METROLOGIA

Biuletyn Informacyjny Głównego Urzędu Miar

Nr 3(11) **grudzień 2008**

Z okazji Świąt Bożego Narodzenia
dużo radości w życiu prywatnym
i zawodowym
oraz wszelkiej pomyślności
w Nowym 2009 Roku

życzy Redakcja

PAŃSTWOWY WZORZEC JEDNOSTKI TEMPERATURY W GŁÓWNYM URZĘDZIE MIAR

Termometria i międzynarodowe skale temperatury

Istotą współczesnej termometrii jest prowadzenie nieustających prac nad skalą termodynamiczną temperatury, którą wyznaczającą definicyjne punkty stałe i odpowiadające im wartości temperatury, jak również doskonalenie urządzeń do odtwarzania tych punktów. Na przestrzeni lat zmiany międzynarodowych skal temperatury odzwierciedlały dynamiczny postęp techniczny w zakresie technik pomiarowych, konstrukcji przyrządów i urządzeń oraz stosowanych materiałów. Już w kilka lat po ustaleniu kolejnej, nowej wersji skali ujawniały się jej defekty i odchylenia od skali termodynamicznej. Pojawiała się wówczas potrzeba ustalenia następnej wersji skali.

Pierwsza skala temperatury o zasięgu międzynarodowym została przyjęta w 1887 r. przez Międzynarodowy Komitet Miar (CIPM) i zatwierdzona była przez pierwszą Generalną Konferencję Miar (CGPM) w 1889 r. Opierała się na wynikach wieloletnich badań z zastosowaniem termometru wodorowego (gazowego) o stałej objętości (termometr Chappuisa). Miała ograniczony zakres stosowania, od punktu topnienia lodu (0 °C) do punktu wrzenia wody (100 °C). Przyrządami odtwarzającymi tą skalę były cztery termometry szklane rtęciowe, których wskazania były bezpośrednio porównywane ze wskazaniami termometru gazowego. W rezultacie przeprowadzonych prac w instytutach metrologicznych Niemiec, Stanów Zjednoczonych i Anglii, wystąpiono w 1911 r. do Międzynarodowego Biura Miar (BIPM) z propozycją ustanowienia międzynarodowej skali termodynamicznej, odtwarzanej z zastosowaniem platynowych termometrów rezystancyjnych w zakresie od 0 °C do 450 °C. Niedługo potem rozszerzono proponowany zakres temperatury do (–100 ÷ 1100) °C. Ostatecznie V Generalna Konferencja Miar zaakceptowała zmianę skali odtwarzanej z zastosowaniem termometru wodorowego o stałej objętości, na skalę termodynamiczną oraz nastąpiło określenie punktów odniesienia, których wartości miały być ustalone w możliwie dokładny wówczas sposób. Uzgodniony projekt skali został przyjęty przez VII Generalną Konferencję Miar jako Międzynarodowa Skala Temperatury z 1927 r. (MST-27). Miała ona mieć charakter uniwersalny i zastąpić różne istniejące wówczas państwowe skale temperatury. Była zdefiniowana sześcioma punktami stałymi, trzema wzorcowymi przyrządami interpolacyjnymi oraz równaniami interpolacyjnymi do obliczania temperatury pomiędzy tymi punktami. Zawarte w niej ustalenia umożliwiały przeprowadzenie dokładnych i odtwarzalnych pomiarów temperatury z najbliższym, jak to wówczas było możliwe, przybliżeniem do temperatur termodynamicznych.

W okresie powojennym kolejno ustanowione skale temperatury to: Międzynarodowa Skala Temperatury z 1948 r. (MST-48), Międzynarodowa Praktyczna Skala Temperatury z 1948 r. wraz z wydaniem poprawionym z 1960 r. (MPST-48), Międzynarodowa Praktyczna Skala Temperatury z 1968 r. wraz z wydaniem poprawionym z 1975 r. (MPST-68), Tymczasowa Skala Temperatury z 1976 r. (TST-76) oraz aktualnie obowiązująca Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 r. (MST-90).

Wprowadzona w roku 1948 skala MST-48 miała na celu usunięcie ujawnionych w międzyczasie odchyleń od skali termodynamicznej, przez przyporządkowanie punktowi krzepnięcia srebra „lepszej" wartości temperatury (960,8 °C zamiast 960,5 °C) i zastosowanie nowej wartości stałej promieniowania oraz wprowadzenie wzoru Plancka zamiast wzoru Wiena. Uzupełniona wersja MST-48, przyjęta XI Generalną Konferencją Miar w 1960 r., jako MPST-48, wprowadzała punkt potrójny wody (0,01 °C) zastępujący punkt topnienia lodu (0 °C) oraz rekomendowała alternatywne stosowanie punktu krzepnięcia cynku (419,505 °C) jako lepiej odtwarzalnego od punktu wrzenia siarki (444,6 °C). Stopniowo eliminowano punkty wrzenia, zastępując je lepiej odtwarzalnymi punktami krzepnięcia lub topnienia oraz punktami potrójnymi.

Skala MPST-68 w stosunku do skali MPST-48 wprowadzała istotne zmiany, do których należały: zmiana nazwy i oznaczenia jednostki temperatury termodynamicznej (nadanie nazwy kelwin i oznaczenia K) oraz definicji kelwina, wprowadzenie sześciu nowych definicyjnych punktów stałych – pięć punktów dla niskich temperatur i jeden – dla średnich (punkt krzepnięcia cyny), wyeliminowanie punktu wrzenia siarki, zmiana wartości przypisanych czterem punktom stałym, zmiana wzorów interpolacyjnych dla zakresu odtwarzania skali z zastosowaniem termometru rezystancyjnego i termoelementu.

Kolejna, aktualnie obowiązująca skala MST-90, przyjęta przez Międzynarodową Konferencję Miar w 1989 r., zaczęła obowiązywać od 1 stycznia 1990 r., ale już w 1999 r. XXI Generalna Konferencja Miar przewidziała jej rozszerzenie poniżej dolnej granicy 0,65 K. Skala MST-90, zastępując MPST-68 i wydanie poprawione z 1975 r. oraz TST-76, wprowadzała następujące zmiany: obniżenie dolnej granicy jej stosowania do 0,65 K, wpro-

Tabela 1. Definicyjne punkty stałe MST-90

Lp.	Temperatura		Substancja[(a)]	Rodzaj punktu[(b)]
	T_{90}/K	t_{90}/ C		
1	od 3 do 5	od -270,15 do -268,15	^{3}He	V
2	13,8033	-259,3467	e-H_2	T
3	około 17	-256,15	e-H_2 (lub He)	V (lub G)
4	około 20,3	-252,85	e-H_2 (lub He)	V (lub G)
5	24,5561	-248,5939	Ne	T
6	54,3584	-218,7916	O_2	T
7	83,8058	-189,3442	Ar	T
8	234,3156	-38,8344	Hg	T
9	273,16	0,01	H_2O	T
10	302,9146	29,7646	Ga	M
11	429,7485	156,5985	In	F
12	505,078	231,928	Sn	F
13	692,677	419,527	Zn	F
14	933,473	660,323	Al	F
15	1234,93	961,78	Ag	F
16	1337,33	1064,18	Au	F
17	1357,77	1084,62	Cu	F

[(a)] – wszystkie substancje, z wyjątkiem ^{3}He, mają naturalny skład izotopowy; e-H_2 oznacza wodór o składzie odpowiadającym równowadze między odmianami molekularnymi „orto" i „para",

[(b)] – symbole mają następujące znaczenia: V – ciśnienie pary nasyconej, T – punkt potrójny (temperatura, w której faza stała, ciekła i gazowa znajdują się w stanie równowagi), G – punkt realizowany z zastosowaniem termometru gazowego, M, F – punkt topnienia, punkt krzepnięcia odpowiednio (temperatura, przy ciśnieniu 101325 Pa, w której faza stała i ciekła znajdują się w stanie równowagi).

wadzenie pięciu nowych punktów stałych (punkt potrójny neonu, punkt potrójny rtęci, punkt topnienia galu, punkt krzepnięcia indu, punkt krzepnięcia aluminium, punkt krzepnięcia miedzi). Zmieniła wartości dziewięciu punktów stałych i wycofała dwa punkty stałe (punkt wrzenia neonu, punkt wrzenia tlenu).

MST-90 w odniesieniu do przyrządów interpolacyjnych ustaliła:

- dla zakresu od 0,65 K do 5 K – dwa termometry kondensacyjne wykorzystujące zależność ciśnienia pary nasyconej ^{3}He i ^{4}H od temperatury,
- dla zakresu od 3 K do 24,5561 K – termometr gazowy o stałej objętości,
- dla zakresu od 13,8033 K (-259,3467 °C) do 1234,93 K (961,78 °C) – platynowy czujnik termometru rezystancyjnego,
- dla zakresu od 961,78 °C do 1084,62 °C – termometr radiacyjny.

Wzorzec jednostki temperatury

Charakterystyczną cechą wzorca jednostki temperatury o najwyższej jakości metrologicznej, służącego do odtwarzania międzynarodowej skali temperatury, jest znacząca liczba i różnorodność przyrządów oraz urządzeń pomocniczych wchodzących w jego skład. Ustalenia i zalecenia techniczne skali temperatury precyzują sposoby realizacji poszczególnych punktów stałych, jednakże w zakresie szczegółowych wykonań praktycznych pozostawiają obszar do dalszych prac. Konsekwencją tego jest stosowanie w Krajowych Instytucjach Metrologicznych (NMI), utrzymujących państwowe wzorce temperatury, oprócz aparatury wytwarzanej przez pojedynczych w skali światowej producentów, również unikalnych urządzeń i rozwiązań, powstałych w wyniku prowadzonych tam prac badawczo-rozwojowych.

Po etapie odtworzenia skali z zastosowaniem wzorca temperatury następuje nie mniej ważny etap utrzymania wzorca na poziomie co najmniej takim, jaki uzyskano w trakcie jego pierwotnego odtworzenia. Nie jest to zadanie łatwe do zrealizowania, biorąc pod uwagę specyfikę procesów cieplnych, ich dynamikę i wpływ na przyrządy i urządzenia wchodzące w skład wzorca. W konsekwencji obserwowane jest postępujące zużycie materiałów izolacyjnych urządzeń cieplnych, zużycie wzorcowych substancji poszczególnych punktów stałych, stopniowe zmiany ich składu chemicznego wynikające ze wzajemnego oddziaływania molekuł substancji wzorcowej, grafitu i kwarcu, zużycie przyrządów interpolacyjnych. Wszystkie te czynniki mają bezpośredni wpływ na zmiany stabilności parametrów wzorca i wymagają stałego monitorowania, poprzez badanie powtarzalności i odtwarzalności wzorca. Jeśli następują zmiany tych parametrów, wówczas konieczne są okresowe wymiany elementów wzorca.

Historia państwowego wzorca jednostki temperatury w kraju

Pierwsza realizacja międzynarodowej skali temperatury w Polsce odnosiła się do skali MST-27 i obejmowała zakres od 0 °C do 660 °C. Prace nad jej odtworzeniem zostały rozpoczęte w roku 1935 przez Zdzisława Gajewskiego, metrologa i popularyzatora wiedzy, który pod kierunkiem prof. J. Rolińskiego, kierownika Zakładu Naukowo-Metrologicznego, organizował pracownię termometryczną w ówczesnym Głównym Urzędzie Miar (GUM).

Skompletował on odpowiednie przyrządy wzorcowe, urządzenia podstawowe i pomocnicze (mostki kompensacyjne, piece, termostaty), często korzystając z pomocy warsztatów GUM. Dysponując odpowiednią aparaturą, niezbędną do przeprowadzania pomiarów, rozpoczął żmudne i trudne prace badawcze zmierzające do odtworzenia międzynarodowej skali temperatury, a tym samym realizacji i utrzymania państwowego wzorca jednostki temperatury. Wyniki przeprowadzonych prac zostały przedstawione przez autorów na IX Kongresie Fizyków Polskich w Wilnie w roku 1938, a rok później opublikowane w artykule o realizacji międzynarodowej skali temperatury w zakresie od 0 °C do 660 °C, w czasopiśmie naukowym Acta Physica Polonica – vol. VII, Wilno 1939 r.

Kolejne prace o charakterze badawczo-rozwojowym, dotyczące wzorca temperatury i odtwarzania skali, prowadzone były już w trudnym okresie powojennym. Realizowano je w ramach szerszego tematu „Odtwarzanie i przekazywanie MPST od wzorców państwowych i kontrolnych przyrządów pomiarowych w zakresie temperatury (-200 ÷ 2000) °C", dotyczącego odtwarzania skal MPST-48 i MPST-68, z podziałem na etapy odnoszące się do zakresów pomiarowych i przyrządów odtwarzających te skale.

W zakresie odtworzenia skali poniżej 0 °C, prowadzono prace nad realizacją punktu wrzenia tlenu (-182,97 °C), stanowiącego dolną granicę MPST-48. Poszczególne elementy stanowiska pomiarowego wykonywano wg własnych projektów (bazując na dostępnej w tym okresie literaturze światowej), część z nich jeszcze przed 1963 r. Skala przedsięwzięcia była duża i wymagała współpracy ze specjalistami z Politechniki Warszawskiej oraz z Zakładu Aparatury Naukowej i Laboratoryjnej Pracowni Szklarskiej CUJiM. Ze względu na trudności w pozyskiwaniu niezbędnej aparatury do wysokiej próżni, zasadniczą część pracy realizowano od roku 1968 do 1971. W ramach tego etapu zbudowano stanowisko do produkcji i oczyszczania tlenu oraz stanowisko do realizacji punktu wrzenia tlenu metodą termometru kondensacyjnego. Do wytworzenia tlenu wykorzystano reakcję cieplnego rozkładu $KMnO_4$. Obliczone błędy pomiarów z zastosowaniem czterech termometrów rezystancyjnych nie przekraczały wartości ± 5,0 mK. Błędy te nie uwzględniały jednak wpływu zanieczyszczeń tlenu, którego czystość na tym etapie nie była badana.

Dla zakresu temperatury (0 ÷ 1100) °C, podzielonego zgodnie z ustaleniami MPST-48 (wyd. poprawione z 1960 r.) na dwa podzakresy, podzakres (0 ÷ 630) °C realizowany był z zastosowaniem platynowych termometrów rezystancyjnych, a podzakres (630÷1100) °C realizowany był z zastosowaniem termoelementów. Zasadniczą część prowadzonych wówczas prac stanowiło doskonalenie istniejącego podstawowego wzorca jednostki temperatury. Dzięki wprowadzeniu do praktyki stosowania punktu krzepnięcia cynku (zdefiniowanego jako 419,505 °C), punktu potrójnego wody, który zastąpił punkt topnienia lodu, oraz punktu wrzenia wody, osiągnięto błędy wzorcowania platynowych termometrów rezystancyjnych, pracujących na stanowisku wzorca podstawowego temperatury, w granicach ±(0,7 ÷ 2,3) mK.

Inne prace laboratorium, dotyczące wzorca temperatury, skupiały się na ulepszaniu urządzeń cieplnych (pieców pionowych, termostatów) służących do uzyskiwania jednorodnego pola temperatury. Założenia konstrukcyjne do pieców, w których realizowane były punkty krzepnięcia metali, oparte były na dostępnych wówczas publikacjach technicznych oraz informacjach uzyskanych w trakcie praktyk w zagranicznych instytucjach metrologicznych. Prototypy konstruowane w laboratorium stanowiły podstawę do wielokrotnych eksperymentów ustalających optymalne położenie bloków niklowych wyrównujących pole

temperatury, położenie tygli grafitowych oraz odpowiednią ilość i położenie uzwojeń grzejnych pieców. W latach 1966 – 1967 w oparciu o konstrukcję pieca stosowanego w National Physical Laboratory (NPL) w Anglii uzyskano bardzo dobrą odtwarzalność pomiarów dla punktu cynku. Potwierdziły to wyniki porównań międzynarodowych dla platynowych termometrów rezystancyjnych, przeprowadzonych w krajach należących do ówczesnego RWPG.

W zakresie wyższych temperatur, odtwarzanych z zastosowaniem termoelementów, prace konstrukcyjne pozwoliły na przygotowanie termoelektrycznego wzorca grupowego do ustanowienia go jako wzorzec państwowy w zakresie temperatury (630,5 ÷ 1063) °C, obejmującego punkty stałe antymonu, srebra, złota i miedzi. W związku z tymi przygotowaniami, w latach 1963 – 1965, badano i wzorcowano trzy termoelementy PtRh-Pt (typ S) w punktach stałych cynku, antymonu, srebra, złota i miedzi oraz porównywano ich charakterystyki termometryczne, uzyskane w laboratorium oraz w Instytucie Metrologicznym im. Mendelejewa w Leningradzie (VNIIM). Następnie otrzymane wyniki porównywano z charakterystyką innego termoelementu tego samego typu, wywzorcowanego w NPL (Anglia). Rezultaty porównań stanowiły praktyczne potwierdzenie wprowadzenia w Polsce skali MPST-48 (wydanie poprawione z 1960 r.), a ich analiza była podstawą do ustalenia ówczesnego układu sprawdzań „narzędzi" do pomiaru temperatury w ww. zakresie.

Podsumowanie rezultatów powyższych prac dawało podstawy do określenia kierunku dalszego rozwoju laboratorium GUM, którego cel, realizowany w kolejnych etapach, precyzowano jako poprawienie dokładności wzorca państwowego. Działania, które zaplanowano podjąć to: przebudowa pieców dla uzyskania lepszych warunków termicznych, przeprowadzenie analizy czystości metali wzorcowych i ich wymiana, wprowadzenie zmian w osłonach zewnętrznych czujników termoelektrycznych.

Tuż po wprowadzeniu skali MPST-68, zadania laboratorium dotyczące jej wdrożenia, wynikały z istniejących rozbieżności w stosunku do skali MPST-48. Zmieniły się, z wyjątkiem punktu potrójnego wody i punktu wrzenia wody, wartości wszystkich pozostałych punktów stałych, jak również wzory interpolacyjne, powodując konieczność stosowania bardziej skomplikowanej techniki obliczeniowej. Zaostrzone zostały wymagania dla czystości platyny termometru rezystancyjnego. Pociągało to za sobą konieczność prowadzenia długoterminowych działań, zarówno technicznych, jak i związanych z nowelizacją przepisów i instrukcji dotyczących przyrządów do pomiaru temperatury oraz polskich norm z zakresu termometrii.

Kierunek prac technicznych laboratorium, po roku 1970, dotyczył zwiększenia czystości metali zastosowanych do realizacji punktów stałych cynku i cyny do 6N (99,9999 %), kontynuacja prac nad punktem wrzenia wody (100 °C), który skala MPST-68 pozostawiła do stosowania zamiennie z punktem topnienia cyny (231,9681 °C) oraz zwiększenie dokładności układu elektrycznego poprzez eliminację zakłóceń w układzie pomiarowym mostka rezystancyjnego (wówczas mostek Smith'a). Znaczącym osiągnięciem laboratorium, w początkach lat 70., była realizacja punktów stałych antymonu i srebra metodą tygla zamkniętego. Rezultat tego był wymierny – spowodował trzykrotne zmniejszenie błędu pomiaru dla termoelektrycznego wzorca podstawowego temperatury w zakresie (630 ÷ 961) °C. W zakresie niskich temperatur, dla odtworzenia punktu potrójnego argonu, stosowanego zamiennie z punktem wrzenia tlenu, opierano się na współpracy dwustronnej z Państwowym Instytutem Metrologii w Paryżu (INM). W ramach tej współpracy odbył się staż naukowy

pracownika laboratorium, jak również uruchomiono stanowisko do odtwarzania punktu potrójnego argonu i przeprowadzono porównania międzynarodowe. Odtwarzany wówczas w laboratorium zakres wzorca jednostki temperatury obejmował przedział od punktu wrzenia tlenu (-182,962 °C), a po roku 1980 – od punktu potrójnego argonu (-189,352 °C), do punktu krzepnięcia złota (1064,43 °C) i stanowił źródło spójności pomiarowej dla najczęściej stosowanego zakresu temperatury w polskiej gospodarce.

Prace nad realizacją MPST-68 poniżej punktu wrzenia tlenu ograniczały się do współpracy z Instytutem Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu (INTiBS). Zakres tej współpracy stopniowo poszerzał się i zaowocował ustanowieniem w INTiBS państwowego wzorca jednostki temperatury w zakresie od 13,8033 K do 273,16 K.

W Laboratorium Pomiarów Temperatury GUM prowadzono również prace badawcze, które wykraczały poza obszar obowiązującej skali temperatury i były pracami prekursorskimi w skali międzynarodowej. Zapoczątkowane jeszcze w latach sześćdziesiątych autorskie prace konstrukcyjne i wdrożeniowe dotyczące punktu krzepnięcia sodu, wykorzystywanego zamiennie z punktem wrzenia wody, zaowocowały wyznaczeniem temperatury krzepnięcia jako (97,83 ± 0,02) °C. Wyniki tych prac, przedstawione w liście do Prezydenta Międzynarodowego Komitetu Miar w październiku 1979 r., opublikowano w dokumentach Komitetu Doradczego Termometrii (jako CCT/80-1). Stanowiły również źródło powoływania, przez uznanych autorów zagranicznych, w publikacjach międzynarodowych.

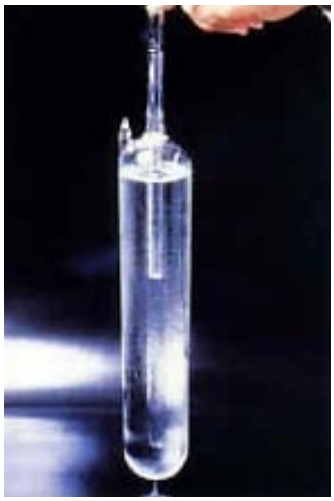
Państwowy wzorzec jednostki temperatury po roku 1990

Po roku 1990 kierunek prac dotyczących wzorca jednostki temperatury został zdeterminowany ilością zmian wprowadzonych skalą MST-90. Wymuszały one uzupełnienie aparatury pomiarowej pozwalającej na odtworzenie aż czterech nowych punktów stałych. Były to: punkt potrójny rtęci, punkt topnienia galu, punkt krzepnięcia indu, punkt krzepnięcia aluminium. Ich wdrażanie do praktyki odbywało się w toku długotrwałych prac badawczych, specyficznych dla procesów cieplnych. Duża bezwładność cieplna urządzeń termostatyzujących (pieców i termostatów), niezbędna do uzyskiwania maksymalnej jednorodności temperatury w studniach pomiarowych, determinowała czas trwania procesów realizacji poszczególnych punktów stałych. Etap optymalizacji przebiegu tych procesów, poprzez dobór odpowiednich wartości parametrów regulatorów temperatury, jest rozciągnięty w czasie i dotyczy każdego punktu stałego oraz każdej komórki oddzielnie. Poprawne zakończenie tego etapu pozwala na uzyskiwanie wystarczająco długiego przystanku temperatury, tzw. plateau, dochodzącego nawet do 10 godzin. Długość tego przystanku, wartości rozrzutu temperatury w trakcie jego trwania i odtwarzalność w czasie (podczas kolejnych realizacji) jest wymiernym wskaźnikiem poprawnej realizacji punktu stałego oraz wystarczającej czystości zastosowanej substancji komórki.

W trakcie odtwarzania punktów stałych MST-90 opierano się na dokumentach uzupełniających do skali temperatury. Są to dokumenty opracowane przez dwie Grupy Robocze Komitetu Doradczego ds. Termometrii (WG1 i WG2 CCT), wydane przez BIPM: „Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990", „Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990" .

Aktualnie utrzymywany w Laboratorium Temperatury Zakładu Fizykochemii GUM państwowy wzorzec jednostki temperatury w zakresie od -189,3442 °C do 961,78 °C, uznany decyzją nr UW 12/2003 z dnia 5 maja 2003 r. na podstawie rozporządzenia Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 30 stycznia 2003 r. w sprawie uznawania wzorców jednostek miar za państwowe wzorce jednostek miar, posiada świadectwo państwowego wzorca jednostki miary nr 12 z dnia 28 lipca 2003 r., podpisane przez Prezesa Głównego Urzędu Miar. Zgodnie z aktualnie obowiązującymi przepisami wzorzec ten posiada dokumentację składająca się z księgi państwowego wzorca jednostki temperatury, dokumentacji technicznej wzorca, instrukcji obsługi wzorca. Elementami składowymi tego wzorca są:

- zespół komórek punktów stałych temperatury Ar, Hg, H_2O, Ga, In, Sn, Zn, Al, Ag (wraz z urządzeniami termostatyzującymi),
- zespół platynowych czujników termometrów rezystancyjnych (SPRT),
- mostek prądu zmiennego,
- zespół oporników wzorcowych (wraz z urządzeniami termostatyzującymi).



Komórki do realizacji punktu potrójnego wody (0,01 °C) z widocznym płaszczem lodu

Komórki do realizacji punktów krzepnięcia indu (156,5985 °C) i cyny (231,928 °C)

Wiarygodność wzorca temperatury opiera się na spełnieniu wymagań, stawianych wzorcom państwowym, do których należą:

- uczestnictwo wzorca w porównaniach międzynarodowych, kluczowych i uzupełniających oraz objęcie stanowiska pomiarowego tego wzorca systemem zarządzania, pozwalającym na spełnienie wymagań porozumienia MRA,
- utrzymywanie wzorca na poziomie odpowiadającym wzorcom państwowym innych krajów, zgodnie z wymaganiami technicznymi Międzynarodowej Skali Temperatury z 1990 r. oraz dokumentami związanymi, wydawanymi przez Międzynarodowe Biuro Miar (BIPM).

Potwierdzanie parametrów metrologicznych wzorca GUM ma miejsce poprzez udział w porównaniach międzynarodowych, które w latach 2001 – 2008 dotyczyły:

- EUROMET 549 „Porównania komórek do realizacji punktu potrójnego wody",
- EUROMET 502 „Porównania komórek do realizacji punktu potrójnego argonu",
- EUROMET.T-K3 (EUROMET 552) „Porównania realizacji MST-90 w zakresie od 83,805 K do 692,677 K",
- EUROMET 712 „Porównania komórek do realizacji punktu stałego indu",
- EUROMET.T-K4 (EUROMET 820) „Porównania realizacji MST-90 w punktach krzepnięcia Al (660,323 °C) i Ag (961,78 °C)",
- EUROMET.T-K7 (EUROMET 899) „Porównania komórek punktu potrójnego wody",
- EUROMET.T-K7.1 „Porównania komórek punktu potrójnego wody – porównania uzupełniające".

Prowadzone są również regularne krajowe porównania międzylaboratoryjne z Instytutem Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu (INTiBS), utrzymującym wzorzec państwowy jednostki temperatury w zakresie od 13,8033 K do 273,16 K, potwierdzające wiarygodności obu wzorców. Współpraca merytoryczna z INTiBS dotyczy również wymiany doświadczeń w zakresie rozwiązań konstrukcyjnych stanowisk wzorców, metod pomiarowych oraz szacowania niepewności.

Piec do realizacji punktów krzepnięcia Ag, Al i Zn oraz mostek rezystancyjny

Podsumowanie

Właściwy poziom utrzymania wzorca oznacza stałą modernizację oraz doskonalenie go poprzez wymianę przestarzałych technologicznie elementów, poszukiwanie nowych rozwiązań zmniejszających niepewność pomiaru, monitorowanie stopnia zużycia komórek punktów stałych i ich wymiana oraz badanie powtarzalności i odtwarzalności wzorca. Aktualnie trwająca modernizacja wzorca dotyczy również akwizycji, rejestrowania i archiwizowania danych wykorzystywanych później na potrzeby zarówno wzorcowań jak i porównań. Planowany na najbliższe lata kolejny etap modernizacji polegał będzie na zamianie dotychczas stosowanego mostka rezystancji na bardziej precyzyjny, wymianie zużytych komórek punktów stałych oraz na uzupełnieniu stanowiska o piec typu „heat pipe" i wysoko-precyzyjne czujniki SPRT.

Zakres pomiarowy wzorca temperatury utrzymywanego w GUM, stanowiącego źródło spójności pomiarowej dla laboratoriów wzorcujących, badawczych oraz bezpośrednich użytkowników przyrządów, odzwierciedla zapotrzebowanie społeczne wynikające z obserwowanej liczby wzorcowań oraz zmian w gospodarce. Szacuje się, że temperatura jest najczęściej mierzoną wielkością fizyczną (ponad 50 % pomiarów wszystkich wielkości fizycznych). Stąd zapotrzebowanie społeczne w kraju na wiarygodnie przeprowadzane pomiary temperatury jest duże i dotyczy prawie wszystkich dziedzin gospodarki. Pomiary temperatury są obecne podczas realizacji procesów produkcyjnych w przemyśle spożywczym, farmaceutycznym, chemicznym, przemyśle ciężkim (lotnictwo, transport, hutnictwo, itp.), jak również w realizacji usług medycznych, kosmetycznych, cateringowych, restauracyjnych, transportowych. Pomiary wykonywane są tam zarówno w ramach monitorowania temperatury realizacji procesów technologicznych, np. utrzymania dopuszczalnych reżimów rozgrzewu elementów powierzchni trących, w układach sterujących z wyłącznikami temperaturowymi, jak i monitorowania warunków środowiskowych podczas przechowywania i transportowania produktów (żywności – w szpitalach, stołówkach, restauracjach lub preparatów chemicznych, farmaceutyków, kosmetyków). Ze względu na aktualnie obserwowane wdrażanie nowych regulacji prawnych oraz coraz częściej stosowane systemy zarządzania jakością, obserwuje się również tendencję do zwiększania liczby wymaganych wzorcowań i pomiarów temperatury.

Elżbieta Grudniewicz

VIII SZKOŁA–KONFERENCJA „METROLOGIA WSPOMAGANA KOMPUTEROWO”

W dniach 27–30 maja 2008 r. na terenie Wojskowego Domu Wypoczynkowego „Warmia” w Waplewie odbyła się VIII Szkoła-Konferencja „Metrologia wspomagana komputerowo” MWK-2008.

Szkoła-Konferencja MWK posiada wieloletnią tradycję i stałą grupę uczestników oraz zwolenników. Organizowana jest nieprzerwanie od 1993 roku w okresie, gdy obchodzony jest Światowy Dzień Metrologii (powszechnie uznawane święto metrologów przypadające 20 maja, w rocznicę podpisania Konwencji Metrycznej). Wśród 187 uczestników Konferencji między innymi było 40 samodzielnych pracowników nauki i 40 osób legitymujących się stopniem naukowym doktora. Uczestnikami byli zarówno pracownicy wyższych uczelni jak i instytutów naukowo-badawczych, przedstawiciele komórek organizacyjnych Ministerstwa Obrony Narodowej i instytucji świadczących szeroko rozumiane usługi na rzecz obronności państwa.

Organizatorami Szkoły-Konferencji MWK-2008 byli: Instytut Systemów Elektronicznych Wydziału Elektroniki Wojskowej Akademii Technicznej oraz Wojskowe Centrum Metrologii Ministerstwa Obrony Narodowej. Konferencja organizowana była pod patronatem Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN oraz honorowym patronatem Podsekretarza Stanu w Ministerstwie Obrony Narodowej ds. Uzbrojenia i Modernizacji. Uroczystość otwarcia obrad zaszczycił swoją obecnością Rektor-Komendant Wojskowej Akademii Technicznej gen. bryg. dr hab. inż. Zygmunt Mierczyk.

Tegoroczna edycja MWK była znamienna tym, że po raz pierwszy przewodniczył jej prof. Andrzej Michalski (Wydział Elektryczny PW, Wydział Elektroniki WAT). Założyciel MWK i jej długoletni przewodniczący prof. Jerzy Barzykowski, nadal aktywnie uczestniczy w pracach Komitetu Naukowego i Organizacyjnego Konferencji.

Program każdej ze Szkół-Konferencji składa się z trzech zasadniczych części. Część pierwsza – Szkoła, obejmuje cykl wykładów dotyczących wybranych aktualnych problemów metrologii. Tegorocznymi wykładowcami byli profesorowie: Marian Wnuk, Lesław Będkowski i Tadeusz Dąbrowski z Wojskowej Akademii Technicznej, Stanisław Wincenciak, Sławomir Tumański, Ryszard S. Jachowicz z Politechniki Warszawskiej, oraz Zdzisław Kaczmarek z Politechniki Świętokrzyskiej.

Cześć druga – konferencyjna, to prezentacja wyników prac własnych realizowanych w różnych ośrodkach naukowych z całej Polski, oraz badań prowadzonych w ramach projektów własnych, celowych i rozwojowych finansowanych przez MNiSW. W tegorocznej edycji przedstawiono 117 referatów. Część z nich, po uzyskaniu pozytywnych recenzji, skierowano do druku w wybranych czasopismach naukowo-technicznych (53 do Przeglądu Elektrotechnicznego, 39 do Biuletynu WAT).

W programie Szkoły-Konferencji MWK-2008, oprócz wykładów i obrad konferencyjnych, przewidziano również część wystawową (część trzecia Konferencji). Ideą wystawy była prezentacja szeroko rozumianego wyposażenia pomiarowego wraz z możliwościami jego różnorodnego zastosowania przy wykorzystaniu oprogramowania bazowego sprzętu

i sterującego procesem jego implementacji. Dla przedstawicieli firm wystawiających przewidziano również wystąpienia podczas sesji plenarnej, w specjalnie przygotowanym bloku tematycznym. W bieżącym roku w MWK udział wzięło również 5 firm.

Korzystając z bardzo licznego uczestnictwa w Konferencji członków Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN, prof. J. Mroczka – Przewodniczący Komitetu zorganizował posiedzenie wyjazdowe.

Oczywiście Konferencja to nie tylko referaty i dyskusje naukowe. Urokliwa lokalizacja Konferencji w wojskowym ośrodku wypoczynkowym Warmia nad jeziorem Maróz sprzyjała wielu nieformalnym spotkaniom uczestników, w trakcie których nawiązywano kontakty naukowe i koleżeńskie. Zgodnie z ustaloną już tradycją, zorganizowano plenerową, koleżeńską kolację, trwającą do późnych godzin wieczornych. W części artystycznej Konferencji uczestnicy mogli podziwiać występy Centralnego Zespołu Artystycznego Wojska Polskiego. Reasumując można uznać, że Konferencja spełniła swoje cele zarówno od strony merytorycznej jak i towarzyskiej. Podczas obrad Komitetu Naukowego Konferencji, zgodnie z sugestiami Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN, ustalono, że Konferencja będzie się odbywała co trzy lata i tym samym uda się uniknąć kolizji terminów z Kongresem Metrologii.

Sekretarz Komitetu Naukowego
Dr Krzysztof Kwiatos

Uczestnicy VIII Szkoły-Konferencji „Metrologia wspomagana komputerowo”

XL MIĘDZYUCZELNIANA KONFERENCJA METROLOGÓW

W dniach 14 – 17 września 2008 r. w Świnoujściu odbyła się już czterdziesta Międzyuczelniana Konferencja Metrologów (MKM), zorganizowana przez Zakład Metrologii Instytutu Automatyki Przemysłowej Wydziału Elektrycznego Politechniki Szczecińskiej (WE PS). Tradycję corocznych MKM zapoczątkowało spotkanie metrologów z katedr miernictwa elektrycznego i elektronicznego polskich uczelni technicznych, zorganizowane jesienią 1966 r. w Szczecinie przez prof. Artura Metala, wówczas kierownika Katedry Miernictwa WE PS. Postanowiono wtedy organizować kolejne spotkania pod nazwą *Międzyuczelniana Narada Metrologów*. Nazwa *Międzyuczelniana Konferencja Metrologów* przyjęła się później. Podczas drugiej MNM, zorganizowanej w 1967 r. w Gliwicach przez prof. Edmunda Romera (WE Politechniki Śląskiej) i trzeciej, zorganizowanej w 1968 r. w Karpaczu przez prof. Andrzeja Jellonka (WE Politechniki Wrocławskiej), ukształtowała się formuła MNM jako miejsca prezentacji prac naukowych młodych polskich metrologów, przy licznym udziale samodzielnych pracowników naukowych (wówczas profesorów i docentów) – osób, których głosy w dyskusjach powinny przyczyniać się do doskonalenia warsztatu naukowego młodszych kolegów.

W ciągu już 42-letniej historii Narad-Konferencji organizowały ją uczelniane jednostki metrologiczne w całej Polsce, niektóre kilkakrotnie. Ich siedzibami były: Gliwice, Wrocław, Zielona Góra, Warszawa, Kraków, Łódź, Gdańsk, Gdynia, Poznań, Kielce-Radom, Lublin, Częstochowa, Białystok, Opole, Rzeszów, Szczecin. Grono uczestników i organizatorów rozszerzyło się także na inne branże metrologiczne – oprócz elektryków i elektroników szczególną aktywnością wykazali się mechanicy.

Piąte spotkanie tego typu, w 1970 r., zorganizował w Warszawie Centralny Urząd Jakości i Miar – taką nazwę nosiła wówczas główna instytucja metrologiczna w Polsce, znana wcześniej i obecnie jako Główny Urząd Miar (GUM). Wynika stąd, że trwające do tej pory zainteresowanie GUM Międzyuczelnianymi Konferencjami Metrologów sięga przynajmniej roku 1969.

Wcześnie stało się tradycją, że Konferencje o numerach podzielnych przez 10 organizuje zespół metrologów Wydziału Elektrycznego Politechniki Szczecińskiej. I tak zespół ten zorganizował X MNM (1975) w Mrzeżynie, XX MKM (1988) w Pogorzelicy, XXX MKM (1998) w Międzyzdrojach i tegoroczną, XL MKM w Świnoujściu.

Liczba uczestników Konferencji przez wiele lat przekraczała 100 (w XXX uczestniczyło 135 osób). W ostatnich latach, w wyniku niepokojącego zmniejszania się liczby „młodych" metrologów, liczba ta zmalała do ok. 60.

W ostatniej, XL MKM, zorganizowanej w Ośrodku Wczasowym Meduza w Świnoujściu uczestniczyło 58 metrologów (w tym 17 profesorów, a wśród nich kilku członków Komitetu Metrologii i Aparatury Naukowej PAN), którzy wygłosili 39 referatów. W tej liczbie znalazły się referaty zaproszone: prof. Sławomira Tumańskiego (PW): *Spintronika i jej zastosowania pomiarowe w konstrukcji czujników*, prof. Jerzego Jakubca (PŚl): *Próbkowanie i kwantowanie w procesie pomiaru*, dr Michała Urbańskiego (PW): *Pomiary wysokich ciśnień – wzorzec pierwotny i przetworniki* oraz Dobrosławy Sochockiej (GUM): *Perspektywy rozwoju krajowej*

metrologii w kontekście przystąpienia GUM do Europejskiego Programu Badań Naukowych w Metrologii. Możliwość nawiązania współpracy z GUM wzbudziła zainteresowanie zebranych metrologów tym ostatnim referatem i wywołała szereg pytań do Autorki.

Potwierdziło się zatem wspomniane wcześniej zainteresowanie Głównego Urzędu Miar Międzyuczelnianymi Konferencjami Metrologów i spotkało się ze wzajemnością ze strony uczestników Konferencji. Oprócz Pani Dobrosławy Sochockiej w XL MKM uczestniczyło jeszcze 5 przedstawicieli GUM. Wygłosili oni 3 referaty: Paweł Fotowicz: *Niepewność w porównaniach międzylaboratoryjnych gdy miarą odniesienia jest średnia ważona lub arytmetyczna*, Adrian Knyziak: *Metody pomiaru małych prądów jonizacyjnych rzędu* 10^{-5}A, Michał Mosiądz, Marcin Orzepowski, Paweł Zawadzki: *Metoda wzorcowania woltomierzy cyfrowych prądów niskich częstotliwości*.

Przy okazji Konferencji odbyła się też rozmowa kierownika Zakładu Metrologii IAP WE PS z Panią Dobrosławą Sochocką w sprawie nawiązania współpracy między GUM a Zakładem.

Następna, XLI Międzyuczelniana Konferencja Metrologów w 2009 r. odbędzie się w Gdańsku – Konwent Seniorów XL MKM przyjął ofertę prof. Leona Swędrowskiego zorganizowania XLI MKM przez Wydział Elektrotechniki i Automatyki Politechniki Gdańskiej.

Prof. Stefan Kubisa
Dr Stanisław Moskowicz

Uczestnicy XL MKM przed budynkiem OW Meduza

III KONFERENCJA PROMIENIOWANIE OPTYCZNE – ODDZIAŁYWANIE, METROLOGIA, TECHNOLOGIE (POOMT) ORAZ VII KRAJOWE SYMPOZJUM KOLORYMETRYCZNE (KSK)

W dniach 28–30 maja 2008 r. w Zamku w Karnitach k. Ostródy odbyła się III Konferencja Promieniowanie Optyczne – Oddziaływanie, Metrologia, Technologie (POOMT) oraz VII Krajowe Sympozjum Kolorymetryczne (KSK). Organizatorami konferencji były: Instytut Elektrotechniki, Politechnika Białostocka, Główny Urząd Miar, Wojskowa Akademia Techniczna, Polski Komitet Oświetleniowy SEP, Spectro Color, Instytut Transportu Samochodowego. Konferencja POOMT poświęcona była tematyce obejmującej zagadnienia z zakresu promieniowania optycznego, barwy i kolorymetrii. Program Konferencji poszerzony został o dodatkowy blok dydaktyczny, pełniący rolę warsztatów z zakresu spektrofotometrii, zakończonych wystawieniem certyfikatu uczestnictwa. Organizatorami tego bloku byli pracownicy Zakładu Promieniowania i Wielkości Wpływających Głównego Urzędu Miar. Warsztaty obejmowały zagadnienia dotyczące:

- zachowania spójności pomiarowej w pomiarach spektrofotometrycznych,
- standardowej procedury wzorcowania spektrofotometrów,
- wzorcowania spektrofotometrów i źródeł błędów,
- filtrów optycznych.

Prezentowane przez poszczególnych autorów prezentacje wzbudzały duże zainteresowanie uczestników. Pierwsza część materiałów konferencyjnych została opublikowana w Pracach Instytutu Elektrotechniki nr 234, a część druga znajdzie się w kolejnym zeszycie Prac. Ponadto wybrane referaty niepublikowane w Pracach będą wydrukowane w Przeglądzie Elektrotechnicznym.

W Konferencji uczestniczyło ogółem ok. 100 osób reprezentujących blisko 30 instytucji, firm i uczelni.

Jolanta Gębicka

Uczestnicy III Konferencji POOMT z Głównego Urzędu Miar

KONFERENCJA „JAKOŚĆ W CHEMII ANALITYCZNEJ”

W dniach 27 i 28 listopada 2008 r. odbyła się w Warszawie czwarta konferencja poświęcona problemom zapewnienia jakości wyników w analizie chemicznej nieorganicznej i organicznej w kontekście przygotowywania jednolitego europejskiego systemu metrologicznego. Konferencja ta jest jedyną w Polsce poświęconą ogólnym zagadnieniom metrologii w pomiarach chemicznych.

Oficjalnego otwarcia konferencji dokonali: Przewodnicząca Komitetu Naukowego Konferencji prof. dr hab. Ewa Bulska z UW, prof. dr hab. Bogusław Buszewski z CBE PAN, Dyrektor PCA Magdalena Nowak, prof. dr hab. Adam Hulanicki z UW, dr Piotr Bieńkowski

Otwarcie konferencji – Prezydium i wystąpienie Dyrektor Zakładu Fizykochemii GUM – Teresy Stachurskiej

z CBE PAN oraz w imieniu GUM Dyrektor Zakładu Fizykochemii Teresa Stachurska. W swoim wystąpieniu Dyrektor Teresa Stachurska zwróciła uwagę na fakt aktywnego udziału GUM w tej konferencji, który wynika z potrzeby poznania i ewentualnego przedyskutowania potrzeb metrologii chemicznej w zakresie pomiarów analitycznych, z drugiej zaś strony z potrzeby przedstawienia oferty administracji miar w tym zakresie. Podkreśliła, iż metrologia w pomiarach chemicznych, aspekty prawne związane z systemem metrologicznym, badania międzylaboratoryjne – międzynarodowe i krajowe, certyfikowane materiały odniesienia to są zagadnienia, którymi GUM jako Krajowa Instytucja Metrologiczna zajmuje się od dawna. Szczególną aktywność na tym polu wykazują Laboratoria Zakładu Fizykochemii.

Przewodnicząca Komitetu Naukowego prof. Ewa Bulska w krótkim wspomnieniu uczciła pamięć dwóch zmarłych w bieżącym roku członków Komitetu Konferencji: prof. Stanisława Głąba – Prorektora UW oraz wieloletniego zasłużonego pracownika

Wystąpienie mgr inż. Dariusza Cieciory

Wystąpienie dr Agnieszki Zoń

GUM mgr Jacka Lipińskiego. Wszyscy uczestnicy konferencji upamiętnili ten fakt minutą ciszy.

W Konferencji czynnie uczestniczyli przedstawicie Laboratoriów Zakładu Fizykochemii GUM, poprzez:

1) udział w Komitecie Organizacyjnym Konferencji – dr Władysław Kozłowski
2) wygłoszenie referatów pt:
   - „Certyfikacja gazowych materiałów odniesienia" autorstwa mgr inż. Dariusza Cieciory, mgr inż. Dominiki Kosińskiej i mgr Agnieszki Hys ;
   - „Analiza metod stosowanych przez krajowe i zagraniczne instytucje metrologiczne do wytwarzania roztworów wzorcowych do AAS" autorstwa dr Agnieszki Zoń;
3) prezentacji plakatu pt:

   „Pomiary gęstości cieczy i ciał stałych – zapewnienie spójności z międzynarodowym systemem miar" autorstwa mgr inż. Elżbiety Lenard.

Plakat mgr inż. Elżbiety Lenard

Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, iż plakat Elżbiety Lenard uzyskał III miejsce wśród zgłoszonych na konferencję 21 plakatów, co zostało uhonorowane przez organizatorów specjalnym dyplomem pamiątkowym. Dużym zainteresowaniem wśród uczestników cieszyły się także referaty wygłaszane pierwszego dnia obrad przez pracowników Zakładu Fizykochemii GUM.

Łącznie wygłoszono 16 prezentacji. W dyskusji podsumowującej oraz wystąpieniu kończącym obrady prof. dr hab. Ewa Bulska ponownie podkreśliła rolę współpracy między wszystkimi instytucjami zainteresowanymi metrologią chemiczną, zwłaszcza GUM i PCA.

Elżbieta Lenard

Referat wprowadzający do Konferencji

Konferencja „Jakość w chemii analitycznej", zgodnie z deklaracją organizatorów, poświęcona jest problemom jakości wyników pomiarów w analizie chemicznej, w kontekście przygotowywania jednolitego europejskiego systemu metrologicznego.

Metrologia chemiczna jest jedną z najszybciej rozwijanych obecnie dziedzin metrologii, a konferencja „Jakość w chemii analitycznej" jest jedyną w Polsce konferencją poświęconą ogólnym problemom metrologii w pomiarach chemicznych. Wagę tej konferencji podkreśla skład Komitetu Organizacyjnego.

Konieczność aktywnego udziału GUM w tej konferencji jest bezsporna, wynika z jednej strony z potrzeby poznania i ewentualnego przedyskutowania potrzeb metrologii chemicznej w zakresie pomiarów analitycznych, z drugiej zaś strony z potrzeby przedstawienia oferty administracji miar w tym zakresie. Metrologia w pomiarach chemicznych, aspekty prawne związane z systemem metrologicznym, badania międzylaboratoryjne – międzynarodowe i krajowe, certyfikowane materiały odniesienia to są zagadnienia, którymi GUM jako Krajowa Instytucja Metrologiczna zajmuje się od dawna. Z tego, jak ważną rolę odgrywają w analizie chemicznej certyfikowane materiały odniesienia, wszyscy Państwo zgromadzeni na tej sali zdajecie sobie sprawę. Pozwolę sobie przypomnieć, że już w 1888 r., podczas Międzynarodowego Kongresu Chemików w Chicago, stwierdzono że: „*… materiały odniesienia powinny w analizie chemicznej grać taką samą rolę, jak metr w pomiarach długości i kilogram w pomiarach masy.*"

W Głównym Urzędzie Miar metrologią chemiczną zajmują się laboratoria Zakładu Fizykochemii, a przedstawiciele tych laboratoriów czynnie uczestniczą w każdej edycji Konferencji „Jakość w chemii analitycznej", między innymi poprzez wygłaszanie referatów. Tak też zdarza się dzisiaj.

Podstawowym zadaniem Zakładu Fizykochemii, realizowanym we współpracy z jednostkami terenowymi administracji miar i w powiązaniu z międzynarodowym systemem miar, jest zapewnienie spójności miar i określonej dokładności wyników pomiarów w kraju, w następujących dziedzinach pomiarowych: pomiarów pH roztworów, przewodności elektrycznej właściwej elektrolitów, liczności materii, wilgotności, gęstości ciał stałych i cieczy, napięcia powierzchniowego cieczy, lepkości, temperatury, objętości statycznej, spektrometrii, a także pomiarów związanych z analizą gazów.

Na 37 stanowiskach pomiarowych w Zakładzie Fizykochemii wykonuje się ponad 60 różnego rodzaju usług, takich jak: wzorcowanie oraz badania związane z zatwierdzeniem typu, legalizacją i ekspertyzami, a także wytwarza i certyfikuje następujące materiały odniesienia:

- wzorce mieszanin gazowych,
- wzorce konduktometryczne,
- wzorce pH,
- ciekłe wzorce gęstości,
- ciekłe wzorce napięcia powierzchniowego,
- ciekłe wzorce lepkości,
- wzorce stężenia masowego dla atomowej spektrometrii absorpcyjnej,
- wzorce liczb falowych w zakresie promieniowania podczerwonego.

Z usług Zakładu korzystają laboratoria większości gałęzi przemysłu, ochrony środowiska (zanieczyszczenia powietrza i wody), ochrony zdrowia (stacje sanitarno-epidemiologiczne, szpitale) oraz laboratoria wykonujące pomiary przy produkcji leków, kontroli produktów spożywczych (inspekcja jakości handlowej) i towarów paczkowanych – blisko 1000 stałych klientów.

Z usług Zakładu korzystają również laboratoria instytutów naukowo-badawczych, wyższe uczelnie oraz metrologia wojskowa.

Jednocześnie Zakład zapewnia wzorcowanie przyrządów (wzorców odniesienia i wzorców roboczych) w wyżej wymienionych dziedzinach pomiarowych dla terenowej administracji miar i innych laboratoriów akredytowanych. Zakład Fizykochemii uczestniczy również jako laboratorium odniesienia w porównaniach międzylaboratoryjnych potwierdzających kompetencje techniczne laboratoriów badawczych i wzorcujących, szczególnie laboratoriów akredytowanych.

Pełen wykaz zakresu świadczonych usług Zakładu Fizykochemii znajduje się na stronie www.gum.gov.pl. We wszystkich wymienionych dziedzinach działalności Zakład Fizykochemii zapewnia najwyższą jakość pomiarów przez ich powiązanie – poprzez wzorce państwowe i wzorce odniesienia – z międzynarodowym systemem miar, stara się również sprostać potrzebom i oczekiwaniom klientów w stopniu dającym im pełną satysfakcję z jakości oferowanych przez Zakład usług.

Laboratoria Zakładu Fizykochemii aktywnie uczestniczą we współpracy międzynarodowej, a w szczególności:

- biorą udział w międzynarodowych porównaniach kluczowych i uzupełniających BIPM i EURAMET wynikających z postanowień porozumienia MRA. Wyniki porównań międzynarodowych sytuują Laboratoria Zakładu Fizykochemii w czołówce światowej (analiza gazów, pomiary lepkości, pomiary elektrochemiczne, pomiary gęstości),
- biorą udział w posiedzeniach organów roboczych organizacji międzynarodowych i regionalnych, a także w spotkaniach, wynikających z planów współpracy dwustronnej,
- współuczestniczą w prowadzeniu Międzynarodowej Bazy Danych o Materiałach Odniesienia COMAR.

Teraz chciałabym pokrótce przedstawić Państwu światowe i europejskie trendy w rozwoju metrologii chemicznej (i dziedzin pokrewnych).

Rozwój metrologii chemicznej, dziedziny stosunkowo nowej, został ukierunkowany na poziomie światowym w 1993 r. przez utworzenie Komitetu Doradczego ds. Liczności Materii (CCQM) przy Międzynarodowym Biurze Miar (BIPM).

W 1995 r. 20. Generalna Konferencja Miar zachęciła krajowe laboratoria metrologiczne do rozwijania metrologii chemicznej i dziedzin pokrewnych oraz do podjęcia współpracy międzynarodowej w tym zakresie. W 1999 r. – 21. Generalna Konferencja Miar powtórzyła ten apel, ale już w formie zalecenia, a w 2003 r. – 22. Generalna Konferencja Miar poprosiła Międzynarodowy Komitet Miar (CIPM) o zwrócenie bacznej uwagi na konieczność rozwoju metrologii w krajowych instytutach metrologicznych i w BIPM w związku z nowymi potrzebami, w szczególności w takich dziedzinach jak chemia, biotechnologia, medycyna, ochrona środowiska i badania żywności. Na tejże Konferencji przedstawiono obszerną prezentację obrazującą działalność Komitetu Doradczego ds. Liczności Materii w ciągu 10 lat jego istnienia. W konkluzji stwierdzono, że został dokonany duży postęp, a na najbliższą przyszłość wytyczono najważniejsze kierunki rozwoju, w obszarze:

– edukacji w dziedzinie metrologii chemicznej ze szczególnym uwzględnieniem spójności pomiarowej i niepewności pomiaru,
– poprawnego rozumienia i definiowania wielkości mierzonych w chemii analitycznej,
– pomiarów w chemii klinicznej i w farmacji,
– zagadnień pomiarów nie mających powiązania z jednostkami SI,
– zapewnienia spójności pomiarowej przez stosowanie materiałów odniesienia,
– prowadzenia porównań międzynarodowych i regionalnych oraz rozszerzania ich zakresu.

Obecnie Komitet Doradczy ds. Liczności Materii przy Międzynarodowym Biurze Miar zajmuje się następującymi głównymi dziedzinami metrologii chemicznej:
– analizą organiczną,
– analizą nieorganiczną,
– analizą gazów,
– elektrochemią,
– analizą materiałów biologicznych,
– analizą powierzchni (z uwzględnieniem aspektów nanometrologii).

Podobna tematyka jest realizowana w organizacji regionalnej EURAMET w Komitecie Technicznym METCHEM. W ramach prac tego Komitetu oraz programu iMERA, ukierunkowanego na zwiększenie zaangażowania projektów badawczo-rozwojowych poszczególnych krajów mających znaczący wkład w rozwój europejskiej metrologii, przygotowane zostały cztery „mapy drogowe" na okres do 2020 r., wytyczające kierunki rozwoju metrologii chemicznej, tak aby mogła ona sprostać przyszłym wyzwaniom. Mapy te identyfikują warunki wzajemnej współpracy i uwzględniają polityczne uwarunkowania. Mają one charakter dynamiczny, dzięki regularnym przeglądom i aktualizacjom, wprowadzającym zmiany adekwatne do ewoluujących potrzeb i postępu technologicznego. Głównym celem „map drogowych" w dziedzinie metrologii chemicznej jest zapewnienie rozwoju ukierunkowanego na zaspokajanie potrzeb społeczeństwa, przemysłu i nauki, w takich zakresach, jak:
– wspieranie działań metrologii na rzecz analizy chemicznej,
– działania wspierające zachowanie środowiska naturalnego krajów europejskich,
– wzmocnienie bezpieczeństwa obywateli żyjących w krajach europejskich,
– nowatorskie zastosowania tworzyw sztucznych i nowych technologii.

Na zakończenie mojego wystąpienia chciałabym wspomnieć o jeszcze dwóch ważnych wydarzeniach czekających nas w niedalekiej przyszłości. Pierwszym takim ważnym dla wszystkich chemików wydarzeniem jest planowane na 2011 rok wprowadzenie nowej definicji jednostki układu SI związanej z licznością materii – mola. Drugim ważnym wydarzeniem jest ogłoszenie, podczas 41 Ogólnoświatowego Kongresu Unii Chemii Czystej i Stosowanej w Turynie, roku 2011 – Światowym Rokiem Chemii, którego patronką ma zostać Maria Skłodowska-Curie, w 100-lecie przyznania jej drugiej nagrody Nobla.

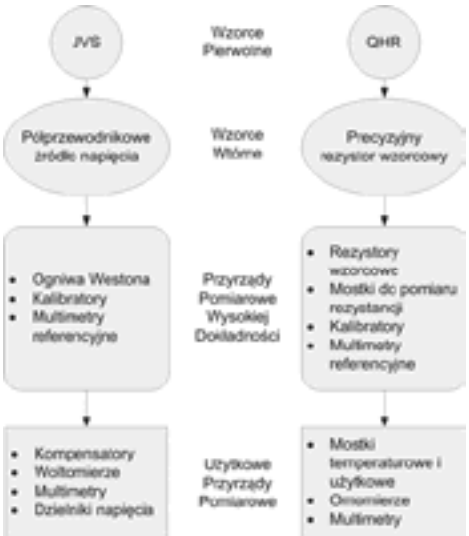
Teresa Stachurska

STRESZCZENIA REFERATÓW PRACOWNIKÓW GUM PRZEDSTAWIONYCH NA KONFERENCJACH KRAJOWYCH

Wykorzystanie zjawisk kwantowych w pomiarach napięcia elektrycznego i rezystancji

Rozwój współczesnej metrologii stawia przed krajowymi instytucjami metrologicznymi (NMI) wyzwanie w postaci zagwarantowania spójności pomiarowej z jak najlepszą dokładnością. Aby sprostać temu zadaniu NMI muszą dysponować wzorcami najwyższej dokładności oraz nowoczesnym wyposażeniem pomiarowym. Rozwiązanie tego problemu przynosi wyposażenie NMI we wzorce pierwotne zbudowane w oparciu o zjawiska fizyki kwantowej. Etalony tego typu są równoważnymi reprezentacjami jednostek miar, zatem wykorzystanie wzorców opartych na zjawiskach kwantowych pozwala na zapewnienie spójności pomiarowej na najwyższym poziomie dokładności.

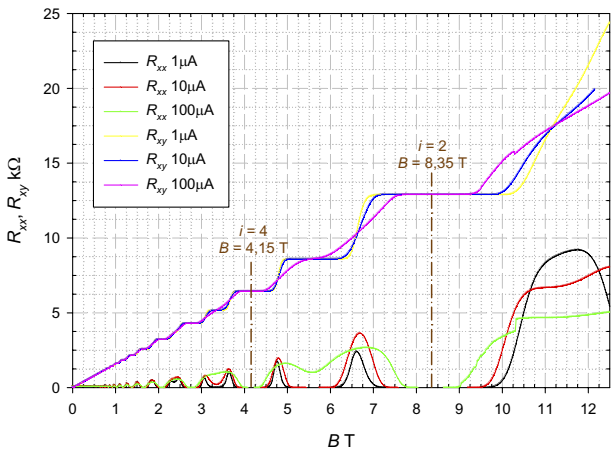
W referacie przedstawiono system przekazywania jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji w Laboratorium Wzorców Wielkości Elektrycznych Głównego Urzędu Miar, poczynając od wzorców pierwotnych opartych o zjawiska kwantowe. Opisano metody pomiaru napięcia i rezystancji, z jakich korzysta GUM oraz przedstawiono wzorce.



Omówiony został kwantowy efekt Halla wykorzystany do odtwarzania jednostki miary rezystancji oraz zjawisko Josephsona, pozwalające na odtworzenie jednostki napięcia elektrycznego.

Przedstawiono stanowiska do odtwarzania jednostek miar napięcia i oporu elektrycznego oraz do przeprowadzania wzorcowań przyrządów pomiarowych, wykonywanych w laboratorium GUM.

Referat przedstawia także sposób otrzymywania temperatury poniżej 1 K. Spełnienie tego warunku jest niezbędne do obserwacji kwantowego zjawiska Halla. Omówiono zjawi-



sko kwantowania strumienia magnetycznego wykorzystane w nadprzewodnikowym interferometrze magnetycznym (SQUID), który jest głównym elementem systemu kriogenicznego komparatora prądowego (CCC) – najdokładniejszego przyrządu do pomiaru stosunku rezystancji. Zaprezentowane zostały także prace rozwojowe związane z utrzymaniem państwowych wzorców jednostek miar napięcia elektrycznego i rezystancji.

Marcin Orzepowski
Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Komputerowe systemy w pomiarach małych prądów jonizacyjnych

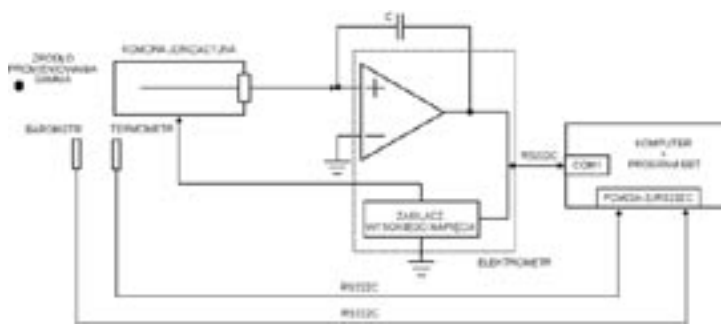
System pomiarowy jest to zespół środków technicznych (przyrządy pomiarowe, urządzenia dodatkowe, oprogramowanie) podporządkowanych wspólnemu celowi działania, jakim jest odbiór informacji z obiektu, przetworzenie ich zgodnie z zadanym algorytmem oraz ich prezentacja i archiwizacja. Rozwój techniki komputerowej i powszechność stosowania komputerów sprawił, że część zadań pomiarowych została przekazana komputerom. System pomiarowy wyposażony w komputer ogólnego przeznaczenia lub w wyspecjalizowany sterownik mikroprocesorowy, nazywamy komputerowym systemem pomiarowym. Komputer lub sterownik mikroprocesorowy pełnią funkcję kontrolera systemu, czyli urządzenia zarządzającego systemem pomiarowym, którego zadaniem jest: sterowanie przebiegiem zarówno serii pomiarów, jak i pojedynczego pomiaru, zdalna obsługa nastaw przyrządów, rejestracja danych pomiarowych, przetwarzanie danych, ich transmisja, archiwizacja i prezentacja.

Metrologia promieniowania jonizującego zajmuje się pomiarami promieniowania elektromagnetycznego (promieniowanie gamma i rentgenowskie) oraz korpuskularnego (cząstki alfa, elektrony, neutrony, jony), które wywołuje jonizację ośrodka materialnego, tj. oderwanie przynajmniej jednego elektronu od atomu, cząsteczki lub wybicie go ze struktury krystalicznej. Do pomiaru i rejestracji takiego promieniowania wykorzystuje się m.in. urządzenia zwane komorami jonizacyjnymi. W gazie wypełniającym taką komorę w wyniku promieniowania powstają jony oraz uwolnione elektrony, które pod wpływem pola elek-

trycznego wędrują do odpowiednich elektrod. Pomiar odbywa się poprzez pomiar prądu jonizacyjnego (komora prądowa) lub poprzez zliczanie oddzielnych impulsów elektrycznych (komora impulsowa). Zakres prądów jonizacyjnych, występujących w praktyce w komorach jonizacyjnych rozciąga się od wartości tak dużych jak 10^{-6} A, np. w układach sterowania reaktorów jądrowych, do wartości tak małych jak 10^{-16} A, spotykanych w technice atomów znaczonych.

W przypadku dużej dokładności pomiarowej, zaleca się stosownie metody kompensacji, w której ubytek lub przyrost ładunku elektrycznego, wywołany prądem jonizacyjnym, jest wyrównywany przez doprowadzenie lub odprowadzenie z układu takiego samego ładunku. Metoda kompensacyjna ma kilka wad. Podstawową jej wadą jest konieczność stałej kompensacji ładunku, która odbywa się poprzez odpowiednie zmiany ustawienia potencjometru w trakcie pomiaru przez operatora. Uzależnia to wynik pomiaru od osoby wykonującej pomiar. Jest również uciążliwa dla operatora i uniemożliwia wykonywanie długo-czasowych pomiarów. Dochodzi do tego jeszcze konieczność odczytu warunków środowiskowych w postaci pomiaru temperatury i ciśnienia, przed i po każdym pomiarze prądu jonizacyjnego.

Alternatywą dla metody kompensacyjnej jest komputerowy system pomiarowy z zastosowaną metodą pomiaru pośredniego, polegającego na pomiarze zmiany napięcia przy stałej pojemności w jednostce czasu. Taki system pomiarowy nie posiada wad systemu opartego na metodzie kompensacji. W skład systemu pomiarowego poza komputerem i elektrometrem, do którego podłączona jest komora jonizacyjna, wchodzą urządzenia cyfrowe, takie jak termometr i barometr. Służą one do skorygowania wartości prądu jonizacyjnego do warunków odniesienia.



Dzięki zastosowaniu systemu komputerowego zmniejszeniu o 50 % uległa niepewność pomiaru prądów jonizacyjnych. Związane jest to ze zmianą metody pomiarowej oraz wysokimi parametrami metrologicznymi zastosowanych przyrządów pomiarowych. Do zalet zastosowania komputerowego systemu pomiarowego należy jeszcze dodać uproszczenie i poprawę możliwości: analizy danych pomiarowych, kontroli stabilności wzorca pierwotnego, procesu wzorcowania innych przyrządów. Dodatkową zaletą przedstawionego systemu jest jego mobilność. Układ można rozłożyć, przetransportować i złożyć w innym laboratorium w celu, np. dokonania porównań.

Adrian Bożydar Knyziak

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Przyrząd wirtualny do certyfikowania materiałów odniesienia – ciekłych wzorców gęstości

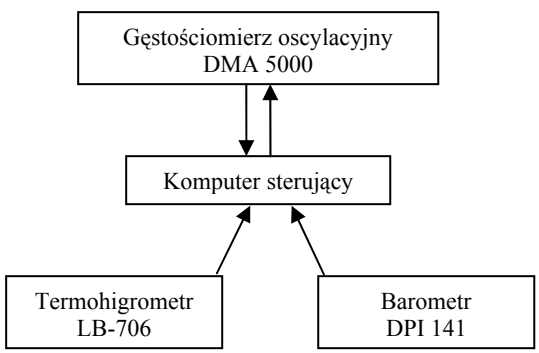
Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej wytwarza 11 ciekłych wzorców gęstości o wartości gęstości od 0,6 g/cm^3 do 1,6 g/cm^3 i w zakresie temperatury od 15 °C do 50 °C, zwanych certyfikowanymi materiałami odniesienia CRM (*Certified Reference Material*). Wzorce gęstości są wytwarzane w partiach. Każdej partii wzorca wyznacza się cyklicznie wartość gęstości i jej stabilność.

Z powodu coraz większego zapotrzebowania na CRM Laboratorium zdecydowało się na zautomatyzowanie procesu certyfikowania ciekłych wzorców gęstości poprzez zastosowanie przyrządu wirtualnego. Zadaniem zaprezentowanego przyrządu wirtualnego jest:

- zautomatyzowanie pomiarów wykonywanych podczas badań wzorców.
- usprawnienie procesu analizy danych pomiarowych
- sterowanie procesem certyfikacji zgodnie z dokumentacją systemu zarządzania,

Przyrząd wirtualny składa się z następujących elementów:

- komputer sterujący – komputer klasy PC ze standardowym interfejsem RS232, przy pomocy którego steruje się pomiarami gęstości i monitoruje się warunki środowiskowe,
- gęstościomierz oscylacyjny typu DMA 5000 firmy Anton Paar, służący do pomiaru gęstości cieczy,
- termohigrometr (LB-706 firmy LABEL) oraz barometr (DPI 141 firmy DRUCK), służące do monitorowania warunków środowiskowych. Na podstawie wskazań tych przyrządów oblicza się teoretyczną wartość gęstości powietrza.



Aplikacja obsługująca przedstawiany przyrząd wirtualny została wykonana w środowisku LabView i składa się z dwóch części:

1) Część pomiarowa – zainstalowana na komputerze pomiarowym sterującym pomiarami. Zadaniem tej części jest:
   - Sprawdzenie gotowości przyrządu do pracy, wykonanie pomiarów gęstości, akwizycja danych pomiarowych. Przed wykonaniem pomiarów przyrząd sprawdza swoją gotowość do pracy na podstawie dwóch pomiarów kontrolnych, tj. pomiaru gęstości powietrza oraz gęstości wody. W przypadku pomiaru gęstości powietrza przyrząd automatycznie pobiera dane z przyrządów monitorujących warunki środowiskowe, na podstawie których oblicza teoretyczną wartość gęstości powietrza

i porównuje ze zmierzoną wartością. W przypadku pomiaru gęstości wody zmierzoną wartość gęstości porównuje się z wartością tabelaryczną. Po pozytywnym zakończeniu pomiarów kontrolnych przyrząd zgłasza swoją gotowość do pracy i uruchamia procedurę pomiaru wzorca, w trakcie której zadane są parametry pomiaru, m.in. zakres temperatur oraz liczba pomiarów w każdej temperaturze.

- Obróbka i analiza danych. Aplikacja umożliwia usuwanie nieprzydatnych, budzących wątpliwości pomiarów, np. wykonanych przy nieustabilizowanej temperaturze wzorca. Następnie dane poddawane są analizie, na podstawie której:
  - szacuje się niepewność pomiaru,
  - dopasowuje się funkcję zależności wartości gęstości od temperatury,
  - określa się stabilność wzorca i na jej podstawie ustala się datę ważności wzorca oraz datę kolejnego sprawdzenia.
- Generowanie raportów, archiwizacja danych. Ostateczne wyniki pomiarów zapisywane są w postaci raportów i drukowane. Wybrane elementy zapisywane są również w bazie danych, znajdującej się na komputerze sterującym.

2) Część oparta na wynikach pomiarów – umożliwiająca realizację zamówienia. Tę część aplikacji instaluje się na komputerach pracowników laboratorium w pomieszczeniu biurowym. Część ta umożliwia użytkownikowi dostęp do danych znajdujących się w bazie danych na komputerze sterującym pomiarami. Aplikacja ta pomaga w przygotowaniu świadectwa materiału odniesienia, zarządza ilością wzorców, monitoruje parametry metrologiczne, tworzy bazę klientów, którym sprzedany został dany wzorzec.

Robert Kordulasiński

Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

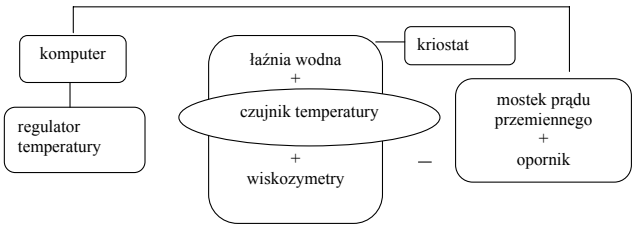
Wspomaganie komputerowe w pomiarach lepkości

W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej badania lepkości opierają się na kapilarnej metodzie pomiaru, u podstaw której leży prawo Poiseuille'a. Zgodnie z nim strumień objętościowy cieczy V przepływającej laminarnie, ruchem ustalonym przez kapilarę w jednostce czasu, jest proporcjonalny do gradientu ciśnień $(p_1 - p_2)$ powodującego przepływ oraz do promienia kapilary R w czwartej potędze, a odwrotnie proporcjonalny do długości kapilary L oraz do współczynnika lepkości dynamicznej cieczy η

$$V = \frac{\Pi R^4}{8\eta} \frac{(p_1 - p_2)}{L}$$

Wykonanie pomiaru za pomocą lepkościomierza, takiego jak lepkościomierz Ubbelohe'a, wymaga zmierzenia czasu potrzebnego do tego, aby pewna ilość cieczy mogła przepłynąć przez kapilarę pomiędzy dwoma wyznaczonymi punktami.

Układ pomiarowy składa się z łaźni wodnej o pojemności 80 l, w której umieszczane są wiskozymetry wzorcowe MV (Master Viscometer) typu Ubbelohdego z kapilarami o długości 400 mm lub 500 mm. W łaźni wodnej zanurzony jest czujnik temperatury, który podłączony jest do mostka prądu przemiennego.



Układ pomiarowy składa się z komputera obsługującego program do regulacji nastaw regulatora temperatury. Program ten umożliwia zadanie nastawowych wartości temperatury i jej oscylacji wokół zadanej temperatury. Regulator umożliwia nastawienie temperatury rzędu jednej tysięcznej stopnia. Rozdzielczość odczytu wynosi jedną dziesięciotysięczną, natomiast wahania temperatury w łaźni wodnej są rzędu 0,06 °C.

Zarówno przy wyznaczaniu wartości lepkości kinematycznej wzorców, jak i przy wyznaczaniu stałej wiskozymetrów wykonywanych jest 10 pomiarów czasu przepływu określonej objętości wzorca przez kapilarę. W budżecie niepewności dla pomiarów lepkości jedną ze składowych jest niepewność standardowa związana z pomiarem czasu przepływu określonej objętości wzorca przez kapilarę wiskozymetru, która składa się z niepewności pomiaru czasu wypływu cieczy wyznaczona z rozrzutu wyników pomiaru czasu w serii pomiarowej oraz błędu granicznego przyrządu do pomiaru czasu, odczytany ze świadectwa wzorcowania.

W laboratorium pomiary wykonywane są w sposób ręczny. Przy użyciu lupy o odpowiednim powiększeniu odczytuje się czas cieczy wiskozymetrycznej spływającej z kapilary wiskozymetru.

Wspomaganie komputerowe w pomiarach lepkości będzie polegało na automatycznym pomiarze czasu oraz na analizie obrazu zarejestrowanego przez kamerę w środowisku LabView. Wykonano szereg pomiarów mających na celu zoptymalizowanie warunków przeprowadzania automatycznego pomiaru czasu. Start stopera następował wtedy, gdy ciecz przechodziła przez górną kresę kapilary, a zatrzymanie stopera następowało, gdy ciecz przechodziła przez dolną kresę kapilary. Obraz będzie rejestrowany za pomocą kamery z szybkością trzydziestu klatek/s, a możliwe jest zwiększenie prędkości rejestracji do 60 klatek/s. Pozwoli to na odczyt czasu z niepewnością 0,017 s w momencie przejścia menisku przez kresę. W środowisku LabView możliwa jest analiza obrazu dwóch kolejnych klatek, co umożliwiło określenie momentu przejścia menisku przez kresę, a tym samym dokładny odczyt czasu.

Izabela Cękiel
Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Pomiary pH na zautomatyzowanym stanowisku państwowego wzorca jednostki miary pH

W Laboratorium Elektrochemii na stanowisku pomiarowym państwowego wzorca jednostki miary pH wyznaczane są wartości pH podstawowych materiałów odniesienia za pomocą metody opartej na pomiarze sił elektromotorycznych ogniw wodorowo-chlorosrebrowych bez przenoszenia jonów (ogniwo Harneda):

Pt(Pd)	H_2 (g, p = 101 325 Pa)	materiał odniesienia pH, Cl^-	AgCl	Ag

W danej temperaturze wykonywane są pomiary ogniw zawierających wzorzec pH z różnymi dodatkami jonów Cl^-. W przypadku wyznaczania potencjału standardowego elektrod Ag/AgCl elektrolitem jest kwas solny o znanej zawartości chlorków.

Państwowy wzorzec jednostki miary pH składa się z ogniw wodorowo-chlorosrebrowych, gdzie elektrody wodorowe omywane są gazowym wodorem wytwarzanym przez generator wodoru typ B 920000-220, produkcji Parker Hamilton. Ogniwa te są termostatyzowane w termostacie głównym typ D20 KP, produkcji Lauda, wspomaganym termostatem typ F20, produkcji Julabo Labortechnik. Temperatura w termostacie głównym jest monitorowana przez termometr, typ R 42/2 i czujnik temperaturowy Pt 100, produkcji Lauda. Do odczytów pomiarów napięcia służy multimetr cyfrowy typ 7081, produkcji Solartron-Schlumberger. Ciśnienie atmosferyczne mierzone jest przez ciśnieniomierz elektroniczny, typ Diptron 3, produkcji Wallace and Tiernan. Do rejestracji i wizualizacji wyników pomiarów, wartości SEM, temperatury i ciśnienia, służy program PHM_2.

Duże ułatwienie w pomiarach na państwowym wzorcu jednostki miary pH stanowi program komputerowy napisany na specjalny użytek tego stanowiska. Program ten składa się z następujących etapów:

1. Konfiguracja stanowiska pomiarowego;
2. Prowadzenie pomiarów;
3. Opracowanie wyników pomiarów;
4. Wyniki pomiarów potencjału E^0 i wartości pH.

Na stanowisku państwowego wzorca jednostki miary pH w Laboratorium Elektrochemii GUM są wykonywane porównania międzynarodowe.

Agata Mateuszuk, Monika Pawlina
Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Rozwój metrologii polskiej w świetle wyzwań stawianych metrologii europejskiej

W referacie przedstawiono Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii (EMRP). Jest on końcowym celem projektu iMERA, realizowanego obecnie w ramach 6. Programu Ramowego („Wdrażanie metrologii w Europejskiej Przestrzeni Badawczej"). EMRP jest to wspólny wielodyscyplinarny program badań naukowych integrujący istniejące programy krajowe, który objęty będzie 7. Programem Ramowym, z perspektywą uruchomienia wspólnej inicjatywy Komisji Europejskiej i zainteresowanych krajów w oparciu o Artykuł 169 Traktatu Europejskiego. Zgodnie z koncepcją ww. inicjatywy, wypracowaną przez Komisję Europejską, wspólny program ma obejmować integrację zarówno działań naukowych, jak i zarządzania (wspólne konkursy, wspólne partnerskie oceny wzajemne oraz wspólne procedury selekcyjne i wspólne projekty) oraz integrację finansową. Dzięki połączeniu odpowiednich europejskich programów i działań krajowych przyspieszony zostanie rozwój naukowego potencjału pomiarowego, a generowana wiedza będzie szerzej

rozpowszechniana i stosowana. Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii – najważniejsze przedsięwzięcie obejmujące obszar metrologii w Europie – jest wielką szansą dla rozwoju metrologii europejskiej. Stworzenie takiego programu działań w zakresie metrologii będzie niewątpliwie impulsem zwiększającym konkurencyjność gospodarki europejskiej na świecie.

Dobrosława Sochocka
Referat przedstawiono na konferencji MWK 2008

Niepewność w porównaniach międzylaboratoryjnych przy zastosowaniu średniej ważonej lub arytmetycznej jako miary wartości odniesienia

Porównania międzylaboratoryjne wykonywane są często w celu wyznaczenia wartości odniesienia określonej wielkości mierzonej. Ta sama wielkość mierzona jest wówczas w wielu laboratoriach pomiarowych przy użyciu wzorca przenośnego. Pomimo wysokich kompetencji metrologicznych uczestników porównań, uzyskiwane niepewności wyników pomiaru na ogół są różne. Dotyczy to zarówno porównań, kluczowych jak i uzupełniających. W ich wyniku otrzymuje się ostatecznie wartość odniesienia, jak i różnice pomiędzy poszczególnymi wynikami a tą wartością odniesienia. Wartość odniesienia można wyznaczać jako średnią ważoną lub średnią arytmetyczną wszystkich uzyskanych wyników porównania.

W celu zilustrowania konsekwencji stosowania miar wartości odniesienia w postaci obu średnich posłużono się danymi dotyczącymi wyników porównań zaczerpniętymi z publikacji. Przedstawiono w niej wyniki porównań z dziedziny pomiarów długości i temperatury, charakteryzujące się znacznymi różnicami niepewności standardowych związanych z poszczególnymi wartościami tej samej wielkości mierzonej. W porównaniach długości użyto płytki wzorcowej o nominalnej wartości 1 mm, a w porównaniach temperatury zastosowano komórkę realizującą punkt topnienia srebra. W obu przypadkach obliczono niepewności różnic uzyskanych wyników porównań w poszczególnych laboratoriach i wartości odniesienia. W obu porównaniach uwzględniono wyniki uzyskane w dziesięciu laboratoriach uczestniczących w pomiarach.

Można zauważyć, że im mniejsza deklarowana niepewność pomiaru przez uczestniczące w porównaniu laboratorium tym mniejsza niepewność różnicy pomiędzy otrzymaną wartością wyniku porównania a wartością odniesienia jako średnią ważoną. Nie można natomiast tego powiedzieć o niepewności tej samej różnicy, gdy wartość odniesienia jest średnią arytmetyczną. Świadczy to o lepszym dopasowaniu średniej ważonej do otrzymanych wyników porównań od średniej arytmetycznej. Szczególnie jest to widoczne przy znacznych różnicach w deklarowanych niepewnościach związanych z otrzymanymi wynikami przez uczestniczące laboratoria.

Należy pamiętać, że przy wyznaczaniu niepewności różnicy dwu wielkości nie stosuje się tu klasycznego „sumowania" ich niepewności wynikającego z prawa propagacji niepewności dla zmiennych niezależnych. W takiej sytuacji niepewność różnicy byłaby zawsze

większa od niepewności wyniku porównania i niepewności wartości odniesienia. Wartość odniesienia jest bowiem powiązana ze wszystkimi wynikami porównań i zachodzi pomiędzy nimi korelacja, co skutkuje zmniejszeniem wypadkowej niepewności. W przypadku wartości odniesienia w postaci średniej ważonej następuje wręcz „odejmowanie" niepewności standardowych.

Zagadnienie niepewności przy wyborze sposobu wyznaczania wartości odniesienia może być istotne dla laboratoriów pilotujących porównania. Staje się ono tym ważniejsze, im bardziej zróżnicowane są niepewności deklarowane przez uczestników porównań, co jak okazuje się w praktyce pomiarów realizowanych z udziałem najbardziej kompetentnych laboratoriów wzorcujących, nie jest zjawiskiem rzadkim. Różnice pomiędzy deklarowanymi niepewnościami mogą być wielokrotne. Dlatego odpowiedni wybór sposobu obliczania wartości odniesienia porównań ma zasadnicze znaczenie w metrologii wzorców jednostek miar.

Paweł Fotowicz

Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

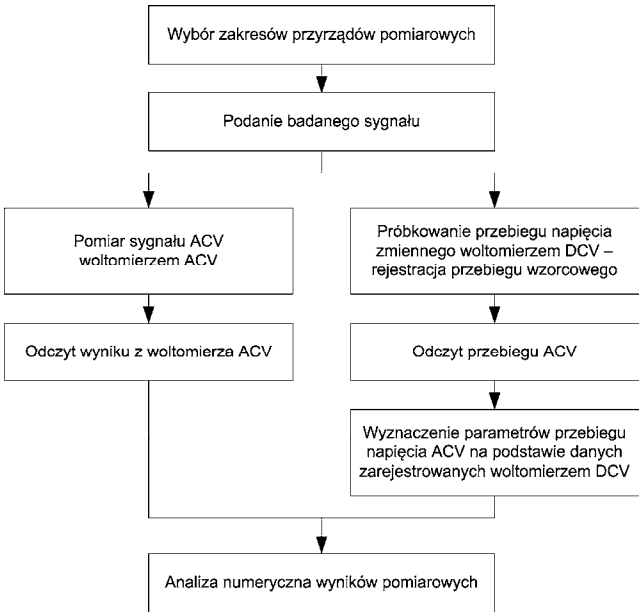
Metoda wzorcowania woltomierzy cyfrowych prądów niskich częstotliwości

Najczęściej wzorcowania mierników napięcia elektrycznego przeprowadzane są dla napięcia stałego lub zmiennego w zakresie częstotliwości powyżej 10 Hz. Jednakże w ostatnich latach pojawiło się zapotrzebowanie na wykonywanie wzorcowań mierników wartości skutecznej napięcia dla przebiegów wolnozmiennych, z zakresu częstotliwości 0,1 ÷ 10 Hz i napięć poniżej 10 V. Wzorcowania tego typu są zagadnieniem nowatorskim. W celu spełnienia oczekiwań laboratoriów pomiarowych Główny Urząd Miar postanowił opracować nową metodę pomiarową umożliwiającą wykonywanie tego typu wzorcowań oraz rozszerzyć o nią swój zakres usług. W ramach prac badawczo-rozwojowych zbudowano odpowiednie stanowisko pomiarowe oraz opracowano metodę analizy wyników pomiarowych umożliwiających wzorcowanie mierników wartości skutecznej napięć o niskiej częstotliwości.

Wśród metod pomiaru i wyznaczania wartości skutecznej napięcia przebiegu wolnozmiennego wybrano metodę próbkowania przebiegów. Rozwiązanie takie pozwoliło na zachowanie wymaganej spójności pomiarowej. W łańcuchu wzorcowań opracowana metoda pomiarowa zachowuje odniesienie do Państwowego Wzorca Napięcia Elektrycznego Stałego. Jest to niezbędne dla zachowania spójności krajowego systemu miar. W referacie zaprezentowano znane metody badań napięć o niskiej częstotliwości, uzasadniono wybór metody pomiaru. Następnie opisano zautomatyzowane stanowisko pomiarowe, a także dokonano analizy jego możliwości pomiarowych.

Rysunek ilustruje algorytm wzorcowania przy zastosowaniu opracowanej metody wzorcowania. Generowany przez generator sinusoidalny przebieg napięcia o niskiej częstotliwości jest rejestrowany przez woltomierz cyfrowy napięcia stałego, w postaci kolejnych próbek reprezentujących badany przebieg.

Wynik pomiaru stanowi wzorcowy sygnał odniesienia. W drugim torze pomiarowym równolegle wykonywany jest bezpośredni pomiar wartości skutecznej badanego przebiegu



napięciowego przez miernik wzorcowany. Różnica obu sygnałów stanowi wynik wzorcowania.

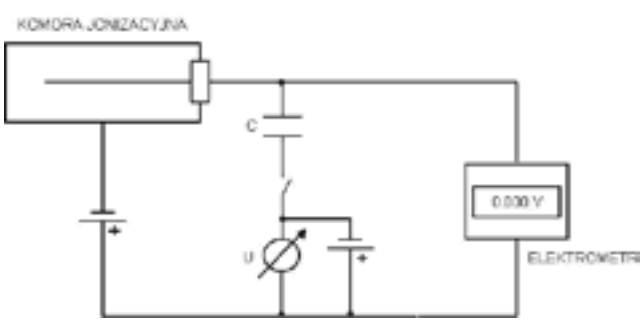
Dokładna analiza procesu pomiarowego oraz źródeł niepewności pomiarów pozwala wnioskować, że możliwe jest wzorcowanie mierników wartości skutecznej napięcia dla zakresu częstotliwości 0,1 ÷ 10 Hz z niepewnością rzędu 10 ppm.

Michał Mosiądz, Marcin Orzepowski, Paweł Zawadzki
Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

Metody pomiarów małych prądów jonizacyjnych rzędu 10^{-15} A

W Głównym Urzędzie Miar w Warszawie trwają prace nad stworzeniem nowych metod pozwalających na pomiar małych prądów jonizacyjnych rzędu 10^{-15} A. W chwili obecnej są prowadzone prace badawcze nad zmodyfikowanym układem kompensacyjnym.

W metodzie tej, kompensacji dokonuje źródło stałoprądowe w postaci komory jonizacyjnej naświetlanej źródłem promieniotwórczym. Ładunek doprowadzany jest do jednej z okładek kondensatora C z elektrody komory jonizacyjnej, natomiast do drugiej okład-



ki przykładane jest napięcie kompensacji U, czerpane z wzorcowego źródła napięciowego. W metodzie kompensacyjnej jedyną wielkością mierzoną jest czas kompensacji mierzony od momentu zwarcia włącznika do momentu pokazania przez elektrometr wartości zerowej. Wartość napięcia przykładanego na jedną z okładek kondensatora U, jak i pojemność kondensatora C, są ściśle określone. W niedalekiej przyszłości planuje się również dokonywanie pomiarów małych prądów jonizacyjnych za pomocą czujników SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) czyli nadprzewodzących interferometrów kwantowych. W oparciu o te czujniki wykonane zostaną układy pozwalające mierzyć małe prądy jonizacyjne w sposób bezpośredni i w układzie komparatora.

Adrian Bożydar Knyziak
Referat przedstawiono na konferencji MKM 2008

Wzorcowanie spektrofotometrów – źródła błędów

Zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 pt. „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących" laboratorium ma obowiązek okresowego sprawdzania poprawności wskazań własnego wyposażenia pomiarowego.

Proponowana przez Główny Urząd Miar kontrola poprawności wskazań spektrofotometrów UV-VIS wykonywana na zlecenie klientów (na miejscu, w Laboratorium Wzorców Spektrofotometrycznych Zakładu Promieniowania i Wielkości Wpływających lub w siedzibie użytkownika przyrządu) zapisana jest w wewnętrznej procedurze wzorcowania i przewiduje:

- wzorcowanie skali fotometrycznej przy wykorzystaniu wzorców gęstości optycznej widmowego współczynnika przepuszczania: ciekłych, stałych filtrów neutralnych szarych oraz filtrów napylanych,
- wzorcowanie skali długości fali przy wykorzystaniu filtrów optycznych domieszkowanych pierwiastkami ziem rzadkich (filtry: erbowy, holmowy, dydymowy).

Omówiono źródła błędów występujące przy wzorcowaniu skali fotometrycznej spowodowane niedoskonałością użytych wzorców, przejawiającą się w niepłaskości ich charakterystyk widmowych, połączoną z niedoskonałością wzorcowanych spektrofotometrów przejawiającą się w błędach ich skali długości.

J. Gębicka, A. Rębecka, A. Żurawski
Referat przedstawiono na konferencji POOMT i KSK

Certyfikacja gazowych materiałów odniesienia

Laboratorium Gazowych Materiałów Odniesienia Zakładu Fizykochemii Głównego Urzędu Miar wykonuje gazowe materiały odniesienia i dokonuje ich certyfikacji.

Gazowe materiały odniesienia wykonywane są w butlach ciśnieniowych stalowych lub aluminiowych metodą grawimetryczną, która pozwala na zapewnienie spójności po-

miarowej do państwowego wzorca jednostki miary masy poprzez wprowadzanie kolejnych składników mieszaniny do butli gazowej przy jednoczesnej kontroli masy wprowadzanego składnika. Metoda grawimetryczna opisana jest w normie ISO 6142:2001. Norma przedstawia schemat postępowania przy wytwarzaniu mieszanin gazowych oraz określa warunki konieczne do uznania metody grawimetrycznej za metodę podstawową czyli metodę certyfikacji gazowych materiałów odniesienia.

Inną metodą certyfikacji gazowych materiałów odniesienia, wykorzystywaną w Zakładzie Fizykochemii GUM, jest metoda pomiaru porównawczego względem innego certyfikowanego materiału odniesienia z wykorzystaniem wielopunktowego wzorcowania mieszanin gazowych, wg normy ISO 6143:2001. Metoda ta polega na wyznaczeniu krzywej kalibracji za pomocą materiałów odniesienia posiadających spójność pomiarową do wzorca jednostki miary masy lub do innego międzynarodowego wzorca jednostki miary. Załącznikiem do normy ISO 6143:2001 jest program komputerowy B_LEAST.exe, który pomocny jest do wyznaczenia krzywej kalibracji, wyboru typu krzywej (liniowa lub nieliniowa) oraz wyznaczenia zawartości poszczególnych składników w mieszaninie gazowej wraz z niepewnościami.

Dariusz Cieciora, Dominika Kosińska, Agnieszka Hys
Referat przedstawiono na Ogólnopolskiej Konferencji „Jakość w Chemii Analitycznej 4”

Analiza metod stosowanych przez krajowe i zagraniczne instytucje metrologiczne do wytwarzania roztworów wzorcowych do AAS

Absorpcyjna spektrometria atomowa (AAS) należy do metod, w których ilościowe oznaczanie pierwiastków w badanej próbce polega na pomiarze porównawczym absorpcji mierzonej dla próbki o nieznanym stężeniu analizowanego składnika z serią próbek o dobrze zdefiniowanym jego stężeniu. Aby uwiarygodnić stosowaną w oznaczeniach procedurę, każde laboratorium musi dysponować certyfikowanymi materiałami odniesienia (CRMs), które zawierają odpowiedni analit w ilości dokładnie znanej. Przy tworzeniu spójnego, na skalę ogólnoświatową, programu dotyczącego przygotowywania materiałów odniesienia decydującą rolę odegrała Międzynarodowa Organizacja Normalizacyjna (ISO). Zgodnie z jej zaleceniami materiały odniesienia do AAS (najczęściej w postaci roztworów wodnych) posiadają właściwości certyfikowane na podstawie pomiarów wykonywanych wiarygodnymi metodami i realizowanych w wyspecjalizowanych do tego celu laboratoriach. Spójność pomiarową uzyskuje się w nich poprzez nieprzerwany łańcuch porównań, który zapewnia, że wynik pomiarów jest powiązany z odniesieniem na najwyższym międzynarodowym poziomie, czyli z wzorcem pierwotnym. Wśród takich laboratoriów dominującą pozycję na świecie zajmuje Państwowy Instytut Wzorców i Technologii (NIST) w USA. Laboratoria wykonujące materiały odniesienia, zapewniające powiązanie z wzorcami międzynarodowymi, istnieją także w innych państwach, w ramach krajowych instytucji metrologicznych, m.in.: w Japonii (Krajowy Instytut Metrologii – NMIJ), w Niemczech (Federalny Instytut Badania Materiałów i Testowania – BAM oraz Federalny Instytut

Metrologii – PTB), na Słowacji (Słowacki Instytut Metrologiczny – SMÚ), a także w Polsce (Główny Urząd Miar w Warszawie oraz Okręgowy Urząd Miar w Łodzi). Wszystkie opisane metody wytwarzania wzorcowych roztworów do AAS opierają się na procedurach rozpuszczania substancji wejściowych o wysokiej klasie czystości (powyżej 99,5 %), w odpowiednich matrycach. Roztwory wzorców do AAS różnią się między sobą wartościami stężeń oraz nieznacznie składem matryc (stężeniami kwasów nieorganicznych). W związku tymi właściwościami różnią się one także certyfikowanym terminem trwałości. Najistotniejszą różnicę dla procedur wytwarzania wzorcowych roztworów do atomowej spektrometrii absorpcyjnej stanowią metody używane w różnych ośrodkach metrologicznych, stosowane do oznaczania stężenia przygotowywanych serii roztworów. Wiodące ośrodki na świecie (np. NIST, BAM czy PTB) wykorzystują optyczną emisyjną spektrometrię z jonizacją w indukcyjnie sprzężonej plazmie (ICP-OES). Pozostałe ośrodki stosują, na ogół w tym samym celu, metody klasycznej chemii analitycznej, czyli miareczkowania.

Inwestycja zrealizowana w połowie roku 2007 przez Główny Urząd Miar w Warszawie wyposażyła laboratorium wytwarzające wzorce do AAS w optyczny spektrometr emisyjny ICP-OES. Zastosowanie tej techniki analitycznej umożliwi stopniowe dostosowanie usług świadczonych przez GUM do standardów zagranicznych instytutów metrologicznych. Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej GUM będzie mogło przystąpić do programu krajowych lub zagranicznych porównań międzylaboratoryjnych, szczególnie tych organizowanych w ramach EURAMET-u, czy CCQM-u. Po wypełnieniu wszystkich koniecznych warunków GUM będzie się mógł ubiegać o umieszczenie wzorców wytwarzanych do AAS na listach CMC.

dr Agnieszka Zoń
Referat przedstawiono na Ogólnopolskiej Konferencji „Jakość w Chemii Analitycznej 4”

Streszczenie plakatu

Gęstość jest podstawowym parametrem określającym naturę fizyczną gazów, cieczy i ciał stałych. Pomiary gęstości wykonuje się w wielu dziedzinach nauki i przemysłu w celu określenia właściwości materiałów, parametrów procesów technologicznych, ilości i jakości produktów. Spójność pomiarów gęstości w Polsce z międzynarodowym systemem miar zapewnia Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej Głównego Urzędu Miar. Państwowy wzorzec jednostki miary gęstości, wykonany z monokryształu krzemu, przekazuje jednostkę miary do stałych i ciekłych wzorców niższych rzędów oraz przyrządów pomiarowych, w tym certyfikowanych materiałów odniesienia. Kompetencje techniczne i możliwości pomiarowe Laboratorium potwierdza udział w porównaniach międzynarodowych.

Elżbieta Lenard

śp. Jacek Lipiński

Jacek Lipiński po uzyskaniu dyplomu magistra fizyki w 1969 roku rozpoczął pracę w Polskiej Administracji Miar i poświęcił jej całe swoje życie zawodowe, w tym ponad 30 lat na stanowiskach kierowniczych: kierownika laboratorium, a następnie dyrektora Zakładu Fizykochemii. Od początku działalności brał bardzo aktywny udział we współpracy zagranicznej z instytucjami metrologicznymi wielu krajów oraz z międzynarodowymi i regionalnymi organizacjami metrologicznymi, gdzie był długoletnim oficjalnym przedstawicielem Polski.

W latach 70. i 80. był wykładowcą i promotorem prac dyplomowych w Policealnym Studium Zawodowym o specjalności Metrologia Fizykochemiczna. Był członkiem kilku komisji naukowych Polskiej Akademii Nauk, kilku Komitetów Technicznych Polskiego Komitetu Normalizacyjnego, a także ekspertem technicznym Polskiego Centrum Akredytacji.

Uczestniczył w ponad 40 konferencjach i sympozjach naukowych w kraju i za granicą, gdzie wygłosił ok. 30 referatów. Systematycznie podnosił kwalifikacje zawodowe i przekazywał swoją wiedzę i doświadczenie, biorąc udział w ponad 40 szkoleniach i kursach. Jest autorem lub współautorem ok. 40 prac naukowych opublikowanych w polskich i zagranicznych czasopismach fachowych, a także wykonawcą lub współwykonawcą kilkudziesięciu prac badawczo-rozwojowych. Został odznaczony Srebrnym Krzyżem Zasługi oraz Medalem Pamiątkowym Polskiej Służby Miar.

Jacek Lipiński wyróżniał się wzorowym i sumiennym wykonywaniem swych obowiązków zawodowych. Z jego olbrzymiej wiedzy i doświadczenia dotyczącego zagadnień metrologicznych korzystało wiele osób, w tym także spoza administracji miar.

Pozostaną po nim same dobre wspomnienia, gdyż wszyscy czujemy, że odszedł od nas człowiek prawy, dobry i serdeczny. Był mądry, skromny i życzliwy ludziom, zawsze chętny do udzielenia pomocy w każdej sprawie.

Dyrektor i Pracownicy Zakładu Fizykochemii

Wydawca: **Główny Urząd Miar**

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

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy metrologii naukowej
BARBARA LISOWSKA
tel. 581 95 49, fax 620 84 11, e-mail: vprbl@gum.gov.pl

Wiceprezes odpowiedzialny za sprawy metrologii prawnej
DOROTA HABICH
tel. 581 93 26, fax 624 25 73,
e-mail: vprdh@gum.gov.pl

Dyrektor Generalny Urzędu
ELŻBIETA SOIKA
tel. 581 93 78, fax 624 02 68, e-mail: dgu@gum.gov.pl

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