

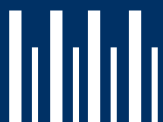


Główny
Urząd
Miar



Analizatory wydechu

Przewodnik



gum.gov.pl

Autorzy: Piotr Janko
 Jolanta Wasilewska
 Elżbieta Lenard

Redaktor: Paweł Fotowicz

Skład: Piotr Ozga

Główny Urząd Miar
ul. Elektoralna 2
00-139 Warszawa

godziny pracy: 8:00-16:00

tel. 22 581 93 99 (centrala)
fax: 22 581 93 92
e-mail: gum@gum.gov.pl

Główny Urząd Miar (GUM) jest krajową instytucją metrologiczną.
Działa na rzecz zagwarantowania zdolności pomiarowych niezbędnych
dla zrównoważonego rozwoju gospodarki, zapewnienia
odpowiedniego poziomu jakości życia społeczeństwa
oraz zabezpieczenia interesów obywateli.

Zadania GUM obejmują szerokie spektrum zagadnień związanych z metrologią,
jednostkami miar, ich definicjami, jak również zaawansowanymi
technologicznie wzorcami pomiarowymi oraz tematyką
ochrony bezpieczeństwa gospodarczego i technicznego państwa.

Spis treści

I	Wstęp	4
II	Potrzeby społeczne i gospodarcze	6
III	Aspekt historyczny	9
IV	Plany rozwojowe	15
V	Krajowy system metrologiczny dotyczący analizatorów wydechu	16
VI	Wykaz dokumentów związanych z analizatorami wydechu	19
VII	Wykaz publikacji pracowników GUM związanych z analizatorami wydechu	20
	Stanowiska pomiarowe	23

I Wstęp

Stężenie masowe alkoholu w wydychanym powietrzu (wyrażane w mg/dm^3) jest obecnie podstawową wielkością fizykochemiczną stosowaną do kontroli trzeźwości. Przyrządy do pomiaru tej wielkości – **analizatory wydechu** – są powszechnie stosowane w kraju i na świecie, najczęściej przez policję, wojsko, pogotowie, izby wytrzeźwień, straż pożarną, straż graniczną, agencje ochrony, zakłady pracy, przychodnie odwykowe i szpitale. Analizatory wydechu stanowią ważny element polityki zapewnienia porządku publicznego, bezpieczeństwa na drogach oraz polityki zdrowotnej nie tylko w Polsce, ale i na całym świecie.

Teoretyczne podstawy fizykochemiczne dla równoprawnego traktowania analizy alkoholu we krwi i w wydychanym powietrzu stanowi prawo sformułowane w 1803 roku przez angielskiego chemika Wiliama Henry’ego (1774–1836), z którego wynika, że w stałej temperaturze stężenia w fazie ciekłej, i będącej w z nią w równowadze fazie gazowej, pozostają w stałym stosunku. Można przyjąć w uproszczeniu, że sytuacja taka ma miejsce w przypadku wymiany gazowej w płucach i etanol będzie się zachowywał alogicznie do dwutlenku węgla. Historia analizy zawartości alkoholu w wydychanym powietrzu liczy sobie 150 lat. Za prekursora oznaczania alkoholu (etanolu) uważa się angielskiego lekarza F. E. Anstie (1833–1874), który w swoich badaniach nad drogami eliminacji alkoholu z organizmu zastosował w tym celu metodę chemicznego utleniania alkoholu obecnego w powietrzu mieszaniną $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{H}_2\text{SO}_4$.

Pierwsze przyrządy także działały w oparciu o utlenianie chemiczne etanolu. W 1927 roku W. D. McNally (1882–1961) zaprezentował skonstruowany przez siebie analizator do stwierdzania stanu trzeźwości kierowców. Zmiana zabarwienia roztworu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{H}_2\text{SO}_4$ była dowodem na obecność alkoholu. Pierwszym przyrządem, który zyskał praktyczne zastosowanie był Drunkometer (1931) R. N. Hargera (1890–1983). Urządzenie wykorzystywało utlenianie alkoholu mieszaniną $\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$. Następne dwa urządzenia pojawiły się w 1941 roku. Były to Intoximeter skonstruowany przez grupę G. Forrestera i Alcometer autorstwa L. A. Grinberga z Uniwersytetu Yale. Działał w oparciu o pomiar fotometryczny, a do utleniania etanolu zastosowano I_2O_5 . Trzy analizatory z lat 1930–1953, w których zastosowano utlenianie chemiczne etanolu, stanowiły pierwszą generację analizatorów wydechu. Drugą generację analizatorów wydechu (od 1954) stanowiły przyrządy także wykorzystujące utlenianie chemiczne ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{H}_2\text{SO}_4$), a zasada ich działania oparta była na pomiarze fotometrycznym. Breathalyser skonstruowany w 1954 roku przez R. F. Borkensteina (1912–2002) osiągnął światowy sukces, gdyż do lat 90. XX w. wyprodukowano ponad 30 000 egzemplarzy. Podobne do niego urządzenia to Photoelectric Intoximeter i Ethanographe. Utlenianie chemiczne wykorzystano także w stosowanych, od lat 50. XX w. do dziś, rurkowych probierzach trzeźwości (Grosskopf, 1954), w których mieszanina utleniająca osadzona jest na żelu krzemionkowym. W Polsce taki probierz trzeźwości został

opatentowany w 1954 roku przez Instytut Ekspertyz Sądowych (IES). T. Kitagawa i B. M. Wright skonstruowali w 1962 roku prototyp przyrządu, w którym wykorzystali rurkę wskaźnikową, podający wyniki ilościowe w oparciu o zautomatyzowany pomiar stopnia zmiany jej zabarwienia. Trzecia generacja analizatorów wydechu (od 1970) wprowadza nowe techniki analityczne: chromatografię gazową (GC) z detektorem FID (G. Forrester 1969 r., GC Intoximeter) i z detektorem TCD (Alco Analyser, 1971), niedyspersyjną spektrometrię w podczerwieni – NDIR (R. Harte, 1971, Intoxilyzer 4011), rezystancyjny czujnik półprzewodnikowy z SnO₂ (T-cell) Taguchi’ego (Alert J3A – przyrząd przesiewowy, 1973) oraz czujnik elektrochemiczny (EC), w którym alkohol ulega utlenieniu elektrochemicznemu w ogniwie paliwowym (Alcolmeter, T. P. Jones, 1974). Przyrządy GC nie zyskały szerokiego zastosowania. Czujniki półprzewodnikowe były stosowane w małych tanich wskaźnikach do użytku osobistego, z czasem wyparły je czujniki EC. Intoxilizer wykorzystywał absorbcję promieniowania IR o długości fali 3,39 μm, charakterystyczną dla drgań rozciągających wiązań C-H. Podobnie jak w przypadku przyrządów II generacji zarzucano mu brak specyficzności dla etanolu. Mimo to pojawiały się nowsze analizatory tylko z długością 3,4 μm: Alcomat A (A. Slemayer, 1983) i pierwszy polski analizator Alkometr A2.0 (AWAT, 1991), obecnie model A2.0/04. Na sygnał czujnika EC nie wpływały wprawdzie takie interferenty jak aceton i węglowodory, jednak jest on czuły na obecność innych alkoholi: metanolu i propanolu. Techniki NDIR i EC były dalej rozwijane i są do dziś podstawą działania analizatorów do zastosowań profesjonalnych. Zastosowanie czujników EC pozwoliło na olbrzymi rozwój analizatorów przenośnych, do kontroli wstępnej, ale także do celów dowodowych. Czwartha generacja analizatorów (od 1975) przyniosła nowe przyrządy NDIR, w wtórych starano się rozwiązać problem braku specyficzności oznaczania etanolu. Pierwszym rozwiązaniem było użycie więcej niż jednej długości fali. I tak np. Intoxilyzer 4011AS mierzył absorbancję przy 3,39 μm i 3,49 μm, Intoxilyzer 5000 przy 3,39 μm, 3,48 μm i 3,80 μm, BAC Datamaster przy 3,37 μm i 3,48 μm, w późniejszej wersji Datamaster DMT przy 3,37 μm, 3,44 μm i 3,50 μm. Stosunek zmierzonej absorbancji przy różnych długościach fali pozwalał na wykrycie zakłóceń od innych substancji. Najnowszym przyrządem realizującym tę koncepcję jest Evidenzer (Nanopuls AB), w którym jest 5 filtrów: (3,37; 3,41; 3,47; 3,52; 3,80) μm. Inne rozwiązanie zaproponowano w analizatorze Intoximeter 3000, gdzie użyto dwóch sposobów detekcji opartych na różnych podstawach fizycznych. Oprócz układu NDIR 3,4 μm przyrząd posiadał także czujnik półprzewodnikowy (T-cell). Piąta generacja analizatorów (od 1985) wprowadziła przyrządy NDIR wykorzystujące promieniowanie IR o długości bardziej specyficznej dla etanolu (fali 9,4 μm ÷ 9,5 μm), odpowiadające drganiom rozciągającym wiązań C-O: Alcotest 7110 (Draeger), Seres 679A i 679E, Intoxilyzer 8000 (oprócz 9,4 μm także 3,4 μm) i najnowszy model Inoxilizer 9000, w którym zastosowano 4 filtry w obszarze widmowym ok. 9,5 μm. Ten sam obszar widma IR (9,46 μm) wykorzystuje także SAF’IR Evolution (ACS), jedyny jak dotąd przenośny analizator NDIR. Szósta generacja analizatorów (od 1990) to analizatory łączące obie ww. optymalne techniki pomiaru IR i EC: Intox EC/IR (Intoximeters 1993) i jego późniejsze modele Intox EC/IR II i Intox EC/IR II.t oraz Alcotest 7110 Mark III i IV i jego następcę Alcotest 9510 IR+EC. Zmiany w analizatorach dotyczyły także układów elektronicznych, gdzie postęp technologiczny był najszybszy (np. wprowadzenie mikroprocesorów z coraz większą mocą obliczeniową, pojemniejsze pamięci, miniaturyzacja, ekrany dotykowe, bezprzewodowa transmisja danych).

Analizatory są wzorcowane i badane z użyciem wzorców gazowych etanolu. Mogą to być wzorce „suche”, tj. etanol w sprężonym gazie lub „wilgotne”, tj. etanol w gazie generowanym *in situ* z wzorcowego roztworu wodnego etanolu w symulatorach wydechu. W Polsce

przyjęto do stosowania ten drugi sposób. Do wyznaczenia stężenia masowego etanolu w wytworzonym w ten sposób wzorcu gazowym stosowane jest równanie sformułowane w 1979 roku przez K. M. Dubowskiego (1921–2017) z Uniwersytetu Oklahoma, określające ilościowo zależność między stężeniami w fazie ciekłej γ i gazowej β , będącymi w równowadze, w temperaturze t wyrażonej w °C:

$$\beta = 0,004\ 145 \times 10^{-3} \gamma e^{0,065\ 83 t}$$

Analizatory wydechu stanowią ważny element polityki zapewnienia porządku publicznego, bezpieczeństwa na drogach oraz polityki zdrowotnej na całym świecie. Mimo realizowania licznych programów, określających politykę państwa wobec problemu alkoholu w ruchu drogowym, liczba zabitych i rannych w wypadkach w Polsce wciąż należy do jednej z najwyższych i daleko odbiega od średniego poziomu w Unii Europejskiej. Według danych Komendy Głównej Policji wciąż w wielu wypadkach drogowych uczestniczą użytkownicy dróg, będący pod działaniem alkoholu (w 2021 roku uczestniczyli w 2488 wypadkach drogowych, tj. 10,9 % ogółu wypadków, w tym jako sprawcy). Śmierć w nich poniosło 331 osób (14,7 % ogółu zabitych), a 2805 osoby odniosły obrażenia (10,6 % ogółu rannych).

Ujednolicone na poziomie międzynarodowym podstawy prawne kontroli metrologicznej analizatorów wydechu (zatwierdzenie typu i legalizację) zapewnia OIML, poprzez kolejne wydania (1998, 2012, 2021) zaleceń Evidential Breath Alcohol Analyzers (OIML R126).

II Potrzeby społeczne i gospodarcze

1. Potrzeby zidentyfikowane międzynarodowo

Wiek XIX przyniósł powstanie kolei żelaznych i związany z tym nowy problem wpływu alkoholu na zdolność prowadzenia lokomotyw przez maszynistów. W Anglii już w 1872 roku wprowadzono prawo, wg którego karalnym było bycie *pijanym w miejscu publicznym podczas prowadzenia konia, krowy (lub innego zwierzęcia), silnika parowego lub powozu lub posiadania naładowanej broni palnej*. Dopiero w 1925 r. dołączono prowadzenie samochodów. Działanie alkoholu na organizm człowieka stało się przedmiotem wielu badań. Ujemny wpływ alkoholu na zdolności do kierowania pojazdami uwidocznił się wraz z rozwojem motoryzacji. Już w 1904 roku w USA stwierdzono, że w 19 na 25 wypadków z udziałem ofiar śmiertelnych kierowca pojazdu spożywał alkohol. Zakazy prowadzenia pojazdów mechanicznych w stanie nietrzeźwym były jednak trudne do wyegzekwowania. Wszystko to stanowiło przesłanki do poszukiwania skutecznych i miarodajnych metod określania stanu trzeźwości. Odpowiedzią na to zapotrzebowanie okazały się ilościowe analizy alkoholu w płynach ustrojowych (powietrze wydychane, krew, mocza, pot). Obecnie to analiza wydychanego powietrza stanowi podstawową metodę oceny stanu trzeźwości w większości krajów na świecie.

W zależności od przewidywanego zastosowania przyrządy do ilościowego oznaczania alkoholu w wydychanym powietrzu można podzielić na następujące grupy, dla których określono wymagania na poziomie międzynarodowym:

- 1) analizatory wydechu do celów dowodowych, dla których wymagania i metody badania opisano w zaleceniu międzynarodowym OIML R126:2021,
- 2) testery do badań wstępnych (przesiewowych), dla których wymagania i metody badania opisano w normie PN-EN 15964:2011,

- 3) testery do użytku powszechnego, dla których wymagania i metody badania opisano w normie PN-EN 16280:2013,
- 4) blokady alkoholowe:
 - stosowane z nakazu sądu wobec osób, które prowadziły w stanie nietrzeźwym, dla których wymagania i metody badania opisano w normie PN-EN 50436-1:2014,
 - stosowane w celach prewencyjnych, dla których wymagania i metody badania opisano w normie PN-EN 50436-2:2014/A1:2015.

Wszystkie ww. przyrządy wymagają użycia jednorazowego ustnika. Dla przyrządów bezustnikowych nie ma obecnie dokumentu, który określałby wymagania jakie muszą one spełnić.

Uzgodnione na poziomie międzynarodowym podstawy prawne kontroli metrologicznej analizatorów wydechu do celów dowodowych (zatwierdzenie typu i legalizację) zapewnia OIML, poprzez kolejne wydania zalecenia OIML R126 Evidential breath analyzers. Zalecenie jest przedmiotem prac podkomitetu SC7 Breath testers komitetu TC17 Instruments for physico-chemical measurements OIML, którego Polska jest członkiem uczestniczącym (z prawem głosu).

W 1986 roku Polska, jako obserwator, przystąpiła do prac w Sekretariacie Sprawozdawczym OIML SP30-Sr17 Breath testers. W latach 1987–1988 pojawiają się pierwsze projekty zalecenia OIML R126 „Przyrządy do pomiaru ilości alkoholu w wydychanym powietrzu – Etylometry”, które opiniuje Instytut Ekspertyz Sądowych (IES). Zalecenie międzynarodowe OIML R126 miało swoje pierwsze wydanie w 1998 roku, a znowelizowane, drugie wydanie, ukazało się w 2012 roku. Najnowsza nowelizacja zalecenia R126 została zatwierdzona przez Międzynarodowy Komitet Metrologii Prawnej (CIML) na 56. posiedzeniu CIML, w dniach 18, 19 i 22 października 2021 roku. Rezolucją CIML/2021/18 (punkt 9.1.1.2 porządku obrad) CIML zatwierdził ostateczny projekt nowelizacji. Nowe wydanie zalecenia R126 "Dowodowe Analizatory Wydechu" zostało opublikowane na stronie OIML 3.12.2021 r.

Udział w posiedzeniach OIML R126 dostarcza najświeższej wiedzy na temat rozwoju technicznego analizatorów wydechu, a także pozwala śledzić propozycję zapisów technicznych w nowelizowanych zaleceniach. Umożliwia też kontakt z krajowymi instytucjami metrologicznymi z całego świata i producentami analizatorów wydechu. Zalecenia międzynarodowe OIML są modelowymi przepisami ustalającymi właściwości metrologiczne wymagane od przyrządów pomiarowych oraz określającymi metody i wyposażenie do sprawdzania zgodności z tymi wymaganiami. Państwa członkowskie OIML powinny w największym możliwym stopniu wdrażać te zalecenia.

Artykuł pt. „Measuring facilities for testing breath analyzers in Poland”, który ukazał się w OIML Bulletin, vol. LVII (2016), nr 3, pozwolił na zaprezentowanie społeczności międzynarodowej stanowisk GUM do badania analizatorów wydechu i spowodował zainteresowanie tymi stanowiskami.

Bardzo ważny był udział (GUM wraz z Uniwersytetem Warszawskim) w projekcie RPT16-02 ALCOREF Certified forensic alcohol reference materials, w ramach programu EMPIR. Rezultatem udziału w projekcie jest wprowadzenie do oferty GUM nowych certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych wzorców etanolowych do stosowania w symulatorach wydechu służących do wzorcownia analizatorów. W ramach projektu odbyły się porównania międzynarodowe, w których uzyskano zadowalające wyniki, a po opublikowaniu raportów pozwolą wnioskować o wpisy CMC w bazie KCDB BIPM.

2. Potrzeby krajowe

Wyniki wskazań analizatorów wydechu mają wartość dowodową i na podstawie ich wskazań orzekane są wyroki sądowe. Uchwała Pełnego Składu Izby Karnej Sądu Najwyższego z dnia 15 lutego 1989 roku – VI KZP 10/88 (OSNKW 1989, nr 3–4, poz. 19) uznała rolę analizatorów wydechu w orzecznictwie sądowym, stwierdzając co następuje: *Analiza wydychanego powietrza na zawartość alkoholu jest pośrednią analizą krwi przepływającą przez płuca w czasie badania. Współczesne metody analityczne są tak precyzyjne i dokładne, że uzyskane za ich pomocą wyniki nie budzą zastrzeżeń, stanowiąc znaczny postęp w porównaniu z metodami tradycyjnymi. Badanie aparatem o nazwie "Alcomat" powinno być zatem traktowane w sensie dowodowym na równi z chemiczną analizą krwi.*

Aby zapewnić skuteczne egzekwowanie prawa, konieczne jest stosowanie urządzeń zapewniających miarodajne wyniki pomiarów stężenia alkoholu w wydychanym powietrzu. Ze względu na konsekwencje związane z wynikiem pomiaru ważne jest zapewnienie im odpowiedniej dokładności.

Laboratorium Wzorców Fizykochemicznych aktualnie skupia się wyłącznie na zapewnieniu spójności pomiarowej (dla terenowej administracji miar oraz akredytowanych laboratoriów wzorcujących) z gazowym wzorcem stężenia etanolu GUM odniesionym do wzorców państwowych.

Obecne przepisy krajowe nie przewidują prawnej kontroli metrologicznej analizatorów wydechu, co powoduje deregulację rynku tych urządzeń, powodując „zalanie” rynku przez urządzenia o nieustalonej jakości. W 2014 roku w laboratorium zostały przeprowadzone badania 11 różnych typów testerów i 5 probierzy trzeźwości. Na 11 testerów dwa uzyskały pozytywne wyniki (zgodności z przyjętymi kryteriami), w odniesieniu do probierzy trzeźwości nie uzyskano pozytywnych wyników. Sytuację znacznie poprawiłoby przywrócenie obowiązującej przed 2008 roku prawnej kontroli metrologicznej dla analizatorów wydechu. Każdy typ wprowadzany na rynek musiałby przejść szereg testów, które weryfikowałyby spełnienie wymagań stawianych przez przepisy. Laboratorium jest obecnie gotowe do uruchomienia usługi prowadzenia takich badań i wspiera merytorycznie starania, aby w Polsce przywrócono prawną kontrolę metrologiczną analizatorów wydechu.

Ponieważ obecnie nie ma obowiązku zatwierdzenia typu, użytkownicy regularnie wzorcują swoje analizatory, a świadectwa ich wzorcowania są respektowane w sądach jako wystarczające. Wzorcownikami zajmują się dwa okręgowe urzędy miar oraz inne laboratoria akredytowane, podczas gdy GUM zapewnia im spójność pomiarową. Od 1992 r. zapewniały ją kolejno: Laboratorium Pomiarów Gęstości w Zakładzie Fizykochemii, potem Laboratorium Badania Analizatorów Gazów, Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej w Zakładzie Fizykochemii, Pracownia Analizatorów Wydechu i Pracownia Termodynamiki w Samodzielnym Laboratorium Masy, Pracownia Wzorców Fizykochemicznych w Samodzielnym Laboratorium Chemii. Obecnie spójność laboratoriom wzorcującym przekazujemy jako Laboratorium Wzorców Fizykochemicznych w Zakładzie Chemii Fizycznej i Środowiska.

Laboratorium jest organizatorem licznych porównań międzylaboratoryjnych w kraju zgodnie z wymaganiami PN-EN ISO/IEC 17943:2011, w których pełni funkcję koordynatora i laboratorium odniesienia. Jest także producentem certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych wzorców etanolowych zgodnie z wymaganiami PN-EN ISO 17934:2017. Ponadto laboratorium wykonuje ekspertyzy dotyczące prawidłowego działania analizatorów wydechu i interpretację

wyników pomiarów dla sądów i policji oraz prowadzi szkolenia dotyczące wzorcowania analizatorów wydechu.

Laboratorium współpracowało z Uniwersytetem Warszawskim w ramach projektu 16RPT-02 ALCOREF Certified forensic alcohol reference materials, mającego na celu wsparcie metrologiczne, zapewnienie spójności pomiarowej i zapewnienie jakości pomiarów w zakresie pomiarów zawartości alkoholu w wydychanym powietrzu. Laboratorium współpracuje także z Polskim Komitetem Normalizacyjnym w Komitecie Technicznym 284 ds. Sprzętu, Narzędzi i Urządzeń Medycznych Mechanicznych.

We wrześniu 2016 roku decyzją Prezesa Głównego Urzędu Miar zostały powołane Konsultacyjne Zespoły Metrologiczne (KZM). W pracach zespołów uczestniczyli przedstawiciele producentów i użytkowników przyrządów pomiarowych, instytutów przemysłowych i badawczych oraz organów organizacji rządowej. Do zadań zespołów należało między innymi:

- identyfikowanie potrzeb przedsiębiorców i użytkowników przyrządów pomiarowych,
- prowadzenie konsultacji podczas rozwiązywania problemów metrologicznych,
- proponowanie zmian w regulacjach i przepisach prawnych, dotyczących kontroli metrologicznej przyrządów pomiarowych.

W ramach KZM do spraw technologii i procesów przemysłowych powołano Grupę Roboczą ds. analizatorów wydechu, w ramach której podjęto się prac dotyczących opracowania i budowy analizatora wydechu o najmniejszej niepewności pomiaru przyrządowej, który służyłby do określania zdolności pomiarowej stanowisk do wzorcowania analizatorów wydechu, a także podczas porównań międzylaboratoryjnych, do badania charakterystyki metrologicznej najnowszej wersji krajowego analizatora wydechu, przy opracowaniu nowych metod pomiarowych i analitycznych analizatorów wydechu, szczególnie wykrywaniu substancji interferujących, do weryfikacji wytworzonych w GUM suchych wzorców gazowych (etanol w azocie) oraz do oceny jednorodności i stabilności ciekłych wzorców etanolu podczas wytwarzania certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM). W ramach Grupy Roboczej ds. analizatorów wydechu omawiano projekt nowelizowanego zalecenia OIML R126:2012 Evidential Breath Analyzers, a także dyskutowano potrzebę przygotowania rozporządzenia dotyczącego prawnej kontroli metrologicznej analizatorów wydechu w Polsce.

W związku z pandemią wstrzymano spotkania grupy roboczej na terenie GUM, natomiast czas ten wykorzystano do kompletowania aparatury do powstającego analizatora wydechu I generacji o najmniejszej niepewności pomiaru przyrządowej. Ponowne rozpoczęcie prac budowy analizatora zaplanowano na marzec 2022 roku, po przeszkoleniu na Wydziale Fizyki Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu nowo zatrudnionego pracownika GUM, specjalisty w dziedzinie technologii optycznej.

Analizator wydechu o najmniejszej niepewności pomiaru przyrządowej zostanie zaprojektowany na zgodność z wymaganiami OIML R126:2021, jego budowa wpisuje się w program Krajowych Inteligentnych Specjalizacji – KIS 9 Elektronika i Fotonika.

III Aspekt historyczny

Początki stosowania analizatorów wydechu w Polsce przypadają na koniec lat 70. XX w. W 1978 roku Instytut Ekspertyz Sądowych (IES) wydał pierwszą opinię o analizatorze wydechu (Alcolmeter AE-D1), a w 1985 roku pozytywną opinię IES otrzymał Alcomat. W 1986 roku Biuro

Ruchu Drogowego Komendy Głównej Milicji Obywatelskiej zgłosiło potrzebę objęcia kontrolą metrologiczną analizatorów wydechu, jednak brak możliwości technicznych ówczesnego COBR Wzorców Materiałów „Wzormat” to uniemożliwił.

Przełomowa dla zastosowania w Polsce analizy alkoholu w wydychanym powietrzu do oceny stanu trzeźwości była uchwała IK SN, z dnia 15 lutego 1989 roku, IV KZP 10/88, stwierdzająca że powinna ona być traktowana w sensie dowodowym na równi z chemiczną analizą krwi. Instytut Ekspert Sadowych (IES) wydał kolejne pozytywne opinie o analizatorach: P 20 (produkowany jako Alkometr A2.0 przez firmę AWAT z Warszawy), ALERT J4X produkcji kanadyjskiej (1991), Alcotest 7410 firmy Dräger (1993), Alco-Sensor IV firmy Intoximeters z USA (1995) i Alcolmeter Lion SD 400P firmy Lion z UK.

Realne działania w Głównym Urzędzie Miar rozpoczęły się w 1992 roku, kiedy to Zakład Metrologii Ogólnej w piśmie skierowanym do Dyrektora Zakładu Fizykochemii zasygnalizował potrzebę kontroli metrologicznej analizatorów wydechu (do pisma dołączono protokół z kontroli metrologicznej przeprowadzonej w Wydziale Ruchu Drogowego Komendy Wojewódzkiej Policji we Wrocławiu).

W latach 1993–1994 Laboratorium Pomiarów Gęstości przygotowywało się do wprowadzenia kontroli metrologicznej analizatorów wydechu. Wynikiem tych prac było opracowanie podstaw metrologicznych badania przyrządów oznaczających zawartość par alkoholu w wydychanym powietrzu. Pierwsze opinie zaczęły być wydawane w 1995 roku. W tym samym roku ówczesny Kierownik Laboratorium Pomiarów Gęstości odbył pierwszą zagraniczną wizytę w Laboratorium Pomiarów Gęstości w BfArM (obecnie Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)) i zapoznał się z budową i działaniem tamtejszego stanowiska do sprawdzania analizatorów wydechu. W latach 1997–1998 odbyły się trzy kolejne wizyty pracowników laboratorium w zagranicznych krajowych instytucjach metrologicznych - NMI (NPL, LNE i BEV) i zapoznano się z ich stanowiskami symulatora wydechu.

W 1994 roku Polska została członkiem podkomitetu technicznego OIML TC 17/SC7 Breath testers, a w latach 1996–1997 przedstawiciel GUM wziął udział w międzynarodowym posiedzeniu i głosowaniu dotyczącym zalecenia OIML R126:1998, które ukazało się w 1998 roku i które jest podstawowym dokumentem dotyczącym wymagań dla dowodowych analizatorów wydechu.

W 1997 roku prowadzone były konsultacje społeczne projektów zarządzeń w sprawie wprowadzenia przepisów metrologicznych i instrukcji sprawdzania dowodowych analizatorów wydechu, a w 1999 roku GUM rozpoczyna prawną kontrolę metrologiczną tych przyrządów. W roku 2001 Laboratorium Pomiarów Gęstości przygotowało „Wytyczne dla pracowników służby miar legalizujących dowodowe analizatory wydechu w punktach legalizacyjnych i w terenowej służbie miar”. Prezes GUM wydał pierwsze decyzje zatwierdzenia typu analizatorów wydechu. W 2002 roku zostały utworzone pierwsze punkty legalizacyjne.

W 2003 roku MGPIPS wydało rozporządzenie w sprawie wymagań metrologicznych, którym powinny odpowiadać analizatory wydechu, a w wydanym w 2004 roku rozporządzeniu MGPIPS w sprawie prawnej kontroli metrologicznej przyrządów pomiarowych podany został szczegółowy zakres badań i sprawdzeń tych przyrządów.

W roku 2006 prace nad projektem rozporządzenia o analizatorach wydechu przejął Departament Regulacji Gospodarczych Ministerstwa Gospodarki. W tym czasie PCA przyznało pierwsze akredytacje w tej dziedzinie dla okręgowych urzędów miar oraz laboratoriów wzorcujących spoza administracji miar.

Od 1 stycznia 2008 roku analizatory wydechu nie podlegają prawnej kontroli metrologicznej, zgodnie z rozporządzeniem MG w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli. Na stronie internetowej MG i GUM pojawiły się komunikaty dotyczące wzorcowania analizatorów wydechu i interpretacji wyników w oparciu o dane zawarte w świadectwie wzorcowania.

Od 2008 roku pracownicy laboratorium biorą czynny udział w pracach komitetu technicznego OIML TC 17/SC7, dotyczących nowelizacji zalecenia OIML R126 Evidential Breath Analyzers i biorą udział w wizytach technicznych w NMI organizujących posiedzenie. GUM był organizatorem posiedzenia podkomitetu OIML TC17/SC7, które odbyło się w siedzibie GUM w Warszawie w dniach od 14 do 16 lutego 2018 roku. Zaproszeni goście zwiedzili Pracownię Analizatorów Wydechu i zapoznali się ze stanowiskami pomiarowymi.

W latach 1994–2008 stanowisko do wzorcowania analizatorów wydechu było kilkakrotnie modyfikowane. Początkowo był to układ dwóch lub trzech butli połączonych szeregowo i umieszczonych w termostacie, zgodnie z opisem zamieszczonym w zaleceniu R126:1998.



Stanowisko do badania i wzorcowania analizatorów wydechu w roku 1994

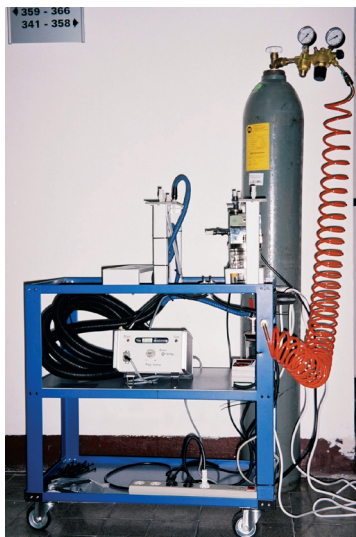
W 2002 roku stanowisko pomiarowe złożone było z następujących urządzeń: układu dwóch połączonych szeregowo symulatorów typu Guth 34C, układu dwóch litrowych butli, wyposażonych w spieki szklane do barbotażu, połączonych szeregowo za pomocą węży silikonowych i umieszczonych w termostacie Julabo 31A. Jedna z butli wyposażona była dodatkowo w króciec do umocowania czujnika termometru, ogrzewany tłok z ogrzewanym wężem i kompresor do zasilania powietrzem oraz termometry oporowe typu CKT 100 w krótkich osłonach metalowych.



Symulator wydechu typu Guth 34C

Stężenie masowe przygotowywanych grawimetrycznie ciekłych wzorców etanolowych było dodatkowo sprawdzane za pomocą gęstościomierza oscylacyjnego typu DMA 5000.

Stanowisko opisane powyżej po latach eksploatacji uległo zużyciu i zostało częściowo zastąpione stanowiskiem składającym się z następujących elementów: butli z powietrzem zawierającym 5 % CO₂, elektrozaworu ze sterownikiem czasowym, termostatowanego węża z regulatorem temperatury, dwóch symulatorów wydechu firmy GUTH 34C z termometrami rtęciowymi, elementu tłumiącego falę uderzeniową podczas otwierania elektrozaworu (naczynie o pojemności ok. 1 l) oraz węża elastycznego. Stanowisko było obsługiwane ręcznie.

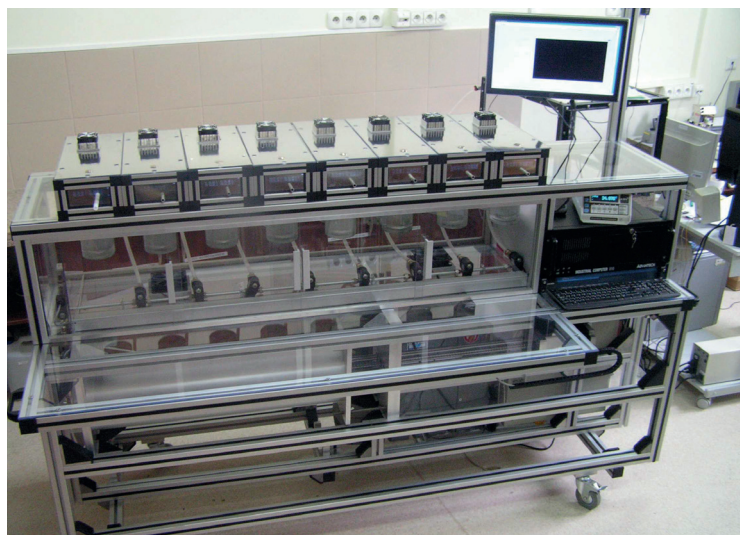


Stanowisko do badania i wzorcowania analizatorów wydechu w roku 2007

Należy przy tym zwrócić uwagę, że stanowisko, którym w latach 2000–2004 dysponowało laboratorium, tj. z ogrzewanym tłokiem i dwoma kompletami symulatorów (typu Guth 34C i butle szklane), zapewniało znacznie lepsze parametry wytwarzanych wzorców niż stanowisko późniejsze.

Od 2009 roku powyższe stanowisko zaczął modernizować pracownik laboratorium, główny metrolog Robert Kordulasiński (stanowisko otrzymało nowe przewody termostatujące powietrze z butli, programowy sterownik PID, układ do tłumienia fali uderzeniowej). Ponadto zbadał możliwości metrologiczne posiadanych symulatorów wydechu, wykonał ich regulację, wyposażył stanowisko w układ do wstępnego barbotażu, przystosował posiadany przez laboratorium analizator wydechu Alkometr A 2.0 do analizy mierzonych sygnałów, wykonał program do sterowania stanowiska i rejestrowania mierzonych wielkości fizycznych oraz układ do sterowania przepływem gazu.

W latach 2011–2014 ten sam pracownik zbudował stanowiska pomiarowe do badania analizatorów wydechu, z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych etanolu wytwarzanych z wodnych roztworów wzorcowych oraz z zastosowaniem suchych wzorców gazowych, a także stanowisko do wytwarzania wzorców gazowych etanolu w azocie.



Widok stanowiska badania analizatorów wydechu z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych, 2014 r.



Widok stanowiska do wytwarzania suchych wzorców gazowych etanolu, 2014 r.



Widok stanowiska do badania analizatorów wydechu z zastosowaniem suchych wzorców gazowych, 2014 r.

W roku 2010 laboratorium wzięło udział w pierwszych porównaniach międzynarodowych EURAMET 1112 Comparison on mixtures of etanol in water-saturated air, uzyskując wyniki zadowalające. W latach 2010–2011 laboratorium zorganizowało pierwsze krajowe porównania międzylaboratoryjne dotyczące wzorcowania analizatorów wydechu, w których wzięło udział 6 laboratoriów akredytowanych. Porównania pozwoliły na zidentyfikowanie i wyeliminowanie problemów w procedurach wzorcowania.

W latach 2014–2016 laboratorium zorganizowało drugi cykl porównań międzylaboratoryjnych, w których wzięło udział dziesięć laboratoriów. Podobnie jak w pierwszym cyklu obiektem porównań był stacjonarny dowodowy analizator wydechu Intox II EC/IR, produkcji Intoximeters Inc. (USA). Trzy wyniki (z 40 ogółem) w dwóch laboratoriach uczestniczących były niezadowalające, tj. wskaźnik E_n wyniósł powyżej 1. Laboratoria te powtórzyły uczestnictwo w porównaniach z wynikiem zadowalającym. W latach 2017–2020 laboratorium organizowało porównania dwustronne, zgodnie z potrzebami laboratoriów wzorcujących na żądanie zainteresowanych. Jako obiekt porównań wprowadzono nowy analizator Alcotest 9510 IR+EC, firmy Draeger. Od 2021 roku w stałej ofercie GUM jest program porównań międzylaboratoryjnych, organizowanych zgodnie z wymaganiami PN-EN ISO/IEC 17943:2011. W programie w 2021 roku uczestniczyło 8 laboratoriów i wszystkie uzyskały wyniki zadowalające.

W 2016 roku laboratorium zgłosiło akces do projektu EMPIR RPT16-02 Certified forensic alcohol reference material ALCOREF. Projekt był realizowany w okresie od 1.09.2017 do 28.02.2021. Ogólnym celem projektu było umożliwienie krajowym instytucjom metrologicznym lub instytucjom desygnowanym zdobycia wiedzy potrzebnej do budowy ich potencjału badawczego w zakresie wytwarzania i wprowadzenia do swojej oferty nowych certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM) – wodnych roztworów etanolu do wzorcowania analizatorów wydechu. Koordynatorem projektu był Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM).

W ramach projektu ALCOREF w GUM:

- opracowano procedury wytwarzania i certyfikowania CRM i udokumentowano je w postaci instrukcji postępowania,
- wykonano komorę rękawicową (suchą komorę) do wykonywania czynności z etanolem bezwodnym,
- wykonano układ konfekcjonowania certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych roztworów etanolu do opakowań jednostkowych,
- potwierdzono kompetencje w zakresie wyznaczania czystości etanolu polegającym na obliczeniu ułamka masowego etanolu z użyciem międzynarodowych tablic alkoholometrycznych, na podstawie pomiaru gęstości wykonanym na gęstościomierzu oscylacyjnym poprzez udział w porównaniu między partnerami projektu,
- przeprowadzono badania jednorodności i stabilności niezbędne do certyfikowania CRM,
- potwierdzono kompetencje GUM w zakresie wytwarzania CRM i zdolności pomiarowych poprzez porównania międzylaboratoryjne EURAMET.QM-S13 i EURAMET.QM-S14 zorganizowane w ramach EURAMET TC-MC (po opublikowaniu raportów umożliwią uzyskanie wpisów CMC w bazie BIPM KCDB).

W 2017 roku kompetencje związane z wzorcowaniem analizatorów wydechu metodą wilgotnych wzorców gazowych zostały pozytywnie ocenione w ramach ocen wzajemnych *peer review* (Projekt EURAMET TC-Q No 1109).

Stanowiska do badania analizatorów są stale modernizowane i ulepszone, na podstawie doświadczeń zebranych podczas ich intensywnej eksploatacji. W 2016 r., a potem w latach 2018–2020, zmodernizowano i unowocześniono stanowisko do badania analizatorów wydechu z zastosowaniem wzorców wilgotnych, a w 2019 roku zmodernizowano stanowiska do badania analizatorów wydechu z użyciem suchych wzorców gazowych etanolu.

W 2019 roku zakupiono titrator TL 7500 KF trace M2 i wdrożono metodę oznaczania wody w etanolu techniką kulometrycznego miareczkowania Karla Fischera (CKF), która pozwoliła na niezależną weryfikację wyników wyznaczania czystości etanolu uzyskanych na podstawie pomiarów gęstości.

W 2020 roku w wyniku udziału w projekcie ALCOREF do oferty GUM wprowadzone zostały nowe CRM – wodne wzorce etanolowe.

IV Plany rozwojowe

1. Infrastruktura metrologiczna

W ramach planów rozwojowych będą utrzymywane i modernizowane następujące stanowiska odniesienia:

- stanowisko do badania analizatorów wydechu z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych wytwarzanych z wzorców ciekłych, m.in. rozbudowa o układ pomiaru temperatury w naczyniach barbotażowych do wstępnego nasycania gazu nośnego parami etanolu i pary wodnej, modyfikacja i rozbudowa oprogramowania sterującego stanowiskiem, budowa modułu referencyjnego w oparciu o komercyjne symulatory wydechu,
- stanowisko do badania analizatorów wydechu z zastosowaniem suchych wzorców gazowych etanolu, m.in. modyfikacja stanowiska umożliwiająca generowanie profilu wydechu o zmiennym stężeniu etanolu – zakup i instalacja dwóch masowych kontrolerów przepływu,
- stanowisko do grawimetrycznego sporządzania wodnych roztworów wzorcowych etanolu i certyfikowanych materiałów odniesienia etanolu w roztworze wodnym, w tym zapewnienie możliwości pomiarów czystości etanolu – uzupełnienie wyposażenia pomiarowego o dedykowany do tego celu chromatograf gazowy (GC-FID),
- stanowisko do grawimetrycznego wytwarzania wzorców gazowych etanolu w azocie (obecnie stanowisko przekazane do Laboratorium Analizy Gazów),
- stanowisko do sprawdzania wpływu ciśnienia na analizatory wydechu.

Ponadto planowana jest realizacja następujących zadań:

- doskonalenie metod pomiarowych i zdolności pomiarowych we współpracy z producentami przyrządów pomiarowych,
- pozyskiwanie pojawiających się na rynku najdokładniejszych analizatorów i przyrządów wykorzystujących nowe technologie pomiarowe i nowatorskie rozwiązania, aby móc śledzić na bieżąco postęp technologiczny i dostosowywać możliwości pomiarowe do zmieniających się potrzeb – budowa analizatora wydechu o najmniejszej niepewności pomiaru przyrządowej.

2. Współpraca krajowa

Przed krajową instytucją metrologiczną w omawianym zakresie stoją następujące zadania:

- zapewnić spójność pomiarową dla laboratoriów akredytowanych, policji i klientów zagranicznych,

- kontynuować organizowanie krajowych porównań międzylaboratoryjnych dotyczących wzorcowania analizatorów wydechu zgodnie z wymaganiami z PN-EN ISO/IEC 17943:2011 na potrzeby krajowych laboratoriów akredytowanych i ubiegających się o akredytację,
- kontynuować prowadzenie szkoleń na temat wzorcowania analizatorów wydechu oraz wykonywanie ekspertyz dotyczących analizatorów,
- zapewnić możliwości techniczne i kadrowe w przypadku przywrócenia kontroli metrologicznej analizatorów wydechu,
- współpracować z instytucjami rządowymi w celu identyfikacji aktualnych i przyszłych potrzeb,
- współpracować z Polskim Komitetem Normalizacyjnym przy opracowywaniu norm,
- współpracować z Polskim Centrum Akredytacji, w ramach której pracownicy GUM są audytorami technicznymi,
- poszerzać wiedzę naukową, uczestnicząc w programach naukowo-badawczych oraz śledząc literaturę przedmiotu,
- utrzymać system jakości zgodny z wymaganiami CIPM MRA,
- współpracować z producentami analizatorów wydechu w celu wspierania i inspirowania rozwoju krajowego przemysłu przy budowie analizatora wydechu o najmniejszej niepewności przyrządowej, a następnie analizatora wydechu użytkowego spełniającego zalecenia OIML R126,
- oceniać zdolność pomiarową stanowisk do badania i wzorcowania analizatorów wydechu,
- kontynuować produkcję CRM zgodnych z wymaganiami PN-EN ISO 17034:2017 i wg potrzeb interesariuszy.

3. Współpraca międzynarodowa

Propozycje działań GUM na arenie międzynarodowej w omawianym zakresie:

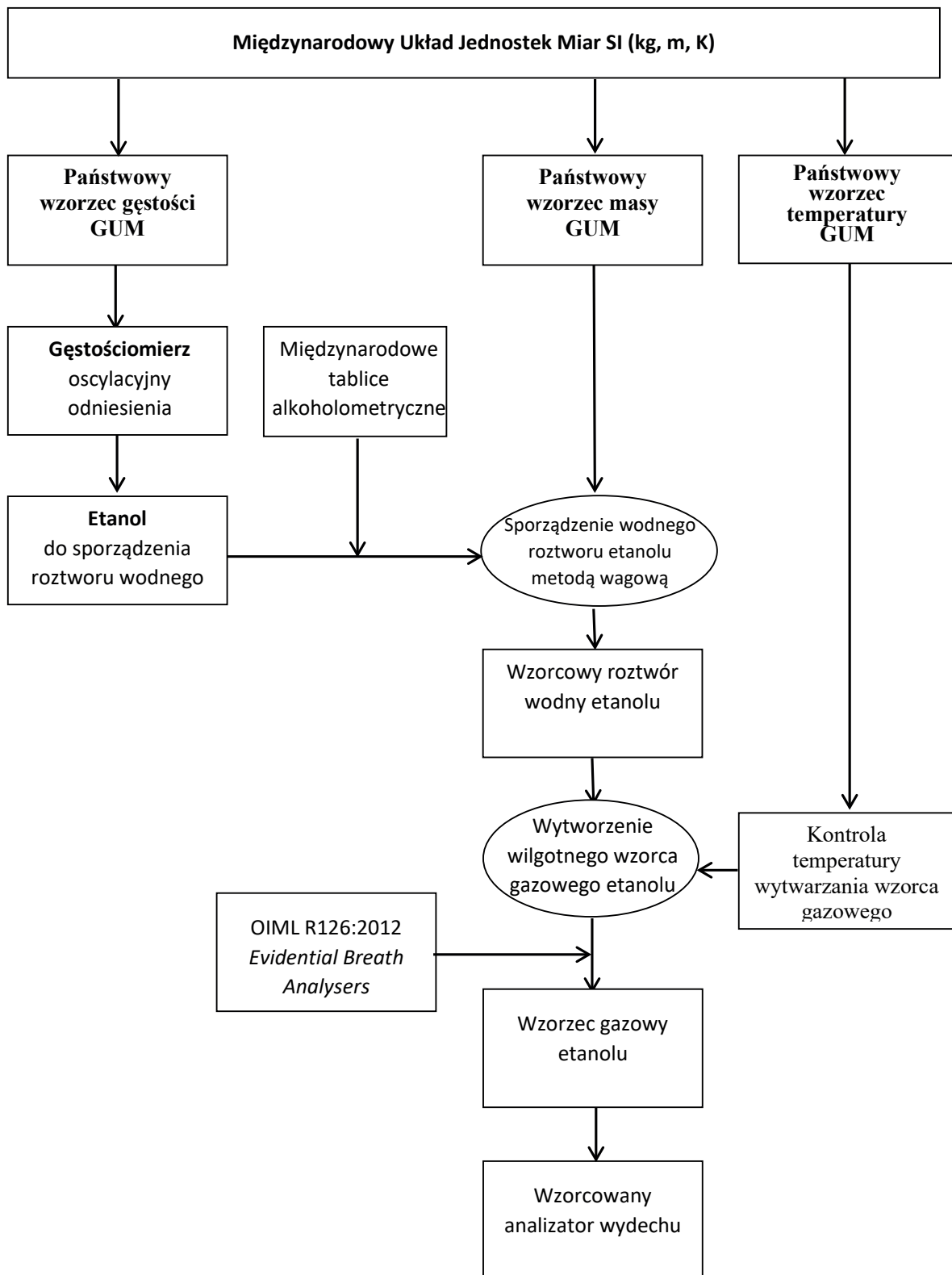
- uczestniczyć w porównaniach międzynarodowych z innymi NMI organizowanych przez CIPM lub RMO,
- współpracować z innymi NMI, z regionalnymi i międzynarodowymi organizacjami jak OIML i reprezentować Polskę w tych organizacjach,
- organizować w przyszłości porównania międzynarodowe, wykorzystując zbudowany w ramach Konsultacyjnych Zespołów Metrologicznych analizator wydechu o najmniejszej niepewności przyrządowej,
- uczestniczyć w programach naukowo-badawczych, np. EMPIR dotyczących analizatorów wydechu,
- uczestniczyć w badaniach jednorodności i stabilności suchych wzorców gazowych (etanol w azocie).

V Krajowy system metrologiczny dotyczący analizatorów wydechu

1. Spójność pomiarowa

W GUM utrzymywane są wzorce odniesienia, do których odnoszone są podstawowe pomiary dotyczące analizatorów wydechu. Część tych pomiarów, bez których nie byłby możliwy poprawny i dokładny pomiar podstawowych parametrów, odnoszona jest do wzorców utrzymywanych w innych laboratoriach GUM. W 2017 r. kompetencje laboratorium w zakresie wzorcowania

analizatorów wydechu metodą wilgotnych wzorców gazowych zostały pozytywnie ocenione w ramach ocen wzajemnych *peer review* (Projekt EURAMET TC-Q No 1109).



2. Aktualne możliwości pomiarowe


Wielkość	Zakres i niepewność pomiaru
Stężenie masowe etanolu w wydychanym powietrzu (mg etanolu w 1 L powietrza)	Przedział pomiarowy: (0,050 ÷ 3,000) mg/l Niepewność rozszerzona: (0,001 ÷ 0,030) mg/l

3. Wytwarzane certyfikowane materiały odniesienia

Wielkość	Zakres i niepewność pomiaru
Ułamek masowy etanolu w roztworze wodnym (g etanolu w 1 kg roztworu)	Przedział pomiarowy: (0,127 ÷ 5,06) g/kg. Niepewność rozszerzona: (0,020 ÷ 0,030) g/kg



Opakowania jednostkowe CRM po konfekcjonowaniu

 Główny Urząd Miar ZAKŁAD CHEMII FIZYCZNEJ I ŚRODOWISKA WARSZAWA ul. Elektoralna 2	Wodny roztwór wzorcowy etanolu Nr GUM 12.4
	Ułamek masowy etanolu $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 1,035 \text{ g/kg}$ Nr serii: 0.40.2020.10.14.A.PJ Ważny do: 14.04.2021

Przykładowa etykieta CRM

VI Wykaz dokumentów związanych z analizatorami wydechu

1. Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2014/32/UE z dnia 26 lutego 2014 r. w sprawie harmonizacji ustawodawstw państw członkowskich odnoszących się do udostępniania na rynku przyrządów pomiarowych
2. Rozporządzenie Ministra Rozwoju z dnia 2 czerwca 2016 r. w sprawie wymagań dla przyrządów pomiarowych (Dz. U. 2016 poz. 815)
3. Rozporządzenie Ministra Gospodarki z dnia 25 maja 2006 r. w sprawie liczbowych danych odniesienia dla mieszanin alkoholu etylowego i wody (Dz. U. 2006 nr 106 poz. 716)
4. OIML International Recommendation R22, International Alcoholometric Tables, Edition 1975
5. OIML International Recommendation R 126, Evidential Breath Analyzers, Edition 1998(E)
6. OIML International Recommendation R 126, Evidential Breath Analyzers, Edition 2012(E)
7. OIML International Recommendation R 126, Evidential Breath Analyzers, Edition 2021(E)
8. PN-EN 15964:2011 Testery alkoholu w wydychanym powietrzu inne niż jednorazowego użytku – Wymagania i metody badań
9. PN-EN 16280:2013 Testery alkoholu w wydychanym powietrzu do użytku powszechnego – Wymagania i metody badań
10. PN-EN 50436-1:2014 Blokady alkoholowe – Metody badania i wymagania dotyczące parametrów – Część 1: Urządzenia przeciwdziałające prowadzeniu pojazdów przez nietrzeźwych kierowców
11. PN-EN 50436-2:2014 Blokady alkoholowe – Metody badania i wymagania dotyczące parametrów – Część 2: Przyrządy podstawowego zapobiegania mające ustnik i mierzące alkohol w wydychanym powietrzu
12. PN-EN ISO 17034:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji producentów materiałów odniesienia
13. ISO Guide 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions
14. PKN-ISO Guide 31:2018 Materiały odniesienia – Zawartość certyfikatów, etykiet i dokumentacji towarzyszącej
15. PKN-ISO Guide 33:2018 Materiały odniesienia – Dobra praktyka przy stosowaniu materiałów odniesienia
16. PKN-ISO Guide 35:2018 Materiały odniesienia – Wytyczne dotyczące charakteryzowania oraz oceny jednorodności i stabilności
17. PN-EN ISO 6142-1:2015 Analiza gazu. Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych. Część 1: Metoda wagowa dla mieszanin 1 rzędu
18. PN-EN ISO/IEC 17043:2011 Ocena zgodności – Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości

VII Wykaz publikacji pracowników GUM związanych z analizatorami wydechu

1. M. Skoczylas, J. Wasilewska, *Wytyczne dla pracowników służby miar legalizujących analizatory wydechu w punktach legalizacyjnych i w terenowej służbie miar*, wyd. I, 2001 r., wyd. II, 2006 r., wyd. V, 2008 r.
2. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Stanowiska pomiarowe do badania analizatorów wydechu*, VI Kongres Metrologii, materiały konferencyjne, 2013 r.
3. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Stanowiska pomiarowe do badania analizatorów wydechu*, Metrologia i Probiernictwo, 2013, nr 2, s. 17–19
4. P. Janko, R. Kordulasiński, *Analiza czynników wpływających na niepewność wyznaczonej zawartości etanolu w sporządzonych grawimetrycznie wodnych roztworach wzorcowych do wzorcowania analizatorów wydechu*, 7 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 2015 r.
5. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, P. Kolasiński, E. Lenard, P. Janko, G. Ochman, *OIML R126 Measuring facilities for testing breath analyzers in Poland*, OIML Bulletin Vol. LVII, No 3, July 2016
6. P. Janko, R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Zastosowanie unikatowego stanowiska do badania analizatorów wydechu do przeprowadzenia porównań międzylaboratoryjnych w latach 2014-2015*, VII Kongres Metrologii, 2016 r.
7. P. Janko, R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Krajowe porównania międzylaboratoryjne w dziedzinie wzorcowania analizatorów wydechu*, Metrologia i Probiernictwo, 2016, nr 3–4, s. 14–28
8. P. Janko, R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *National interlaboratory comparisons in the field of breath alcohol analyzers calibration, performed in Poland*, 2014–2016, Accreditation and Quality Assurance (2017), 22(6), p. 335-345
9. P. Janko, *Udział GUM w projekcie badawczym 16RPT02 ALCOREF: Certyfikowane materiały odniesienia alkoholu w wodzie w ramach europejskiego programu badawczego EMPIR*, 8 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 2017 r.
10. P. Janko, P. Kolasiński, G. Ochman, *Badanie wpływu substancji interferujących na wskazania analizatorów wydechu*, 8 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 2017 r.
11. P. Janko, R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Wodne roztwory etanolu do wzorcowania analizatorów wydechu sporządzane metodą wagową*, Metrologia i Probiernictwo, 2017 nr 3–4, s. 17–26
12. P. Janko, R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Wzorcowanie analizatorów wydechu*, Metrologia i Probiernictwo, 2018, nr 3–4, s. 17–26
13. P. Janko, *Certyfikowane materiały odniesienia etanolu w wodzie. Planowane rozszerzenie oferty GUM (udział w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF)*, I-sza Konferencja nt. materiałów odniesienia RM'19, 06.2019
14. P. Janko, *Certyfikacja nowych materiałów odniesienia – wodnych roztworów etanolu do badania i wzorcowania analizatorów wydechu (projekt EMPIR 16RPT02 ALCOREF)*, I-sza Konferencja nt. materiałów odniesienia RM'19, 06.2019
15. P. Janko, E. Malejczyk, M. Nawotka, *Opracowanie nowych certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych roztworów wzorcowych etanolu. Rezultaty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF*, 9 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 2019 r.

16. E. Malejczyk, P. Janko, J. Karasiński, J. Torres, *Ocena jednorodności i stabilności certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych wzorców etanolowych*, 9 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 2019 r.
17. P. Janko, *Budowa układu konfekcjonowania certyfikowanych materiałów odniesienia w postaci wodnych roztworów etanolu do opakowań jednostkowych*, Metrologia i Probiernictwo, 2019, nr 2, s. 17–23
18. P. Janko, E. Malejczyk, M. Nawotka, *Efekty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF: Rozszerzenie oferty o nowe certyfikowane materiały odniesienia – wodne wzorce etanolu*, Metrologia i Probiernictwo, 2020, nr 2, s. 27–46
19. P. Janko, *Cykl porównań międzylaboratoryjnych w dziedzinie wzorcowania analizatorów wydechu organizowanych przez GUM w 2021 r.*, Metrologia i Probiernictwo, 2021, nr 2, s. 27–38

Prace badawcze nieopublikowane (sprawozdania z prac badawczo-rozwojowych GUM)

1. J. Wasilewska, E. Lenard, M. Jelińska, *Opracowanie podstaw metrologicznych badania przyrządów oznaczających zawartość par alkoholu w wydychanym powietrzu (dowodowych analizatorów wydechu), w celu objęcia ich obowiązkiem legalizacji*, 1995 r.
2. M. Skoczylas, B. Sitarska, *Opracowanie metrologicznych metod określania zawartości etanolu we wzorcach ciekłych stosowanych w symulatorach wydechu*, 1998 r.
3. E. Lenard, J. Wasilewska, M. Jelińska, *Pomiary zawartości etanolu w wydychanym powietrzu, materiały szkoleniowe*, 1998 r.
4. E. Lenard, J. Wasilewska, M. Jelińska, *Podstawy metrologiczne badania dowodowych analizatorów wydechu*, Metrologia i Probiernictwo, 1998 r.
5. M. Skoczylas, J. Wasilewska, P. Fotowicz, *Szacowanie niepewności wyznaczenia błędów wskaźników dla analizatorów wydechu*, 2008 r.
6. J. Wasilewska, E. Lenard, R. Kordulasiński, *Opracowanie i weryfikacja metod wzorcowania analizatorów wydechu w celu dostosowania procedur pomiarowych i obliczeniowych do nowelizowanego zalecenia OIML R126, projektu normy CEN/TC 367 oraz nowej sytuacji prawnej w Polsce (po zniesieniu obowiązku legalizacji)*, 2008 r.
7. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, B. Sokołowska, *Opracowanie i weryfikacja metod wzorcowania analizatorów wydechu w celu dostosowania procedur pomiarowych i obliczeniowych do nowelizowanego zalecenia OIML R126*, 2009 r. oraz 2010 r.
8. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, E. Lenard, *Budowa układu symulacji ludzkiego wydechu – „sztucznego płuca”*, 2011 r.
9. R. Kordulasiński, *Budowa układu do badania analizatorów wydechu metodą suchych wzorców gazowych*, 2012 r.
10. R. Kordulasiński, P. Kolasiński, *Budowa układu do wytwarzania mieszanin etanolu i azotu*, 2012 r.
11. R. Kordulasiński, P. Kolasiński, *Walidacja stanowisk pomiarowych do badania analizatorów wydechu*, 2014 r.
12. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, *Badanie chemicznych testerów alkoholu w wydychanym powietrzu – probierzy trzeźwości*, 2014 r.
13. R. Kordulasiński, J. Wasilewska, *Badanie elektronicznych testerów alkoholu w wydychanym powietrzu do użytku osobistego*, 2014 r.
14. P. Janko, R. Kordulasiński, *Badanie wpływu higroskopijności etanolu na wartość ułamka*

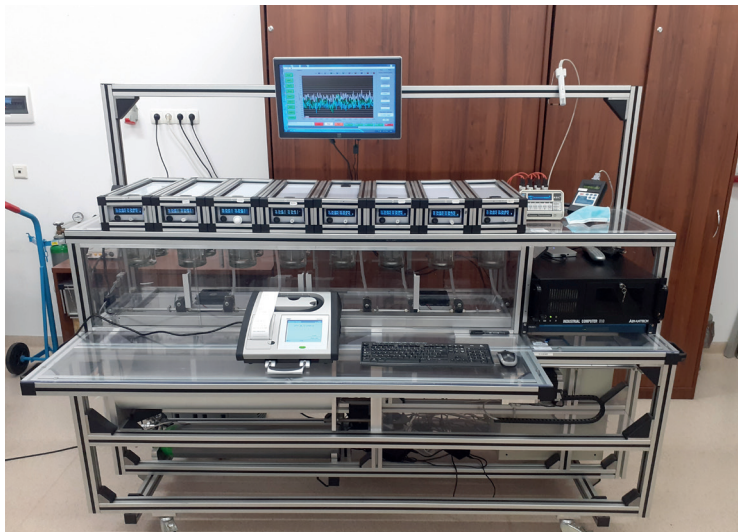
masowego etanolu i jego niepewność w sporządzanych grawimetrycznie wodnych roztworach wzorcowych stosowanych w symulatorze wydechu, 2015 r.

15. P. Janko, J. Wasilewska, *Precyzja wyników oznaczania etanolu analizatorami wydechu, 2015 r.*
16. P. Janko, P. Kolasiński, G. Ochman, J. Wasilewska, *Badanie wpływu substancji interferujących na odpowiedź analizatora wydechu wg p. 5.10.2 i p. 11.4.6 OIML R126:2012, 2016 r.*
17. P. Janko, *Uzupełnienie walidacji stanowiska pomiarowego do badania analizatorów wydechu metodą wilgotnych wzorców gazowych etanolu, 2016 r.*
18. M. Nawotka, P. Janko, *Modernizacja oprogramowania stanowiska do generowania wzorca etanolu, 2017 r.*
19. P. Janko, M. Nawotka, *Budowa komory rękawicowej (suchej komory), 2018 r.*
20. P. Janko, *Budowa układu konfekcjonowania certyfikowanych materiałów odniesienia - wodnych roztworów etanolu - do opakowań jednostkowych, 2019 r.*

Stanowiska pomiarowe

Stanowisko pomiarowe do badania i wzorcowania analizatorów wydechu z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych etanolu

Status: wzorzec odniesienia



Widok stanowiska wilgotnych wzorców gazowych i analizatora Alcotest 9510 IR+EC

Stanowisko zostało zaprojektowane i zbudowane w GUM (autor projektu i główny wykonawca Robert Kordulasiński) i modyfikowane w latach 2017–2020. Pozwala na generowanie wilgotnego wzorca gazowego etanolu o zadanym profilu przepływu. Wzorzec gazowy jest wytwarzany *in situ* z wodnych roztworów wzorcowych. Wykorzystuje się fakt, że zgodnie z prawem Henry'ego stężenia etanolu w fazie wodnej γ i w fazie gazowej β pozostają w danych warunkach temperatury t w stałym stosunku. Jako zależność wiążącą obie wielkości przyjmuje się równanie Dubowskiego, zgodnie z zaleceniem OIML R126:2021, 2012 i 1998:

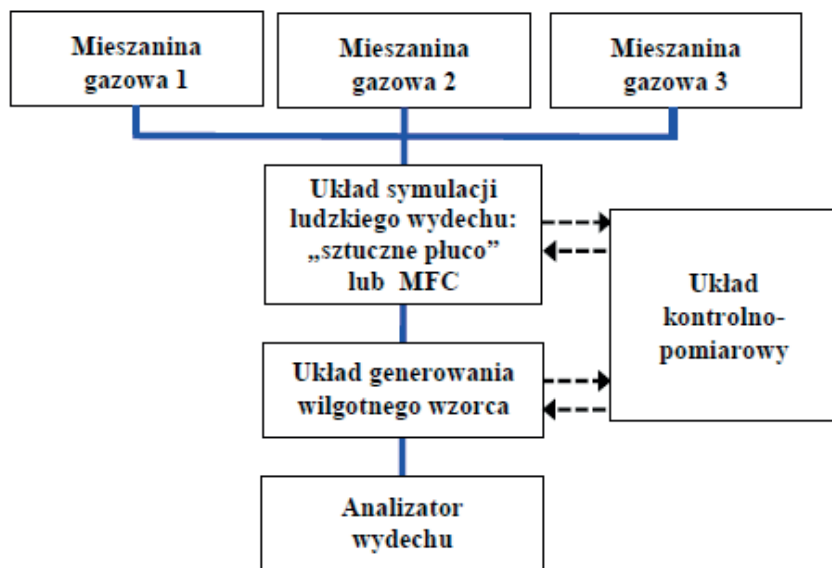
$$\beta = 0,041\,45 \times 10^{-3} \gamma e^{0,065\,83 t}$$

Po przekształceniach można otrzymać równanie:

$$\beta = 0,041\,45 \left[A_1 w + \sum_{k=2}^{12} A_k w^k + w \sum_{k=1}^6 B_k (t - 20)^k + \left(\sum_{j=1}^5 \sum_{k=1}^{11} C_{j,k} w^{k+1} (t - 20)^j \right) \right] e^{0,065\,83 t}$$

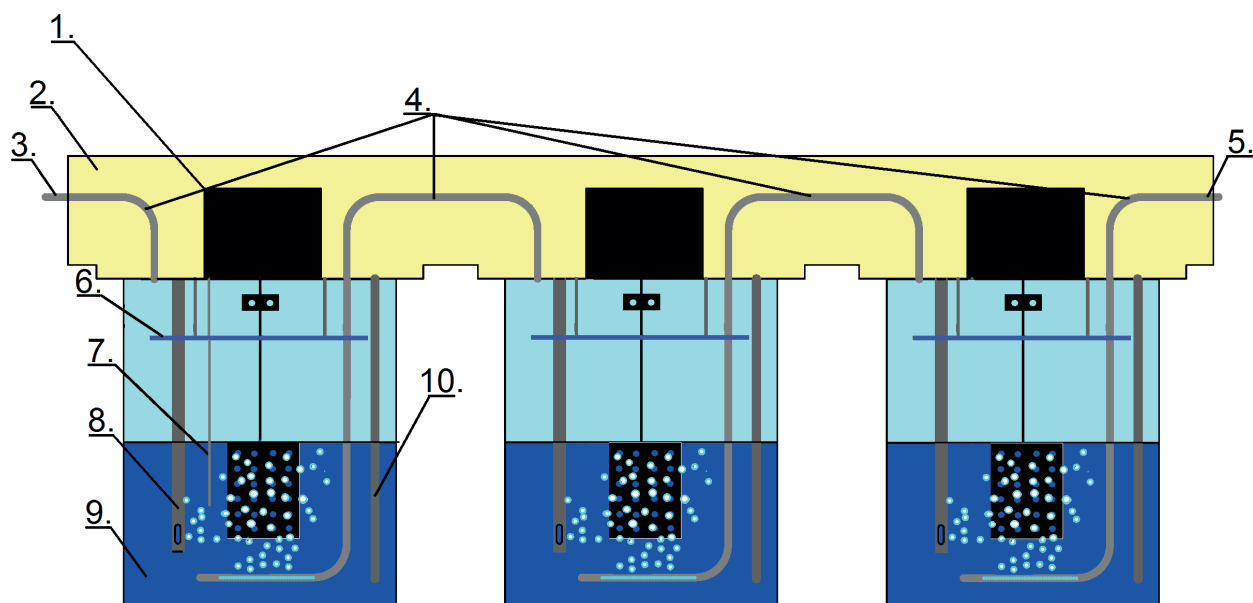
w którym stężenie w wytworzonym wzorcu gazowym jest funkcją dwóch zmiennych niezależnych: temperatury generowania gazu t oraz ułamka masowego etanolu w roztworze w .

Stanowisko posiada 8 kanałów (torów pomiarowych), na każdy z nich składają się połączone szeregowo trzy naczynia barbotażowe, zawierające ten sam roztwór wodny alkoholu, termostатовane w temperaturze $t = 34$ °C. Powietrze przechodzące przez układ jest nasycane parą wodną i etanolem o stężeniu masowym określonym przez ww. równanie. Sterowanie pomiarem i rejestracją danych pomiarowych zapewnia aplikacja napisana w środowisku LabVIEW.



——— Układ pneumatyczny
 - - - -> Dane kontrolno - pomiarowe
 MFC – masowy regulator przepływu

Schemat stanowiska



- | | |
|---|---|
| 1. mieszadło szybkoobrotowe, | 7. czujnik temperatury układu pomiarowego (ASL F200), |
| 2. komora o kontrolowanej temperaturze 34 °C, | 8. czujnik temperatury kontrolera, |
| 3. wyjście wzorca etanolowego z generatora, | 9. wzorec wodny etanolu, |
| 4. przewody prowadzenia wzorca i do barbotażu, | 10. grzałka o mocy 70 W i napięciu roboczym 24 V. |
| 5. wejście gazu nośnego do generatora wzorca wilgotnego, | |
| 6. zabezpieczenie przeciw wydostawaniu się cieczy z układu barbotażowego, | |

Schemat pojedynczego kanału (toru) pomiarowego

Stanowisko umożliwia wykonywanie badań przewidzianych w zaleceniu OIML R126:2012 Evidential Breath Analyzers, zapewniając mniejszą niepewność stężenia masowego etanolu w generowanym wzorcu, niż wymagana jest tym zaleceniem.

Stanowisko pomiarowe do badania analizatorów wydechu z zastosowaniem suchych wzorców gazowych etanolu

Status: wzorzec odniesienia



Widok stanowiska suchych wzorców gazowych i analizatora Alkometr A2.0/04

Stanowisko zostało zaprojektowane i zbudowane w GUM (autor projektu i główny wykonawca Robert Kordulasiński). Stanowisko stanowi zestaw 10 butli zawierających mieszaniny wzorcowe etanolu i/lub etanolu i substancji interferującej w azocie oraz układ pneumatyczny doprowadzający gaz do badanego analizatora sterowany aplikacją w środowisku LabVIEW. Ciśnienie gazu jest wstępnie zredukowane do poziomu ok. 2,5 bar, gaz jest podgrzany do temperatury 34 °C. Generowany jest „wydech” z zadaniem przez użytkownika profilem przepływu.

Wzorce gazowe butlach są przygotowane zgodnie z normą PN-EN ISO 6142-1:2015-12 *Analiza gazu. Sporządzanie gazowych mieszanin wzorcowych. Część 1: Metoda wagowa dla mieszanin 1 rzędu*. Stanowisko umożliwia prowadzenie badań zgodnie z zaleceniem OIML R126:2012, w tym m.in. badanie wpływu substancji interferujących na wynik wskazywany przez analizator. Wartość stężenia β etanolu/interferenta we wzorcu gazowym w warunkach pomiaru oblicza się ze wzoru:

$$\beta = \frac{x \cdot M \cdot T_n \cdot P_p \cdot Z_n}{T_p \cdot P_n \cdot V_n \cdot Z_p}$$

gdzie:

x – ułamek molowy etanolu/interferenta we wzorcu gazowym,

M – masa molowa etanolu/interferenta,

T_n – temperatura w warunkach normalnych równa 273,15 K,

T_p – temperatura w warunkach pomiaru (K),

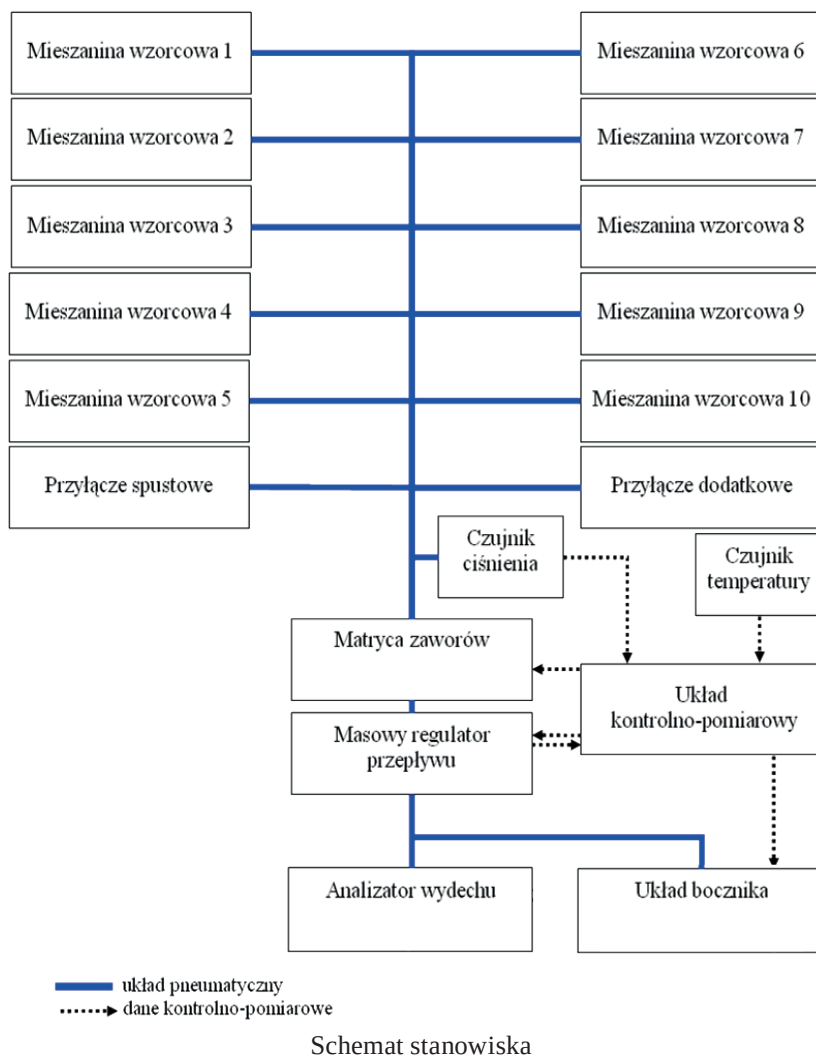
P_n – ciśnienie w warunkach normalnych równe 1013,25 hPa,

P_p – ciśnienie w warunkach pomiaru (hPa),

V_n – objętość mola gazu w warunkach normalnych, równa 22,4138 dm³

Z_n – współczynnik ściśliwości w warunkach normalnych,

Z_p – współczynnik ściśliwości w warunkach pomiaru.

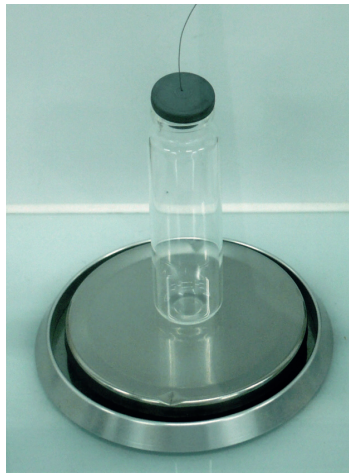


Stanowisko do sporządzania wodnych roztworów wzorcowych etanolu oraz certyfikowanych materiałów odniesienia

Status: wzorzec odniesienia



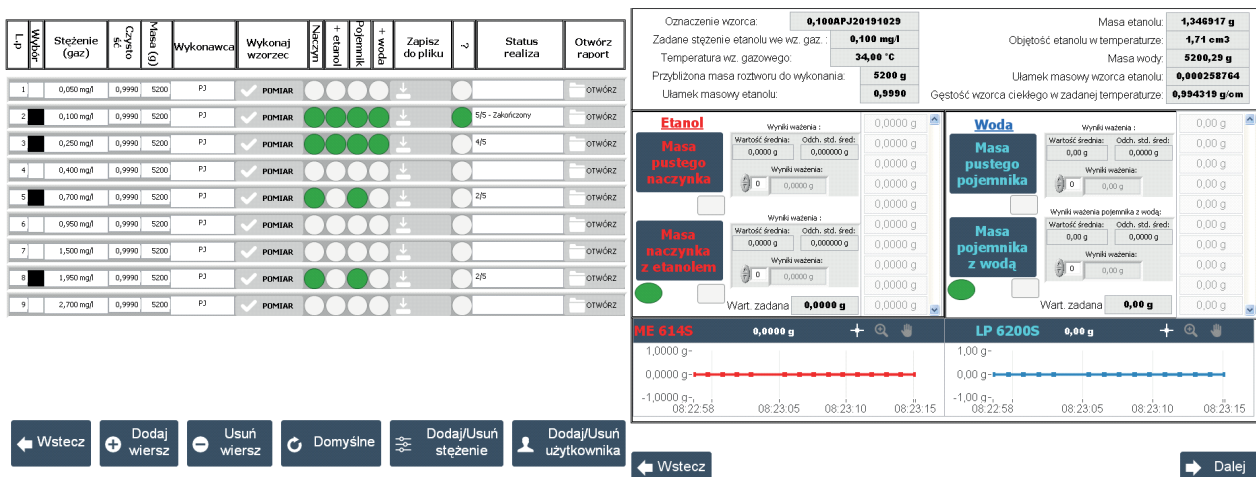
Widok stanowiska do grawimetrycznego wytwarzania roztworów etanolu i CRM



Naczynko do ważenia etanolu

Stanowisko służy do sporządzania mieszanin wody i etanolu o ściśle określonym ułamku masowym etanolu. Sporządzone wzorce wodne są następnie stosowane do generowania wzorców gazowych etanolu w stanowisku do wzorcowania i badania analizatorów wydechu z zastosowaniem wilgotnych wzorców gazowych etanolu. Stanowisko składa się z dwóch wag firmy Sartorius ME614S i LP6200S oraz wagi MS 12002TS firmy Mettler Toledo do ważenia odpowiednio etanolu i wody, termohigrobarometru LAB-EL 706B z sondą, podłączonych do komputera z aplikacją wspomagającą, napisaną w środowisku LabVIEW, która:

- prowadzi użytkownika przez kolejne kroki procedury, poczynając od bieżącego sprawdzenia wag,
- zapewnia akwizycję danych z urządzeń pomiarowych (wag, termohigrobarometru),
- kontroluje poprawność ważenia (powtarzalność i powrót wskazań wag do wartości zerowych), wykonuje wszystkie niezbędne obliczenia (początkowe, w trakcie oraz obliczenia wyniku końcowego wraz z niepewnością)
- generuje raport z pomiaru.



Widok okien aplikacji LabVIEW wspomagającej wytwarzanie wzorców wodnych i CRM

Ułamek masowy w etanolu w sporządzonym roztworze wodnym oblicza się ze wzoru:

$$w = w_e \left(1 + \frac{m'_w \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_e} \right)}{m'_e \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_w} \right)} \right)^{-1} f_{ev}$$

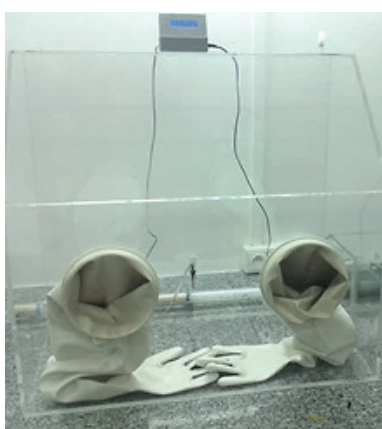
gdzie:

w_e – ułamek masowy etanolu w etanolu bezwodnym użytym do sporządzenia roztworu wyznaczony na podstawie wyniku pomiaru gęstości z użyciem obowiązujących danych odniesienia lub na podstawie oznaczenia wody metodą kulometrycznego miareczkowania Karla Fischera,

m'_w i m'_e – odważki odpowiednio wody i etanolu,

ρ_p , ρ_w i ρ_e – gęstości odpowiednio powietrza, wody i etanolu,

f_{ev} – współczynnik poprawkowy uwzględniający niepewność związaną ze stratami etanolu do fazy nadpowierzchniowej w pojemniku i butelce.



a)

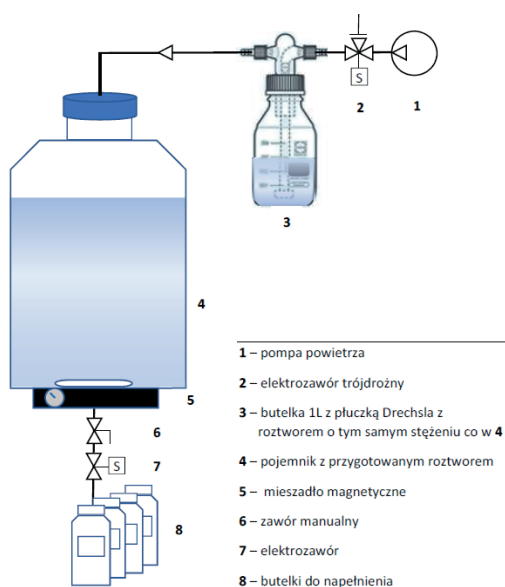


b)



c)

Wyposażenie stosowane do wyznaczania czystości etanolu: a) komora rękawicowa (sucha komora), b) gęstościomierz oscylacyjny DMA 5000, c) Tytrator do kulometrycznego oznaczania wody w etanolu TL 7500 KF trace M2



Układ dozowania do butelek zapewniający kompensację strat etanolu do fazy nadpowierzchniowej i ciągłą homogenizację podczas dozowania