

Realizacja jednostki masy

Wzorcowanie analizatorów wydechu

Wzorcowanie pirometrów radiacyjnych

Działalność GUM w dziedzinie akustyki i drgań

Podsumowanie projektu EMRP IND53 LUMINAR

Pomiary efektywnego współczynnika odbicia

Redefinicja kelwina

Kondensator wzorcowy

Dokładnie, czyli jak?

Współpraca Okręgowego Urzędu Probierczego

Kwantowy wzorzec rezystancji



## W numerze:

### WYDARZENIA 7-9

- ♦ Światowy Dzień Metrologii w GUM  
Oficjalne rozpoczęcie obchodów 100-lecia GUM
- ♦ O metrologii na konferencji w Szczyrku

### TECHNIKA I POMIARY 10-52

- ♦ Realizacja jednostki masy
- ♦ Wzorcowanie analizatorów wydechu za pomocą wytwarzanych *in situ* wilgotnych wzorców gazowych
- ♦ Wzorcowanie stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi w zakresie małych dawek pomiarowych
- ♦ Czynniki wpływające na pomiar pirometrów radiacyjnych
- ♦ Działalność Głównego Urzędu Miar w dziedzinie akustyki i drgań
- ♦ Podsumowanie projektu EMRP IND53 LUMINAR  
Large volume metrology in industry
- ♦ Pomiar efektywnego współczynnika odbicia generatorów mikrofalowych
- ♦ Metody pomiaru temperatury termodynamicznej  
Redefinicja kelwina
- ♦ Kondensator wzorcowy 10 nF z dielektrykiem ceramicznym

### WSPÓŁPRACA 53-56

- ♦ Główne decyzje 34. posiedzenia Komitetu WELMEC
- ♦ Przebieg i decyzje podjęte podczas 12. Zgromadzenia Ogólnego EURAMET w Bukareszcie

### TERMINOLOGIA 57-60

- ♦ Dokładnie, czyli jak?

### PROBIERNICTWO 61-64

- ♦ Współpraca Okręgowego Urzędu Probierczego z Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

### METROLOGIA W CZERAZ I DZIŚ 65-69

- ♦ Kwantowy wzorzec rezystancji – opis, pomiary, zastosowanie

## In this issue:

### EVENTS 7-9

- ♦ World Metrology Day 2018  
Official beginning of the 100th anniversary of GUM
- ♦ Speaking about metrology at the conference in Szczyrk

### TECHNIQUE AND MEASUREMENTS 10-52

- ♦ Realization of mass unit
- ♦ Calibration of the breath analyzers using *in situ* produced wet gas standards
- ♦ Calibration of bell prover in the small volumes range
- ♦ Factors influencing on the radiation pyrometers measurement
- ♦ Activity of the Central Office of Measures in the field of acoustics and vibration
- ♦ Summary of the EMRP IND53 LUMINAR project  
Large volume metrology in industry
- ♦ Measurements of the effective reflection coefficient of microwave generators
- ♦ Methods of the thermodynamic temperature measurement  
The kelvin redefinition
- ♦ 10 nF reference capacitor with a ceramic dielectric

### COOPERATION 53-56

- ♦ Main decisions of the 34th WELMEC Committee Meeting
- ♦ Decisions and actions taken during the 12th GA EURAMET in Bucharest

### TERMINOLOGY 57-60

- ♦ Accurately, which is how?

### HALLMARKING 61-64

- ♦ Cooperation between the Regional Assay Office in Krakow and the Non-Ferrous Metals Faculty at the AGH University of Science and Technology in Cracow

### METROLOGY IN THE PAST AND NOWADAYS 65-69

- ♦ The quantum resistance standard – description, measurements, application

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

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

Zdjęcia: Maciej Koszarny, Adam Żeberkiewicz.

Druk: ArtDruk Zakład Poligraficzny Andrzej Łuniewski, ul. Napoleona 2, 05-230 Kobyłka, www.artdruk.com

Wszystkie prawa zastrzeżone. Redakcja nie zwraca materiałów nie zamówionych oraz zastrzega sobie prawo do skrótów i zmian tytułów.

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



*niepodległa*

POLSKA  
STULECIE ODZYSKANIA  
NIEPODLEGŁOŚCI

7.05

→ **WIZYTA SZEFA UKRAIŃSKIEGO INSTYTUTU METROLOGII Z CHARKOWA W GUM**

W Głównym Urzędzie Miar przebywał szef Instytutu Metrologii NSC z Charkowa, prof. Pavel Neyezhmakov. W trakcie spotkania doszło do podpisania umowy o współpracy między oboma instytucjami. Ważną częścią wizyty było zwiedzanie laboratoriów GUM i wymiana opinii na temat prac prowadzonych w takich dziedzinach metrologii, jak: masa, promieniowanie jonizujące, długość, termometria, elektryczność i magnetyzm.

9–11.05

→ **XXV MIĘDZYNARODOWE TARGI „STACJA PALIW”**

Organizatorem corocznych targów, odbywających się pod patronatem Prezesa GUM, jest Polska Izba Paliw Płynnych.

11.05

→ **ŚWITEŻ – PIERWSZY PROJEKT GUM DOFINANSOWANY ZE ŚRODKÓW EUROPEJSKICH**

Wiceprezes Głównego Urzędu Miar Pan Maciej Dobieszewski podpisał, z upoważnienia Prezesa GUM, porozumienie o dofinansowanie ze środków europejskich realizacji projektu pn. „System Wsparcia Informatycznego Usług Terenowej Administracji Miar”.

Głównym celem projektu jest zwiększenie dostępności i jakości usług świadczonych przez administrację miar, dzięki wdrożeniu i uruchomieniu nowoczesnej platformy elektronicznych usług publicznych kierowanych do naszych klientów. Jest to pierwszy projekt Głównego Urzędu Miar, którego realizacja jest w głównej mierze (84,63 %) finansowana z funduszu środków europejskich (Program Operacyjny Polska Cyfrowa). Zgodnie z warunkami porozumienia projekt będzie realizowany od 1 sierpnia 2018 r. do 31 lipca 2021 r.

17.05

→ **„REWOLUCJA W MIARACH” – WYKŁAD PREZESA GUM W CYKLU „MAJ NA FOKSAL”**

O tym, że: stary wzorzec kilograma odchodzi do lamusa, mechanika kwantowa rządzi, a nowe technologie wkraczają do Głównego Urzędu Miar w stulecie jego istnienia, opowiadał Prezes GUM dr Włodzimierz Lewandowski w Domu Dziennikarza przy ul. Foksal 3/5.

18.05

→ **OBCHODY ŚWIATOWEGO DNIA METROLOGII W GUM. OFICJALNE ROZPOCZĘCIE OBCHODÓW 100-LECIA GUM**

Relacja z tego wydarzenia na str. 7.

19.05

→ **GUM PODCZAS NOCY MUZEÓW**

Blisko pół tysiąca osób odwiedziło w sobotni wieczór Główny Urząd Miar podczas Nocy Muzeów. Zainteresowani dziejami metrologii mogli obejrzeć kolekcję zabytkowych wag i odważników oraz dowiedzieć się, jak kiedyś posługiwano się przyrządami do mierzenia wielkości fizycznych. Na zwiedzających czekały też liczne atrakcje na stoiskach oferujących doświadczalne poznawanie różnych dziedzin metrologicznego świata: fotometrii, czasu i częstotliwości, lepkości oraz elektryczności i przepływów. Oczekujący na rozpoczęcie zwiedzania oglądali film, pozwalający bliżej poznać GUM i tematykę, którą zajmują się laboratoria urzędu. Dziedziniec ozdabiały piękne rzeźby Andrzeja Zawadzkiego, które artysta wykonał przy pomocy... piły mechanicznej.

21.05

→ **WIZYTA DELEGACJI GUM W FIŃSKIM INSTYTUCIE METROLOGICZNYM**

Delegacja Głównego Urzędu Miar, z Prezesem GUM dr inż. Włodzimierzem Lewandowskim, odwiedziła fiński instytut metrologiczny MIKES, będący częścią fińskiego VTT Centrum Techniczno-Badawczego. Przedstawiciele polskiego NMI mieli okazję zwiedzić laboratoria i warsztaty MIKES oraz poznać organizację fińskiego instytutu.

23.05

→ **SEMINARIUM O PRZYRZĄDACH DO POMIARU PRĘDKOŚCI**

Na Politechnice Wrocławskiej odbyło się seminarium „FIT-Future in Technology”, dotyczące technik radarowych stosowanych w kontroli prędkości w ruchu drogowym. Z wykładami na ten temat wystąpili eksperci Głównego Urzędu Miar: Ewa Dyner-Jelonkiewicz – członek Grupy Roboczej ds. Bezpieczeństwa Ruchu Drogowego w ramach Zespołu ds. Regulacji Rynku, działającego przy Prezesie GUM, ekspert w dziedzinie bezpieczeństwa ruchu drogowego, pomiarów przestrzennych i geodezyjnych i Janusz Sobiech – metrolog w Pracowni Badań Oprogramowania w Zakładzie Metrologii Interdyscyplinarnej GUM.



- 28.05–1.06 → **ZGROMADZENIE OGÓLNE EURAMET**  
Bukareszt był gospodarzem 12. Zgromadzenia Ogólnego Euramet, w którym udział wziął m.in. Prezes GUM dr inż. Włodzimierz Lewandowski. Podczas spotkania podjęto m.in. następujące decyzje: zatwierdzono projekt Europejskich Sieci Metrologicznych, w którym uczestniczą również eksperci GUM, wybrano czterech członków Rady Dyrektorów EURAMET, a także dwóch nowych członków Komitetu Audytu Wewnętrzny. Jednym z przedstawicieli w tym komitecie będzie dr Patrycja Ruśkowska – główny specjalista na stanowisku ds. współpracy z zagranicą w Biurze Strategii GUM.
- 3.06 → **PODWÓJNE STOISKO GUM PODCZAS DNIA DZIECKA W OGRODACH KANCELARII PREZESA RADY MINISTRÓW**  
Już po raz szósty w ogrodach Kancelarii Premiera odbył się piknik z okazji Dnia Dziecka. Tegoroczne hasło pikniku brzmiało: „Kto ty jesteś? Polak mały” – w związku z obchodami 100-lecia Niepodległej. W ramach pikniku Główny Urząd Miar przygotował lubiane przez dzieci stanowiska pomiarowe. Zaprezentowaliśmy wiele nowości: stanowisko jednostek SI, pociąg magnetyczny oraz stanowisko z kasami fiskalnymi wypełnione wykonanymi specjalnie na to wydarzenie metrologicznymi banknotami – GUMizłotymi.  
Stanowiska pomiarowe i doświadczalne GUM umiejscowione były w dwóch namiotach, należących do Ministerstwa Przedsiębiorczości i Technologii oraz do Ministerstwa Inwestycji i Rozwoju. Więcej informacji o pokazach na stronie internetowej [www.gum.gov.pl](http://www.gum.gov.pl).
- 6–8.06 → **XIII KONFERENCJA NAUKOWO-TECHNICZNA PODSTAWOWE PROBLEMY METROLOGII (PROBLEMS AND PROGRESS IN METROLOGY) PPM'18**  
Relacja z konferencji na str. 8.
- 7–8.06 → **MIĘDZYNARODOWE SPOTKANIE SPECJALISTÓW W DZIEDZINIE TRANSFERU CZASU W GUM**  
Główny Urząd Miar pełnił rolę gospodarza 26. posiedzenia Grupy Roboczej do spraw metody dwudrogowej satelitarnej transferu czasu i częstotliwości (CCTF TWSTFT WG) w ramach Komitetu Doradczego ds. Czasu i Częstotliwości Międzynarodowego Komitetu Miar. W spotkaniu uczestniczyło ok. 40 specjalistów z całego świata zajmujących się czasem. GUM, wspólnie z Instytutem Łączności, rozpoczął w 2017 r. porównania TWSTFT, uczestnicząc w porównaniach Europa-Azja.
- 8.06 → **WYBITNY MATEMATYK PROF. ALISTAIR FORBES Z WIZYTĄ W GUM**  
Profesor Alistair Forbes, matematyk z National Physical Laboratory (NPL, Wielka Brytania), wiodącego w świecie Krajowego Instytutu Metrologicznego, wygłosił w Głównym Urzędzie Miar wykład pt. „Zaufanie w pomiarach, zaufanie do danych – rola nauk matematycznych”. Ponadto matematyk omówił współpracę swojej instytucji z dużymi brytyjskimi firmami, które korzystają z usług oferowanych przez NPL w dziedzinie matematyki. Po wykładzie uczestnicy zadawali wiele pytań o rolę matematyki w metrologii ogólnej i definiowanie niepewności pomiaru. Pojawiły się także pytania o strategię NPL, czy zasady współpracy z przemysłem. Drugie spotkanie z profesorem Alistairem Forbesem odbyło się 12 czerwca i poświęcone było zagadnieniom technicznym, w tym matematycznym, którymi zajmować się ma nowa komórka w GUM.
- 9.06 → **STANOWISKO POMIAROWE GUM PODCZAS 22. PIKNIKU NAUKOWEGO**  
Czym i jak mierzyć prędkość? Czym się różni laser od radaru oraz czy można zrobić selfie z fotoradaru lub wideorejestratora – o tym i nie tylko można było się dowiedzieć podczas 22. Pikniku Naukowego Polskiego Radia i Centrum Nauki Kopernik.  
Hasłem przewodnim tegorocznej edycji był ruch, dlatego też Główny Urząd Miar, wspólnie z partnerami przemysłowymi: ZURAD oraz Lifor przygotował dedykowane temu zjawisku stoisko laboratoryjne. Podczas Pikniku zwiedzający stoisko GUMiar mogli zapoznać się: z urządzeniami do pomiaru prędkości w ruchu drogowym, a także z przykładowymi realizacjami pomiaru prędkości na torze testowym. Pełna relacja z Pikniku znajduje się w Aktualnościach na stronie [www.gum.gov.pl](http://www.gum.gov.pl).
- 18.06 → **PIERWSZE SPOTKANIE KOMITETU TECHNICZNEGO OPINIUJĄCEGO DZIAŁALNOŚĆ SAMODZIELNEGO LABORATORIUM TERMOMETRII GUM**  
Komitet został powołany Decyzją nr 25 Prezesa GUM z dn. 16 maja 2018 r. Do zadań Członków Komitetu należą: przeprowadzenie oceny Laboratorium, obejmującej: a) działanie Laboratorium w kontekście Czteroletniego strategicznego planu działania Głównego Urzędu Miar na lata 2018–2021 oraz strategicznych planów krajowych i europejskich, b) zasoby ludzkie, organizację pracy Laboratorium oraz jego infrastrukturę techniczną, c) prace badawczo-rozwojowe w dziedzinie metrologii oraz działania wspierające i inspirujące rozwój krajowego przemysłu. Podczas wizyty w GUM członkowie Komitetu Technicznego zapoznali się z wyposażeniem i możliwościami pomiarowymi Pracowni Temperatury i Pracowni Wilgotności.





- 18.06 → **SPOTKANIE STG – TECHNICZNEJ GRUPY ROBOCZEJ KONWENCJI WIEDEŃSKIEJ**  
Z udziałem przedstawicielki Laboratorium Analiz Chemicznych warszawskiego OUP w Edynburgu odbyło się spotkanie STG – Technicznej Grupy Roboczej Konwencji Wiedeńskiej.
- 18–20.06 → **DELEGACJA URZĘDU PROBIERCZEGO W KIJOWIE ODWIEDZIŁA OUP W WARSZAWIE**  
Celem wizyty było uzyskanie przez stronę ukraińską informacji na temat Konwencji Wiedeńskiej, potrzebnych ze względu na planowane wznowienie starań o członkostwo.
- 25–27.06 → **PIĘTNASTA EDYCJA BAŁTYCKICH TARGÓW MILITARNYCH BALT-MILITARY-EXPO.**  
Gdańskie AMBEREXPO zgromadziło 130 wystawców z dziedziny obronności z kilkunastu krajów świata, przemysł i administracji, w tym przedstawiciele Głównego Urzędu Miar oraz Okręgowego Urzędu Miar w Gdańsku. Przedstawiciele administracji miar wspólnie zaprezentowali ofertę dla jednostek obronnych oraz administracji państwowej, ze szczególnym uwzględnieniem służb mundurowych. Na stoisku pojawiły się m.in. urządzenia laserowe i radarowe do pomiaru prędkości, mierniki zawartości alkoholu w wydychanym powietrzu, najnowsze publikacje GUM na temat epokowej zmiany – redefinicji podstawowych jednostek miar, metrologiczna strzelnica do pomiaru refleksu i wiele innych atrakcji.
- 29.06 → **„ZWRÓĆ UWAGĘ... NA WAGĘ” – WYSTAWA W MUZEUM POMORZA ŚRODKOWEGO W SŁUPSKU**  
W Muzeum Pomorza Środkowego uroczystie otwarto wystawę pod wieloznacznym tytułem – „Zwróć uwagę na wagę”. Na wystawie prezentowanych jest ponad 250 wag różnego typu i funkcji. Najstarsze obiekty pochodzą z przełomu XVIII/XIX w. Wystawa powstała ze zbiorów Głównego Urzędu Miar w Warszawie, Urzędu Miar w Słupsku oraz Muzeum Pomorza Środkowego w Słupsku. Wydarzenie zostało objęte Patronatem Honorowym Prezesa Głównego Urzędu Miar. Wystawa prezentowana będzie do 24 lutego 2019 roku.
- 29.06 → **PODPISANIE UMOWY O WSPÓŁPRACY POMIĘDZY GUM I AGH**  
29 czerwca 2018 r. zawarto umowę ramową o współpracy pomiędzy Głównym Urzędem Miar a Akademią Górniczo-Hutniczą im. Stanisława Staszica w Krakowie – Wydziałem Elektrotechniki, Automatyki, Informatyki i Inżynierii Biomedycznej.  
Umowę oficjalnie podpisali w Głównym Urzędzie Miar prof. dr hab. inż. Jerzy Lis – Prorektor ds. Współpracy uczelni i dr inż. Włodzimierz Lewandowski – Prezes GUM.  
Obie instytucje, mając na uwadze rozwój badań naukowych i nowe wyzwania w obszarze metrologii elektrycznej, zamierzają kontynuować współpracę w dziedzinie metrologii elektrycznej oraz metrologii czasu i częstotliwości. Więcej na temat porozumienia można znaleźć na stronie [www.gum.gov.pl](http://www.gum.gov.pl) w dziale „Współpraca”.
- 21–22.08 → **V OGÓLNOPOLSKA KONFERENCJA NAUKOWO-TECHNICZNA „BEZPIECZEŃSTWO I NIEZAWODNOŚĆ W LOTNICTWIE ORAZ ROZWÓJ LOTNICTWA W REGIONACH”**  
W Leśnym Ośrodku Edukacyjnym im. Andrzeja Zalewskiego w Jedlni-Letnisko k. Radomia odbyła się konferencja, której głównym organizatorem była Rada Federacji Stowarzyszeń Naukowo-Technicznych Naczelnej Organizacji Technicznej w Radomiu. W gronie współorganizatorów spotkania był natomiast Główny Urząd Miar. Tematyka konferencji obejmowała zagadnienia techniczne dotyczące bezpieczeństwa w lotnictwie, a także różne aspekty zarządzania portami lotniczymi przez samorządy lokalne.
- 23–24.08 → **SZKOLENIA W GUM DLA PRZEDSTAWICIELI GRUZIŃSKIEGO NMI**  
W Samodzielnym Laboratorium Termometrii, w Pracowni Wilgotności przeprowadzono szkolenie dla dwóch pracowników Mechanics Reference Division z Gruzińskiego Instytutu Metrologicznego. Podczas dwóch dni szkolenia zaprezentowano stanowiska pomiarowe w Laboratorium Termometrii. Przedstawiono budowę, zasadę działania, zakresy oraz możliwości pomiarowe poszczególnych stanowisk pomiarowych. Przeprowadzono też analizę szacowania niepewności pomiarowej. Zdobyta wiedza posłuży pracownikom gruzińskiego instytutu do rozszerzenia zakresu pomiarowego w dziedzinie wilgotności, w ich mierzystej placówce.
- 5–7.09 → **POSIEDZENIE STAŁEGO KOMITETU KONWENCJI O KONTROLI I CECHOWANIU WYROBÓW Z METALI SZLACHETNYCH ORAZ POSIEDZENIE MIĘDZYNARODOWEGO STOWARZYSZENIA URZĘDÓW PROBIERCZYCH (IAAO)**  
Przedstawiciele OUP w Warszawie i OUP w Krakowie uczestniczyli w 83. Posiedzeniu Stałego Komitetu Konwencji o kontroli i cechowaniu wyrobów z metali szlachetnych oraz w 20. Posiedzeniu Międzynarodowego Stowarzyszenia Urzędów Probierczych (IAAO), które odbyło się w Rydze. Na posiedzeniu Stałego Komitetu kontynuowano prace nad nową strategią Konwencji oraz debatowano na temat nowych wizerunków cech konwencyjnych. Podczas spotkania IAAO przedstawiono kilka prezentacji technicznych i omawiano sprawy finansowania działalności obydwu organizacji.

- 10–12.09 → **MIĘDZYUCZELNIANA KONFERENCJA METROLOGÓW 2018**  
MKM'2018 objął patronatem Prezes GUM dr inż. Włodzimierz Lewandowski. W pierwszym dniu obrady jubileuszowe oraz sesje naukowe odbyły się na Wydziale Elektrycznym Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie. W drugim dniu konferencji uczestników gościła duńska Kopenhaga. Referaty na tematy metrologiczne wygłosili również pracownicy Głównego Urzędu Miar.
- 24–25.09 → **POSIEDZENIE GV4 PAŃSTW GRUPY WYSZEHRADZKIEJ**  
Podczas spotkania omawiano sprawy związane z wzajemnym uznawaniem cech probierczych na obszarze Wielkiej Brytanii oraz problemów dotyczących oznaczania wyrobów zawierających elementy z metali nieszlachetnych. W tym roku mija 25 lat od powołania GV4.
- 25.09 → **ODWOŁANIE DR. INŻ. WŁODZIMIERZA LEWANDOWSKIEGO ZE STANOWISKA PREZESA GUM**  
Z dniem 25 września dr inż. Włodzimierz Lewandowski został odwołany przez Premiera Mateusza Morawieckiego ze stanowiska Prezesa Głównego Urzędu Miar. Włodzimierz Lewandowski sprawował tę funkcję od 17 maja 2016 r. Był dwunastym prezesem w historii tej instytucji.

## Światowy Dzień Metrologii w GUM

### Oficjalne rozpoczęcie obchodów 100-lecia GUM



Głównym wydarzeniem tegorocznego Światowego Dnia Metrologii była uroczystość odsłonięcia, w obecności pracowników i zaproszonych gości, popiersia pierwszego dyrektora i założyciela GUM Zdzisława Rauszera. Autorem popiersia jest artysta rzeźbiarz Jan Kuraciński.



*niepodległa*

POLSKA  
STULECIE ODZYSKANIA  
NIEPODLEGŁOŚCI



Podczas okolicznościowego wystąpienia Prezes GUM dr inż. Włodzimierz Lewandowski krótko przypomniał historię instytucji i dokonania polskiej metrologii, nakreślając jednocześnie wyzwania, przed jakimi stoi GUM w najbliższych latach. Głos zabrał również przedstawiciel Ministerstwa Przedsiębiorczości i Technologii, a zarazem członek Rady Metrologii Pan Konrad Makarewicz, który odczytał list gratulacyjny od Minister Przedsiębiorczości i Technologii Pani Jadwigi Emilewicz.



W ten sposób uroczystość rozpoczęły się obchody 100-lecia Głównego Urzędu Miar. Wiodące wydarzenie planowane jest na 8 lutego 2019 r. w rocznicę przyjęcia

Dekretu o miarach, a zwieńczeniem obchodów będzie kolejny Światowy Dzień Metrologii w maju 2019 r.

Prawdziwym zaszczytem dla Głównego Urzędu Miar i jego pracowników jest fakt, że Patronat Narodowy nad obchodami 100-lecia GUM objął Prezydent Rzeczypospolitej Polskiej. Patronat Narodowy Prezydenta Rzeczypospolitej Polskiej Andrzeja Dudy w Stulecie Odzyskania Niepodległości jest dowodem uznania dotychczasowych dokonań w dziedzinie dokładności pomiarów. To jednocześnie impuls do dalszych starań o postęp technologiczny i istotny w nim udział polskiego przemysłu. Szeroka współpraca wszystkich interesariuszy działających na rzecz rozwoju i w oparciu o technologie, wykorzystujące metrologiczną precyzję oraz jakość, jest ambitnym zadaniem dla polskiej administracji miar na kolejne lata.

Ponadto Główny Urząd Miar dołączył do instytucji, które uczestniczą w akcji **Niepodległej**, a więc informują za pomocą strony **Niepodległa.gov.pl** o organizowanych przez siebie wydarzeniach. Znajduje się tam „Kalendarz oficjalnych obchodów stulecia odzyskania przez Polskę niepodległości.” Tym samym obchody 100-lecia GUM zostały wpisane w ogólnonarodowe obchody setnej rocznicy odzyskania przez Polskę niepodległości.

Warto dodać, że uchwałą Sejmu Rzeczypospolitej Polskiej Rok 2018 ustanowiony został Rokiem Jubileuszu 100-lecia odzyskania przez Polskę Niepodległości.



## O metrologii na konferencji w Szczyrku



W dniach od 6 do 8 czerwca 2018 r. w Szczyrku odbyła się XIII Konferencja naukowo-techniczna Podstawowe Problemy Metrologii (Problems and Progress in Metrology) PPM'18. W tym roku po raz pierwszy współorganizatorem konferencji był Główny Urząd Miar.

W trakcie obrad zostało ogłoszonych 56 referatów, wśród których 25 to referaty pracowników GUM lub z ich udziałem. Na pierwszej, plenarnej sesji otwierającej referat pt. **Revolution in the Measures: from Artifact to Abstraction**, dotyczący redefinicji jednostek miar SI i płynących stąd wyzwań stojących przed GUM, wygłosił Prezes GUM dr inż. Włodzimierz Lewandowski.



Kolejnym mówcą była Pani dr Felicitas Arias z Observatoire de Paris, która przedstawiła wykład **About Past and Future Definition of the Unit of Time**, dotyczący definicji sekundy i zwiększenia dokładności jej odtwarzania. Tematykę poświęconą pomiarom czasu w nadchodzącej przyszłości przedstawił w swoim referacie **Timekeeping Metrology in the Far and Distant Future** Pan dr Demetrios Matsakis z United State's

Naval Observatory. Sesję zakończyło wystąpienie Pana dr Wasyla Parakuda, dyrektora State Enterprise Research Institute of Measurement Science in Evaluation and Management Systems we Lwowie, na temat wzorców stosowanych w dziedzinie akustyki na Ukrainie „Development of Acoustics Standards in Ukraine”. Referaty zostały wygłoszone w języku angielskim.

Dalsza część konferencji odbywała się w ośmiu sesjach równoległych i ostatniej plenarnej w języku polskim. Wśród przedstawionych prezentacji pracownicy GUM byli autorami lub współautorami następujących referatów:

1. D. Dobrowolska, J. Kolasa: *Działalność Głównego Urzędu Miar w dziedzinie akustyki i drgań na tle potrzeb społecznych i gospodarczych Polski* – str. 36.
2. A. Czubła, P. Szterk, R. Osmyk: *Pułapki w precyzyjnych pomiarach przedziału czasu*.
3. P. Szterk, A. Czubła, R. Osmyk, P. Krehlik, Ł. Śliwczyński: *Precyzyjne dystrybutory sygnałów impulsowych*.
4. J. Dumańska, W. Kozłowski: *Chemiczne wzorce pomiarowe Głównego Urzędu Miar*.
5. D. Czułek: *Projekty strategiczne Samodzielnego Laboratorium Długości Głównego Urzędu Miar*.





6. M. Wiśniewski, D. Czulek, R. Szumski: *Podsumowanie projektu EMRP IND53 LUMINAR Large Volume Metrology in Industry* – str. 40.
7. J. Szutkowski: *Wpływ diodowych żarówek LED na błędy pomiaru energii elektrycznej czynnej. Czy domowe liczniki energii przekłamują pod wpływem obciążenia żarówkami LED – jaka jest prawda.*



8. A. Tomaszewski: *Wprowadzanie nowych metod wzorcowania obciążen przekładników prądowych i napięciowych.*
9. G. Sadek: *Wzorcowanie mostków do pomiaru błędów przekładników prądowych i napięciowych za pomocą systemu próbkującego.*
10. A. Podgórn: *Znaczenie ekranowania w pomiarach pola magnetycznego.*
11. M. Koszarny, J. Jursza, J. Szutkowski, R. Jasiński: *Kondensator wzorcowy 10 nF z dielektrykiem ceramicznym* – str. 50.
12. M. Wojciechowski: *Zwiększenie zakresu częstotliwości pracy komór GTEM.*
13. M. Wojciechowski: *Wzorcowana sieć sztuczna do pomiarów emisji przewodzonej urządzeń dużej mocy prądu stałego.*
14. M. Wojciechowski: *Metrologia fal z zakresu THz.*
15. Ł. Litwiniuk: *Działalność Głównego Urzędu Miar w dziedzinie fotometrii i radiometrii.*



16. E. Malejczyk: *Certyfikacja materiałów odniesienia zgodnie z zaleceniami Przewodnika ISO 35 na przykładzie wybranego ciekłego wzorca gęstości.*
17. J. Wildner, A. Zadworny, M. Turkowski, M. Szudarek, A. Szczeci: *Wzorcowanie stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi w zakresie małych dawek pomiarowych* – str. 26.
18. W. Gosk: *Weryfikacja wpływu porównań prowadzonych w warunkach zrównoważonego eksperymentu wewnątrzlaboratoryjnego na CMC laboratorium wzorcującego.*
19. R. Jarosz: *Równoważność i wzajemne uznawanie wyników pomiarów dla komór klimatycznych.*
20. M. Kozicki: *Redefinicja kelwina – metody pomiaru temperatury termodynamicznej* – str. 46.
21. E. Burcon: *Propagacja niepewności w pomiarach temperatury.*
22. J. Puchalski, P. Fotowicz: *Propagacja niepewności przy wyznaczaniu obszaru rozszerzenia trójwymiarowego mierzandru wektorowego.*



23. M. Mosiądz, J. Wójcik, J. Sobiech: *Bezpieczeństwo cyfrowe a rzetelność pomiaru.*
24. K. Krawczyk, M. Lisowski, B. Kocjan, E. Dudek, R. Jasiński, L. Snopek: *New design of high resistance transfer devices and modernization of existing ones.*
25. D. Kołakowska, K. Krawczyk, M. Lisowski, M. Kampik, M. Orzepowski, D. Domańska-Myśliwiec, J. Tokarski: *Initial tests of an active arm bridge designed to compare high resistance standards.*

Referaty rozwinięte w formę artykułów, oznaczone kolorem niebieskim, publikujemy w niniejszym wydaniu Biuletynu GUM. Kolejne publikować będziemy w następnych numerach.

## Realizacja jednostki masy

### Realization of mass unit

Jolanta Wasilewska (Główny Urząd Miar)

W artykule przedstawiono okoliczności, w jakich narodził się pomysł nowej realizacji kilograma poprzez ustaloną międzynarodowo wartość stałej fizycznej Plancka. Wyjaśniono, jak nowa realizacja kilograma będzie przebiegać, a także jak do zaplanowanych zmian w dziedzinie metrologii na świecie przygotowuje się Główny Urząd Miar

The article outlines the circumstances in which the idea of a new kilogram was born through an internationally established Planck physical constant value. In an accessible way there is explained how the new implementation of the kilogram will look like, as well as the how to planned changes in the field of world metrology is preparing the Central Office of Measures.

### Wstęp

W artykule przedstawiono realizację jednostki masy obecnie i po redefinicji kilograma. To ważne wydarzenie w skali światowej zostanie zapoczątkowane na 26. Generalnej Konferencji Miar CGPM (General Conference on Weights and Measures) w listopadzie 2018 roku. Na tym posiedzeniu zostanie podjęta uchwała o nowelizacji Międzynarodowego Układu Jednostek Miar SI. Wszystkie jednostki podstawowe (sekunda, metr, kilogram, amper, kelwin, mol i kandela) będą zdefiniowane poprzez stałe podstawowe, odpowiednio: częstotliwość cezową ( $\Delta\nu_{Cs}$ ), prędkość światła w próżni ( $c$ ), stałą Plancka ( $h$ ), ładunku elementarnego ( $e$ ), stałą Boltzmanna ( $k$ ), stałą Avogadra ( $N_A$ ) i skuteczność świetlną monochromatycznego promieniowania o częstotliwości 540 THz ( $K_{cd}$ ). Nowe definicje zaczną obowiązywać od 20 maja 2019 roku.

Obecna, obowiązująca od 1901 roku i ustalona przez 3. Generalną Konferencję Miar (CGPM), definicja jednostki masy mówi, że kilogram jest jednostką masy, która jest równa masie międzynarodowego prototypu kilograma. Definicja ta zostanie zastąpiona nową, brzmiącą: „kilogram, oznaczenie kg, to jednostka masy SI. Jest ona zdefiniowana poprzez przyjęcie ustalonej wartości liczbowej stałej Plancka  $h$ , wynoszącej  $6,626\,070\,15 \cdot 10^{-34}$ , wyrażonej w jednostce  $J \cdot s$ , która jest równa  $kg \cdot m^2 \cdot s^{-1}$ , przy czym metr i sekunda określone są poprzez  $c$  i  $\Delta\nu_{Cs}$  [1], co można przedstawić w postaci:

$$1 \text{ kg} = \left( \frac{h}{6,62607015} \right) 10^{34} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s} \quad (1)$$

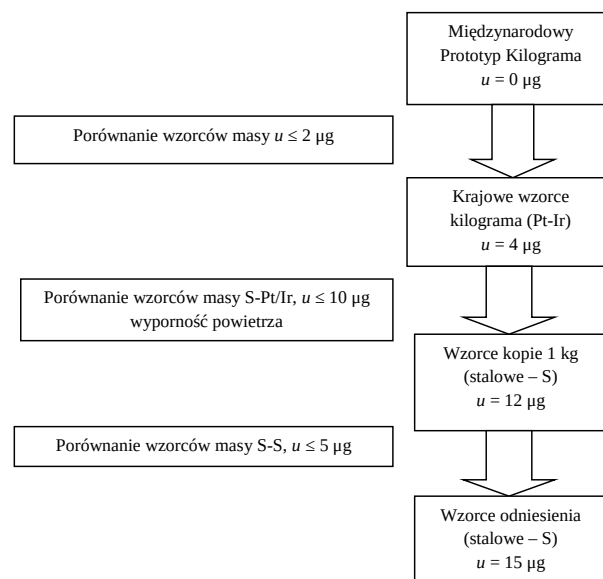
$$1 \text{ kg} = \frac{(299792458)^2}{(6,62607015)(9192631770)} 10^{34} \frac{h \cdot \Delta\nu_{Cs}}{c^2} \approx \quad (2)$$

$$\approx 1,4755214 \cdot 10^{40} \frac{h \cdot \Delta\nu_{Cs}}{c^2}$$

Zostanie też określona realizacja definicji w praktyce (*mise en pratique*).

### Realizacja jednostki masy obecnie

Realizacja jednostki masy od Międzynarodowego Prototypu Kilograma IPK (International Prototype of Kilogram) do stalowych wzorców odniesienia (końcowy



Rys. 1. Obecny schemat spójności pomiarowej (poglądowy), przedstawiający kolejne etapy przekazywania jednostki masy od Międzynarodowego Prototypu Kilograma do poszczególnych klas dokładności wzorców masy [2]

Tabela 1. Międzynarodowy Prototyp Kilograma i wzorce kopie [2]

Lp.	Oznaczenie wzorca	Ranga wzorca	Data pierwszego porównania	Częstość stosowania wzorców w porównaniach
1.	IPK	Międzynarodowy prototyp kilograma	1880	jedno ważenie/30–50 lat
2.	K1	Oficjalne kopie IPK	1889	jedno ważenie dwóch kopii co 10 lat
3.	7		1925	
4.	8 (41)		1905	
5.	32		1905	
6.	43		1939	
7.	47		1939	
8.	25		Specjalne zastosowanie prototypów	
9.	73	1988		
10.	91	2004		
11.	9	Ograniczone zastosowanie wzorców	1889	jedno ważenie w roku
12.	31		1889	
13.	650		1979	
14.	42'	Wzorce do bieżącego stosowania – wzorce robocze	1953	cztery ważenia w roku
15.	63		1974	
16.	77		1992	
17.	88		2004	
18.	97		–	
19.	103		–	

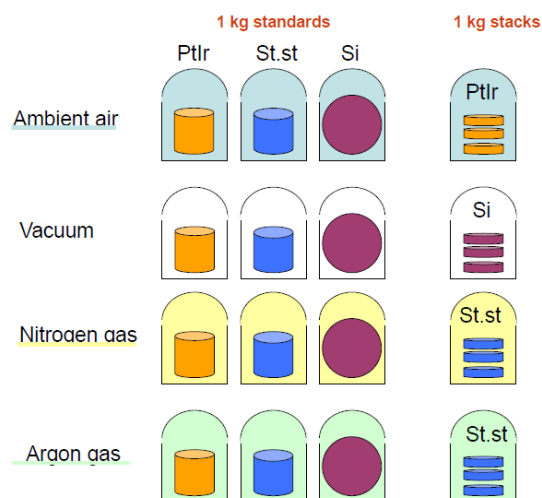
użytkownik) przebiega zgodnie ze schematem hierarchicznego układu sprawdzeń (rys. 1) [2].

Międzynarodowe Biuro Miar (BIPM) organizuje i przeprowadza międzynarodowe porównania państwowych wzorców jednostki masy – prototypów 1 kg oraz wzorcuje wzorce masy 1 kg dla krajowych instytutów metrologicznych (NMI) i także dla innych użytkowników. Porównania polegają na wyznaczeniu mas przekazanych obiektów w odniesieniu do wzorców roboczych należących do BIPM i innych krajowych prototypów 1 kg. W tabeli 1 zestawiono wzorce należące do Międzynarodowego Biura Miar.

Od 2011 roku Międzynarodowe Biuro Miar posiada także zestaw 12 wzorców odniesienia ERMS (Ensemble of Reference Mass Standards), związanych z Międzynarodowym Prototypem Kilograma, który stanowi wartość odniesienia w porównaniach kluczowych. Zestaw składa się z następujących wzorców masy: 4 kul z monokryształu krzemu o naturalnym składzie izotopowym (Si), 4 walców platynowo-irydowych (Pt-Ir), 4 walców stalowych (S-S) oraz dodatkowo 3 artefaktów Pt-Ir, 3 artefaktów z monokryształu krzemu i 6 artefaktów ze stali do pomiaru efektów powierzchniowych. Wzorce i artefakty przechowywane są w argonie, w powietrzu i w próżni (rys. 2). ERMS odtwarza wartość masy w oparciu o średnią ważoną wartości mas 12 wzorców i stanowi znacznie bardziej stabilne, solidne, wiarygodne

źródło odniesienia niż pojedynczy prototyp kilograma [3]. Zestaw brał udział w specjalnym wzorcowaniu w 2014 roku.

Obecnie (dane CCM z 2017 r.) zestaw ERMS składa się z 20 wzorców: 6 wzorców w powietrzu (2 Pt-Ir, 2 Si, 2 S-S), 3 wzorców w argonie (1 Pt-Ir, 1 Si, 1 S-S), 3 wzorców w azocie (1 Pt-Ir, 1 Si, 1 S-S), 4 wzorców w próżni (4 S-S) oraz 2 wzorce stalowe i 2 kule z monokryształu krzemu [4].



Rys. 2. Wzorce odniesienia ERMS związane z Międzynarodowym Prototypem Kilograma IPK [4]

Wzorce Międzynarodowego Biura Miar były porównywane z Międzynarodowym Prototypem Kilograma (IPK) i między sobą w następujących latach (w nawiasie podano rok, w którym uczestniczył IPK) [5]:

- 1899–1911 – pierwsze okresowe porównanie (bez IPK),
- 1939–1953 – drugie okresowe porównanie (1946 r.),
- 1988–1992 – trzecie okresowe porównanie (1989 r.),
- 2013–2014 – nadzwyczajne wzorcowanie (2014 r.).

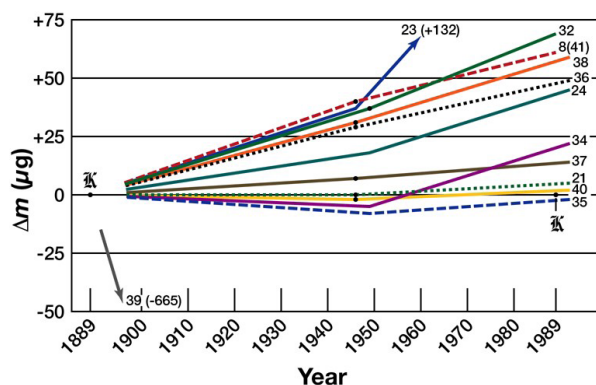
Polski państwowy wzorzec masy – prototyp kilograma nr 51 (walec wykonany ze stopu Pt-Ir) porównywano w BIPM dwukrotnie: w 1951 r. (1 kg + 0,185 mg) między innymi z prototypami kilograma nr 31 (Bureau International), nr 25 (Observatoire de Paris) oraz prototypami kilograma z innych krajów: nr 49 z Austrii i nr 50 z Kanady i w 1990 r. (1 kg + 0,227 mg, niepewność standardowa 2,3 µg). W świadectwie wzorcowania z 1990 r. brak danych, z jakimi wzorcami międzynarodowymi polski prototyp kilograma był porównywany. Następne porównania prototypu kilograma nr 51 planowane są w latach 2019–2021. Do tego czasu Pracownia Wąg i Wzorców Masy musi stosować opracowany przez BIPM model matematyczny opisujący zmiany masy w czasie z niepewnością 0,008 mg. Dla kopii nr 51 wyznaczono zależność:  $m = m_0 + (\Delta m_0 + k \cdot \delta m_D)$ , gdzie:  $m_0$ ,  $\Delta m_0$  – masa wyrażona w kg i błąd masy wyrażony w mg, dane ze świadectwa wzorcowania wystawionego w 1952 r. przez BIPM,  $k$  – bezwymiarowy współczynnik określający liczbę miesięcy, które minęły od wystawienia świadectwa wzorcowania do dnia wykonania ekstrapolacji,  $\delta m_D$  – wyznaczony doświadczalnie przez BIPM dryft masy, który wynosi 0,1886 µg/miesiąc [6].

Pracownia Wąg i Wzorców Masy zapewnia jednolitość miar w kraju w zakresie pomiarów masy. Przekazywanie jednostki masy jest realizowane zgodnie z hierarchicznym układem sprawdzeń od Międzynarodowego Prototypu Kilograma IPK, poprzez wzorce robocze BIPM, polski prototyp 1 kg nr 51, wzorce kopie 1 kg, wzorce odniesienia klasy dokładności  $E_1$ , wzorce masy klasy dokładności  $E_2$ , wzorce masy klas dokładności  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $M_1$ , wagi nieautomatyczne i wagi automatyczne. Do przekazywania jednostki masy w Polsce wykorzystywane jest stanowisko pomiarowe do wzorcowania wzorców kopii 1 kg. W skład stanowiska wchodzi następujące wzorce i przyrządy pomiarowe:

- prototyp kilograma nr 51,
- komparator masy 1 kg,
- stacja klimatyczna do określania temperatury, wilgotności powietrza i ciśnienia atmosferycznego,
- komputer sterujący komparatorem, który służy również do obliczania wyników pomiaru.

## Przygotowania do redefinicji kilograma

Powodem, dla którego zdecydowano się powiązać jednostkę masy ze stałą fizyczną i wykorzystać do jej odtwarzania zjawiska fizyczne, były zmiany masy większości kopii w odniesieniu do międzynarodowego prototypu kilograma. Był to trend wzrostowy, który potwierdziły porównania przeprowadzone w latach 1889–1992, oszacowany dryft masy kopii wobec IPK wynosił do 50 µg na sto lat [7].



Rys. 3. Zmiany masy oficjalnych kopii kilograma w odniesieniu do międzynarodowego prototypu kilograma [15]

W celu wyeliminowania niekorzystnego zjawiska zmienności masy wzorca materialnego w czasie, podjęto decyzję o redefinicji jednostki masy w oparciu o stałą fizyczną Plancka ( $h$ ). Do realizacji tego pomysłu wybrano dwa projekty (realizacje pierwotne kilograma): International Avogadro Coordination (IAC) i wagę wata.

Pierwszy projekt wiąże masę kuli wykonanej z monokryształu krzemu z następującymi wielkościami: stałą sieci krystalicznej  $a$ , składem izotopowym  $\sum_i x(^i\text{Si}) = 1$ , względną masą atomową każdego izotopu krzemu  $A_r(^i\text{Si})$ , objętością kuli  $V_{\text{Si}}$ , masą zanieczyszczeń  $m_{\text{deficit}}$ , masą warstwy powierzchniowej kuli  $m_{\text{SL}}$

$$m_{\text{sphere}} = \frac{2hR_{\infty}}{c\alpha^2} \frac{\sum_i x(^i\text{Si})A_r(^i\text{Si})}{A_r(e)} \frac{8V_{\text{core}}}{a^3} - m_{\text{deficit}} + m_{\text{SL}} \quad (3)$$

gdzie:  $2hR_{\infty}/(c\alpha^2)$  jest masą elektronu,  $\sum_i x(^i\text{Si})A_r(^i\text{Si})/A_r(e)$  jest średnim stosunkiem masy krzemu do masy elektronu, a  $8V_{\text{core}}/a^3$  jest liczbą atomów krzemu w kuli. We wzorze występują dwie stałe fizyczne:  $R_{\infty}$  stała Rydberga ( $u = 5,9 \cdot 10^{-12}$ ) i  $\alpha$  stała struktury subtelnej ( $u = 2,3 \cdot 10^{-10}$ ) (metoda XRCD – X-Ray Crystal Density) [8].

Drugi projekt wykorzystuje wagę wata i wiąże wielkości mechaniczne i elektryczne, opierając jednostkę masy na stałej fizycznej Plancka [9]



$$m = h \left( \frac{bf^4}{4} \right) \frac{1}{gv} \quad (4)$$

gdzie:  $h$  – stała fizyczna Plancka,  $f$  – doświadczalna częstotliwość,  $b$  – bezwymiarowa doświadczalna wielkość. Obie wielkości związane są z pomiarami elektrycznymi prądu i napięcia mierzonymi kwantowymi wzorcami elektrycznymi: prąd pośrednio z rezystancji (przy wykorzystaniu kwantowego efektu Halla), napięcie przy zastosowaniu kwantowego zjawiska Josephsona, przyspieszenie ziemskie  $g$  ultraczułym grawimetrem, prędkość  $v$  pośrednio interferometrem laserowym, a czas  $t$  cezowym zegarem atomowym.

W celu realizacji nowej definicji kilograma, opartej na stałej fizycznej Plancka, Komitet Doradczy ds. Masy i Wielkości Pochodnych (Consultative Committee for Mass and Related Quantities – CCM, zalecenie G1, 2013) sformułował cztery cele:

1. **zgodność** – co najmniej trzy niezależne eksperymenty, w tym projekty wagi wata i IAC, w których otrzymano wartości stałej Plancka ze względną niepewnością standardową nie większą niż  $5 \cdot 10^{-8}$ ,
2. **niepewność** – przynajmniej jeden z ww. wyników powinien mieć względną niepewność standardową nie większą niż  $2 \cdot 10^{-8}$ ,
3. **spójność** – kopie IPK z BIPM, zestaw wzorców odniesienia ERMS, wzorce masy stosowane w wadze wata i w metodzie IAC powinny być bezpośrednio, na ile to możliwe, porównane z IPK,
4. **walidacja** – procedury do dalszej realizacji i przekazywania kilograma opisane w *mise en pratique* powinny być zwalidowane zgodnie z zasadami CIPM MRA (Porozumienia o wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania).

Cele zostały zrealizowane w następujący sposób:

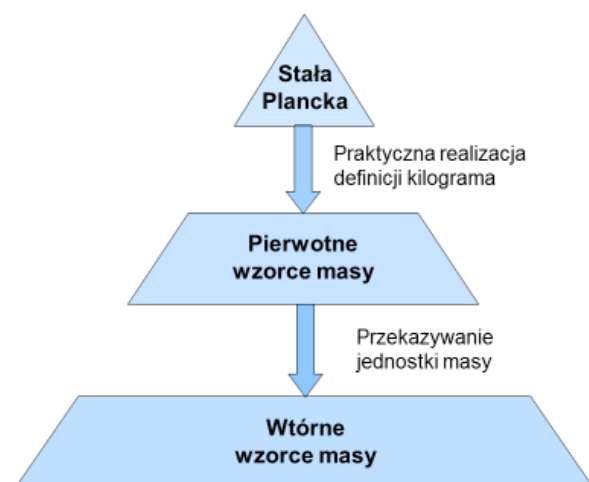
1. w porównaniach pilotażowych *CCM Pilot Study: comparison of realization of the kilogram* wzięły udział trzy wagi wata: LNE/Francja, NIST/USA, NRC/Kanada i dwie kule krzemowe AVO28-S5 i AVO28-S8 mierzone niezależnie przez PTB/Niemcy i NMIJ/Japonia w projekcie IAC. Tylko trzy realizacje osiągnęły zamierzoną względną niepewność standardową nie większą niż  $5 \cdot 10^{-8}$ : National Research Council (NRC)/Kanada  $1,8 \cdot 10^{-8}$ , International Avogadro Coordination (IAC)  $2,0 \cdot 10^{-8}$  i National Institute of Standards and Technology (NIST)  $3,4 \cdot 10^{-8}$  [10];
2. najmniejszą względną niepewność standardową  $2 \cdot 10^{-8}$  otrzymano na wadze wata z Kanady i w projekcie IAC;

3. w 2014 r. przeprowadzono porównania oficjalnych kopii kilograma z międzynarodowym prototypem kilograma IPK (specjalne wzorcowanie); jak się okazało kopie mają bardzo dobrą stabilność, różnica wynosi tylko kilka mikrogramów w porównaniu z 1992 r.

Ponadto w 2016 r. BIPM porównał dwie kopie robocze spójne z IPK, (w próżni pierwszy zestaw, w powietrzu drugi zestaw) z dwoma zestawami wzorców należących do uczestników porównań pilotażowych CCM Pilot Study. Każdy uczestnik przygotował własny zestaw, w skład którego wchodził obowiązkowo jeden wzorec Pt-Ir i jeden dodatkowy wzorec Pt-Ir, wzorec stalowy lub kula Si – wszystkie wywzorcowane w próżni na przyrządach pomiarowych realizujących nową jednostkę masy, drugi zestaw składał się z dwóch wzorców stalowych wywzorcowanych w powietrzu. Warunkiem przystąpienia do projektu było posiadanie stanowiska pomiarowego, które pozwoli zrealizować jednostkę masy zgodnie z nową definicją kilograma, z niepewnością standardową w zakresie (20 ÷ 200)  $\mu\text{g}$ . Do obliczeń zastosowano wartość stałej fizycznej Plancka  $h = 6,626\,070\,040 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$ , rekomendowaną przez CODATA (Committee on Data for Science and Technology) w 2014 r. [11].

## Realizacja jednostki masy po redefinicji kilograma

Po redefinicji kilograma, czyli 20 maja 2019 r. przekazywanie jednostki masy będzie przeprowadzane etapami.



Rys. 4. Spójność pomiarowa po redefinicji jednostki miary masy [12]

## Powiększenie niepewności obecnych wzorców masy o niepewność IPK

Niepewność standardowa stałej Plancka (10  $\mu\text{g}$ ) zostanie przeniesiona na IPK. W związku z tym wszystkie wzorce państwowe będą miały większą niepewność. Polski wzorec kilograma nr 51 będzie miał niepewność 10,3  $\mu\text{g}$  zamiast 2,3  $\mu\text{g}$ . Międzynarodowe Biuro Miar (BIPM) powiadomi wszystkie krajowe instytucje metrologiczne (NMI) o proponowanych zmianach. BIPM nie planuje wydania poprawki do poprzednich świadectw wzorcowania. Do czasu ustalenia „consensus value”, BIPM będzie wykonywało wzorcowania wobec wzorców roboczych spójnych z IPK, biorąc pod uwagę dodatkową niepewność 10  $\mu\text{g}$  pochodzącą od IPK. Po 20 maja 2019 r. krajowe instytucje metrologiczne będą miały za zadanie włączyć dodatkową niepewność pochodzącą od IPK do budżetu niepewności. Informacja ta ma być podana w świadectwie wzorcowania.

## Rozpowszechnianie ustalonej wartości „consensus value”

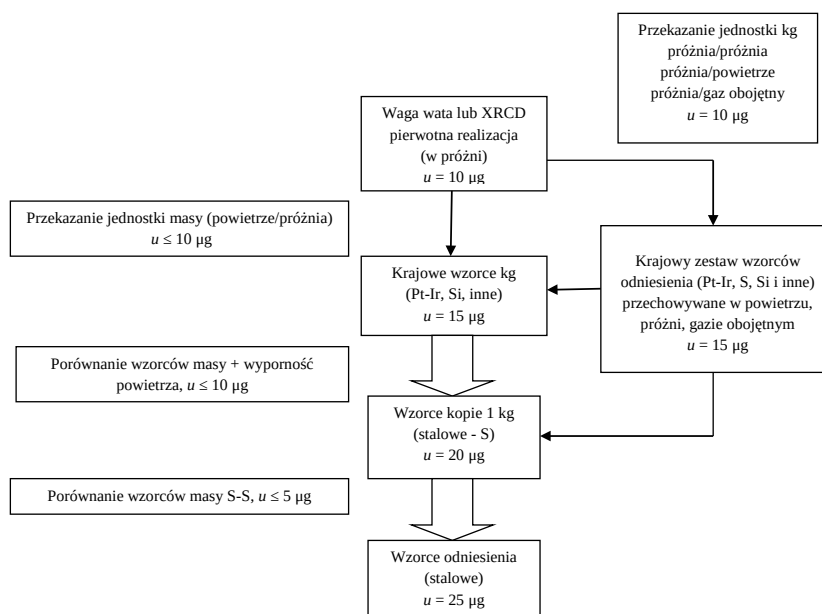
Porównania kluczowe będą powiązane z wzorcami roboczymi BIPM i zestawem wzorców odniesienia ERMS, aby zachowana była ciągłość realizacji jednostki kilograma sprzed redefinicji. BIPM będzie pilotem porównań. Porównania nowych realizacji pierwotnych kilograma będą równoległe lub dwustronne z BIPM, co pozostawi uczestnikom wybór. Będzie także istniała możliwość wykonania porównań wzorców kilograma na obecnych zasadach. Udział w porównaniach kluczowych będą mogły brać tylko te krajowe instytucje metrologiczne, które opublikowały swoje wyniki z niepewnością względną mniejszą niż  $5,0 \cdot 10^{-7}$  [13]. BIPM będzie wykorzystywać w tych porównaniach wzorce robocze i zestaw wzorców ERMS uczestniczący w ostatnich porównaniach kluczowych. Za każdym razem, gdy niezależna realizacja będzie brać udział w trwającym porównaniu, wartość odniesienia dla porównania kluczowego będzie podlegać przeglądowi przez Komitet Doradczy ds. Masy i Wielkości Pochodnych CCM. Wartość odniesienia porównań kluczowych KCRV (key comparison reference value) zostanie obliczona przy użyciu uznanej metodologii (na przykład przy użyciu średniej ważonej). Ustalona wartość (consensus value) będzie pochodzić od dostarczonych

przez uczestników wyników. Niepewność standardowa consensus value powinna pozostać na poziomie 10  $\mu\text{g}$ . Aktualizacja tej wartości będzie nadzorowana, aby uniknąć znaczących zmian, po dodaniu nowych wyników porównań. Aby utrzymać stabilność consensus value, może zapadnąć decyzja o kolejnych porównaniach, które będą odzwierciedlać stabilność użytego wzorca w czasie. Wyniki poddane będą analizie statystycznej. Początkowo ustalona wartość (consensus value) będzie oparta o pomiary wzorców roboczych BIPM [13].

Prototyp kilograma, kula krzemowa, zestaw wzorców odniesienia wywzorcowane metodą pierwotną na wadze wata lub na komparatorze próżniowym wobec kuli krzemowej z projektu IAC staną się wzorcami pierwotnymi [2].

Pierwotne realizacje kilograma (wagi wata, metoda XRCD i inne) będą dostępne w różnych krajach na świecie. Aby pierwotne metody realizacji jednostki masy były dostępne dla innych użytkowników, muszą być zwalidowane podczas okresowych kluczowych porównań organizowanych przez Komitet Doradczy ds. Masy i Wielkości Pochodnych (CCM), zgodnie z zasadami CIPM MRA. Podczas porównań zostanie potwierdzony stopień równoważności zgłoszonej metody, czyli spójność z wartością odniesienia porównań kluczowych KCRV. Dla tych porównań KCRV będzie nazywała się ustaloną wartością (consensus value), jak wspomniano powyżej. Następnie niepewność CMC (Calibration and Measurement Capabilities) każdego uczestnika porównań, który spełnił kryteria porównań, zostanie wpisana do bazy danych KCDB (Key Comparison Database) [2].

Pierwsze pierwotne wzorce kilograma spójne ze stałą fizyczną Plancka i wywzorcowane przy użyciu ww.



Rys. 5. Łańcuch spójności pomiarowej po redefinicji kilograma [2]

realizacji pierwotnych będą dostępne po 2023 r. W latach 2018–2022, wywzorcowane w ten sposób wzorce masy, byłyby obciążone zbyt dużą niepewnością [14].

BIPM odegra ważną rolę w zapewnieniu światowej jednorodności rozpowszechniania kilograma poprzez organizowanie porównań wzorców masy należących do krajowych instytutów metrologicznych (NMI). W okresie przejściowym ustalona w wyniku tych porównań wartość (consensus value) będzie rozpowszechniana wśród uczestników porównań, aby zapewnić jednolitość pomiarów masy na całym świecie. BIPM zapewni stabilne odniesienie do tych porównań poprzez najdokładniejsze i skuteczne środki realizacji kilograma, aby wesprzeć solidny międzynarodowy system realizacji i rozpowszechniania kilograma. BIPM będzie w dalszym ciągu zapewniać wzorcowania krajowym instytutom metrologicznym, które nie wykonują pierwotnej realizacji kilograma. Lista planowanych porównań w dziedzinie masy w latach 2020–2023 znajduje się na stronie internetowej BIPM.

## Realizacja jednostki masy po redefinicji kilograma w Głównym Urzędzie Miar

Pracownia Wag i Wzorców Masy Głównego Urzędu Miar także przygotowuje się do realizacji jednostki masy po redefinicji kilograma. Dotychczasowe całkowicie zautomatyzowane stanowisko państwowego wzorca jednostki miary masy 1 kg, komparator o obciążeniu max. 1011 g, z dz. el.  $d = 1 \mu\text{g}$ , zostanie zastąpione modułowym stanowiskiem, w skład którego wchodzić będzie automatyczny próżniowy komparator masy z adiustacją zewnętrzną o charakterystyce: obciążenie max.  $\geq 1 \text{ kg}$  z dz. el.  $d = 0,1 \mu\text{g}$ . Modułowy komparator masy jest już zakupiony i obecnie znajduje się w fazie testowania. Stanowisko państwowego wzorca jednostki miary masy 1 kg zostanie też wyposażone w krajowy zestaw wzorców odniesienia [15 wzorców kopii 1 kg; 2 walce stalowe, 10 walców stalowych z główką, 2 wzorce stalowe zespołowe (100 g ÷ 500 g) i kulę krzemową].

## Podsumowanie

Historyczne wydarzenie, jakim jest redefinicja jednostek miar, zbiega się z ważnymi datami dla naszego kraju: 100-leciem odzyskania niepodległości (11 listopada 2018 r.) oraz 100-leciem powstania Głównego Urzędu Miar (1 kwietnia 2019 r.). W dniach 13–16 listopada 2018 r. 26. Generalna Konferencja Miar podejmie uchwałę o redefinicji Międzynarodowego Układu Jednostek Miar, a jego oficjalne wdrożenie nastąpi w dniu 20 maja 2019 r. Kilogram, ostatnia podstawowa jednostka miary, zdefiniowana od ponad 100 lat przez wzorec materialny, zostanie ustalona poprzez przyjęcie dokładnej wartości

liczbowej stałej Plancka. Dla Pracowni Wag i Wzorców Masy GUM to nowe wyzwanie związane z nowoczesnym komparatorem, rozbudowanym modułem pomiarowym umożliwiającym pomiar masy w próżni i w osłonie gazów szlachetnych. Ale najistotniejszą sprawą dla licznych klientów Pracowni Wag i Wzorców Masy jest przekazywanie jednostki masy z jak najmniejszą niepewnością, o czym metrologzy GUM nigdy nie zapominają, wyposażając Pracownię w najnowocześniejszą aparaturę i szkoląc się na warsztatach w najlepszych zagranicznych instytutach metrologicznych.

## Literatura

- [1] The International System of Unites (SI). Draft of the ninth SI Brochure, 5 February 2018.
- [2] Stock M., Davidson S., Fang H., Milton M., de Mirandes E., Richard P., Sutton C.: Maintaining and disseminating the kilogram following its redefinition. *Metrologia* vol. 54, (2017), s. S99-S107.
- [3] Lenard E., Wiśniewski W.: Państwowy wzorec jednostki masy po redefinicji kilograma. Stan obecny i propozycje działań GUM w zakresie praktycznej realizacji i przekazywania nowej jednostki masy. Opracowanie GUM.
- [4] Estefania de Mirandes i in.: Present status of the BIPM ensemble of mass standards. Prezentacja CCM, 18th May 2017.
- [5] Davis S. R., Barat P., Stock M.: A brief history of the unit of mass: continuity of successive definitions of the kilogram, *Metrologia* vol. 53 (2016), s. A12-A18.
- [6] Ossowski L. R.: Wykorzystanie komparatora próżniowego do przekazywania jednostki miary masy opartej na nowej definicji kilograma. *Biuletyn GUM* nr 1-2 (2015), s. 20-26.
- [7] Stock M. i in.: Calibration campaign against the international prototype of the kilogram in anticipation of the redefinition of the kilogram part I: comparison of the international prototype with its official copies, *Metrologia*, vol. 52 (2015), s. 310-316.
- [8] Fujii K., Bettin H. i in.: Realization of the kilogram by the XRCD method, *Metrologia* vol. 53 (2016), s. A19-A45.
- [9] *Mise en pratique* for the definition of the kilogram in the SI. Draft for Appendix 2 of the SI Brochure for the "Revised SI", Version 11.0 (2018).
- [10] Bettin H., Schlamminger S.: Realization, maintenance and dissemination of the kilogram in the revised SI, *Metrologia*, vol. 53 (2016), s. A1-A5.
- [11] Stock M. i in.: A comparison of future realizations of the kilogram, *Metrologia* vol. 55, (2018), s. T1-T7.
- [12] Philippe R., Hao F., Davis R.: Foundation for the redefinition of the kilogram, *Metrologia* vol. 53 (2016), s. A6-A11.
- [13] CCM short note on the dissemination process after the proposed redefinition of the kilogram, 24th May 2018, Version 1.3.
- [14] Nilsen L.: Disseminating the unit of mass from multiple primary realizations, *Metrologia* vol. 53 (2016), s. 1306-1316.
- [15] Girard G.: The Third Periodic Verification of National Prototypes of the Kilogram (1988–1992), *Metrologia* vol. 31 (1994), s. 317-336.

## Wzorcowanie analizatorów wydechu za pomocą wytwarzanych *in situ* wilgotnych wzorców gazowych

### Calibration of the breath analyzers using *in situ* produced wet gas standards

Piotr Janko, Robert Kordulasiński, Jolanta Wasilewska, Elżbieta Lenard (Główny Urząd Miar)

Analizatory wydechu, przyrządy do pomiaru stężenia masowego alkoholu (etanolu) w powietrzu wydychanym, są wzorcowane w Polsce za pomocą wilgotnych wzorców gazowych wytwarzanych *in situ* w symulatorze wydechu z wodnych roztworów wzorcowych etanolu. W artykule przedyskutowano wpływ rozwiązań konstrukcyjnych stanowisk pomiarowych do badania analizatorów wydechu na niepewność stężenia wytwarzanego wzorca. Przedstawiono szczegółową analizę potencjalnych źródeł niepewności i przykładowe budżety niepewności, dla wartości stężenia masowego etanolu w wilgotnym wzorcu gazowym oraz dla wyznaczonej wartości błędów wskazań analizatora.

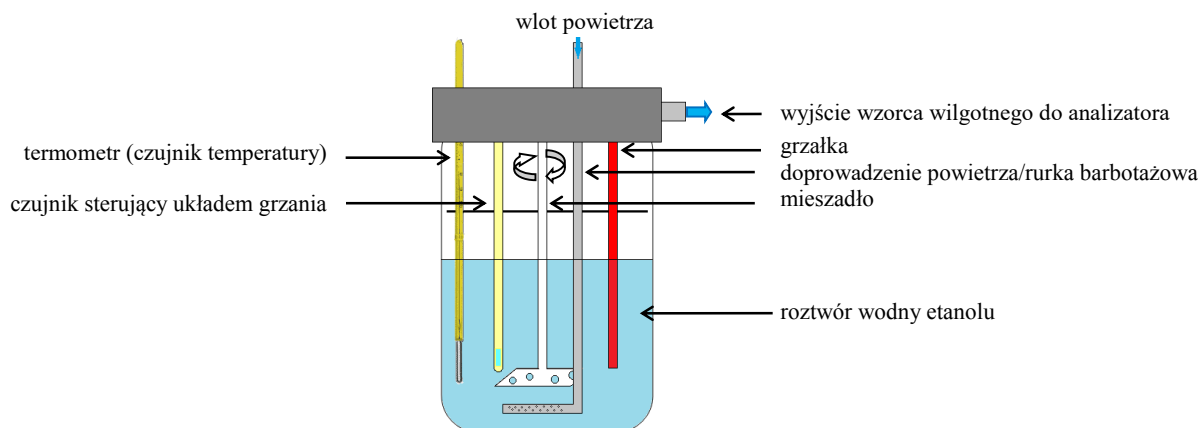
Breath analyzers are instruments for determination of alcohol (ethanol) mass concentration in exhaled air. These instruments are calibrated in Poland by means of wet gas standards produced *in situ* from aqueous standard solutions in breath simulators. The article discusses the influence of design of test benches for testing of breath analyzers on the uncertainty of the concentration of the produced gas standard. A detailed analysis of potential sources of uncertainty and an exemplary uncertainty budgets of mass ethanol concentration in a wet gas standard as well as that of the determined instrument error are presented.

### Wprowadzenie

Analizatory wydechu, czyli przyrządy do pomiaru zawartości alkoholu (etanolu) w powietrzu wydychanym przez człowieka, poddawane są okresowemu wzorcowaniu. W Polsce wykonywane jest ono z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych generowanych *in situ* w symulatorach wydechu z wodnych roztworów wzorcowych etanolu. W poprzedniej pracy [1] przedstawiono pierwszy etap procedury wzorcowania analizatora, metodę wagową sporządzania ciekłych wzorców etanolu, stosowanych następnie do wytwarzania wilgotnych wzorców gazowych *in situ* w symulatorze wydechu, wraz ze

szczegółową analizą źródeł niepewności wyznaczonej zawartości etanolu. Procedura zapewnia spójność pomiarową z państwowymi wzorcami jednostki miary masy i gęstości oraz niewielką niepewność wyznaczonej wartości ułamka masowego etanolu w roztworze wzorcowym. W niniejszej pracy przedstawione zostaną dwa kolejne etapy wzorcowania, które są realizowane jednocześnie:

- wytworzenie *in situ* w symulatorze wydechu wilgotnych wzorców gazowych, wyznaczenie stężenia masowego etanolu we wzorcu  $c_g$  wraz z jego niepewnością  $u(c_g)$ ,
- wyznaczenie błędów wskazań analizatora  $\Delta c$  wraz z jego niepewnością  $u(\Delta c)$ .



Rys. 1. Schemat prostego symulatora wydechu



Tabela 1. Wartości literaturowe stałej Henry'ego etanolu w wodzie

Rok	Pierwszy autor	$k_H \cdot 10^3$	Metoda pomiaru	Publikacja
1950	Harger	0,393	Chemiczna (utl. $\text{KMnO}_4$ )	[2]
1979	Dubowski	0,389	Kompilacja danych z lat 1911–1979	[3]
1981	Flores	0,394	BASS (Breath alcohol sampling simulator)	[4]
1983	Jones	0,386	Chromatografia gazowa	[5]
1995	Schoeknecht	0,391	Dynamiczna	[6]
1997	Silverman	0,389	Chemiczna (utl. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )	[7]
2002	Montamat	0,394	Dynamiczna	[8]
2005	Gullberg	0,393 (0,390)	Obl. na podst. danych z [2]	[9]
2007	NHTSA	0,393	wg [2]	[10]
2010	Pratzler	0,407	Dynamiczna	[11]
2010	Pratzler	0,400	Dynamiczna	[12]
2001	Staudinger	0,398	Krytyczna kompilacja	[13]
2006	Warneck	0,417 (0,410) (0,399)	Kompilacja	[14]
2013	Brockbank	0,395	Krytyczna kompilacja	[15]
2015	Sander	(0,369–0,496) mediana: 0,400	Krytyczna kompilacja	[16]

## Wyposażenie pomiarowe

Najprostsze wyposażenie do wytwarzania wzorca gazowego to tzw. symulator wydechu, którego schemat przedstawiony jest na rys. 1, a przykładowe urządzenie na rys. 2. Nazwa pochodzi od tego, że ma on symulować zjawiska związane z wydechem i wymianą gazową zachodzącą między krwią a powietrzem w płucach człowieka.

W termostatowanym (dla 34 °C) naczyniu barbotażowym następuje nasycenie parą wodną i parami etanolu przepuszczanego strumienia powietrza. Zgodnie z prawem Henry'ego, stężenia etanolu w fazie wodnej  $c_c$  i w fazie gazowej  $c_g$  w stanie równowagi w danych warunkach pozostają w stałym stosunku:

$$c_g = k_H \cdot c_c \quad (1)$$

gdzie:  $k_H$  – stała Henry'ego (współczynnik podziału między fazę gazową i ciekłą).

W tabeli 1 zestawiono niektóre wartości stałej Henry'ego  $k_H$  dla 34 °C, na podstawie danych z różnych źródeł literaturowych.

Zależność wiążącą obie wielkości w funkcji temperatury można w uproszczeniu zapisać w postaci:

$$c_g = A \cdot c_c \cdot e^{B \cdot (t)} \quad (2)$$

gdzie:  $A$ ,  $B$  – współczynniki wyznaczone empirycznie, a  $\{t\}$  – wartość liczbowa temperatury wyrażonej w °C, co w stałej temperaturze sprowadza się do postaci równania (1).

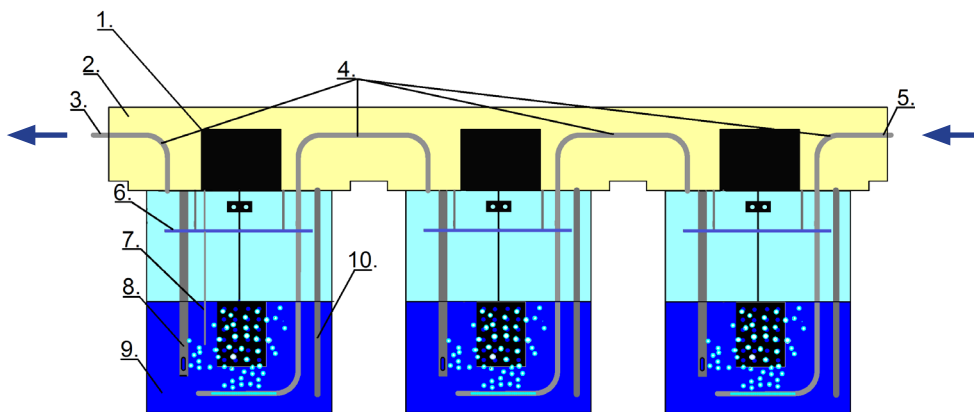


Rys. 2. Przykład komercyjnego analizatora wydechu

Wartości współczynników  $A$  i  $B$ , podane w różnych publikacjach, różnią się między sobą. Aby wzorcowania wykonywane w różnych laboratoriach były porównywalne, należy przyjąć jednolity sposób postępowania. W Polsce stosuje się równanie Dubowskiego [3], zgodnie z zaleceniem OIML R126:2012 [17]:

$$c_g = 0,04145 \cdot 10^{-3} \cdot c_c \cdot e^{0,06583 \cdot (t)} \quad (3)$$

Współczynniki w równaniu (3) przyjmuje się jako umownie prawdziwe. Nie uwzględnia się ich jako źródeł



- |   |  |
|---|--|
| 1. Mieszadło szybkoobrotowe                             | 6. Zabezpieczenie przeciw wydostawaniu się cieczy z układu barbotażowego |
| 2. Komora o kontrolowanej temperaturze 36 °C            | 7. Czujnik temperatury układu pomiarowego (ASL F200)                     |
| 3. Wyjście wzorca etanolowego z generatora              | 8. Czujnik temperatury kontrolera  |
| 4. Przewody prowadzenia wzorca i do barbotażu           | 9. Wzorzec wodny etanolu   |
| 5. Wejście gazu nośnego do generatora wzorca wilgotnego | 10. Grzałka o mocy 70 W  |

Rys. 3. Schemat kanału (toru) pomiarowego stanowiska GUM

niepewności przy wyznaczaniu niepewności stężenia wzorca gazowego, choć jak wynika z powyższego zestawienia, względna niepewność związana z wyznaczeniem stałej podziału (Henry’ego) może sięgać nawet kilku procent.

Podczas kolejnych pomiarów, gdy przez symulator przepływa powietrze, następuje ubytek z fazy ciekłej etanolu i w mniejszym stopniu także wody. Aby zminimalizować efekt zmiany stężenia etanolu w fazie ciekłej, a co za tym idzie w generowanym wzorcu gazowym, stosuje się układy dwóch lub więcej symulatorów połączonych szeregowo. Rysunek 3 przedstawia schemat układu stosowanego w GUM.

Na rys. 4 przedstawiono teoretyczny przebieg zmian stężenia we wzorcu gazowym w trzech kolejnych naczyniach barbotażowych, będących w stanie równowagi, dla 34 °C.

W naczyniu symulatora, w fazie gazowej, znajduje się etanol w stężeniu wynikającym z równania (3) oraz nasyczona para wodna. Stężenie masowe pary wodnej ( $\rho_v$ ),

dla 34 °C, można obliczyć stosując równanie stanu gazu doskonałego i prawo Raoult’a:

$$\rho_v = \frac{p_w^0 x_w M_w}{RT} \quad (4)$$

gdzie:

- $p_w^0$  – prężność nasyconej pary wodnej w 34 °C, obliczona z równania Wagnera i Proussa [18],  $p_w^0 = 5,3204$  kPa,
- $x_w$  – ułamek molowy wody w roztworze wodnym etanolu (od 0,998 do 1,000),
- $M_w$  – masa molowa wody ( $M_w = 18,01528$  g),
- $R$  – uniwersalna stała gazowa ( $R = 8,314514598$  J mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>),
- $T$  – temperatura bezwzględna ( $T = 307,15$  K).

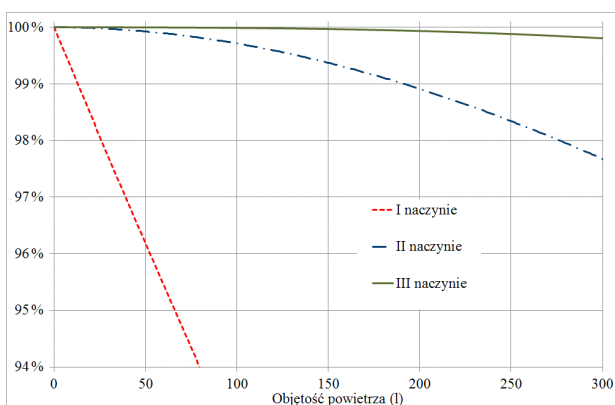
Dla powyższych danych otrzymujemy, na podstawie wzoru (4), wartość  $\rho_v = 37$  mg/l. Zastosowanie prawa Raoult’a do obliczenia ciśnienia cząstkowego pary wodnej jest tu uprawnione, mimo że mieszanina wody i alkoholu nie jest mieszaniną doskonałą. Jak widać z wykresu na rys. 5, dla wartości ułamka molowego etanolu bliskiego zera, odchylenie krzywej  $p_{woda}$  od linii określającej mieszaninę doskonałą jest zaniedbywalne.

W naczyniu, przez które przepływa powietrze nie zawierające pary wodnej (np. sprężone powietrze z butli), następuje jego nasycenie parą wodną. Ilość ciepła  $Q$ , jaka jest konieczna do ogrzania powietrza o objętości  $V$  i nasycenia go parą wodną, można obliczyć ze wzoru:

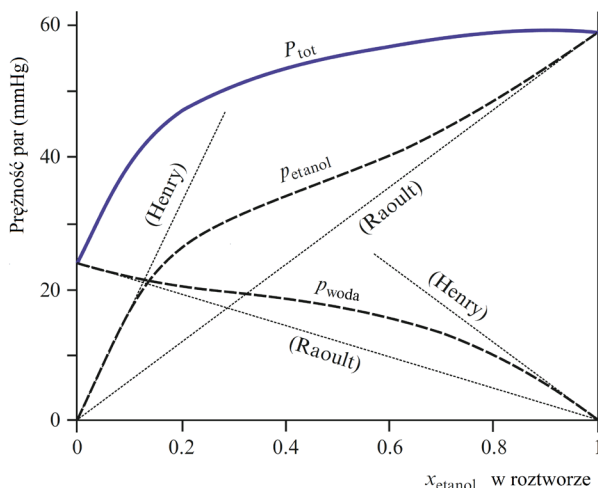
$$Q = C_p \cdot m_p + C_a \cdot m_a \cdot \Delta t \quad (5)$$

podstawiając:  $m_p = \rho_v \cdot V \quad (6)$

$$m_a = \rho_a \cdot V \quad (7)$$



Rys. 4. Zmiana stężenia etanolu w trakcie generowania wzorca gazowego



Rys. 5. Zależność prężności par etanolu ( $p_{\text{etanol}}$ ), wody ( $p_{\text{wody}}$ ) i całkowitej ( $p_{\text{tot}}$ ) od ułamka molowego etanolu ( $x_{\text{etanol}}$ ) w roztworze wodnym. Cienką przerywaną linią zaznaczono ciśnienia cząstkowe składników, zgodnie z prawem Raoula oraz ciśnienia cząstkowe wg prawa Henry'ego, przy niskich stężeniach obu składników mieszaniny (źródło Fig 7.15 [19]).

$$\text{otrzymujemy: } Q = C_p \cdot \rho_v \cdot V + C_a \cdot \rho_a \cdot \Delta t \cdot V \quad (8)$$

gdzie:

$C_p$  – ciepło parowania wody dla 34 °C ( $C_p = 2420$  kJ/kg),

$C_a$  – ciepło właściwe powietrza dla 20 °C ( $C_a = 1$  kJ/kg K),

$m_p$  i  $m_a$  – masa odparowanej wody i masa powietrza, wyrażone w kg,

$\rho_v$  – stężenie masowe pary wodnej w powietrzu w temperaturze 34 °C i przy wilgotności względnej od 95 % do 100 % ( $\rho_v = 0,037$  kg/m<sup>3</sup>),

$\rho_a$  – gęstość powietrza dla 20 °C ( $\rho_a = 1,20$  kg/m<sup>3</sup>),

$\Delta t$  – różnica temperatur powietrza na wyjściu i wejściu symulatora ( $\Delta t = 14$  K),

$V$  – objętość powietrza która przepłynie przez symulator podczas pomiaru ( $V = 0,000267$  m<sup>3</sup>), w warunkach pomiaru: 20 l/min, czas 8 s.

Dla powyższych danych otrzymujemy  $Q = 240$  J. Pobranie takiej ilości ciepła oznaczałoby spadek temperatury roztworu równy:

$$\Delta t_s = \frac{Q}{m_s \cdot C_w} \quad (9)$$

gdzie:

$C_w$  – ciepło właściwe wody dla 34 °C ( $C_w = 4,1784$  kJ kg<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>),

$m_s$  – masa roztworu ( $m_s = 0,500$  kg).

Dla powyższych danych otrzymujemy:  $\Delta t = 0,12$  °C. Oznacza to, że aby ten spadek temperatury nie nastąpił, konieczne jest dostarczenie dodatkowej energii cieplnej. W przypadku grzałki w symulatorze, wymagany jest wzrost jej mocy w czasie pomiaru o 30 W. Z powyższych rozważań widać, że rzeczą trudną jest utrzymanie

stabilności temperatury w pojedynczym naczyniu w trakcie symulowanego wydechu, co jest jeszcze jednym ważnym argumentem za stosowaniem kilku naczyń barbotażowych połączonych szeregowo.

Z równania (2) wynika, że kluczowym czynnikiem mającym wpływ na wynik i jego niepewność jest ściśle kontrola temperatury generowanego wzorca. W naczyniu barbotażowym musi być zapewnione odpowiednie mieszanie roztworu i jak najmniejsza bezwładność czujnika temperatury i grzałki układu sterującego. Ważnym zadaniem symulatora jest zapewnienie równowagi fazy gazowej i ciekłej podczas trwania pomiaru. Aby uzyskać skuteczną wymianę międzyfazową, należy zastosować odpowiednio intensywne mieszanie i barbotaż, maksymalizujące powierzchnię kontaktu obu faz.

Kolejnym zjawiskiem, które powinna uwzględnić konstrukcja stanowiska pomiarowego do generowania wilgotnych wzorców gazowych, jest zminimalizowanie nadciśnienia w symulatorze na skutek oporów przepływu powietrza. Większa wartość strumienia objętości powietrza  $Q_a$  skutkuje obniżeniem stężenia etanolu w generowanym wzorcu gazowym. Wynika to z faktu, że ustalenie równowagi ciecz–gaz następuje przy ciśnieniu ( $p + \Delta p$ ), wyższym od atmosferycznego ( $p$ ), więc gaz wychodzący z symulatora, ulegając rozprężaniu, zwiększa swoją objętość. Wychodząc z równania stanu gazu doskonałego (prawo Boyle'a–Mariotte'a):

$$p \cdot V_1 = (p + \Delta p) \cdot V_s \quad (10)$$

oraz z zależności dla stężeń etanolu w fazie gazowej w symulatorze  $c_s$  i gazie wychodzącym z symulatora  $c_1$ :

$$c_s = \frac{m_e}{V_s} \quad (11)$$

$$c_1 = \frac{m_e}{V_1} \quad (12)$$

$$\text{otrzymujemy: } \frac{c_1}{c_s} = \frac{p}{p + \Delta p} \quad (13)$$

czyli zmiana stężenia etanolu  $\Delta c_p$  we wzorcu gazowym wynosi:

$$\Delta c_p = c_1 - c_s = c_s \cdot \frac{-\Delta p}{p + \Delta p} \quad (14)$$

gdzie:

$m_e$  – masa etanolu,

$V_s$  i  $V_1$  – objętość wzorca gazowego w symulatorze i po wyjściu z symulatora.

Zgodnie z prawem Hagen–Poiseuille'a [20], w przypadku przepływu laminarnego natężenie przepływu  $Q_a$  jest związane ze spadkiem ciśnienia  $\Delta p$  zależnością:

$$Q_a = \frac{\pi r^4}{8 \eta l} \cdot \Delta p \quad (15)$$

albo 
$$\Delta p = \frac{8\eta l}{\pi r^4} \cdot Q_a \quad (16)$$

Stąd, jeżeli  $\Delta p \ll p$

$$\Delta c_p \approx \frac{-c_s}{p} \cdot \frac{8\eta l}{\pi r^4} \cdot Q_a \quad (17)$$

gdzie:

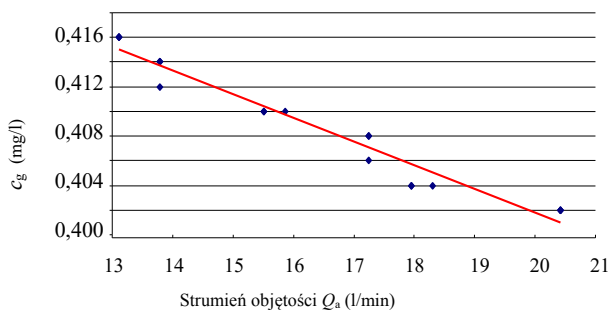
$\eta$  – lepkość dynamiczna,

$l$  – długość przewodu,

$r$  – promień przekroju przewodu,

$\frac{8\eta l}{\pi r^4}$  – opór przepływu.

Jak wynika z równania (17), opór przepływu maleje, gdy maleje wartość  $l$  i rośnie wartość  $r$  (dwukrotny wzrost średnicy przewodu powoduje 16-krotne zmniejszenie oporu). Wpływ strumienia objętości  $Q_a$  na stężenie etanolu w generowanym wzorcu gazowym w jednym z komercyjnych symulatorów starszego typu przedstawia rys. 6.

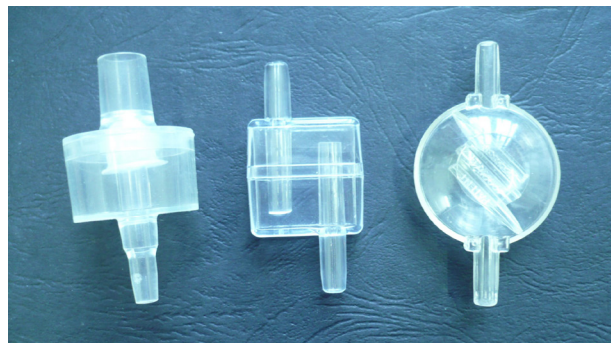


Rys. 6. Przykład zależności  $c_g$  od  $Q_a$  [21]

Jest to czynnik mogący znacząco wpływać na wynik wzorcowania i należy rozważyć potrzebę stosowania odpowiedniej poprawki i/lub uwzględnienie tego wpływu w budżecie niepewności, o ile konstrukcja symulatora na to wskazuje. W symulatorze wydechu stosowanym w GUM (rys. 3) wpływ ten zminimalizowano poprzez zastosowanie zwiększonej średnicy przewodów prowadzących wzorzec.

Zastosowanie na wyjściu z symulatora łapaczy kropeł, montowanych pomiędzy symulatorem a analizatorem wydechu, w celu zabezpieczenia przed dostawaniem się kropeł roztworu wzorcowego do analizatora wydechu, może powodować dodatkowy opór przepływu. Przykłady łapaczy kropeł przedstawia rys. 7.

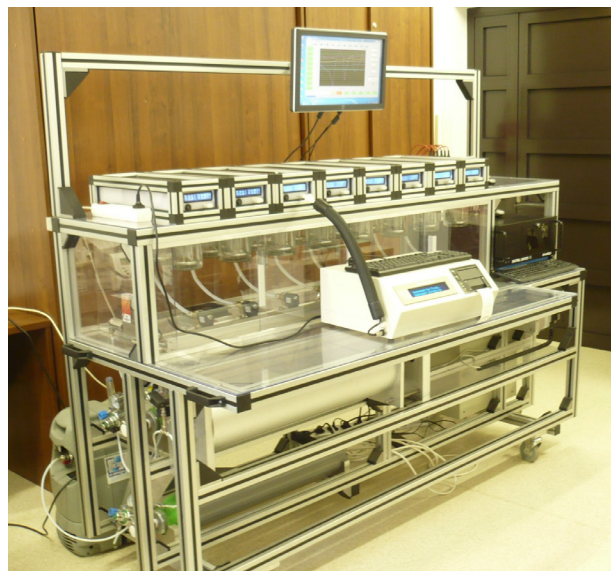
Długi przewód łączący wyjście z symulatora z analizatorem, podobnie jak zastosowanie łapacza kropeł, powodują kolejne niekorzystne zjawisko – skraplanie pary wodnej i obniżanie stężenia etanolu we wzorcu gazowym. Należy stosować tylko ustniki przewidziane do stosowania z danym analizatorem (takie same, jak stosowane do pomiarów przez użytkownika), bez dodatkowego łapacza



Rys. 7. Przykłady łapaczy kropeł

kropeł, czy dodatkowego przewodu na wyjściu z symulatora. Ustnik należy wymieniać na suchy przed każdym pomiarem.

Ośmiokanałowe stanowisko pomiarowe do badania i wzorcowania analizatorów wydechu stosowane w GUM [22] przedstawia rys. 8.



Rys. 8. Stanowisko pomiarowe analizatorów wydechu GUM

Stężenie masowe etanolu we wzorcu ciekłym w temperaturze pomiaru  $t$  wynosi:

$$c_c = w \cdot \rho_c \quad (18)$$

Po podstawieniu równania (16) do równania (3) otrzymuje się:

$$c_g = 0,04145 \cdot 10^{-3} \cdot w \cdot \rho_c \cdot e^{0,06583 \cdot \{t\}} \quad (19)$$

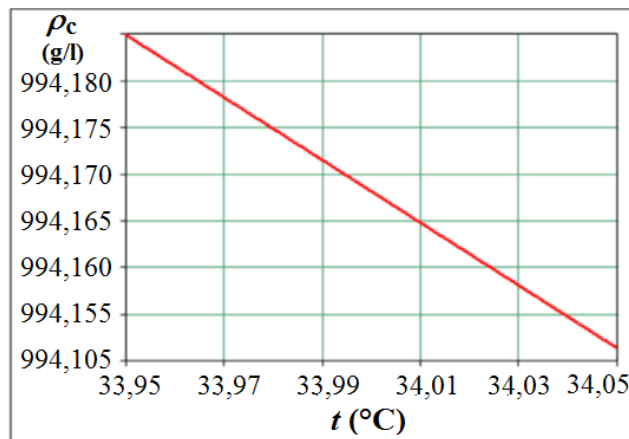
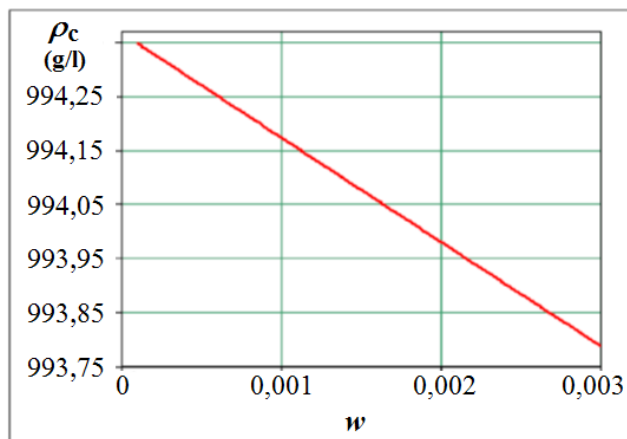
gdzie:

$w$  – ułamek masowy etanolu w roztworze wodnym,

$\{t\}$  – wartość liczbową temperatury wyrażonej w  $^{\circ}\text{C}$ ,

$\rho_c$  – gęstość roztworu wzorcowego etanolu w temperaturze  $t$ , obliczona ze wzoru na podstawie rozporządzenia Ministra Gospodarki z dnia 25 maja 2006 r.:





Rys. 9. Zależności gęstości wzorca ciekłego od ułamka masowego i temperatury

$$\rho_c = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \cdot w^{(k-1)} + \sum_{k=1}^6 B_k \cdot (t-20)^k + \left( \sum_{j=1}^5 \sum_{k=1}^{11} C_{j,k} \cdot w^k \cdot (t-20)^j \right), \text{ g/l} \quad (20)$$

gdzie:  $A_k, B_k, C_{j,k}$  to współczynniki liczbowe [23].

Gęstość jest skorelowana z pozostałymi wielkościami wejściowymi w równaniu (19), ponieważ też jest funkcją  $w$  i  $t$ . Zależność  $\rho_c$  od  $t$  (dla  $w=0,0010352$ ) i  $w$  (dla  $t=34$  °C) przedstawia rys. 9.

Współczynniki korelacji w obu przypadkach ( $w$  zakresach przedstawionych na wykresach) są zbliżone do -1 (odpowiednio -0,99999994 i -0,99999898).

Dokument EA-4/02 M:2013 (p. 4.6) [24] i przewodnik wyznaczania niepewności (p. 5.2) [25] wymagają w przypadku skorelowanych wielkości wejściowych, aby uwzględniać również ich kowariancję. W p. 4.7 dokumentu [24] znajduje się też wskazówka, że korelacje można wyeliminować poprzez wybór odpowiedniej funkcji modelu pomiaru. Tak więc możliwe są dwa warianty postępowania, oba prowadzą do uzyskania identycznej wartości standardowej niepewności złożonej  $u_c(c_g)$ :

1. Uwzględnienie kowariancji, zgodnie z równaniem 16 w rozdz. 5.2.2 Przewodnika [25]:

$$u_c^2(c_g) = \left( \frac{\partial c_g}{\partial \rho_c} \cdot u(\rho_c) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial w} \cdot u(w) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial t} \cdot u(t) \right)^2 + 2 \left[ \frac{\partial c_g}{\partial \rho_c} \cdot \frac{\partial c_g}{\partial w} \cdot u(\rho_c) \cdot u(w) \cdot r(\rho_c, w) + \frac{\partial c_g}{\partial \rho_c} \cdot \frac{\partial c_g}{\partial t} \cdot u(\rho_c) \cdot u(t) \cdot r(\rho_c, t) \right] \quad (21)$$

2. Przekształcenie równania pomiaru w taki sposób, aby zawierało tylko wielkości niezależne.

Po podstawieniu równania (20) do równania (19) otrzymuje się równanie (22) będące funkcją dwóch zmiennych niezależnych:

$$c_g = 0,04145 \cdot w \cdot \left[ A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \cdot w^{(k-1)} + \sum_{k=1}^6 B_k \cdot (t-20)^k + \left( \sum_{j=1}^5 \sum_{k=1}^{11} C_{j,k} \cdot w^k \cdot (t-20)^j \right) \right] \cdot e^{0,06583(t)} \text{ mg/l} \quad (22)$$

Przedstawione dalej obliczenia wykonano w programie Mathcad 2000, wg sposobu 2.

### Wyznaczenie niepewności wartości stężenia wilgotnego wzorca gazowego etanolu

Niepewność wyznaczono zgodnie z wymaganiami dokumentu EA-4/02 M:2013 [24]. Równanie (22), po uzupełnieniu o poprawki uwzględniające wpływy przedstawionych wyżej wielkości, stanowi równanie pomiaru:

$$c_g = 0,04145 \cdot w \cdot \left[ A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \cdot w^{(k-1)} + \sum_{k=1}^6 B_k \cdot (t-20)^k + \left( \sum_{j=1}^5 \sum_{k=1}^{11} C_{j,k} \cdot w^k \cdot (t-20)^j \right) \right] \cdot f_c \cdot f_p \cdot e^{0,06583(t)} \quad (23)$$

Równanie niepewności stężenia masowego etanolu we wzorcu gazowym:

$$u_c(c_g) = \sqrt{\left( \frac{\partial c_g}{\partial w} \cdot u(w) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial t} \cdot u(t) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial \rho_{Tab}} \cdot u(\delta \rho_{Tab}) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial f_c} \cdot u(f_c) \right)^2 + \left( \frac{\partial c_g}{\partial f_p} \cdot u(f_p) \right)^2} \quad (24)$$

W tabeli 2 zestawiono wielkości wejściowe.

Tabela 2. Wielkości wejściowe

Wielkość wejściowa	Symbol
Ułamek masowy etanolu we wzorcu wodnym	$w$
Temperatura pomiaru, °C	$t$
Poprawka uwzględniająca niepewność tablic	$\delta \rho_{Tab}$
Poprawka uwzględniająca spadek stężenia wzorca ciekłego w czasie pomiarów	$f_c$
Poprawka uwzględniająca wpływ nadciśnienia w symulatorze na stężenie wzorca ciekłego w czasie pomiarów	$f_p$

Przykładowy budżet niepewności wyznaczono dla poniższych danych wejściowych:

$$w = 0,00103521, t = 34 \text{ °C}, \rho_{wz(c)} = 994,168 \text{ g/l}, \delta \rho_{Tab} = 0 \text{ g/l}, f_c = 1 \text{ i } f_p = 1.$$



- Składowa niepewności związana z wyznaczeniem ułamka masowego etanolu w roztworze wodnym. Niepewność standardowa wyznaczenia ułamka masowego zgodnie z procedurą opisaną w [1] wynosi  $u(w) = 5,77 \cdot 10^{-7}$ .
- Składowa niepewności związana z wyznaczeniem temperatury pomiaru.

Równanie pomiaru temperatury:

$$t = \bar{t} + \delta t_r + \delta t_s + \delta t_1 \quad (25)$$

gdzie:

$\bar{t}$  – średnia temperatura w czasie pomiaru,

$\delta t_r$  – poprawka uwzględniająca niepewność związaną z rozdzielczością termometru,

$\delta t_s$  – poprawka uwzględniająca błąd wskazań wraz z jego niepewnością (ze świadectwa wzorcowania termometru),

$\delta t_1$  – poprawka uwzględniająca niepewność wynikającą ze stabilności temperatury symulatora wydechu i bezwładność reakcji termometru w warunkach dynamicznych podczas przepływu powietrza oraz z możliwym dryfem termometru pomiędzy wzorcowaniami.

Równanie niepewności pomiaru temperatury ma zatem postać:

$$u_c(t) = \sqrt{u(\bar{t})^2 + u(\delta t_s)^2 + u(\delta t_r)^2 + u(\delta t_1)^2} \quad (26)$$

gdzie:

$u(\bar{t})$  – maksymalne dopuszczalne odchylenie standardowe średniej temperatury podczas pomiaru wynikające z przyjętego kryterium akceptacji pomiaru (0,01 °C),

$u(\delta t_r)$  – niepewność związana z rozdzielczością wskazań termometru,

$$u(\delta t_r) = \frac{0,001}{2\sqrt{3}} = 0,00029 \text{ °C}$$

$u(\delta t_s)$  – niepewność wyznaczenia błędów wskazań (ze świadectwa wzorcowania),

$$u(\delta t_s) = \frac{U}{2} = \frac{0,010}{2} = 0,005 \text{ °C}$$

$u(\delta t_1)$  – niepewność związana ze stabilnością temperatury symulatora wydechu i bezwładnością reakcji termometru w warunkach dynamicznych podczas przepływu powietrza oraz z możliwym dryfem termometru pomiędzy wzorcowaniami,

$$u(\delta t_1) = 0,05 \text{ °C}$$

- Składowa niepewności związana ze stosowanymi tablicami alkoholometrycznymi.

Składowa niepewności wyznaczenia gęstości, wynikająca z niepewności równania tablic alkoholometrycznych, została przyjęta na podstawie rozdzielczości, z jaką podawane są dane w tablicach i wynosi:

$$u(\delta \rho_{\text{Tab}}) = \frac{0,01}{2\sqrt{3}} = 0,0029 \text{ g/l}$$

- Składowa niepewności związana ze zmianą stężenia wzorca ciekłego w czasie pomiarów.

Niepewność standardową mnożnika poprawkowego  $f_c$ , uwzględniającego zachodzące w czasie pomiarów zmiany stężenia masowego w roztworze ciekłym  $u(f_c)$ , przyjęto jako 0,0025, na podstawie zależności pokazanej na rys. 4 i maksymalnej ilości użytego wzorca gazowego  $\leq 300$  l.

- Składowa niepewności związana ze spadkiem stężenia generowanego wzorca gazowego na skutek oporu przepływu w symulatorze.

Niepewność standardową mnożnika poprawkowego  $f_p$ , uwzględniającego spadek stężenia wzorca gazowego na skutek oporu przepływu w symulatorze stosowanym w GUM (rys. 3),  $u(f_p)$ , przyjęto jako, na podstawie równania (14) i wyznaczonego  $\Delta p$  przy strumieniu objętości powietrza  $(24 \pm 6)$  l/min.

Standardowa niepewność złożona wynosi  $u_c(c_g) = 0,0018$  mg/l. Niepewność rozszerzoną oblicza się według wzoru  $U = k \cdot u_c$ , przy poziomie ufności ok. 95 % (przyjmując współczynnik rozszerzenia  $k = 2$ ):

$$U = 0,0036 \text{ mg/l}$$

Stężenie masowe etanolu we wzorcu gazowym z przykładu powyżej wynosi:

$$c_g = (0,4000 \pm 0,0036) \text{ mg/l}$$

Tabela 3. Budżet niepewności stężenia wzorca gazowego etanolu

Symbol wielkości	Estymata wielkości	Niepewność standardowa	Rozkład prawdopodobieństwa	Współczynnik wrażliwości	Udział niepewności (mg/l)	Udział % w niepewności złożonej
w	$1,0352 \cdot 10^{-4}$	$5,766 \cdot 10^{-7}$	normalny	386,317 mg/l	0,0002228	1,65 %
t	34	0,0512 °C	normalny	0,026197 mg/(l · °C)	$1,34 \cdot 10^{-3}$	59,83 %
$\delta \rho_{\text{Tab}}$	0	0,0029 g/l	prostokątny	$4,023 \cdot 10^{-4}$ mg/g	$1,1615 \cdot 10^{-6}$	0,00004 %
$f_c$	1	0,0025	normalny	0,4000 mg/l	0,001	33,21 %
$f_p$	1	0,001	normalny	0,4000 mg/l	0,0004	5,31 %
$c_g$	0,4000 mg/l		Niepewność złożona		0,00174	100 %



## Wyznaczenie błędu wskazań analizatora za pomocą wzorca gazowego etanolu

Ostatnim etapem przedstawionej procedury wzorcowania analizatora wydechu jest wyznaczenie błędu wskazań na podstawie serii  $n$  pomiarów z zastosowaniem wilgotnego wzorca gazowego generowanego na stanowisku pomiarowym, przedstawionym na rys. 7. Równanie pomiaru:

$$\Delta c = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - c_{\text{ref}_i})}{n} + \delta c_r \quad (27)$$

gdzie:

$\Delta c$  – wyznaczony błąd wskazań analizatora (średnia z różnic  $\Delta c_i = x_i - c_{\text{ref}_i}$ ),

$x_i$  – wyniki kolejnych pomiarów odczytane na analizatorze,

$\delta c_r$  – poprawka uwzględniająca rozdzielczość wskazań analizatora  $c_r$ ,

$c_{\text{ref}_i} = c_g$  – stężenie wzorca odniesienia (gazowego wzorca etanolu) podczas  $i$ -tego pomiaru, obliczone z równania (23), dla temperatury  $t_i$ ,

$n$  – liczba wykonanych pomiarów (np.  $n = 10$ ).

Równanie niepewności wyznaczonego błędu wskazań:

$$u_c(\Delta c) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left( \Delta c_i - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta c_i \right)^2}{n \cdot (n-1)} + u(\delta c_r)^2 + u_c(c_g)^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \Delta c_i^2 - \frac{1}{n} \left( \sum_{i=1}^n \Delta c_i \right)^2}{n \cdot (n-1)} + \left( \frac{c_r}{2\sqrt{3}} \right)^2 + u_c(c_g)^2} \quad (28)$$

gdzie:

$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \Delta c_i^2 - \frac{1}{n} \left( \sum_{i=1}^n \Delta c_i \right)^2}{n \cdot (n-1)}}$  – niepewność standardowa średniego błędu wskazań analizatora,

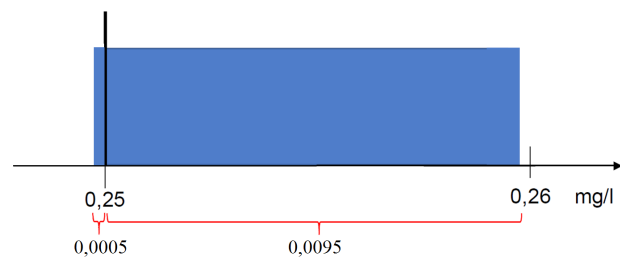
$u_c(c_g)$  – złożona niepewność standardowa stężenia etanolu we wzorcu gazowym, obliczona powyżej wg wzoru (24),

$u(\delta c_r)$  – niepewność standardowa związana z rozdzielczością  $c_r$  wskazań analizatora.

Zgodnie z zaleceniem OIML [17], przy pomiarach w ramach prawnej kontroli metrologicznej analizator powinien pracować w tzw. trybie serwisowym (maintenance mode), zwanym też trybem metrologicznym lub kontrolnym, który zapewnia uzyskanie wyniku z rozdzielczością 0,001 mg/l. W obliczeniach niepewności, w niniejszym przykładzie uwzględniono właśnie taką sytuację, przyjmując prostokątny rozkład prawdopodobieństwa (tab. 4), czyli:

$$u(\delta c_r) = \frac{0,001}{2\sqrt{3}} = 0,00029 \text{ mg/l}$$

Wartość wielkości mierzonej podawana przez analizatory wydechu pracujące w trybie roboczym, stosowanym w rutynowych pomiarach, jest zaokrąglana w dół do drugiego miejsca dziesiętnego, tj. np.: dla wartości mierzonej 0,259 mg/l uzyskany wynik wynosi 0,25 mg/l. Jeżeli wzorcowanie analizatora jest wykonywane w trybie roboczym analizatora, obliczenie składowej niepewności wynikającej z rozdzielczości wskazań nieco się komplikuje. Należy przyjąć niesymetryczny rozkład prostokątny prawdopodobieństwa. Jeżeli założymy, że przyrząd mierzy z rozdzielczością 0,001 mg/l, to dla wskazania  $x_i = 0,25$  mg/l wartość menzurandu leży w przedziale lewostronnie domkniętym: [0,2495, 0,2595) (rys. 10).



Rys. 10. Przedział możliwych wartości odpowiadających wskazaniu przyrządu: 0,25 mg/l

Dla uzyskania poprawniejszej od  $x_i$  estymaty  $X_i$  można zastosować poprawkę równą: 0,01/2, aby ta nowa estymata leżała w środku przedziału (patrz Uwaga 1 do p. 4.3.8 w [25]). Wówczas składowa  $u(\delta c_r)$  wynikająca z zaokrąglenia wskazań wyniesie:

$$u(\delta c_r) = \frac{0,01}{2\sqrt{3}} = 0,0029 \text{ mg/l}$$

Jeżeli jako estymatę wielkości mierzonej przyjmie się nieskorygowane jw. wskazanie przyrządu, to składową niepewności, wynikającą z zaokrąglenia, lepiej jest obliczyć na podstawie szerokości całego przedziału, a nie jego połowy:

$$u(\delta c_r) = \frac{0,01}{\sqrt{3}} = 0,0058 \text{ mg/l}$$

Standardowa niepewność złożona wynosi:

$$u_c(\Delta C) = 0,0020 \text{ mg/l}$$

Niepewność rozszerzoną oblicza się ze wzoru:  $U = k \cdot u_c$ , przy poziomie ufności ok. 95 %, przyjmując współczynnik rozszerzenia  $k = 2$ . Niepewność rozszerzona wynosi:

$$U = 0,0040 \text{ mg/l}$$

Wynik pomiaru: błąd wskazania przyrządu wyznaczony, jako wynik pomiarów dla przykładu powyżej (wzorca gazowego o stężeniu 0,400 mg/l), wynosi:

$$\Delta C = (0,000 \pm 0,004) \text{ mg/l}$$

Tabela 4. Budżet niepewności wyznaczenia błędu wskazań analizatora wydechu

Symbol wielkości	Estymata wielkości	Niepewność standardowa	Rozkład prawdopodobieństwa	Współczynnik wrażliwości	Udział niepewności	Udział % w niepewności złożonej
$\overline{\Delta c_i}$	0	0,001 mg/l	normalny	1	0,001 mg/l	24,42 %
$c_g$	0,400	0,0017 mg/l	normalny	1	0,0017 mg/l	73,54 %
$\delta c_r$	0	0,00029 mg/l	prostokątny	1	0,00029 mg/l	2,04 %
$\Delta c$	0,000 mg/l		Niepewność złożona		0,0020 mg/l	100 %

### Zapewnienie spójności pomiarowej

Wyniki pomiarów zostały odniesione do państwowych wzorców masy, temperatury i gęstości, co przedstawiono na rys. 10 w postaci schematu spójności pomiarowej, stanowiącego podsumowanie trzech etapów procedury wzorcowania z uwzględnieniem opisanego w [1] etapu sporządzenia wodnych roztworów wzorcowych.

### Podsumowanie

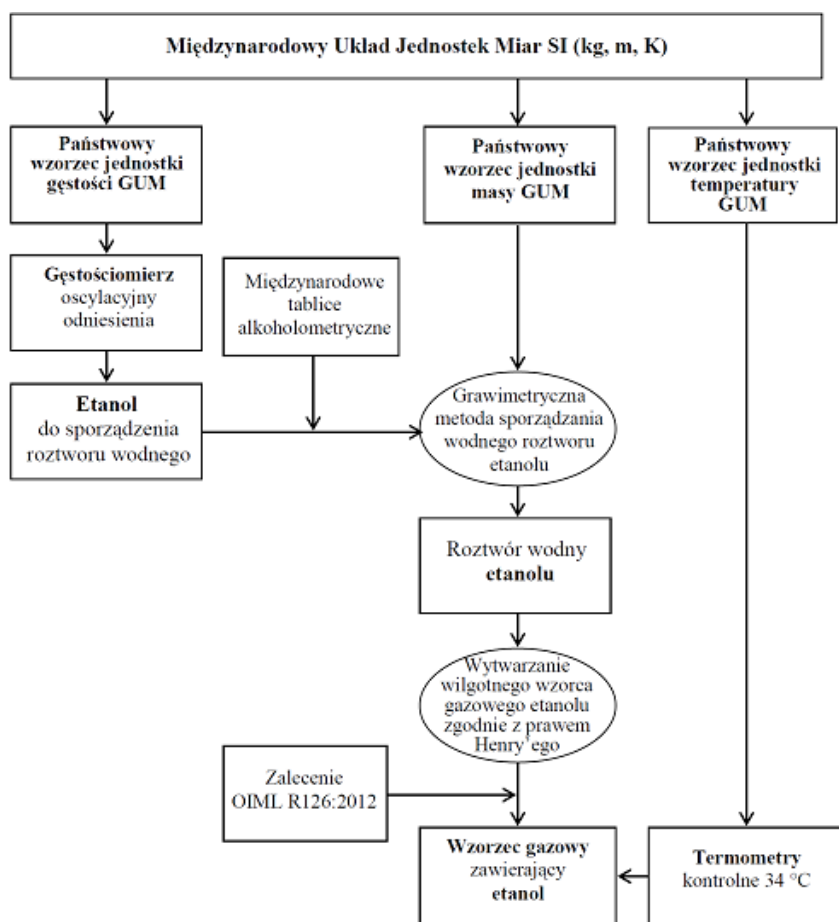
Przedstawiono, stosowaną w Pracowni Analizatorów Wydechu Samodzielnego Laboratorium Masy w Głównym Urzędzie Miar, procedurę wytwarzania wilgotnych

wzorców gazowych *in situ* w symulatorze wydechu. Dokonano szczegółowej analizy źródeł niepewności wyznaczonej wartości stężenia wzorca gazowego oraz wyznaczonego w wyniku wzorcowania błędu wskazań analizatora. Procedura zapewnia spójność pomiarową oraz niewielką niepewność wyznaczonej wartości stężenia wzorca gazowego wytworzonego w symulatorze. Przy wytwarzaniu wzorca gazowego zwrócono szczególną uwagę na czynniki związane z budową stanowiska pomiarowego i sposób ich uwzględnienia w szacowaniu niepewności. Największy udział w całkowitej niepewności ma składowa związana z temperaturą wytwarzania w warunkach dynamicznych wzorca gazowego w opisywanym stanowisku. Wyznaczona niepewność stężenia wzorca generowanego na stanowisku spełnia wymagania określone w międzynarodowym zaleceniu OIML R126:2012, jako 1/3 wartości maksymalnego dopuszczalnego błędu analizatora wydechu.

Biorąc pod uwagę wymagania laboratoriów wzorcujących oraz wymagania zalecenia OIML:R126, uzyskana niepewność pomiaru jest wystarczająca do wykonywania:

- badań najdokładniejszych przyrządów pomiarowych,
- porównań międzylaboratoryjnych [26-28],
- prac badawczo-rozwojowych.

Analiza źródeł niepewności wykazała, że w niektórych przypadkach ich udział w wyznaczonej niepewności jest nieistotny, co daje możliwość wprowadzenia pewnych uproszczeń w procedurze i obliczeniach niepewności. Jednak w przypadku stanowiska pomiarowego o innej konstrukcji, ich udział może być bardziej istotny.



Rys. 11. Schemat spójności pomiarowej wyników wzorcowania analizatora wydechu w GUM





## Literatura

- [1] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E., Wodne roztwory wzorcowe etanolu do wzorcowania analizatorów wydechu sporządzane metodą wagową, *Biuletyn GUM* (2017), nr 3-4, s. 17-27.
- [2] Harger R. N., Raney B. B., Bridwell E. G., Kitchel M. F., The partition ratio of alcohol between air and water, urine and blood; estimation and identification of alcohol in these liquids from analysis of air equilibrated with them, *J. Biol. Chem.* (1950), vol. 183, nr 1, s. 197-213.
- [3] Dubowski K. M., Breath-Alcohol Simulators: Scientific Basis and Actual Performance, *J. Anal. Toxicol.* (1979), vol. 3, nr 5, s. 177-182.
- [4] Flores A., Eliason L. K., and Wu Y. C., Breath alcohol sampling simulator (BASS) for qualification testing of breath alcohol measurement devices. NBS special publication 480-41. US National Bureau of Standards, 1981.
- [5] Jones A. W., The relationship between blood alcohol concentration (BAC) and breath alcohol concentration (BrAC): a review of the evidence, Department for Transport, London, no. 15, 2010.
- [6] Schoknecht G., Barduhn B., Atemalkohol-Messgeräte: Grundlagen der Kalibrierung, *Blutalkohol* (1995), vol. 32, s. 74-82.
- [7] Silverman L. D., Wong K., Miller S., Confirmation of ethanol compressed gas standard concentrations by an NIST-traceable, absolute chemical method and comparison with wet breath alcohol simulators, *J. Anal. Toxicol.* (1997), vol. 21, nr 5, s. 369-372.
- [8] Montamat M., Traceability and evidential breath analyser. Presented at the 16th International Conference on Alcohol, Drugs and Traffic Safety (T2002), Montreal, 2002.
- [9] Gullberg R. G., Determining the Air/Water Partition Coefficient to Employ when Calibrating Forensic Breath Alcohol Test Instruments. *Can. Soc. Forensic Sci. J.* (2005) vol. 38, nr 4, s. 205-212.
- [10] DOT NHTSA, Highway Safety Programs; Model Specifications for Calibrating Units for Breath Alcohol Testers; Conforming Products List of Calibrating Units for Breath Alcohol Testers., *Federal Register* (2007), vol. 72, nr 121.
- [11] Pratzler S., Knopf D., Ulbig P., Scholl S., Preparation of calibration gas mixtures for the measurement of breath alcohol concentration, *J. Breath Res.* (2010), vol. 4, nr 3, s. 036004.
- [12] Pratzler S., Knopf D., Ulbig P., Scholl S., Aufbau eines Generators zur dynamisch-gravimetrischen Herstellung von Atemalkohol-Kalibriergasgemischen, *Chem. Ing. Tech.* (2010), vol. 82, no. 10, s. 1753-1762.
- [13] Staudinger J., Roberts P. V., A critical compilation of Henry's Law constant temperature dependence relations for organic compounds in dilute aqueous solutions, *Chemosphere* (2001), vol. 44, s. 561-576.
- [14] Warneck P., A note on the temperature dependence of Henry's Law coefficients for methanol and ethanol. *Atmos. Environ.* (2006), vol. 40, nr 37, s. 7146-7151.
- [15] Brockbank S. A., Aqueous Henry's Law Constants, Infinite Dilution Activity Coefficients, and Water Solubility: Critically Evaluated Database, *Experimental Analysis and Prediction Methods*, 2013.
- [16] Sander R., Compilation of Henry's law constants (version 4.0) for water as solvent. *Atmospheric Chem. Phys.* (2015), vol. 15, nr 8, s. 4399-4981.
- [17] International Recommendations. Evidential breath analyzers. OIML R126:2012, OIML, 2012.
- [18] Wagner W., Pruss A., International Equations for the Saturation Properties of Ordinary Water Substance. Revised according to the International Temperature Scale of 1990, *J. Phys. Chem. Ref. Data* (1993), vol. 22 no. 3, s. 783-787.
- [19] Keszei E., *Chemical Thermodynamics*. Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [20] Sutura S. P., Skalak R., The history of Poiseuille's law, *Annu. Rev. Fluid Mech.* (1993) vol. 25, nr 1, s. 1-20.
- [21] Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E., Opracowanie i weryfikacja metod wzorcowania analizatorów wydechu w celu dostosowywania procedur pomiarowych i obliczeniowych do nowelizowanego zalecenia OIML R126. Etap III. Sprawozdanie, GUM, 2011.
- [22] Kordulasiński R., Wasilewska J., Kolasiński P., Lenard E., Janko P. and Ochman G., Measuring facilities for testing breath analyzers in Poland, *OIML Bulletin* (2016), vol. LVIII, nr 3, s. 12-15.
- [23] Rozporządzenie Ministra Gospodarki z dnia 25 maja 2006 r. w sprawie liczbowych danych odniesienia dla mieszanin alkoholu etylowego i wody, *Dz. U. z 2006 r. Nr 106, poz. 716*.
- [24] EA-4/02M. Wyznaczanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu, EA, 2013.
- [25] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM 1995 with minor corrections), *JCGM 100:2008, JCGM*, 2008.
- [26] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E., Zastosowanie unikatowego stanowiska do badania analizatorów wydechu do przeprowadzenia porównań międzylaboratoryjnych w latach 2014–2015, VII Kongres metrologii, Lublin-Naęczów, 2016.
- [27] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E., Krajowe porównania międzylaboratoryjne w dziedzinie wzorcowania analizatorów wydechu, *Biuletyn GUM* (2016), nr 3-4, s. 14-28.
- [28] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E., National interlaboratory comparisons in the field of breath alcohol analyzers calibration, performed in Poland 2014-2016. *Accred. Qual. Assur.* (2017), vol 22, nr 6, s. 335-345.



# Wzorcowanie stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi w zakresie małych dawek pomiarowych

## Calibration of bell prover in the small volumes range

J. Wildner, A. Zadworny (Główny Urząd Miar)

M. Turkowski, M. Szudarek, A. Szczeki (Politechnika Warszawska)

W artykule przedstawiono metodę wzorcowania stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi, opartą na zastosowaniu dysz Venturiego o przepływie krytycznym, jako wzorców pośredniczących. Zaproponowana metoda pozwala na wzorcowanie dawek pomiarowych o objętości od ok. 5 dm<sup>3</sup>, z niepewnością mniejszą niż 0,2 %.

This article describes proposed method, based on the Venturi sonic nozzles as a transfer standard for bell prover calibration. The method ensures a detailed evaluation of the displaced volume for doses, approximately 5 dm<sup>3</sup>, with an uncertainty better than 0,2 %.

### Wprowadzenie

Dysze Venturiego o przepływie krytycznym są dobrze poznane i stosowane między innymi jako wzorce dla gazomierzy [1]. Dysze o przepływie krytycznym charakteryzują się stosunkowo dobrą dokładnością, powtarzalnością pomiaru i niezawodnością. Najczęściej pomiar strumienia masy gazu przepływającego przez dyszę o przepływie krytycznym realizowany jest w oparciu o normę PN-EN ISO 9300 [2] i opiera się na pomiarach geometrii tej dyszy. Jednak w przypadku najmniejszych dysz konieczne jest wzorcowanie dysz Venturiego o przepływie krytycznym w oparciu o inne metody [3].

Kontrolne zbiorniki dzwonowe są jednym z podstawowych wzorców służących do przekazywania jednostki objętości przepływu i strumienia objętości gazu. Znajdują się na wyposażeniu większości laboratoriów wzorcujących w dziedzinie przepływu gazu oraz w niektórych punktach legalizacyjnych gazomierzy. Najczęściej stanowiska te wzorcowane są metodą objętościową (poprzez zastosowanie kolb pomiarowych), metodą geometryczną lub przy zastosowaniu gazomierzy, jako wzorców pośredniczących.

Pracownicy Samodzielnego Laboratorium Przepływów Głównego Urzędu Miar, we współpracy z Instytutem Metrologii i Inżynierii Biomedycznej Politechniki Warszawskiej, podjęli się opracowania nowej metody wzorcowania kontrolnych zbiorników dzwonowych przy zastosowaniu dysz Venturiego o przepływie krytycznym, jako wzorca pośredniczącego.

Polskie akredytowane laboratoria pomiarowe w dziedzinie przepływu gazu deklarują CMC (Calibration and Measurement Capabilities) dla stanowisk z kontrolnymi

zbiornikami dzwonowymi na poziomie od ok. 0,2 % do ok. 0,6 % (w zależności od obiektu wzorcowania i zakresu pomiarowego), natomiast niepewność stanowisk znajdujących się w punktach legalizacyjnych nie może przekraczać wartości od 0,33 % do 1,00 % [4]. W artykule wykazano, że zaproponowana metoda pozwala na poprawienie niepewności podczas wzorcowania zbiorników dzwonowych, szczególnie w zakresie małych dawek pomiarowych, przy jednoczesnym skróceniu czasu pomiaru.

### Wzorcowanie kontrolnych zbiorników dzwonowych – przegląd metod

Do najczęściej stosowanych metod wzorcowania kontrolnych zbiorników dzwonowych należą metody geometryczna i objętościowa.

Dotychczas w Polsce najczęściej stosowaną metodą wzorcowania kontrolnych zbiorników dzwonowych była metoda objętościowa (wzorcowanie za pomocą kolby pomiarowej). Podczas wzorcowania zbiornika dzwonowego odmierzane są dawki pomiarowe równe wielokrotności objętości kolby. Metoda ta uwzględnia indywidualne cechy stanowiska, m.in. takie jak niedoskonałość kompensacji ciśnienia i poziomu cieczy pod dzwonem, czy grubość filmu oleju pokrywającego powierzchnię dzwonu. Wadą tej metody jest jej czasochłonność (wzorcowanie zbiornika o objętości 0,2 m<sup>3</sup> może zająć dwóm pracownikom od 2 do 5 dni) oraz wielkość dawek pomiarowych (są równe objętości kolby), na podstawie których wyznaczona jest charakterystyka zbiornika dzwonowego.

Metoda geometryczna polega na wyznaczeniu objętości zbiornika dzwonowego na podstawie jego wymiarów. Jest to najdokładniejsza z wymienionych metod,



Rys. 1. Układ z kolbą pomiarową 25 dm<sup>3</sup> – wzorcowanie stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym metodą objętościową

jednak związane są z nią liczne ograniczenia. W celu wykonania pomiarów konieczne jest zdemontowanie stanowiska, a także uwzględnienie szeregu czynników, m.in. takich jak: zmiana poziomu oleju w zbiorniku stałym i ciśnienia pod zbiornikiem dzwonowym w trakcie trwania pomiaru (wynikające z niedoskonałej kompensacji), niewłaściwe wyważenie zbiornika dzwonowego oraz grubość filmu olejowego pokrywającego jego powierzchnię. Trudności z przeprowadzeniem wzorcowania oraz uwzględnieniem ww. czynników powodują, że metodą tą wzorcowane są przede wszystkim nowe stanowiska najwyższego rzędu. W praktyce złożoność pomiaru wyklucza możliwość stosowania jej do ponownego wzorcowania kontrolnych zbiorników dzwonowych.

Duże zbiorniki dzwonowe o objętości ponad 600 dm<sup>3</sup> mogą być również wzorcowane przy pomocy gazomierzy rotorowych lub turbinowych jako wzorców pośredniczących. Charakterystykę dzwonu wyznacza się porównując dawki odmierzone przez stanowisko dzwonowe oraz przyrząd wzorcowy. Zastosowanie gazomierzy pozwala przeprowadzić wzorcowanie w warunkach użytkowania (stanowisko dzwonowe zachowuje się jak podczas codziennej pracy). Wady metody to nieliniowość charakterystyk, długi rozruch, względnie mała rozdzielczość gazomierzy oraz odtwarzalność pomiaru.

Wśród wzorców pośredniczących można wymienić również gazomierze miechowe, bębnowe oraz przepływomierze. Jednak stosując je, uzyskuje się dużo gorsze niepewności.

## Zastosowanie dysz Venturiego do wzorcowania zbiorników dzwonowych

### Wzorcowanie dysz Venturiego

Dysze Venturiego o przepływie krytycznym są szczególnym rodzajem zwężek, w których prędkość gazu rośnie (wraz ze wzrostem różnicy ciśnień przed oraz za dyszą) aż do osiągnięcia prędkości krytycznej w gardzieli, która równa jest miejscowej prędkości dźwięku [2]. Przy prędkości krytycznej strumień masy gazu przepływającego przez dyszę osiąga maksymalną możliwą wartość w warunkach występujących po stronie dopływowej i proporcjonalną do ciśnienia przed dyszą.



Rys. 2. Dysza Venturiego z gardzielą toroidalną

Wartość poprawnego strumienia objętości realizowanego przez dyszę Venturiego o przepływie krytycznym można wyznaczyć na podstawie objętości powietrza zmierzzonej przez wzorzec i czasu trwania pomiaru, przeliczając warunki wzorcowego zbiornika dzwonowego na warunki bazowe dyszy Venturiego [3]:

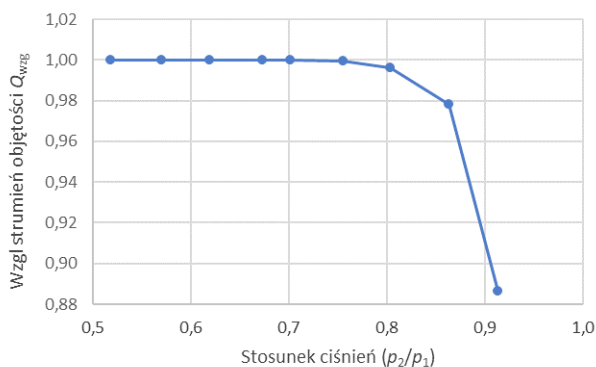
$$Q_c = \frac{V_c \cdot p_c \cdot T_1}{\tau \cdot p_1 \cdot T_c} \cdot \frac{1}{1 + 0,169 \cdot x_v} \cdot \sqrt{\frac{293,15}{T_1}} \quad (1)$$

$$x_v = \frac{1}{p_1} \left( 1,00062 + 3,14 \cdot 10^{-6} \cdot p_1 + 5,6 \cdot 10^{-7} \cdot (T_1 - 273,15)^2 \right) \cdot \exp(k_{T_1}) \cdot 10^{-2} \cdot \frac{h}{100} \quad (2)$$

$$k_{T_1} = 1,2811805 \cdot 10^{-5} \cdot T_1^2 - 1,9509874 \cdot 10^{-2} \cdot T_1 + 34,04926034 - 6,3536311 \cdot 10^3 \cdot T_1^{-1} \quad (3)$$

gdzie:

- $V_c$  – objętość odmierzona przez wzorzec,
- $T_c$  – bezwzględna temperatura pod dzwonem,
- $T_1$  – bezwzględna temperatura przed dyszą Venturiego,
- $p_c$  – bezwzględne ciśnienie pod dzwonem,
- $p_1$  – bezwzględne ciśnienie przed dyszą Venturiego,
- $\tau$  – czas trwania pomiaru,
- $h$  – wilgotność względna.



Rys. 3. Charakterystyka dyszy Venturiego  $Q_{nom} = 800 \text{ dm}^3/\text{h}$ , gdzie  $Q_{wzg}$  określone jest jako stosunek chwilowego strumienia objętości do strumienia objętości zmierzonego przy minimalnym stosunku ciśnień ( $p_2/p_1$ )

W przeprowadzonych badaniach zastosowano m.in. dyszę Venturiego o przepływie krytycznym o strumieniu nominalnym  $800 \text{ dm}^3/\text{h}$ , którą wywzorcowano na stanowisku odniesienia GUM jednostki objętości przepływu i strumienia objętości gazu, otrzymując poprawną wartość strumienia objętości, odpowiadającą zadany wartościom ciśnienia przed dyszą  $p_1$ , którą określono wzorem:

$$Q_c = 0,1558p_1 + 748,97$$

Kluczowym parametrem opisującym dyszę Venturiego jest krytyczny stosunek ciśnień ( $p_2/p_1$ )<sub>cr</sub>, określony jako stosunek bezwzględnego ciśnienia gazu na wylocie dyszy  $p_2$  do bezwzględnego ciśnienia gazu na wlocie dyszy  $p_1$ , po przekroczeniu którego zmiana stosunku ciśnień nie wpływa na zmianę strumienia objętości przepływającego przez dyszę powietrza. Jeżeli zostanie spełniony warunek:

$$\frac{p_2}{p_1} \leq \left( \frac{p_2}{p_1} \right)_{cr} \quad (4)$$

to przepływ przez dyszę będzie zależał tylko od warunków poprzedzających i będzie on proporcjonalny do

stałego ciśnienia przed dyszą [3]. Cecha ta sprzyja zastosowaniu dysz jako wzorców pośredniczących podczas wzorcowania stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi.

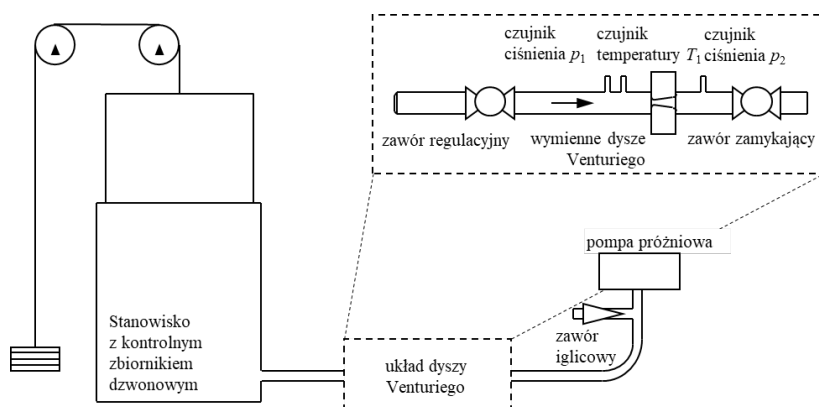
Na podstawie przeprowadzonego badania oszacowano wartość krytycznego stosunku ciśnień ( $p_2/p_1$ )<sub>cr</sub>  $\approx 0,70$ . W sprawdzonym zakresie ( $p_2/p_1$ )  $\leq 0,70$  wartość strumienia objętości nie zmieniała się więcej niż o 0,02 %.

### Wzorcowanie zbiornika dzwonowego

Podczas badań przeprowadzono wzorcowanie stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym o objętości nominalnej  $200 \text{ dm}^3$  za pomocą kolby pomiarowej o objętości nominalnej  $25 \text{ dm}^3$  (metoda referencyjna) oraz za pomocą dyszy Venturiego o przepływie krytycznym o strumieniu nominalnym  $800 \text{ dm}^3/\text{h}$ .

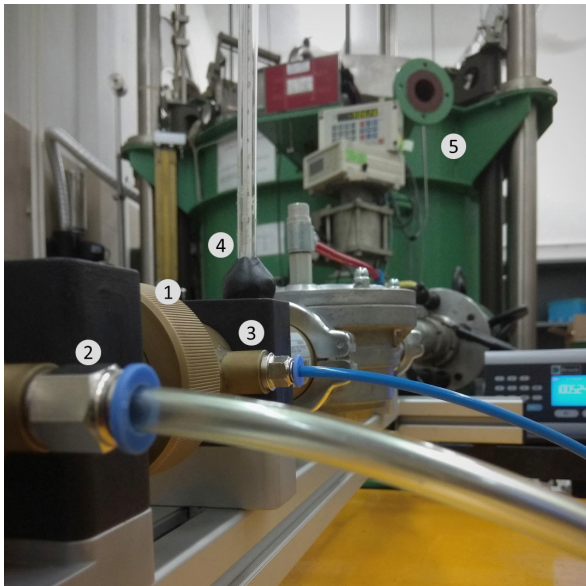
Do stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym (rys. 4) podłączono układ dyszy Venturiego, za którym zamontowano pompę próżniową, wymuszającą przepływ powietrza w układzie oraz zawór iglicowy służący do regulowania ciśnienia za dyszą  $p_2$ . Układ dyszy Venturiego składał się z ograniczonego zaworami odcinka pomiarowego z zamontowaną dyszą Venturiego oraz czujnikami ciśnienia i temperatury [2]. Do pomiaru ciśnienia wewnątrz stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym  $p_c$  oraz przed dyszą  $p_1$  użyto ciśnieniomierza o rozdzielczości  $1 \text{ Pa}$  oraz niepewności złożonej  $3 \text{ Pa}$ , natomiast ciśnienie za dyszą  $p_2$  mierzono z rozdzielczością  $10 \text{ Pa}$  i niepewnością złożoną  $20 \text{ Pa}$  ( $p_2$  nie wchodzi do równania pomiaru). Pomiaru temperatury w kontrolnym zbiorniku dzwonowym  $T_c$  oraz przed dyszą  $T_1$  dokonano termometrami o rozdzielczości  $0,01 \text{ K}$  i niepewności złożonej  $0,03 \text{ K}$ .

Rzeczywistą objętość dzwonu wyznaczono na podstawie wzorcowego strumienia objętości realizowanego przez dyszę Venturiego i czasu trwania pomiaru, przekształcając równanie (1):



Rys. 4. Schemat układu pomiarowego



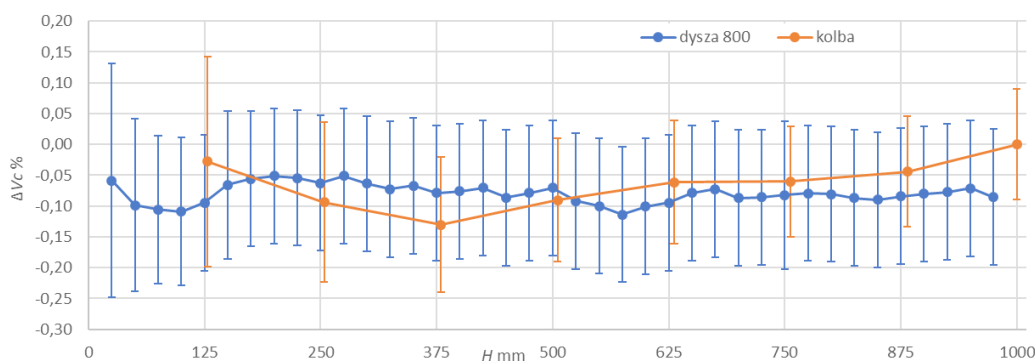


Rys. 5. Układ dyszy Venturiego podłączony do stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym: 1 – gniazdo dyszy Venturiego, 2 – podłączenie czujnika ciśnienia za dyszą, 3 – podłączenie czujnika ciśnienia przed dyszą, 4 – termometr, 5 – stanowisko z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym

$$V_c = Q_c \cdot \tau \cdot \frac{p_1 \cdot T_c}{p_c \cdot T_1} \cdot (1 + 0,169 \cdot x_v) \cdot \sqrt{\frac{T_1}{293,15}} \quad (5)$$

Na stanowisku dzwonowym, wykorzystanym w badaniach, dawki odmierzane są za pomocą listwy cyfrowej o rozdzielczości 0,01 mm, na stałe przymocowanej do zbiornika dzwonowego. Podczas wzorcowania zbiornika dzwonowego kolbą pomiarową jego charakterystykę wyznaczono sumując kolejne dawki pomiarowe. W celu umożliwienia analizy porównawczej wyniki wzorcowania, przeprowadzonego za pomocą dysz Venturiego, przedstawiono w analogicznej formie.

W poszczególnych punktach charakterystyki badanego stanowiska objętość kolejnych dawek wyznaczonych za pomocą kolby pomiarowej oraz dyszy Venturiego nie różniły się więcej niż o 0,07 %.



Rys. 6. Porównanie charakterystyk stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym, uzyskanych za pomocą kolby oraz dyszy Venturiego,  $H$  – zmiana położenia zbiornika dzwonowego,  $\Delta V_c$  – różnica między objętością dawek, wyznaczoną jedną z badanych metod a liniową charakterystyką dzwonu

Podczas wzorcowania kolbą pomiarową najmniejsza wyznaczona dawka wynosiła 25 dm<sup>3</sup>. Jeżeli laboratorium podczas wzorcowania stosuje dawki mniejsze, to ich objętość szacowana jest przy pomocy regresji liniowej. W przypadku badanego stanowiska dowiedziono, że takie rozwiązanie jest uzasadnione. Jednak zastosowanie podczas wzorcowania dyszy Venturiego pozwoliło wyznaczyć dokładne wartości dawek w zakresie od 5 dm<sup>3</sup>.

## Niepewność pomiaru

Złożoną niepewność standardową  $V_c$  wyznaczenia poprawnej wartości objętości stanowiska z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym, zgodnie z zaleceniami [5, 6], można przedstawić w postaci:

$$u(V_c) = \sqrt{\left(\frac{\partial V_c}{\partial Q_c} \cdot u(Q_c)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial \dot{A}} \cdot u(\dot{A})\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial p_c} \cdot u(p_c)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial T_1} \cdot u(T_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial p_1} \cdot u(p_1)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial T_c} \cdot u(T_c)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial h} \cdot u(h)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial \delta V_c} \cdot u(\delta V_c)\right)^2} + \sqrt{\left(\frac{\partial V_c}{\partial \delta V_c} \cdot u(\delta V_c)\right)^2 + \left(\frac{\partial V_c}{\partial \delta V} \cdot u(\delta V)\right)^2} \quad (6)$$

gdzie:

$u(Q_c)$  – niepewność standardowa związana z wyznaczeniem poprawnego strumienia objętości realizowanego przez dyszę Venturiego,

$u(\tau)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem czasu,

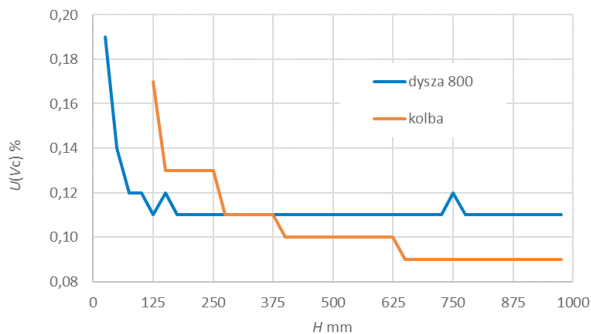
$u(p_c)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem ciśnienia bezwzględnego na stanowisku z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym,

$u(T_c)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem temperatury na stanowisku z kontrolnym zbiornikiem dzwonowym,

$u(p_1)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem ciśnienia bezwzględnego przed dyszą Venturiego,

$u(T_1)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem temperatury przed dyszą Venturiego,

- $u(h)$  – niepewność standardowa związana z pomiarem wilgotności przed wzorcowaną dyszą Venturiego,  
 $u(\delta V_{ci})$  – niepewność standardowa związana z brakiem powtarzalności wskazań między seriami pomiarowymi,  
 $u(\delta V_l)$  – niepewność standardowa związana z nieszczelnością układu pomiarowego.



Rys. 7. Wartości niepewności rozszerzonych  $U(V_c)$ , wyznaczonych podczas wzorcowania za pomocą kolby pomiarowej oraz dyszy Venturiego

Niepewność wyznaczenia poprawnej objętości zbiornika dzwonowego przy pomocy dyszy Venturiego, dla dawek powyżej  $100 \text{ dm}^3$ , jest porównywalna lub nieznacznie gorsza (ok. 0,01 % – 0,02 %) względem niepewności uzyskanych podczas wzorcowania kolbą pomiarową. W przypadku stosowania dawek z zakresu do  $50 \text{ dm}^3$ , wzorcowanie dyszą pozwoliło poprawić niepewności w stosunku do wzorcowania kolbą o około 0,01 % – 0,06 %.

Należy nadmienić, że na niepewność wzorcowania stanowiska dzwonowego ma wpływ wiele czynników, między innymi: warunki środowiskowe (w szczególności zmiany ciśnienia atmosferycznego podczas pomiarów), rozdzielczość i powtarzalność stanowiska, płynność pracy dzwonu, zachowywanie właściwych procedur podczas wzorcowania.

Warunki, w których przeprowadzono opisane badania, były tak dobrane, aby zminimalizować wpływ wyżej wymienionych zakłóceń. Jednak w praktyce, podczas wzorcowania stanowisk z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi w laboratoriach wzorcujących lub punktach legalizacyjnych, wielu źródeł niepewności nie można uniknąć, choć niekiedy mają one znaczący wpływ na niepewność pomiaru.

## Podsumowanie

Przeprowadzone badania dowiodły, że wzorcując stanowiska z kontrolnymi zbiornikami dzwonowymi za pomocą dysz Venturiego można uzyskać porównywalne do innych metod wyniki przy znacznie mniejszych nakładach (czas pomiaru oraz ilość osób zaangażowanych w pomiar).

Szczególne znaczenie dla laboratoriów może mieć możliwość precyzyjnego wyznaczenia dawki objętości od około  $5 \text{ dm}^3$ , położonej w dowolnym fragmencie dzwonu, przy niepewności mniejszej niż 0,2 %.

## Literatura

- [1] Turkowski M., Błędy wzorcowania gazomierzy i przepływomierzy gazu na stanowiskach z dyszami krytycznymi, PAR nr 1 (1998), s. 27-29.
- [2] PN-EN ISO 9300: Pomiary strumienia masy gazu za pomocą dysz Venturiego o przepływie krytycznym.
- [3] Wendt G. i in., PTB Testing Instructions. Volume 25. Gas meters – Test rigs with critical nozzles, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 2000, Braunschweig.
- [4] Rozporządzenie Ministra Gospodarki i Pracy z dnia 12 stycznia 2005 r. w sprawie tworzenia punktów legalizacyjnych.
- [5] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100: 2008.
- [6] Wyznaczanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu, EA-4/02 M:2013.

# Czynniki wpływające na pomiar pirometrów radiacyjnych

## Factors influencing on the radiation pyrometers measurement

Izabela Obiegło (Okręgowy Urząd Miar w Gdańsku)

Wydział Metrologii Elektrycznej, Fizykochemii, Akustyki, Drgań i Promieniowania Optycznego Okręgowego Urzędu Miar w Gdańsku posiada stanowisko do wzorcowania pirometrów radiacyjnych wyposażone w kalibratory typu 4180 i 4181 produkcji Fluke. Laboratorium OUM wykonuje wzorcowania tych przyrządów i przygotowuje się do akredytacji w PCA w zakresie pomiarowym od  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . W artykule przedstawiono spostrzeżenia dotyczące czynników najbardziej wpływających na pomiar.

Regional Office of Measures in Gdańsk Electric Metrology Physics-Chemistry, Acoustics, Vibration and Optical Radiation Division has a calibration station with calibrators type 4180 and 4181 manufactured by Fluke. The Laboratory is already performing calibrations and measurements of devices and also the laboratory is preparing for PCA accreditation in range from  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . In the article, the remarks on the factors that most affect the radiation pyrometers measurement are presented.

### Wprowadzenie

Temperatura należy do najczęściej mierzonych wielkości nieelektrycznych. Pomiary tej wielkości wykonuje się metodami pośrednimi, wykorzystując zmiany właściwości fizycznych ciał pod wpływem zmian temperatury (objętość, rezystancja, różnice potencjałów). Wyróżnia się trzy podstawowe metody pomiaru tych zmian: nieelektryczne, elektryczne i radiacyjne.

Promieniowanie cieplne (podczerwone) jest promieniowaniem elektromagnetycznym, którego źródłem są ciała znajdujące się w temperaturze wyższej od zera bezwzględnego. Emisja promieniowania cieplnego związana jest z energią ruchu cieplnego atomów i cząsteczek w danym ciele fizycznym. Wszystkie ciała fizyczne, które mają temperaturę wyższą od zera bezwzględnego emitują promieniowanie termiczne do otoczenia i absorbują je z niego. W przypadku, gdy ilość emitowanego i absorbowanego promieniowania jest taka sama, to ciało pozostaje w równowadze termodynamicznej. Każde ciało fizyczne dąży do tej równowagi. Jeżeli ilość emitowanego i absorbowanego promieniowania jest różna, następuje przepływ promieniowania cieplnego z ciała o wyższej temperaturze do ciała o niższej temperaturze. Zjawisko to nosi nazwę wymiany ciepła.

Strumień cieplny padający na określoną powierzchnię podlega:

- pochłanianiu  $A$ ,
- odbiciu  $R$ ,
- przepuszczaniu  $P$ .

Suma tych strumieni dla każdego ciała wynosi:

$$A + R + P = 1 \quad (1)$$

Jeżeli strumień jest całkowicie pochłaniany przez ciało, czyli  $A = 1$ ,  $R = 0$ ,  $P = 0$ , to mamy do czynienia z ciałem doskonale czarnym. Zależność między energią wysyłąną przez ciało doskonale czarne, jego temperaturą i długością fali emitowanego promieniowania opisuje wzór Plancka:

$$M_{\lambda} = \frac{c_1 \lambda^{-5}}{\exp \frac{c_2}{\lambda T} - 1} \quad (2)$$

gdzie:

$\lambda$  – długość fali promieniowania,

$T$  – temperatura bezwzględna,

$c_1 = 3,7415 \cdot 10^{-16} \text{ W} \cdot \text{m}^2$  (pierwsza stała promieniowania Plancka),

$c_2 = 1,438 \cdot 10^{-2} \text{ m} \cdot \text{K}$  (druga stała promieniowania Plancka).

Temperatura określana jest na podstawie natężenia promieniowania wyemitowanego przez ciało doskonale czarne:

$$\Phi = \sigma_0 T^4 \quad (3)$$

gdzie:

$\sigma_0 = 5,6697 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$  (stała Stefana-Boltzmana),

$T$  – temperatura bezwzględna powierzchni promieniującej.

Dla ciał szarych zależność ta przyjmuje postać:

$$\Phi = \varepsilon \sigma_0 T^4 \quad (4)$$

gdzie:

$\varepsilon$  – współczynnik emisyjności. Między długością fali  $\lambda_{\max}$ , dla której zdolność emisyjna ciała doskonale czarnego osiąga maksimum, a temperaturą bezwzględną  $T$  zachodzi związek:

$$\lambda_{\max} = bT \quad (5)$$

gdzie:

$\lambda_{\max}$  – długość fali odpowiadająca położeniu maksimum mocy promieniowania,

$b = 2896 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{K}$  (stała Wiena),

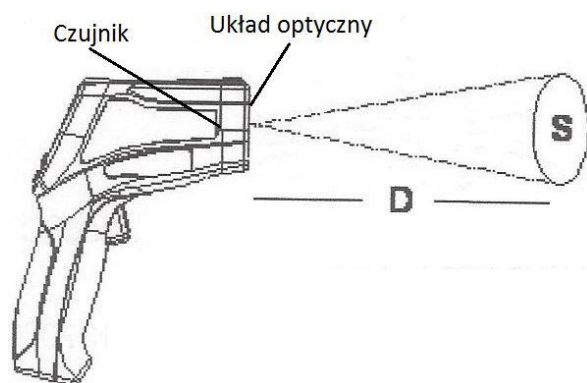
$T$  – temperatura bezwzględna.

Wraz ze wzrostem temperatury ciała doskonale czarnego:

- 1) wzrasta zdolność emisyjna ciała dla wszystkich długości fali,
- 2) wzrasta całkowita zdolność emisyjna ciała (rośnie moc promieniowania emitowanego przez ciało), proporcjonalnie do czwartej potęgi temperatury,
- 3) maksimum zdolności emisyjnej ciała przesuwa się w stronę fal krótszych.

### Pirometr radiacyjny

Pirometr radiacyjny to bezdotykowe optyczne urządzenie odbierające promieniowanie ciepłe obiektu, obejmujące najczęściej długości fal od 8  $\mu\text{m}$  do 14  $\mu\text{m}$ , w zakresie temperatur od  $-50 \text{ }^\circ\text{C}$  do  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Tym samym jest on termometrem na podczerwień (radiacyjnym). Określa on temperaturę powierzchni mierzonego obiektu poprzez pomiar ilości promieniowanej przez powierzchnię obiektu energii podczerwonej. Promieniowanie ciepłe wysyłane przez ciało, którego temperaturę się mierzy, skupiane jest za pomocą soczewki, zwierciadła lub światłowodu. Pirometry radiacyjne, które działają w oparciu o prawo Stefana-Boltzmana (całkowita moc wypromieniowana przez ciało jest proporcjonalna do czwartej potęgi temperatury), nazywane są pirometrami całkowitego promieniowania i wyskalowane są dla ciała doskonale czarnego. Moc wydzielana w detektorze nie zależy od odległości detektora ciała promieniującego, pod warunkiem że pole widziane przez płytkę detektora w całości leży na promieniującym ciele. Urządzenia te są szczególnie przydatne przy pomiarach temperatury gorących, trudno dostępnych lub ruchomych obiektów.



Rys. 1. Budowa pirometru [8]

Pirometr zbudowany jest z:

- układu optycznego,
- detektora,
- układu pomiarowego z wyświetlaczem.

Zadaniem układu optycznego jest skupienie promieniowania emitowanego z badanej powierzchni na detektorze, które zamieniane jest następnie na sygnał elektryczny. Układ pomiarowy przetwarza sygnał elektryczny na wskazania temperatury odczytywane na wyświetlaczu.

### Kalibratory temperatury

Kalibratory temperatury na podczerwień (firmy Fluke) zapewniają spójne, dokładne i niezawodne pomiary. Posiadają one regulowaną emisyjność i są skalibrowane radiometrycznie, a rozmiar powierzchni tarczy minimalizuje rozmiar błędów efektu źródłowego. Dodatkowo upraszczają pomiar, ponieważ wyjątkowo kompensują błędy powodowane przez ustawienia emisyjności pirometru. Tarcza celu, będącego elementem pieca, jest duża i nagrzewa się w sposób jednorodny, co jest niezwykle ważne dla prawidłowego przeprowadzenia pomiarów urządzeń na podczerwień. Kalibratory te cechuje duża tarcza, o średnicy 152 mm (6 cali), zakres pomiarowy od  $-15 \text{ }^\circ\text{C}$  do  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  (typ 4180) lub od  $35 \text{ }^\circ\text{C}$  do  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  (typ 4181).



Rys. 2. Stanowisko do wzorcowania pirometrów radiacyjnych w OUM Gdańsk



## Czynniki wpływające na pomiar

Na wynik badania wpływ mają czynniki zewnętrzne panujące w miejscu pomiaru. Należą do nich zarówno źródła zewnętrznego promieniowania, takie jak żarówki czy grzejniki, jak również czynniki atmosferyczne. Idealne warunki pomiaru panują w chłodne zachmurzone dni. Powłoka chmur zasłania przedmioty przed promieniowaniem słonecznym i „zimnym rozproszonym promieniowaniem niebieskim”. Z kolei w czasie deszczu lub podczas opadów śniegu wynik pomiarów może być zakłócony. Woda, lód i śnieg mają wysoką emisyjność i są nieprzepuszczalne dla promieniowania podczerwonego. Ponadto pomiar mokrych przedmiotów może zawierać błędy, ponieważ powierzchnia mierzonego przedmiotu chłodzi się podczas wyparowywania cieczy.

Względna wilgotność powietrza w środowisku pomiaru powinna być wystarczająco niska, aby nie było kondensacji w powietrzu (mgły) na mierzonym przedmiocie, na nasadce ochronnej lub obiektywie. Jeżeli obiektyw (lub nasadka ochronna) jest zamglona, część promieniowania podczerwonego nie zostanie odebrana, ponieważ nie będzie ono mogło w pełni przeniknąć przez wodę do obiektywu. Wyjątkowo gęsta mgła może mieć wpływ na wyniki pomiaru, ponieważ kropelki wody w ścieżce transmisji przepuszczają mniej promieniowania podczerwonego.

Ze względu na wpływ temperatury urządzenia na wyniki pomiarów, powinno ono znajdować się w laboratorium odpowiednio wcześniej przed wzorcowaniem. W przypadku wzorcowania w temperaturach niższych od temperatury punktu rosy, należy zwrócić uwagę na kondensację pary wodnej na powierzchni tarczy. W przypadku wzorcowania w temperaturach poniżej 0 °C pole pomiarowe tarczy nie może być odkryte dłużej niż 5 sekund. Kiedy na powierzchni pojawia się lód, należy przerwać procedurę wzorcowania i postępować zgodnie z instrukcją w celu usunięcia lodu z powierzchni oraz kontynuować przerwana serię pomiarową. W przypadku wzorcowania w temperaturach powyżej 100 °C należy zastosować przegrodę termiczną oddzielającą tarczę kalibratora od przyrządu wzorcowanego, którą należy zdjąć każdorazowo tuż przed odczytem wskazań. Kalibrator temperatury trzeba uruchomić odpowiednio wcześniej, biorąc pod uwagę czas schładzania lub wygrzewania się do odpowiedniej temperatury. Wzorcowanie wykonywane jest po ustabilizowaniu się warunków pomiaru na kalibratorze temperatury.

## Współczynnik emisyjności

Emisyjnością danego ciała dla całkowitego zakresu promieniowania, zwaną emisyjnością całkowitą, nazywa się stosunek natężenia promieniowania  $E_\lambda$ , w pełnym

zakresie promieniowania dla tego ciała, do natężenia promieniowania  $E_{0\lambda}$ , w pełnym zakresie promieniowania dla ciała czarnego, znajdującego się w tej samej temperaturze. Ciało, którego emisyjność zachowuje stałą wartość, nazywamy ciałem szarym. Matematyczny zapis emisyjności:

$$\varepsilon_\lambda = \frac{E_\lambda}{E_{0\lambda}} \quad (6)$$

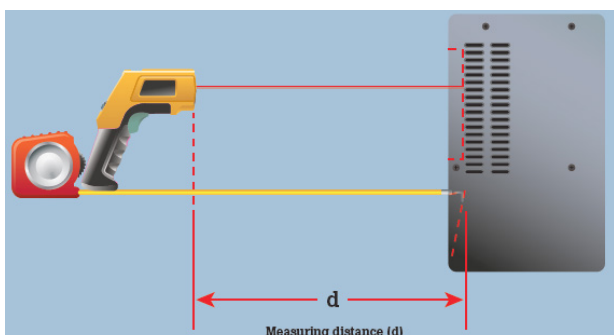
Duży wpływ na uzyskanie prawidłowych wyników ma właściwe określenie współczynnika emisyjności. Prawidłowo określony współczynnik emisyjności uzależniony jest od rodzaju materiału, stanu powierzchni, stanu skupienia, kąta obserwacji, użytej długości fali pomiarowej przez wzorcowany przyrząd. Im większa różnica między temperaturą tarczy kalibracyjnej a temperaturą otoczenia i im niższa emisyjność, tym większe są błędy pomiaru. Współczynnik emisyjności powinien być określony przez producenta w specyfikacji pomiarowej. Ustawiona emisyjność na obu urządzeniach powinna być taka sama, w przeciwnym razie budżet niepewności musi uwzględniać te różnice. Jeśli termometr na podczerwień ma regulowaną emisyjność, to ustawienie powinno być 0,95 na obu urządzeniach. Jeśli nie jest to możliwe, to kalibrator temperatury może kompensować ograniczoną liczbę emisyjności ustawienia inną niż 0,95.

## Długość fali

Rzeczywisty podział i intensywność promieniowania emitowanego przez określony obiekt w dużej mierze zależy od temperatury obiektu. Dla obiektu, w pobliżu temperatury pokojowej, większość emitowanego promieniowania znajduje się w części podczerwonej widma, w pobliżu 10  $\mu\text{m}$ . Jest to najczęściej używany zakres długości fali przez producentów pirometrów radiacyjnych. Przez pomiar promieniowania o ustalonej długości fali pirometr wyznacza temperaturę obiektu. Parametr ten, podany w specyfikacji wzorcowanego przyrządu, powinien mieścić się w zakresie widmowym kalibratorów temperatury, który wynosi (8 ÷ 14)  $\mu\text{m}$ , w przeciwnym razie budżet niepewności musi uwzględniać te różnice.

## Odległość od celu

Odległość między kalibratorem temperatury a pirometrem jest jednym z najważniejszych czynników wpływających na prawidłowy pomiar. Ważne jest, aby pirometr nie znajdował się zbyt blisko powierzchni tarczy kalibratora temperatury. Spowoduje to podgrzewanie się optyki pirometru, co wiąże się z fałszywymi odczytami. Pirometr nie może też znajdować się za daleko, nie obejmie wtedy powierzchni całej tarczy i wyniki będą zafałszowane. Aby efekt rozpraszania nie miał wpływu na pomiar, zaleca się

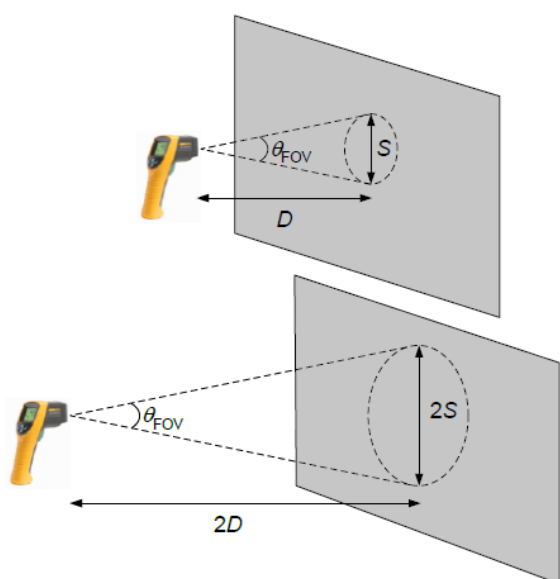


Rys. 3. Ustawianie odległości pomiarowej dla pirometrów przy użyciu kalibratora Fluke [5]

dobieranie odpowiedniej odległości i wielkości plamki, zgodnie ze specyfikacją producenta pirometru i/lub na wzorcowanym przyrządzie, jako stosunek odległości do wielkości plamki  $D/S$ .

### Pole powierzchni mierzonej

Istotne jest również prawidłowe określenie pola pomiarowego. W celu uzyskania dokładnych wyników pomiaru powierzchnia mierzonego obiektu (kalibrator temperatury, 15 cm średnica tarczy kalibracyjnej) musi być większa niż pole widzenia. Im obiekt jest mniejszy, tym mniejsza musi być jego odległość od wzorcowanego przyrządu. Występuje tu efekt wielkości źródła, który może mieć znaczący wpływ na wyniki pomiarów. W idealnej sytuacji pole powierzchni mierzonego obiektu powinno całkowicie wypełniać pole widzenia pirometru. W praktyce to pole jest tylko przybliżoną wartością stosunku  $D/S$ . Rzeczywiste pole widzenia nie jest wyraźną granicą, ponieważ to są niedoskonałości w układzie optycznym,



Rys. 4. Podwojenie odległości pomiaru  $D$  podwaja powierzchnię pola  $S$  zachowując kątowne pole widzenia [2]

brud, tłuszcz lub kurz na powierzchni soczewki, co powoduje rozproszenie promieniowania. Niektóre pirometry rzucają wiązkę lasera w formie pierścienia w celu wskazania użytkownikowi lokalizacji pola widzenia. Dla tych urządzeń lokalizacja pola pomiarowego jest łatwiejsza. Kąt pola widzenia jest określony wzorem:

$$\theta_{FOV} = 2 \tan^{-1} \left( \frac{S}{2D} \right) \quad (7)$$

### Kąt obserwacji

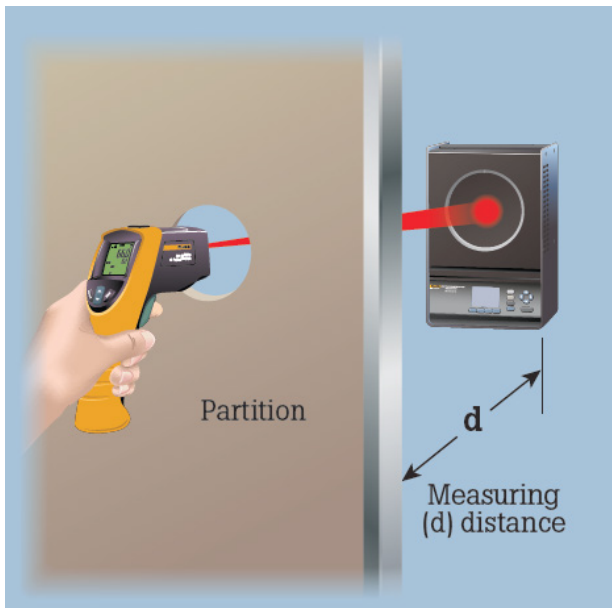
Emisyjność zmienia się wraz z kątem. Zwykle emisyjność jest maksymalna dla prostopadłego pomiaru i zera dla pomiaru równoległego. Pomiaru powinno się przeprowadzać instalując przyrząd wzorcowany równoległe do kalibratora temperatury tak, aby wiązka padała prostopadle do badanej powierzchni materiału (tarczy kalibracyjnej). Prawidłowe ustawienie osi wiązki powinno trafić dokładnie w środek tarczy kalibracyjnej. Może okazać się konieczne umieszczenie wzorcowanego przyrządu na statywie, tak by wyeliminować wszelkie drgania i ustabilizować pomiar.



Rys. 5. Centrowanie termometru na podczerwień na powierzchni kalibratora [5]

### Promieniowanie odbite

Kolejnym czynnikiem wpływającym jest temperatura tła, czyli temperatura obiektów zwróconych do mierzonej powierzchni. Laboratorium nie ma ścian o charakterze ciała doskonale czarnego, część promieniowania jest odbijana. Dla każdego nieprzezroczystego obiektu emisyjność i odbicie sumują się. Obiekt o emisyjności 0,8 ma współczynnik odbicia 0,2. Oznacza to, że 20 % całego promieniowania emitowanego z otaczających obiektów jest wykrywane przez pirometr i dodawane do promieniowania emitowanego przez obiekt. Tak więc odczyt na pirometrze zależy nie tylko od temperatury obiektu, ale także od temperatury otoczenia. Obiekty, które mają dobrą emisyjność (bliską 1), wydają się być czarne, a im wyższa emisyjność, tym niższy współczynnik odbicia, a tym samym mniejszy wpływ otoczenia na odczyt pirometru. Zjawisko to może mieć mało znaczący wpływ na pomiar jedynie w przypadku, gdy mierzona temperatura jest



Rys. 6. Kontrolowanie temperatur odbitych w celu obniżenia temperatury [5]

bliska temperaturze otoczenia. W takiej sytuacji dodatkowe promieniowanie tła kompensuje częściowo niedoszacowanie promieniowania od obiektu. Czynnikiem ten ma największy wpływ dla niskich temperatur. Sugeruje się stosowanie przysłon w celu eliminacji jak największej części promieniowania odbitego.

### Temperatura detektora

Sam detektor emituje promieniowanie. Sygnał ten na wyjściu czujnika odpowiada różnicy pomiędzy nadchodzącemu promieniowaniu od obiektu (w tym odbijanego promieniowania) i promieniowaniu wychodzącemu

z detektora. Większość pirometrów ma niechłodzony detektor, więc jego temperatura będzie w przybliżeniu odpowiadała temperaturze otoczenia i różnice te mogą wpływać na wyniki pomiarów.

### Wnioski

Z powyższej analizy wynika, że na pomiar temperatury pirometrem radiacyjnym ma wpływ wiele czynników. Uwzględnione są tu najważniejsze z nich. Procedury wzorcowania tych urządzeń muszą być tak przemyślane, by równanie pomiaru uwzględniało emisyjność pirometru, temperaturę detektora, temperaturę otoczenia, właściwości kalibratora temperatury. Każde laboratorium indywidualnie powinno oceniać, jakie dodatkowe czynniki mają wpływ na pomiar w jego laboratorium, w zależności od wyposażenia i warunków otoczenia (uwzględniając np. hałas, jednorodność obiektu mierzonego).

### Literatura

- [1] MSL Technical Guide 22 “Calibration of Low-Temperature Infrared Thermometers”.
- [2] MSL Technical Guide 26 “Size-of-Source Effect in Infrared Thermometers”.
- [3] Liebmann F., Fluke Calibration Web Seminar Series “How to Calibrate an Infrared Thermometer”.
- [4] Fluke 4180, 4181 Precision Infrared Calibrator.
- [5] Fluke Calibration “Infrared Thermometers Calibration – A Complete Guide”.
- [6] Łukjaniuk A., Bezdotykowe pomiary temperatury. Politechnika Białostocka, Białystok 2015.
- [7] Michalski M., Eckersdorf K., Kucharski J., Termometria, przyrządy i metody. Politechnika Łódzka, Łódź, 1998.
- [8] Strona internetowa: <http://pomiarytemperatury.pl/page/Bezdotykowy-pomiar-temperatury/>

## Działalność Głównego Urzędu Miar w dziedzinie akustyki i drgań

### Activity of the Central Office of Measures in the field of acoustics and vibration

Danuta Dobrowolska, Joanna Kolasa (Główny Urząd Miar)

W pracy przedstawiono w zarysie ponad 40-letnią historię działalności Głównego Urzędu Miar w dziedzinie akustyki i drgań mechanicznych. Obecne możliwości GUM w zakresie zapewnienia spójności pomiarowej przedstawiono na tle potrzeb społecznych i gospodarczych Polski w tych dziedzinach. Wskazano obszary wymagające rozwoju na drodze prac badawczo-rozwojowych, zapisanych w strategii GUM.

The paper outlines the over 40-year history of the activity of the Central Office of Measures in the field of acoustics and mechanical vibrations. The current GUM's ability to ensure traceability is presented against the background of Poland's social and economic needs in these areas. Areas that require development through research and development work, as enshrined in the GUM strategy, were indicated.

#### Historia metrologii akustycznej i drgań mechanicznych w GUM

Prace z zakresu metrologii akustycznej i drgań mechanicznych zapoczątkowane zostały w Polsce we wczesnych latach 70. XX w. Z inicjatywy dwóch polskich naukowców, prof. Zbigniewa Engela (Akademia Górniczo-Hutnicza – AGH) oraz prof. Adama Lipowczana (Główny Instytut Górnictwa – GIG), prowadzących badania w zakresie zagrożeń wibroakustycznych w przemyśle, powstały (w Polskim Komitecie Normalizacji i Miar) Laboratorium Pomiarów Elektroakustycznych i Laboratorium Pomiarów Drgań Mechanicznych. Ich głównym zadaniem była kontrola metrologiczna przyrządów do pomiarów akustycznych i drgań mechanicznych. Inicjatywa ta była reakcją na poważny i narastający w tamtym okresie problem narażenia pracowników na nadmierny hałas i drgania mechaniczne na stanowiskach pracy w niektórych działach przemysłu. Utrata słuchu, wynikająca z długotrwałej ekspozycji na hałas o dużych wartościach ciśnienia akustycznego, była w Polsce przez lata na pierwszym miejscu na liście chorób zawodowych.

W latach 70. i 80. działalność laboratoriów była skupiona głównie na metrologii prawnej. Przyrządy do pomiaru dźwięku i drgań mechanicznych były wprowadzane na rynek na podstawie zatwierdzenia do produkcji seryjnej lub zgody na import, a następnie podlegały obowiązkowi legalizacji. Nie zanedbano jednak w tym okresie problemu spójności pomiarowej, której źródłem były wzorce producenta wyposażenia pomiarowego (firmy Bruel & Kjaer). Na początku lat 80. podjęto pierwsze udane próby odtwarzania jednostki ciśnienia akustycznego poprzez wzorcowanie mikrofonów pomiarowych metodą

wzajemności oraz pierwsze, ale nie do końca satysfakcjonujące, próby zbudowania stanowiska pomiarowego umożliwiającego wzorcowanie przetworników drgań w sposób bezwzględny, z wykorzystaniem interferometrii laserowej.

Zmiany ustrojowe w Polsce po roku 1989, reaktywowanie Głównego Urzędu Miar oraz utworzenie Samodzielnego Laboratorium Akustyki i Drgań rozpoczęły nowy etap w historii metrologii akustycznej i drgań mechanicznych w Polsce. Początkowo dużą część działalności stanowiła nadal metrologia prawna, ale równolegle zaczęła się rozwijać i nabierać coraz większego znaczenia metrologia naukowa. Wraz z postępującym rozwojem kraju, wzrostem świadomości technicznej użytkowników przyrządów pomiarowych, a także trendami światowymi przerzucającymi odpowiedzialność za nadzór nad wyposażeniem pomiarowym z organów państwa na użytkowników przyrządów, stopniowo ograniczano w Polsce listę przyrządów objętych obowiązkiem prawnej kontroli metrologicznej, proponując w jej miejsce usługi wzorcowania. Obecnie jedynie mierniki poziomu dźwięku podlegają obowiązkowi tej kontroli, ograniczonej do zatwierdzenia typu. Dużą rolę w rozwoju Laboratorium Akustyki i Drgań odegrały szkolenia pracowników w NPL (Wielka Brytania) i PTB (Niemcy), co miało miejsce w latach 90. Niezwykle istotnym etapem była też budowa w 1998 r. wzorca pierwotnego ciśnienia akustycznego (zmodernizowanego w 2009 r.) oraz budowa w 2001 r. wzorca pierwotnego wielkości drgań mechanicznych (zmodernizowanego w 2013 r.). Wzorce umożliwiły udział GUM w wielu porównaniach kluczowych organizowanych przez Międzynarodowy Komitet Miar (CIPM) oraz Międzynarodowe Organizacje Metrologiczne (RMO),





a także zgłoszenie i uznanie w ramach porozumienia CIPM MRA najlepszej możliwości pomiarowych (CMC). Zwieńczeniem aktywności GUM w dziedzinie akustyki i drgań mechanicznych na forum krajowym i międzynarodowym było przyjęcie GUM w 2004 r. w poczet członków Komitetu Doradczego ds. Akustyki, Ultradźwięków i Drgań (CCAUV) Międzynarodowego Komitetu Miar (CIPM).

## Infrastruktura metrologiczna GUM w dziedzinie akustyki

Rozwój metrologii akustycznej w GUM był zawsze powiązany z potrzebami społecznymi i gospodarczymi, wynikającymi z narastających zagrożeń środowiska naturalnego i środowiska pracy wskutek hałasu. Rozwój tej dziedziny był także uzależniony od obowiązujących przepisów prawnych europejskich i krajowych, a także potrzeb polskich producentów aparatury akustycznej. Wraz z przystąpieniem Polski do Unii Europejskiej wprowadzono do prawodawstwa polskiego dyrektywy ukierunkowane na zwiększenie efektywności walki z hałasem, dotyczące między innymi: oceny i zarządzania poziomem hałasu w środowisku (2002/49/WE), emisji hałasu do środowiska przez urządzenia używane na zewnątrz pomieszczeń (2000/14/WE), minimalnych wymagań w zakresie ochrony zdrowia i bezpieczeństwa pracowników narażonych na ryzyko spowodowane hałasem (2003/10/WE), hałasu wytwarzanego przez maszyny (2006/42/WE), a także homologacji wszelkich pojazdów silnikowych oraz certyfikacji statków powietrznych. Realizacja postanowień dyrektyw europejskich wymaga rzetelnych i wiarygodnych pomiarów hałasu, co pociąga za sobą konieczność powiązania wyników pomiarów hałasu z wzorcami ciśnienia akustycznego.

Obecna infrastruktura metrologiczna GUM w dziedzinie akustyki w zasadzie zaspokaja potrzeby dotyczące spójności pomiarowej w zakresie hałasu słyszalnego. Początek łańcucha spójności pomiarowej stanowi państwowy wzorzec (pierwotny) ciśnienia akustycznego, opracowany i zbudowany w NPL, który stanowią dwie triady laboratoryjnych mikrofonów wzorcowych klasy LS1P i LS2P (PN-EN 61094-1) oraz sterowane komputerowo stanowisko pomiarowe do wzorcowania mikrofonów metodą wzajemności w warunkach ciśnieniowych (PN-EN 61094-2). Stanowisko umożliwia wyznaczenie skuteczności mikrofonów w zakresie częstotliwości od 2 Hz do 10 kHz (mikrofony LS1) oraz od 20 Hz do 25 kHz (mikrofony LS2) z najmniejszą niepewnością rozszerzoną: 0,03 dB (moduł) i 0,7 ° (faza) – dla mikrofonów LS1 oraz 0,03 dB (moduł) i 0,6 ° (faza) – dla mikrofonów LS2. Właściwości wzorca były wielokrotnie potwierdzone w porównaniach kluczowych: CCAUV.A-K1,

CCAUV.A-K3, CCAUV.A-K5, EUROMET.AUV.A-K1, COOMET.A-K1, COOMET.A-K3, COOMET.A-K5, AFRIMETS.A-S1.

Kolejnym ogniwem łańcucha spójności pomiarowej są wzorce wtórne: wzorcowe mikrofony robocze (PN-EN 61094-4), kalibratory akustyczne (PN-EN 60942) oraz symulatory ucha (PN-EN 60318-1) i sprzęgacze mechaniczne do pomiarów ze słuchawkami kostnymi (PN-EN 60318-6). Mikrofony robocze są wzorcowane przy częstotliwości nominalnej 250 Hz lub 1 kHz metodą porównania jednoczesnego z mikrofonem odniesienia, w warunkach ciśnieniowych (PN-EN 61094-5). Charakterystykę częstotliwościową mikrofonu wyznacza się metodą pobudnika elektrostacyjnego (PN-EN 61094-6), a następnie koryguje do warunków określonego pola akustycznego za pomocą poprawek określonych przez producenta. Pomiary i obliczenia wykonuje się za pomocą systemu pomiarowego B&K Microphone Calibration System (typ 9721) z oprogramowaniem (typ 9649).

Wzorcowanie kalibratorów akustycznych obejmuje wyznaczenie poziomu ciśnienia akustycznego sygnału wytwarzanego przez kalibrator, a także pomiar jego częstotliwości i zniekształceń całkowitych. Stosowane są dwie metody. W pierwszej poziom ciśnienia akustycznego wyznacza się na podstawie wyniku pomiaru napięcia na otwartych zaciskach mikrofonu sprzężonego z kalibratorem oraz znanej skuteczności tego mikrofonu. Pomiary i obliczenia wykonuje się za pomocą systemu pomiarowego B&K PULSE (typ 3560). W drugiej metodzie (porównawczej) poziom ciśnienia akustycznego wyznacza się na podstawie znanej wartości poziomu ciśnienia akustycznego kalibratora odniesienia oraz wyniku pomiaru napięcia na wyjściu układu mikrofonu z przedwzmacniaczem, przy pobudzeniu mikrofonu sygnałem kolejno z kalibratora odniesienia i z kalibratora o nieznanym poziomie. Pomiary i obliczenia wykonuje się automatycznie za pomocą systemu pomiarowego B&K PULSE (typ 3560) z oprogramowaniem Sound Calibrator Calibration Application Software (typ 7794).

Wzorcowanie symulatorów ucha powinno, zgodnie z PN-EN 60318-1, obejmować wyznaczenie czułości układu symulatora ucha z mikrofonem i przedwzmacniaczem oraz impedancji akustycznej symulatora ucha w funkcji częstotliwości. Dotychczasowe możliwości techniczne GUM umożliwiają jedynie wyznaczenie charakterystyki częstotliwościowej układu symulatora ucha metodą pobudnika elektrostacyjnego. Metoda przedstawiona w PN-EN 60318-1 jest w trakcie wdrażania. Wzorcowanie sprzęgaczy mechanicznych polega na wyznaczeniu poziomu skuteczności przy stałej wartości siły dynamicznej oraz poziomu impedancji mechanicznej i kąta fazowego impedancji. Zastosowana metoda wzorcowania z wykorzystaniem głowicy impedancyjnej B&K (typ 8000) jest

metodą powszechnie stosowaną, zalecaną przez firmę Bruel & Kjaer, producenta sprzętów mechanicznych (typ 4930).

Najniżej w hierarchii wzorcowań są usytuowane przyrządy do pomiaru poziomu dźwięku: mierniki poziomu dźwięku, indywidualne mierniki ekspozycji na dźwięk, filtry pasmowe oraz przyrządy do badania i oceny słuchu: audiometri i tympanometri. GUM nie zajmuje się obecnie wzorcowaniem i badaniem okresowym tych przyrządów, ponieważ czynności te są wykonywane przez 7 laboratoriów akredytowanych w tym zakresie. Wyjątkiem są przyrządy do pomiarów w zakresie częstotliwości infradźwiękowych i ultradźwiękowych. Ponadto GUM wykonuje badania typu mierników poziomu dźwięku oraz inne badania i ekspertyzy przyrządów nietypowych.

### Infrastruktura metrologiczna GUM w dziedzinie drgań mechanicznych

Rozwój metrologii drgań w GUM wynikał głównie z potrzeby ochrony zdrowia i bezpieczeństwa człowieka w jego środowisku pracy. Zapewnienie właściwych warunków pracy realizowane jest zarówno poprzez odpowiednie projektowanie i wykonanie maszyn, będących źródłem drgań, jak i poprzez wykorzystanie środków ochrony przed drganiami i organizację pracy. Realizacja postanowień dyrektyw europejskich, takich jak dyrektywa maszynowa (2006/42/WE) oraz dyrektywa w sprawie minimalnych wymagań w zakresie ochrony zdrowia i bezpieczeństwa, dotyczących narażenia pracowników na ryzyko spowodowane czynnikami fizycznymi, w tym wibracji (2002/44/WE), wymaga rzetelnych pomiarów drgań z zachowaniem spójności pomiarowej.

Obecna infrastruktura metrologiczna GUM odpowiada potrzebom związanym z zapewnieniem spójności pomiarowej w zakresie pomiaru prostoliniowych drgań mechanicznych. Początek łańcucha spójności stanowi państwowy wzorzec (pierwotny) wielkości drgań mechanicznych (przyspieszenia, prędkości, przemieszczenia), którym jest sterowane komputerowo stanowisko firmy SPEKTRA (Niemcy) do wzorcowania przetworników drgań mechanicznych metodą bezwzględną, zgodnie z ISO 16063-11. Wzorcowanie wykonuje się dla drgań o kierunku poziomym lub pionowym w zakresie częstotliwości od 0,2 Hz do 200 Hz z najmniejszą niepewnością rozszerzoną 0,3 % (moduł) i 0,5 ° (faza) oraz dla drgań o kierunku pionowym w zakresie częstotliwości od 5 Hz do 20 kHz z najmniejszą niepewnością rozszerzoną 0,5 % (moduł) i 0,6 ° (faza). Właściwości wzorca były potwierdzone w wielu porównaniach kluczowych: EUROMET. AUV.V-K1, COOMET.V-K1, CCAUV.V-K2, EURAMET. AUV.V-K3 i CCAUV.V-K3.

Wzorce wtórne, stanowiące kolejne ogniwo łańcucha spójności pomiarowej, wykorzystywane są jako odniesienie przy wzorcowaniu przetworników drgań, kalibratorów i mierników drgań metodą porównawczą, zgodnie z ISO 16063-21. Wzorcowanie przetworników drgań obejmuje wyznaczenie ich czułości przy wybranych częstotliwościach z zakresu od 0,25 Hz do 10 kHz. Wzorcowanie kalibratorów drgań mechanicznych obejmuje wyznaczenie wartości przyspieszenia drgań wytwarzanych przez kalibrator, a także pomiar częstotliwości i zniekształceń całkowitych. Wzorcowanie mierników drgań polega na wyznaczeniu błędów wskazań mierników przy wybranych częstotliwościach z zakresu od 0,25 Hz do 10 kHz i dla wybranej wartości sygnału drganiowego.

Odrębną grupę przyrządów stanowią mierniki drgań mechanicznych, działających na człowieka. Pomiary wykonywane są zgodnie z PN-EN ISO 8041-1:2017 w zakresie określonym dla badań okresowych. GUM podejmuje się również, na wniosek wytwórców, wykonania badań i ekspertyz w szerszym zakresie, określonym w ww. normie dla badań typu.

Wszystkie stanowiska pomiarowe wykorzystywane do wzorcowania przyrządów do pomiaru drgań mechanicznych metodą porównawczą są zautomatyzowane. GUM nadal wykonuje dużo wzorcowań i badań dla przyrządów do pomiaru drgań, gdyż zakres usług oferowanych przez laboratoria wzorcujące akredytowane w dziedzinie drgań nie zaspokaja w pełni potrzeb użytkowników.

W związku z koniecznością zapewnienia wsparcia metrologicznego dla przemysłu i instytucji zainteresowanych pomiarami drgań i uderzeń o bardzo dużych przyspieszeniach, w dziedzinie motoryzacji, transportu, górnictwa, wojska, budownictwa, w ostatnim czasie powstało w GUM zautomatyzowane stanowisko pomiarowe do wzorcowania metodą porównawczą przy pobudzeniu udarowym, zgodnie z ISO 16063-22. Zakres przyspieszenia udaru wynosi od 200 m/s<sup>2</sup> do 100 km/s<sup>2</sup>. Impulsy udarowe w kształcie połowy sinusoidy wytwarzane są w wyniku uderzenia pneumatycznie sterowanego pocisku w kowadło. Stanowisko jest obecnie w fazie badań.

### Plany rozwoju metrologii akustycznej i drgań mechanicznych w GUM

Mając na uwadze kierunki zmian w metrologii akustycznej i drgań, zapisane w dokumencie „Strategia 2017 to 2027. Consultative Committee for Acoustics, Ultrasound, and Vibration (CCAUUV)”, a także odpowiadając na pojawiające się nowe potrzeby społeczne i gospodarcze Polski w zakresie zapewnienia spójności pomiarowej i wsparcia metrologicznego, sformułowano i zapisano w strategii GUM na lata 2018–2021 zadania wymagające podjęcia prac badawczo-rozwojowych. Obejmują one:



- 1) poprawienie jakości badań audiologicznych w Polsce poprzez modernizację i rozbudowę stanowiska do wzorcowania symulatorów ucha oraz sprzęgaczy mechanicznych, a także wsparcie metrologiczne instytucji i laboratoriów zajmujących się wzorcowaniem i badaniem urządzeń audiometrycznych oraz ochroną i badaniami słuchu,
- 2) budowę infrastruktury metrologicznej zapewniającej spójność pomiarową w warunkach akustycznego pola swobodnego,
- 3) rozbudowę i modernizację infrastruktury metrologicznej zapewniającej spójność pomiarową w zakresie częstotliwości infradźwiękowych,
- 4) zapewnienie możliwości wzorcowania przetworników cyfrowych stosowanych w dziedzinie akustyki i drgań mechanicznych,
- 5) zapewnienie w Polsce spójności pomiarowej w dziedzinie ultradźwięków w zastosowaniach medycznych: budowa wzorca pierwotnego mocy ultradźwiękowej oraz wzorca wtórnego ciśnienia akustycznego w wodzie,
- 6) budowę infrastruktury metrologicznej w zakresie akustyki podwodnej.

W kolejnych latach przewiduje się rozpoczęcie prac mających na celu:

- 1) zapewnienie rzetelności pomiarów w zakresie bardzo dużych wartości ciśnienia akustycznego, związanych głównie z hałasem o charakterze impulsowym, towarzyszącym działalności wojskowej,
- 2) budowę wzorca pierwotnego w dziedzinie drgań mechanicznych w zakresie uderzeń,
- 3) budowę infrastruktury metrologicznej do wzorcowania przetworników sejsmicznych i geofonów, umożliwiającej wsparcie metrologiczne dla przemysłu i instytucji, zajmujących się pomiarami drgań o bardzo małych częstotliwościach, w dziedzinach takich jak górnictwo, budownictwo, transport szynowy, geologia itp.

Artykuł jest tekstem referatu (z drobnymi zmianami redakcyjnymi) przedstawionego na XIII konferencji naukowo-technicznej PPM'18, która odbyła się w dniach od 4 do 6 czerwca 2018 roku w Szczyrku.

## Podsumowanie projektu EMRP IND53 LUMINAR Large volume metrology in industry

### Summary of the EMRP IND53 LUMINAR project Large volume metrology in industry

Mariusz Wiśniewski, Dariusz Czutek, Robert Szumski (Główny Urząd Miar)

W ramach międzynarodowego projektu LUMINAR opracowano szereg prototypowych przyrządów pomiarowych do pomiarów w dużych objętościach (LVM), nowych sposobów i oprogramowania do kompensacji wpływu czynników atmosferycznych oraz zniekształceń termicznych. Zbudowane przyrządy pomiarowe zostały pomyślnie przetestowane i zademonstrowane w laboratoriach i zakładach przemysłowych.

As part of the international LUMINAR project, a number of prototype measuring instruments for large volume metrology (LVM), new methods and software to compensate for atmospheric factors and thermal distortions were developed. Measuring instruments have been successfully tested and demonstrated in laboratories and industrial plants.

#### Wstęp

W wielu branżach przemysłowych wykorzystywane są duże obiekty, urządzenia czy instalacje, które, aby działać poprawnie, wymagają kontroli położenia, wymiarów lub kształtu kluczowych ich komponentów. Kontrola ta realizowana jest często na dużych przestrzeniach (rzędu setek m<sup>3</sup>), często w warunkach dalekich od laboratoryjnych. Zwiększenie dokładności pomiarów daje znaczne korzyści, takie jak np. lepsza dokładność wykonania skrzydła samolotu czy kadłuba, co zmniejsza ilość wymaganego nadmiaru materiału, obniżając masę i spalanie paliwa oraz umożliwia uzyskanie większej aerodynamiczności. Lepsza spójność pomiarowa zapewnia bardziej kompatybilne wymiary komponentów pochodzących od wielu producentów. We wszystkich tych scenariuszach pomiar nie jest wykonywany w laboratorium, ale w hali produkcyjnej (*in situ*) w niekontrolowanych warunkach środowiskowych, co go utrudnia.

Wymagania dotyczące dokładności pomiarów wykonywanych w halach produkcyjnych, wskazane przez potencjalnych użytkowników końcowych, wymagały rozwiązań kilku problemów:

- kompensacji rozszerzalności cieplnej konstrukcji,
- kompensacji błędów spowodowanych przez załamanie światła w powietrzu, które wpływa na wszystkie optyczne przyrządy pomiarowe stosowane w LVM,
- zapewnienie spójności pomiarowej z układem SI dla bezwzględnych systemów pomiaru odległości stosowanych w warunkach przemysłowych,
- możliwości mierzenia więcej niż jednej pozycji jednocześnie przy dużej szybkości przesyłania danych,

- dostępności rygorystycznej oceny niepewności w celu uniknięcia błędnych decyzji podczas produkcji.

#### Wyniki działania projektu

W projekcie LUMINAR [1] uczestniczyły National Physical Laboratory (NPL), Conservatoire national des arts et métiers (CNAM), Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Główny Urząd Miar (GUM), The University of Bath, University College London (UCL), Karlsruhe Institute of Technology (KIT), Airbus Operations Limited, The University of Sheffield, SIOS Messtechnik GmbH. Każdy z partnerów projektu skoncentrował się na dziedzinie, w której ma najszerzą wiedzę, dzięki czemu możliwe było opracowanie równolegle wielu produktów w krótkim czasie. Badania przeprowadzone przez różne zespoły dostarczyły szerokie spektrum wyników, które spełniają wszystkie naukowe cele projektu badawczego.

#### Innowacyjne systemy pomiarowe

Pierwszym celem projektu było opracowanie innowacyjnych systemów pomiarowych, które wypełniają lukę między fotogrametrią a laser trackerami, pracując w objętości 10 m × 10 m × 5 m, z docelową niepewnością pomiaru 50 μm. Opracowano cztery systemy pomiarowe.

1. Prototypowy system opracowany przez INRIM, oparty na przecinających się płaszczyznach (InPlanT), który wykorzystuje dwie osie liniowe. Zapewniło to powtarzalność 45 μm w warunkach przemysłowych,





- z wykorzystaniem dwóch osi pomiarowych symulujących obszar  $10\text{ m} \times 10\text{ m}$ .
2. Prototypowy system podobny do wideogrametrii, ale wykorzystujący sferyczne elementy i laserowe oświetlenie przez obiektyw. Został przetestowany w środowisku laboratoryjnym i uzyskano niepewność pomiaru  $100\ \mu\text{m}$  w zakresie  $3\text{ m}$ .
  3. System z NPL oparty na skanowaniu częstotliwościowym w interferometrii rozbieżnej wiązki, który wykazał niepewność pomiaru  $50\ \mu\text{m}$  na małych ( $1\text{ m}^3$ ) objętościach [2, 3].
  4. System o dłuższym zasięgu, ponownie wykorzystujący interferometrię ze skanowaniem częstotliwościowym (FSI), który zastosowano w 10-metrowych zakresach, w środowisku laboratoryjnym i przemysłowym. Testy wykazały osiągnięcie niepewności pomiaru na poziomie  $50\ \mu\text{m}$ .

## Wyznaczanie odległości bezwzględnej

Drugim celem projektu było opracowanie nowatorskich przyrządów do pomiarów odległości bezwzględnej, działających w zakresie dziesiątek metrów. Opracowane zostały dwa nowe systemy pomiarowe oraz ulepszono obiekt testowy.

1. Przenośny telemetr opracowany przez CNAM, oparty na tanich podzespołach, działających przy długości fali  $1550\text{ nm}$ , które mogą mierzyć w zakresie  $50\text{ m}$ , z rozdzielczością i niepewnością pomiaru około  $2\ \mu\text{m}$ , tolerancją na przerwanie wiązki i łatwą obsługą.
2. Interferometr śledzący z bezwzględnym wyznaczeniem odległości w oparciu o interferometrię o wielu długościach fal, opracowany przez PTB, uzyskujący bezwzględny pomiar odległości z odchyleniami standardowymi  $60\ \mu\text{m}$  na długości drogi  $40\text{ m}$ .
3. 50-metrowy komparator interferencyjny GUM został wzbogacony o dodatkowe czujniki temperatury, ciśnienia i wilgotności wraz z obwodami grzewczymi, do symulowania środowiska przemysłowego, aby umożliwić testowanie przyrządów zbudowanych w ramach projektu na skompensowanym interferometrze laserowym.

## Pomiar i kompensacja współczynnika załamania światła

Trzecim celem projektu było opracowanie metody kompensacji współczynników załamania światła w powietrzu w warunkach przemysłowych, z dokładnością  $10^{-7}$  dla objętości około  $10\text{ m} \times 10\text{ m} \times 5\text{ m}$ . Trzy podejścia zostały pomyślnie opracowane i przetestowane.

1. Przenośny telemetr z CNAM, wyposażony w drugą długość fali równą  $785\text{ nm}$ , umożliwiającą

osiągnięcie niepewności pomiaru  $500\ \mu\text{m}$ , z kompensacją współczynnika załamania światła w zakresie  $50\text{ m}$ .

2. Interferometr śledzący z PTB miał dodatkowy zestaw długości fal i pomimo pewnych problemów optycznych wykazał zgodność z konwencjonalnym pomiarem współczynnika załamania w granicach  $5 \cdot 10^{-7}$  [4].
3. W UCL opracowano szereg narzędzi do fotogrametrii (obrazowanie wielospektralne, cyfrowa kamera aksonometryczna, analiza refrakcji w MathCad, oprogramowanie do regulacji objętościowego refrakcji wiązki) i połączono je w system, który może wykonywać fotogrametryczną analizę obrazów z modelowaniem refrakcji i niestabilnością sygnału w szerokim zakresie.

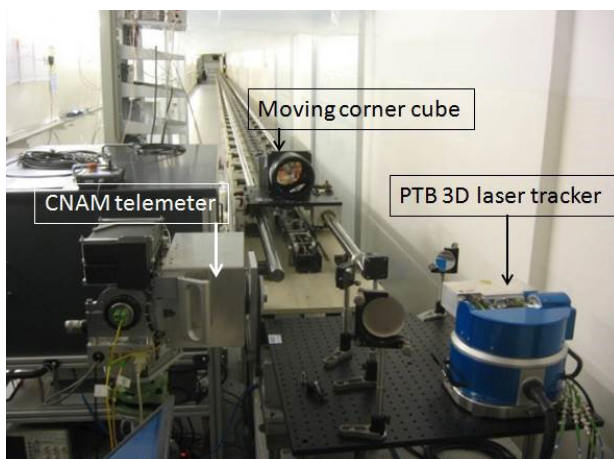
## Kompensacja efektów termicznych dla mierzonych obiektów

Czwartym celem projektu było opracowanie modelowania, by przewidywać zachowanie zespołów wieloskładnikowych (do  $5\text{ m}$ ) w środowiskach nieidealnych (z odchyleniem temperatury o  $5\text{ }^\circ\text{C}$ ). Cel został osiągnięty przez Uniwersytet w Bath dzięki dwóm kluczowym pracom.

1. Opracowano i wdrożono hybrydowy program kompensacji termicznej. W tym schemacie dane z podzbioru pomiarów wymiarowych przekazywane są z powrotem do analizy modelu elementów skończonych wraz z danymi temperatury, aby iteracyjnie poprawić dokładność symulacji FEA. Model można następnie wykorzystać do kompensacji termicznej całego zespołu lub konstrukcji.
2. Zaprojektowany komponent lub zespół, typowy dla przemysłu lotniczego, został zaprojektowany jako przyrząd i wykorzystywany jako pierwszy etap techniki hybrydowej w środowisku laboratoryjnym. Technika ta osiągnęła dokładność lepszą niż wynikająca z teorii ekspansji liniowej i była lepsza niż pomiary śledzone za pomocą pojedynczych czujników laserowych.

## Testowanie i demonstracja możliwości systemów pomiarowych

Piątym celem projektu była weryfikacja i demonstracja możliwości opracowanych nowych technologii i zbudowanych przyrządów. Pomiary wykonane zostały w laboratoriach uczestników projektu oraz rzeczywistych środowiskach przemysłowych. Zaprezentowano praktyczne możliwości uzyskania spójności pomiarowej dla metrologii dużych objętości w środowiskach przemysłowych.



Rys. 1. Ława pomiarowa GUM o długości 50 m z urządzeniami pomiarowymi PTB i CNAM

Przeprowadzone zostały trzy działania pomiarowe.

1. Przeprowadzono porównanie wyników uzyskiwanych przez urządzenia opracowane przez PTB i CNAM na zmodernizowanym stanowisku pomiarowym GUM. Umożliwiło to sprawdzenie ostatecznej niepewności pomiaru nowych przyrządów (rys. 1).
2. System FSI opracowany przez NPL został przetestowany w PTB, co pozwoliło na ustalenie niepewności pomiaru dla tej metody we właściwym środowisku.
3. Testy przemysłowe wszystkich opracowanych przyrządów odbyły się w zakładach firmy Airbus (Filton) w Wielkiej Brytanii, w środowisku fabrycznym. Obejmowały pomiary na 45-metrowej przekątnej budynku (maksymalny zasięg dostępny w pomieszczeniu) i na 12-metrowej platformie testowej. Wszystkie przyrządy, które zostały dostarczone do Airbusa, były w stanie wykonać zadowalające pomiary w miejscu, w którym występowały duże gradienty temperatury, wibracje i hałas akustyczny.

## Podsumowanie

Projekt spełnił wszystkie techniczne i naukowe cele oraz przekroczył planowaną liczbę publikacji, prezentacji konferencyjnych i warsztatów. Ponadto badania zaowocowały pięcioma zgłoszeniami patentowymi. Przeprowadzone badania pozwoliły na stworzenie 10 całkowicie nowych przyrządów lub technik pomiarowych. Wyniki projektów zostały zaprezentowane społeczności użytkowników końcowych. Kilka wyników projektu jest już wykorzystywanych przez partnerów projektu. Wyniki te są rozwijane w ramach nowej współpracy badawczej. Niektóre produkty projektu będą rozwijane przez firmy metrologiczne i staną się produktami dostępnymi komercyjnie.

## Literatura

- [1] Strona www projektu LUMINAR: [www.emrp-luminar.eu](http://www.emrp-luminar.eu).
- [2] Hughes E. B., Warden M. S., A novel co-ordinate measurement system based on frequency scanning interferometry. *Journal of the CMSC*, 2013.
- [3] Warden M. S., Precision of frequency scanning interferometry distance measurements in the presence of noise. *Applied Optics*, vol. 53 (2014), s. 580-558.
- [4] Meiners-Hagen K., Meyer T., Prellinger G., Pöschle W., Dontsov D., Pollinger F.: Overcoming the refractivity limit in manufacturing environment. *Optics Express*, vol. 24 (2016), s. 24092-24101.

Artykuł jest tekstem referatu (z drobnymi zmianami redakcyjnymi), przedstawionego na XIII konferencji naukowo-technicznej PPM'18, która odbyła się w dniach od 4 do 6 czerwca 2018 roku w Szczyrku.

# Pomiary efektywnego współczynnika odbicia generatorów mikrofalowych

## Measurements of the effective reflection coefficient of microwave generators

Łukasz Usydus (Główny Urząd Miar)

Współczynnik odbicia jest ważnym parametrem charakteryzującym przyrządy pracujące w paśmie mikrofalowym. Typowe metody pomiaru współczynnika odbicia nie znajdują bezpośredniego zastosowania w przypadku wzorcowania źródeł mocy wielkiej częstotliwości. W artykule przedstawiono układy oraz techniki pomiarowe, które mogą do tego celu posłużyć.

The reflection coefficient is an important parameter characterizing instruments working in the microwave band. Typical methods of measuring the reflection coefficient are not directly applicable in the case of calibration of high-frequency power sources. This article presents systems and measurement techniques that can be used for this purpose.

### Wprowadzenie

Przyrządy wytwarzające sygnał elektryczny wielkiej częstotliwości (w.cz.) występują praktycznie w każdym mikrofalowym układzie pomiarowym. Istotnym parametrem charakteryzującym urządzenia mikrofalowe jest współczynnik odbicia lub jego pochodna, czyli współczynnik fali stojącej. Obie wielkości wynikają z niedopasowania impedancji urządzenia do impedancji linii transmisyjnej i określają, jaka część mocy w.cz. docierającej do urządzenia, zostanie odbita od jego wrót wejściowych. W mikrofalowych torach transmisyjnych, gdzie istotna jest minimalizacja strat, należy zadbać o to, żeby odbicia mocy były jak najmniejsze.

Napięciowy współczynnik odbicia jest to wielkość zespolona wyznaczana, w płaszczyźnie wrót przyrządu (wejściowych lub wyjściowych), ze wzoru [1]:

$$\Gamma = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} = \frac{U^-}{U^+} = |\Gamma| \cdot e^{j\varphi} \quad (1)$$

gdzie:

$Z$  – zespolona impedancja wrót przyrządu,

$Z_0$  – impedancja charakterystyczna linii transmisyjnej,

$U^-$  – wartość fali napięciowej odbitej od wrót przyrządu,

$U^+$  – wartość fali napięciowej padającej na wrota przyrządu.

Moduł współczynnika odbicia przyjmuje (z nielicznymi wyjątkami) wartości z przedziału od 0 do 1. Graniczne wartości tego przedziału oznaczają odpowiednio idealne dopasowanie wrót pomiarowych do toru transmisyjnego (brak odbić) oraz całkowite odbicie sygnału od wrót pomiarowych. W praktyce często wykorzystywanym

w technice w.cz. parametrem jest współczynnik fali stojącej  $WFS$ , który obliczany jest ze wzoru:

$$WFS = \frac{1 + |\Gamma|}{1 - |\Gamma|} \quad (2)$$

Jak nietrudno zauważyć  $WFS$  jest wielkością rzeczywistą, która przyjmuje wartości od 1 do nieskończoności. W ten sposób zdefiniowane parametry można mierzyć za pomocą linii pomiarowej ze szczeliną, wektorowego analizatora obwodów lub sześciowrotowego reflektometru wielkich częstotliwości [1].

### Pomiar $WFS$ generatorów

W przypadku generatorów, tradycyjne metody pomiaru  $WFS$  źródła sygnału w.cz., do budowy którego wykorzystano sprzęgacz kierunkowy, zwarcie przesuwne oraz miernik mocy. Sygnał z generatora wprowadzany jest do wrót nr 1 sprzęgacza, jego część zostaje odprowadzona do wrót sprzężonych nr 3. Następnie sygnał wędruje do wrót nr 2, gdzie ulega całkowitemu odbiciu w płaszczyźnie zwarcia. Odbita fala pada na wrota wyjściowe badanego generatora, gdzie ponownie ulega odbiciu, tym razem

częściowemu, w zależności od wartości mierzonego współczynnika odbicia. Podobnie jak w przypadku pierwotnego sygnału generatora, część fali odbitej od wyjścia przyrządu jest odsprężana do wrót nr 3 sprężacza. W efekcie przyrząd pomiarowy podłączony do wrót sprężonych odczytuje wartość napięcia lub mocy wynikającą z superpozycji dwóch fal, która jest zależna od ich relacji fazowej. Dzięki zastosowaniu zwarcia przesunowego możliwa jest zmiana różnicy faz sygnałów pojawiających się na wyjściu nr 3 sprężacza. W celu wyznaczenia *WFS* badanego generatora należy ustawić zwarcie w pozycjach, w których odczytywana moc jest maksymalna oraz minimalna, a następnie posłużyć się równaniem:

$$WFS = \frac{U_{\max}}{U_{\min}} = \sqrt{\frac{P_{\max}}{P_{\min}}} \quad (3)$$

gdzie:

$P_{\max}, P_{\min}$  – odpowiednio maksymalna i minimalna moc odczytywana przy zmianie płaszczyzny zwarcia,

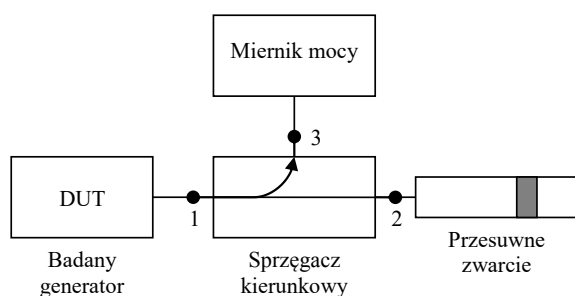
$U_{\max}, U_{\min}$  – odpowiednio maksymalna i minimalna wartość napięcia odczytywana przy zmianie płaszczyzny zwarcia.

Powyższe równanie jest powszechnie stosowane w pomiarach *WFS* z wykorzystaniem linii pomiarowej ze szczeliną. W razie potrzeby można obliczyć także wartość bezwzględną efektywnego współczynnika odbicia generatora przekształcając równanie (2):

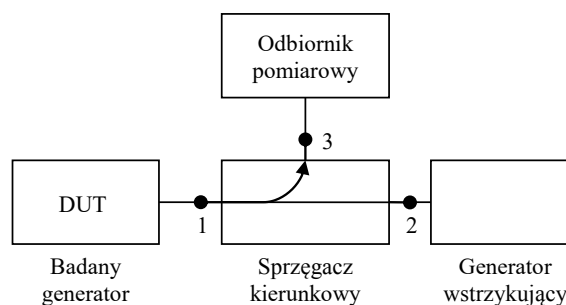
$$|\Gamma| = \frac{WFS - 1}{WFS + 1} \quad (4)$$

Przedstawiona metoda pomiarowa uniemożliwia niestety wyznaczenie fazy współczynnika odbicia.

Układ z rys. 1 jest dość wygodny w użyciu, ale nie może być zastosowany w zakresie częstotliwości, gdzie maksymalna zmiana odległości płaszczyzny zwarcia od wrót nr 2 sprężacza jest mniejsza niż połowa długości fali sygnału. Niemożliwe jest wówczas znalezienie maksymalnej oraz minimalnej wartości mocy lub napięcia, potrzebnych do obliczenia *WFS*. W takiej sytuacji zastosować można układ pomiarowy przedstawiony na rys. 2,



Rys. 1. Konfiguracja układu do pomiaru efektywnego współczynnika odbicia źródła promieniowania



Rys. 2. Konfiguracja układu do pomiaru efektywnego współczynnika odbicia źródła aktywnego, wykorzystującego źródło sygnału wtrysku

w którym przesunowe zwarcie zastąpione jest drugim generatorem wstrzykującym. Wstrzyknięty sygnał ma częstotliwość nieznacznie różniącą się od częstotliwości wytwarzanej przez badany przyrząd (np. o 10 Hz) [2]. Odczytywana wartość na mierniku będzie się wówczas zmieniać z częstotliwością równą różnicy częstotliwości obu źródeł. W tym układzie wygodnie jest zastąpić miernik mocy wysokiej klasy mikrofalowym odbiornikiem pomiarowym, pracującym w trybie „zero span”, co umożliwi znacznie łatwiejszy odczyt minimum i maksimum zmieniającej się w czasie amplitudy napięcia. Zastosowanie generatora wstrzykującego umożliwia pomiar na niskich częstotliwościach, wymaga jednak wykonania kalibracji polegającej na wyznaczeniu wartości średniej sygnału po podłączeniu do portu 1 sprężacza kolejno zwracania oraz rozwarcia.

### Zastosowanie w laboratorium wzorcującym

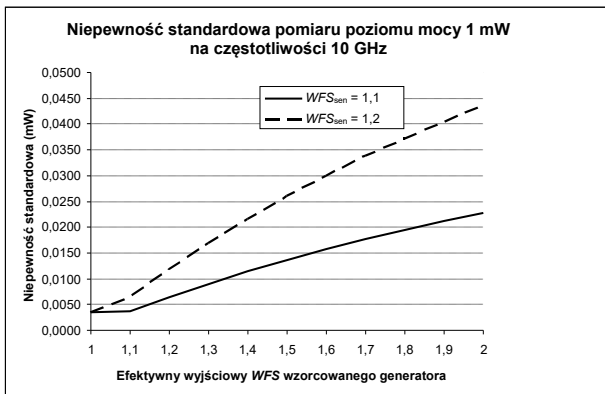
Podczas wzorcowania wszystkich przyrządów mikrofalowych pomiar *WFS* jest czynnością obowiązkową. W szczególności w sytuacji, gdy badanym przyrządem jest generator w.cz., ale nie tylko. Nawet jeśli urządzenie wzorcowane jest w zakresie innej wielkości (np. wartość współczynnika kalibracji dla czujnika mocy lub wartość tłumienia dla tłumika), znajomość *WFS* badanego elementu oraz *WFS* źródła sygnału testowego występującego w układzie pomiarowym jest niezbędna do wyznaczenia niepewności pomiaru. W układach pomiarowych, w których występuje generator sygnału w.cz., jedną ze składowych niepewności jest wpływ niedopasowania źródła oraz czujnika (lub miernika) na pomiar poziomu mocy, który wyraża się wzorem [3]:

$$M_u = 100 \cdot \left[ \left( 1 \pm |\Gamma_{\text{gen}}| \cdot |\Gamma_{\text{sen}}| \right)^2 - 1 \right] \% \quad (5)$$

gdzie  $\Gamma_{\text{gen}}$  i  $\Gamma_{\text{sen}}$  to współczynniki odbicia, odpowiednio wrót wyjściowych źródła mocy w.cz. oraz wrót wejściowych przyrządu mierzącego moc (lub napięcie).







Rys. 3. Złożona standardowa niepewność pomiaru poziomu mocy vs. VSWR badanego generatora RF

Często stosowaną praktyką w laboratoriach, które nie mierzą lub nie posiadają danych pomiarowych dotyczących niedopasowania wrót wyjściowych generatora, jest przyjęcie maksymalnej lub typowej wartości  $\Gamma_{gen}$ , podawanej przez producenta przyrządu w jego specyfikacji technicznej. Problem w tym, że zazwyczaj są to wartości zawyżone w stosunku do rzeczywistych, co w efekcie prowadzi do wyższej wartości końcowej niepewności pomiaru. Najczęściej spotykaną informacją w danych katalogowych na temat niedopasowania wyjścia generatora jest  $WFS \leq 2$  (co oznacza, że  $|\Gamma_{gen}| \leq 2$ ). Na rys. 3 przedstawiono wykres standardowej niepewności pomiaru podczas wzorcowania generatora w zakresie poziomu mocy, z użyciem termistorowych wzorców odniesienia. Zaprezentowano przebiegi w funkcji  $WFS_{gen}$  dla dwóch, w praktyce często spotykanych w paśmie częstotliwości do 18 GHz wartości  $WFS_{sen}$  równych 1,1 oraz 1,2.

Z pomiarów przeprowadzonych w Pracowni Mikrofal, Pola Elektromagnetycznego i Kompatybilności Elektromagnetycznej GUM wynika, że generatory są zazwyczaj

lepiej dopasowane, a ich  $WFS$  oscyluje w granicach  $1,2 \div 1,3$ . Bazując na wykresie z rys. 3 można stwierdzić, że wykorzystanie rzeczywistej wartości wyjściowego współczynnika fali stojącej generatora zamiast przyjęcia wartości z danych katalogowych pozwala na kilkukrotną redukcję niepewności pomiaru poziomu mocy wyjściowej urządzenia.

## Podsumowanie

Zaprezentowane metody pomiaru efektywnego współczynnika odbicia generatora umożliwiają pełniejszą charakterystykę źródeł mocy w.cz. podczas ich wzorcowania. Dzięki temu użytkownik może wykorzystywać przyrząd w sposób bardziej świadomy, np. poprzez optymalizację toru transmisyjnego, w którym generator jest zazwyczaj używany. Ponadto, uzyskane wyniki pomiarów są użyteczne dla laboratoriów wzorcujących, gdyż pozwalają na zmniejszenie niepewności wzorcowań w układach wykorzystujących aktywne źródła mocy wielkiej częstotliwości.

## Literatura

- [1] Dobrowolski J. A., Technika wielkich częstotliwości. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2001.
- [2] Roberts P., Measuring output VSWR for an active levelled source. ARMMS RF & Microwave Society Conference, 2008.
- [3] Fundamentals of RF and Microwave Power Measurements, Application Note 64-1B. Agilent Technologies, 2003.

Artykuł jest tekstem referatu (z drobnymi zmianami redakcyjnymi) przygotowanym na XIII konferencję naukowo-techniczną PPM'18.

## Metody pomiaru temperatury termodynamicznej Redefinicja kelwina

### Methods of the thermodynamic temperature measurement The kelvin redefinition

Marek Kozicki (Główny Urząd Miar)

W tym roku planowane jest przeprowadzenie redefinicji podstawowych jednostek miar układu SI, w tym kelwina, którego wartość uzależniona zostanie od stałej Boltzmann. W tym celu konieczne było wyznaczenie wartości tej stałej z odpowiednią dokładnością. Celem referatu jest opisanie procesu redefinicji oraz konsekwencji, jakie ze sobą niesie, jak również przybliżenie metod pomiaru temperatury termodynamicznej, które musiały zostać rozwinięte dla wyznaczenia stałej Boltzmann.

This year, it is planned to redefine four basic units of the SI system, including kelvin, the value of which will depend on the Boltzmann constant. For this purpose, it was necessary to determine the value of this constant with the appropriate accuracy. The aim of the paper is to describe the process of redefinition and the consequences that it brings, as well as the presentation of thermodynamic temperature measurement techniques that were developed to determine the Boltzmann constant.

### Międzynarodowa skala temperatury z 1990 roku i obowiązująca definicja kelwina

Dokumentem obecnie opisującym zasady odtwarzania skali temperatury jest publikacja z 1990 roku dotycząca Międzynarodowej Skali Temperatury MST-90 (dla ultra niskich temperatur, poniżej 1 K, obowiązuje inna skala: Provisional Low Temperature Scale of 2000 – PLTS-2000) [1]. Jest w niej wyszczególniony szereg punktów stałych wybranych do realizacji tej skali. Są one uzyskiwane dzięki równowadze termodynamicznej w przemianach fazowych wybranych substancji. Każdemu z tych punktów przypisano wartość temperatury a priori, czyli bez niepewności pomiaru. Oprócz tego wyszczególnione są metody interpolacji, które powinny być stosowane w poszczególnych zakresach temperatur. W najpowszechniej stosowanym zakresie temperatur (od  $-259,3467\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $961,78\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) stosowana jest termometria rezystancyjna, w której wykorzystuje się zależność rezystancji platyny od temperatury. Przyrządami interpolacyjnymi są więc wzorcowe platynowe czujniki rezystancyjne SPRT, które umożliwiają odtwarzanie temperatur pomiędzy wartościami punktów stałych. Zależność rezystancji od temperatury nie została wyprowadzona z teorii, lecz wyznaczono ją empirycznie. Uwzględniając również sztywne przypisanie wartości temperatur do punktów stałych należy pamiętać o tym, że MST-90 nie odtwarza skali temperatury termodynamicznej (oznaczanej jako  $T$ ), lecz jedynie

dość bliskie jej przybliżenie, które oznaczamy symbolem  $T_{90}$ . MST-90 określa jeszcze jedną bardzo ważną definicję, tj. definicję podstawowej jednostki miary temperatury, kelwin. Odnosi się ona do temperatury punktu potrójnego wody, której wartość  $273,16\text{ K}$  również określono a priori. Obecne brzmienie definicji jest następujące: „kelwin jest  $1/273,16$  częścią temperatury termodynamicznej punktu potrójnego wody”.

Wartość kelwina jest odniesiona do właściwości konkretnej substancji. Idea takiego podejścia wydaje się słuszna, ponieważ wykorzystujemy naturalne zjawisko występujące w przyrodzie, będące niezmiennie w miejscu i w czasie. Punkt potrójny wody (stan równowagi termodynamicznej trzech faz skupienia: wody, lodu oraz pary wodnej) ma też dobrą odtwarzalność, jak pokazują porównania międzynarodowe, około  $30\text{ }\mu\text{K}$ . Taka definicja ma jeszcze jedną ważną zaletę, bowiem na jej podstawie praktyczne odtworzenie jednostki jest stosunkowo proste, gdyż wystarczy łatwa do wykonania komórka punktu potrójnego wody.

### Nowa definicja kelwina i warunki jej przyjęcia

Jednak obecnie obowiązująca definicja jest również źródłem pewnych problemów. Przede wszystkim żaden pomiar temperatury nie może być bardziej dokładny niż niepewność, z jaką temperatura punktu potrójnego wody może być odtworzona. Sama woda, która zostanie użyta,



musi także spełniać pewne warunki. Po pierwsze, musi być idealnie czysta, bez jakichkolwiek zanieczyszczeń innymi związkami czy pierwiastkami. Zanieczyszczenia powodują bowiem, że temperatura punktu stałego różni się od wartości nominalnej. Po drugie, nawet na czystą chemicznie wodę składać się mogą różne izotopy wodoru i tlenu. W zależności od stężeń izotopologów (cząsteczek wody o różnym składzie izotopowym), temperatura punktu potrójnego wody różni się. Dlatego w 2005 roku Międzynarodowy Komitet Miar przyjął rekomendację, zgodnie z którą tylko woda idealnie zgodna pod względem składu izotopowego ze standardem Vienna Standard Mean Oceans Water (VSMOW) ma temperaturę punktu potrójnego równą 273,16 K. Oczywiście, każda próbka wody w pewnym stopniu różni się od przyjętego standardu. Wartość odtwarzana jednostki temperatury zależy zatem od użytego egzemplarza komórki wody, wobec tego obecna definicja nie zapewnia stałości wartości kelwina.

W 2005 roku Międzynarodowy Komitet Miar przyjął również rekomendację w sprawie rozpoczęcia prac nad redefinicją czterech podstawowych jednostek układu miar SI (kilograma, ampera, mola i kelwina) w odniesieniu do wartości stałych fizycznych. Planowana redefinicja kelwina zakłada rezygnację z posługiwania się punktem potrójnym wody, wartość tej jednostki będzie oparta o stałą Boltzmanna. Główną zaletą takiego rozwiązania jest oczywiście potrzeba uniezależnienia jednostek podstawowych od zjawisk fizycznych, zachodzących w wybranych substancjach. Pozwoli to na uwolnienie kelwina od definicyjnej niepewności, którą posiada obecnie za sprawą punktu potrójnego wody.

Przyjęte brzmienie nowej definicji kelwina jest następujące [2]:

“The kelvin, symbol K, is the SI unit of thermodynamic temperature. It is defined by taking the fixed numerical value of the Boltzmann constant  $k$  to be  $1.380\,649 \times 10^{-23}$  when expressed in the unit  $\text{J K}^{-1}$ , which is equal to  $\text{kg m}^2 \text{s}^{-2} \text{K}^{-1}$ , where the kilogram, metre and second are defined in terms of  $h$ ,  $c$  and  $\Delta\nu_{\text{Cs}}$ ”.

Jednakże, aby wprowadzić nową definicję kelwina, najpierw trzeba wyznaczyć wartość stałej Boltzmanna. Do tego celu stosuje się metody pomiaru temperatury termodynamicznej. W odróżnieniu od np. termometrii rezystancyjnej, metody te mają swoje źródło u podstaw termodynamiki (np. kinetyczno-molekularna teoria gazów czy równania stanu). We wzorach fizycznych temperatura często występuje w towarzystwie stałej Boltzmanna  $k$ , na przykład we wzorze opisującym zależność między średnią energią kinetyczną cząsteczek a temperaturą. Używając metod pomiaru temperatury termodynamicznej w dokładnie określonym punkcie temperatury możemy zmierzyć wartość stałej Boltzmanna. Oczywiście, temperatura podczas eksperymentu będzie ustalona w zgodności do

MST-90. Dzięki temu zapewniona zostanie spójność nowej definicji ze starą. Punkt potrójny wody nadal będzie wynosił 273,16 K, lecz wartość ta będzie obciążona niepewnością, z którą wyznaczono stałą Boltzmanna. Aby ta niepewność była wystarczająco mała, Komitet Doradczy CIPM ds. Termometrii przyjął w 2014 roku rekomendację definiującą warunki przyjęcia nowej wartości:

- niepewność standardowa względna wyznaczenia wartości  $k$  jest mniejsza niż  $10^{-6}$ ,
- wyznaczenie  $k$  jest oparte o przynajmniej dwie zupełnie różne metody oraz przynajmniej jeden wynik osiągnięty każdą z tych metod musi być mniejszy niż  $3 \cdot 10^{-6}$ .

## Wyznaczenie wartości stałej Boltzmanna i techniki pomiaru temperatury termodynamicznej

Obecnie istnieje kilka metod pomiaru temperatury termodynamicznej. W dalszej części pracy zostaną przedstawione cztery z nich, które zostały szczególnie rozwinięte w ostatnich latach w kontekście pomiaru wartości stałej Boltzmanna.

### Termometria akustyczna

Jak dotychczas, na najlepszą dokładność pomiaru pozwalają termometry gazowe akustyczne AGT (Acoustic gas thermometers). Wykorzystują one wynikającą z teorii kinetyczno-molekularnej gazów zależność prędkości rozchodzenia się dźwięku w gazie od temperatury [3], zgodnie z równaniem:

$$v^2 = \frac{\gamma RT}{M} \quad (1)$$

gdzie:  $M$  – masa molowa gazu,  $R = N_A k$  – stała gazowa,  $\gamma$  – stosunek ciepła właściwego gazu przy stałym ciśnieniu do ciepła właściwego przy stałej objętości (dla gazu jednoatomowego  $\gamma = 5/3$ ),  $T$  – temperatura,  $N_A$  – liczba Avogadra.

Powyższe równanie jest prawdziwe dla gazu doskonałego, który jest modelem matematycznym opisującym zachowanie gazów rzeczywistych w granicy  $p \rightarrow 0$ . Dlatego też pomiary wykonywane są przy kilku wartościach ciśnienia gazu w rezonatorze, a następnie wyniki ekstrapolowane do ciśnienia zerowego.

Badany gaz (najczęściej hel lub argon) zamyka się w specjalnym rezonatorze, w którym wymusza się falę dźwiękową i poszukuje się takiej częstotliwości dźwięku, dla której występuje rezonans. Oprócz częstotliwości fali w rezonansie, do wyznaczenia prędkości dźwięku potrzebna jest również droga, jaką przebywa. Niezbędny jest

więc również pomiar wymiarów rezonatora, który osiąga się poprzez rezonans elektromagnetyczny w zakresie częstotliwości mikrofalowych. Ze względu na konieczność połączenia rezonansu dźwięku oraz fal elektromagnetycznych quasi-sferyczny kształt rezonatora jest optymalny.

Termometria akustyczna przyniosła najdokładniejsze oszacowanie stałej Boltzmana. W 2017 roku zespół naukowców z LNE-CNAM (Francja) przedstawił wyniki swoich badań, w wyniku których otrzymano wartość  $k = 1,380\,648\,78 \cdot 10^{-23}$  J/K, ze standardową niepewnością względną  $6 \cdot 10^{-7}$ .

### Termometria stałej dielektrycznej

Inną metodę pomiaru wykorzystują termometry DCGT (Dielectric constant gas thermometers). Technika ta jest rozwijana, z największymi sukcesami, przez naukowców z PTB (Niemcy). Idea pomiaru polega na zastąpieniu gęstości w równaniu stanu gazu idealnego:

$$pV = nRT \Rightarrow p = kT \frac{\rho}{m_c} \quad (2)$$

przez przenikalność elektryczną poprzez wykorzystanie równania Clausiusa-Mosottiego [3], które określa wpływ polaryzowalności substancji na jej przenikalność elektryczną, wskutek czego otrzymujemy równanie [1]:

$$\varepsilon = \frac{\alpha_0 p}{kT} + \varepsilon_0 \quad (3)$$

gdzie:  $p$  – ciśnienie gazu,  $V$  – objętość,  $n$  – ilość gazu w molach,  $k$  – stała Boltzmana,  $\rho$  – gęstość,  $m_c$  – masa cząsteczki gazu,  $\varepsilon_0$  – przenikalność elektryczna próżni,  $\alpha_0$  – polaryzowalność.

Jak wynika z powyższego równania, można wykonać pomiar przenikalności elektrycznej gazu do wyznaczenia temperatury termodynamicznej, bądź stałej Boltzmana, o ile znamy wartość temperatury. Tak więc, elementem termoczułym jest w tym przypadku kondensator, w którym dielektrykiem jest gaz utrzymywany pod dokładnie kontrolowanym ciśnieniem. Oczywiście również w tym przypadku stosuje się ekstrapolację do ciśnienia zerowego. Taki pomiar jest jednak możliwy tylko wtedy, kiedy znamy wartość polaryzowalności tego gazu z wystarczającą dokładnością. Obecnie warunek ten spełnia wyłącznie hel, dlatego jest on jedynym gazem stosowanym w pomiarach tą techniką [4]. Jednak jego polaryzowalność jest bardzo mała, wskutek czego pomiary należy przeprowadzać przy dużych ciśnieniach (do 7 MPa), aby uzyskać odpowiednią rozdzielczość. W rezultacie materiał, z którego zbudowany jest kondensator, ulega odkształceniom, co ma negatywny wpływ na dokładność pomiaru. Dlatego do budowy kondensatora został

wykorzystany węgiel wolframu, który jest w większym stopniu odporny na działanie ciśnienia.

Najdokładniejszy, jak dotychczas, pomiar wartości  $k$ , dzięki tej metodzie, został wykonany przez zespół z PTB. Otrzymano wartość  $k = 1,380\,6482 \cdot 10^{-23}$  J/K, ze standardową niepewnością względną  $19 \cdot 10^{-7}$ .

### Termometria szumowa

Kolejnym rodzajem przyrządów do pomiaru temperatury termodynamicznej są termometry szumowe JNT (Johnson noise thermometers). Wykorzystują one zjawisko tzw. szumu termicznego występującego w opornikach. Jest to zakłócenie sygnału elektrycznego spowodowane oddziaływaniem elektronów swobodnych z jonami w sieci krystalicznej przewodnika. Zjawisko to opisuje wzór Johnsona-Nyquista:

$$\bar{U}^2 = 4kTR\Delta f \quad (4)$$

gdzie:  $\bar{U}^2$  – średniokwadratowe napięcie szumu termicznego,  $\Delta f$  – pasmo częstotliwości szumu,  $R$  – rezystancja opornika.

Elementem czułym na temperaturę jest w tym przypadku rezystor generujący szum termiczny, którego poziom trzeba zmierzyć. Jednak konstrukcja takich przyrządów stwarza spore trudności. Podstawowym problemem jest konieczność wyeliminowania szumu powstającego w innych elementach elektronicznych układu pomiarowego (połączeniach, wzmacniaczach, itp.) oraz zapewnienie stałości pasma. Sporą niedogodnością jest również konieczność stosowania długiego czasu pomiaru, z uwagi na statystyczną naturę wielkości mierzonej [3].

Powyższe problemy stoją na przeszkodzie w uzyskaniu niepewności pomiaru zbliżonych do metody AGT. Najlepsze oszacowanie stałej Boltzmana uzyskano w NIM (Chiny). Otrzymano wartość  $k = 1,380\,6497 \cdot 10^{-23}$  J/K, ze standardową niepewnością względną  $27 \cdot 10^{-7}$ .

### Termometria dopplerowska

Ostatnią z opisywanych tu technik pomiarowych jest termometria dopplerowska DBT (Doppler broadening thermometry). Punktem wyjścia w jej przypadku jest teoria kinetyczna gazów. Przez próbkę gazu (najczęściej amoniaku, pary wodnej lub dwutlenku węgla), zamkniętego w tzw. komórce absorpcyjnej, jest przepuszczana wiązka lasera. Wskutek absorpcji fotonów przez poruszające się w różnych kierunkach cząsteczki gazu powstaje linia absorpcyjna, której szerokość widmowa ulega poszerzeniu. Jego wartość jest zależna od średniej prędkości molekulek, a więc także od temperatury [3]:





$$\Delta v_D = \sqrt{\frac{2kT}{m_e c_0^2}} v_0 \quad (5)$$

gdzie:  $\Delta v_D$  – poszerzenie spektralne,  $v_0$  – częstotliwość nominalna,  $c_0$  – prędkość światła w próżni.

Pomiar wartości stałej Boltzmanna jest więc dokonywany poprzez umieszczenie komórki absorpcyjnej w stałej temperaturze, a następnie analizie spektroskopowej widma wiązki. Podobnie, jak w innych technikach wykorzystujących model gazu doskonałego, stosuje się ekstrapolację do ciśnienia zerowego. Zaletą tej techniki jest brak wpływu czystości i składu izotopowego gazu na pomiar, ponieważ jest on dokonywany w wąskim przedziale pasma. Kluczową rolę odgrywa tu prawidłowa analiza sygnału, identyfikacja efektów pobocznych, filtrowanie, itp.

Pomimo dużego postępu dokonanego w doskonaleniu tej metody wydaje się, że uzyskanie niepewności względnej poniżej 10 ppm nie jest możliwe w najbliższych latach. Najlepszym osiągniętym dotychczas oszacowaniem stałej Boltzmanna tą techniką szczyci się Uniwersytet w Neapolu, który osiągnął wynik  $k = 1,380\,631 \cdot 10^{-23}$  J/K, ze standardową niepewnością względną  $24 \cdot 10^{-6}$ . Niepewność tego oszacowania jest zbyt duża, aby spełnić wymagania CCT.

## Wpływ redefinicji kelwina na przyszłość termometrii

Jak wynika z przedstawionych wyników, udało się zmierzyć wartość stałej Boltzmanna ze spełnieniem warunków CCT. Najlepszą niepewność uzyskano dzięki technice AGT, a uzyskany wynik został potwierdzony dzięki metodom DCGT oraz JNT. W 2017 roku Komitet Danych dla Nauki i Techniki (CODATA) ustanowił więc nową wartość tej stałej, która wynosi  $k = 1,380\,649\,03 \cdot 10^{-23}$  J/K, ze standardową niepewnością względną  $3,7 \cdot 10^{-7}$ . Wartość ta jest średnią ważoną z wszystkich wyników spełniających wymagania CCT, uzyskanych za pomocą powyżej opisanych technik pomiarowych. To otworzyło drogę dla redefinicji kelwina. Dla jej potrzeb użyta zostanie wartość  $k = 1,380\,649 \cdot 10^{-23}$  J/K, która będzie przyjęta bez niepewności [5], a niepewność jej wyznaczenia zostanie przeniesiona na punkt potrójny wody.

Najważniejszą korzyścią, jaką przynosi redefinicja kelwina, jest danie podstaw pod dalszy rozwój termometrii. Dzięki niezależności jednostki od punktu stałego staje się możliwy rozwój nowych, dokładnych metod pomiaru

temperatury, szczególnie w zakresie temperatur bardzo niskich i bardzo wysokich. W tych zakresach, w konsekwencji obowiązywania wciąż aktualnej definicji, duże znaczenie odgrywa propagacja niepewności odtworzenia punktu potrójnego wody. Nowa definicja likwiduje ten problem.

Jednakże, redefinicja kelwina nie wprowadza żadnych natychmiastowych zmian do sposobu realizacji skali temperatury. Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 roku, jak również PLTS-2000, nadal będą głównym źródłem spójności pomiarowej. Charakteryzują się one dobrą odtwarzalnością, a ich realizacja jest łatwiejsza niż jakiegokolwiek innej z termodynamicznych technik pomiarowych. Wskutek redefinicji punkt potrójny wody utraci swój dotychczasowy status, lecz pozostanie jednym z punktów stałych skali MST-90, która pozostanie w użyciu. Zostaną jednak udostępnione wartości  $T - T_{90}$  oraz  $T - T_{2000}$ , dzięki którym umożliwiona zostanie konwersja ze skali definiowanych na temperaturę termodynamiczną.

W dłuższej perspektywie czasowej, w miarę rozwoju nowych technologii pomiarowych, metody pomiaru temperatury termodynamicznej staną się coraz bardziej dostępne i szerzej stosowane. Będą one stopniowo wypierać skalę MST-90, w pierwszej kolejności zapewne w zakresie temperatur skrajnych, tj. poniżej 1 K oraz powyżej 1300 K. Istnieją bowiem nowe techniki pomiarowe, które wkrótce zapewnią podobną dokładność do skali definiowanych. Być może w dalszej przyszłości pojawi się potrzeba zastąpienia MST-90 i PLTS-2000 nową skalą.

## Literatura

- [1] BIPM: Supplementary Information for The International Temperature Scale of 1990.
- [2] Machin G., The kelvin redefined. *Measurements Science and Technology*, vol. 29 (2018), s. 022001.
- [3] Fischer J., Low uncertainty determinations and the kelvin redefinition. *Phil. Trans. R. Soc. A*, vol. 373 (2016).
- [4] Fischer J., Progress towards a new definition of the kelvin. *Metrologia*, vol. 52 (2015), s. S364-S375.
- [5] Newell D. B. i in., The CODATA 2017 values of  $h$ ,  $e$ ,  $k$ , and  $N_A$  for the revision of the SI. *Metrologia*, vol. 55 (2017), s. L13-L16.

Artykuł jest tekstem referatu (z drobnymi zmianami redakcyjnymi), przedstawionego na XIII konferencji naukowo-technicznej PPM'18, która odbyła się w dniach od 4 do 6 czerwca 2018 roku w Szczyrku.

## Kondensator wzorcowy 10 nF z dielektrykiem ceramicznym

### 10 nF reference capacitor with a ceramic dielectric

Maciej Koszarny, Jolanta Jursza, Jerzy Szutkowski, Robert Jasiński, Piotr Szterk (Główny Urząd Miar)

W ramach prac badawczo-rozwojowych, w Samodzielnym Laboratorium Elektryczności i Magnetyzmu Głównego Urzędu Miar zaprojektowano, opracowano i wykonano czterozaciskowy kondensator wzorcowy o wartości 10 nF, z dielektrykiem ceramicznym. Kondensator został umieszczony w termostacie z wbudowanym elektronicznym układem sterowania, który zapewnia bardzo precyzyjne utrzymywanie określonej temperatury. Układ sterowania może być zasilany ze stacjonarnego źródła zasilania lub z dodatkowego akumulatora. Opracowany wzorec charakteryzuje się bardzo dobrą stabilnością wartości pojemności elektrycznej dla danej częstotliwości oraz małą wartością stratności. Wzorec ten jest niezbędnym elementem dla transferu jednostki miary pojemności elektrycznej z kwantowego efektu Halla.

In Electricity and Magnetism Laboratory of the Central Office of Measures, a four-terminal reference capacitor 10 nF (with a ceramic dielectric) was designed, developed and made. The capacitor has been placed in a thermostat with a built-in electronic control system which can be powered from a stationary power source or from an additional battery. The developed standard is characterized by a very good stability of the capacitance value for a given frequency and a low loss value  $\tan \delta$ . This capacitor is a necessary element for the transfer of the unit of capacitance from the quantum Hall effect.

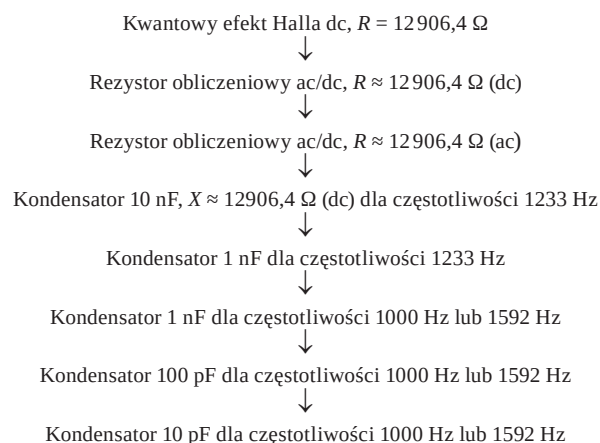
### Wprowadzenie

W Głównym Urzędzie Miar, w Samodzielnym Laboratorium Elektryczności i Magnetyzmu, w Pracowni Wzorców Wielkości Elektrycznych znajduje się państwowy wzorec jednostki miary rezystancji, oparty na kwantowym zjawisku Halla, a w Pracowni Wielkości Elektrycznych Małej Częstotliwości – państwowy wzorec jednostki miary pojemności elektrycznej. Trwają prace badawcze nad możliwością powiązania tych jednostek miar.

### Planowany transfer jednostki pojemności elektrycznej

Obecnie jednostka miary pojemności elektrycznej opiera się na państwowym wzorcu, składającym się z grupy czterech bardzo stabilnych kondensatorów wzorcowych 10 pF typu 11A, z dielektrykiem kwarcowym, umieszczonych w ramie termostatyzującej, okresowo wzorcowanych w BIPM. Dzięki posiadanym mostkom pojemności  $C$  typu 2700A-C i 2500A, komparatorowi  $RLC$  typu 2100 oraz wzorcom niższego rzędu typu 11A, 1408, 1404, o wartościach 10 pF, 100 pF, 1000 pF, 1 pF, 0,1 pF, zapewniona jest spójność pomiarowa od wzorca państwowego pojemności elektrycznej do wzorców roboczych pojemności.

Planowany w GUM transfer jednostki pojemności, z wykorzystaniem kwantowego wzorca rezystancji, opartego na efekcie Halla, przedstawiono jak poniżej:



Pracownia Wielkości Elektrycznych Małej Częstotliwości posiada kondensatory 10 pF, 100 pF oraz 1 nF o bardzo dobrych parametrach metrologicznych. Ze schematu powyżej wynika, iż brakującymi elementami transferu są wzorec pojemności 10 nF oraz wzorcowy rezystor o liczalnej różnicy transferowej ac/dc o rezystancji  $R \approx 12906,4 \Omega$ .

### Konstrukcja i własności wzorca 10 nF

Przy opracowywaniu i wykonywaniu wzorca o pojemności 10 nF głównym założeniem było wyselekcjonowanie kondensatora o założonej wartości pojemności i bardzo dobrej stabilności temperaturowej oraz zaprojektowanie i wykonanie termostatu z elektronicznym



układem sterowania, zapewniającego utrzymywanie temperatury, w której kondensator wykazuje najlepsze parametry.

Wybrano kondensator z dielektrykiem ceramicznym typu GRM55 firmy Murata, dla którego wartość pojemności jest zbliżona do nominalnej 10 nF, tak by zapewnić jak najlepsze dopasowanie impedancji R-C. Wzorzec zbudowany przy wykorzystaniu tego kondensatora charakteryzuje się bardzo dobrą stabilnością wartości pojemności. Współczynnik temperaturowy pojemności tego kondensatora jest równy około  $10 \mu\text{F}/\text{F}/^\circ\text{C}$  dla temperatury z przedziału od  $23^\circ\text{C}$  do  $25^\circ\text{C}$  i około  $0 \mu\text{F}/\text{F}/^\circ\text{C}$  dla  $(25 \div 27)^\circ\text{C}$ . Współczynnik stratności kondensatora  $\text{tg } \delta$  przy 1 kHz jest mniejszy niż  $6,5 \cdot 10^{-5}$ . Kondensator umieszczono wewnątrz bardzo dobrze termicznie zaizolowanej obudowy, w której temperatura utrzymywana jest na poziomie  $(26,44 \pm 0,01)^\circ\text{C}$ , przy temperaturze otoczenia  $(22 \div 24)^\circ\text{C}$ . Temperatura ta zapewnia optymalną stabilność impedancji kondensatora. Układ termostatu stabilizuje temperaturę z błędem  $\pm 0,01^\circ\text{C}$ . Układ ten jest zasilany z zasilacza sieciowego lub z akumulatora o wartości  $(12 \div 14,4) \text{V}$  (DC). Widok prototypu wzorca przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Widok kondensatora wzorcowego 10 nF zbudowanego w GUM

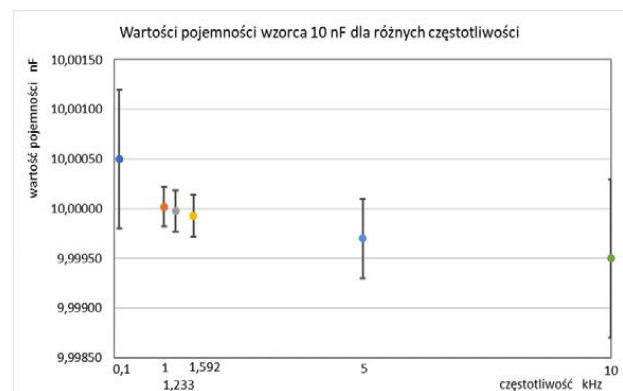
Zastosowanie akumulatora pozwala na wyeliminowanie wpływu zakłóceń sieci zasilającej oraz na bezpieczne przenoszenie i transport wzorca. Wewnątrz obudowy umieszczono czujnik Pt100, pozwalający na pośredni pomiar temperatury wewnątrz termostatu. Zaciski kondensatora połączono przewodami ekranowanymi o odpowiednich własnościach elektrycznych z czterema gniazdami BNC, umieszczonymi na obudowie i odpowiednio oznaczonymi. Taka konstrukcja pozwala na pomiar metodą czteroprzewodową.

Pojemność kondensatora zmierzono metodą bezpośrednią, przy pomocy mostka 2700A-C (firmy

Andeen-Hagerling), przy częstotliwości 100 Hz, 1 kHz, 1,233 kHz, 1,592 kHz, 5 kHz i 10 kHz. Wyniki pomiarów przedstawiono w tabeli 1 oraz na rys. 2.

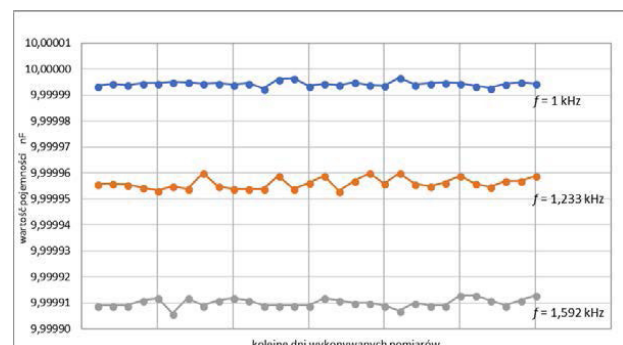
Tabela 1. Zestawienie wyników przeprowadzonych pomiarów

Częstotliwość (Hz)	Wartość zmierzona pojemności (nF)	$\text{tg } \delta$
100 Hz	$10,0005 \pm 0,0007$	$< 2,6 \cdot 10^{-5}$
1 kHz	$10,00002 \pm 0,00020$	$< 6,2 \cdot 10^{-5}$
1,233 kHz	$9,99998 \pm 0,00021$	$< 7 \cdot 10^{-5}$
1,592 kHz	$9,99993 \pm 0,00021$	$< 8,2 \cdot 10^{-5}$
5 kHz	$9,9997 \pm 0,0004$	$< 2 \cdot 10^{-4}$
10 kHz	$9,9995 \pm 0,0008$	$< 3,8 \cdot 10^{-4}$



Rys. 2. Zależność wartości pojemności wzorca od częstotliwości

W paśmie częstotliwości:  $100 \text{ Hz} \div 10 \text{ kHz}$  rozrzut wartości wzorca wynosi maksymalnie  $100 \mu\text{F}/\text{F}$ , a w paśmie:  $1 \text{ kHz} \div 1,592 \text{ kHz}$  mniej niż  $10 \mu\text{F}/\text{F}$ , co potwierdza małą zależność wartości pojemności wykonanego wzorca od częstotliwości. Wzorzec charakteryzuje się bardzo dobrą stabilnością i powtarzalnością wartości pojemności, co przedstawiono na rys. 3. Współczynnik temperaturowy wzorca jest bliski zeru.



Rys. 3. Stabilność wartości kondensatora przy różnych częstotliwościach



Rys. 4. Widok układu pomiarowego z komparatorem RLC 2100 i kondensatorami wzorcowymi

Na rys. 4 przedstawiono widok układu pomiarowego z wykorzystaniem komparatora RLC 2100 i kondensatorów wzorcowych.

### Podsumowanie

Opracowany i zbudowany wzorzec 10 nF, o bardzo dobrej stabilności temperaturowej i w funkcji częstotliwości, pozwoli w przyszłości na transfer jednostki miary pojemności od kwantowego wzorca jednostki rezystancji, przy wykorzystaniu wzorca  $R_{ac/dc} = 12906,4 \Omega$ . Następnie, przy częstotliwości pomiaru  $f = 1233 \text{ Hz}$ , pozwoli to na

dalszy transfer jednostki pojemności, poprzez kondensatory wzorcowe 1 nF, 100 pF do 10 pF, która jest nominalną wartością państwowego wzorca jednostki miary pojemności elektrycznej. W całym procesie transferu jednostki muszą być spełnione warunki odnośnie do porównywanych wartości impedancji  $R-C$ .

### Literatura

- [1] Kibble B. P., Proposals for Extending Traceable Impedance Measurements to Higher Frequencies, *Metrologia*, vol. 35 (1998), nr 1, s. 17-20.
- [2] Callegaro L., D'Elia V., Serazio D., 10-nF Capacitance Transfer Standard. *IEEE Trans. Instr. Meas.*, vol. 54 (2005), nr 5, s. 1869-1872.
- [3] Surdu M., Lameko A., Tarłowski A., Rzepakowski R., Utworzenie optymalnej bazy wzorców w dziedzinie pomiaru parametrów impedancji zespolonych, *PAR*, nr 10 (2007), s. 5-10.
- [4] Musioł K., Badania współczynników temperaturowych wzorców impedancji, *PAK*, vol. 59 (2013), nr 7, s. 597-600.

Artykuł jest tekstem referatu (z drobnymi zmianami redakcyjnymi), przedstawionego na XIII konferencji naukowo-technicznej PPM'18, która odbyła się w dniach od 4 do 6 czerwca 2018 roku w Szczyrku.



## Główne decyzje 34. posiedzenia Komitetu WELMEC

### Main decisions of the 34th WELMEC Committee Meeting

Marcin Mikiel, Aleksandra Lewicka (Główny Urząd Miar)

Celem artykułu jest omówienie przebiegu i decyzji podjętych podczas 34. posiedzenia organu decyzyjnego Europejskiej Współpracy w Dziedzinie Metrologii Prawnej (WELMEC), które odbyło się w dniach 25–27 kwietnia 2018 r. w Sarajewie.

The article tells about results of the 34th WELMEC Committee Meeting which was held in Sarajevo between 25–27 April 2018.

Posiedzenie komitetu WELMEC, z udziałem delegacji GUM, zostało otwarte przez przewodniczącego organizacji, p. Gregora Dudle, który powitał uczestników i przedstawił główne punkty obrad. Delegaci przyjęli jednogłośnie agendę spotkania oraz zatwierdzili sprawozdanie z poprzedniego Komitetu WELMEC. Omówiono działania zakończone w ramach prac Komitetu. Dyrektor Instytutu Metrologii Bośni i Hercegowiny – Zijad Dzemic przedstawił prezentację dotyczącą metrologii w BiH.

W dalszej części posiedzenia omówiono prace poszczególnych grup roboczych WELMEC. W tej części też zatwierdzono przewodniki WELMEC oraz dokonano wyborów personalnych w ramach niektórych grup roboczych (wybór zastępcy przewodniczącego WG 6 – towary paczkowane) oraz przewodniczących: WG 11 (przyrządy do pomiaru mediów komunalnych – gazomierze i liczniki energii elektrycznej) i WG 13 (przyrządy do pomiaru mediów komunalnych – wodomierze i ciepłomierze).

Istotnym punktem dyskusji była kwestia ściślejszej współpracy dwóch europejskich organizacji metrologicznych (EURAMET i WELMEC), nie wykluczając nawet możliwości połączenia tych dwóch instytucji.

Przewodniczący WELMEC przedstawił prezentację na temat statusu organizacji i związanych z tym ograniczeń. Brak osobowości prawnej uniemożliwia otwarcie konta bankowego dla tej organizacji (obecnie konto jest otwarte na nazwisko poprzedniej przewodniczącej Anneke van Spronssen) oraz podpisywanie umów i kontraktów. Przykładem jest umowa na prowadzenie sekretariatu WELMEC przez sekretariat EURAMET – umowa z tą organizacją jest podpisana przez METAS (którego pracownikiem jest przewodniczący WELMEC), a nie przez WELMEC.

Przewodniczący przedstawił różne wątpliwości związane z uzyskaniem osobowości prawnej – znalezienie



najlepszej dla organizacji formy osobowości prawnej, miejsca, gdzie powinna ona być zarejestrowana, kwestia możliwości przystąpienia obecnych członków do organizacji z osobowością prawną.

Przewodniczący zaproponował utworzenie grupy projektowej, która zajmie się zidentyfikowaniem różnych możliwych form działania organizacji, ustaleniem możliwej oficjalnej siedziby i przedstawieniem rekomendacji dla Komitetu. Wyznaczono harmonogram prac: ustalenie formy działania organizacji na koniec czerwca 2018 r., przyjęcie raportu w połowie września i przedstawienie państwom członkowskim rekomendacji na koniec listopada 2018 r.

Ww. plan działania spotkał się z poparciem uczestników spotkania. Członkami grupy projektowej zostali: przewodniczący WELMEC Gregor Dudle, wiceprzewodnicząca Ulrike Fuchs (Austria) oraz przedstawiciele Irlandii, Holandii, Portugalii i Czech. Ponadto przeznaczono dodatkowe środki na wydatki związane z analizą wyboru odpowiedniej osobowości prawnej.

### Ustalenia grupy projektowej WELMEC-EURAMET

Przewodniczący Dudle omówił prace powołanej grupy projektowej WELMEC-EURAMET. Ze strony WELMEC uczestniczyli – Gregor Dudle, Ulrike Fuchs, przedstawicielka Francji – członkini grupy przewodniczącego C. Lagauterie. Ze strony EURAMET członkami grupy byli: ówczesny przewodniczący B. Jeckelmann, nowo wybrany na przewodniczącego H. Froystein i członek Rady Dyrektorów P. Klenovsky.

Grupa opracowała trzy opcje dalszej działalności organizacji:

1. WELMEC i EURAMET są całkowicie oddzielnymi organizacjami o oddzielnych osobowościach prawnych. Jest to rozwiązanie najszybsze i najprostsze do zrealizowania. Minusem jest słaba współpraca między organizacjami i możliwość duplikowania zadań.
2. WELMEC i EURAMET są oddzielnymi organizacjami, ale mają pewne wspólne struktury wspierające. W tym przypadku misje obu organizacji wciąż mogą być oddzielone, ale zacieśniona jest niezbędna współpraca. Minusem jest fakt, iż w takim wypadku nie jest możliwa obecna forma sekretariatu.
3. WELMEC i EURAMET są oddzielnymi działami w ramach jednej organizacji. Plusem tego rozwiązania jest brak konieczności ustanawiania osobnego sekretariatu oraz fakt, iż EURAMET posiada już osobowość prawną. Minusem tego wariantu jest konieczność przeprowadzenia głębokich strukturalnych zmian w obu organizacjach oraz długi czas wdrożenia w życie.

Uczestnicy posiedzenia zgodzili się, że konieczne jest dodatkowe „nadzwyczajne” spotkanie Komitetu WELMEC w ostatnim kwartale 2018 r., na którym podjęta będzie decyzja w sprawie statusu prawnego organizacji.

Podczas spotkania Komitetu omówiono także szereg innych istotnych kwestii, dotyczących np. zmian procedur podejmowania decyzji w ramach WELMEC. Przewodniczący zaproponował następujące zasady działań podejmowanych w organizacji:

1. Wybór przewodniczącego Komitetu/grupy roboczej
  - wybór powinien się odbywać rok przed oficjalnym objęciem stanowiska, a przez ten okres nowo wybrany kandydat powinien być członkiem grupy przewodniczącego;
  - grupa powinna składać się z: przewodniczącego, wiceprzewodniczącego, nowo wybranego kandydata na przewodniczącego (jeśli ma to zastosowanie) oraz nie więcej niż czterech członków Komitetu;

- przewodniczący grupy powinien być proponowany przez grupę i wybierany przez komitet, a jego kadencja powinna zaczynać się po spotkaniu Komitetu.
2. Uczestnictwo w grupach roboczych
    - państwo członkowskie ma prawo wysłać dwóch reprezentantów z określeniem prawa głosu (niezbędne ustanowienie jasnych zasad);
    - aktualny przedstawiciel w grupie roboczej będzie wyznaczany przez członka Komitetu i zarejestrowany w odpowiedniej bazie;
    - wyznaczony i zarejestrowany w bazie zastępca przedstawiciela pełni funkcję przedstawiciela w razie jego nieobecności.
  3. Zasady głosowań
    - jeden głos dla każdego państwa członkowskiego WELMEC;
    - quorum niezbędne do podjęcia decyzji – 75 % członków Komitetu;
    - udzielanie upoważnienia w razie nieobecności na posiedzeniu Komitetu WELMEC.

Uczestnicy spotkania zaakceptowali zaproponowane zasady dotyczące głosowań, wyboru przewodniczących oraz uczestnictwa w grupach roboczych.

W toku dyskusji uczestnicy obrad 34. Komitetu WELMEC tradycyjnie omówili kwestie współpracy z innymi organizacjami. Jeden z zaproszonych gości – dyrektor Biura Międzynarodowej Organizacji Metrologii Prawnej (OIML) Stephen Patoray przedstawił najważniejsze sprawy dotyczące reprezentowanej przez siebie organizacji (wprowadzenie nowego systemu certyfikacji, zmiany kadrowe itp.). Głos zabrali także przedstawiciele EURAMET oraz Komisji Europejskiej.

W ostatniej części spotkania zatwierdzono sprawozdanie finansowe za 2017 r. oraz uzgodniono datę i miejsce następnego spotkania Komitetu WELMEC (Brno, 10–12 kwietnia 2019 r.).

### Podsumowanie

Podczas 34. posiedzenia Komitetu WELMEC zrealizowano w 100 % przyjęte zamierzenia. Podjęto na przykład szereg ważnych dla funkcjonowania organizacji decyzji oraz poddano pod dyskusję kilka nowych istotnych kwestii, takich jak status organizacji oraz procedury jej funkcjonowania. Część tematów będzie kontynuowana i rozważana podczas kolejnych posiedzeń Komitetu w celu wypracowania wspólnego podejścia przez kraje członkowskie.

## Przebieg i decyzje podjęte podczas 12. Zgromadzenia Ogólnego EURAMET w Bukareszcie

### Decisions and actions taken during the 12th GA EURAMET in Bucharest

Marcin Mikiel (Biuro Strategii, Główny Urząd Miar)

Celem artykułu jest omówienie przebiegu posiedzenia Zgromadzenia Ogólnego EURAMET – organu decyzyjnego tej organizacji, które odbyło się w dniach 28 maja – 1 czerwca 2018 r. w Bukareszcie.

This article tells about decisions and actions taken during the 12th EURAMET General Assembly which was held in the date of 28 May – 1 June 2018 in Bucharest.

#### Przebieg posiedzenia

W ostatnich dniach maja 2018 r., z udziałem delegacji GUM, odbyło 12. Zgromadzenie Ogólne EURAMET, organizacji skupiającej przedstawicieli wszystkich Krajowych Instytutów Metrologicznych (NMI). Spotkanie rozpoczęło się tradycyjnie zamkniętą sesją dla delegatów NMI w Zgromadzeniu Ogólnym EURAMET. Podczas sesji podjęto istotne dla dalszego funkcjonowania EURAMET decyzje:

- Instytut Desygnowany HMI/DHMZ-SOUL (Chorwacja) został przyjęty w poczet członków stowarzyszonych EURAMET (A-DI);
- Maguelonne Chambon (LNE, Francja), Pavel Klenovský (ČMI, Czechy) i Jörn Stenger (PTB, Niemcy) zostali ponownie wybrani do Rady Dyrektorów (BoD) EURAMET na kolejną kadencję; Vincent Fokkema (VSL, Holandia) został wybrany na nowego członka BoD;
- Ulrike Ankerhold (PTB, Niemcy) została ponownie wybrana na drugą kadencję, jako przewodnicząca Komitetu Technicznego Promieniowania Jonizującego;
- Paul Hetherington (NSAI NML, Irlandia) i **Patrycja Ruśkowska (GUM, Polska)** zostali wybrani na członków **Wewnętrznego Komitetu Audytu (IAC)**;
- „Europejskie Sieci Metrologiczne” (ESM) zostały wprowadzone, jako nowy element strukturalny w EURAMET. Znajduje to odzwierciedlenie w zatwierdzonej nowej wersji procedury działania EURAMET (RoP);
- Zatwierdzono funkcjonowanie pierwszych sześciu Europejskich Sieci Metrologicznych. ESM to nowy projekt EURAMET, mający na celu budowę europejskiej zrównoważonej infrastruktury metrologicznej. Ich uczestnicy, poszczególne NMI krajów

członkowskich deklarują udział w wybranych sieciach, mających za zadanie prowadzenie badań w poszczególnych dziedzinach, takich jak zdrowie, energia, ochrona środowiska:

- Mathmet,
- Technologie kwantowe,
- Medycyna laboratoryjna,
- Inteligentne sieci elektryczne,
- Gazy energetyczne,
- Obserwacja klimatu i oceanu;
- Omówiono pierwszy szkic opisujący założenia kontynuacji programu EMPIR;
- Ustalono, że następne Zgromadzenie Ogólne EURAMET odbędzie się w Borås w Szwecji w dniach od 21 do 24 maja 2019 r.

#### Drugi dzień obrad

Drugiego dnia rozpoczęły się obrady plenarne. Prof. Fănel Iacobescu, dyrektor generalny rumuńskiego NMI Biroul Român de Metrologie Legală, w swoim przemówieniu powitalnym przedstawił krótki przegląd historii metrologii w Rumunii. Podkreślił przyjęcie systemu metrycznego w 1864 r., przystąpienie do konwencji metrycznej w 1883 r., ustanowienie w 1889 r. Urzędu Miar i Wag, który później przekształcił się w National Institute of Metrology (INM). Ważnym krokiem było wejście Rumunii do Unii Europejskiej w 2007 r., w wyniku czego przyjęto wszystkie przepisy dotyczące metrologii. Spotkanie kontynuowano z serią prezentacji na temat działań strategicznych i wspierających członków EURAMET. Treść prezentacji, wraz z innymi dokumentami, można znaleźć na stronie internetowej EURAMET.

Istotną częścią spotkania było omówienie działań związanych z promocją redefinicji SI. Anne Trumfheller, odpowiedzialna w EURAMET za kwestie promocji,

przedstawiła film promocyjny związany z planowaną ponowną definicją jednostek SI i nawiązała do kolejnych filmów, które zostały wyprodukowane przez EURAMET wspólnie z Joachimem Ullrichem, prezesem PTB i przewodniczącym Komitetu Konsultacyjnego ds. SI.

W kolejnej części przedstawiono prezentacje na temat konkretnych wydarzeń związanych z bieżącą działalnością komitetów technicznych. Grupa robocza EURAMET przedstawiła prezentacje na temat działań w obszarach horyzontalnych: zdrowie, środowisko i energia.

### Udział delegacji GUM

Ważnym aspektem, związanym z uczestnictwem w spotkaniu delegacji GUM, była prezentacja Prezesa GUM dr inż. Włodzimierza Lewandowskiego. Prezes Lewandowski przedstawił rozwój metrologii w Polsce. Omówił również obecną infrastrukturę i projekt nowego kampusu metrologicznego w okolicach Kielc. Prezentacja została dołączona do dokumentów spotkania.

Beat Jeckelmann otworzył rundę dyskusji, podczas której uczestnicy mieli możliwość zadawania pytań Radzie Dyrektorów.

Jedną z ostatnich części spotkania było omówienie idei działania Europejskich Sieci Metrologicznych, jako kluczowego projektu EURAMET. Ponadto, wiceprzewodniczący EURAMET, Erkki Ikonen przedstawił dyskusję na temat kontynuacji programu EMPIR, podkreślając znaczenie promocji programu przez krajowe ministerstwa.

W dyskusji zasugerowano, że nowy program powinien mieć więcej projektów nakierowanych na badania stosowane, dążące do rozwiązywania problemów, które



mogą mieć zastosowanie w codziennym życiu. W dotychczasowych programach tego rodzaju projekty często nie były akceptowane z powodu braku należytego dopracowania. Kolejna uwaga dotyczyła znaczenia lepszego dostosowania działania sieci metrologicznych do programów UE.

### Podsumowanie

Mając na względzie szereg istotnych decyzji podjętych podczas posiedzenia, można stwierdzić, że Zgromadzenie Ogólne EURAMET zakończyło się sukcesem, również z polskiej perspektywy. Warto podkreślić, że prezentacja na temat polskiej administracji miar oraz projektowanego kampusu GUM wzbudziła wśród uczestników duże zainteresowanie. Ponadto, za sukces należy uznać wybór pracownika GUM, dr Patrycji Ruśkowskiej do Wewnętrznego Komitetu Audytu.



## Dokładnie, czyli jak?

### Accurately, which is how?

Aleksandra Gadomska (Główny Urząd Miar)

Od 100 lat oficjalnie w Polsce mierzymy i ważymy, i robimy to z coraz większą dokładnością. Jednak ten, jakże ważny metrologiczny termin, jest niezwykle często przedstawiany w zupełnie niewłaściwym znaczeniu. Pożądana przez wszystkich metrologów jednolitość, to również jednolicie rozumiana terminologia. Niestety w zakresie „dokładności” sytuacja jest więcej niż niejednoznaczna. Artykuł przedstawia słownikową definicję tego terminu, jego interpretację oraz zawiera przykłady jego niewłaściwego użycia. Wskazuje możliwe kierunki działań służących poprawie terminologicznych niejednoznaczności.

We have been officially measuring and weighing in Poland for 100 years, and we are doing it with increasing accuracy. However, this important metrological term is enormously often presented in a completely wrong meaning. The uniformity desired by all metrologists is also a uniformly understood terminology. Unfortunately, in terms of “accuracy” the situation is more than ambiguous. This article presents a vocabulary definition of this term, its interpretation and contains examples of its misuse. The article summary indicates possible directions of actions to improve terminological ambiguities.

### Dokładnie 100 lat...

W lutym 2019 roku polska metrologia będzie obchodziła swój jakże piękny i okrągły jubileusz. Od 100 lat oficjalnie w Polsce mierzymy i ważymy, i robimy to z coraz większą dokładnością. Jednak, czy coraz bardziej poprawne i precyzyjne pomiary są jedynym aspektem metrologii? Na pewno, poza metodyką wykonywania pomiarów i konstrukcją coraz lepszych przyrządów pomiarowych, bardzo istotnym działem metrologii jest terminologia, która zapewnia, że używając ściśle określonego słownictwa będziemy rozumieć metrologię i nazywać wszelakie jej niuanse jednakowo na całym świecie.

### Słowniki i normy – oficjalne definicje

Dokładnie, niedokładnie, dokładność, niedokładność, z dokładnością, dokładny, niedokładny... to słowa dobrze znane każdemu metrologowi, odmieniane w języku pomiarów przez wszystkie możliwe przypadki, tryby, czasy i osoby. Czyż jest coś istotniejszego w metrologii niż dokładny pomiar? Jednak ten, jakże ważny termin, jest niezwykle często przedstawiany w zupełnie niewłaściwym znaczeniu.

Zanim przejdziemy do analizy napotykanym w praktyce metrologicznej przykładów, warto na początek, *nomen omen*, dokładnie wytłumaczyć, co ów termin tak właściwie znaczy, lub co powinien znaczyć dla każdego metrologa. Międzynarodowy słownik metrologii (znany w środowisku pomiarów jako VIM3, autorka niniejszego

artykułu chętnie nazywa go „metrologiczną biblią”) definiuje:

#### **dokładność pomiaru (2.13)**

**bliskość zgodności zachodzącej pomiędzy wartością wielkości zmierzoną a wartością wielkości prawdziwą menzurandu**

Poza samą definicją, warto przyjrzeć się w szczególności dwóm pierwszym uwagom do definicji, w których możemy przeczytać:

**Uwaga 1: Pojęcie ‘dokładność pomiaru’ nie oznacza wielkości i nie jest wyrażane wartością liczbową wielkości. O pomiarze mówi się, że jest bardziej dokładny, gdy występujący przy nim błąd pomiaru jest mniejszy**

**Uwaga 2: Terminu ‘dokładność pomiaru’ nie należy używać w sensie poprawność pomiaru, ani terminu precyzja pomiaru nie należy używać w sensie ‘dokładność pomiaru’, która wszakże pozostaje w zależności od obu wspomnianych terminów.**

Poza „metrologiczną biblią” definicję dokładności podaje również norma PN-ISO 5725-1 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część 1: Ogólne zasady i definicje. W przytoczonej normie definicja dokładności brzmi:



### dokładność (3.6)

stopień zgodności między wynikiem badania a przyjętą wartością odniesienia.

Aby w wyczerpujący sposób zobrazować, czym jest dokładność, przytoczmy dla porządku definicje dwóch dodatkowych terminów, wprowadzonych w opisie dokładności. I tak, wg słownika VIM 3:

### poprawność pomiaru (2.14):

bliskość zgodności zachodzącej pomiędzy średnią z nieskończonej liczby powtórzonych wartości wielkości zmierzonych a wartością wielkości odniesienia

### precyzja pomiaru (2.15):

bliskość zgodności zachodzącej pomiędzy wskazaniem lub wartościami wielkości zmierzonymi otrzymanymi przy powtarzaniu pomiarów na tym samym lub podobnych obiektach w określonych warunkach.

## Próba podsumowania i interpretacji zapisów słownika i normy

Definicje słownikowe pisane są w sposób specyficzny, uogólniony dla wszystkich przypadków i nawet u osób doświadczonych w działalności metrologicznej, powodując pewne trudności interpretacyjne.

Z przytoczonych definicji, możemy sformułować pewne podsumowanie, które będzie pomocne dla zrozumienia czym dokładność jest, a czym na pewno nie jest i jak na pewno nie należy jej wyrażać.

- Dokładność mówi nam o bliskości zgodności wartości, którą uzyskaliśmy w drodze pomiaru do wartości poprawnej, bądź wartości odniesienia (im bliżej tej wartości poprawnej/odniesienia tym wyższa dokładność).
- Dokładność jest pojęciem jakościowym, do jej opisu nie możemy stosować wartości liczbowych. Możemy powiedzieć, że pomiar był bardzo dokładny lub jeden przyrząd pomiarowy jest dokładniejszy od innego, ale zdecydowanie **nie możemy** powiedzieć, że zmierziliśmy coś z dokładnością do 0,5 %.
- Aby pomiar był dokładny musimy spełnić dwa warunki: wysoką poprawność i wysoką precyzję. Jeśli pomiar będzie poprawny, ale nieprecyzyjny, nie możemy mówić, że jest dokładny.
- Poprawność i precyzja odpowiadają znanym dobrze każdemu metrologowi terminom z teorii błędów, a mianowicie pojęciom błędu systematycznego i błędu przypadkowego, wraz z ich miarami w postaci

odchyłki czy uchybu, w odniesieniu do błędu systematycznego oraz z odchyleniem standardowym czy wariancją, w odniesieniu do błędu przypadkowego.

## Przykłady, przykłady, przykłady...

Teoria błędów oraz ich podstawowe rozróżnienie na składnik systematyczny i przypadkowy jest podstawą nauczania metrologii i w niezwykle licznych opracowaniach, przywołujących rodzaje błędów, ich klasyfikacja jest prawidłowa. Gdybyśmy poprosili dowolnego metrologa o przykładową, graficzną reprezentację błędów przypadkowych i systematycznych, rezultat z dużym prawdopodobieństwem byłby poprawny. Każdy metrolog wie, że dobry przyrząd charakteryzuje się niewielkimi błędami, zarówno systematycznymi jak i przypadkowymi.

Niezrozumiałym w kontekście powszechnego, właściwego rozumienia: *dobry przyrząd to małe błędy systematyczne i małe błędy przypadkowe* jest powszechne niezrozumienie: *dokładny to precyzyjny i poprawny*.

Co więcej, w ogólnodostępnych źródłach, na stronach internetowych, bardzo często napotykamy na niewłaściwie sformułowane definicje dokładności. Niewłaściwe definicje, czy też niewłaściwe użycie „dokładności” przydarza się zarówno źródłom o niskiej wiarygodności i jakości prezentowanych treści, ale także producentom najlepszej aparatury pomiarowej, jak też niektórym prestiżowym instytucjom metrologicznym (sic!).

Na metrologicznej „ścieżce życia” napotykamy mnóstwo materiałów, prezentacji, specyfikacji, norm i przepisów. Lektura wszystkich tych opracowań skłania do refleksji, że tak pożądana metrologiczna jednolitość, w kontekście użycia słowa „dokładność”, jest absolutnie zbiorem pustym. Powtarzające się przypadki złego użycia tego najbardziej popularnego metrologicznego pojęcia można podzielić na następujące grupy:

- 1) w specyfikacjach przyrządów pomiarowych (najprawdopodobniej) zamiast wyrażen „błąd dopuszczalny” lub „niepewność” wraz z przypisaniem wartości liczbowej, najczęściej wyrażona w liczbach względnych (% lub ppm);
- 2) w specyfikacjach przyrządów pomiarowych zamiast wyrażenia „rozdzielczość”;
- 3) w definicjach i materiałach edukacyjnych mylnie jako poprawność.

Poniżej zaprezentowano przykłady reprezentatywne dla każdej z wyróżnionych grup niewłaściwego użycia, jednak jest to tylko kropla w morzu tego, na co można



natknąć się w rozmaitych źródłach, w szczególności internetowych.

Przykłady ze specyfikacji multimetrów cyfrowych.

Przykład 1

**Accuracy**

Accuracy is given as  $\pm$  (% measurement + % of range)

Range	24 Hour (23 $\pm$ 1 °C)	90 Days (23 $\pm$ 5 °C)
100 mV	0.0025 + 0.003	0.0025 + 0.0035
1 V	0.0018 + 0.0006	0.0018 + 0.0007
10 V	0.0013 + 0.0004	0.0018 + 0.0005
100 V	0.0018 + 0.0006	0.0027 + 0.0006
1000 V	0.0018 + 0.0006	0.0031 + 0.001

Przykład pochodzi ze specyfikacji anglojęzycznej, gdzie typowo stosuje się w zapisie liczb kropkę, w odróżnieniu od powszechnie stosowanego przecinka.

Uwagę zwraca również niepoprawny zapis zakresu temperatur, który powinien mieć formę (23  $\pm$  1) °C i (23  $\pm$  5) °C lub 23 °C  $\pm$  1 °C i 23 °C  $\pm$  5 °C.

Przykład 2

Funkcja	Podzakres	Rozdzielczość	Dokładność
Napięcie stałe	400 mV	0,01 mV	$\pm$ (0,06% w.w. + 2 cyfry)
	4 V	0,0001 V	
	40 V	0,001 V	
	400	0,01 V	
	1000 V	0,1 V	$\pm$ (0,1% w.w. + 5 cyfr)

Uwagę zwraca również niepoprawny zapis wartości względnej, powinien mieć on formę 0,06 % i 0,1 % (ze spacją pomiędzy liczbą a znakiem procenta).

Przykład ze specyfikacji wag cyfrowych

Przykład 1

Parametry wagi	
Obciążenie maksymalne:	600 g
Dokładność odczytu:	0.1 g
Ilość działek:	0.000 g.
Wymiary szalki:	125x145mm
Wymiary wagi:	172 x 240 x 60 mm

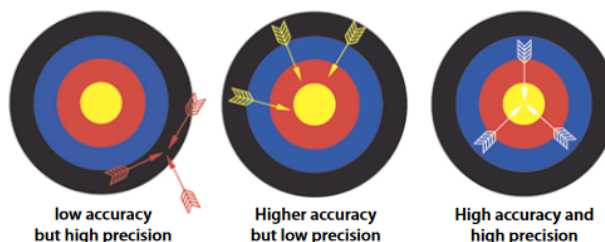
Uwagę zwraca również niepoprawny zapis ilości działek i oznaczenie grama (g) zakończone kropką oraz niepoprawny zapis wymiarów, który powinien mieć formę 125 mm  $\times$  145 mm i 172 mm  $\times$  240 mm  $\times$  60 mm (koniecznie ze spacją pomiędzy wartością liczbową a oznaczeniem jednostki miary).

Przykład 2

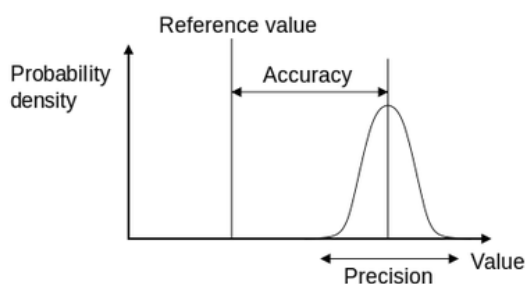
Typ:	Maksymalne obciążenie	Dokładność odczytu
wersja 600 kg	600 kg	0,2 kg
wersja 1500 kg	1500 kg	0,5 kg
wersja 3000 kg	3000 kg	1,0 kg

Przykłady z materiałów dydaktycznych

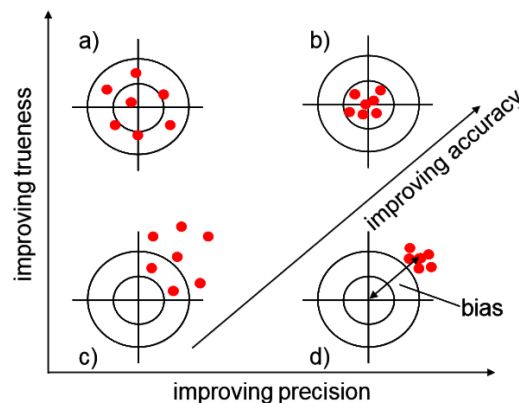
Przykład 1



Przykład 2



W gąszczu dezinformacji można jednak natknąć się na dobrze opracowane, poprawne informacje, również pięknie zilustrowane, jak np. na poniższej grafice.



Rysunek zaczerpnięty z materiałów Eurachem „Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM3” First edition 2011



### Przyczyny, skutki, ryzyka, sugestie poprawy

Niewłaściwe rozumienie i użycie terminu dokładność jest powszechne. Najgorszym tego przykładem są materiały opracowane przez instytucje metrologiczne, gdzie precyzja i dokładność wymieniane są jako pojęcia na tym samym poziomie hierarchii pojęć, z zupełnym pominięciem poprawności, która jest równie istotna dla dokładności, co precyzja.

Przykłady użycia terminu w odniesieniu do specyfikacji przyrządów (dokładność jako błąd, niepewność lub rozdzielczość) są niezwykle liczne i dotyczą bardzo szerokiej grupy producentów, nie tylko producentów przyrządów niskiej klasy, ale również przyrządów najdokładniejszych. Pewnym wytłumaczeniem (choć nie usprawiedliwieniem) stosowania wyrażenia dokładność w specyfikacjach przyrządów pomiarowych, przy określaniu ich błędów (lub niepewności), może być, bardzo powszechnie kiedyś stosowany i nadal funkcjonujący w metrologii, termin klasa dokładności. Klasa dokładności, w przypadku, kiedy wyrażana jest liczbą, wskazuje dopuszczalny błąd względny przyrządu (np. miernik klasy dokładności 0,5 – maksymalny błąd dopuszczalny wynosi 0,5 % zakresu). Być może dla zachowania analogii do terminu klasa dokładności, producenci podają w specyfikacjach współczesnych przyrządów pomiarowych (w większości cyfrowych) błąd dopuszczalny (zazwyczaj względny), określając go mianem dokładności (niepoprawnie). Również pewnym wytłumaczeniem zaistniałego chaosu znaczeniowego może być ograniczona dostępność źródeł oficjalnych, zarówno norma ISO 5725-1, jak i VIM3, wydany w naszym kraju jako Przewodnik ISO, dostępne są wyłącznie za opłatą, a definicje np. z bardzo popularnej Wikipedii są darmowe. Możliwe jest również, że stopień skomplikowania i ogólność sformułowania definicji w normach i słownikach powoduje pewne trudności interpretacyjne.

Wykorzystanie przyrządu pomiarowego w życiu codziennym na ogół nie rodzi wielkiego ryzyka, co do konsekwencji niewłaściwej interpretacji jego specyfikacji, natomiast może mieć poważne konsekwencje

w przypadku zastosowania profesjonalnego. Dorozumienie, że dokładność w specyfikacji wyraża tak naprawdę błąd dopuszczalny, jest obciążone pewnym ryzykiem. Ze względu na niepoprawność użycia terminu, nie ma żadnej pewności co do intencji sporządzającego specyfikację, że tak naprawdę chodzi o błąd dopuszczalny. Łatwo wyobrazić sobie skutki użycia niewłaściwie dobranego przyrządu, na podstawie podanych w specyfikacji dopuszczalnych jego parametrów w krytycznej aplikacji, związanej np. z bezpieczeństwem, lub też konsekwencje finansowe niepotrzebnego zakupu lepszego niż wymagany przyrządu, z powodu niezrozumienia jego specyfikacji.

Powszechność nieprawidłowego stosowania „dokładności” skłania do refleksji, że każda próba walki z tym zjawiskiem będzie tak efektywna, jak walka Don Kichota z wiatrakami. Nie oznacza to jednak, że nie należy podejmować prób poprawy tej sytuacji, chociażby w środowisku profesjonalnie zajmującym się metrologią. Dobrym krokiem może być chociażby niniejszy artykuł. Bardzo udaną próbę „przetłumaczenia” słownika VIM 3 na język bardziej przystępny dla specjalistów, w zakresie analityki chemicznej podjął Eurachem w opracowaniu „Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM3”. Opracowanie to jest pozycją zdecydowanie godną polecenia każdemu metrologowi, nawet nie związanemu z chemią analityczną. Opracowanie to może również stanowić dobry wzór do naśladowania dla innych dziedzin pomiarowych, aby postarały się przygotować „terminologiczny przewodnik interpretacyjny” dla swoich specjalistów.

### Literatura

- [1] Międzynarodowy słownik metrologii. Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM) Przewodnik PKN-ISO/IEC Guide 99.
- [2] PN-ISO 5725-1 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część 1: Ogólne zasady i definicje.
- [3] Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3. Eurachem First edition 2011 <https://eurachem.org/index.php/publications/guides/terminology-in-analytical-measurement>





## Współpraca Okręgowego Urzędu Probierczego z Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

### Cooperation between the Regional Assay Office in Krakow and the Non-Ferrous Metals Faculty at the AGH University of Science and Technology in Cracow

Aleksandra Górkiewicz-Malina (Dyrektor OUP w Krakowie)

Niniejszy artykuł zawiera informację o ponad dwudziestoletniej współpracy Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie z Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie.

This article includes an information about more than twenty years of cooperation between the Regional Assay Office in Krakow and the Non-Ferrous Metals Faculty at the AGH University of Science and Technology in Cracow.

Celem niniejszego opracowania jest przedstawienie informacji o ponad dwudziestoletniej współpracy Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie z Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej. Dyrektor OUP w Krakowie jest absolwentem tego Wydziału i wieloletnie kontakty z kadrą naukową WMN stały się inspiracją do podjęcia tego typu współpracy. Jej charakter był – i nadal jest – bardzo różnorodny, a prowadzona jest w następujących formach:

- zapoznanie studentów z charakterem pracy i wyposażeniem technicznym Wydziału Technicznego oraz Wydziału Nadzoru Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie;
- praktyki i staże studenckie w Urzędzie;
- prowadzenie przez dyrektora OUP seminariów w zakresie prawa probierczego;
- pomoc w przygotowaniu prac licencjackich i magisterskich, w ich recenzowaniu oraz – w wielu przypadkach – uczestnictwo w obronach tych prac;
- uczestnictwo kierownictwa OUP w uroczystościach organizowanych przez WMN, w szczególności w inauguracjach kolejnych lat „Roku akademickiego WMN”, jak również uczestnictwo władz WMN w ceremoniach jubileuszowych OUP w Krakowie;
- czynny udział przedstawicieli uczelni w pracach grup roboczych ds. technologii i metod badania stopów metali szlachetnych oraz ds. biżuterii unikatowej i kamieni jubilerskich, powołanych w ramach Konsultacyjnego Zespołu ds. Probiernictwa.

W latach 90. ubiegłego stulecia, w chwili gdy przestała obowiązywać reglamentacja na metale szlachetne,

rozpoczął się import takich wyrobów, a towarzyszył temu napływ przedmiotów wykonanych ze stopów o nowych, nietypowych składach. Zmieniły się wówczas potrzeby rynkowe i zainteresowanie konsumentów wzornictwem, barwami metali szlachetnych, jak również jakością użytkowanych stopów. Wcześniej popularyzacja działalności i funkcji krajowych urzędów probierczych na lokalnych uczelniach ograniczała się jedynie do zapoznawania studentów z własnościami metali szlachetnych oraz do prezentacji tabel wizerunków cech probierczych, obowiązujących na obszarze Polski. Diametralna zmiana podejścia konsumenta i wzrost jego wymagań w odniesieniu do nabywanej biżuterii oraz potrzeba zapewnienia bezpieczeństwa obrotu, zaowocowała zwiększeniem zainteresowania zasadami obowiązującego systemu prawa probierczego oraz instrumentami ochrony rynku. Wraz ze wzrostem świadomości klientów sklepów jubilerskich, zainteresowanie zaczęła wzbudzać jakość i skład stopów, z których oferowane do sprzedaży wyroby zostały wytworzone oraz ich zgodność z obowiązującymi w kraju próbami dla danego metalu szlachetnego. Spowodowało to, że zaczęto interesować się działalnością polskich urzędów probierczych, które sprawują nadzór nad obrotem wyrobami ze stopów metali szlachetnych.

### Zwiedzanie OUP w Krakowie

Specyficzny zakres działalności naszego Urzędu sprawił, że Wydział Metali Nieżelaznych przy AGH w Krakowie zaczął organizować dla swoich studentów wizyty w siedzibie OUP, które miały za zadanie



przybliżenie im działalności w obszarze badania i oznaczania cechami probierczymi wyrobów, jak również w zakresie nadzoru nad rynkiem, sprawowanego poprzez kontrole podmiotów prowadzących obrót wyrobami z metali szlachetnych. W trakcie takich pobytów w Urzędzie studenci mają możliwość zapoznania się z jego strukturą organizacyjną, jak również z zadaniami realizowanymi na poszczególnych stanowiskach pracy. Zawsze szczególne zainteresowanie odwiedzających budzi badanie wyrobów metodą przybliżoną, na kamieniu probierczym. Studenci mają możliwość zapoznania się ze specjalistyczną aparaturą oraz stosowanymi metodami badania stopów metali szlachetnych. W każdym roku akademickim do Urzędu przychodzą trzy lub cztery grupy studentów. Cieszy nas to duże zainteresowanie specyfiką naszej pracy. Każdorazowo staramy się przygotować dla nich komplety specjalistycznych materiałów poglądowych. Od dwóch lat tego typu wizyty w Urzędzie są również organizowane dla studentów Wydziału Odlewnictwa i Ceramiki.

### Praktyki i staże w OUP w Krakowie

Począwszy od roku akademickiego 2007/2008, na Wydziale Metali Nieżelaznych, tak jak i na całej Akademii Górniczo-Hutniczej, zaczął obowiązywać dwustopniowy system studiów (tzw. System Boloński), który podzielił charakter dotychczasowej nauki na studia pierwszego stopnia – inżynierskie (7 semestrów) i studia drugiego stopnia – magisterskie (3 semestry). Na studiach II stopnia, na kierunku: Metalurgia, utworzono trzy specjalności: metalurgia i recykling metali nieżelaznych, przeróbka plastyczna oraz metale szlachetne w przemyśle i jubilerstwie. Ta ostatnia specjalność dała asumpt do organizowania w naszym Urzędzie, w porozumieniu z władzami WMN, praktyk i staży dla studentów tej specjalności. Zarówno praktyki, jak również staże, odbywają się głównie w miesiącach letnich, w okresie przerwy międzysemestralnej. Do 2015 r. zarówno praktyki, jak i staże w Urzędzie odbywały się w oparciu o bieżące ustalenia dokonywane pomiędzy kierownictwem OUP a władzami WMN. Na ich podstawie podpisywano stosowne porozumienia między obydwojema instytucjami, zawierające harmonogram stażu lub praktyki. Na Wydziale Technicznym OUP (uprzednio – w Obwodowym Urzędzie Probierczym w Krakowie) wyznaczano osobę odpowiedzialną za przebieg praktyki lub stażu. Po jego zakończeniu uczestnik musiał opracować i przedłożyć szczegółowe sprawozdanie z przebiegu praktyki, podpisane przez osobę pełniącą funkcję opiekuna i zatwierdzone przez Dyrektora OUP w Krakowie, który w porozumieniu z opiekunem praktyki wystawiał ocenę z jej przebiegu. Ocena przesyłana była albo do Pełnomocnika Dziekana ds. Praktyk w WMN,

albo do Prodziekana odpowiedzialnego za sprawy naukowe.

Od 3 marca 2015 r. Rada Ministrów wydała zalecenia dotyczące praktyk studenckich w urzędach administracji rządowej oraz w jednostkach organizacyjnych podległych lub nadzorowanych.



Celem tych zaleceń jest zwiększenie możliwości zdobycia przez studentów doświadczenia zawodowego i podniesienie kompetencji, co ma ułatwić potencjalnym absolwentom płynne przechodzenie z etapu edukacji do etapu zatrudnienia. Wprowadzone zalecenia nie dokonały większych zmian w dotychczasowym trybie organizowania praktyk i staży w naszym Urzędzie. Nowością stanowił jedynie wprowadzony obowiązek umieszczenia informacji o praktykach na stronie internetowej Urzędu oraz prowadzenie dokumentacji dotyczącej praktyk zgodnie z wzorem, na specjalnych formularzach. Dotyczy to porozumienia z uczelnią, skierowania z uczelni, harmonogramu, jak również sprawozdania, oceny i zaświadczenia o ukończeniu praktyki. Nie miało to wpływu na merytoryczną stronę praktyk, a jedynie sformalizowało ich tryb i sposób dokumentowania.

### Seminaria „Prawo probiercze”

Zmiany organizacyjne i strukturalne na Wydziale Metali Nieżelaznych, szczególnie te związane z wprowadzeniem dodatkowej specjalizacji: „metale szlachetne w przemyśle i jubilerstwie” sprawiły, że władze WMN zwróciły się do Kierownictwa OUP w Krakowie z prośbą o rozważenie możliwości prowadzenia przez przedstawiciela Urzędu seminarium na temat prawa probierczego dla osób, które zadeklarowały chęć ukończenia tej specjalizacji. Dotychczas odbyły się trzy takie seminaria, w latach akademickich 2012/2013, 2013/2014 i 2014/2015. Seminaria prowadzone były przez Dyrektora OUP w Krakowie, na podstawie opracowanego przez niego harmonogramu, obejmującego tematykę przewidzianych w ramach seminarium dziesięciu wykładów. Na każde spotkanie przygotowano multimedialne prezentacje, omawiające takie zagadnienia, jak: obowiązujące prawo probiercze, metody badania i oznaczania wyrobów z metali szlachetnych, nadzór nad rynkiem metali szlachetnych, próby dla wyrobów i wizerunki krajowych cech probierczych oraz ich honorowanie w Europie, po przystąpieniu RP do UE, a także sprawy dotyczące członkostwa Polski w Konwencji o kontroli i cechowaniu wyrobów z metali

szlachetnych. Każde seminarium kończyło się testem sprawdzającym wiedzę oraz oceną uwzględniającą obecność na wykładach i wyniki testu. Liczba uczestników seminarium oscylowała od 20 do 30 osób.

## Prace dyplomowe

Kolejny element współpracy z AGH to pilotowanie lub pomoc w przygotowaniu prac licencjackich i magisterskich, ich recenzowanie oraz uczestnictwo w obronach tych prac. Tego typu działania to obopólna korzyść dla naszych instytucji. Przepisy obowiązującej ustawy z dnia 1 kwietnia 2011 r. Prawo probiercze (t.j. Dz. U. z 2017 r. poz. 886 oraz z 2018 r., poz. 650) nie przewidują prowadzenia prac badawczych w polskich urzędach probierczych. Zresztą bieżące obciążenie naszych jednostek badaniem i oznaczaniem wyrobów z metali szlachetnych, jak również potrzeba terminowej realizacji zleceń oraz konieczność sprawowania nadzoru nad rynkiem, przy tak niewielkim zatrudnieniu (73 etaty na obsługę dziewięciu województw), z przyczyn oczywistych uniemożliwiają podjęcie tego typu działalności. Kontakty z uczelnią i możliwość konsultowania spraw badawczych rekompensują brak tego rodzaju działań w laboratoriach OUP, szczególnie jeśli pojawia się jakiś problem techniczny. Uczelnia wdraża wówczas działania badawcze w dziedzinie, którą zainteresowany jest Urząd. Realizowane są one w formie prac naukowych, wykonywanych przez studentów, pod nadzorem kadry akademickiej.

Bardzo często tematy tych prac były ustalane w porozumieniu z Urzędem i pozwoliły na rozwiązanie niektórych naszych problemów. Dotyczyło to przede wszystkim prac typowo badawczych, w wyniku realizacji których rozwiązano na przykład problem występujących różnic w próbie wyrobów, otrzymywanych metodą odlewania, czy wpływ dodatków stopowych, takich jak glin i bizmut na próbę stopów srebra itp.

Przykłady tytułów prac technologicznych:

- „Porównanie własności wytrzymałościowych i plastycznych srebra i jego jubilerskich stopów z miedzią próby 800 i 930”;
- „Wpływ dodatku bizmutu w stopach srebra na podejmowanie decyzji o próbie probierczej oraz wyborze metody analizy składu stopu”;
- „Zjawisko niejednorodności chemicznej w wyrobach wykonanych metodą odlewania ze złota próby 0,585”.

Ponadto, kilka prac o charakterze teoretycznym pozwoliło na uzyskanie informacji dotyczących znaków imiennych, wizerunków cech probierczych oraz nieznaną dotąd informacji na temat polskiego probiernictwa. Przykłady takich prac, to:

- „Przegląd stopów metali przeznaczonych do produkcji monet oraz ocena ich własności”;

- „Znaki na wyrobach ze srebra na terenach Polski”;
- „Porównanie prób i cech dla wyrobów ze stopów metali szlachetnych obowiązujących w krajach członkowskich UE w odniesieniu do prób i cech konwencyjnych”.



Prace dyplomowe – magisterskie i inżynierskie – studentów WMN

Przy opracowaniu tych prac Urząd umożliwiał wykonanie części badawczej, szczególnie w zakresie badania metodą przybliżoną, jak również metodami analitycznymi, w siedzibie jednostki. Udostępniano dyplomantom również literaturę i publikacje będące w naszym Urzędzie, a także przeprowadzano wiele spotkań konsultacyjnych zarówno z dyplomantami, jak też z promotorami ich prac.

## Uczestnictwo w uroczystościach

Ciekawą formę współpracy między naszymi instytucjami stanowi także uczestnictwo Kierownictwa OUP w specjalistycznych konferencjach, jak również w uroczystościach organizowanych przez WMN, między innymi w inauguracjach kolejnych lat „Roku akademickiego WMN”, jubileuszy WMN. Władze Wydziału uczestniczą zaś w jubileuszowych obchodach rocznic 160- i 170-lecia krakowskiego Urzędu.

## Konsultacyjny Zespół ds. Probiernictwa

Uzupełnieniem opisanej wyżej współpracy obydwu instytucji stało się zaproszenie przedstawicieli Wydziału Metali Nieżelaznych i Wydziału Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska Akademii Górniczo-Hutniczej do



Inauguracja Roku Akademickiego 2017/2018 na WMN

pracy w powołanym w styczniu 2017 r., przez Prezesa Głównego Urzędu Miar, Konsultacyjnym Zespole ds. Probiernictwa. Przedstawiciele tych wydziałów biorą udział w pracach grup roboczych ds. technologii i metod badania stopów metali szlachetnych oraz ds. biżuterii unikatowej i kamieni jubilerskich. W pracach Zespołu uczestniczą również pracownicy OUP, organizacji jubilerskich i stowarzyszeń branżowych oraz przedstawiciele największych krajowych firm złotniczych, zainteresowanych tematyką metali szlachetnych. Do najważniejszych zadań Zespołu należy rozwiązywanie problemów, jakie występują we współpracy branży jubilerskiej z urzędami probierczymi. Praca w Zespole sprzyja także integracji środowiska oraz umożliwia konsultacje dotyczące tworzenia regulacji prawnych, obowiązujących w dziedzinie obrotu wyrobami z metali. Mamy nadzieję, iż wynikiem prac Zespołu będzie rozszerzenie zakresu działania OUP o nowe obszary kompetencyjne, dotyczące między innymi

gemmologii oraz badań zawartości stopów metali szlachetnych, wykorzystywanych w przemyśle wysokich technologii.

Przedstawiciele ww. wydziałów AGH aktywnie uczestniczą w spotkaniach tych grup roboczych, które mają za zadanie rozwiązać problemy dotyczące opracowania technologii otrzymywania stopów metali szlachetnych o określonych składach. Będą one mogły znaleźć zastosowanie, jako wzorce, przy badaniu wyrobów metodą przybliżoną, na kamieniu probierczym, we wszystkich wydziałach Okręgowych Urzędów Probierczych w Krakowie i w Warszawie. W ramach prac Zespołu rozpoczęto również działania w kierunku opracowania podstaw prawnych w celu objęcia państwowym nadzorem rynku kamieni jubilerskich. Wcześniej było to praktykowane do 1986 r. jedynie w Urzędzie Probierczym w Krakowie, ale ten obszar działań OUP nigdy nie rozwinął się na większą skalę. Obecnie, jeśli te zamierzenia zostaną zrealizowane i pojawią się odpowiednie regulacje prawne, planowane jest kompleksowe szkolenie kadry i uruchomienie pracowni gemmologicznych we Wrocławiu – w Wydziale Zamiejscowym OUP w Krakowie oraz w Białymstoku – w Wydziale Zamiejscowym OUP w Warszawie. Członkiem nowo powołanej grupy konsultacyjnej ds. regulacji w dziedzinie kamieni szlachetnych jest przedstawicielka Akademii Górniczo-Hutniczej.

Długoletnia tradycja i wymierne, pozytywne efekty współpracy pomiędzy Okręgowym Urzędem Probierczym w Krakowie i wydziałami Akademii Górniczo-Hutniczej wskazują na potrzebę jej kontynuacji oraz rozszerzenia zakresu tematycznego i zasięgu terytorialnego na obszar obydwu OUP.



## Kwantowy wzorzec rezystancji – opis, pomiary, zastosowanie

### The quantum resistance standard – description, measurements, application

W rozmowie z Marcinem Orzepowskim z Pracowni Wzorców Wielkości Elektrycznych przedstawiamy, jak zbudowany jest kwantowy wzorzec rezystancji, do czego wykorzystywane jest zjawisko rezystancji oraz jak wyglądają pomiary w tej dziedzinie.

This interview with Marcin Orzepowski (Electrical Quantities Standards Section) presents how a quantum resistance standard is built, what is the use of resistance phenomenon and what measurements in this field look like.

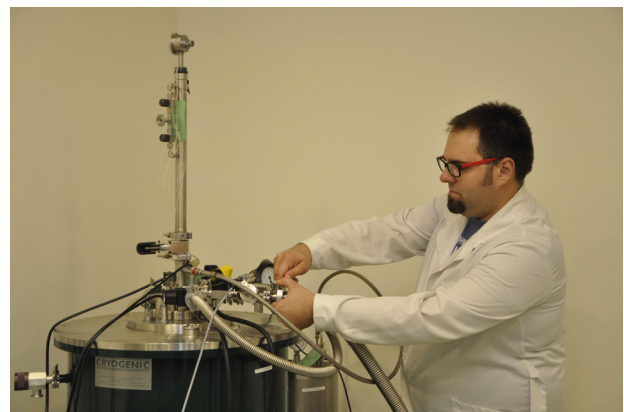
**Adam Żeberkiewicz: Rezystancja to wielkość charakteryzująca relację między napięciem a natężeniem prądu elektrycznego w obwodach prądu stałego. Kiedy to zjawisko zostało zauważone i zbadane?**

Marcin Orzepowski (Samodzielne Laboratorium Elektryczności i Magnetyzmu): – Mówimy tutaj o początkach elektryczności i prawie Ohma, które odkrył w I poł. XIX wieku niemiecki profesor Georg Simon Ohm. Wcześniej Alessandro Volta odkrył powstawanie siły, którą jest napięcie elektryczne. A w przypadku rezystancji mamy do czynienia z różnicą potencjałów elektrycznych.

– **Powiedzmy jak powstaje rezystancja, czyli inaczej opór elektryczny.**

– W przyrodzie występują różne substancje fizyczne zbudowane z atomów: metale, niemetale, półprzewodniki. W każdym atomie mamy dodatnio naładowane jądro, w którym są protony – nośniki dodatniego ładunku; neutrony, które nie mają ładunku (są obojętne elektrycznie) i elektrony, które mają ładunek ujemny. Elektrony wiążą ze sobą atomy w związki chemiczne, ale też pozwalają się przemieszczać dość swobodnie w metalach.

Za elektryczność odpowiadają właśnie elektrony. Mogą być one w różny sposób połączone z materią, która tam się znajduje. Dzięki temu mamy różne właściwości materiałów, na przykład jedną z właściwości metali jest przewodzenie prądu. Polega to na tym, że część elektronów znajduje się w chmurze i nie będąc związana z konkretnym atomem, potrafi się przemieszczać. Są to tak zwane elektrony walencyjne. Kiedy w jednym miejscu, w przestrzeni znajduje się więcej ładunku dodatniego, a w innym ujemnego, powstaje pole sił działających na umieszczony w nim elektron. Siła taka powoduje ruch elektronu. Na takim działaniu opiera się praca baterii (ogniw galwanicznych), generatorów. W baterii dochodzi



do reakcji chemicznej, która doprowadza do tego, że na jednej elektrodzie jest dużo elektronów, a na drugiej dużo jonów dodatnich, czyli takich atomów, które są pozbawione części elektronów. Dzieje się tak w wyniku reakcji chemicznych zachodzących w ogniwach. W ten sposób mamy wytworzone pole elektryczne. Jeżeli do baterii podłączymy przewód, to popłynie przez niego prąd. Jeżeli jeszcze przewód jest wykonany z miedzi, to będzie on bardzo dobrze przewodzić prąd, ponieważ jest tam dużo elektronów, które mogą swobodnie przepływać. Ze względu na to, że sieć krystaliczna jest tak ułożona, że nie przeszkadza przepływowi prądu, miedź – podobnie zresztą jak srebro – jest bardzo dobrym przewodnikiem. Aluminium czy stal są gorszymi przewodnikami. Stąd też, jeśli mielibyśmy przewód aluminiowy, a tak jest w starych budynkach, musielibyśmy wykorzystać jego większą średnicę, bo inaczej przewód zacząłby się grzać, a to oznacza, że pojawi się tam omawiany przez nas opór elektryczny.

Łatwy do opisanego tego zjawiska jest model hydrauliczny. W takim modelu napięcie rozumiemy jako ciśnienie wody w rurach, a natężenie stanowi przepływ tej wody. Opór elektryczny jest zależny od średnicy rury; im większa, tym mniejszy opór i odwrotnie. W przypadku miedzi ta rura jest gruba, a w przypadku aluminium cieńsza. Dlatego trzeba mocniej pchać, żeby przepchać tę samą

ilość cieczy. Jeśli będziemy mieli napięcie 1 V, a rezystancja miedzi wyniesie 1  $\Omega$ , to otrzymamy prąd o natężeniu 1 A. Natomiast, jeżeli w aluminium rezystancja wyniesie 2  $\Omega$ , to wtedy przy napięciu 1 V będziemy mieli 0,5 A. Żeby uzyskać 1 A, czyli inaczej przepchać więcej elektronów w tak krótkim czasie, będziemy musieli zwiększyć napięcie do 2 V.

### – Do czego wykorzystujemy rezystancję?

– Przede wszystkim rezystory mogą być odbiornikami, które zmieniają energię elektryczną w ciepło. Na przykład nasze domowe grzejniki są rezystorami. Rezystancja bardzo prosto przekłada się na moc. Ponieważ moc jest iloczynem prądu i napięcia, a prąd zależy od napięcia i rezystancji, to można powiedzieć, że moc wyraża się równaniem „prąd do kwadratu razy rezystancja”, albo „napięcie do kwadratu razy rezystancja”. Czyli widać, że moc wydzielona na rezystorze zależy od napięcia i rezystancji. Na przykład, jeśli ktoś projektuje ogrzewanie elektryczne, musi wiedzieć, jaka jest wartość rezystancji w określonej temperaturze.

Kolejny przykład z dziedziny elektroniki: oświetlenie LED musi mieć jakieś ograniczenie prądowe, a „zaworem” dla tego prądu jest rezystancja opornika włączonego w obwód zasilania żarówki. Oporniki połączone szeregowo mogą dzielić napięcie. W elektronice starszego typu, której reprezentantem są niektóre odbiorniki radiowe, mamy gałkę, która jest rezystorem o zmiennej wartości, suwakowym potencjometrem, a wartość sygnału elektrycznego wychodzącego jest dzielona. W ten sposób realizowana jest regulacja głośności. Rezystory są w telefonach komórkowych, zegarkach, lodówkach, pralkach.

– **Czyli możemy powiedzieć, że są to urządzenia codziennego użytku, ale jednocześnie takie, które znajdują się na samym dole piramidy spójności. A co znajduje się wyżej?**

– Rezystancja może mieć zastosowanie w ogrzewaniu, albo w elektronice użytkowej, ale my wykorzystujemy ją do pomiarów w laboratorium. Przy pomocy rezystorów możemy wykonywać różnego rodzaju pomiary. Na przykład w tensometrach, czyli przetwornikach siły na rezystancję, mierzymy de facto, jak zmienia się rezystancja. Na tensometr przyklejony do metalowego ramienia, które stanowi część jakiejś konstrukcji, zaczyna działać siła, a jego rezystancja się zmienia.

Kolejny przykład to temperatura, którą uwzględniamy w naszych pomiarach. Wzorec jednostki miary temperatury tworzą komórki punktów stałych, gdzie pewne substancje są utrzymywane w swoim stanie skupienia przez dłuższy czas: w punkcie potrójnym, w stanie

ciekłym, wrzenia, skraplania. Nazywa się to Międzynarodową Skalą Temperatury. Wkładany przez nas do komórki termometr jest tak naprawdę rezystorem. Mierząc odpowiednią rezystancję, jesteśmy w stanie wyliczyć, jaka jest temperatura.

Pomiar rezystancji jest często pomiarem napięcia, które wydziela się na rezystancji. Jeżeli prąd płynie przez rezystor, który hamuje przepływ tego prądu, to powstaje tam siła zwana napięciem, czyli różnica potencjałów. Żeby przedstawić to obrazowo: przed rezystorem jest dużo elektronów i chcą one jak najszybciej przejść, ale niestety nie mogą. Muszą zwolnić. Tak więc, z jednej strony mamy więcej, a z drugiej mniej elektronów. Po podłączeniu woltomierza zauważymy, że mamy napięcie.

### – Gdzie jeszcze wykorzystywana jest rezystancja?

– Służy ona również do przeniesienia tej wielkości na pomiar prądu, który często odbywa się dzisiaj jako pomiar rezystancji. Jeśli chcemy zmierzyć wysokie prądy, to boczniki prądowe, które dobiera się do amperomierza, posiadają wartości o niskim nominale. Spadek napięcia na boczniku definiuje, jaka jest wartość prądu. Co do innych wielkości elektrycznych: rezystancja jest składnikiem impedancji, nasze rezystory służą jako odniesienie przy pomiarach impedancji, indukcyjności oraz pojemności elektrycznej. W Pracowni Wzorców Wielkości Elektrycznych skupiamy się na pomiarach urządzeń o najwyższej dokładności. Wzorcowane u nas rezystory są używane w innych pracowniach GUM, w laboratoriach okręgowych urzędów miar, a w także w laboratoriach badawczych i wzorcujących. Później te rezystory są wykorzystywane, aby mierzyć różne wielkości – wszędzie tam, gdzie mamy przetwarzanie wielkości wejściowej na rezystancję.

– **W Laboratorium Elektryczności i Magnetyzmu wzorcowane są przyrządy znajdujące się na wyższym szczeblu piramidy. Do tego potrzebne są szczególne warunki i najwyższej jakości wyposażenie.**

– Rzeczywiście, w naszym laboratorium mierzymy głównie rezystory wzorcowe, czyli rezystory o specjalnej konstrukcji, które są umieszczone w odpowiednich obudowach. Pomiary wykonujemy w stabilnej temperaturze, umieszczając rezystory w termostatach – na przykład olejowych, czy też powietrznych. Muszą się one znajdować w takim miejscu przynajmniej 48 godzin przed wzorcowaniem. Przykładowo, kiedy klienci udostępniają nam przyrządy, które długo przebywały na zimnie, albo w sezonie letnim w wysokiej temperaturze, to konieczne jest przedłużenie okresu aklimatyzacji. Najpierw przyrząd aklimatyzujemy w powietrzu – w tym pomieszczeniu,





żeby doszedł do swojej temperatury przez co najmniej dobę, a później czekamy 48 godzin i dopiero robimy wstępny pomiar.

Termostaty nazywane przez nas wannami temperaturowymi, w których umieszczamy rezystory, wypełnione są olejem mineralnym lub olejem parafinowym, który jest także stosowany w przemyśle farmaceutycznym i spożywczym. Posiadamy także termostat powietrzny. Istnieją więc różne możliwości stabilizacji temperatury. Jesteśmy w stanie wykonać bardzo dokładne pomiary, a to dlatego, że posiadamy kwantowy wzorzec rezystancji, który jest wzorcem pierwotnym, czyli takim, który sam wytwarza najdokładniejszą reprezentację jednostki rezystancji.

**– Jak zbudowany jest wzorzec rezystancji?  
Widzimy, że składa się na niego wiele elementów.**

– Sercem układu jest dioda półprzewodnikowa, ale o szczególnych właściwościach. Jest ona umieszczona w specjalnej konstrukcji, służącej do schładzania jej do temperatury poniżej 1 K, co nie jest takie proste i zajmuje naprawdę sporo czasu. Chłodziarka kriogeniczna wykorzystuje rzadki izotop helu  $^3\text{He}$ . Umieszczona jest ona w kriostacie wypełnionym pospolitym izotopem skroplonym helem ( $^4\text{He}$ ). Wewnątrz kriostatu znajduje się elektromagnes. Wykonany jest on z materiału nadprzewodnikowego. Dzięki temu można w nim wytworzyć pole magnetyczne o indukcji dochodzącej do ok. 15 T, przy

prądzie zasilania wynoszącym 100 A. W odróżnieniu od helu  $^4\text{He}$ , właściwości fizyczne helu  $^3\text{He}$  pozwalają uzyskać temperaturę ok. 0,3 K, obniżając ciśnienie jego par.

W tak niskiej temperaturze rezystancja próbki w kierunku prostopadłym do przepływu prądu przyjmuje skwantowane wartości, wraz ze wzrostem indukcji pola magnetycznego. Dysponując dość silnym polem magnetycznym, a takie możemy wytworzyć dzięki elektromagnesowi nadprzewodnikowemu, jesteśmy w stanie spowodować, że wartość rezystancji nie będzie zależna od wartości prądu, temperatury czy też indukcji pola w obszarze jednego skwantowanego stopnia, na charakterystyce zmian rezystancji pod wpływem pola magnetycznego. Wartość rezystancji będzie zależała jedynie od stałej von Klitzinga, która w zasadzie definiuje nam wartość rezystancji w tym wzorcu i od numeru stopnia (tzw. plateau). Rezystancja przyjmująca stałą von Klitzinga ma numer stopnia wynoszący 1 i jest ona osiągnięta przy indukcjach wyższych niż w elektromagnesie, który posiadamy. Kolejne wartości rezystancji na stopniach plateau są 2, 3, 4... itd. razy mniejsze od wartości stałej von Klitzinga. Ta stała z kolei wynika z dwóch stałych fizycznych – podstawowych: stałej ładunku elementarnego (czyli ładunku elektronu) i stałej Plancka. Stałe konwencjonalne są zatwierdzone przez CODATA i uznawane od 1990 roku, jako wzorcowa wartość rezystancji.

**– Czy wszędzie na świecie wzorzec wygląda tak samo?**

– Zasada działania wzorca jest wszędzie taka sama, a wszystkie zagraniczne NMI – by odtwarzać jednostkę rezystancji – korzystają z tego samego zjawiska.

**– Kiedy na świecie zaczęto realizować kwantowy wzorzec rezystancji?**

– W 1985 roku za wyjaśnienie efektu kwantowego i jego znaczenia dla pomiarów von Klitzing dostał nagrodę Nobla. Natomiast w 1990 roku uznano, że jest to najlepsza reprezentacja oma, czyli jednostki rezystancji i rekomenduje się wdrażanie tego rozwiązania. Bo om to jeden volt przez jeden amper. Z tym, że wzorzec odtwarza ściśle określone wartości rezystancji, w zaokrągleniu: 6,5 k $\Omega$ , 13 k $\Omega$ , 26 k $\Omega$ . W takiej sytuacji mówimy o reprezentowaniu jednostki przez wielokrotność.

W GUM stanowisko zostało zbudowane na przełomie 2005 i 2006 roku, następnie przez kilka lat prowadzone były na nim badania. Potrzebne były również porównania międzynarodowe w dziedzinie rezystancji. Takie porównania odbyły się z BIPM, a kluczowe i dodatkowe z EURAMET. Po 10 latach, w 2016 roku udało nam się podpisać dokument potwierdzający wartość naszego wzorca.



### – A więc stosunkowo niedawno...

– Tak, ale dzięki wielokrotnym porównaniom mamy bardzo dobrze udokumentowane możliwości pomiarowe.

### – I również w 2016 roku wzorzec ten został wzorcem państwowym?

– Tak. Kiedyś wzorcem była grupa rezystorów, które nadal są w laboratorium i wykorzystuje się je do badań.

### – W jakich sytuacjach?

– Wtedy, kiedy konieczne jest wzorcowanie naszych rezystorów odniesienia. W zasadzie nigdzie na świecie, poza porównaniami, przy pomocy tego wzorca nie prowadzi się pomiarów dla klienta. Po pierwsze jest to bardzo kosztowne. Żeby użytkować wzorzec, musimy mieć ok. 350 l skroplonych gazów: helu i azotu. Przy cenie 30–40 zł za litr helu, robi się z tego pokaźna kwota. Grupa rezystorów stanowi nadal wzorzec wysokiej jakości, zapewniając spójność pomiarową i gwarancję dokładności sprzętu. Rezystory służą też do tego, żeby wykonywać wzorcowania dla laboratoriów w Głównym Urzędzie Miar i w okręgowych urzędach miar. W naszej Pracowni skupiamy się na przyrządach, które służą do pomiarów najwyższego rzędu. Oprócz urzędów miar zgłaszają je instytuty badawcze, przemysł wydobywczy, lotniczy, wojsko.

### – A z zagranicy?

– Zdarzają się również klienci zagraniczni, głównie z państw sąsiadujących z Polską, na przykład z Litwy. Bywają też zapytania z zagranicy, ale niektóre usługi dla klientów spoza Polski są wykonywane w okręgowych urzędach miar. Chcą oni bowiem poddawać badaniu przyrządy niższego rzędu.

Pracownia Wzorców Wielkości Elektrycznych osiąga w swoich pomiarach wskaźnik niepewności na wysokim poziomie (jednym z lepszych na świecie), deklarowanym w CMC. W całym zakresie rezystancji (a więc od 10  $\mu\Omega$  aż do 100 T $\Omega$ ) jesteśmy w ścisłej czołówce. Dzięki temu klienci, płacąc relatywnie niewielkie pieniądze, są w stanie uzyskać wzorcowanie doskonałej jakości.

### – Czy przedstawiciele polskiego przemysłu oddają swoje przyrządy do sprawdzenia w GUM?

– Tak jak wspomniałem, mamy wielu klientów także z tego sektora. Pomiarów elektrycznych są często wykorzystywane w przemyśle. Nierzadko występuje przetwarzanie różnych wielkości fizycznych na wielkości elektryczne,

niekoniecznie na rezystancję, często na napięcie. Dzisiaj mamy możliwości cyfrowego przetwarzania sygnałów elektrycznych, np. w samochodzie mamy urządzenie (sondę lambda), które przetwarza napięcie i informuje, jaka jest zawartość tlenu w spalinach. Pojazd ma czujniki oparte o wielkości elektryczne. Z każdym rokiem tych czujników jest coraz więcej w naszych samochodach.

### – I czasem ta elektronika jest zawodna.

– Tak, ale też elektronika niejednokrotnie ratuje nam samochód. Na przykład, kiedy zapala się jakaś kontrolka informująca o problemach w silniku, czy w innym elemencie pojazdu. Żeby spełnić wymogi dotyczące poziomu emisji spalin, nasze pomiary muszą być coraz dokładniejsze. Nie da się ukryć, że mechanizmy elektroniczne są coraz bardziej skomplikowane, stąd czasem ich zawodność. Prostsze układy elektroniczne są łatwiejsze w konserwacji, ale z drugiej strony przeważnie posiadają mniejszą dokładność.

### – Jakie elementy państwowego wzorca jednostki miary rezystancji wymagają szczególnych zabiegów konserwacyjnych, a może systematycznej wymiany?

– Jeśli chodzi o przygotowanie wzorca do pracy, to za każdym razem musimy przez kilkadziesiąt godzin odpompowywać wszystkie elementy, które wymagają pracy w próżni. W tym czasie kontrolujemy jeszcze miernik próżni, który tu się znajduje. To samo dotyczy linii transferowych do przelewania kriocieczy (tzw. lewarów helowych i azotowych). Urządzenie umożliwiające pracę wzorca to zbiornik, który nazywa się naczyniem Dewara i jest rodzajem termosu. Znajdują się w nim kriociecze, takie jak skroplony azot i hel. W stosunku do tego urządzenia są pewne wytyczne: trzeba mierzyć odpowiednim prądem; jeżeli będziemy mierzyć prądem większym niż 100  $\mu\text{A}$ , to nie uzyskamy satysfakcjonującego skwantowania rezystancji i będziemy musieli ogrzać próbkę z powrotem do temperatury będącej w pomieszczeniu. To błąd, wprawdzie odwracalny, ale jego popełnienie powoduje, że trzeba pomiar zaczynać od początku. Często też trzeba zostawiać uruchomione urządzenia na noc. Wszystkie procesy, które odbywają się w czasie pomiaru, są powolne. Przykładowo schłodzenie wnętrza kriostatu do temperatury wrzenia helu trwa kilka godzin.

### – Ile przeciętnie trwa taki pomiar?

– Zwykle, jeśli zaczynamy schładzanie w poniedziałek, to kończymy w środę. Następnie wykonujemy pomiary do końca tygodnia z tym, że każdego dnia trzeba powtarzać proces skraplania helu  $^3\text{He}$ , którego pary zostały



wcześniej odpompowane w procesie uzyskania temperatury poniżej 1 K. Gdyby pracownia dysponowała liczniejszą kadrą i możliwa byłaby praca na dwie zmiany, to wykonywalibyśmy ją szybciej i można byłoby przeprowadzić więcej pomiarów.

**– Czy proces może trwać bez udziału osoby nadzorującej?**

– Nie do końca. Zostawiamy to w takim stanie, żeby bezpiecznie rozpocząć pracę następnego dnia. Musimy dokładnie sprawdzić ciśnienie. Często, kiedy zmienia się temperatura, trzeba też wyregulować ciśnienie. Jest to dość żmudny proces. Samo uzyskanie temperatury 0,3 Kelwina pozwala nam na ok. 24-godzinny czas utrzymania temperatury. Często wygląda to tak, że kiedy ok. 17:00–18:00 wystąpiła pożądana przez nas temperatura, to wykonujemy pomiar do 20:00, idziemy do domu i poprzyjściurano możemy jeszcze przez kilka godzin korzystać z tej temperatury. Niestety, od południa znowu trzeba powtórzyć proces i uzyskanie tej samej temperatury trwa ponownie kilka godzin.

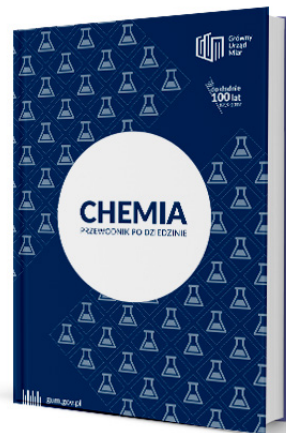
**– Czy warunki, w jakich wzorzec pracuje, są odpowiednie? Czy może przydałoby się nowe pomieszczenie, albo jakieś udoskonalenia w istniejącym?**

– Warunki są bardzo dobre. Jak widać, pomieszczenie, w którym się znajdujemy, jest ekranowane, klimatyzowane, z podniesioną podłogą, oświetleniem LED (żeby za mocno nie grzało), odpowiednim przepływem powietrza. Napięcie jest podtrzymywane przez zasilacz UPS. Drgania, które są wytwarzane podczas pracy wzorca, są niewielkie i nie zaburzają pracy. Poza tym wykonujemy pomiary, siedząc przy biurkach i komputerach, które są podłączone do tego stanowiska. Czyli pomiar odbywa się w zamkniętym pomieszczeniu, a sterowanie jest z innego pokoju.

**– Podobno w planie jest modernizacja stanowiska współpracującego ze wzorcem państwowym do wzorcowania rezystorów wysokoomowych.**

– To projekt, który realizujemy z Politechniką Wrocławską i Politechniką Śląską. Pozwala to nam wykonywać wysokiej jakości pomiary wysokich wartości rezystancji – powyżej 100 k $\Omega$  – które są spójne z naszym wzorcem. Dzięki zastosowaniu transferów Hamona, mostków prądu stałego z aktywnymi ramionami i komparatora rezystancji, uzyskujemy niską niepewność pomiarów i spójność z wzorcem pierwotnym, jakim jest omawiany wcześniej państwowy wzorzec rezystancji. Jego działanie zostało potwierdzone z istoty zjawiska fizycznego.

## Nasze publikacje w 2018 roku



## KALENDARIUM NADCHODZĄCYCH WYDARZEŃ 2018

Październik	
8-12	<b>Hamburg</b> – 53. spotkanie Międzynarodowego Komitetu Metrologii Prawnej (CIML) z udziałem przedstawiciela GUM.
18-19	<b>Sofia</b> – Coroczne posiedzenie grupy roboczej Rady Dyrektorów EURAMET capacity building z udziałem przedstawiciela GUM.
Listopad	
13-16	<b>Wersal pod Paryżem</b> – 26. Generalna Konferencja Miar (CGPM) z udziałem polskiej delegacji.
23	<b>Kraków</b> – Seminarium z okazji 175-lecia powołania Urzędu Probierczego w Krakowie. Honorowego patronatu nad obchodami udzielił Prezes Głównego Urzędu Miar.

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

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

Łamy pisma są otwarte dla wszystkich, którzy chcieliby poruszyć ciekawy temat metrologiczny czy podzielić się wiedzą z jakiejś konkretnej specjalizacji. Zachęcamy Państwa do współredagowania pisma i przysyłania swoich propozycji.

Zapraszamy do kontaktu z redakcją: [biuletyn@gum.gov.pl](mailto:biuletyn@gum.gov.pl).

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

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

The bulletin is open for everybody who wants to rise an interesting metrology issue or to share with the knowledge in some specific area. We would like to encourage you to participate in the edition of the bulletin and to send us your proposals.

We would like to invite you to make contact with the redaction: [biuletyn@gum.gov.pl](mailto:biuletyn@gum.gov.pl).

Dokładnie  
100 lat  
GŁÓWNEGO  
Urzędu Miar  
1919-2019

*Miary na równi  
z alfabetem są  
podstawą każdej  
kultury*

