowe wzorcowanie w GUM. Na rysunku przedstawiono przykładowe porównanie wartości poprawnych, dla dwóch wzorców indukcyjności o wartościach nominalnych 100 mH, uzyskanych z metody wzorca grupowego (odniesienie do wzorcowania wzorca w PTB) oraz z pomiarów na komparatorze sinusoidalnym.



Rys. 1. Wyniki wartości poprawnych otrzymanych różnymi metodami pomiarowymi

W maju 2007 roku laboratorium wzięło udział w międzynarodowym porównaniu wzorców indukcyjności 100 mH EUROMET EM.S26. W czasie pomiarów wykorzystywano m.in. system RLC , korzystając z możliwości wyznaczenia indukcyjności na podstawie pojemności elektrycznej oraz wzorców odniesienia indukcyjności. W laboratorium niepewność względna pomiaru została oszacowana na poziomie 36×10^{-6} .

Zgodnie ze wstępnym raportem, laboratorium uzyskało wynik różniący się jedynie o około 7×10^{-6} od wyniku odniesienia ($E_n = -0,1$), czym potwierdziło swoje kompetencje techniczne i zadeklarowane możliwości pomiarowe z bardzo dobrym rezultatem. Jednocześnie uzyskało niezależne potwierdzenie danych przyrządu deklarowanych przez producenta systemu RLC .

Wartość 100 mH odtwarzana była z kondensatora z zestawu CA-5200RC o wartości 25 000 pF z dołączoną wartością 333 pF z dekady, której niepewność była na poziomie znacznie wpływającym na wartość całkowitej niepewności odtwarzania jednostki pojemności. Dzięki zastosowaniu kondensatorów ceramicznych o zerowym współczynniku temperaturowym (NP0, C0G), wartość 333 pF uzyskana została z niższą niepewnością w porównaniu z przyjętą w komparacji.

4. Podsumowanie

Przedstawiono wyniki pomiarów wzorców indukcyjności typu 1482-L o wartości nominalnej 100 mH dla 1 kHz, otrzymane przy pomocy różnych metod pomiarowych. Potwierdziły one, że komparator *RLC*, typ 2100 jest urządzeniem umożliwiającym optymalizację pomiarów. Laboratorium prowadzi dalsze badania, które mają na celu uzyskanie coraz niższych wartości niepewności pomiaru. Dzięki zastosowaniu systemu *RLC*, laboratorium będzie mogło ograniczyć ilość wzorcowań w laboratoriach referencyjnych, a jednocześnie częściowo wyeliminować niepożądany wpływ transportu na wzorce. Stabilność temperatury wzorców jest kluczowym składnikiem niepewności, mającym istotny wpływ na najlepszą możliwość pomiarową, dlatego kolejnym etapem rozwoju laboratorium będzie wyposażenie wzorców w indywidualne termostaty.

W planach naszego laboratorium jest realizacja przekazywania jednostki *R - C*, z wykorzystaniem państwowego wzorca oporu elektrycznego, co zapewne znacznie poprawi niepewność pomiaru wzorca pojemności elektrycznej.

Literatura

- [1] A. Muciek: *A Combined Transformer Bridge for Precise Comparison of Inductance with Capacitance*. IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. IM32 (1983), s. 419-422.
- [2] A. Muciek, J. Jursza, J. Rzepakowska, A. Tarłowski: *Precyzyjna komparacja wzorców indukcyjności z wzorcami pojemności za pomocą mostka transformatorowego*. Materiały Konferencji PPM'05, s. 45-52.
- [3] M. Surdu, A. Lameko, A. Tarłowski, R. Rzepakowski: *Utworzenie optymalnej bazy wzorców w dziedzinie pomiaru parametrów impedancji zespolonych*. PAR nr 9 (2007).
- [4] M. Surdu, A. Lameko, I. Karpov, M. Klonz, A. Koffman, J. Kinard, A. Tarłowski: *Bridges for the realization of the units and build-up of the scale for electrical resistance, capacitance and inductance*. Konferencja CPEM 2006, Turyn, s. 520-521.

Porównanie transferu czasu metodą GPS CV i metodą dwukierunkową z zastosowaniem włókien światłowodowych

Albin Czubla, Roman Osmyk, Piotr Szterk

Główny Urząd Miar, Zakład Elektryczny, Laboratorium Czasu i Częstotliwości

W niniejszym referacie przedstawiono najnowsze wyniki badań prowadzonych w Głównym Urzędzie Miar, we współpracy z Telekomunikacją Polską S.A. i Akademią Górniczo-Hutniczą, badań nad precyzyjną transmisją czasu przez włókna światłowodowe. W wyniku uruchomienia pomiędzy GUM i TP S.A. stałego operacyjnego łącza światłowodowego z zaimplementowaną dwukierunkową metodą transferu czasu i dzięki pozostawieniu, jako metody zapasowej, metody GPS CV prowadzone są ciągłe porównania wyników pomiarów uzyskanych z obu tych metod. Pozwala to na stałą weryfikację i dodatkową ocenę dokładności metody GPS CV, która pozostaje metodą podstawową w przypadku pozostałych łączy do transferu czasu pomiędzy GUM a instytucjami uczestniczącymi w ciągłych krajowych porównaniach atomowych wzorców czasu i częstotliwości. Badania te są również bardzo ważne w perspektywie planów tworzenia krajowej światłowodowej sieci porównań zegarów atomowych.

Comparison of time transfer with usage of GPS CV method and two-directional method with application of optical fibers

In this paper there are presented the newest results of investigation carried on at the Central Office of Measures (GUM – Główny Urząd Miar) in cooperation with the Polish Telecom (TP S.A. – Telekomunikacja Polska S.A.) and AGH Technical University (AGH – Akademia Górniczo-Hutnicza), in the scope of precise time transfer over optical fibers. Since December 2008, the permanent operational optical link with implemented two-directional time transfer method has been run between GUM and TP S.A. Due to leaving GPS CV method as a backup, there are carried on continuous comparisons of measurement results obtained with the use of both methods. This allows to verify continuously the accuracy of the GPS CV method, which is the basic method of the time transfer in the case of the remaining time transfer links between GUM and the institution participating in continuous national comparisons of atomic time and frequency transfer. The obtained metrological characteristics of the two-directional time transfer over optical fibers are much better than in the case of GPS CV method. It was confirmed that the instability of internal delay in GPS CV time transfer system is due to different types of GPS antennas and types of internal conditioning. The optical method can be used for remote calibration of GPS CV time transfer systems. Such investigations are also very important in the context of creation of the national optical fiber net of atomic clock comparisons.

1. Wstęp

Uruchomienie od grudnia 2008 roku operacyjnego łącza światłowodowego pomiędzy Głównym Urzędem Miar (GUM) i Telekomunikacją Polską S.A. (TPSA), wykorzystujące dwukierunkową transmisję sygnałów czasu było poprzedzone prawie 3-letnim okresem różnorodnych testów i prób nad precyzyjną transmisją czasu przez włókna światłowodowe [1-2]. Dzięki równoległemu pozostawieniu, jako metody zapasowej, metody GPS CV prowadzone są ciągłe porównania wyników pomiarów uzyskanych z obu tych metod. Pozwala to na dokonanie weryfikacji i dodatkowej oceny dokładności metody GPS CV.

2. Metoda GPS CV (Common-View)

Przy wykorzystaniu do transferu czasu jednoczesnej obserwacji, prowadzonych przez różne laboratoria, tych samych satelitów systemu GPS, redukuje się stosunkowo mało dokładny czas realizowany na danym satelicie i uzyskuje z dużą dokładnością różnicę wskazań $z_1 - z_2$ odległych nawet zegarów

$$z_1 - z_2 = \{Zeg_1 - GPS\}_{Lab_1} - \{Zeg_2 - GPS\}_{Lab_2} \quad (1)$$

Znajomość dokładnej pozycji anteny oraz opóźnień wnoszonych przez poszczególne elementy systemu pozwala na uzyskanie różnicy porównywanych zegarów (skal czasu) na poziomie niepewności standardowej ok. 5 ns.

3. Dwukierunkowa transmisja czasu poprzez włókna światłowodowe

Istotą dwukierunkowej transmisji czasu poprzez włókna światłowodowe jest przesyłanie przez tę samą linię światłowodową, ale w przeciwnych kierunkach, sekundowych sygnałów czasu z dwu zegarów, znajdujących się na przeciwległych końcach linii. Różnica wskazań porównywanych zegarów, przy znajomości opóźnień Op_1 i Op_2 wnoszonych przez układy przetwarzające i doprowadzające sygnały sekundowe na wejścia czasomierzy wyznaczana jest wg wzoru:

$$z_1 - z_2 = \frac{TIC(1) - TIC(2)}{2} - \frac{Op_1 - Op_2}{2} \quad (2)$$

gdzie: z_1, z_2 – wskazania zegarów, $TIC(1), TIC(2)$ – wskazania czasomierzy, Op_1, Op_2 – opóźnienia.

Zaletą tej metody jest wysoka jej precyzja, stabilność opóźnień urządzeń i układów umieszczonych po obu końcach linii, oraz szybkość uzyskania wiarygodnego wyniku pomiaru (wystarczy kilkusekundowy wspólny pomiar na obu końcach linii). Wadą jej z kolei jest m.in. konieczność wzmacniania sygnałów optycznych przy transmisji na większe odległości, powyżej 100 km, czy dyspersja chromatyczna.

4. Porównanie obu metod

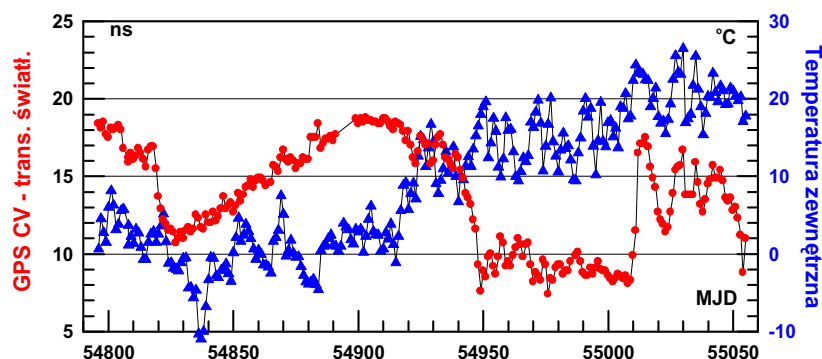
Wspólne pomiary były prowadzone od grudnia 2008 do sierpnia 2009. W przypadku metody GPS CV pomiary były rejestrowane co 16 minut, a w przypadku dwukierunkowej transmisji czasu przez światłowód – co 15 minut.

5. Kalibracja

Przy kalibracji systemu do dwukierunkowej transmisji czasu przez światłowód, tzn. wyznaczaniu opóźnień transmisji impulsowego sygnału elektrycznego i optycznego, łącznie uzyskano niepewność rozszerzoną kalibracji na poziomie ok. 0,6 ns (przy poziomie ufności ok. 95 %), podczas gdy przy kalibracji systemów do transferu czasu metodą GPS CV typowo uzyskuje się niepewność rozszerzoną co najmniej równą 10 ns.

6. Wyniki pomiarów

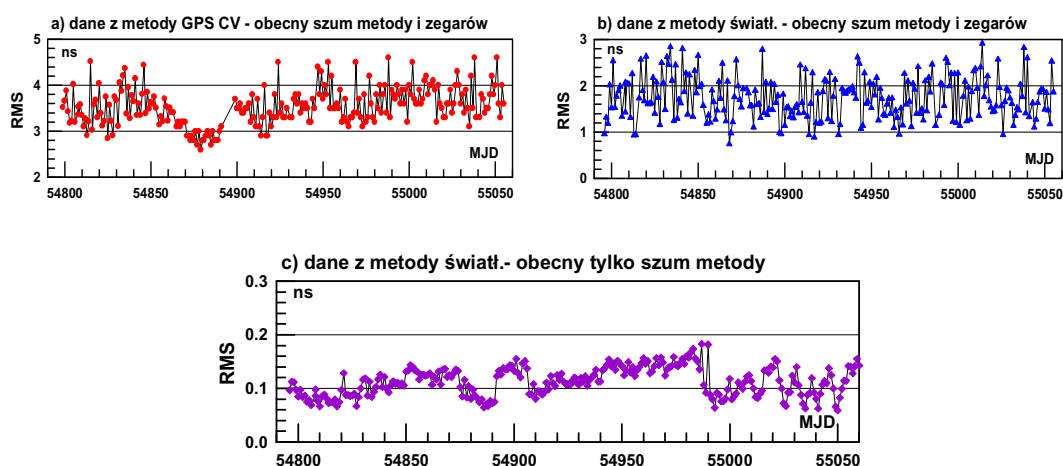
Różnice wyników pomiarów UTC(PL)-ZGO uzyskanych obu metodami na przestrzeni 9-ciu miesięcy obserwacji wahają się w granicach od 7,4 ns do 18,8 ns (rys. 1).



Rys. 1. Różnice średnich dobowych wartości UTC(PL)-ZGO uzyskanych z metody GPS CV i metody światłowodowej (krzywa z punktami) w porównaniu ze średnimi dobowymi wartościami temperatury zewnętrznej (krzywa z trójkątami). MJD oznacza zmodyfikowany dzień juliański (Modified Julian Date)

Obserwowany zakres zmian tej różnicy (11,4 ns) wynika prawdopodobnie z zastosowania różnego typu anten GPS i różnego sposobu stabilizacji ich temperatury. Wpływ mogą mieć też wahania temperatury w pomieszczeniach z badanymi systemami do transferu czasu.

Analiza dopasowania prostych regresji przy wyliczaniu średnich dobowych pozwala wyznaczyć szum wnoszony przez poszczególne metody (rys. 2). Przyjmując RMS, pierwiastki ze średnich błędów kwadratowych wyliczonych dla danych pomiarowych za miarę szumu, wyraźnie widoczne jest, że największy szum występuje w metodzie GPS CV i szum samej metody (ok. 2 ns) jest porównywalny z szumem zegara ZGO względem UTC(PL) (również ok. 2 ns), natomiast w przypadku porównań światłowodowych szum samej metody typowo nie przekracza 0,2 ns.



Rys. 2. Pierwiastek ze średnich błędów kwadratowych (RMS) dopasowania prostych regresji przy wyliczaniu średnich dobowych UTC(PL)-ZGO dla danych z metody GPS CV (a) i z metody światłowodowej (b) oraz przy wyznaczaniu wartości opóźnienia linii światłowodowej (c)

7. Podsumowanie

Z przeprowadzonych badań wynika, że dwukierunkowa transmisja sygnałów czasu poprzez światłowód jest bardzo perspektywiczną, precyzyjną metodą transferu czasu i może być zastosowana do zdalnej kalibracji i monitorowania opóźnień wewnętrznych systemów do transferu czasu metodą GPS CV, a w przeszłości również i do kalibracji i monitorowania opóźnień wewnętrznych innych satelitarnych metod transferu czasu.

Literatura

- [1] A. Czubla, J. Konopka, M. Górnik, W. Adamowicz, J. Struś, T. Pawszak, J. Romsicki, M. Lipiński, P. Krehlik, Ł. Śliwczyński, A. Wolczko: *Comparison of precise time transfer with usage of multi-channel GPS CV receivers and optical fibers over distance of about 3 km*. Proc. 38th Annual Precise Time and Time Interval (PTTI) Systems and Time Applications Meeting, Reston, VA, USA, (2006).
- [2] A. Czubla, J. Konopka, M. Górnik, W. Adamowicz, J. Struś, J. Romsicki, M. Lipiński, P. Krehlik, Ł. Śliwczyński, A. Wolczko: *Dwukierunkowa transmisja sygnałów czasu poprzez światłowód*. PAK, 53 bis (2007), nr 9/2007, s. 289-292.

Zmodernizowane stanowisko Państwowego Wzorca Jednostki Kąta Płaskiego

Joanna Przybylska

Główny Urząd Miar, Zakład Długości i Kąta, Laboratorium Kąta

Państwowy wzorzec jednostki kąta płaskiego, znajdujący się w Głównym Urzędzie Miar, tworzą dwa stanowiska pomiarowe. Przeprowadzona w ostatnich latach modernizacja objęła jedno z tych stanowisk. Zakupiono nowe przyrządy pomiarowe, zmieniona została także metoda pomiaru. Modernizacja umożliwiła rozszerzenie zakresu usług wykonywanych na stanowisku państwowego wzorca oraz znaczne zmniejszenie wartości niepewności pomiaru. Przed wprowadzeniem do eksploatacji zmodernizowanego stanowiska wykonano szereg badań, wynikiem których było m.in. określenie składowych budżetów niepewności i ich wartości, zarówno dla pryzm wielościennych, jak i dla płytek kątowych przywieralnych. Na przełomie 2008 i 2009 roku na zmodernizowanym stanowisku wykonane zostały pomiary wzorców kąta w ramach porównań międzynarodowych SIM.L-K3/2008. Udział w porównaniach międzynarodowych, zakończony wynikiem pozytywnym, jest warunkiem koniecznym do dokonania zmian w tabeli CMCs.

Modernized station of the National Standard of Plane Angle Unit

The National Measurement Standard of Plane Angle Unit, which is located in the Central Office of Measures, consists of two measuring stations. Recently the station for reproducing the round angle has been modernized. The new measuring instruments were bought and the measuring method was changed. After modernization, the uncertainty of measurements is smaller and not only optical polygons could be measured with it. Before introducing into service, many investigations had been done. They allowed to determine, among others, the components, with the values, of the uncertainty budgets for measurements of optical polygons and angle gauges. In December 2008 and in January 2009 the measurements of one optical polygon and four angle gauges were done within the international project SIM.L-K3/2008. Taking part in such intercomparisons, with positive results, is necessary for changing the data in the CMCs table.

1. Wstęp

W Głównym Urzędzie Miar utrzymywany jest państwowy wzorzec jednostki kąta płaskiego, który tworzą dwa stanowiska pomiarowe – stanowisko pomiarowe do odtwarzania jednostki w zakresie kąta pełnego oraz stanowisko pomiarowe do odtwarzania jednostki w zakresie do 40' (tzw. generator małych kątów). Głównym tematem niniejszej pracy jest zaprezentowanie stanowiska umożliwiającego realizację pełnego obrotu, przed i po modernizacji. Pokróćce omówiony zostanie generator małych kątów.

2. Stanowiska państwowego wzorca jednostki kąta płaskiego. Generator małych kątów

Generator małych kątów jest stanowiskiem pomiarowym realizującym odtwarzanie jednostki kąta płaskiego w zakresie do 40' z rozdzielczością 0,01". Generator, działa na zasadzie liniału sinusowego. Poziomy liniał powierzchniowy oparty jest na dwóch podporach – stałej i ruchomej. Wielkość przemieszczenia podpory ruchomej mierzona jest za pomocą interferometru laserowego. Za pomocą generatora małych kątów wzorcowane są autokolimatory fotoelektryczne oraz poziomnice elektroniczne o dużej rozdzielczości (małych wartościach działki elementarnej).

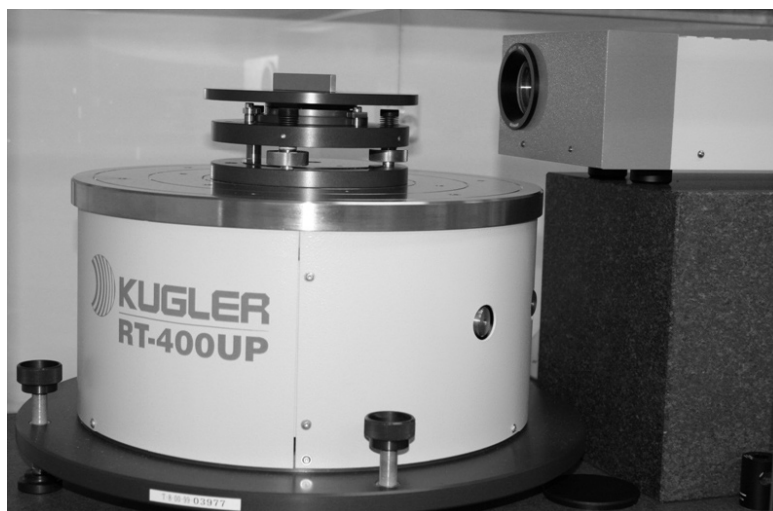
3. Stanowisko do odtwarzania jednostki kąta płaskiego w zakresie pełnego obrotu – przed modernizacją

Stanowisko do odtwarzania jednostki kąta płaskiego w zakresie pełnego obrotu, przed modernizacją, składa się z dwóch mikroskopów fotoelektrycznych oraz stołu obrotowego. Jeden z mikroskopów nie zmienia swojego położenia w trakcie całego pomiaru, drugi z mikroskopów, po każdej kolejnej serii pomiarów, jest obracany o kąt równy kątowi nominalnemu wzorcowanej pryzmy wielościennej. Program komputerowy oblicza wartości błędów kątów pomiarowych w odniesieniu do pierwszej powierzchni pomiarowej tzw. metodą Cooka, opisaną szczegółowo w [1].

Na stanowisku możliwe jest wykonywanie wzorcowania wyłącznie pryzm wielościennej. Najmniejsza możliwa do uzyskania rozszerzona niepewność pomiaru pryzm wynosi $0,36''$ (przy $k = 2$). Na ostateczną wartość niepewności złożonej składa się odchylenie kwadratowe średniej, składnik związany z dryftem szczeliny pomiarowej, składnik związany z wzorcowaniem mikroskopów oraz składnik związany z płaskością poszczególnych powierzchni pomiarowych pryzmy.

4. Stanowisko do odtwarzania jednostki kąta płaskiego w zakresie pełnego obrotu – po modernizacji

Stanowisko do odtwarzania jednostki kąta płaskiego w zakresie pełnego obrotu, po modernizacji, składa się z autokolimatora fotoelektrycznego o bardzo wysokiej rozdzielczości i precyzyjnego stołu obrotowego z łożyskowaniem powietrznym. Ogólny widok stanowiska przedstawiony jest na rysunku 1.



Rys. 1. Widok stanowiska do odtwarzania jednostki kąta płaskiego po modernizacji

Pryzmy wielościenne wzorcowane są przy wykorzystaniu tzw. metody rozetowej. Polega ona na tym, że wykonuje się tyle serii pomiarowych, ile powierzchni pomiarowych liczy wzorcowana pryzma. Po każdej kolejnej serii pryzma obracana jest tak, aby pomiary rozpoczynały się od następnej powierzchni pomiarowej pryzmy. Po wykonaniu wszystkich serii pomiarowych dane zebrane z autokolimatora przesyłane są do programu obliczającego wyniki pomiarów.

Płytki kątowe przywieralne wzorcowane są w odmienny sposób. W tym przypadku wykonuje się zawsze cztery serie pomiarowe: po dwie serie dla każdego kierunku obrotu, dla dwóch różnych położań płytki na stoliku pomiarowym.

5. Składniki budżetu niepewności pomiaru pryzm wielościennych i płytek kątowych przywieralnych

Podstawowym czynnikiem mającym wpływ na wartość niepewności jest odchylenie kwadratowe średniej. Kolejne składniki pochodzą od rozdzielczości stołu obrotowego i autokolimatora, ze świadectwa wzorcowania autokolimatora oraz od błędów pozycjonowania stołu obrotowego. Pozostałe składniki omówione są poniżej.

6. Wpływ odchylenia od płaskości powierzchni pomiarowych

Kształt powierzchni wpływa na ostateczny wynik pomiaru, jednak trudno jest ustalić ścisłą zależność między tymi wartościami. W GUM dokonano analizy różnic wyników otrzymanych dla poszczególnych powierzchni pomiarowych pryzmy i odpowiadającym tym powierzchniom wartościom odchylenia od płaskości (wartości RMS). Na podstawie uzyskanych danych znaleziono zależność liniową między niepewnością standardową a odchyleniem od płaskości. W ostatecznym budżecie niepewności dla pryzm i płytek kątowych, dla których znane są wartości odchylenia od płaskości, wartość składowej obliczana jest indywidualnie. Dla pryzm i płytek, dla których nieznana jest wartość odchylenia od płaskości, przyjmuje się wartości największe z dotychczas uzyskanych.

7. Wpływ piramidalności powierzchni pomiarowych

Poza parametrem, jakim jest odchylenie od płaskości powierzchni pomiarowej, wyznaczana jest także wartość piramidalności powierzchni pomiarowych. Jej wpływ na wynik pomiaru jest trudny do ujęcia pod postacią matematycznej zależności. Opierając się na doświadczeniach innych instytucji metrologicznych oraz na informacjach zawartych w artykułach [2] i [3], przeprowadzono badania zmierzające do oszacowania wartości tej składowej budżetu niepewności. W trakcie badań rejestrowano wskazania X autokolimatora przy pochylaniu stołu obrotowego w zakresie $\pm 150''$.

8. Wpływ niecentryczności

Kolejnym czynnikiem mającym wpływ na wynik pomiaru jest niecentryczne położenie obiektu wzorcowanego w odniesieniu do osi optycznej autokolimatora. Celem zbadania i oszacowania wartości tej składowej wykonano dodatkowe badania, wykorzystując do tego celu płytki kątowe. Do wykonania pomiarów wykonano specjalne przesłony na obie powierzchnie pomiarowe, tak aby można było zebrać dane oddzielnie z różnych obszarów.

9. Niepewność rozszerzona

Po uwzględnieniu wartości wszystkich składowych, wybranych dla obiektu o najlepszych parametrach, otrzymano wartości rozszerzonej niepewności, przy $k = 2$, równe $0,07''$, zarówno dla pryzm wielościennych, jak i dla płytek kątowych przywieralnych.

10. Porównania międzynarodowe

W ostatnim okresie laboratorium GUM wzięło udział w porównaniach międzynarodowych SIM.L-K3/2008. Pomiary w GUM przeprowadzone zostały na zmodernizowanym stanowisku. Obiektem porównań była pryzma 12-ścienna oraz cztery płytki kątowe przywieralne. Po otrzymaniu raportu z porównań i przeanalizowaniu wyników podjęta zostanie decyzja o kolejnych działaniach związanych z dalszym doskonaleniem metody wzorcowania pryzm wielościennych i płytek kątowych przywieralnych na zmodernizowanym stanowisku państwowego wzorca jednostki kąta płaskiego. W przypadku uzyskania pozytywnych wyników dokonana zostanie zmiana zapisów w tabeli CMCs dotycząca wzorcowania pryzm wielościennych i płytek kątowych, a stanowisko pomiarowe sprzed modernizacji zostanie wycofane z eksploatacji.

Literatura

- [1] A. H. Cook: *The calibration of circular scales and precision polygons*. British Journal of Applied Physics 5 (1954), s. 367-370.
- [2] O. A. Kruger: *Methods for determining the effect of flatness deviation, eccentricity and pyramidal errors on angle measurements*. Metrologia 37 (2000), s. 101-105.
- [3] J. A. Stone, M. Amer, B. Faust, J. Zimmerman: *Uncertainties In Small-Angle Measurements Systems Used to Calibrate Angle Artifacts*. Journal of Research of the NIST 109 (2004), s. 319-333.

Gazowe materiały odniesienia wykonywane metodami dynamicznymi – zakres i metodyka wytwarzania, budżet niepewności

Dariusz Cieciora, Grzegorz Ochman, Magdalena Kowalczyk, Piotr Kolasiński

Główny Urząd Miar, Zakład Fizykochemii, Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia

Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia Zakładu Fizykochemii Głównego Urzędu Miar dokonuje wzorcowań analizatorów gazów i mieszanin gazowych wykorzystując gazowe materiały odniesienia wykonywane m.in. metodą dynamiczną zgodnie z normą ISO 6145-7:2001 „Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 7: thermal mass-flow controllers”. Metoda ta polega na zmieszaniu dwóch strumieni gazów o znanych wartościach wielkości strumienia. W celu otrzymania żądanych strumieni gazów i utrzymania ich stabilnych wartości wykorzystywane są termiczne kontrolery przepływu (thermal mass-flow controller). Zmieszanie dwóch strumieni gazów dokonuje się w mieszalniku gazów, z którego wychodzi już jednorodna (przy zachowaniu stabilności wielkości przepływu obu strumieni gazów) mieszanina pod ciśnieniem atmosferycznym, którą można wykorzystać do wzorcowania analizatorów gazów lub innych mieszanin gazowych. Niepewność składu wytworzonej mieszaniny zależy m.in. od niepewności składu mieszaniny rozcieńczanej, stabilności i dokładności kontrolerów przepływu oraz stopnia rozcieńczenia.

Gas reference materials prepared by dynamic methods – the range and methodology of production, uncertainty budget

Laboratory of Gas Reference Materials of the Physical Chemistry Department of the Central Office of Measures calibrates gas analyzers and gas mixtures using gas reference materials, which are prepared with the use of the dynamic method in accordance with ISO 6145-7 “Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 7: thermal mass-flow controllers”. This method consists of mixing two streams of gases with known values of the stream. In order to obtain the desired gas flow and maintain their stable values, the thermal mass flow controllers are used. Mixing of the two streams of gas takes place in a mixing chamber, from which emerges a homogeneous (while maintaining the stability of the flow rate of the two streams of gas) mixture at the atmospheric pressure, which can be used for calibration of gas analyzers or other gas mixtures. The uncertainty depends on the uncertainty of composition of the diluted mixture, stability and accuracy of flow controllers and the degree of dilution.

1. Wstęp

Wzorcowe mieszaniny gazowe można wykonywać metodami statycznymi w zbiornikach ciśnieniowych (zgodnie z normą PN-EN ISO 6142:2006) lub metodami dynamicznymi poprzez zmieszanie w kontrolowany sposób gazów (zgodnie z serią norm ISO 6145). Metody dynamiczne pozwalają na uzyskanie mieszanin, które podczas przechowywania w zbiornikach mogłyby zmieniać swoje właściwości oraz pozwalają generować mieszaniny wieloskładnikowe w dużym zakresie zmian zawartości. Jedną z często spotykanych metod dynamicznych jest metoda opisana w normie ISO 6145-7:2001, w której do regulacji strumieni gazowych wykorzystywane są masowe regulatory przepływu. Metoda ta stosowana jest w Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia, Zakładu Fizykochemii, Głównego Urzędu Miar do wzorcowania analizatorów gazów oraz mieszanin gazowych.

2. Wykonywanie mieszanin gazowych zgodnie z normą ISO 6145-7:2001

Norma opisuje procedurę wytwarzania mieszanin gazowych w jednym stopniu rozcieńczenia z zastosowaniem masowych regulatorów przepływu, które regulują niezależne strumienie gazu: rozcieńczanego i rozcieńczającego. W mieszalniku wytwarzana jest jednorodna mieszanina z dwóch strumieni gazu. Metoda ta nie jest bezwzględna i każdy z masowych regulatorów powinien być wzorcowany gazem, którego przepływ będzie mierzył. Sposoby wzorcowania regulatorów opisane są w instrukcjach producentów oraz w normie PN-EN ISO 6145-1:2008. W przypadku niskich stężeń rozcieńczanych gazów wystarczy, aby regulatory masowego przepływu były wywzorcowane azotem.

W Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia używane jest m.in. stanowisko do wzorcowania mieszanin i analizatorów wykorzystywanych do kontroli zanieczyszczeń emisyjnych i imisyjnych powietrza z masowymi kontrolerami przepływu z zakresami pomiarowymi: 20 ml/min, 200 ml/min i 10 l/min.

Pozwalają one na generowanie dowolnej liczby mieszanin o różnej zawartości składników przy zastosowaniu małej ilości wzorców czyli dwóch lub trzech mieszanin wykonanych metodą grawimetryczną i posiadających spójność pomiarową do jednostki masy lub do międzynarodowych wzorców o zawartościach składników gwarantujących ich stabilność. Dla systemów rozcieńczeń występujących przy analizatorach SO₂ i NO/NO_x zakres krotności rozcieńczenia w azocie jest od 0,0002 do 0,1667. Posiadane przez Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia wzorce gazowe i powyższe układy rozcieńczeń pozwalają na wzorcowanie analizatorów i mieszanin gazowych w zakresie (0,1 ÷ 20) ppm dla NO/NO_x i w zakresie (0,1 ÷ 100) ppm dla SO₂. Powyższe zakresy pomiarowe są wystarczające do wykonywania pomiarów w zakresie pomiarów na poziomie zanieczyszczeń powietrza.

3. Obliczanie składu mieszaniny gazowej i niepewności zawartości składników

3.1. Zawartość składnika w mieszaninie gazowej

Ułamek molowy składnika *i* w mieszaninie przedstawia równanie

$$x_i = x_A \frac{q_{V,A}}{q_{V,A} + q_{V,B}} \quad (1)$$

gdzie: x_i – ułamek molowy składnika *i* po rozcieńczeniu, x_A – ułamek molowy składnika *i* przed rozcieńczeniem, zaś $q_{V,A}$, $q_{V,B}$ – strumienie objętościowe gazu rozcieńczanego i rozcieńczającego mierzone w litrach na minutę w warunkach normalnych.

3.2. Szacowanie niepewności zawartości składnika w mieszaninie gazowej

Równanie niepewności zawartości składnika w mieszaninie gazowej ma postać

$$u_c^2(x_i) = \frac{q_{V,A}}{q_{V,A} + q_{V,B}} u(x_A)^2 + \frac{x_A q_{V,B}}{(q_{V,A} + q_{V,B})^2} u(q_{V,A})^2 + \frac{x_A q_{V,A}}{(q_{V,A} + q_{V,B})^2} u(q_{V,B})^2 + u^2(q_n) \quad (2)$$

gdzie: x_A – ułamek molowy składnika i przed rozcieńczeniem, $q_{V,A}$ – strumień objętościowy gazu rozcieńczonego, $q_{V,B}$ – strumień objętościowy gazu rozcieńczającego, $u^2(q_n)$ – niepewność konwersji stosunku strumieni objętościowych na strumienie moli gazów.

Niepewność zawartości składnika w mieszaninie gazowej przed rozcieńczeniem jest podawana przez producenta gazu rozcieńczonego. Jest to niepewność oszacowana w trakcie wykonywania (metodą grawimetryczną) lub wzorcowania mieszaniny gazowej. Strumień objętości gazu rozcieńczonego i rozcieńczającego wyznaczany jest przy pomocy tłokowego kalibratora przepływu. Dla gazów nieagresywnych (N_2 , powietrze syntetyczne, CO, CO_2 , O_2 , H_2 , Ar, He, CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6 , C_3H_8) dokonuje się dziesięciu pomiarów strumienia właściwego gazu kalibratorem przepływu przy danej nastawie masowego kontrolera przepływu. Niepewność strumienia objętościowego wyznaczana jest (zgodnie z prawem propagacji niepewności) jako suma odchylenia standardowego średniej z wykonanych dziesięciu pomiarów strumienia gazu i niepewności kalibratora przepływu. Dla gazów agresywnych (SO_2 , NO, NO_2) i mieszanin gazów dokonuje się dziesięciu pomiarów strumienia azotu kalibratorem przepływu przy danej nastawie masowego kontrolera przepływu i używając gazowego współczynnika zamiany przeliczamy na wartość strumienia danego gazu. Niepewność strumienia objętościowego wyznaczana jest (zgodnie z prawem propagacji niepewności) jako suma odchylenia standardowego średniej z wykonanych dziesięciu pomiarów strumienia azotu, niepewności gazowego współczynnika zamiany i niepewności kalibratora przepływu. Niepewność konwersji stosunku strumieni objętościowych na strumienie moli gazów związana jest z tym, że dla różnych gazów jeden litr gazu zawiera różną ilość moli.

W Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia wykonuje się mieszaniny gazowe poprzez rozcieńczenie składnika gazowego w azocie lub powietrzu syntetycznym. Błąd związany z konwersją strumienia objętościowego na strumień moli gazów jest różnicą pomiędzy objętością jednego mola azotu lub powietrza i składnika, który będzie rozcieńczany. W rezultacie przyjęto następujące wartości niepewności konwersji strumienia objętościowego na strumień ilości moli w rozcieńczeniu dynamicznym:

- dla propanu i ditlenku siarki: $u(q_n) = 2,5 \%$,
- dla etanu, etylenu i ditlenku węgla: $u(q_n) = 1,0 \%$,
- dla metanu, wodoru, argonu, helu, tlenku węgla, tlenku azotu, tlenu: $u(q_n) = 0,5 \%$.

Literatura

- [1] PN-EN ISO 6145-1:2008 – *Analiza gazu – Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych z zastosowaniem dynamicznych metod objętościowych – Część 1: Metody kalibracji.*
- [2] PN-EN ISO 6142:2006 – *Analiza gazu – Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych – Metoda wagowa.*
- [3] ISO 6145-7: 2001 – *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 7: Thermal mass-flow controllers.*
- [4] *Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu.* Dokument EA-4/02, 1999.
- [5] Rozporządzenie ministra środowiska z dnia 5 grudnia 2002 r. w sprawie wartości odniesienia dla niektórych substancji w powietrzu. Dz. U. 03.1.12 z dnia 8 stycznia 2003 r.
- [6] Strona internetowa firmy Bronkhorst: www.fluidat.com.

Modernizacja państwowego wzorca jednostki długości poprzez zastosowanie syntezy częstotliwości

Dariusz Czulek, Robert Szumski

Główny Urząd Miar, Zakład Długości i Kąta, Laboratorium Długości

W referacie omówiono definicje oraz metody praktycznej realizacji jednostki długości. Ponadto w referacie przedstawiono zmodernizowane stanowisko państwowego wzorca jednostki długości. W szczególności opisano budowę, zasadę działania oraz charakterystyki metrologiczne syntezy częstotliwości optycznych. W referacie przedstawiono również metodę obliczeniową oraz zaprezentowano wyniki przykładowych pomiarów przeprowadzonych na zmodernizowanym stanowisku państwowego wzorca jednostki długości.

Modernization of the national standard of length using frequency synthesizer

The definition and methods of the practical realization of the length unit are described. Moreover the modernized station of the national standard of length is discussed. Especially, the working principle of construction and metrological characteristics of the optical frequency synthesizer are presented. The calculational method and exemplary results of measurements with the use of the national standard of length are presented.

1. Wprowadzenie

Poznanie procesów kwantowych zachodzących w atomie pozwoliło na zbudowanie urządzeń do uzyskania spójnego, monochromatycznego światła poprzez jego wzmocnienie (generację) przy wykorzystaniu zjawiska wymuszonej emisji promieniowania, które zachodzi w kryształach, złączach i w gazach. Urządzenia takie, jak np. lasery, działają na zasadzie ww. emisji. Zasada działania lasera opiera się na fakcie, że układ, który wykazuje „ujemną absorpcję” może być wykorzystany jako wzmacniacz lub generator światła. Zatem działanie lasera jest wywołane tzw. akcją laserową polegającą na wzbudzeniu (najczęściej w wyniku pochłaniania promieniowania pochodzącego z obcego źródła, czyli tzw. pompy) niektórych atomów lub jonów odpowiedniej substancji do wyższego metastabilnego poziomu energetycznego. Proces ten nazywa się pompowaniem i pozwala na wyzwolenie energii w postaci kwantów spójnego promieniowania laserowego.

Rozwój techniki laserowej i nowe osiągnięcia w pomiarach częstotliwości optycznych otworzyły możliwość sformułowania nowej definicji metra. W 1983 r. na 17. Generalnej Konferencji Miar (CGPM) jeden metr określono jako długość drogi przebytej w próżni przez światło w czasie $1/299\,792\,458$ sekundy, a Międzynarodowy Komitet Miar (CIPM) ustalił rozszerzoną listę kwantowych źródeł promieniowania zalecanych do praktycznej – „mise en pratique” – realizacji nowej definicji. Lista ta zawiera zarówno promieniowania różnego typu laserów, jak i lamp spektralnych i jest sukcesywnie rozszerzana. Jako że nowa definicja metra nie wskazuje jasno na sposób wykonywania pomiarów długości, została ona uzupełniona przez CIPM o trzy metody praktycznej jej realizacji:

- wykorzystując długość drogi l , którą płaska fala elektromagnetyczna przebywa w próżni w czasie t , wyznaczaną z zależności:

$$l = c_0 \cdot t \quad (1)$$

gdzie: t – mierzony czas, c_0 – prędkość światła w próżni równa 299 792 458 m/s,

- wykorzystując długość płaskiej fali elektromagnetycznej w próżni λ o częstotliwości f , wyznaczaną ze związku:

$$\lambda = \frac{c_0}{f} \quad (2)$$

gdzie: f – mierzona częstotliwość, c_0 – prędkość światła w próżni równa 299 792 458 m/s,

- wykorzystując promieniowania z listy zawartej we wspomnianym wcześniej zaleceniu CIPM, których podane długości fal lub częstotliwości mogą być stosowane do praktycznej realizacji ww. definicji.

2. Państwowy wzorzec jednostki długości

W Głównym Urzędzie Miar, zgodnie z trzecią metodą praktycznej realizacji definicji metra, wykorzystywane jest wysoko stabilne promieniowanie lasera He-Ne stabilizowanego jodem „GUM1”. Stabilność względna tego lasera wynosi $5 \cdot 10^{-11}$. Stabilizacja częstotliwości promieniowania lasera oparta jest na zjawisku absorpcji i wymuszonej emisji przez molekuly jodu $^{127}\text{I}_2$, dla linii widmowej R(127). Współdziałanie poszczególnych elementów lasera wraz z komórką jodową pozwala wygenerować promieniowanie z szeregiem stabilnych częstotliwości w zakresie długości fali w próżni około 633 nm, które odpowiadają strukturze subtelnej absorpcyjnej linii widmowej jodu $^{127}\text{I}_2$ R(127). Stabilizacja częstotliwości oparta jest na wprowadzeniu wolnozmiennnej (ok. 1092 Hz) modulacji sygnału optycznego, a następnie demodulacji fazowej trzeciej harmonicznej tego sygnału po stronie odbiorczej i zastosowaniu stabilizacyjnej pętli sprzężenia zwrotnego PLL (najczęściej stosowanej) z wykonawczym elementem piezoelektrycznym.

W roku 2007 w Laboratorium Długości Zakładu Długości i Kąta GUM dokonano modernizacji stanowiska państwowego wzorca jednostki długości. Modernizacja polegała na zakupie syntezerza częstotliwości optycznych, zwanego „femtosecond frequency comb”. Syntezer stanowi nową generację wzorców częstotliwości optycznych (nagroda Nobla dla prof. Theodora W. Hänscha z dziedziny fizyki kwantowej w 2005 r.).

Zmodernizowane stanowisko pomiarowe umożliwiło bezpośrednie odniesienie generowanego sygnału do częstotliwości wzorcowego zegara cezowego, a przez to bezpośrednią, zgodną z definicją i zaleceniami CIPM (metoda 2), realizację jednostki długości.

3. Budowa oraz zasada działania syntezerza częstotliwości optycznych

Układ pomiarowy, dzięki szerokiemu widmu (525 – 1070) nm, które składa się z linii o dokładnie znanych częstotliwościach, umożliwia wzorcowanie laserów emitujących promieniowanie optyczne o różnych długościach fal. Program komputerowy zapewnia pełną automatyzację oraz kontrolę stanowiska pomiarowego w trakcie trwania wzorcowania. Zsynchronizowanie stanowiska pomiarowego z wzorcowym sygnałem częstotliwości pozwala osiągnąć niepewność względną rzędu 10^{-13} .

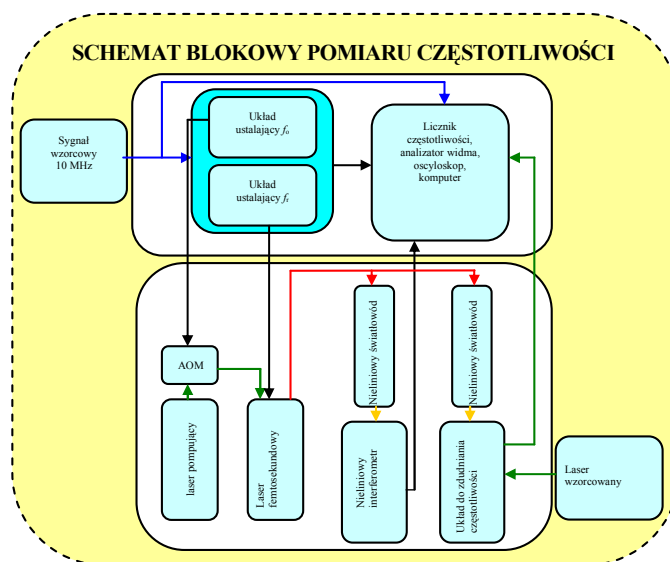
Syntezer częstotliwości optycznych składa się z dwóch podstawowych części: układu optyczno-mechanicznego oraz zespołu elektronicznego.

Układ optyczno-mechaniczny składa się lasera pompującego, modulatora amplitudy (AOM), lasera femtosekundowego (f_s), nieliniowych światłowodów, nieliniowego interferometru oraz układu pomiarowego służącego do zdudniania częstotliwości laserów wzorcowanych. Układ pomiarowy zapewnia kilka wyjść o różnych zakresach długości fal.

Układ elektroniczny składa się z analizatorów widma, oscyloskopu i licznika częstotliwości.

Połączenie układu optyczno-mechanicznego z elektroniką przyrządu pomiarowego umożliwiają fotodiody.

Na rys. 1 przedstawiono schemat blokowy układu pomiarowego.



Rys. 1. Schemat blokowy syntezy częstotliwości

4. Przekazywanie jednostki długości

Do przekazywania jednostki długości, tj. np. wzorcowania stabilizowanych laserów metrologicznych oraz głowic interferometrów laserowych stosowane jest zjawisko zdudnienia optycznego, wykorzystujące falowy charakter światła, występujące przy nałożeniu się dwóch sygnałów promieniowania o zbliżonych częstotliwościach.

Aby wyznaczyć częstotliwość promieniowania badanego źródła światła (w tym przypadku lasera) o wartości częstotliwości rzędu kilkuset THz (wartość bezpośrednio niemierzalna) wystarczy doprowadzić do zdudnienia sygnału optycznego mierzonego lasera z wzorcowym, dobrze znanym sygnałem innego, ale bardziej stabilnego generatora. Powstaje w ten sposób sygnał o mierzalnej częstotliwości równej różnicy częstotliwości lasera badanego i wzorcowego:

$$\Delta f = f_b - f_w \quad (3)$$

gdzie: Δf – różnica częstotliwości, f_b – częstotliwość lasera wzorcowanego, f_w – częstotliwość lasera wzorcowego.

Duża stabilność pracy syntezerów pozwala na wykonywanie badań długoterminowej stabilności częstotliwości (kilka – kilkanaście godzin) laserów metrologicznych oraz głowic interferometrów laserowych.

5. Podsumowanie

Z listy rekomendowanych źródeł promieniowania świetlnego najbardziej rozpowszechnione w praktyce realizacji jednostki długości są lasery gazowe He-Ne o długości fali promieniowania 633 nm i He-Ne o długości fali promieniowania 532 nm oraz lampy kadmowe ^{114}Cd (stosowane w pomiarach interferencyjnych), a obecnie najnowszym rozwiązaniem są syntezy częstotliwości optycznych.

Tendencja rozwoju nowych opracowań podąża w kierunku wykorzystania i rozpowszechnienia syntezerów częstotliwości w celu realizowania szerokiej gamy pomiarów wykorzystywanych w pracach badawczych instytucji metrologicznych, a dotyczących pomiarów kwantowych źródeł promieniowania oraz realizowania usług metrologicznych dla wielu dziedzin gospodarki, jak medycyna, wojsko, przemysł telekomunikacyjny, spektroskopia itp.

Modernizacja państwowego wzorca jednostki długości, czyli wdrożenie do pracy syntezerów częstotliwości optycznych pozwoliła na zwiększenie możliwości pomiarowych Laboratorium Długości Zakładu Długości i Kąta GUM. Stworzona została możliwość wykonywania długoterminowych badań laserów oraz głowic interferometrów laserowych. Dzięki szerokiemu zakresowi pomiarowemu możliwe jest wykonywanie w kraju wzorcowań laserów i diod emitujących promieniowanie świetlne o długościach fal w zakresie (525 ÷ 1070) nm oraz możliwym stało się wzorcowanie laserów stabilizowanych jodem „mise en pratique”, w tym lasera wzorcowego GUM1.

Odtwarzanie i przekazywanie jednostki kermy w powietrzu dla promieniowania rentgenowskiego

Adrian Bożydar Knyziak, Ewa Kaczorowska

Główny Urząd Miar, Zakład Promieniowania i Wielkości Wpływających

Wiemy, że promieniowanie rentgenowskie przechodząc przez ośrodek materialny dokonuje jego jonizacji. Zjawisko jonizacji jest wykorzystywane do pomiaru i rejestracji promieniowania. Do pomiarów promieniowania jonizującego, a w tym przypadku promieniowania rentgenowskiego, służą przyrządy nazywane dawkomierzami. Złożone są one z dwóch zasadniczych części: detektora promieniowania (np. komora jonizacyjna, licznik proporcjonalny, licznik Geigera – Müllera, licznik scyntylacyjny, detektor półprzewodnikowy) i układu elektronicznego mierzącego wielkość jonizacji (np. w postaci: impulsu elektrycznego, ładunku jonizacyjnego, prądu jonizacyjnego), która miała miejsce w detektorze promieniowania. W zastosowaniach metrologicznych najdokładniejszym detektorem jest prądowa komora jonizacyjna. Jest to swego rodzaju kondensator wypełniony powietrzem, do którego elektrod przyłożone jest wysokie napięcie. W powietrzu wypełniającym taką komorę w wyniku promieniowania powstają jony dodatnie oraz uwolnione elektrony, które pod wpływem pola elektrycznego wędrują do odpowiednich elektrod tworząc prąd jonizacyjny. Zakres prądów jonizacyjnych rozciąga się od 10^{-6} A, np. w układach sterowania reaktorów jądrowych, do wartości tak małych jak 10^{-16} A spotykanych w technice atomów znaczących.

Do pomiarów tych prądów wykorzystuje się urządzenia nazywane elektrometrami pracującymi w trybie pomiaru ładunku lub prądu elektrycznego. Następnie wartość zmierzzonego ładunku lub prądu jonizacyjnego jest przeliczana na wielkości dozymetryczne – dawkę promieniowania lub moc dawki promieniowania. Jednak aby takie przeliczenia były możliwe konieczne jest wzorcowanie dawkomierza powtarzane co pewien okres czasu. Polega ono na porównaniu wskazań dawkomierza ze wskazaniami dawkomierza wzorcowego w takich samych warunkach. W niniejszej pracy przedstawiamy stanowisko pomiarowe Głównego Urzędu Miar służące do odtwarzania i przekazywania jednostki kermy w polu promieniowania rentgenowskiego. Kerma (ang. *Kinetic Energy Released in unit MAss*) jest sumą początkowych energii kinetycznych dE wszystkich naładowanych cząstek jonizujących uwolnionych przez nienaładowane cząstki w materiale o masie dm :

$$K = \frac{dE}{dm}$$

Jednostką tej wielkości fizycznej w układzie SI jest grej, Gy ($1 \text{ Gy} = 1 \text{ J} \cdot 1 \text{ kg}^{-1}$).

Poprawną wartość kermy w powietrzu K uzyskuje się przy użyciu wzorca pierwotnego – komory jonizacyjnej, odczytując wartość zebranego ładunku elektrycznego i wyliczając poprawną wartość kermy w powietrzu K przy użyciu następującego wzoru:

$$K = \frac{Q}{m} \cdot \frac{W}{e} \cdot \frac{1}{1 - \bar{g}} \cdot \Pi k_i$$

gdzie:

Q/m – mierzony ładunek prądu jonizacyjnego na jednostkę masy powietrza w komorze wzorcowej,

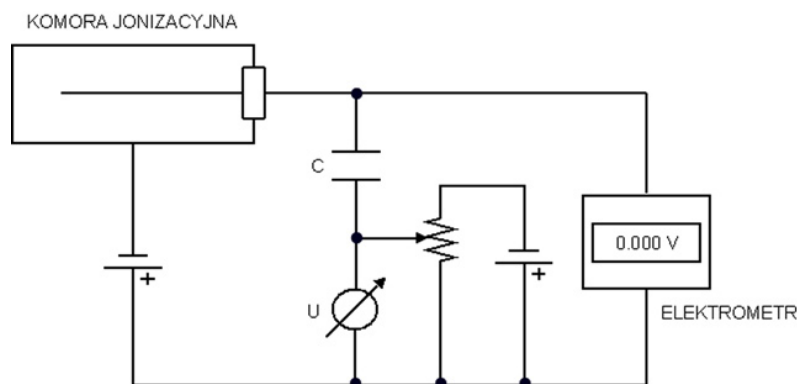
W/e – średnia energia zużyta przez elektron o ładunku e na wytworzenie pary jonów,

\bar{g} – stosunek energii wtórnych cząstek naładowanych, zużytej na wytworzenie promieniowania hamowania, do sumy energii tych cząstek,

Πk_i – iloczyn współczynników korekcyjnych użytych do określenia kerry w powietrzu.

Stanowisko wzorcowe służy do odtwarzania i przekazywania jednostki miary kerry w powietrzu promieniowania X w zakresie energii fotonów od 7 keV do 250 keV. W tym zakresie energii fotonów wzorcem pierwotnym jednostki miary jest zespół trzech komór jonizacyjnych, o ściankach powietrznych pokrywających zakres energetyczny promieniowania X w trzech zakresach napięcia rentgenowskiego: 8 – 20 kV, 20 – 50 kV, 60 – 300 kV.

Stanowisko wzorcowe składa się z dwóch stanowisk pomiarowych. W skład każdego stanowiska wchodzi komora jonizacyjna – wzorec pierwotny, połączona ze źródłem napięcia polaryzacji i urządzeniem do pomiaru ładunków jonizacyjnych oraz komora monitorowa z układem pomiarowym. Urządzenie do pomiaru ładunków jonizacyjnych komory wzorcowej i układ pomiarowy komory monitorowej jest wspólny dla obu stanowisk.



Rys. 1. Schemat układu do pomiaru ładunków jonizacyjnych oparty na metodzie kompensacji Townsenda

Uzupełnieniem są urządzenia do pomiaru ciśnienia, temperatury i wilgotności powietrza. Jako urządzenia pomocnicze stosuje się aparaty rentgenowskie będące źródłami promieniowania, ławy ze stanowiskiem kołpaka lampy rentgenowskiej z wyposażeniem (przesłona wiązki, filtry), katetometr do precyzyjnego ustawienia komór w wiązce promieniowania, zasilacze i zestaw telewizji przemysłowej do obserwacji i odczytu wskazań przyrządów w wiązce promieniowania.

Przekazywanie jednostki miary kerry w powietrzu promieniowania rentgenowskiego odbywa się w procesie wzorcowania dawkomierzy. Wzorcowanie dawkomierzy wykonuje się metodą podstawienia komór jonizacyjnych w polu promieniowania X, polegającą na kolejnym pomiarze komorą wzorcową, a następnie komorą wzorcowaną. Środki czynne komór muszą być umieszczone w tym samym, dowolnie wybranym, ustalonym punkcie pomiarowym. Przy pomiarach musi być zapewniona powtarzalność dawki promieniowania X i innych parametrów radiacyjnych. Powtarzalność dawki uzyskuje się poprzez urządzenie monitorowe (komora monitorowa) w postaci przelotowej komory jonizacyjnej wraz ze sprzężonym z nią układem migawki, który stanowią przesłony ołowiane odcinające promieniowanie.

Odtwarzanie i przekazywanie jednostki mocy kermy w powietrzu dla promieniowania gamma

Adrian Bożydar Knyziak, Michał Derlaciński

Główny Urząd Miar, Zakład Promieniowania i Wielkości Wpływających

Konieczność wykonywania pomiarów promieniowania jonizującego wynika nie tylko z jego użyteczności w medycynie, nauce, przemyśle czy wojskowości, lecz przede wszystkim z jego szkodliwości dla zdrowia i życia człowieka. W celu oceny narażenia na promieniowanie używa się pojęcia dawki promieniowania, np. dawka pochłonięta, dawka równoważna, dawka efektywna (skuteczna). Jednak, aby możliwe było określenie jakiegokolwiek dawki promieniowania musimy mieć zdefiniowaną jednostkę, którą w przypadku dozymetrii jest kerma. Kerma (ang. *Kinetic Energy Released in unit MA*ss) jest sumą początkowych energii kinetycznych dE wszystkich naładowanych cząstek jonizujących uwolnionych przez nienaładowane cząstki w materiale o masie dm :

$$K = \frac{dE}{dm}$$

Jednostką tej wielkości fizycznej w układzie SI jest grej, Gy ($1 \text{ Gy} = 1 \text{ J} \cdot 1 \text{ kg}^{-1}$).

Moc kermy w powietrzu \dot{K} jest to iloraz dK przez dt , gdzie dK jest przyrostem kermy w przedziale czasu dt . Jednostką mocy kermy w powietrzu jest grej na sekundę, $\text{Gy} \cdot \text{s}^{-1}$.

Poprawną wartość mocy kermy w powietrzu \dot{K} podczas wzorcowania uzyskujemy przy użyciu wzorca pierwotnego – grafitowej komory jonizacyjnej, odczytując wartości zebranego ładunku elektrycznego w czasie (prąd jonizacyjny) i wyliczając poprawną wartość mocy kermy w powietrzu \dot{K} przy użyciu następującego wzoru:

$$\dot{K} = \frac{I}{m} \frac{W}{e} \frac{1}{1 - \bar{g}} \left(\frac{\mu_{\text{en}}}{\rho} \right)_{\text{a,c}} \bar{s}_{\text{c,a}} \prod k_i$$

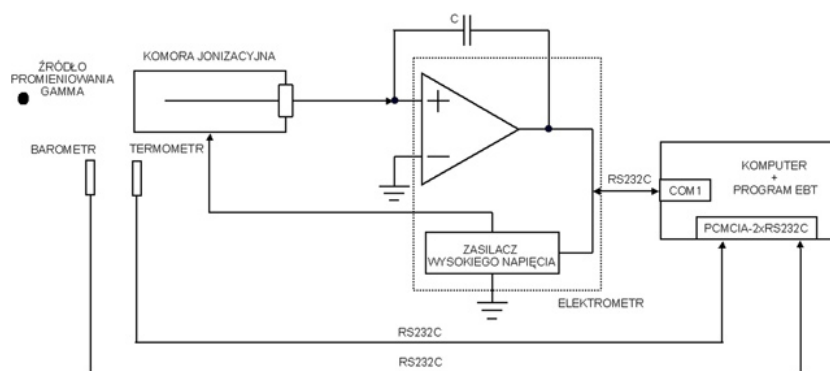
gdzie:

- $\frac{I}{m}$ – mierzony prąd jonizacyjny na jednostkę masy powietrza w komorze wzorcowej,
- $\frac{W}{e}$ – średnia energia zużyta przez elektron o ładunku e na wytworzenie pary jonów,
- \bar{g} – stosunek energii wtórnych cząstek naładowanych, zużytej na wytworzenie promieniowania hamowania, do sumy energii tych cząstek,
- $\left(\frac{\mu_{\text{en}}}{\rho} \right)_{\text{a,c}}$ – stosunek masowych współczynników pochłaniania energii promieniowania w powietrzu i graficie,
- $\bar{s}_{\text{c,a}}$ – stosunek średnich masowych zdolności hamowania grafitu i powietrza,
- $\prod k_i$ – iloczyn współczynników korekcyjnych użytych do określenia kermy w powietrzu komorą wzorcową.

Wzorcem pierwotnym jednostki mocy kermy jest komora jonizacyjna ze ściankami grafitowymi o zmiennej grubości.

W skład stanowiska wzorcowego wchodzi komora jonizacyjna połączona ze źródłem napięcia polaryzacji oraz systemem pomiarowym ładunków i prądów jonizacyjnych. Jako urządzenia pomocnicze służą źródła promieniotwórcze gamma zawierające nuklidy ^{137}Cs i ^{60}Co , umieszczone w pojemnikach transportowo-roboczych z kolimatorami i przesłonami wiązek, ława pomiarowa z wyposażeniem i urządzenie optyczne służące do precyzyjnego ustawienia komory w wiązce promieniowania oraz zestaw telewizji przemysłowej.

W skład systemu pomiarowego ładunków i prądów jonizacyjnych poza komputerem i elektrometrem, do którego podłączona jest komora jonizacyjna, wchodzi urządzenia cyfrowe takie jak termometr i barometr. Służą one do skorygowania wartości prądu jonizacyjnego do warunków odniesienia.



Rys. 1. Układ do pomiarów prądów jonizacyjnych

Przekazywanie jednostki następuje w procesie wzorcowania dawkomierzy. Wzorcowanie dawkomierzy wykonuje się metodą podstawienia komór jonizacyjnych w polu promieniowania gamma, polegającą na kolejnym pomiarze najpierw komorą wzorcową, a następnie komorą wzorcowaną. Środki czynne komór muszą być umieszczone w tym samym, dowolnie wybranym, ustalonym punkcie pomiarowym. W procesie wzorcowania wyznaczamy współczynnik wzorcowania k_γ według wzoru:

$$k_\gamma = \frac{\dot{K}}{M \cdot k_D}$$

gdzie:

\dot{K} – poprawna wartość mocy kermy,

M – wartość zmierzona przez komorę wzorcowaną,

k_D – współczynnik poprawkowy uwzględniający korekcję ze względu na warunki środowiskowe w stosunku do warunków odniesienia.

Bilateralne porównania komórek do realizacji punktu potrójnego wody i rtęci w GUM i INTiBS PAN

Anna Szmyrka-Grzebyk¹, Elżbieta Grudniewicz², Henryk Manuszkiewicz¹,

Władysław Roszkowski², Dominik Jancewicz¹, Aleksandra Kowal¹

¹ Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Laboratorium Wzorca Temperatury,

² Główny Urząd Miar, Zakład Fizykochemii

Termometrami interpolacyjnymi w szerokim zakresie temperatur definiowanych przez MST-90 są czujniki platynowe termometrów rezystancyjnych. W zakresie od 13,8033 K do 273,16 K jest to czujnik typu kapsułkowego, a w zakresie od $-189,3442\text{ }^{\circ}\text{C}$ (83,8058 K) do $961,78\text{ }^{\circ}\text{C}$ czujnik platynowy z długą nóżką. Oba czujniki muszą być wzorcowane w punkcie potrójnym argonu, rtęci i wody. W Polsce państwowy wzorzec jednostki temperatury dla niskich temperatur znajduje się w INTiBS, a wzorzec dla wyższych temperatur – w GUM. W celu określenia spójności pomiarowej między wzorcami GUM i INTiBS przeprowadzono bilateralne porównania dokładności realizacji temperatury punktu potrójnego wody i rtęci. Porównania te wykazały, że temperatura punktu potrójnego wody w komórce INTiBS jest o 0,20 mK niższa od temperatury w komórce GUM. Wynik ten potwierdza rezultaty uzyskane wcześniej w porównaniach międzynarodowych. Temperatura punktu potrójnego rtęci w komórce GUM i INTiBS pozostaje w bardzo dobrej zgodności 0,07 mK.

Bilateral comparison of cells for realization of the water and mercury triple points between GUM and INTiBS PAN

Standard platinum resistance thermometers, SPRTs, are interpolating thermometers in a wide temperature range defined by the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). In the range from 13,8033 K (triple point of hydrogen) to 273,16 K (triple point of water) a capsule type SPRT is the interpolating instrument. In the higher temperature range from $-189,3442\text{ }^{\circ}\text{C}$ (triple point of argon) to $961,78\text{ }^{\circ}\text{C}$ (freezing point of silver) a long stem platinum thermometer is recommended to be used for interpolation. Both types of SPRTs must be calibrated at the triple point of water and mercury (234,3156 K). In Poland a national temperature standard for the low temperature range was established at the Institute of Low Temperature and Structure Research (INTiBS PAN) in 2001, while the higher temperature standard is maintained at the Central Office of Measures (GUM). To determine traceability between these standards, bilateral comparisons of the triple point of water and mercury cells have been carried out. Results of the comparisons demonstrated a temperature difference equal to 0,20 mK between the triple point of water realized in the INTiBS cell and the GUM cell. The same difference was observed during international comparisons between INTiBS and INRiM in Italy. The triple point of mercury temperature in the both cells, GUM and INTiBS, were in agreement within 0,07 mK with a combined uncertainty of measurements $U = 0,33\text{ mK}$ for $k = 2$.

1. Wstęp

Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 r. (MST-90) [1] definiuje wartości temperatury w bardzo szerokim zakresie od 0,65 K aż do tysiąca stopni Celsjusza, przy czym dzieli ten szeroki zakres na kilka podzakresów, dla których rekomenduje stosowanie odpowiednich termometrów interpolacyjnych. W zakresie temperatury od 13,8033 K (punkt potrójny wodoru) do 273,16 K (punkt potrójny wody) termometrem interpolacyjnym jest czujnik platynowy termometru rezystancyjnego typu kapsułkowego wzorcowany w 6 punktach stałych, w tym w punkcie potrójnym wody i rtęci (234,3156 K). W zakresie wyższych temperatur termometrem interpolacyjnym jest także platynowy termometr rezystancyjny,

lecz o innej konstrukcji – czujnik platynowy z tzw. długą nóżką (ang. *long stem*). Termometr ten może być wykorzystywany jako interpolacyjny nie tylko w temperaturach powyżej punktu potrójnego wody, ale także w niskich temperaturach aż do punktu potrójnego argonu ($-189,3442\text{ °C}$). Wówczas musi być wzorcowany także w punkcie potrójnym wody i rtęci.

Stanowisko do realizacji skali temperatury w zakresie niskich temperatur najwyższej dokładności, o randze państwowego wzorca jednostki miary temperatury, znajduje się w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN (INTiBS PAN) we Wrocławiu [2]. Państwowy wzorzec jednostki miary temperatury dla zakresu wyższych temperatur, poczynając od punktu potrójnego argonu aż do punktu krzepnięcia srebra o temperaturze $961,78\text{ °C}$, utrzymywany jest w Głównym Urzędzie Miar (GUM) [3]. W obu przypadkach elementami wzorców są komórki do realizacji punktu potrójnego wody i rtęci. W celu określenia spójności pomiarowej między państwowymi wzorcami jednostki temperatury przeprowadzane są okresowo porównania międzylaboratoryjne komórek do realizacji wymienionych punktów stałych, będących elementami wzorców państwowych [4].

2. Eksperyment

Na przełomie 2009/2010 r., zgodnie z opracowanym wcześniej harmonogramem porównań, wykonano w INTiBS PAN serię pomiarów w punkcie potrójnym wody i rtęci, po czym komórki do realizacji tych punktów wraz z jednym czujnikiem platynowym termometru rezystancyjnego zostały przekazane do GUM. W Zakładzie Fizykochemii GUM dokonano bezpośredniego porównania parametrów metrologicznych komórek INTiBS PAN i GUM ustalając różnicę pomiędzy temperaturą realizacji każdego punktu potrójnego z zastosowaniem komórki GUM i INTiBS PAN.

Wyniki pomiarów rezystancji czujnika SPRT Hart/Fluke nr 4164 w punkcie potrójnym wody i rtęci wykonanych w INTiBS PAN przedstawiono w Tabeli 1. Funkcja $W(\text{Hg})$, zgodnie z definicją wprowadzoną przez Międzynarodową Skalę Temperatury z 1990 r. (MST-90), jest równa stosunkowi rezystancji termometru w punkcie potrójnym rtęci $R(\text{Hg})$ do rezystancji w punkcie potrójnym wody $R(\text{H}_2\text{O})$. Niepewność rozszerzona wyznaczenia funkcji $W(\text{Hg})$ dla termometru platynowego w punkcie potrójnym rtęci oszacowana została na $0,33\text{ mK}$ dla $k = 2$.

Tabela 1. Wyniki pomiarów uzyskane w INTiBS dla czujnika SPRT Hart/Fluke nr 4164 w punkcie potrójnym wody i rtęci

Nr pomiaru	$R(\text{H}_2\text{O})$ [Ω]	$R(\text{Hg})$ [Ω]	Funkcja $W(\text{Hg})$
1	25,5650875	21,580863	0,84415366
2	25,5650904	21,580851	0,84415314
3	25,5650944	21,580865	0,84415357
Wartość średnia	25,565091	21,580860	0,84415345

Wyniki pomiarów wykonanych w GUM przedstawiono w Tabeli 2.

Tabela 2. Rezystancja czujnika SPRT YSI nr F01S4820 w punkcie potrójnym wody w komórce GUM i INTiBS PAN

Nr pomiaru	$R(\text{H}_2\text{O})$ GUM [Ω]	$R(\text{H}_2\text{O})$ INTiBS [Ω]	Δt [mK]
1	25,5355320	25,5355184	0,1359
2	25,5355376	25,5355153	0,2235
3	25,5355410	25,5355192	0,2180
4	25,5355406	25,5355225	0,1802
5	25,5355417	25,5355200	0,2170
6	25,5355545	25,5355327	0,2178
7	25,5355556	25,5355345	0,2113
Wartość średnia	25,5355433	25,5355232	0,2005

Różnice temperatury Δt obliczono z różnicy rezystancji czujnika (uwzględniając poprawki na samonagrzewanie czujnika i ciśnienie hydrostatyczne), stosując równanie:

$$\Delta t_{\text{H}_2\text{O}} = \Delta R \cdot (dt/dR)_{\text{H}_2\text{O}} \quad (1)$$

gdzie $(dt/dR)_{\text{H}_2\text{O}}$ jest współczynnikiem czułości czujnika w punkcie potrójnym wody.

Średnia wartość różnicy temperatury punktu potrójnego wody w komórce GUM i INTiBS PAN wynosiła:

$$\Delta t_{\text{H}_2\text{O}} = (t_{\text{GUM}} - t_{\text{INTiBS}}) = 0,20 \text{ mK} \pm 0,13 \text{ mK} \quad (2)$$

Ustalając składowe budżetu niepewności porównań GUM-INTiBS dla komórek wody opierano się na budżecie zastosowanym w porównaniach EURAMET.T-K7.1.

W GUM, analogicznie jak w INTiBS PAN, badano przebieg krzywych topnienia i krzepnięcia rtęci w komórce Hg M027(GUM) w całym obszarze przemiany fazowej, w którym temperatura substancji nie ulega zmianie.

Porównania parametrów metrologicznych komórek rtęci (odtworzalności temperatury punktu potrójnego) prowadzono równolegle z porównaniami parametrów komórek do realizacji punktu potrójnego wody wykonując każdego dnia, tym samym czujnikiem SPRT YSI nr F01S4820, pomiary temperatury w obu komórkach GUM i INTiBS PAN. W przypadku rtęci, z uwagi na stosunkowo krótki czas realizacji przemiany fazowej (kilka godzin) możliwe było wykonanie pomiarów rezystancji termometru dla kolejnych pięciu krzywych topnienia. Pomiary te dodatkowo pozwalały na ocenę odtwarzalności temperatury punktu potrójnego w poszczególnych komórkach po zestaleniu rtęci. W przypadku porównań temperatury punktu potrójnego wody dokonuje się pomiaru rezystancji termometru w obu komórkach przez kilka dni dla tego samego płaszcz lodowego, po czym płaszcz ten należy

stopić i następnie wytworzyć nowy płaszcz lodowy w komórce. Tak też zostały przeprowadzone porównania w GUM. Rezystancję czujnika SPRT YSI nr F01S4820 wyznaczono dla dwóch płaszczy lodowych w obu komórkach.

W Tabeli 3 podano wyniki porównań przeprowadzonych w GUM dla obu komórek rtęci. Różnice temperatury $\Delta t(\text{Hg})$ obliczono z różnicy wartości $W(\text{Hg})$, uwzględniając poprawki na samonagrzewanie czujnika i ciśnienie hydrostatyczne cieczy, przy czym zgodnie z MST-90:

$$W(\text{Hg}) = R(\text{Hg})/R(\text{H}_2\text{O}) \quad (4)$$

gdzie $R(\text{Hg})$ jest wartością rezystancji termometru wyznaczoną w punkcie potrójnym rtęci, a $R(\text{H}_2\text{O})$ wartością rezystancji w punkcie potrójnym wody.

Tabela 3. Wyniki pomiarów w GUM dla komórek rtęci GUM i INTiBS PAN

Nr pomiaru	Funkcja $W(\text{Hg})$ GUM	Funkcja $W(\text{Hg})$ INTiBS	$\Delta t(\text{Hg})$ [mK]
1	0,84419663	0,844197018	-0,095
2	0,84419681	0,844197017	-0,050
3	0,84419687	0,844197310	-0,108
4	0,84419682	0,844196984	-0,040
5	0,84419687	0,844196984	-0,029
Wartość średnia	0,84419680	0,844197063	-0,065

Na podstawie uzyskanych wyników oszacowano wartość różnicy temperatury punktu potrójnego rtęci w komórce GUM i INTiBS PAN:

$$\Delta t(\text{Hg}) = (t_{\text{GUM}} - t_{\text{INTiBS}}) = -0,07 \text{ mK} \pm 0,33 \text{ mK} \quad (3)$$

Składowe budżetu niepewności porównań GUM-INTiBS dla komórek rtęci oparto na budżecie zastosowanym w porównaniach EURAMET nr 916, uwzględniając również projekt EUROMET nr 552. Zatem oszacowana niepewność rozszerzona porównań (dla $k = 2$) o wartości 0,33 mK, uwzględniała wpływ zanieczyszczeń rtęci, ciśnienia gazu, ciśnienia hydrostatycznego, samonagrzewania czujnika, wymiany ciepła w komórce, stabilności temperatury opornika wzorcowego, rozrzutów wskazań.

3. Podsumowanie

Porównania pomiędzy GUM i INTiBS PAN pozwoliły na ustalenie różnic temperatury w realizacjach punktów stałych MST-90, punktu potrójnego wody i rtęci, w komórkach stanowiących elementy państwowych wzorców jednostki temperatury utrzymywanych w obu instytucjach. Uzyskane wyniki są zadowalające i dają podstawę do ich kontynuacji. W ramach kolejnego etapu porównań zostaną wykonane w INTiBS PAN analogiczne po-

miary, włączając obie komórki, w celu określenia różnic wynikających ze stosowanych metod i wyposażenia Instytutu. Kolejne wyniki pomiarów temperatury punktów stałych rtęci i wody realizowanych w posiadanych komórkach pozwolą na monitorowanie zmian parametrów metrologicznych wzorców utrzymywanych w GUM i INTiBS PAN oraz na wprowadzanie odpowiednich ulepszeń w stanowiskach pomiarowych tych wzorców. Wyniki porównań posłużą również do procesu doskonalenia działalności laboratoriów, wymaganego normą PN-EN ISO/IEC 17025:2005, wdrożoną w obu laboratoriach. Możliwe obszary do doskonalenia będą dotyczyły nadzorowania wyposażenia stanowisk wzorców i zapewnienia jakości wyników wzorcowania przy przekazywaniu jednostki temperatury.

Praca częściowo finansowana z projektu NCBiR nr KB/58/13484/IT1-B/U/08.

Literatura

- [1] Preston – Thomas H.: *The International Temperature Scale of 1990 (ITS – 90)*, Metrologia, 27 (1990), 3-10.
- [2] Szmyrka-Grzebyk A.: *Wzorzec temperatury w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu*. Metrologia, Biuletyn Informacyjny GUM, nr 5, (2008), 5-9.
- [3] Grudniewicz E.: *Państwowy wzorzec jednostki temperatury w Głównym Urzędzie Miar*. Metrologia, Biuletyn Informacyjny GUM, 3 (2008), nr 11, 3-11.
- [4] Manuszkiewicz H., Lipiński L., Szmyrka-Grzebyk A., Kowal A., Roszkowski W., Kuna R., Tichy M.: *Bilateral comparison of the water triple point at GUM and INTiBS in Poland*. Proceedings of the 2nd International Seminar on Low Temperature Thermometry, Wrocław (2003), 49-54.

Fotoreportaż z V Kongresu Metrologii Łódź, 6 – 8 września 2010 r.





Wydawca: **Główny Urząd Miar**

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

Wiceprezes do spraw metrologii naukowej
WŁODZIMIERZ POPIOŁEK
tel. 581 95 49, fax 620 84 11, e-mail: vprwp@gum.gov.pl

Wiceprezes do spraw 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