

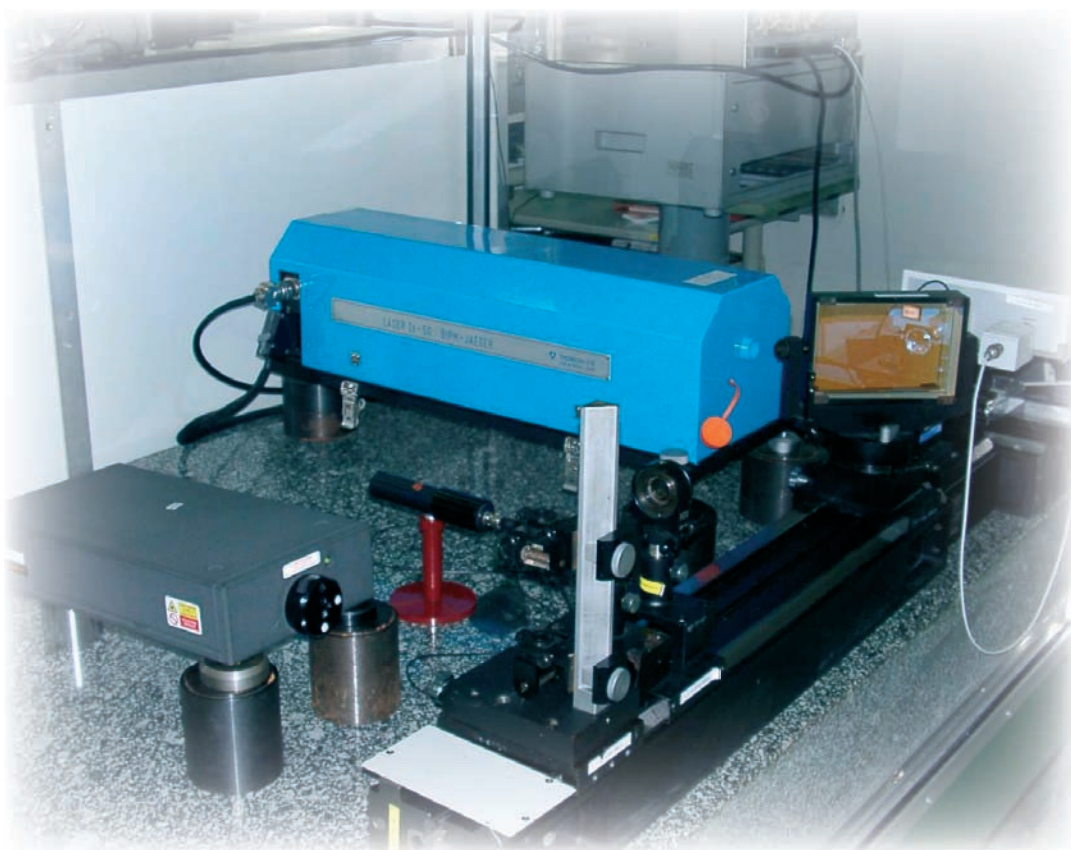


METROLOGIA

Biuletyn Informacyjny Głównego Urzędu Miar

Nr 4(8)

grudzień 2007



Szanowni Państwo

Zgodnie z zapowiedzią w kolejnym zeszycie biuletynu przedstawiamy następny państwowy wzorzec jednostki miary, tym razem dotyczący długości, w postaci stanowiska do odtwarzania wzorcowej częstotliwości stabilizowanego lasera gazowego. Zwracamy również uwagę na artykuł Pani Profesor Ewy Bulskiej dotyczący trudnego zagadnienia spójności pomiarowej w chemii oraz na artykuł zespołu autorów z Ukraińskiej Akademii Nauk i z GUM o złożonym systemie przekazywania jednostek miar wielkości elektrycznych.

Ponieważ na 17 grudnia 2007 r. zaplanowana jest konferencja pt. **„Rozwój polskiej metrologii w kontekście współpracy naukowej w Europie – projekt iMERA i Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii”** zwracamy także uwagę na materiał dotyczący powyższej problematyki.

Życzymy również, aby zbliżające się Święta Bożego Narodzenia upłynęły Państwu w miłej atmosferze, zdrowiu i pokoju a Nowy Rok przyniósł wiele sukcesów w życiu prywatnym i zawodowym.

Redakcja



Państwowy wzorzec jednostki miary długości jako przykład praktycznej realizacji metra

Podobnie jak wiele innych nowatorskich rozwiązań, Rewolucja Francuska (1789 ÷ 1799) wprowadziła również po raz pierwszy system metryczny, jako system oparty na wzorcach metra i kilograma, stosujący zasadę 10-krotnych wielokrotności przy tworzeniu jednostek wtórnych. Wówczas to wykonano pierwsze, nazywane archiwalnymi, materialne wzorce metra i kilograma. Wzorzec metra stanowił pręt platynowy o przekroju prostokątnym, którego długość wyznaczona była przez odległość między płaszczyznami czołowymi i wynosiła jedną dziesięciomilionową ćwiartki południka ziemskiego przechodzącego przez Paryż. Niemal 100 lat później, w roku 1875, decyzją o powołaniu Międzynarodowej Konwencji Metrycznej, jej sygnatariusze postanowili założyć i utrzymywać Międzynarodowe Biuro Miar, którego jednym z zadań było wykonanie nowych prototypów metra i kilograma. Uchwałą Generalnej Konferencji Miar z 26 września 1889 roku, w ramach wprowadzonego Międzynarodowego Systemu Jednostek – SI, za definitywny prototyp metra uznano nowy wzorzec – tym razem kreskowy, w kształcie pręta o przekroju litery X, wykonany ze stopu platyny i irydu. Długość tego wzorca dobrana została tak, aby była jak najbardziej zbliżona do długości wzorca archiwalnego i wyrażona została jako mierzona w temperaturze 0°C odległość pomiędzy osiami dwóch głównych kres naciętych na wzorcu. Sam wzorzec przechowywany jest do dziś (obecnie jako historyczny) w Międzynarodowym Biurze Miar, a jego kopie wykonano dla wszystkich sygnatariuszy Konwencji Metrycznej.

Gwałtowny rozwój fizyki i techniki, który nastąpił w pierwszej połowie XX wieku wpłynął również na rozwój technik pomiarowych, w tym na powstanie szeregu stabilnych częstotliwościowo źródeł światła. Długość fali ich promieniowania, ściśle związana zależnością matematyczną z częstotliwością, w połączeniu z nowoczesnymi układami interferometrów umożliwia praktyczną realizację pomiarów długości. Doprowadziło to do przyjęcia przez 11. Generalną Konferencję Miar, w 1960 r., nowej definicji metra, która mówiła, że jednostkę tę stanowi odległość wyznaczona 1 650 763,73 długościami fal w próżni promieniowania emitowanego przez atomy kryptonu ^{86}Kr . W Głównym Urzędzie Miar zaczęto stosować tę definicję w praktycznych pomiarach już w 1966 r.

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

- 1) wykorzystując długość drogi l , którą płaska fala elektromagnetyczna przebywa w próżni w czasie t , wyznaczaną ze związku: $l = c_0 \cdot t$, gdzie c_0 to prędkość światła w próżni równa

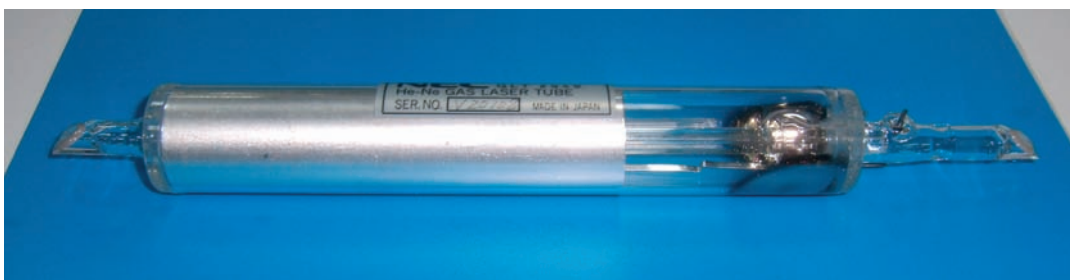
299 792 458 m/s. Metoda ta możliwa jest do zastosowania jedynie w pomiarach bardzo dużych odległości, np. odległości Ziemi od Księżyca.

- 2) wykorzystując długość λ płaskiej fali elektromagnetycznej w próżni o częstotliwości f , wyznaczaną ze związku: $\lambda = c_0/f$. Metoda ta opiera się na pomiarze częstotliwości stabilnego źródła światła poprzez porównanie jej ze znacznie stabilniejszą częstotliwością generatora cezowego, wykorzystywanego do praktycznej realizacji sekundy, a następnie wyznaczeniu z zależności matematycznej długości fali, która może być użyta jako wzorcowa w pomiarach długości.
- 3) wykorzystując promieniowania z listy zawartej we wspomnianym wcześniej zaleceniu CIPM, których podane długości fal lub częstotliwości mogą być użyte (wprost – bez żadnych pomiarów) wraz z przypisanymi im niepewnościami, pod warunkiem przestrzegania dodatkowych reguł dotyczących parametrów pracy stabilnego źródła światła.

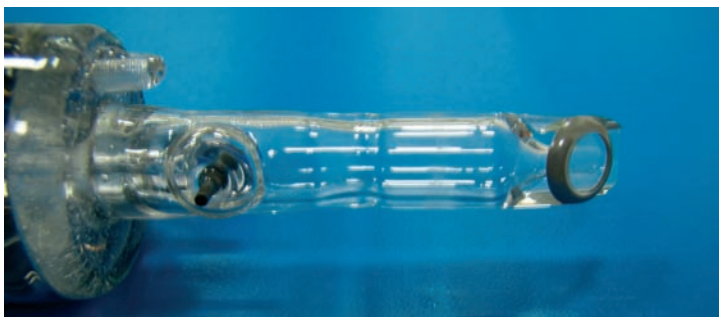
Państwowy wzorzec jednostki długości w Głównym Urzędzie Miar

W Głównym Urzędzie Miar, zgodnie z trzecią metodą praktycznej realizacji definicji metra, na stanowisku państwowego wzorca jednostki długości, wykorzystywane jest wysoko stabilne promieniowanie lasera He-Ne stabilizowanego jodem. Stabilność względna tego lasera wynosi $5 \cdot 10^{-11}$. Stabilizacja częstotliwości promieniowania lasera oparta jest o zjawisko absorpcji i wymuszonej emisji przez molekuly jodu $^{127}\text{I}_2$, dla linii widmowej R(127). Poniżej przedstawiono jedno z głównych elementów lasera, któremu dla celów przeprowadzanych porównań międzynarodowych nadano nazwę GUM1.

Na rys. 1 przedstawiono laserową rurę wyładowczą wypełnioną mieszkanką gazów helu i neonu (He-Ne), zakończoną tzw. okienkami Brewstera (rys. 2), stosowanymi w celu obniżenia strat mocy promieniowania przy przechodzeniu światła przez szkło, a na

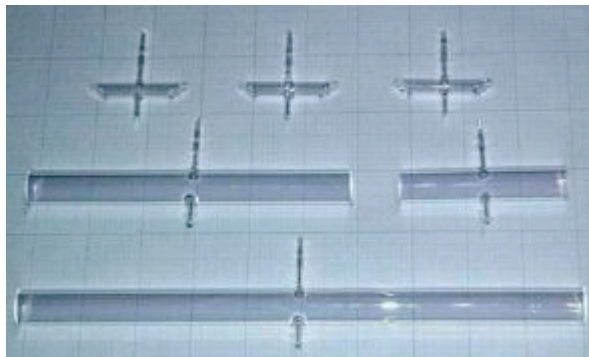


Rys. 1. Laserowa rura wyładowcza



Rys. 2. Okienko Brewstera

rys. 3 różne typy komórek jodowych, pełniących rolę dodatkowego filtra w stosunku do promieniowania emitowanego przez układ rezonatora składający się z rury wyładowczej i zwierciadeł.



Rys. 3. Komórki jodowe

Laser GUM1 składa się z dwóch bloków: części optycznej oraz zespołu elektroniki. Schemat blokowy lasera przedstawiono na rys. 4. Współdziałanie poszczególnych elementów lasera wraz z komórką jodową pozwala wygenerować promieniowanie z szeregiem stabilnych częstotliwości w zakresie długości fali w próżni około 633 nm, które odpowiadają strukturze subtelnej absorpcyjnej linii widmowej jodu $^{127}\text{I}_2$ R(127). Stabilizacja częstotliwości oparta jest na wprowadzeniu wolnozmiennnej (ok. 1092 Hz) modulacji sygnału optycznego, a następnie demodulacji fazowej 3 harmonicznej tego sygnału po stronie odbiorczej i zastosowaniu stabilizacyjnej pętli sprzężenia zwrotnego PLL z wykonawczym elementem piezoelektrycznym.

Wspomniane wcześniej, konieczne do zapewnienia odpowiedniej stabilności częstotliwości, dodatkowe reguły dotyczą:

- ♦ parametrów komórki jodowej:
 - odpowiedniej czystości napełnienia komórki jodem,
 - temperatury ścianek komórki (25 ± 5) °C,
 - temperatury par jodu ($15 \pm 0,2$) °C,
- ♦ głębokości modulacji częstotliwości ($6 \pm 0,3$) MHz,
- ♦ mocy wewnątrz wnęki rezonansowej lasera, wynoszącej (10 ± 5) mW.

Najczęściej wykorzystywanymi częstotliwościami zalecanymi przez CIPM, oznaczonymi, zgodnie z podpoziomami struktury subtelnej widma promieniowania atomów, indeksami *d*, *e*, *f*, *g* są:

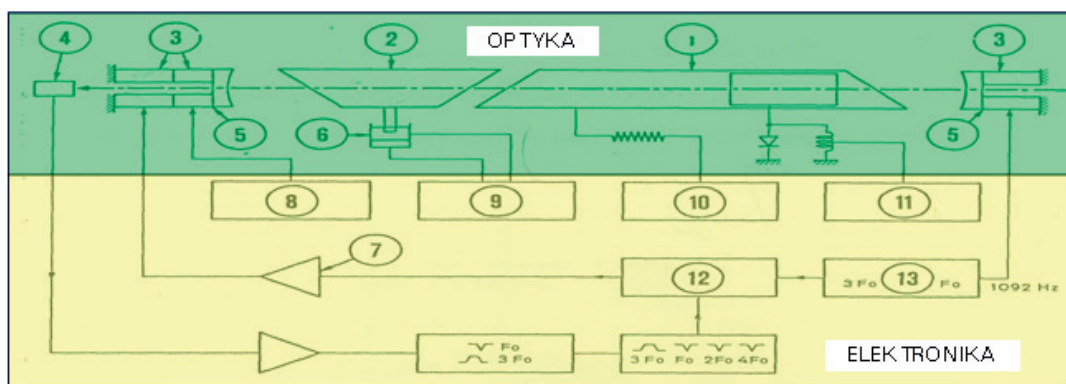
$$F_{wd} = 473\,612\,379,828 \text{ MHz}$$

$$F_{we} = 473\,612\,366,967 \text{ MHz}$$

$$F_{wf} = 473\,612\,353,604 \text{ MHz}$$

$$F_{wg} = 473\,612\,340,406 \text{ MHz}$$

F_{wf} – częstotliwość odnosząca się do podpoziomu *f* (inaczej α_{16}), traktowana jako częstotliwość odniesienia dla pozostałych – zgodnie z Zaleceniem 1 (CI-2002) [Practical realization of the definition of the metre, including recommended radiations of other optical frequency standards – International Report].



1 – rura wyładowcza He-Ne, 2 – komórka jodowa, 3 – cylindry piezoelektryczne, 4 – fotodetektor, 5 – zwierciadła, 6 – element chłodzący Peltiera, 7 – wzmacniacz HV, 8 – stała regulacja wnęki rezonansowej, 9 – kontroler temperatury, 10 – zasilanie HV, 11 – zapłon, 12 – demodulator synchroniczny, 13 – modulator.

Rys. 4. Schemat blokowy lasera GUM1

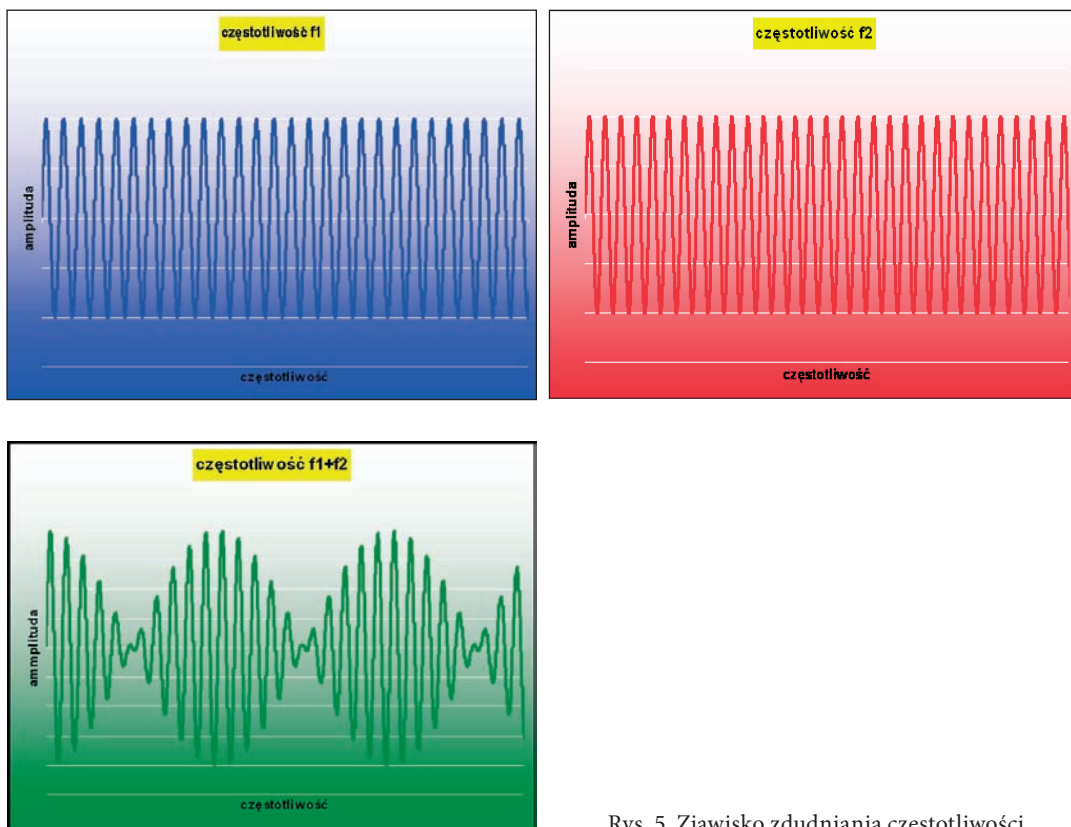
Przekazywanie jednostki długości

Do przekazywania jednostki długości (wyznaczania za pomocą częstotliwości lasera GUM1 częstotliwości innych laserów He-Ne) stosowane jest zjawisko zdudnienia optycznego wykorzystujące falowy charakter światła, występujące przy nałożeniu się dwóch promieni o bliskich sobie częstotliwościach. W wyniku takiego nałożenia powstaje sygnał zbiorczy o okresowych zmianach amplitudy, równych różnicy częstotliwości sygnałów składowych. W ten sposób obniżona częstotliwość, w odróżnieniu od częstotliwości (rzędu setek THz) promieniowania z widzialnego zakresu widma, może być zmierzona za pomocą dostępnych układów optoelektronicznych. Znając częstotliwość lasera wzorcowego i wyznaczoną na podstawie pomiaru częstotliwość dudnienia, możliwe jest wyznaczenie częstotliwości lasera badanego. Zjawisko dudnienia przedstawiono na rys. 5.

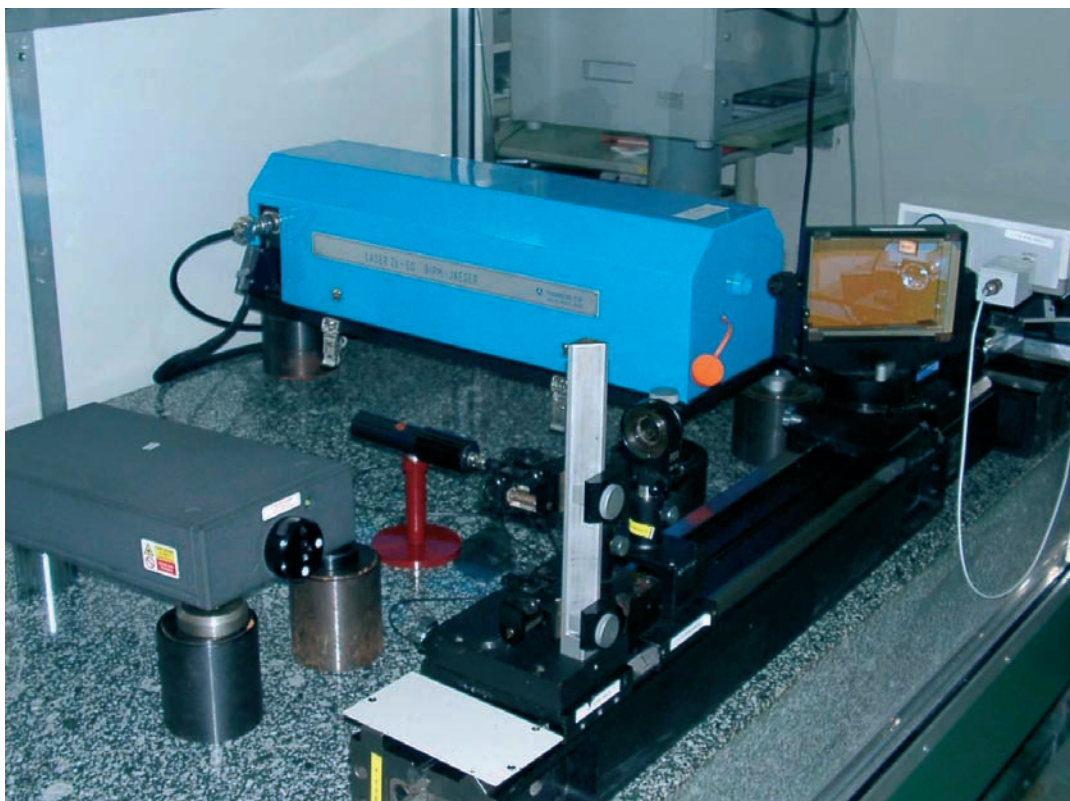
Zgodnie z powyższym częstotliwość promieniowania lasera badanego F_b określana jest z zależności: $F_b = F_w - \Delta F$, gdzie F_b – częstotliwość lasera badanego, F_w – częstotliwość lasera wzorcowego, ΔF – zmierzona różnica częstotliwości.

Częstotliwość sygnału dudnienia mierzona jest częstościomierzem i określana jest podczas pomiarów, kolejno dla czterech wspomnianych częstotliwości wzorcowych F_{wd} , F_{we} , F_{wf} oraz F_{wg} w celu określenia znaku różnicy częstotliwości ΔF . Na rys. 6 przedstawiono widok stanowiska państwowego wzorca jednostki długości wraz z wzorcowym laserem jodowym GUM1, a na rys. 7 jego schemat blokowy.

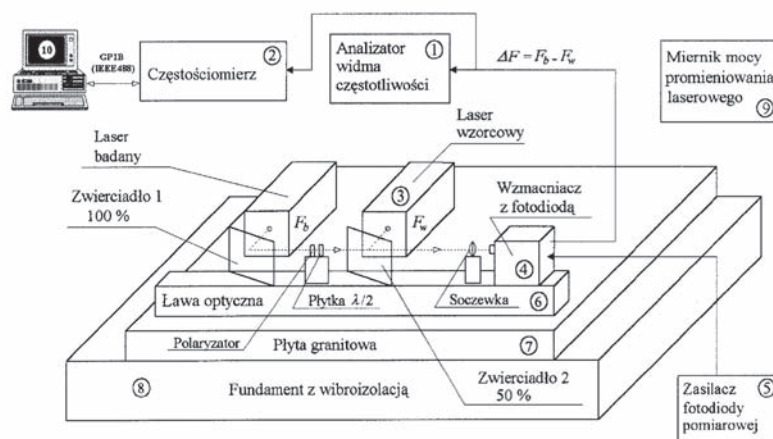
Dzięki zastosowaniu komputera z interfejsem GPIB (IEEE488), dane pomiarowe z częstościomierza odpowiadające mierzonej różnicy częstotliwości ΔF przesyłane są automatycznie do programu obliczeniowego. Program ten został napisany w Laboratorium Długości Zakładu Długości i Kąta i umożliwia wyznaczenie częstotliwości mierzonego lasera, jej stabilności w przedziale wielogodzinnym oraz obliczenie długości fali promieniowania w próżni.



Rys. 5. Zjawisko zdudniania częstotliwości



Rys. 6. Widok stanowiska państwowego wzorca jednostki długości GUM



Rys. 7. Schemat blokowy stanowiska państwowego wzorca jednostki długości GUM

Podsumowanie

Obecne stanowisko państwowego wzorca jednostki długości posiadane przez GUM, między innymi ze względu na efekty związane z naturalnym starzeniem się jego elementów (17 lat użytkowania), a w szczególności efekt dyfuzji gazu przez szklane ścianki rury wyładowczej i zmianę jego składu, będzie musiało w najbliższym czasie być zastąpione nowym układem, uwzględniającym najnowsze osiągnięcia techniki w tej dziedzinie. Poza zaawansowanym wiekiem, posiadane stanowisko charakteryzuje się również innymi ograniczeniami. W celu skontrolowania poprawności jego pracy musi być ono porównywane ze stanowiskami innych krajowych instytucji metrologicznych (NMI), co wiąże się z określonymi kosztami. Ze względu na ograniczone możliwości pomiaru częstotliwości dudnienia stanowisko służyć może jedynie do wyznaczania częstotliwości laserów emitujących światło czerwone o długości fali 633 nm, a w ostatnich latach wzrasta potrzeba wzorcowania również źródeł emitujących światło zielone, pomarańczowe, żółte i w perspektywie kilku lat również niebieskie. Posiadany np. przez Zakład Długości i Kąta GUM interferometr do płytek wzorcowych, wyposażony w dwa lasery, z których jeden, emitujący światło o barwie zielonej i długości fali 543 nm wymaga corocznego wzorcowania w zagranicznym NMI. Koszt takiego wzorcowania, np. w NPL (Anglia) wynosi około 50 000 zł, a czas oczekiwania – 6 miesięcy.

Nowe, planowane stanowisko do odtwarzania jednostki długości to syntezer częstotliwości optycznych, zwany „femtosecond frequency comb”. Stanowi on zupełnie nową generację wzorców częstotliwości optycznych i daje możliwość bezpośredniego odniesienia generowanego sygnału do częstotliwości wzorcowego zegara cezowego, a przez to bezpośrednią, zgodną z definicją i zaleceniami CIPM, realizację jednostki długości (według wcześniej opisanej metody 2 – bezpośredniego pomiaru częstotliwości). W systemy takie wyposażyły się w ostatnich 4 latach między innymi: PTB – Niemcy, MIKES – Finlandia, BEV – Austria, METAS – Szwajcaria, CMI – Czechy, INRIM – Włochy, IPQ – Portugalia i LNE – Francja). Systemy takie gwarantują również, poprzez zastosowaną metodę syntezy częstotliwości, zmniejszenie niepewności pomiarów o dwa rzędy wielkości, co pozwala osiągnąć niepewność względną rzędu 10^{-13} .

Zbigniew Ramotowski, Jerzy Walczuk

Spójność pomiarów chemicznych

W ostatnich latach istotnie wzrosły wymagania odnośnie pomiarów realizowanych w laboratoriach chemicznych, a dotyczy to przede wszystkim jakości i wiarygodności otrzymywanych wyników. Dziedzina wiedzy opisująca zasady prowadzenia pomiarów to metrologia. Historycznie rzecz biorąc, zasady te wprowadzone zostały i od lat są skutecznie realizowane na poziomie międzynarodowym dla pomiarów wielkości fizycznych. W ostatnich latach wymagania obejmujące walidację procedury pomiarowej, wyznaczanie niepewności wyniku uzyskanego zgodnie z tą procedurą oraz zapewnienie spójności pomiarowej danego wyniku z uznanym wzorcem stały się również istotnym elementem pomiarów wielkości chemicznych.

Spójność pomiarowa i międzynarodowy układ jednostek miar

Zgodnie z definicją, spójność pomiarowa to właściwość wyniku pomiaru lub wzorca jednostki miar polegająca na tym, że można je powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miar, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.

Obecnie dobrze zdajemy sobie sprawę z faktu, że wszelka wymiana towarów i usług nie może odbyć się bez stosowania spójnego układu jednostek miar. Projekt utworzenia układu jednostek miar, nazwanego SI został zatwierdzony na plenarnym posiedzeniu OIML, w Paryżu w 1958 roku. Przyjęty w roku 1960 międzynarodowy układ jednostek SI nie obejmował, niezmiernie ważnej dla pomiarów chemicznych, jednostki liczności materii. Dopiero w roku 1971 zaliczono „mol” do jednostek podstawowych.

W przypadku pomiarów wielkości chemicznych, spójność pomiarowa, to zgodnie z definicją powiązanie wyniku z jednostką miary „mol”. Niestety, mol jest jedyną jednostką układu SI, która do tej pory nie doczekała się realizacji w postaci określonego wzorca. Wynika to przede wszystkim z ogromnej różnorodności substancji chemicznych (atomów, jonów, cząsteczek), dla których należałoby przygotować odpowiednie wzorce mola: na przykład wzorec mola cząsteczek wody czy wzorec mola atomów siarki. Poza tym możliwość realizacji wzorca mola ogranicza czystość dostępnych substancji chemicznych. Wzorec mola atomów siarki powinien być wykonany tylko z atomów siarki, bez żadnych domieszek, a to, jak wiemy jest w praktyce niemożliwe.

Wymienione wyżej ograniczenia w realizacji jednostki mola nie są jedynym problemem w zapewnieniu spójności pomiarów wielkości chemicznych. Spróbujmy wykazać to

Mol – jest to liczność (ilość) materii, występująca, gdy liczba cząstek jest równa liczbie atomów zawartych w masie 0,012 kg izotopu węgla 12.

Uwaga: przy stosowaniu mola należy określić rodzaj cząstek: atomy, molekuly, jony, elektrony, albo określone zespoły takich cząstek

na podstawie porównania z pomiarami wielkości fizycznych. Spójność wyniku pomiaru np. szerokości stołu oznacza porównanie z jednostką długości czyli powiązanie z metrem, a najważniejszym elementem procedury pomiarowej jest wzorcowanie przyrządu po-

miarowego względem wzorca wyższego rzędu. W większości przypadków pomiar wielkości fizycznych jest niezależny od rodzaju mierzonego obiektu. Na przykład bez względu na to, czy mierzymy szerokość stołu czy wysokość biurka, wynik pomiaru zależy od stosowanego przyrządu pomiarowego. W przypadku wielkości chemicznych pomiar polega najczęściej na wyznaczeniu zawartości danego składnika (np. atomów, jonów, cząsteczek) w złożonym otoczeniu, czyli w obecności innych składników próbki. Na przykład pomiar zawartości ołowiu w moczu oznacza określenie ile atomów/jonów ołowiu znajduje się w wodnym roztworze zawierającym różne składniki nieorganiczne i organiczne. Niezbędnym elementem pomiaru jest, podobnie jak w pomiarach wielkości fizycznych, wzorcowanie przyrządu pomiarowego. Specyficzne dla pomiarów wielkości chemicznych jest to, że pomiar musi być często poprzedzony przeprowadzeniem złożonych operacji fizyko-chemicznych, na przykład rozcieńczeniem próbki, przeprowadzeniem ekstrakcji, mineralizacji czy zateżania. Oznacza to, że pomiar zależy nie tylko od wzorcowania przyrządu pomiarowego, ale w dużym stopniu od rodzaju i sposobu przygotowania badanej próbki. W związku z tym, w pomiarach chemicznych, pojęcie „procedura pomiarowa” obejmuje zarówno wzorcowanie, jak i proces przygotowania próbki przed właściwym pomiarem. Poza tym pomiar zawartości danej substancji chemicznej zależy od obecności innych składników próbki. Zakładając na przykład jednakową zawartość ołowiu w wodzie morskiej, glebie, surowicy krwi, czy w moczu, musimy zdawać sobie sprawę z potencjalnych interferencji, czyli ze znaczącego wpływu składników próbki na końcowy wynik pomiaru.

Kolejnym istotnym problemem w zapewnieniu spójności pomiarów chemicznych jest prawidłowe zdefiniowanie wielkości mierzonej. Dla chemika określenie „oznaczanie zawartości ołowiu w glebie” nie stanowi jednoznacznej definicji wielkości mierzonej. Jeżeli interesuje nas pomiar całkowitej zawartości ołowiu w glebie, to konieczna jest pełna mineralizacja próbki i całkowite przeprowadzenie obecnych w glebie związków ołowiu w postać rozpuszczalną w roztworze zastosowanym do mineralizacji. Jeżeli natomiast interesuje nas pomiar zawartości ołowiu dostępnego dla roślin, to przygotowanie próbki będzie polegać na przeniesieniu do roztworu tych związków ołowiu, które rozpuszczają się w medium o składzie typowym dla roztworu glebowego. W obu przypadkach wynik zawartości ołowiu w glebie będzie różny. W przypadku oznaczania całkowitej zawartości ołowiu w glebie mówimy o wielkości mierzonej niezależnej od procedury pomiarowej, natomiast w przypadku oznaczania ołowiu obecnego w postaci rozpuszczalnych związków, mówimy o operacyjnie określonej (zależnej od procedury pomiarowej) wielkości mierzonej. Oznacza to, że w pomiarach wielkości chemicznych wynik zależy istotnie od stosowanej procedury pomiarowej, a możliwość porównywania wyników ograniczona jest do tych samych warunków pomiarowych. Powyższe rozważania pokazują, że w większości przypadków nie jest możliwe bezpośrednie powiązanie wyniku z układem jednostek miar SI.

Spójność pomiarów chemicznych

Określenie spójności pomiarowej dla wielkości chemicznych jest niezmiernie trudne do zrealizowania. W praktyce, w przypadku pomiarów wielkości chemicznych stosuje się odpowiednie wzorce lub chemiczne materiały odniesienia (RM), które umożliwiają przeniesienie wartości danej właściwości (np. zawartości pierwiastka w danej matrycy) pomiędzy różnymi laboratoriami i niezależne odtworzenie jej w różnych ośrodkach.

RM (Reference Material) – materiał odniesienia

CRM (Certified Reference Material) – certyfikowany materiał odniesienia

Takie postępowanie nie zapewnia wprowadzie bezpośredniego powiązania wyniku z jednostkami międzynarodowego układu miar SI, ale jest zgodne z wymaganiami normy ISO/IEC 17025

oraz z polityką jednostek akredytacyjnych. W tym miejscu warto przywołać stanowisko Polskiego Centrum Akredytacji wyrażone w dokumencie DA-06 „Polityka PCA dotycząca zapewnienia spójności pomiarowej”. Cytując *Jeżeli powiązanie z wzorcami państwowymi jednostek miar jest niemożliwe do uzyskania lub nieracjonalne w konkretnym przypadku, to można zastosować uzgodnione wzorce (lub metody) jednoznacznie opisane i zaakceptowane przez wszystkie zainteresowane strony*. Stanowisko to wynika z wymagań normy ISO/IEC 17025, gdzie w punkcie 5.6.2.1 (odnośnie wzorcowania) oraz 5.6.2.2 (odnośnie badań) podane są możliwości powiązania wyników pomiarów chemicznych z odpowiednimi, uznanymi wzorcami chemicznymi. Z zapisów normy wynika, że w przypadkach gdy wzorcowania lub badania nie mogą być wykonane ściśle w jednostkach SI, zaufanie do wyników pomiarów ustala się poprzez:

- ♦ wykorzystywanie certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM) dostarczonych przez kompetentnego dostawcę,
- ♦ wykorzystywanie ustalonych metod i/lub uzgodnionych wzorców, które są jednoznacznie opisane i przyjęte przez wszystkie uczestniczące strony.

Istotnym wymaganiem odnośnie chemicznych wzorców i materiałów odniesienia są kompetencje producenta. Materiały odniesienia powinny mieć, jeżeli to możliwe, powiązanie z jednostkami miar SI lub z certyfikowanymi materiałami odniesienia.

Produkcja chemicznych materiałów odniesienia jest procesem złożonym, obejmującym przede wszystkim prawidłowe przygotowanie materiału, wykazanie jego jednorodności i trwałości oraz charakterystykę dokładności i spójności pomiarowej wartości odniesienia. Warto przy tym zaznaczyć, że w przypadku certyfikowanych materiałów odniesienia wyznaczanie wartości odniesienia polega na: przypisaniu wartości *a priori*, określaniu jej na podstawie wyników porównań międzylaboratoryjnych lub na podstawie pomiarów zrealizowanych z wykorzystaniem metody definitywnej, np. spektrometrii mas z rozcieńczeniem izotopowym. W każdym przypadku do wartości odniesienia powinna być przypisana odpowiadająca jej niepewność.

Dobór wzorców (materiałów odniesienia) w pomiarach chemicznych

Materiały odniesienia i certyfikowane materiały odniesienia pełnią we współczesnej chemii analitycznej rolę podobną do wzorców jednostek międzynarodowego układu miar – umożliwiają przeniesienie wartości danej właściwości (np. zawartości pierwiastka w danej matrycy) pomiędzy różnymi laboratoriami i niezależne odtworzenie jej w różnych ośrodkach. Dzięki czemu stanowią jedno z najważniejszych narzędzi nie tylko do zapewnienia spójności pomiarowej, ale również do oceny nowych metod analitycznych, porównania różnych metod, porównania kompetencji laboratoriów oraz do zapewnienia jakości pracy laboratorium.

Aktualnie trudno znaleźć laboratorium, które nie stosowałoby materiałów odniesienia w swojej codziennej pracy i nie napotykało przy tym na problemy w odtworzeniu wartości odniesienia. Wynika to przede wszystkim z trudności w doborze odpowiedniego materiału, ale również z niewłaściwym jego stosowaniu, o czym będzie mowa w dalszej części. Z punktu widzenia chemika analityka, o wyborze materiału odniesienia decyduje przede wszystkim zbieżność składu (matrycy) materiału i analizowanych próbek oraz zbieżność poziomu stężeń oznaczanych składników do tych, jakie są typowe dla badanych próbek. Ważna jest również niepewność wartości odniesienia, wartość ta może być często ważącą składową budżetu niepewności.

Istotnym problemem związanym z szerokim rozpowszechnieniem certyfikowanych materiałów odniesienia jest ich wysoka cena. Wynika to przede wszystkim z tego, że produkcja wymaga zaangażowania wysoko wykwalifikowanych fachowców oraz złożonych linii produkcyjnych i nowoczesnej aparatury. Dodatkowym elementem zwiększającym cenę jest to, że wytworzona seria materiału jest sprzedawana przez wiele lat, co generuje wysokie koszty przechowywania materiału w odpowiednich warunkach i cyklicznego sprawdzania stabilności wartości odniesienia.

Stosowanie chemicznych materiałów odniesienia

Niezbędne dla chemika informacje o cechach certyfikowanych materiałów odniesienia, możliwościach ich stosowania oraz możliwościach wykazania spójności pomiarowej powinny znaleźć się w przygotowanej przez producenta dokumentacji, najczęściej są to certyfikaty z odpowiednimi załącznikami.

Czytelnik z pewnością pamięta o tym, że w przypadku pomiarów chemicznych niezwykle ważne jest prawidłowe zdefiniowanie wielkości mierzonej. Jest to również niezwykle ważny aspekt prawidłowego wykorzystywania materiałów odniesienia. W dokumentacji dostarczonej przez producenta powinniśmy znaleźć szczegółowe informacje odnośnie przeznaczenia danego materiału. Przede wszystkim konieczne jest ustalenie czy wartość odniesienia jest niezależna od procedury pomiarowej, czy też operacyjnie zdefiniowana. Wiele opisywanych w literaturze problemów z odtworzeniem wartości odniesienia wynikało między innymi z tego, że laboratorium prowadziło na przykład całkowitą mineralizując materiał, który był przeznaczony do odtworzenia operacyjnie zdefiniowanej wartości, mimo tego, że w dokumentacji dostarczonej przez producenta, opisana była szczegółowo procedura przygotowania próbki, która gwarantowała oczekiwaną spójność pomiarową. Kolejnym problemem jest ziarnistość materiałów przygotowanych w postaci sproszkowanej. Producent podaje minimalną odważkę, która gwarantuje jednorodność substancji. Źle pojęta oszczędność i stosowanie jednorazowo mniejszych porcji materiału może również prowadzić do błędnych wyników. Inny spotykany często problem to sposób przechowywania próbki, w tym przypadku również należy bardzo dokładnie zapoznać się z dokumentacją i respektować podane przez producenta wymagania (np. temperatura przechowywania; wymagania odnośnie zaciemnienia).

Wymienione wyżej zagadnienia związane z prawidłowym wykorzystywaniem materiałów odniesienia to nie koniec problemów. Wiadomo jest, że pierwiastki chemiczne występują w postaci różnych związków chemicznych, czym zajmuje się specjacja chemiczna. Oznaczanie zawartości poszczególnych form chemicznych również wymaga odpowiednich

materiałów odniesienia, w tym przypadku takich, dla których znane są zawartości poszukiwanych związków. Z naszych doświadczeń wynika, że wykorzystywanie dostępnych na rynku materiałów odniesienia jest obarczone wieloma ograniczeniami. Na przykład w przypadku oznaczania rtęci okazało się, że wynik oznaczania

w istotny sposób zależał od procedury przygotowania próbki oraz od stosowanej metody detekcji. Było to związane z przesuwaniem się równowag chemicznych podczas etapu przygotowania próbki i zmianą specjacji. W takim przypadku nie było oczywiście możliwe odtworzenia wartości odniesienia dla oznaczanych związków rtęci.

Wymagania odnośnie chemicznych materiałów odniesienia (wzorców chemicznych)

- ♦ skład materiału zbliżony do składu badanych próbek,
- ♦ zawartość substancji oznaczanej na poziomie zbliżonym do jej zawartości w badanych próbkach,
- ♦ niepewność wartości certyfikowanej,
- ♦ spójność pomiarowa wartości certyfikowanej,
- ♦ trwałość materiału odniesienia,
- ♦ koszty.

Podsumowanie

Metrologia jest nauką o pomiarach, a do jej podstawowych obszarów możemy zaliczyć definiowanie uznanych jednostek miar, wykorzystywanie podstaw naukowych do realizacji tych jednostek oraz ustanowienie łańcucha powiązań (spójności pomiarowej) z wzorcami o dokumentowanej dokładności i niepewności. W każdym kraju działa odpowiedni urząd zajmujący się pomiarami i zapewnieniem spójności pomiarowej. W Polsce rolę tę pełni Główny Urząd Miar.

Powszechny rozwój międzynarodowej wymiany towarów i usług wymusił konieczność zapewnienia wiarygodności i porównywalności nie tylko wyników pomiarów wielkości fizycznych, ale w coraz większym stopniu również wyników pomiarów chemicznych. W tym przypadku szczególnie istotne jest zapewnienie spójności pomiarowej, gdyż nie dysponujemy odpowiednimi wzorcami pozwalającymi na ustanowienie bezpośredniego łańcucha porównań z jednostkami układu SI. W związku z tym spójność pomiarowa musi być realizowana poprzez stosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia. Sytuacja, w której dla każdej analizy chemicznej przyporządkowany byłby certyfikowany materiał odniesienia, pozwoliłaby na podporządkowanie pomiarów chemicznych regułom metrologii. Niestety, w odróżnieniu od pomiarów wielkości fizycznych, pomiary chemiczne są procesem znacznie bardziej złożonym. Wynika to ze specyfiki stosowanych technik pomiarowych, złożoności badanych próbek (obiektów) oraz bardzo niskich często zawartości oznaczanych substancji, co powoduje konieczność wielostopniowej obróbki próbki.

Mimo tych trudności podejmowane są wysiłki związane z wprowadzaniem zasad metrologii w pomiarach chemicznych. Jednym z najważniejszych obszarów tej działalności jest dział związany z wprowadzaniem oraz określaniem zasad prawidłowego stosowania odpowiednich wzorców i chemicznych materiałów odniesienia, które, o ile są wyposażone w prawidłowo wyznaczoną wartość odniesienia, stanowią element zapewnienia spójności pomiarowej.

Prof. Ewa Bułska
Kierownik Centrum Metrologii Chemicznej
Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego

System przekazywania jednostek miary wielkości elektrycznych

System przekazywania wartości jednostek parametrów obwodów elektrycznych obejmuje układy pomiarowe oraz złożony zespół wzorców jednostek miary: pojemności, indukcyjności, rezystancji, tangensa kąta stratności, dobroci itp. Jest to uwarunkowane tym, że element obwodu elektrycznego (impedancja) przy prądzie przemiennym charakteryzuje się nie jednym, a dwoma parametrami, które ponadto zależą od rodzaju impedancji zespolonej. Utworzenie całego szeregu niezbędnych wzorców, precyzyjnej aparatury do przekazywania wartości jednostek parametrów impedancji w warunkach ograniczeń finansowych jest praktycznie niemożliwe. Stąd wynika konieczność rozwiązania zadania optymalizacji systemu parametrów układów elektrycznych i przekazywania ich wartości. Taka optymalizacja stanowi istotne uproszczenie i co najważniejsze, potaniecie systemu metrologicznego, zapewniającego pomiar parametrów impedancji przy zachowaniu jego zdolności utrzymywania jednolitości pomiarów w rozpatrywanej dziedzinie, na niezbędnym poziomie.

Przy rozwiązywaniu zadania optymalizacji systemu wzorców konieczne jest uwzględnienie następujących uwarunkowań:

- 1) zasadniczo, wzorce jednostek parametrów obwodów prądu przemiennego stanowią (lub mogą stanowić) wzorce jednocześnie dwóch parametrów. Na przykład wzorzec pojemności (lub rezystancji) może występować jednocześnie jako wzorzec zerowej wartości tangensa kąta stratności (kąta fazowego),
- 2) wzorce powyższych jednostek wielkości fizycznych powinno rozpatrywać się jako impedancje zespolone, pomiędzy którymi zachodzi silne wzajemne powiązanie, wyznaczone przy zastosowaniu wzorca częstotliwości.

Współczesne środki techniczne pozwalają przeprowadzać proste, z wykorzystaniem wzorca częstotliwości, porównanie parametrów niejednorodnych wzorców, ze względu na charakter ich głównej składowej. Analiza zagadnienia pozwala na następujące stwierdzenia dotyczące struktury bazy wzorców w zakresie pomiarów parametrów impedancji:

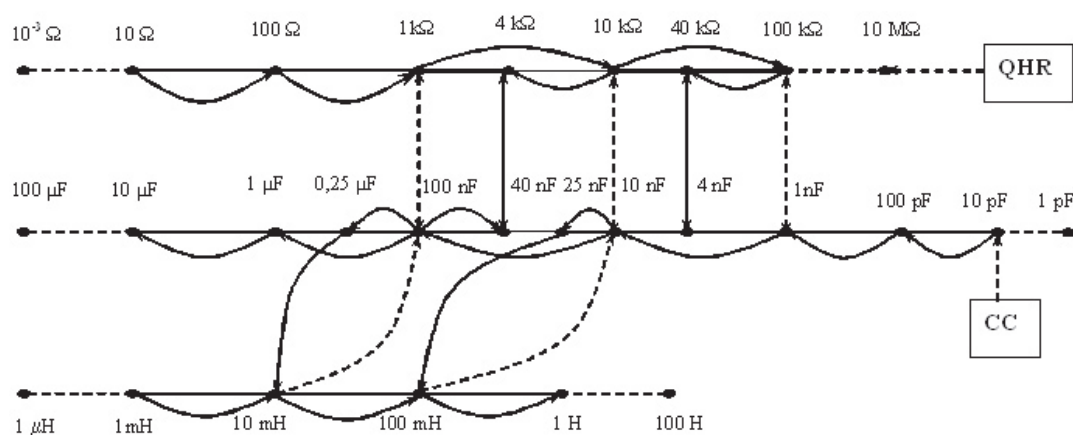
- 1) do zapewnienia pomiaru parametrów impedancji niezbędne są, co najmniej dwa wzorce: wzorzec jednego z parametrów impedancji i wzorzec częstotliwości,
- 2) stosowany wzorzec parametru impedancji powinien być jednocześnie wzorcem podstawowego parametru i uzupełniającego o zerowej wartości (lub wystarczająco małej) tangensa kąta stratności lub tangensa kąta fazowego,
- 3) minimalny system wzorców pozwala na pomiar wzorców jednostki miary impedancji o dowolnym charakterze dwu parametrów,
- 4) do zapewnienia powiązania wzorców z systemem metrologicznym zapewniającym pomiar przy prądzie stałym (w tym również z wzorcami dla prądu stałego i przemiennego

- przy wykorzystaniu kwantowego efektu Halla) zestaw wzorców powinien obejmować wzorzec rezystancji,
- 5) do zapewnienia powiązania z wzorcem pojemności (kondensatorem obliczeniowym) pożądane byłoby uzupełnić zestaw o wzorzec pojemności.

W ten sposób ostateczna optymalizacja systemu wzorców w dziedzinie pomiaru parametrów impedancji obejmuje wzorce pojemności, rezystancji i częstotliwości. Wzorce pojemności i rezystancji powinny jednocześnie być wzorcami zerowej wartości tangensa kąta stratności i tangensa kąta fazowego.

Do przekazania (lub odtwarzania) wartości jednostki parametru impedancji koniecznym jest posiadanie zespołu środków pozwalających na porównanie między sobą impedancji z parametrami o takim samym charakterze lub ortogonalnymi (kwadraturowymi). Rozpatrywane zestawy wzorców i środków przekazywania powinny tworzyć jednolity układ pomiarowy, w ramach, którego możliwe jest odtwarzanie i przekazywanie wartości dowolnych, stosowanych obecnie parametrów impedancji.

Wyżej opisana struktura odtwarzania jednostek paramentów impedancji daje możliwość istotnego uproszczenia procesu odtwarzanie jednostek oraz zwiększenia niezawodności. Przytoczony opis tej struktury, jest jednak niewystarczający do utworzenia optymalnego układu sprawdzeń i określenia wymagań dotyczącej aparatury, zapewniającej jego działanie.



Rys. 1. Schemat przekazywania wartości jednostek parametrów impedancji zespolonych:
QHR – wzorzec rezystancji wykorzystujący kwantowy efekt Halla, CC – kondensator obliczeniowy

Rys. 1 przedstawia dynamiczne zakresy, w których położone są impedancje wzorców. Linie ciągłe dotyczą przekazania C-R oraz C-L przy częstotliwości 1 kHz, a linie przerywane – przy częstotliwości 1,59 kHz. Jak widać na rysunku, zakresy, w których rozmieszczone są impedancje wzorców miar oddzielnych parametrów, jak również impedancji samych wzorców tych wielkości fizycznych, istotnie się różnią. Powoduje to, że aparatura do przekazywania wartości różnych jednostek, oddzielnych parametrów impedancji również istotnie różni się i zależy od rodzaju mierzonych parametrów. Próby związane z problemem czy stosować dotychczasową aparaturę, czy tworzyć nową aparaturę do przekazywania wartości

jednostek parametrów impedancji, wymaganych dzisiaj, prowadzą nieuchronnie do gromadzenia różnego rodzaju drogiego, precyzyjnego wyposażenia.

Do przekazania wartości jednostki głównych parametrów impedancji konieczne jest zbudowanie komparatora, który cechuje się następującymi funkcjami:

- pozwala na przeprowadzanie porównań parametrów wzorców miar dowolnego rodzaju,
- pozwala na przeprowadzanie porównań parametrów wzorców jednostek miar przy ich dziesiętnym stosunku,
- pozwala na przeprowadzanie porównań parametrów wzorców miar dowolnego rodzaju przy dowolnej wartości parametru dodatkowego (w zakresie do jedności).

Komparator, spełniający przytoczone powyżej wymagania (nazywany współfazowo-przeciwfazowym), pozwoli nie tylko na przekazanie wartości jednostki pojemności, rezystancji i indukcyjności w zakresie wartości, ale także umożliwi przekazanie wartości tych jednostek od odpowiednich wzorców pierwotnych do wzorców miar wielkości fizycznych. Oczywiście urządzenie spełniające przytoczone powyżej wymagania, nie pozwala na realizację powiązań między wzorcami różnych wielkości fizycznych. Jak pokazano na rys. 1 możliwe są trzy rodzaje powiązań między wzorcami różnych wielkości fizycznych:

$$1) C \rightarrow R \text{ lub } R \rightarrow C$$

$$2) L \rightarrow R \text{ lub } R \rightarrow L$$

$$3) C \rightarrow L \text{ lub } L \rightarrow C$$

Powiązanie typu 1 występuje najczęściej przy obecnym sposobie przekazywania jednostki oma z rezystancji do reaktancji o charakterze pojemnościowym. Do realizacji tego powiązania konieczny jest komparator kwadraturowy. Należy dodać, że przy realizacji tego powiązania komparator kwadraturowy pracuje w korzystniejszych warunkach, ponieważ tangens kąta stratności i tangens kąta fazowego wzorców miar rezystancji jest zwykle bardzo mały. Tego typu komparatory, będące bardzo skomplikowanymi przyrządami, są szeroko stosowane do porównań impedancji kondensatora obliczeniowego i kwantowego wzorca wykorzystującego efekt Halla.

Powiązanie typu 2 występuje przy przekazywaniu kwadraturowym, które powinno być realizowane przy wartościach tangensa kąta stratności wzorcowej cewki indukcyjnej zbliżonych do jedności. Realizacja takiego powiązania zwykle istotnie komplikuje konstrukcję komparatora i pogarsza jego dokładność.

Powiązanie typu 3 odpowiada klasycznemu układowi odtwarzania jednostki indukcyjności z jednostki pojemności i częstotliwości. Do realizacji tego powiązania nie jest konieczne przekazywanie kwadraturowe. W tym przypadku przeprowadzane jest porównanie reaktancji opatrzonych różnymi znakami. Taki rodzaj powiązania może być realizowany przy zastosowaniu omawianego wcześniej komparatora współfazowo-przeciwfazowego, jeśli w nim przewidziano funkcję uzupełniającą porównywania reaktancji o różnych znakach, co nie jest zadaniem trudnym technicznie.

Przytoczona analiza pokazuje, że optymalny komparator wzorców powinien spełniać również dwie dodatkowe funkcje:

- przekazywanie kwadraturowe impedancji od wzorca pojemności do wzorca rezystancji i odwrotnie,
- przeciwfazowe przekazywanie wartości reaktancji od wzorca pojemności do wzorca indukcyjności i na odwrot.

Funkcja przekazywania może być realizowana w oddzielnym komparatorze kwadraturowym. W takim przypadku pojawia się pytanie, przy jakich wartościach impedancji powinno zachodzić to porównanie. Z analizy wynika, że przekazywanie kwadraturowe $C \rightarrow R$ lub $R \rightarrow C$ jest najbardziej uzasadnione w zakresie impedancji $(1 \div 100) \text{ k}\Omega$ przy porównaniach wzorców o równych wartościach nominalnych impedancji. W tym zakresie znajduje się również klasyczny punkt porównywania pojemności i rezystancji (rezystancja $100 \text{ k}\Omega$ i pojemność 1000 pF przy częstotliwości $1,59 \text{ kHz}$).

Przekazywanie jednostek $C \rightarrow R$ lub $R \rightarrow C$ przy częstotliwości 1 kHz musi być wykonywane przy zastosowaniu R i C , o wartościach odpowiadających tej samej impedancji. Problem polega na dobraniu takich wartości R i C , które zapewnią najmniejszą niepewność przy zastosowaniu najprostszych komparatorów. Proponujemy przenoszenie jednostek w punktach: R o wartościach $400 \text{ }\Omega$, $4 \text{ k}\Omega$ i $40 \text{ k}\Omega$ oraz C o wartościach 400 nF , 40 nF i 4 nF . W takim przypadku łatwe przenoszenie wartości R lub C z wartości decymalnych do powyższych wartości może mieć miejsce przy zastosowaniu komparatora współfazowo-przeciwfazowego o stosunku ramion $0,4$, np. ze $100 \text{ k}\Omega$ do $40 \text{ k}\Omega$ lub ze 100 nF do 40 nF .

Funkcja przekazywania przeciwfazowego $C \rightarrow L$ lub $L \rightarrow C$ może być połączona, jak wynika to z analizy, z przekazywaniem dziesiętnym. Realizacja takiego przekazywania pokazana jest na rys. 1. Przy tym udaje się obniżyć liczbę przekazania dziesiętnych od wzorca pojemności do punktu przejścia $C \rightarrow L$ i przeprowadzić przekazania od wzorców pojemności do wzorców indukcyjności, których reaktancja jest dziesięciokrotnie mniejsza. Najbardziej racjonalne okazuje się przekazywanie wartości od wzorców jednostek miar pojemności $(10 \div 100) \text{ nF}$ do wzorców jednostek miar indukcyjności $(10 \div 100) \text{ mH}$. Pozwala to podwyższyć dokładność przekazywania wartości reaktancji od wzorców pojemności do wzorców indukcyjności.

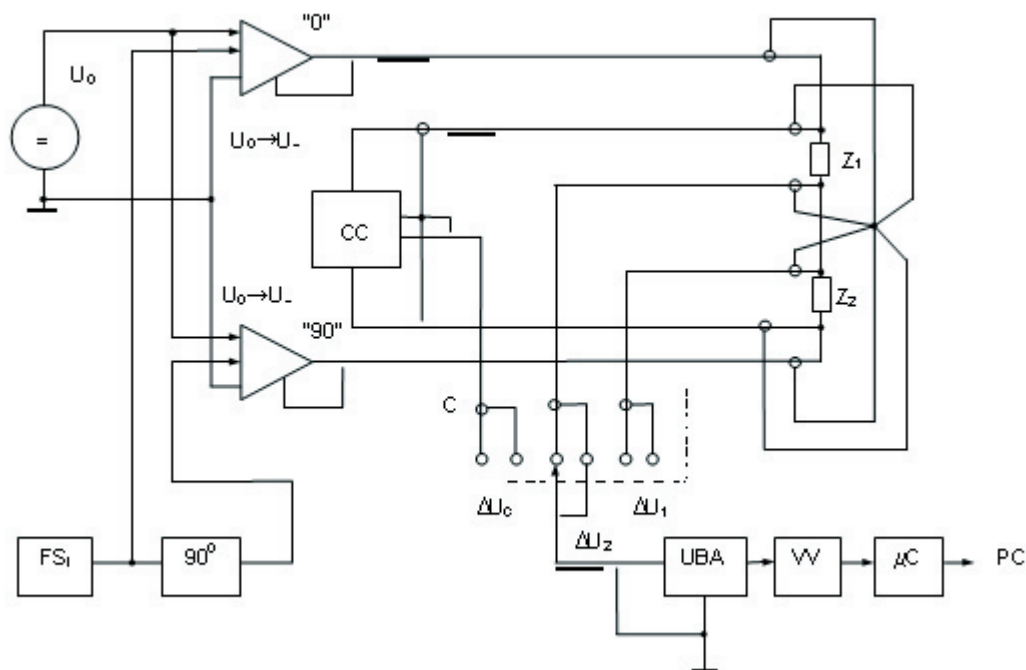
Do realizacji przeniesienia jednostek $C \rightarrow L$ przy częstotliwości 1 kHz proponujemy przeniesienie jednostki z 25 nF do 100 mH lub z 250 nF do 10 mH . W takim przypadku do wyznaczania wartości wzorców pojemności możemy również zastosować komparator o stosunku ramion $0,4$, np. z 10 nF do 25 nF . Rys. 1 pokazuje również punkty przeniesienia przy częstotliwości $1,59 \text{ kHz}$.

Integralną częścią optymalizowanego systemu wzorców jest zespół komparatorów:

- kwadraturowy komparator impedancji,
- współfazowo-przeciwfazowy komparator impedancji.

Na rys. 2 przedstawiono schemat struktury komparatora kwadraturowego. Komparator składa się z dwóch cyfrowych generatorów kwadraturowych napięcia „0” i „90” i obwodu kalibracyjnego CC. Generatory kwadraturowe wykonane są przy zastosowaniu precyzyjnych przetworników cyfrowo-analogowych. Współzależności fazowe i amplitudowe sygnałów tych przetworników sterowane są przez PC. Obwód kalibracyjny i specjalna procedu-

ra kalibrowania (adiustacja), pozwalają na wyznaczenie z dużą dokładnością zespolonych stosunków sygnałów generatorów kwadraturowych. Sygnały niezrównoważenia obwodu kalibracyjnego i komparatora w procesie porównania wzorców, mierzone są woltomierzem wektorowym, składającym się z przedwzmacniacza UBA, detektorów synchronicznych VV oraz mikroprocesorowego przetwornika analogowo-cyfrowego μC , którego sygnał wyjściowy wchodzi do PC w celu jego przetworzenia oraz obliczenia wyniku pomiaru.

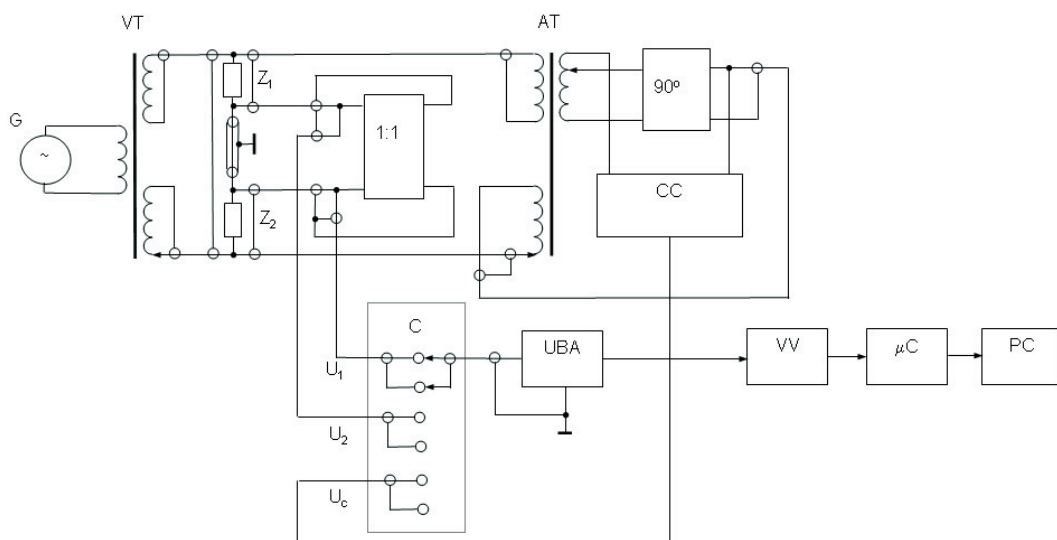


Rys. 2. Komparator kwadraturowy

Charakterystyki techniczne komparatora kwadraturowego:

Częstotliwość pracy (kHz)	1 i 1,59
Przedział porównywanych impedancji (kΩ)	od 1 do 100
Błędy porównania (%)	mniej niż 0,00001

Schemat struktury komparatora współfazowo-przeciwfazowego przedstawiono na rys. 3. Komparator zawiera generator G, ekwipotencjalny transformator VT, autotransformatorowy dzielnik napięcia AT kwadraturowy kanał z systemem kalibracji kwadraturowej i woltomierz wektorowy, składający się z węzłów wspólnych dla komparatorów kwadraturowego i współfazowo-przeciwfazowego. Wspólne sterowanie pracą i obliczenia stosunków porównywanych impedancji odbywa się w PC. Błędy porównania parametru głównego w przedziałach podstawowych są mniejsze niż 0,00001 %.



Rys. 3. Komparator współfazowo-przeciwfazowy

Charakterystyki techniczne komparatora współfazowo-przeciwfazowego:

Częstotliwość pracy (kHz)

1 i 1,59

Przedział porównywanych impedancji dla:

- pojemności od 10^{-7} nF do 10 F
- rezystancji od $10^{-7} \Omega$ do $10 \text{ T}\Omega$
- indukcyjności od 10^{-11} H do 10 MH
- tangensa kąta stratności lub tangensa kąta fazowego od 10^{-6} do 10^6

Komparatory kwadraturowy i współfazowo-przeciwfazowy są umieszczone w jednej obudowie i sterowane przez PC z wykorzystaniem różnych pakietów oprogramowania. Praktyczną realizacją przedstawionej aparatury jest komparator model 2100 oraz współpracujący z nim zestaw termostatowanych wzorców pojemności i rezystancji model CA5200RC, stosowany w Zakładzie Elektrycznym GUM.

*Michał Surdu, Aleksander Lameko,
Antoni Tarłowski, Robert Rzepakowski*

*Michał Surdu oraz Aleksander Lameko są pracownikami
Instytutu Elektrodynamiki Ukraińskiej Akademii Nauk w Kijowie.*

Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii – nowe możliwości rozwoju metrologii europejskiej

W wielu europejskich Krajowych Instytucjach Metrologicznych (NMI) prowadzone są metrologiczne programy badawczo-rozwojowe, które mają wspólne cele. Współpraca między tymi NMI jest najczęściej nieformalna i niedostateczna, a priorytety ustalane są na poziomie krajowym. Ogranicza to możliwości zaspokajania rosnącego w Europie zapotrzebowania na zaawansowaną metrologię jako narzędzie służące innowacyjności (np. w biotechnologii, technologiach teleinformatycznych i nanotechnologii), wspierające politykę (np. metodologie pomiarowe i badawcze będące wsparciem dla dyrektyw i innych działań regulacyjnych) oraz wspierające inne dziedziny badań naukowych dzięki zapewnieniu nowych zaawansowanych technik i przyrządów pomiarowych.

Planowanie europejskiej przestrzeni badawczej w metrologii iMERA

W ramach Piątego Ramowego Programu Badań i Rozwoju Technicznego Komisji Europejskiej zrealizowany został projekt MERA (Planning the European Research Area in Metrology) „Planowanie Europejskiej Przestrzeni Badawczej w Metrologii”, w trakcie którego poddano analizie potrzeby metrologiczne w Europie na początku 21. wieku. Wniosek z przeprowadzonej analizy był następujący: **aby zaspokoić rosnące potrzeby w obszarze metrologii należy zoptymalizować i znacznie zwiększyć efekty europejskich badań metrologicznych**. Można to uczynić poprzez zwiększenie koordynacji i współpracy naukowej w ramach EUROMET-u i stworzenie przez to podstaw dla zintegrowanej Europejskiej Przestrzeni Badawczej (ERA) w metrologii.

W 2004 r. członkowie EUROMET-u przedłożyli Komisji Europejskiej propozycję objętą Szóstym Programem Ramowym w ramach systemu ERA-NET. Realizacja trzyletniego projektu iMERA (Implementing the Metrology European Research Area) zatytułowanego „Wdrażanie Metrologii w Europejskiej Przestrzeni Badawczej” rozpoczęła się w kwietniu 2005 r. Głównym celem projektu iMERA jest zintensyfikowanie współpracy naukowej między krajowymi instytucjami metrologicznymi oraz stworzenie warunków i struktur, które umożliwią realizację skoordynowanych badań metrologicznych w określonych dziedzinach o strategicznym znaczeniu.

Końcowy cel projektu iMERA był bardzo ambitny – stworzenie wspólnego wielodyscyplinarnego Europejskiego Programu Badań Naukowych w Metrologii – EMRP (European Metrology Research Programme) poprzez integrację programów krajowych, z perspektywą uruchomienia inicjatywy obejmującej wspólne działanie Komisji Europejskiej i zainteresowanych krajów w oparciu o Artykuł 169 Traktatu Europejskiego. Dla realizacji EMRP konieczne było utworzenie organizacji o statusie osoby prawnej. Powstanie jej jednakże mogłoby grozić podziałem w metrologii europejskiej. Postanowiono zatem utworzyć orga-

nizację, która nada konkretny kształt EMRP i będzie go realizować, a jednocześnie będzie służyć jako organizacja wszystkich europejskich instytucji metrologicznych stając się tym sposobem następcą EUROMET-u.

Tak oto powstał EURAMET (European Association of National Metrology Institutes) – organizacja metrologii europejskiej mająca status osoby prawnej, której celem jest promowanie działań naukowo-badawczych i współpracy europejskiej w dziedzinie metrologii. Dnia 11 stycznia 2007 r. w Berlinie 26 sygnatariuszy podpisało Statut EURAMET-u. Obecnie EURAMET liczy 32 członków i 5 członków stowarzyszonych.

Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii

Europejski Program Badań Naukowych w Metrologii (European Metrology Research Programme) jest wspólnym programem 17 państw członkowskich UE, 2 krajów EFTA oraz Turcji. Jego celem jest połączenie odpowiednich europejskich programów i działań krajowych z zamiarem przyspieszenia rozwoju podstawowego potencjału naukowego, który z jednej strony wspomaga konkurencyjność, a z drugiej strony zapewnia infrastrukturę wspierającą polityki UE. Wspólny Program jest oparty na Artykule 169 Traktatu Europejskiego. Komisja Europejska będzie współfinansować ten Wspólny Program poprzez Artykuł 169 – najbardziej zaawansowany instrument służący integracji badań naukowych w Europie. EMRP odegra istotną rolę w budowaniu szerszej Europejskiej Przestrzeni Badawczej.

Zgodnie z koncepcją inicjatywy opartej na Artykule 169 wypracowaną przez Komisję Europejską wspólny program ma obejmować integrację zarówno działań naukowych, jak i zarządzania (poprzez wspólne konkursy, wspólne partnerskie oceny wzajemne oraz wspólne procedury selekcyjne i wspólne projekty) oraz integrację finansową. Dzięki EMRP Europa będzie mogła odpowiedzieć na rosnące zapotrzebowanie na najnowocześniejszą metrologię jako narzędzie innowacyjności, badań naukowych oraz wsparcia polityki, szczególnie w nowopowstających się dziedzinach techniki.

W pierwszym etapie EMRP będzie wspierany przez środki finansowe pochodzące z Siódmego Programu Ramowego w ramach ERA-NET Plus. Będzie to działanie pomostowe, realizowane aż do podjęcia decyzji dotyczącej EMRP w oparciu o Artykuł 169. Dla tego działania pomostowego w 7PR wymienia się kwotę 21 mln euro z przeznaczeniem na EURAMET w 2007 r. Oznacza to, że do końca 2007 r. EURAMET musi przedstawić program wspólnych projektów naukowych o całkowitej wartości 63 mln euro, z czego Komisja Europejska będzie współfinansować jedną trzecią dopuszczalnych wydatków.

W późniejszym okresie zostanie wynegocjowane odrębne porozumienie o przyznaniu grantu na podstawie Artykułu 169. Co się tyczy ram czasowych realizacji EMRP, jeśli Komisja Europejska zdecyduje się przeprowadzić procedurę „Współdecydowania” z udziałem Parlamentu Europejskiego i Rady Unii Europejskiej w 2008 roku, można oczekiwać rozpoczęcia realizacji EMRP z wykorzystaniem Artykułu 169 w końcu 2009 lub na początku 2010 roku.

Celem EMRP jest przyspieszenie rozwoju nowych możliwości pomiarowych oraz znaczna poprawa rozpowszechniania i stosowania wiedzy generowanej przez wspólnotę zainteresowanych podmiotów. Działania w ramach EMRP obejmują pięć głównych tematów.

1. Działania związane z tworzeniem sieci współpracy i koordynacją krajowych programów R + D oraz działania dotyczące pomiarów, które są w dalszym ciągu prowadzone na

- poziomie krajowym poza głównym wspólnym programem EMRP, a w szczególności:
- a) inwestowanie w nowe krajowe pomiarowe urządzenia badawcze,
 - b) udostępnianie istniejących krajowych pomiarowych urządzeń badawczych,
 - c) organizowanie krajowych programów szkoleniowych dotyczących pomiarów i programów transferu wiedzy, wspomagających badania naukowe i rozwój technologiczny.
2. Działania związane ze wspólnym programem podejmowane przez krajowe instytucje metrologiczne oraz instytucje przez nie desygnowane, a mianowicie działania dotyczące badań i postępu technologicznego w nauce o pomiarach:
- a) wspierające innowacyjność,
 - b) wspierające jakość życia oraz politykę europejską,
 - c) wspierające szerszą wspólnotę naukową.
3. Ponadto:
- a) badania i rozwój technologiczny w nauce o pomiarach, podstawowej i wspierającej,
 - b) działania dotyczące transferu wiedzy w celu wsparcia badań i rozwoju technologicznego.
4. Działania mające na celu stwarzanie możliwości, które wspierają doskonałość w nauce, głównie poprzez system stypendiów naukowych ukierunkowanych na szerszą wspólnotę laboratoriów europejskich krajowych instytucji metrologicznych oraz środowisko naukowe spoza NMI, poszerzone o działania promujące uczestnictwo w transferze wiedzy i działaniach szkoleniowych, obejmujące udział członków EURAMET-u z państw nieuczestniczących w inicjatywie „Artykuł 169”.
5. Działania związane z popularyzacją wspólnego programu, kierowaniem i zarządzaniem nim, takie jak:
- a) funkcjonowanie sekretariatu, obejmujące kierowanie procesami i procedurami wyboru projektów i wszelkie działania pomocnicze,
 - b) kierowanie, doradztwo, koordynacja i uzyskiwanie informacji od zainteresowanych podmiotów,
 - c) popularyzacja i promocja programu wśród zainteresowanych podmiotów,
 - d) kontynuacja działań zapewniająca właściwą ewolucję programu w czasie wykraczającym poza okres współfinansowania EMRP przez KE,
 - e) sporządzanie raportów nt. realizacji wspólnego programu.

Europejskie krajowe programy badań naukowych w metrologii są definiowane jako działania naukowe finansowane z funduszy publicznych dotyczące Krajowych Systemów Metrologicznych w poszczególnych krajach uczestniczących w EMRP i wnoszących swój wkład w jego realizację. Zastosowanie Artykułu 169 zakłada zobowiązanie każdego państwa uczestniczącego w programie do zmobilizowania do udziału w nim swych organizacji finansowanych z funduszy publicznych działających w obszarze objętym EMRP oraz do przeznaczenia określonych środków na realizację wspólnego programu.

Kierowanie EMRP odbywa się przez realizowanie Wspólnego Programu posiadającego wspólną strukturę. Wspólna struktura jest to stowarzyszenie o charakterze non-profit zgodne z niemieckim prawem cywilnym (eingetragener Verein, e.V.). Stowarzyszenie e.V.

The organizational chart of the National Center for Nuclear Safety (KORUM) is structured as follows:

- Zgromadzenie Ogólne** (General Assembly) is the highest authority, with a legend indicating it "wyznacza współdziała" (designates and cooperates with) external entities.
- Below the General Assembly are three bodies: **Wiceprzewodniczący (EMRP)**, **Przewodniczący** (Chairman), and **Wiceprzewodniczący (GA)**.
- The **Komitet EMRP** (EMRP Committee) reports to the General Assembly and the Chairman. It oversees **Podkomitety** (Subcommittees).
- The **Zarząd** (Board) reports to the General Assembly and the Chairman. It oversees the **Sekretariat** (Secretariat) and **Komitety Techniczne** (Technical Committees).
- The **Sekretariat** (Secretariat) is a central body that coordinates between the EMRP Committee, the Board, and the Technical Committees.
- The **Rada Naukowa** (Scientific Council) reports to the EMRP Committee and the Board. It has a bidirectional relationship with the Technical Committees.
- Podmioty zewnętrzne** (External entities) include:
 - Zespół opiniujący** (Consulting Group)
 - NMI** (National Metrology Institute)
 - Zainteresowani** (Interested parties)
 - Ministerstwa** (Ministries)
 - Komisja Europejska** (European Commission)

EURAMET będzie rozwijać i realizować wspólny program EMRP oraz zapewni strukturę prawną, finansową i operacyjną, konieczne dla otrzymywania, rozdziału i rozliczania funduszy oraz zarządzania działalnością. Struktura jego jest następująca:

- **Zgromadzenie Ogólne** członków stowarzyszenia e.V., najwyższa władza EURAMET-u, które będzie podejmować decyzje związane ze wszystkimi sprawami dotyczącymi poszerzonego EURAMET-u, jednakże, co się tyczy spraw związanych z realizacją EMRP, Zgromadzenie Ogólne będzie działać na wiążące zalecenie Komitetu EMRP.
- **Przewodniczący**, który jest oficjalnym przedstawicielem e.V. i jego zastępcy.
- **Zarząd** e.V., który odpowiada za zapewnienie wprowadzania w życie decyzji Zgromadzenia Ogólnego oraz określa środki niezbędne dla realizacji celów EURAMET-u.
- **Komitet EMRP**, który jest ciałem decyzyjnym odpowiedzialnym za wszystkie aspekty związane ze wspólnym programem EMRP, co obejmuje: zawartość programu, kwestie finansowe, decyzje dotyczące środków służących stwarzaniu możliwości, konkursy na wnioski projektowe, kryteria oceny, wyznaczanie ekspertów do oceny wniosków projektowych oraz ostateczną decyzję dotyczącą wyboru wniosków projektowych. Komitet

EMRP obejmuje wyłącznie przedstawicieli z państw uczestniczących w inicjatywie „Artykuł 169”.

- **Rada Naukowa**, która udziela Komitetowi EMRP strategicznych porad w sprawach EMRP. Radę stanowi zrównoważona reprezentacja zainteresowanych podmiotów, głównie z państw uczestniczących, w tym przykładowo kluczowe grupy interesu instytucjonalne i przemysłowe, pochodzące z takich instytucji, jak BIPM, Komisja Europejska, Europejska Rada ds. Badań Naukowych, Parlament Europejski, EUROLAB, CEN, WELMEC, powiększone o osoby indywidualne wyznaczone z uwagi na ich strategiczną wiedzę.
- **Sekretariat** e.V., który zapewnia administracyjne wsparcie prac realizowanych w ramach EURAMET-u, włączając sekretariat zajmujący się EMRP, który wspiera wdrażanie i realizację EMRP. Wspiera on prace Zgromadzenia Ogólnego, Zarządu, Komitetu EMRP i Rady Naukowej.

Budżet EMRP jest przewidywany na siedem lat. Środki krajowe przeznaczane na Wspólny Program są szacowane na co najmniej 250 M€ w okresie siedmioletnim. Ponadto, każdy kraj będzie utrzymywał rezerwę budżetową w celu zapewnienia tego, by wybór projektów, który opiera się na zgodności z celami programu, nie był zagrożony przez ograniczenia budżetowe w którymś z krajów uczestniczących. W celu zwiększenia skutków EMRP Komisja Europejska przeznaczy na ten program kwotę 250 M€. Koszty zarządzania operacyjnego zostaną ograniczone do 3,5% całej wartości programu, a połowa kosztów zostanie pokryta z bezpośrednich wkładów krajów członkowskich e.V. uczestniczących w inicjatywie „Artykuł 169”. Koszty związane z działalnością Sekretariatu e.V., które nie są związane ze wspólnym programem naukowym, zostaną pokryte oddzielnie przez wszystkich członków e.V.

W programie prac EMRP zastosuje się dwukierunkowe „odgórno–oddolne” podejście do badań naukowych, mając na celu z jednej strony „wielkie wyzwania”, a z drugiej strony „metrologię podstawową i stosowaną”, z wykorzystaniem dwóch działań wspomagających obejmujących stwarzanie możliwości oraz realizację przyszłych działań dotyczących EMRP. Stwarzanie możliwości jest szczególnie ważne, ponieważ obecnie wiele krajów europejskich ma niewielki potencjał R+D lub nie ma go wcale i aby rozwijać świadczone usługi musi polegać na badaniach prowadzonych w innych krajach europejskich.

Temat I EMRP, największy pod względem nakładów, skoncentruje wspólny potencjał naukowy europejskich NMI przy zastosowaniu zupełnie nowego podejścia „odgórnego”. Znacząco większe efekty osiągnie się poprzez skupienie doświadczenia i środków przeznaczanych w różnych dyscyplinach metrologicznych na prace R+D na określonych potrzebach dotyczących pomiarów i metrologii związanych z „Wielkimi Wyznaniem” o europejskim i międzynarodowym znaczeniu – są to, na przykład, zmiany środowiska naturalnego i klimatu, produkcja energii, ochrona zdrowia i bezpieczeństwo.

Temat II, dziedzina działalności dotycząca „metrologii podstawowej i stosowanej”, obejmie odgórne multidyscyplinarne metrologiczne działania R+D, konieczne dla

osiągnięcia stopniowych postępów dotyczących zmian w międzynarodowym układzie jednostek miar oraz oddolne tematyczne wyzwania naukowe w konkretnych dziedzinach technicznych przy mocnym wsparciu ze strony dobrze znanych komitetów technicznych.

Dziedziny działalności

Metrologia jest to horyzontalna dziedzina naukowo-techniczna, która wspiera prawie wszystkie dziedziny tematyczne w naukach przyrodniczych i technicznych. Pod względem technicznym jest to dziedzina szeroka i multidyscyplinarna, objęta wspólną metodologią, która charakteryzuje się naukowym podejściem do niepewności pomiaru, metodami matematycznymi i zasadami spójności. W skali międzynarodowej metrologia jest zorganizowana w ramach międzyrządowej Konwencji Metrycznej i jej organizacji, takich jak Międzynarodowy Komitet Miar (*CIPM – Comité international des poids et mesures*). W celu zaspokojenia najpilniejszych potrzeb przemysłowych i społecznych EMRP zajmuje się działalnością naukową w metrologii na pograniczach nauki o pomiarach.

Prace badawczo-rozwojowe w metrologii są realizowane zazwyczaj poprzez podejście obejmujące jedną dyscyplinę zgodnie ze schematem dziedzin technicznych podanym przez Komitety Konsultacyjne CIPM oraz Komitety Techniczne EURAMET-u (tak jak miało to miejsce w przypadku EUROMET-u). To podejście sprawdza się w wielu przypadkach, zwłaszcza w ustalonych dziedzinach i będzie ono częścią EMRP. Jednakże, z uwagi na złożoność tematów, rosnąca liczba wyzwań wymaga podejścia bardziej multidyscyplinarnego. Tak więc, koordynacja w ramach EMRP nie oznacza jedynie koordynacji programów krajowych w określonej dziedzinie, lecz także koordynację różnej działalności naukowej, impulsem dla której jest kompleksowe wyzwanie.

W konsekwencji, dziedziny działalności EMRP są określone następująco:

- Wielkie wyzwania dotyczące metrologii multidyscyplinarnej (zdrowie, energetyka, ochrona środowiska, nowe technologie),
- Wielkie wyzwania dotyczące metrologii podstawowej,
- Metrologia dotycząca jednej dyscypliny i metrologia stosowana.

Wszystkie metrologiczne badania naukowe są wspomagane przez wspólne programy matematyczne i komputerowe.

ERA-NET PLUS

W ramach wspomnianego uprzednio działania pomostowego ERA-NET Plus w dniu 31 maja 2007 r. został ogłoszony konkurs na zgłaszanie propozycji tematycznych. Jak była o tym mowa powyżej, Komisja Europejska wesprze to działanie kwotą 21 mln euro w postaci Działań Wspierającego i Koordynującego w ramach Programu Szczegółowego „Współpraca” objętego 7PR. Kraje uczestniczące w nim udzielą wsparcia w wysokości 42 mln euro za pośrednictwem sieci laboratoriów krajowych instytucji metrologicznych. W konkursie mogą brać udział instytucje, które są formalną częścią sieci krajowych laboratoriów metrologicznych w krajach uczestniczących.

Konkurs obejmuje cztery priorytetowe obszary tematyczne określone Programami Celowymi:

- ♦ TP 1 Metrologia podstawowa,
- ♦ TP 2 Zdrowie,
- ♦ TP 3 Długość,
- ♦ TP 4 Elektryczność.

Termin składania propozycji tematycznych upłynął 6 lipca 2007 r.

Konkurs składa się z dwóch etapów: pierwszy etap obejmuje składanie propozycji tematycznych i opracowanie propozycji wspólnych projektów badawczych, a drugi etap – jest to niezależna ocena i sporządzenie końcowej listy projektów.

Bezwzględnie po upływie terminu składania propozycji wyznaczeni eksperci zostali poinformowani o zawartości przedłożonych propozycji objętych Programami Celowymi w celu rozpoczęcia opracowywania Wspólnych Projektów Badawczych. Eksperti:

- wyznaczyli koordynatorów naukowych dla poszczególnych Programów Celowych,
- dopracowali propozycje tematyczne w postaci pakietu wstępnych Wspólnych Projektów Badawczych realizujących strategiczne cele Programów Celowych,
- wyznaczyli koordynatorów naukowych dla Wspólnych Projektów Badawczych,
- opracowali Wspólne Projekty Badawcze ze wstępnym ustaleniem kosztów,
- opracowali krótkie podsumowanie zaproponowanych Wspólnych Projektów Badawczych.

Następnie propozycje tematyczne i wstępne Wspólne Projekty Badawcze zostały przesłane niezależnym opiniującym, po czym opiniujący, nadzorujący Programy Celowe i ich koordynatorzy oraz koordynatorzy Wspólnych Projektów Badawczych i przedstawiciele Komitetu EMRP spotkali się na Konferencji Przeglądowej w celu poddania analizie zawartości konkursu, wizji strategicznej EMRP i Programów Celowych oraz podstawowych zasad oceny. Opiniujący ocenili każdą propozycję tematyczną zgłoszoną w ramach poszczególnych Programów Celowych i przedstawili ranking zaproponowanych Wspólnych Projektów Badawczych. Opiniujący i nadzorujący Programy Celowe zarekomendowali Komitetowi EMRP listę Wspólnych Projektów Badawczych. Następnie Komitet EMRP dokona ostatecznego wyboru listy w oparciu o rekomendacje opiniujących. Zaproponowane projekty były na bardzo wysokim poziomie i wstępnie konferencja przeglądowa w październiku br. wybrała 39 wspólnych projektów badawczych z 4 obszarów tematycznych. W związku z ograniczeniami finansowymi Komitet EMRP przedstawił listę 21 wspólnych projektów badawczych. Po uzyskaniu opinii Rady Naukowej lista została przesłana Komisji Europejskiej. W końcu listopada br. został podpisany kontrakt z Komisją Europejską dotyczący realizacji programu iMERA-Plus.

*Anna Otczyk
Dobrosława Sochocka*

CAF w Głównym Urzędzie Miar

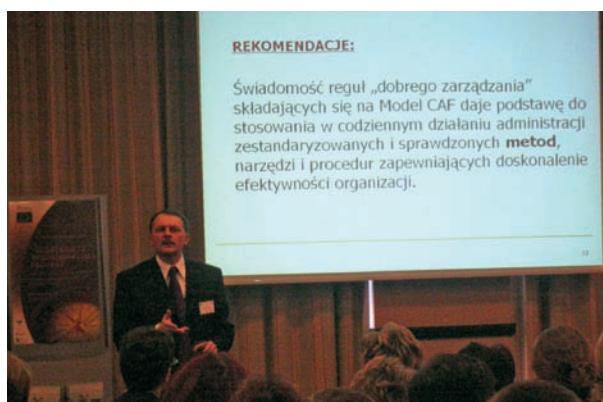
Główny Urząd Miar w 2007 roku uczestniczył w realizacji projektu „Wdrożenie metody CAF w wybranych ministerstwach i urzędach centralnych”. Wykonawcą projektu, współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej (*Transition Facility*) była firma WYG International Sp. z o.o., natomiast nadzór merytoryczny nad jego realizacją sprawowało Ministerstwo Spraw Wewnętrznych i Administracji we współpracy z Kancelarią Prezesa Rady Ministrów.

Celem projektu było podniesienie efektywności działania polskiej administracji, a w szczególności podniesienie wydajności i jakości pracy w 20 wybranych, pilotażowych ministerstwach i urzędach centralnych, w oparciu o Model CAF (*Common Assessment Framework*). Wspólna Metoda Samooceny CAF jest nowoczesnym instrumentem zarządzania jakością, oficjalnie przyjętym przez dyrektorów generalnych administracji publicznej krajów UE jako preferowane narzędzie samooceny i poprawy wydajności pracy.

Realizacja projektu w naszym urzędzie przebiegała w kilku etapach, w okresie styczeń – grudzień 2007 roku, zgodnie z planem przygotowanym przez koordynatora projektu CAF i akceptowanym przez dyrektora generalnego GUM. Przeprowadzona, przez zespół pracowników GUM samoocena pozwoliła na zdefiniowanie obszarów wymagających doskonalenia. W jej wyniku przygotowano projekty usprawnień:

- doskonalenie komunikacji wewnętrznej (Ewa Koczyk),
- zarządzanie wiedzą (Dobrosława Sochocka),
- wdrożenie metody badania satysfakcji pracowników (Aniceta Imiełowska),
- opracowanie zaleceń dotyczących organizacji porównań międzylaboratoryjnych GUM (Paweł Fotowicz),
- usprawnienie systemu oceny szkoleń (Elżbieta Wilińska).

W dniu 28 listopada 2007 r. odbyła się konferencja podsumowująca projekt, w trakcie której zaprezentowano rezultaty projektu i możliwości zastosowania modelu CAF jako narzędzia modernizacji. Istotnym elementem programu były prezentacje kilku projektów usprawnień realizowanych w urzędach objętych projektem, w tym Głównego Urzędu Miar. Projekt „Zarządzanie wiedzą”, którego celem było wypracowanie i wdrożenie jak najlepszej praktyki związanej z przekazywaniem wiedzy dotyczącej metrologii, przedstawiła autorka projektu – Pani Dobrosława Sochocka.



Elżbieta Wilińska

Wydawca: **Główny Urząd Miar**

Redakcja: **Stanowisko ds. Koordynacji Współpracy Naukowej**

Dobrosława Sochocka tel. (22) 581 92 93, e-mail: d.schocka@gum.gov.pl

Paweł Fotowicz tel. (22) 581 94 37, e-mail: uncert@gum.gov.pl

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