



Główny  
Urząd  
Miar

# METROLOGIA I PROBIERNICTWO

ISSN 2300-8806

Biuletyn Głównego Urzędu Miar

vol. 25, nr 2/2020

e-CzasPL – system niezawodnej i wiarygodnej dystrybucji czasu urzędowego na obszarze RP

Informatyzacja w Głównym Urzędzie Miar – nowa jakość usług dla obywateli i przedsiębiorców w sprawach tachografów

Europejski projekt metrologiczny NanoWires wspierający rozwój nanotechnologii dla przemysłu energii odnawialnej

Efekty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF: rozszerzenie oferty o nowe certyfikowane materiały odniesienia – wodne wzorce etanolu

Przekształcenie wskazania analogowego przyrządu pomiarowego na postać cyfrową

Badanie wyrobów aerozolowych w Laboratorium Badań Radiologicznych OUM w Warszawie

Wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy

Badanie złotych sztabek przy użyciu konduktometru w Okręgowym Urzędzie Probiernym w Krakowie

W inkaskim świecie miar



[gum.gov.pl](http://gum.gov.pl)



## Spis treści

Wydarzenia	3-6
e-CzasPL – system niezawodnej i wiarygodnej dystrybucji czasu urzędowego na obszarze RP Maciej Gruszczyński, Albin Czubla, Łukasz Czerski	7-14
Informatyzacja w Głównym Urzędzie Miar – nowa jakość usług dla obywateli i przedsiębiorców w sprawach tachografów Weronika Białduń, Michał Kolczyński, Karol Markiewicz, Anita Radwańska	15-18
Europejski projekt metrologiczny NanoWires wspierający rozwój nanotechnologii dla przemysłu energii odnawialnej Janusz D. Fidelus, Teodor Gotszalk	19-26
Efekty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF: rozszerzenie oferty o nowe certyfikowane materiały odniesienia – wodne wzorce etanolu Piotr Janko, Ewa Malejczyk, Michał Nawotka	27-46
Przekształcenie wskazania analogowego przyrządu pomiarowego na postać cyfrową Dariusz Luśtyk	47-54
Badanie wyrobów aerozolowych w Laboratorium Badań Radiologicznych OUM w Warszawie Marcin Sawicki	55-60
Wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy Krzysztof Szulc, Grażyna Andreskowska	61-66
Badanie złotych sztabek przy użyciu konduktometru w Okręgowym Urzędzie Probierczym w Krakowie Paweł Kowalówka	67-72
W inkaskim świecie miar z Anną Kubicką rozmawia Adam Żeberkiewicz	73-76

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

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

**Skład:** Piotr Ozga

Wszystkie prawa zastrzeżone.

Redakcja zastrzega sobie prawo do dokonywania skrótów i zmian tytułów zgłaszanych do publikacji artykułów.

Pytania i uwagi do redakcji: [biuletyn@gum.gov.pl](mailto:biuletyn@gum.gov.pl)

## Wydarzenia

### **19.06. PODPISANIE POROZUMIENIA O WSPÓŁPRACY**

#### **POMIĘDZY OKRĘGOWYM URZĘDEM MIAR W BYDGOSZCZY A 2. WOJSKOWYM OŚRODKIEM METROLOGII**

Porozumienie ze strony 2. Wojskowego Ośrodka Metrologii w Bydgoszczy podpisał ppłk Tomasz Litwinko – dyrektor Ośrodka, natomiast Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy reprezentowany był przez dyrektora Urzędu – Ireneusza Dawidowicza. Celem porozumienia jest pogłębienie współpracy w obszarze metrologii, jak również podejmowanie wspólnych działań promujących działalność metrologiczną w regionie.

### **30.06. PODPISANIE UMOWY INTENCYJNEJ POMIĘDZY POLITECHNIKĄ BIAŁOSTOCKĄ A OUM W BIAŁYMSTOKU**

Umowę intencyjną podpisali prof. dr hab. inż. Lech Dzienis, rektor Politechniki Białostockiej oraz Mirosław Wnorowski, p.o. Dyrektora Okręgowego Urzędu Miar w Białymstoku. Porozumienie zakłada kształcenie specjalistów, wspólne badania i granty oraz umożliwianie studentom odbycie praktyk zawodowych. Pierwsze wspólne przedsięwzięcia będą koncentrowały się m.in. na popularyzowaniu wiedzy o metrologii. Planowane jest zorganizowanie konkursu dla szkół ponadpodstawowych, a także wspólna praca ze studentami nad automatyzacją i informatyzacją stanowisk pomiarowych.

### **14.07. OTWARCIE OFERT NA BUDOWĘ KAMPUSU GUM**

14 lipca 2020 r. otwarto oferty na Budowę zespołu budynków wraz z zagospodarowaniem terenu i infrastrukturą towarzyszącą dla przedsięwzięcia o nazwie: „Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar (ŚKLGUM) w Kielcach”. Zamawiający przeznaczył na pokrycie zamówienia kwotę 72 622 683,79 zł brutto.

Łącznie złożonych zostało 15 ofert. Najtańszą ofertę przedstawiła Firma Budowlana Anna-Bud sp. z o.o., jej oferta opiewa na kwotę 104 824 807,52 zł brutto. Najdroższą ofertę przedstawiła firma WARBUD S.A. z kwotą 169 690 800,00 zł brutto. Przez kilka kolejnych miesięcy Komisja Przetargowa prowadziła proces weryfikacji formalnej złożonych ofert. Jeśli kwota oferty przekracza kwotę przeznaczoną przez Zamawiającego, istnieje możliwość unieważnienia postępowania lub zwiększenia budżetu. Decyzja o zwiększeniu finansowania tej inwestycji została podjęta w listopadzie 2020 r.

### **13.08. PREZES GUM ZATWIERDZIŁ NOWY WZORZEC PAŃSTWOWY JEDNOSTKI MIARY ILOŚCI SUBSTANCJI**

13 sierpnia Prezes GUM dr hab. inż. Radosław Wiśniewski podpisał Decyzję w sprawie uznania wzorca jednostki miary ilości substancji za wzorzec państwowy. Nowy wzorzec państwowy składa się z: zestawu do precyzyjnych analiz kulometrycznych, wag nieautomatycznych elektronicznych: ultramikrowagi i wagi analitycznej, wzorców masy, zestawu do oznaczania jonów metodą chromatografii jonowej oraz pierwotnych materiałów odniesienia, służących do odtwarzania wartości wielkości ilości substancji. Na stanowisku jest realizowana precyzyjna stałoprądowa metoda miareczkowania kulometrycznego (metoda podstawowa) z potencjometryczną i amperometryczną detekcją punktu końcowego miareczkowania. Metoda ta zapewnia odtwarzanie jednostki miary ilości substancji (mol), za pomocą jednostki miary natężenia prądu (amper), jednostki miary czasu (sekunda), jednostki miary masy (kilogram) i stałej Faradaya.

### **21.08. WSPÓŁPRACA OKRĘGOWEGO URZĘDU MIAR W BIAŁYMSTOKU**

#### **Z PAŃSTWOWĄ WYŻSZĄ SZKOŁĄ ZAWODOWĄ IM. PROF. EDWARDA F. SZCZEPANIKA W SUWAŁKACH**

Umowę intencyjną o współpracy podpisali dr Agata Wądołowska, prorektor ds. Studenckich i dydaktyki PWSZ w Suwałkach oraz Mirosław Wnorowski p.o. Dyrektora OUM w Białymstoku. Kooperacja realizowana będzie w szczególności poprzez podejmowanie wspólnych projektów, wymianę doświadczeń, prowadzenie seminariów, konferencji, pozyskiwania grantów, a także tworzenie wspólnych zespołów zadaniowych do organizacji staży czy praktyk. Nawiązana współpraca pozwoli na wykorzystywanie potencjału nauki, wspieranie transferu wiedzy i technologii do gospodarki, m.in. poprzez działania podjęte przez OUM w Białymstoku oraz Centrum

Transferu Technologii, działającego przy suwalskiej uczelni, które to Centrum pełni funkcję platformy badawczej.

#### **7-9.09. MIĘDZYUCZELNIANA KONFERENCJA METROLOGÓW**

Podlesice koło Zawiercia stały się na początku września stolicą polskiej metrologii naukowej. W hotelu Ostaniec spotkali się przedstawiciele krajowych uczelni oraz instytucji i firm, w tym Głównego Urzędu Miar. W tym roku, ze względu na panującą pandemię COVID-19, konferencja miała charakter hybrydowy, część prezentacji i wystąpień została przeprowadzona w sposób zdalny, a część uczestników obecna była w sposób wirtualny. Tegoroczną 52. edycję MKM organizowali przedstawiciele Katedry Metrologii, Elektroniki i Automatyki Wydziału Elektrycznego Politechniki Śląskiej wraz z Oddziałem Gliwickim Stowarzyszenia Elektryków Polskich im. Stanisława Fryzego. Przedstawiciele GUM zaprezentowali wyniki badań oraz najważniejsze zmiany wynikające z redefinicji systemu SI. Więcej informacji na temat konferencji, w tym lista prezentacji pracowników GUM, znajdują się na stronie internetowej gum.gov.pl.

#### **16-18.09. SYMPOZJUM „BEZPIECZNE ZARZĄDZANIE PRACĄ W LABORATORIUM”**

Symposium, które miało miejsce w Sypniewie, zostało zorganizowane przez firmę „ESTILAQ”, przy współpracy z firmą Malon Group. Honorowy patronat nad tym wydarzeniem objął Prezes Głównego Urzędu Miar oraz Perlan Technologies Sp. z o.o. Tegorocznym tematem przewodnim sympozjum było szeroko pojęte zapewnienie bezpieczeństwa w zarządzaniu pracą laboratorium, z uwzględnieniem obszaru systemowego oraz technicznego. Dużym zainteresowaniem cieszyła się tematyka ściśle związana ze znowelizowaną normą PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 oraz wymaganiami zaktualizowanych dokumentów PCA, DA-05 i DA-06, a w szczególności zagadnienia związane z zapewnieniem spójności pomiarowej i rozwiązaniami dla laboratoriów. Szerokie portfolio Certyfikowanych Materiałów Odniesienia, które oferuje Główny Urząd Miar, zaprezentowała dr Anna Pietrzak, kierownik Laboratorium Chemii w GUM, natomiast pani Ewelina Siwek, właściciel firmy „ESTILAQ”, w swoim wystąpieniu zwracała uwagę na kluczowy aspekt potwierdzenia ważności wydawanych wyników badań, jakim jest udział w porównaniach międzylaboratoryjnych. Tegoroczne sympozjum odbyło się w formie hybrydowej. Wykładowcy uczestniczyli w nim stacjonarnie, a liczna grupa uczestników zdalnie.

#### **22-24.09. TARGI PRZEMYSŁOWEJ TECHNIKI POMIAROWEJ CONTROL-STOM**

Targi Przemysłowej Techniki Pomiarowej CONTROL-STOM w 2020 roku odbyły się wraz z pozostałymi wydarzeniami „Przemysłowej Wiosny”. Wyjątkowo w roku pandemii cały cykl został przeniesiony na jesień. Targi Przemysłowej Techniki Pomiarowej CONTROL-STOM, które tradycyjnie odbywają się w Targach Kielce, są jednym z najważniejszych wydarzeń przemysłu pomiarowego w Europie Środkowo-Wschodniej. Wystawie, jak co roku, towarzyszyły pokazy najnowocześniejszych maszyn i urządzeń pomiarowych, a także badania materiałów. Ekspozycję odwiedziło ponad 3,5 tysiąca zwiedzających zainteresowanych branżą.

#### **28.09. PODPISANIE POROZUMIENIA GUM Z POLITECHNIKĄ WARSZAWSKA**

28.09.2020 r. zostało podpisane porozumienie o współpracy pomiędzy Prezesem Głównego Urzędu Miar dr hab. inż. Radosławem Wiśniewskim a Rektorem Politechniki Warszawskiej prof. dr hab. inż. Krzysztofem Zarembą. Na mocy porozumienia strony zobowiązały się do podejmowania wspólnych działań w celu wsparcia innowacji i postępu technologicznego w Polsce poprzez: inicjowanie i realizowanie wspólnych badań naukowych i prac badawczo-rozwojowych w dziedzinach obopólnego zainteresowania, w szczególności w obszarze metrologii; praktyczne wykorzystanie wiedzy i technologii z obszaru metrologii naukowej i przemysłowej na rzecz rozwoju społeczno-gospodarczego kraju; wzajemną pomoc przy realizacji prac dyplomowych i doktorskich studentów, doktorantów i pracowników Uczelni oraz pracowników GUM; wzajemne konsultacje i doradztwo naukowo-techniczne; transfer wiedzy poprzez współorganizację szkoleń, kursów i konferencji naukowych, organizację staży i praktyk zawodowych dla studentów w GUM; działania informacyjno-promocyjne w celu zwiększenia zainteresowania podmiotów sektora publicznego i prywatnego działalnością naukowo-badawczą i innowacyjną stron; działania popularyzujące wiedzę z obszaru metrologii, między innymi w postaci wspólnych publikacji.

#### **28-29.09. 37. SPOTKANIE KOMITETU WELMEC**

28 września br. odbyło się ostatnie spotkanie Europejskiej Współpracy w Dziedzinie Metrologii Prawnej w formie MoU (porozumienia o utworzeniu WELMEC, podpisanego w 1990 r.). Podczas obrad, które ze względu na pandemię COVID-19 odbyły się w formie zdalnej, podjęto szereg istotnych decyzji, związanych z zakończeniem działania WELMEC MoU – przeniesienie wszystkich grup roboczych do nowo powstałego WELMEC e.V (stowarzyszenia w ramach prawa niemieckiego), przeniesienie zadań realizowanych w dotychczasowych grupach roboczych nowej organizacji, zatwierdzenie raportu finansowego i uchwalenie absolutorium dla przewodniczącego WELMEC MoU. Delegaci zapoznali się także z raportem z prac organizacji za okres od poprzedniego spotkania Komitetu WELMEC MoU. 29 września br. odbyło się pierwsze spotkanie WELMEC e.V – Europejskiej Organizacji w Dziedzinie Metrologii Prawnej w formie stowarzyszenia. Podczas spotkania delegaci przyjęli uchwały konieczne do rozpoczęcia pracy nowej organizacji – utworzenie grup roboczych, przeniesienie działań poprzednika – WELMEC MoU. Ważnym punktem obrad była dyskusja nad nową strategią WELMEC e.V na lata 2021-2025. Istotną częścią spotkania były wybory nowych władz WELMEC oraz przewodniczących grup roboczych i ich zastępców. Nowym przewodniczącym WELMEC e.V został dyrektor CMI



(czeskiego odpowiednika GUM), Pavel Klenovsky. Zastępcą przewodniczącego został przedstawiciel Belgii, a członkami Rady Wykonawczej zostali delegaci z Finlandii, Bośni i Hercegowiny oraz Holandii.

Wartym podkreślenia faktem był sukces przedstawiciela GUM, p. Aleksandry Lewickiej, która została wybrana jednogłośnie na przewodniczącą grupy roboczej WG10 ds. instalacji pomiarowych do cieczy innych niż woda.

## **20-22.10. POSIEDZENIE CIML ONLINE**

W dniach 20-22 października br. odbyło się 55. posiedzenie Międzynarodowego Komitetu Metrologii Prawnej (CIML), jednego z głównych organów decyzyjnych Międzynarodowej Organizacji Metrologii Prawnej. Spotkanie po raz pierwszy odbyło się w formie zdalnej. Podczas serii spotkań szczególną uwagę skierowano na wyzwania stojące przed organizacją, zwłaszcza w okresie pandemii COVID-19. Podkreślono potrzebę prawnej kontroli metrologicznej przyrządów pomiarowych wykorzystywanych w medycynie, co jest szczególnie istotne w obecnym czasie. Ponadto zatwierdzono kilka publikacji OIML (m.in. zaleceń) w zakresie odmierzaczy do paliw, wag czy wielowymiarowych przyrządów pomiarowych.

## **9.11. PROFESOR JACEK SEMANIAK POWOŁANY NA STANOWISKO PREZESA GUM**

9 listopada 2020 r. premier Mateusz Morawiecki powołał profesora Jacka Semaniaka na stanowisko Prezesa Głównego Urzędu Miar. Dokument wręczył Wiceprezes Rady Ministrów, Minister Rozwoju, Pracy i Technologii Jarosław Gowin. Uroczystość wręczenia nominacji odbyła się w siedzibie Ministerstwa Rozwoju, Pracy i Technologii w obecności gości specjalnych. Jacek Semaniak jest profesorem nauk fizycznych oraz absolwentem studiów z zakresu fizyki na Wydziale Matematyczno-Przyrodniczym Wyższej Szkoły Pedagogicznej w Kielcach. Doktoryzował się w 1995 r. w Instytucie Problemów Jądrowych im. Andrzeja Sołtana w Świerku. Stopień naukowy doktora habilitowanego uzyskał w 2002 r. na Uniwersytecie Warszawskim w oparciu o rozprawę *Dissociative Recombination in Ion Storage Rings*. Tytuł naukowy profesora nauk fizycznych otrzymał 3 lipca 2012 r. Jego działalność naukowa związana jest z badaniem zderzeń elektronów swobodnych z jonami molekularnymi w warunkach niskotemperaturowej plazmy oraz badaniem mechanizmów jonizacji i emisji charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego w zderzeniach jonów z atomami. Od 1988 r. zatrudniony na Uniwersytecie Jana Kochanowskiego w Kielcach (kierownik zakładu fizyki molekularnej, a następnie fizyki medycznej i biofizyki). W latach 1995-1998 odbył staże naukowe w Politechnice Sztokholmskiej i Uniwersytecie Sztokholmskim. Pełnił funkcję prorektora ds. dydaktycznych i studenckich (2008-2012), prorektora ds. ogólnych (2012-2020) oraz rektora (2012-2020) Uniwersytetu Jana Kochanowskiego w Kielcach. Od 2020 r. jest członkiem Komitetu Polityki Naukowej.

## **9.11. POROZUMIENIE O DOFINANSOWANIE PROJEKTU KAMPUS**

W siedzibie Ministerstwa Rozwoju, Pracy i Technologii Prezes Głównego Urzędu Miar oraz Marszałek i Wicemarszałek Województwa Świętokrzyskiego podpisali nowe Porozumienie o dofinansowaniu Projektu „Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar – Etap 1” (KAMPUS). Porozumienie wiążące rozpoczęły w kwietniu br. proces negocjacji IZ RPO WŚ z Komisją Europejską. W ramach nowego Porozumienia:

- dofinansowanie z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego zwiększy się o 25.5 mln złotych;
- zmieni się zakres rzeczowy projektu – w I etapie, realizowanym w obecnej perspektywie unijnej, GUM i PŚk wybudują 6 specjalistycznych laboratoriów badawczych i wyposażą je w nowoczesną aparaturę metrologiczną.

Łączna wartość projektu wynosi 188 821 329,05 PLN, wysokość dofinansowania z EFRR – 165 286 784,64 PLN. Projekt realizowany jest w ramach Osi Priorytetowej I – Innowacje i nauka, Działanie 1.1 Wsparcie infrastruktury B+R Regionalnego Programu Operacyjnego Województwa Świętokrzyskiego na lata 2014-2020.

## **10.11. WYBÓR NAJKORZYSTNIEJSZEJ OFERTY NA BUDOWĘ KAMPUSU GUM**

Pierwotnie Zamawiający otrzymał piętnaście ofert od Wykonawców zainteresowanych realizacją inwestycji. Ostatecznego wyboru dokonano spośród pięciu ofert Wykonawców, którzy wyrazili dalszą chęć udziału w postępowaniu poprzez przedłużenie terminu związania ofertą ponad termin wynikający ze Specyfikacji Istotnych Warunków Zamówienia.

Wybór najkorzystniejszej oferty został dokonany przez Zamawiającego na podstawie art. 92 ust. 1 pkt 1 ustawy Prawo zamówień publicznych. Najkorzystniejszą ofertą, wybraną przez Zamawiającego, okazała się oferta złożona przez Wykonawcę FB Anna-Bud Sp. z o.o. Oferta nie podlegała odrzuceniu, a Wykonawca nie podlegał wykluczeniu z postępowania oraz spełniał warunki udziału w postępowaniu.

## **13.11. UMOWA O WSPÓŁPRACY POMIĘDZY OUM W BIAŁYMSTOKU A UNIWERSYTETEM W BIAŁYMSTOKU**

Na Wydziale Chemii Uniwersytetu w Białymstoku została podpisana umowa intencyjna o współpracy pomiędzy Uniwersytetem w Białymstoku a Okręgowym Urzędem Miar w Białymstoku. Dokument, podpisany przez Rektora UwB prof. dr hab. Roberta W. Ciborowskiego, sygnowali: prof. dr hab. Joanna Karpińska – dziekan Wydziału Chemii UwB oraz Mirosław Wnorowski p.o. Dyrektora Okręgowego Urzędu Miar w Białymstoku. Podpisanie umowy intencyjnej jest pierwszym krokiem do wspólnego rozwiązywania praktycznych problemów, wymiany doświadczeń oraz aplikowania o dodatkowe środki finansowe w konkursach. Nawiązana współpraca

pozwole na wykorzystywanie potencjału nauki, wspieranie transferu wiedzy i technologii pomiędzy sygnatariuszami porozumienia, a w późniejszym okresie, włączenie w tą wymianę również lokalnego przemysłu dla rozwoju innowacyjnej gospodarki.

#### **1-2.12. GŁÓWNY URZĄD MIAR UCZESTNIKIEM III KONFERENCJI INNOWACJE-PRZEMYSŁ-AKREDYTACJE**

Organizatorem III edycji konferencji było Podkarpackie Centrum Innowacji, w ramach Podkarpackiego Forum Nauki i Biznesu. Tegoroczna edycja wydarzenia, ze względu na sytuację epidemiczną, w całości odbywała się online. W konferencji wzięli udział pracownicy Głównego Urzędu Miar: mgr inż. Joanna Przybylska, reprezentująca Wydział Spraw Zagranicznych w Biurze Strategii oraz dr inż. Janusz Fidelus z Pracowni Siły i Twardości w Samodzielnym Laboratorium Masy. Przedmiotem prezentacji Pani mgr inż. Joanny Przybylskiej był „Udział Głównego Urzędu Miar w projektach międzynarodowych”. Druga prezentacja autorstwa Pana dr inż. Janusza Fidelusa nosiła tytuł „Od nano do mega i z obrotem, czyli udział Głównego Urzędu Miar w europejskich projektach w obszarze siły i energii”.

#### **14-15.12. KONFERENCJA „TECHNOLOGIA DLA ADMINISTRACJI”**

Organizatorem odbywającej się w formule online konferencji „Dane satelitarne dla administracji – potrzeby, wyzwania, plany na przyszłość” była Polska Agencja Kosmiczna. Konferencja była okazją do podsumowania działań POLSA w zakresie upowszechnienia wykorzystania danych satelitarnych przez administrację oraz analizy dostępnych produktów. Uczestnikiem panelu „Technologia dla Administracji” był przedstawiciel Głównego Urzędu Miar – dr inż. Maciej Gruszczyński z Samodzielnego Laboratorium Czasu i Częstotliwości.

#### **15.12. TRZYNAŚCIE HEKTARÓW GRUNTU OD GMINY KIELCE NA BUDOWĘ KAMPUSU GŁÓWNEGO URZĘDU MIAR**

Prezydent Kielc Bogdan Wentą przekazał, w imieniu Gminy Kielce, Głównemu Urzędowi Miar oraz Politechnice Świętokrzyskiej własność nieruchomości pod budowę Świętokrzyskiego Kampusu Laboratoryjnego Głównego Urzędu Miar. Wartość działek ustalona została na blisko 37 mln zł. W siedzibie Urzędu Miasta Kielce łącznie podpisane zostały trzy akty notarialne: dwie umowy darowizny udziałów w nieruchomościach na rzecz Skarbu Państwa – Głównego Urzędu Miar i Politechniki Świętokrzyskiej oraz umowa zamiany nieruchomości pomiędzy PŚk a Miastem Kielce. Podpisanie aktów dokonali: Prezydent Miasta Kielce Bogdan Wentą, Prezes GUM prof. dr hab. Jacek Semaniak i Rektor Politechniki Świętokrzyskiej prof. dr hab. inż. Zbigniew Koruba. Na mocy podpisanych aktów przekazane zostały nieruchomości o łącznej powierzchni 129 779 m<sup>2</sup>, usytuowane pomiędzy ulicą Wrzosową a aleją Księdza Jerzego Popiełuszki w Kielcach. Zgodnie z podpisanymi umowami darowizny – Głównemu Urzędowi Miar został przekazany 79 % udział w nieruchomości, zaś Politechnice Świętokrzyskiej 21 %. Wartość nieruchomości została ustalona na łączną kwotę 36 850 000 zł.

Przekazanie własności nieruchomości to kolejny krok przybliżający Konsorcjum do wejścia na plac budowy i rozpoczęcie procesu budowlanego. Poprzedzone ono zostanie podpisaniem umowy z Generalnym Wykonawcą robót budowlanych, które planowane jest na koniec grudnia br.

Całkowita wartość realizacji projektu wynosi: 188 821 329,05 zł.



# e-CzasPL – system niezawodnej i wiarygodnej dystrybucji czasu urzędowego na obszarze RP

e-CzasPL – trusted and reliable Polish legal time dissemination system

Maciej Gruszczyński, Albin Czubla, Łukasz Czerski  
Główny Urząd Miar



W ostatnich latach pojawia się coraz więcej szczegółowych wymogów legislacyjnych określających konieczność zapewnienia w systemach IT źródła czasu spełniającego określone uwarunkowania jakościowe. Dotyczy to różnych sektorów gospodarki, takich jak bankowość i rynki finansowe, telekomunikacja czy sektor energetyczny. Rozwój i rozpowszechnienie technologii teleinformatycznych i technologii od nich zależnych stwarza potrzeby dostarczenia bardzo precyzyjnych i niezawodnych usług synchronizacji czasu. Projekt e-CzasPL ma za zadanie dostarczyć usługi, które będą poszerzeniem i alternatywą dla stosowanych aktualnie rozwiązań i będą też bardziej wiarygodne, dzięki zwiększeniu niezawodności infrastruktury odpowiedzialnej za generację skali czasu ściśle powiązanej z polskim czasem urzędowym.

In recent years, more and more detailed legislative requirements have appeared, which determine the need to provide IT systems with time signal sources, which meets specific technical and quality requirements. This applies to various economic sectors, such as banking and financial markets, telecommunication and the energy sector. The development and increasing dissemination of information and communications technology and dependent technologies, creates the need to provide very precise and reliable time synchronization services. The e-CzasPL project is geared towards providing services, that will be an extension and alternative to the commonly used time synchronization solutions and will be more trusted, along with improved performance and reliability of the infrastructure responsible for the generation of the timescale, closely related to the Polish legal time.

**Słowa kluczowe:** czas i częstotliwość, czas urzędowy, synchronizacja czasu

**Keywords:** time and frequency, legal time, time synchronization

## Cele projektu

Dostarczane obecnie przez Główny Urząd Miar (GUM) podstawowe rozwiązania z zakresu dystrybucji i synchronizacji czasu są dopasowane do możliwości, technologii i potrzeb gospodarki diagnozowanych około dwie dekady temu, kiedy to ukazały się obowiązujące do dzisiaj akty prawne dotyczące przedmiotowego zagadnienia (Ustawa o Czasie Urzędowym i Rozporządzenie dot. rozpowszechniania sygnałów czasu) [1 i 2]. Mimo, iż używane obecnie w gospodarce i społeczeństwie źródła czasu w wielu przypadkach mogą okresowo i długofalowo zapewnić wymaganą dokładność czasu (np. GPS, DCF77, okresowo własny lokalny zegar), brak ich kontroli czy potwierdzenia ich wiarygodności lub uzależnienie się od określonych technik stwarza jednak niebezpieczeństwo poważnych komplikacji. Dodatkowo, stosowane źródła nie mają cechy czasu gwarantowanego poprzez

status polskiego czasu urzędowego, ściśle związanego z czasem UTC(PL).

Celem strategicznym projektu, zaplanowanego na 3 lata realizacji, jest dostarczenie kompleksowej e-usługi, polegającej na dystrybucji sygnałów czasu i synchronizacji z czasem urzędowym oraz polskiej realizacji uniwersalnego czasu koordynowanego UTC(PL), generowanych w oparciu o wzorzec państwowy czasu i częstotliwości, a także usługi monitorowania rozbieżności czasu użytkownika.

Punktem wyjścia będzie wyposażenie Samodzielnego Laboratorium Czasu i Częstotliwości (Laboratorium GUM) w sprzęt redundantny (zwielokrotniony w sposób zamierzony) oraz specjalistyczne oprogramowanie, pozwalające na zwiększenie niezawodności, wiarygodności i zapewnienie ciągłości utrzymywania i generacji skali

czasu urzędowego na obszarze RP i skali czasu UTC(PL) oraz dystrybucji sygnałów tych czasów.

Uruchomienie e-usługi wpłynie na zwiększenie niezawodności i wiarygodności systemów informatycznych wykorzystywanych w gospodarce, w działalności podmiotów realizujących zadania publiczne i w życiu publicznym w obszarach, w których czas odgrywa ważną rolę. Bezpośrednią korzyścią będzie ułatwienie obywatelom oraz przedsiębiorcom procesu pozyskiwania informacji o czasie urzędowym i jego synchronizacji na urządzeniach indywidualnych oraz w specjalistycznych systemach informatycznych, np. wykorzystywanych w bankowości i finansach, energetyce czy telekomunikacji.

Na planowaną e-usługę będą się składały cztery omówione poniżej funkcjonalności.

### **Serwis monitorowania i uwierzytelnienia synchronizacji z czasem UTC(PL) poprzez protokół NTP**

Serwis przeznaczony jest dla posiadaczy serwerów czasu NTP z dostępem publicznym lub dla posiadaczy uproszczonych urządzeń, pełniących funkcje serwera NTP z dostępem publicznym, które pozyskują informacje o czasie użytkownika z infrastruktury IT chronionej przed dostępem publicznym. Funkcjonalność jest skierowana do klientów o umiarkowanych wymaganiach precyzji i dokładności czasu. W zależności od odległości klient-serwer, mierzone czasem opóźnienia transmisji i jakości łącza (asymetria), możemy uzyskać dokładność synchronizacji czasu typowo w zakresie 10 milisekund.

Serwis będzie monitorował synchronizację czasu klienta i porównywał z czasem UTC(PL), reprezentowanym przez serwer NTP Głównego Urzędu Miar. System będzie dostarczał interfejs użytkownika dostępny poprzez dedykowany portal internetowy z zaimplementowanymi procedurami logowania do indywidualnych kont użytkownika. Konta te umożliwią skonfigurowanie monitorowania NTP oraz wyświetlenie raportów zbiorczych monitorowania czasu serwera klienta względem czasu urzędowego na obszarze RP.

Użytkownik, posiadający infrastrukturę pozwalającą na synchronizację czasu swoich wewnętrznych systemów (serwer NTP) i chcący skorzystać z usługi, wypełni formularz elektroniczny dostępny poprzez portal projektu e-CzasPL. Następnie, po spełnieniu wymogów formalnych i technicznych, otrzyma dane logowania do własnego konta w systemie oraz instrukcję konfiguracji serwera NTP. Serwer ten zostanie objęty zautomatyzowanym procesem monitorowania, a statystyki monitorowania będą dostępne na jego koncie.

Statystyki będą zawierały między innymi: wartości maksymalne, minimalne i średnie zarejestrowanej różnicy (offset czasu i opóźnienie) między monitorowanym serwerem NTP a czasem UTC(PL) oraz dodatkowe parametry opisujące m.in. tryb monitorowania, pracę łącza, częstotliwość i ciągłość zapytań. Wszystkie dane są prezentowane w sposób przyjazny dla odbiorcy. System może alarmować, jeśli wybrane parametry będą powyżej danego kryterium.

Monitoring jest uzupełniony o cyfrowe uwierzytelnienie (autentykację) komputera klienta, podnosząc bezpieczeństwo usługi. Serwis bazuje na protokole NTPv4 (RFC 5905). Transmisja odbywa się w sieci internetowej i ma podwyższony poziom bezpieczeństwa przez zastosowanie protokołu szyfrującego, jest cyfrowo zabezpieczona i zapobiega przypadkowym błędom lub złośliwemu atakowi na usługę, uwierzytelnia komputer lub system i poprawia bezpieczeństwo danych.

Monitorowanie czasu systemowego urządzenia względem czasu urzędowego stanowi pewnego rodzaju audyt systemów IT, gdyż stanowi potwierdzenie wymagań dotyczących synchronizacji z wiarygodnym źródłem czasu (mającym status prawny czasu urzędowego). Proces taki jest szczególnie istotny dla użytkowników zobowiązanych prawem do stosowania czasu, którego różnica w stosunku do czasu urzędowego w sposób potwierdzony nie przekracza określonej wartości przyjętej za dopuszczalną.

Wszystkie formalności organizacyjne, związane z ułatwieniem spraw, będą zrealizowane w formie elektronicznej, łącznie z uzyskaniem przez usługobiorcę wyników w formie raportów, zaś korzystanie z usługi będzie w całości bezpłatne.

### **System dystrybucji UTC(PL) poprzez światłowód lub sieć Ethernet z wykorzystaniem protokołu PTP**

Będzie to nowy kanał dystrybucji czasu UTC(PL), który ma być odpowiedzią na potrzeby synchronizacji lokalnych systemów użytkownika, które wymagają dużej dokładności. Protokół PTP umożliwia osiągnięcie precyzji synchronizacji zegarów poniżej mikrosekundy, co umożliwia zastosowanie go do synchronizacji urządzeń końcowych we wrażliwych czasowo aplikacjach automatyki przemysłowej, telekomunikacji, energetyki oraz w systemach informatycznych, obsługujących transakcje finansowe i bankowość.

IEEE opisuje PTP jako narzędzie zaprojektowane, aby „wypełnić niszę, która nie jest dobrze obsługiwana przez żadną z dwóch dominujących technik, NTP i GPS”. Protokół PTP jest przeznaczony do synchronizacji lokalnych systemów, które wymagają wysokiej precyzji



synchronizacji nieosiągalnej za pomocą technologii NTP. Stanowi również alternatywę dla synchronizacji z użyciem systemów GNSS tam, gdzie takie rozwiązanie jest zbyt ryzykowne (np. ze względu na możliwość lokalnego celowego zakłócenia sygnału) lub niemożliwe ze względu na brak sygnału.

Narzędzia, wykorzystujące protokół PTP, dokonują wielokrotnej wymiany pakietów synchronizacyjnych pomiędzy urządzeniem nadrzędnym i podrzędnym, w wyniku której urządzenie podrzędne ustala czas w stosunku do urządzenia nadrzędnego i opóźnienie kanału transmisyjnego. W efekcie możliwa jest synchronizacja urządzenia podrzędnego do nadrzędnego. Precyzja synchronizacji za pomocą protokołu PTP waha się od około stu mikrosekund, dla w pełni programowej implementacji protokołu w systemie operacyjnym, do kilkudziesięciu nanosekund, dla implementacji w pełni sprzętowej, opartej na układach FPGA. W celu zwiększenia wiarygodności synchronizacji, w ramach tej usługi, wykorzystywane będą dedykowane łącza światłowodowe [3].

Podobnie, jak w przypadku usługi wcześniej omawianego systemu, jej zamówienie będzie odbywało się przez formularz elektroniczny. Po spełnieniu wymagań formalnych i technicznych użytkownik otrzyma dostęp do serwerów PTP, znajdujących się w GUM. Korzystanie z usługi jest w całości bezpłatne, choć użytkownik będzie musiał m.in. dodatkowo zapewnić ze swojej strony utrzymanie dedykowanego łącza światłowodowego czy komplet wkładek SFP.

W ramach wdrożenia tej funkcjonalności konieczne będzie wyposażenie laboratorium GUM w dedykowane serwery PTP. Aktualnie w laboratorium znajdują się już urządzenia sieciowe operatorów sieci telekomunikacyjnych, co umożliwi zestawienie połączeń światłowodowych lub dedykowanych połączeń Ethernet dla dowolnych klientów usługi dystrybucji czasu z wykorzystaniem protokołu PTP.

### **Wieloplatformowa aplikacja ułatwiająca synchronizację czasu systemowego urządzenia elektronicznego z czasem urzędowym**

Aplikacja wielosystemowa przeznaczona jest dla klientów, którzy nie posiadają serwerów NTP i nie wymagają bardzo wysokich dokładności i niezawodności od narzędzia synchronizującego lub monitorującego rozbieżność czasu w ich urządzeniu elektronicznym (mobilnym lub stacjonarnym) względem czasu urzędowego, ale jednak mają potrzebę korzystania z wiarygodnego źródła czasu. Potrzeba taka może wynikać, przykładowo, z wymogów prawnych prowadzonej działalności, implementacji standardów, dotyczących jakości bądź bezpieczeństwa lub

konieczności zapewnienia spójności pomiarowej z czasem urzędowym w Polsce.

Aplikacja pozwoli na synchronizację czasu systemowego urządzenia klienta (np. komputera klasy PC, urządzenia mobilnego: windows mobile, android) z czasem urzędowym na obszarze RP. Możliwe będzie też wyznaczenie różnic między czasem systemowym a czasem urzędowym z uwzględnieniem opóźnień łącza (asymetrii transmisji). Zastosowanie aplikacji wieloplatformowej pozwoli, przykładowo, na stworzenie w szybki i nieskomplikowany sposób zegara-wyświetlacza czasu urzędowego, który będzie można umieścić w dowolnym miejscu publicznym.

Ta funkcjonalność usługi e-CzasPL jest podobna do opisanego wcześniej systemu monitorowania czasu serwerów NTP, nie jest jednak obciążona wysokimi wymaganiami dotyczącymi posiadanej infrastruktury (posiadanie serwera NTP). Aplikacja będzie umożliwiała wyświetlenie raportów i zestawień zbiorczych z danego okresu, w którym aplikacja była aktywna. Dane będą przechowywane lokalnie, w pamięci urządzenia.

### **System dystrybucji sygnałów czasu urzędowego na obszarze RP za pomocą fal radiowych długości o zasięgu ogólnopolskim**

Dystrybucja kodowanych sygnałów czasu na falach długości, z nadajnika znajdującego się na terytorium Polski, jest odpowiedzią na potrzebę zsynchronizowania z czasem urzędowym urządzenia odmierzającego czas. Wykorzystywane są do tego celu bardzo tanie, energooszczędne i nieskomplikowane urządzenia odbiorcze.

Obecnie Główny Urząd Miar świadczy usługę polegającą na generowaniu i dystrybucji akustycznych sygnałów czasu przesyłanych do Polskiego Radia. Sygnały akustyczne, nakładane na program nadawczy o każdej pełnej godzinie, mogą być wykorzystywane do „ręcznej” synchronizacji czasomierzy, natomiast implementacja tego źródła czasu w systemach automatycznych jest bardzo utrudniona. W tym przypadku dobrą alternatywę stanowią kodowane sygnały czasu nadawane drogą radiową, tak jak sygnał DCF77 emitowany z Mainflingen koło Frankfurtu (Niemcy). Sygnał ten jest nadawany z dedykowanej stacji nadawczej (nie wykorzystywanej do innych celów) i nadzorowany przez PTB, niemiecką krajową instytucję metrologiczną. Sygnały DCF mogą mieć jednak ograniczone zastosowanie na terenie Polski. Podczas wzorcowań w Laboratorium GUM niejednokrotnie obserwowano trudności z synchronizacją powszechnie dostępnych na rynku urządzeń, wykorzystujących sygnał DCF77, takich jak zegary elektroniczne i domowe stacje pogodowe.

W planowanym w ramach projektu e-CzasPL rozwiązaniu zakłada się wykorzystanie istniejącej fali nośnej Programu Pierwszego Polskiego Radia (225 kHz), emitowanej z nadajnika w Solcu Kujawskim. Dzięki zastosowaniu modulacji fazy będzie można zachować funkcjonalności emisji programu nadawczego radiowej „Jedynki” i jednocześnie nadawać zakodowaną pełną depeszę daty i czasu w formacie analogicznym do formatu DCF77, ale w czasie zaledwie ok. 2 sekund, co zdecydowanie ułatwi i zwiększy skuteczność synchronizacji.

Wymagane będzie opracowanie odpowiedniego modulatora oraz nowego źródła sygnału 225 kHz, podnoszącego jego stabilność długoterminową, z dodatkowym układem zegarowym do sterowania modulatorem. Dystrybuowane w ten sposób sygnały, dostępne na terenie całego kraju, będą zgodne z oficjalnym czasem urzędowym w Polsce w zakresie do kilkunastu milisekund. Planowane jest również opracowanie dokumentacji układu odbiorczego. Dzięki temu system dostarczy możliwości synchronizacji urządzeń z wykorzystaniem taniej, energooszczędnej, ogólnodostępnej i łatwej w implementacji technologii niezależnej od transmisji internetowej, linii światłowodowych oraz od dostępności sygnałów GNSS.

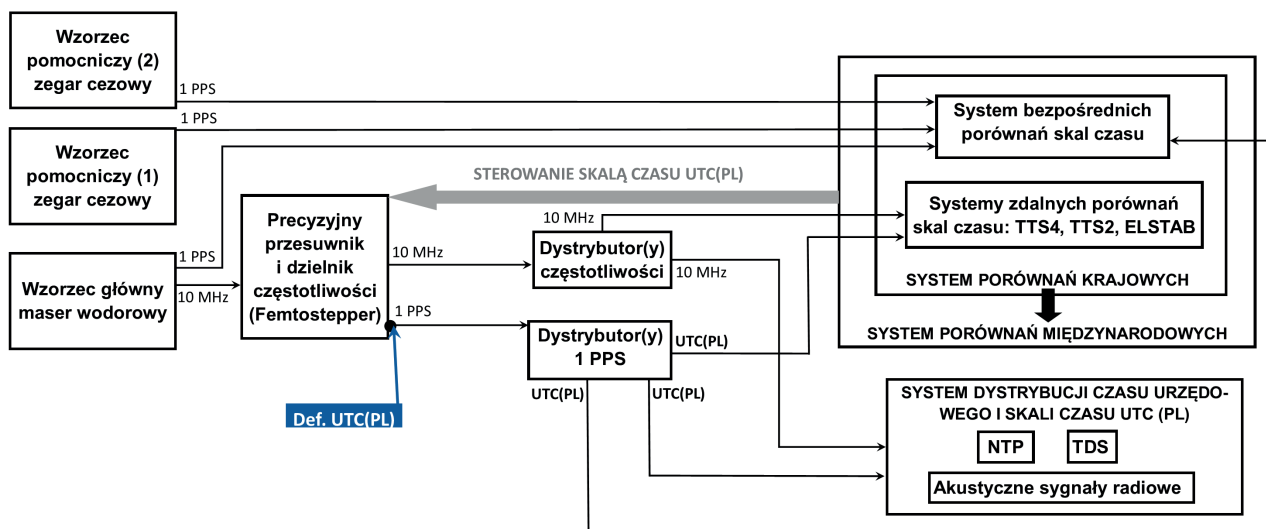
## Modernizacja i rozbudowa infrastruktury Laboratorium GUM

Ponieważ wspólną cechą wszystkich oferowanych składowych usług jest umożliwienie dowiązania do czasu UTC(PL) i czasu urzędowego, zapewnienie odpowiedniej niezawodności i wiarygodności utrzymania i generacji tychże stanowi element równie ważny jak same usługi dystrybucji. Z tego względu planowana jest modernizacja

i rozbudowa infrastruktury laboratorium GUM, które jest odpowiedzialne za utrzymywanie i generację skali czasu urzędowego, obowiązującego na obszarze RP i skali czasu UTC(PL) oraz ich dystrybucję.

W ramach tych działań przewidziane jest doposażenie laboratorium w nowoczesne zegary najwyższej precyzji: 1 aktywny maser wodorowy oraz 2 nowe atomowe wzorce częstotliwości, a także w wielowejściowy precyzyjny przesuwnik i dzielnik częstotliwości. Pozwoli to zabezpieczyć się przed ewentualnymi nieprawidłowościami, związanymi z niewłaściwym działaniem sprzętu lub awariami sprzętu dotychczas posiadanego, powodującymi przerwy w świadczeniu usług.

System generacji i utrzymywania skali czasu, zrealizowany w sposób jak to schematycznie przedstawiono na rys. 2, pozwala na nieprzerwaną pracę z zachowaniem ciągłości skali czasu w przypadku, gdy na którymś z etapów zostałyby wygenerowane dane (sygnały) nie spełniające wymagań jakościowych lub któryś z elementów przerwałby pracę na skutek awarii. Wielowejściowy precyzyjny przesuwnik i dzielnik częstotliwości pozwala na monitorowanie w czasie rzeczywistym parametrów pracy zegarów z możliwością równoległego przełączenia kanału świadczenia usługi między źródłami, w przypadku nieprawidłowości pierwotnego źródła. Dane z monitorowania są dostępne w czasie rzeczywistym. System pozwoli na generację właściwej skali czasu UTC(PL) i „zapasowej” skali czasu UTC(PL)<sup>1</sup>, której fizyczna realizacja będzie zdefiniowana na wyjściu dotychczas używanego femtosteppera. W przypadku awarii krytycznej i zaniku sygnału skali czasu UTC(PL), przełączenie na skalę „zapasową” będzie możliwe w czasie rzeczywistym z wykorzystaniem selektora sygnałów redundantnych.



Rys. 1. Schemat blokowy funkcjonującego aktualnie systemu generacji i utrzymywania skali czasu urzędowego oraz czasu UTC(PL)



## Odbiorcy usługi e-CzasPL

Jednocześnie z realizacją technicznej części projektu, mającej prowadzić do powstania nowej, omawianej wcześniej e-usługi, podjęte zostaną działania informacyjne, których celem będzie rozpowszechnienie produktów, będących wynikiem projektu, wśród wszystkich zainteresowanych grup użytkowników. W ramach projektu e-CzasPL bardzo istotne jest uświadamianie społeczeństwa i środowisk przemysłowych, co do zalet i konieczności zapewniania wiarygodnych źródeł czasu powiązanych z UTC.

Dokonano w tym obszarze analizy i wyszczególniono kilka grup docelowych, które mogą czerpać wymierne korzyści z wykorzystania produktów projektu. Badania ankietowe, przeprowadzone przez GUM na podstawie grupy potencjalnych użytkowników usług czasu potwierdziły, że istnieje silna potrzeba wykorzystania w ich działalności informacji, pochodzących z wiarygodnych źródeł dokładnego czasu.

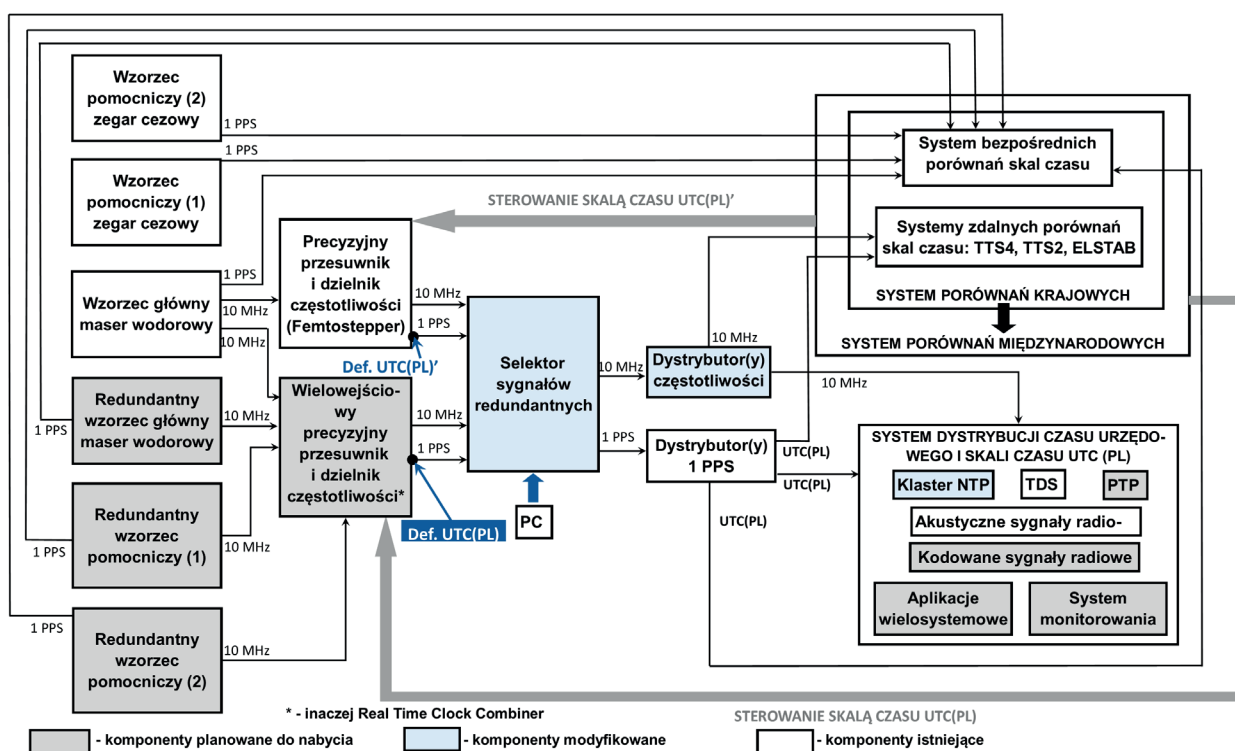
## Banki oraz instytucje i rynki finansowe

Współczesny sektor finansowy opiera się na złożonych systemach teleinformatycznych, pracujących w rozproszonej architekturze. Tego typu systemy wymagają często synchronizacji do wspólnego czasu nawet wielu tysięcy maszyn umiejscowionych w różnych lokalizacjach.

W przypadku awarii lub prac serwisowych skomplikowane, wielopoziomowe pod względem architektury, systemy utrzymywania spójności czasu w całym systemie bankowym potrzebują wielu godzin do powtórnej synchronizacji czasu. Prowadzi to do wielogodzinnych przestoju, które przekładają się na straty finansowe dla banków lub ich klientów.

Dostrzegając ten problem i mając na uwadze dobro użytkowników końcowych oraz przejrzystość rynku finansowego, Komisja Europejska narzuciła regulacje, które wprowadziły obowiązek posługiwania się czasem UTC i określiły wysokie wymagania techniczne dla systemów informatycznych [4 i 5]. Regulacje te zawarte są m.in. w dyrektywach MIFID II i MIFIR oraz rozporządzeniu delegowanym 2017/574 wraz z załącznikiem.

Wymagania regulatora oraz kosztowne problemy techniczne zmuszają banki i instytucje finansowe do poszukiwania odpowiednich źródeł czasu. Obecnie w polskich instytucjach używane są zwykle układy hybrydowe, złożone z wielu redundantnych urządzeń synchronizujących się z wieloma źródłami czasu (systemy satelitarne GNSS: GPS, GLONASS, GALILEO lub oparte o protokoły sieciowe PTP, NTP oraz inne niezależne źródła, jak choćby NTP pool), wraz z zastosowaniem własnego zegara atomowego. Rozwiązania te nie dają gwarancji stabilności usługi ani ciągłej synchronizacji z czasem UTC.



Rys. 2. Schemat blokowy planowanego systemu generacji i utrzymywania skali czasu urzędowego oraz czasu UTC(PL), funkcjonującego jako klaster wydajnościowy o zwiększonej niezawodności

Przykładowo system GPS jest stworzony i utrzymywany przez Departament Obrony USA i nie daje gwarancji na bezawaryjne działanie dla celów cywilnych, podobnie rzecz się ma z rosyjskim systemem GLONASS.

Poszukiwaną alternatywą dla obecnie używanych rozwiązań byłaby usługa synchronizacji czasu z wykorzystaniem protokołu PTP i łączy światłowodowych do położonego w niedużej, ze względu na opóźnienia sieciowe, odległości wiarygodnego i stabilnego źródła czasu UTC. Planowany w ramach projektu system, oparty na technologii PTP, spełnia wymagania dotyczące dokładności oraz zapewnia spójność pomiarową ze skalą czasu UTC, określone przez wspomniane regulacje.

## Telekomunikacja

Rosnąca baza użytkowników telefonii (w szczególności komórkowej) oraz rozwój technologiczny tej gałęzi gospodarki stawia przed operatorami telekomunikacyjnymi nowe wyzwania. Technologia 4G LTE, czy jego nowsza wersja 5G, potrzebują pracy systemów nadawczych i odbiorczych, a także systemów przetwarzających szybko duże ilości informacji. Wymaga to pracy z dużo większymi częstotliwościami, co przekłada się bezpośrednio na zapotrzebowanie na usługę synchronizacji czasu o bardzo wysokiej precyzji i stabilności. Wymagania te przekraczają możliwości dotychczas świadczonych przez GUM usług, będących jedynym w Polsce źródłem czasu UTC(PL). Synchronizacja czasu umożliwia mobilny dostęp do takich technologii, jak np. TDD, transmisję i odbiór typu Coordinated Multipoint i Multicast-Broadcast Single Frequency Network.

Typowe wymagania, stawiane przez telefonię sieci komórkowych LTE-A, to błąd w granicach  $\pm 100$  ns, na potrzeby synchronizacji czasu w całej sieci. Wprowadzenie technologii 5G sprawi, że problemy z zarządzaniem czasem u dużych operatorów telekomunikacyjnych będą się pogłębiały, co ma związek z zagęszczeniem liczby obsługiwanych urządzeń.

Planowana usługa dystrybucji UTC(PL) z polskiego źródła, poprzez światłowód z wykorzystaniem protokołu PTP, byłaby adekwatnym rozwiązaniem rosnących wymogów technicznych związanych z synchronizacją w sieciach telekomunikacyjnych.

Jednocześnie wszelkie rozliczenia czasu usług pomiędzy operatorami są zawsze odnoszone do czasu urzędowego – tego typu działania i procesy mogłyby wesprzeć usługa monitorowania i uwierzytelnienia (autentykacji) czasu użytkownika.

## Energetyka

Potrzebę precyzyjnej synchronizacji w energetyce formują krytyczne parametry przesyłu energii, tj. faza

i częstotliwość wytwarzanego prądu. Pomiary synchroniczne, przy zastosowaniu urządzeń typu PMU, dostarczają dodatkowe informacje, które mogą być użyte do ciągłej optymalizacji marginesu bezpieczeństwa pracy systemu. Na podstawie przeprowadzonego rozeznania stwierdzono, iż w Polsce jest aktualnie zainstalowanych ok. 1500 urządzeń typu PMU i liczba ta rośnie z roku na rok wraz z popularyzacją idei inteligentnych sieci energetycznych (smart grid).

Systemy SCADA, monitorujące parametry dystrybucji energii, wymagają zbierania i przekazywania danych o zmianach kątów fazowych przesyłanego prądu w każdym węźle sieci przesyłowej w tym samym czasie, tak aby możliwa była reakcja bez ryzyka spowodowania awarii, mogącej wywołać efekt domina i w konsekwencji awarię większej części sieci (blackout).

Systemy SCADA oraz urządzenia typu PMU wymagają synchronizacji czasu w każdym punkcie węzłowym. Wraz z rozwojem krajowych sieci elektroenergetycznych czas powinien być synchronizowany z czasem UTC.

Obecnie przeważają systemy wyposażone w odbiorniki czasu, które wykorzystują sygnały GNSS, własne zegary atomowe oraz serwery NTP i PTP, propagujące czas do dalszych urządzeń poprzez sieć internetową. Jak było wspomniane przy omawianiu systemów finansowych, wymienione systemy nie gwarantują wysokiej niezawodności. Korzystanie z nich może doprowadzić do rozsynchronizowania czasu w urządzeniach i końcówkach monitorowanych przez SCADA. W rezultacie w tym sektorze przejawia się potrzeba pozyskania zewnętrznej usługi monitorowania urządzeń i ich synchronizacji z czasem UTC. Cena odbiorników GPS i ich nieodporność na zakłócenia sygnału, szczególnie w ośrodkach silnie zindustrializowanych, mogą być kolejnym powodem dla poszukiwania tanich i niezawodnych odbiorników sygnału czasu UTC, działających na innych zasadach niż odbiorniki sygnału satelitarnego.

## Potencjalne obszary wykorzystania e-usługi

Opisane wyżej sektory to tylko kilku możliwych odbiorców oraz kilka zastosowań usług synchronizacyjnych, oferowanych przez projekt e-CzasPL. Nietrudno wyobrazić sobie inne aspekty życia, gałęzie przemysłu i technologie, gdzie precyzyjna synchronizacja ma lub może mieć duże znaczenie.

Grupy potencjalnych obszarów (odbiorców) wykorzystania realizowanych usług w ramach projektu e-CzasPL to:

- operatorzy i użytkownicy systemów IT w transporcie,



- operatorzy i dostawcy programów i usług telewizyjnych (w tym telewizji kablowej i cyfrowej),
- kontrola ruchu lotniczego i kolejowego,
- podmioty świadczące usługi kwalifikowanego podpisu elektronicznego i znacznika czasu,
- centra przetwarzania danych,
- przedsiębiorstwa wykorzystujące automatykę przemysłową,
- szpitale i ośrodki prowadzące działalność telemedyczną,
- podmioty stosujące elektroniczne platformy zamówień publicznych, a także narzędzia do prowadzenia konkursów o dofinansowanie naborów na stanowiska,
- podmioty dostarczające rozwiązania IT oraz przedsiębiorstwa i podmioty korzystające z systemów elektronicznej ewidencji czasu pracy,
- dostawcy i operatorzy systemów do pomiaru prędkości odcinkowej,
- oraz ogólnie – ciągle rozwijająca się gałąź przemysłu, skupiająca się na rozwoju technologii opartych o IoT, czyli np.: zarządzanie inteligentnymi miastami (m.in. automatyczna sprzedaż i walidacja biletów, sterowanie oświetleniem ciągów komunikacyjnych), inteligentne rolnictwo, inteligentne systemy energetyczne, autonomiczne pojazdy.

## Podsumowanie

Coraz bardziej złożone systemy IT i technologie cyfrowe, stosowane w krajowej gospodarce, prowadzą do poszukiwania precyzyjnych i niezawodnych źródeł czasu i powiązań z powszechnie uznanymi skalami czasu. Chcąc możliwie najlepiej spełniać swoje zadania, związane z zapewnieniem spójności pomiarowej i dystrybucją sygnałów czasu, Laboratorium GUM musi dostarczać usługi adekwatne do wymogów rozwijającej się gospodarki i cyfrowego społeczeństwa.

Realizacja projektu e-CzasPL ma na celu sprostanie tym potrzebom zarówno legislacyjnym, jak i technologicznym, które pojawiają się w nowoczesnym społeczeństwie informacyjnym. Rozbudowa i unowocześnienie infrastruktury laboratorium poprawi jakość i niezawodność generacji skali czasu UTC(PL) oraz czasu urzędowego. Będzie podstawą uruchomienia nowych kanałów dystrybucji czasu, dedykowanych różnym grupom użytkowników i będących odpowiedzią na różne potrzeby odbiorców. Usługi oparte na protokołach NTP i PTP oraz transmisji światłowodowej dedykowane są dla rozwiązań i systemów, wymagających dużej precyzji oraz monitorowania spójności czasu odbiorcy z UTC(PL). W dziedzinach takich jak finanse, telekomunikacja czy rynek energetyczny wymogi dotyczące precyzji i niezawodności

źródeł czasu mają kluczowe znaczenie dla właściwego funkcjonowania infrastruktury użytkowników bezpośrednich, a niezawodność ich systemów przenosi się na jakość usług świadczonych klientom końcowym.

Funkcjonalności aplikacji wieloplatformowych i dystrybucji radiowej sygnałów czasu to z kolei alternatywa dla odbiorców nie posiadających zaawansowanej i drogiej infrastruktury. Niskie wymogi dostępu oraz szeroki zakres dostępności (dostępność aplikacji na różne platformy, pokrycie zasięgiem sygnału radiowego całego kraju) pozwalają zsynchronizować urządzenie z czasem urzędowym niskim kosztem i bez skomplikowanych urządzeń odbiorczych. Te usługi mogą być przydatne wszędzie tam, gdzie powiązanie z czasem urzędowym nie wynika z bardzo wysokich wymagań odnośnie precyzji, jednak jest nieodzowne ze względów formalnych bądź technicznych.

## Bibliografia

- [1] Ustawa z dnia 10 grudnia 2003 r. o czasie urzędowym na obszarze Rzeczypospolitej Polskiej.
- [2] Rozporządzenie Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 19 marca 2004 r. w sprawie sposobów rozpowszechniania sygnałów czasu urzędowego i uniwersalnego czasu koordynowanego UTC(PL).
- [3] IEEE Standard Profile for Use of IEEE 1588 tm Precision Time Protocol in Power System Applications (2011).
- [4] Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2014/65/UE z dnia 15 maja 2014 r. w sprawie rynków instrumentów finansowych oraz zmieniająca dyrektywę 2002/92/WE i dyrektywę 2011/61/UE.
- [5] Rozporządzenie Delegowane Komisji (UE) 2017/574 z dnia 7 czerwca 2016 r. uzupełniające dyrektywę Parlamentu Europejskiego i Rady 2014/65/UE w odniesieniu do regulacyjnych standardów technicznych dotyczących poziomu dokładności zegarów służbowych.
- [6] Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 910/2014 z dnia 23 lipca 2014 r. w sprawie identyfikacji elektronicznej i usług zaufania w odniesieniu do transakcji elektronicznych na rynku wewnętrznym oraz uchylające dyrektywę 1999/93/WE.



### **Maciej Gruszczyński**

Doktor nauk technicznych w zakresie geodezji i kartografii - geodezja satelitarna. W Samodzielnym Laboratorium Czasu i Częstotliwości zajmuje się rozwojem i doskonaleniem satelitarnych metod transferu czasu oraz pracuje nad procedurami włączania danych z zegarów optycznych do lokalnych realizacji skali czasu UTC(k). Jest również ekspertem Komitetu Badań Kosmicznych i Satelitarnych Polskiej Akademii Nauk.



### **Albin Czubla**

Kierownik Samodzielnego Laboratorium Czasu i Częstotliwości Głównego Urzędu Miar. Studia ukończył w 1994 r. na Uniwersytecie Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie, doktorat w 1999 r. Od 2002 r. pracuje w Głównym Urzędzie Miar i zajmuje się metrologią czasu i częstotliwości. Zainteresowania: prowadzenie i wyznaczanie atomowych skal czasu, analiza niestabilności sygnałów czasu i częstotliwości, precyzyjny transfer czasu, niepewność pomiaru. Ok. 20 publikacji.



### **Łukasz Czernski**

Główny Metrolog w Laboratorium Czasu i Częstotliwości GUM. Z wykształcenia licencjat fizyki ze specjalizacją Metody Komputerowe Fizyki. (Uniwersytet Warszawski, Wydział Fizyki) W GUM zajmuje się wzorcownikami różnego rodzaju urządzeń pomiarowych z dziedziny Czasu i Częstotliwości, w tym rozwijaniem rozwiązań i metod pomiaru dla przyrządów nowych typów oraz nietypowych. Kierownik Zespołu ds. Promocji i Oddziaływania Projektu e-CzasPL

# Informatyzacja w Głównym Urzędzie Miar – nowa jakość usług dla obywateli i przedsiębiorców w sprawach tachografów

Computerization in the Central Office of Measures – a new quality of service for citizens and businesses in tachograph matters

Weronika Biaduń, Michał Kolczyński, Karol Markiewicz, Anita Radwańska  
Główny Urząd Miar

W artykule przedstawiono najważniejsze informacje, w tym założenia i cele realizowanego w Głównym Urzędzie Miar projektu pod nazwą „System informatyczny służący stworzeniu środowiska cyfrowego dla realizacji usług publicznych i zadań Głównego Urzędu Miar w sprawach tachografów – TRANS-TACHO”, współfinansowanego ze środków UE.

The article presents the most important information, objectives and assumptions of the project implemented in the Central Office of Measures called "IT system to create a digital environment for the implementation of public services and tasks of the Central Office of Measures in matters of tachographs – TRANS-TACHO", co-financed from EU funds.

**Słowa kluczowe:** system informatyczny, tachografy, środowisko cyfrowe  
**Keywords:** IT system, tachographs, digital environment

## Wprowadzenie

W dniu 3 sierpnia 2018 r. została ogłoszona w Dzienniku Ustaw Rzeczypospolitej Polskiej ustawa z dnia 5 lipca 2018 r. o tachografach (Dz. U. poz. 1480), która objęła swym zakresem zagadnienia dotyczące tachografów cyfrowych i analogowych, dotychczas regulowane odrębnie w dwóch aktach prawnych – ustawie z dnia 29 lipca 2005 r. o systemie tachografów cyfrowych oraz w ustawie z dnia 11 maja 2001 r. – Prawo o miarach.

Projekt wspomnianej ustawy był przedmiotem prac, powołanej w tym celu, grupy roboczej ds. tachografów przy Konsultacyjnym Zespole GUM ds. regulacji rynku, działającym na mocy decyzji Prezesa Głównego Urzędu Miar. W skład grupy roboczej weszli przedstawiciele podmiotów prowadzących warsztaty, producentów tachografów i ich elementów składowych oraz przedstawiciele Głównego Urzędu Miar, Ministerstwa Infrastruktury, Głównego Inspektoratu Transportu Drogowego oraz Polskiej Wytwórni Papierów Wartościowych S.A, jako podmiotu wydającego karty do tachografów cyfrowych.

Głównym celem projektowanej ustawy było dostosowanie, na poziomie minimum implementacyjnego, krajowych aktów prawnych do rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 165/2014 z dnia 4 lutego

2014 r. w sprawie tachografów stosowanych w transporcie drogowym i uchylającego rozporządzenie Rady (EWG) nr 3821/85 w sprawie urządzeń rejestrujących stosowanych w transporcie drogowym oraz zmieniającego rozporządzenie (WE) nr 561/2006 Parlamentu Europejskiego i Rady w sprawie harmonizacji niektórych przepisów socjalnych, odnoszących się do transportu drogowego.

Na Prezesa Głównego Urzędu Miar powyższa ustawa nałożyła szereg obowiązków, ze szczególnym uwzględnieniem postępowań, dotyczących spraw związanych z działalnością w obszarze tachografów. Tym samym, inicjatywa i pomysł na stworzenie dedykowanego systemu teleinformatycznego do obsługi ww. spraw były odpowiedzią na wprowadzone zmiany prawne, zapotrzebowanie przedsiębiorców, ale i pracowników Głównego Urzędu Miar, w celu efektywnego i nowoczesnego realizowania obowiązków ustawowych przez organy administracji publicznej.

## Tło projektu

W Unii Europejskiej obowiązują jednolite przepisy regulujące czas pracy kierowców wykonujących przewozy, mające na celu zapewnienie bezpieczeństwa w ruchu drogowym. Urządzeniami rejestrującymi dane,



dotyczące czasu pracy kierowców, są tachografy instalowane w określonych pojazdach. Stworzony system obejmuje szczegółowe wymagania techniczne dla tachografów i ich kontroli, wymagania dla przedsiębiorców prowadzących warsztaty, techników warsztatów oraz podmiotów ich szkolących. W Polsce istotną rolę w funkcjonowaniu systemu pełni Prezes GUM, który przy pomocy Głównego Urzędu Miar i terenowej administracji miar zajmuje się certyfikacją ww. osób, usług i wyrobów w obszarze tachografów, prowadzeniem rejestrów publicznych i ewidencji, organizacją egzaminów techników oraz działalnością informacyjną w tym obszarze.

Ponadto, w związku z planowanym objęciem od 2025 r. obowiązkiem instalacji tachografów dodatkowej liczby pojazdów (obecnie 1,5 mln pojazdów o DMC powyżej 3,5 tony, a po zmianie dodatkowo 2,3 mln pojazdów o DMC od 2,4 do 3,49 tony), koniecznym staje się zapewnienie sprawnego funkcjonowania systemu bezpieczeństwa tachografów w Polsce i Europie.

Mając na uwadze szczególną dbałość o realizację zadań ustawowych, podjęto decyzję o uruchomieniu projektu, którego celem byłoby stworzenie kompleksowego systemu informatycznego, służącego realizacji usług publicznych i zadań GUM w obszarze tachografów, w środowisku cyfrowym, a następnie przystąpienie do procesu aplikacyjnego w zakresie pozyskania środków na sfinansowanie przedsięwzięcia.

W dniu 28 lutego 2020 r. Centrum Projektów Polska Cyfrowa, jako Instytucja Pośrednicząca dla Programu Operacyjnego Polska Cyfrowa, zakończyła ocenę wniosków o dofinansowanie, złożonych w ramach Rundy V konkursu nr POPC.02.01.00-IP.01-00-013/19, ogłoszonego dla Działania 2.1 „Wysoka dostępność i jakość e-usług publicznych” Programu Operacyjnego Polska Cyfrowa na lata 2014–2020. Wśród projektów, które zakwalifikowały się do dofinansowania, znalazł się „System informatyczny służący stworzeniu środowiska cyfrowego dla realizacji usług publicznych i zadań Głównego Urzędu Miar w sprawach tachografów – TRANS-TACHO”. Okres realizacji projektu przewidziano od dnia 1 kwietnia 2020 r. do dnia 29 czerwca 2023 r. Całkowity koszt projektu to 8 652 739,20 zł, a w tym 15,37 % (1 329 926,02 zł) pochodzi z budżetu państwa, zaś 84,63 % (7 322 813,18 zł) ze środków Unii Europejskiej.

## Założenia projektu

W nawiązaniu do przeprowadzonych analiz oraz za potrzebowania, za punkt wyjściowy projektowanego rozwiązania przyjęto już samą nazwę systemu TRANS-TACHO, która w rozwinięciu oznacza jak poniżej.

- Transparentny – to przejrzyste procedury realizacji usług publicznych oraz rejestrów publicznych

w zakresie działalności gospodarczej i zawodu regulowanego objętych ustawą o tachografach;

- Responsywny – umożliwiający komunikację w ramach realizacji usług publicznych;
- Adekwatny – odpowiedni do potrzeb uczestników systemu, w możliwie najszerszy sposób ograniczający obciążenia administracyjne dla podmiotów objętych obszarem regulowanym;
- Nowoczesny – zastępujący tradycyjne metody realizacji usług publicznych na rzecz nowoczesnego systemu informatycznego;
- System TACHOgrafów – narzędzie obejmujące realizację usług publicznych i innych zadań wspomagających prawidłowe funkcjonowanie systemu tachografów.

## Cele projektu

Realizacja projektu przewiduje osiągnięcie poniższych celów.

Cele strategiczne:

- 1) usprawnienie prowadzenia działalności gospodarczej oraz wykonywania zawodu regulowanego w obszarze tachografów przez wprowadzenie elektronicznych usług publicznych A2B i A2C, przyczyniających się do zmniejszenia formalności po stronie interesariuszy,
- 2) wzmocnienie systemu nadzoru nad systemem tachografów poprzez wdrożenie adekwatnych rozwiązań informatycznych, zwiększających bezpieczeństwo transportu drogowego.

W tym miejscu warto podkreślić, że ustanowione powyższe cele strategiczne projektu wpisują się w cele strategiczne w zakresie rozwoju całego kraju:

- 1) Strategia Sprawne Państwo 2020: cel 5 – efektywne świadczenie usług publicznych; Strategia na rzecz Odpowiedzialnego Rozwoju, cel – udostępnianie wysokiej jakości usług na rzecz obywateli/przedsiębiorców; POPC – rozwój e-usług dla klientów, elektroniczna wymiana dokumentów i informacji; założenia Programu Zintegrowanej Informatyzacji Państwa na lata 2019–2022, Kierunek interwencji 5.1.: reorientacja administracji publicznej na usługi zorientowane wokół potrzeb obywatela; cel szczegółowy: zwiększenie jakości oraz zakresu komunikacji pomiędzy obywatelami i innymi interesariuszami a państwem;
- 2) Europa 2020: Europejska agenda cyfrowa; Przyspieszenie innowacji w sektorze publicznym; Zaufanie i bezpieczeństwo; Strategia Rozwoju Kraju 2020: Aktywne społeczeństwo, konkurencyjna gospodarka, sprawne państwo, cel I.1., cel II 2.4. i cel II 5; Czteroletni strategiczny plan działania Głównego Urzędu Miar 2018–2021, cel 8: Efektywny



Rzeczpospolita  
Polska

Unia Europejska  
Europejski Fundusz  
Rozwoju Regionalnego



system ochrony bezpieczeństwa gospodarczego i technicznego państwa oraz interesów obywateli.

Cele szczegółowe:

- 1) uruchomienie wysokopoziomowych usług elektronicznych dla klientów Głównego Urzędu Miar, przyczyniających się do zmniejszenia formalności po stronie klienta,
- 2) modernizacja rejestrów publicznych i baz danych (m.in. ewidencji warsztatów i techników), prowadzonych przez Główny Urząd Miar w obszarze tachografów i ich dostępność dla klientów (również na urządzeniach mobilnych),
- 3) wdrożenie nowoczesnych technologii (systemu, oprogramowania i sprzętu komputerowego), wspomagających wykonywanie czynności kontrolnych przez pracowników administracji miar,
- 4) wdrożenie elektronicznej wymiany dokumentów pomiędzy Głównym Urzędem Miar a klientem; zastosowanie elektronicznej formy uwierzytelniania zarówno klientów, jak i jednostek administracji miar w ramach realizacji spraw,
- 5) prowadzenie publicznych rejestrów wymaganych ustawą o tachografach,
- 6) prowadzenie baz danych w zakresie ewidencji podmiotów posiadających zezwolenie na prowadzenie warsztatu, w tym dane techników, informacji o zawieszeniu prowadzenia działalności i podjęciu zawieszonych działalności, informacji o zmianach danych określonych w zezwoleniu, wykazów urzędzeń będących na wyposażeniu warsztatów, zmian wyposażenia warsztatów,
- 7) wydawanie decyzji (zezwolenia, certyfikaty techników, certyfikaty podmiotów szkolących, świadectwa

homologacji typu, świadectwa funkcjonalności tachografu lub jego elementów składowych – w tym zmiany, wygaszenia, cofnięcia.

### Zakres projektu, jego rezultaty i odbiorcy

Realizowany projekt zmierza do osiągnięcia poniższych rezultatów, świadczących jednocześnie o przyjętym zakresie prac.

Rezultaty bezpośrednie:

- 1) uruchomienie e-usługi certyfikacji technika, która adresowana jest do kandydatów na techników warsztatów,
- 2) uruchomienie e-usługi certyfikacji podmiotu prowadzącego warsztat tachografów, która adresowana jest do podmiotów prowadzących warsztaty,
- 3) uruchomienie e-usługi certyfikacji podmiotu szkolącego, która adresowana jest do podmiotów szkolących techników warsztatów,
- 4) uruchomienie e-usługi certyfikacji tachografu, która adresowana jest do producentów tachografów,
- 5) dokonanie modernizacji rejestrów publicznych i baz danych prowadzonych przez Główny Urząd Miar w obszarze tachografów, zwiększenie ich dostępności i użyteczności.

Rezultaty długofalowe:

- 1) poprawa jakości życia mieszkańców Polski poprzez inwestycje w infrastrukturę, usługi elektroniczne oraz ułatwienie prowadzenia działalności gospodarczej,
- 2) zwiększenie liczby usług elektronicznych o stale rozbudowywanych funkcjonalnościach, pozwalających klientom Głównego Urzędu Miar na sprawne załatwianie spraw administracyjnych,

- 3) zwiększenie wygody obywateli i przedsiębiorców w kontaktach z urzędem dzięki e-usługom i możliwości sprawdzania statusu sprawy czy składania wyjaśnień związanych z usługami oferowanymi przez Główny Urząd Miar,
- 4) skrócenie czasu realizacji poszczególnych spraw,
- 5) zminimalizowanie obciążeń administracji,
- 6) bieżący dostęp do uaktualnianych informacji na temat zakresu usług świadczonych przez Główny Urząd Miar,
- 7) podniesienie skuteczności kontroli przez uprawnione służby poprzez dostęp do aktualnych danych.

Odbiorcami projektowanych usług, uruchomionych w ramach systemu, będą:

- 1) klienci (osoby fizyczne, podmiot wydający karty do tachografów cyfrowych, podmioty prowadzące warsztaty, technicy, podmioty szkolące techników, producenci tachografów, przewoźnicy drogowi, kierowcy wykonujący przewozy drogowe),
- 2) pracownicy administracji miar,
- 3) pracownicy służb kontrolnych (Inspekcja Transportu Drogowego, Krajowa Administracja Skarbowa, Policja, Państwowa Inspekcja Pracy, Straż Graniczna, Służba Celna),
- 4) służby kontrolne UE.



**Weronika Biaduń**

Absolwentka Wydziału Prawa i Administracji Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie. Od 2011 r. zawodowo związana z Głównym Inspektoratem Transportu Drogowego. Obecnie pełni funkcję Zastępcy Dyrektora w Biurze Nadzoru Inspekcyjnego. Od maja 2020 r. zatrudniona również w Głównym Urzędzie Miar na stanowisku eksperta do spraw analizy biznesowej i dokumentacji projektowej w projekcie „Świętokrzyski Kampus Laboratoryjny Głównego Urzędu Miar”, a od listopada 2020 r. także jako Kierownik Projektu „System informatyczny służący stworzeniu środowiska cyfrowego dla realizacji usług publicznych i zadań Głównego Urzędu Miar w sprawach tachografów – TRANS-TACHO”.



**Michał Kolczyński**

Absolwent Akademii im. Aleksandra Gieysztor w Pułtusku. Zatrudniony w Głównym Urzędzie Miar od 2004 r. Od 2017 roku pełni funkcję Naczelnika Wydziału Nadzoru, do którego zadań należy m.in. realizacja zadań nadzorczych z zakresu ustaw: Prawo o miarach, o towarach paczkowanych, Prawo probiercze, o systemach oceny zgodności i nadzoru rynku oraz o tachografach.

## Podsumowanie

Realizacja projektu jest jednym z elementów budowy infrastruktury teleinformatycznej w Głównym Urzędzie Miar, obejmującej wdrożenie czterech e-usług wraz z mechanizmami służącymi prowadzeniu spraw administracyjnych. Dzięki temu możliwa będzie pełna komunikacja pomiędzy urzędem a obywatelem za pośrednictwem dedykowanego oprogramowania oraz wymiana danych pomiędzy różnymi zainteresowanymi instytucjami, w tym w pełni elektroniczne prowadzenie rejestrów państwowych wymaganych przepisami powszechnie obowiązującego prawa.

Ponadto, w celu bieżącego informowania o stanie realizacji projektu, jak i monitorowania potrzeb odbiorców usługi, uruchomiono stronę internetową projektu (<https://gum.gov.pl/pl/projekty-eu/trans-tacho/3633>, TRANS-TACHO.html) oraz dedykowany adres poczty elektronicznej: transtacho@gum.gov.pl, za pośrednictwem której można się podzielić swoimi uwagami i spostrzeżeniami w zakresie tworzonego rozwiązania.



**Karol Markiewicz**

Naczelnik Wydziału Działalności Regulowanej w Biurze Certyfikacji, odpowiedzialny za sprawy zezwoleń w zakresie tachografów, certyfikatów techników warsztatu tachografów, a także upoważnień do legalizacji i punktów legalizacyjnych



**Anita Radwańska**

Ukończyła Uniwersytet Warszawski. Pracuje w Głównym Urzędzie Miar od 2019 r. Zajmuje się upraszczaniem komunikatów dla klientów. Inne zadania autorki to usprawnianie procesów w zakresie działania swojej komórki.



# Europejski projekt metrologiczny NanoWires wspierający rozwój nanotechnologii dla przemysłu energii odnawialnej

European metrology project NanoWires supporting the development of nanotechnologies for the renewable energy industry

**Janusz D. Fidelus**

Główny Urząd Miar

**Teodor Gotszalk**

Politechnika Wrocławska

W artykule przedstawiono założenia i szczegółowe cele projektu oraz aktualny stan wiedzy i możliwości uzyskania postępu w zapewnieniu spójności pomiarowej w europejskim i światowym przemyśle, w zakresie poprawy wydajności i jakości urządzeń do pozyskiwania energii z nanoprzewodów. Omówiono zakres współpracy Głównego Urzędu Miar z Politechniką Wrocławską w tematyce metrologii pojedynczych nanowłókien, służących do pozyskiwania energii oraz potencjalny wpływ założonych w projekcie przedsięwzięć na środowisko, metrologię i użytkowników.

The article presents the assumptions and detailed objectives of the project as well as the current state of the art and the possibilities of achieving progress in ensuring traceability in European and global industry in the field of improving the efficiency and quality of devices for energy harvesting from nanowires. The scope of cooperation between the Central Office of Measures and the Wrocław University of Technology in the field of metrology of individual nanofibers used for energy harvesting was discussed. The potential impact of the design assumptions on the environment, metrology and users were also discussed.

**Słowa kluczowe:** nanoprzewody, spójność pomiarowa, nanotechnologia, urządzenia na bazie nanoprzewodów do pozyskiwania energii, energia odnawialna, ogniwa słoneczne, szybkie obrazowanie termiczne, MEMS-SPM, SThM, FIB-SEM, AFM

**Keywords:** nanowires, measurement traceability, nanotechnology, nanowire energy harvesting devices, renewable energy, solar cells, fast thermal imaging, MEMS-SPM, SThM, FIB-SEM, AFM

## Wstęp

Ograniczone zasoby energii, oparte na paliwach kopalnych i ich negatywny wpływ na środowisko, skłoniły państwa na całym świecie do podjęcia ogromnego wysiłku, zmierzającego do zapewnienia bardziej zrównoważonego zaopatrzenia w energię i jej zużycie. Pozyskiwanie energii (energy harvesting) ze źródeł odnawialnych, takich jak energia słoneczna, ciepło opadowe i ruch mechaniczny, jest postrzegane jako obiecujące rozwiązanie problemów energetycznych na świecie. Według prognoz opublikowanych przez MARKETSANDMARKETS rynek pozyskiwania energii wzrośnie z 311 mln USD w 2016 roku do 646 mln USD w 2023 roku. Obecnie około 1,7 % światowej energii elektrycznej pochodzi z ogniw słonecznych. Nieustannie prowadzone są badania nad rozwiązaniami materiałowymi, aby zwiększyć wydajność konwersji słonecznej energii fotowoltaicznej [1, 2].

W ciągu ostatnich dwóch dekad podjęto znaczne wysiłki w celu opracowania urządzeń do pozyskiwania energii, od makro- i mikroskali po nanoskale (micro and nanoenergy harvesters). Ze względu na ich ekstremalnie mały rozmiar fizyczny i wysoki stosunek powierzchni do objętości, systemy pozyskiwania energii oparte na nanoprzewodach NW (nanowires), w tym ogniwa fotowoltaiczne PV (photovoltaic), nanogeneratory energii termoelektrycznej i elektromechanicznej, spotkały się z ogromnym zainteresowaniem i osiągnęły obiecujący postęp. Przewiduje się, że wydajność ogniw słonecznych na bazie nanoprzewodów może być zwiększona za pomocą inżynierii nanofotonicznej z obecnych 17,8 % do ostatecznego limitu sięgającego 46,7 %.

Choć nowatorskie konstrukcje i zaawansowane technologicznie materiały, przeznaczone dla różnych urządzeń do pozyskiwania energii, rzeczywiście oferują wiele

potencjalnych korzyści, to jednak stanowią również nie małe wyzwania, związane z testowaniem i charakteryzacją. Na przykład brakuje powiązania ilościowego i korelacji między wydajnością pojedynczego nanoprzewodu, a wydajnością całego urządzenia. Ponadto brak jest obecnie wiarygodnej metrologii dla paneli nanoprzewodów o dużej powierzchni (od  $\text{cm}^2$  do kilku  $\text{m}^2$ ) o średnicach od 50 nm do 1  $\mu\text{m}$  [3, 4]. Dlatego też kontrola jakości tych systemów pozyskiwania energii stanowi wyzwanie. Konieczne jest zastosowanie technik metrologicznych o dużej wydajności, które wymagają opracowania spójnych metod pomiarowych oraz modeli matematycznych, w celu scharakteryzowania indywidualnych nanoprzewodów do pozyskiwania energii, ogniw słonecznych i innych urządzeń.

Od września 2020 roku dwie instytucje z Polski, tj. Główny Urząd Miar (Pracownia Siły i Twardości oraz Pracownia Mikrofala, Pola Elektromagnetycznego i Kompatybilności Elektromagnetycznej) oraz Politechnika Wrocławska (Katedra Nanometrologii) rozpoczęły działania w zaawansowanym technologicznie, trzyletnim europejskim projekcie o akronimie NanoWires, zatytułowanym „Wysokowydajna metrologia dla urządzeń na bazie nanoprzewodów do pozyskiwania energii” (*High throughput metrology for nanowire energy harvesting devices*). Projekt ten jest finansowany z Europejskiego Programu na rzecz Innowacji i Badań w dziedzinie Metrologii (EMPIR), który ma na celu wspieranie rozwoju systemów odzyskiwania energii z nanourządzeń [3]. Współpracujące ze sobą zespoły z Polski wniosą swój wkład oraz wiedzę specjalistyczną w celu opracowania narzędzi i metod do zapewnienia spójności pomiarowej i charakteryzacji urządzeń do pozyskiwania energii, opartych na nanoprzewodach.

Nanotechnologia (nanotechnology) jest ciągle nową i prawdziwie rewolucyjną technologią XXI wieku, której istotą jest badanie, sterowane tworzenie i stosowanie materiałów i struktur, urządzeń i systemów o nanometrowych wymiarach. Wiąże się z nią duże nadzieje na uzyskanie znaczących korzyści w wielu dziedzinach życia społecznego wraz z poprawą diagnostyki medycznej i leczenia, pozyskaniem bardziej wydajnych źródeł energii, nowych materiałów (lżejszych, mocniejszych i tańszych), nowych produktów i urządzeń elektronicznych, a także z czystością środowiska i wód. Nanotechnologia została uznana przez Komisję Europejską za jedną z sześciu kluczowych technologii wspomagających KET (Key Enabling Technologies), o strategicznym znaczeniu dla konkurencyjności i dobrobytu Unii Europejskiej.

**Nanoprzewody, nanodruły (nanowires, NW)** – rodzaj stałej i wydłużonej nanostruktury o średnicy w zakresie nanometrów. Typowe nanoprzewody mogą być wykonane z metalu, polimeru lub materiałów półprzewodnikowych.

**Pozyskiwanie energii (energy harvesting, EH)** – pojęcie stosuje się do sytuacji, kiedy źródło potencjalnej energii jest dobrze opisane i regularne (np. energia słoneczna) [5]. Pojęcie to określa proces pozyskiwania energii z otoczenia, która to energia, po przetworzeniu na energię elektryczną, jest wykorzystywana do zasilania małych autonomicznych urządzeń i czujników. Źródłami potencjalnej energii są drgania mechaniczne, fale radiowe, światło słoneczne, ciepło, przepływy itp. Różne rodzaje energii mogą być przekonwertowane na energię elektryczną przy pomocy specjalnych układów konwersji, wykorzystujących wiele zjawisk fizycznych, jak na przykład zjawisko piezoelektryczne, zjawisko indukcji elektromagnetycznej, efekt Seebecka, zjawisko fotoelektryczne i inne.

## Cele projektu

Ogólnym celem projektu jest określenie spójności pomiarowej i charakteryzacja urządzeń do pozyskiwania energii na bazie wertykalnych nanoprzewodów. Szczegółowe cele projektu obejmują [1, 2]:

- opracowanie metod spójności pomiarowej dla wysokowydajnej charakteryzacji nanowymiarowej urządzeń na bazie nanoprzewodów do zbierania energii, zawierających struktury o kształcie 3D (cylindryczny, pryzmatyczny, piramidalny) i chropowatości ściany bocznej,
- opracowanie metod spójności pomiarowej dla wysokowydajnej charakteryzacji nanoelektrycznej półprzewodnikowych ogniw słonecznych na bazie nanoprzewodów, z wykorzystaniem przewodzącej Mikroskopii Sił Atomowych AFM (Atomic Force Microscopy) dla charakterystyki prądowo-napięciowej w zakresie prądowym od 100 fA do 1 mA, Skaningowej Mikroskopii Mikrofalowej SMM (Scanning Microwave Microscopy) do pomiarów zmiany stężenia domieszki (od  $10^{15}$  do  $10^{20}$  atomów/ $\text{cm}^3$ , z błędem nie większym niż 10 %) oraz systemów mikroelektromechanicznych sprzężonych z Mikroskopem ze Skanującą Sondą MEMS-SPM (Microelectromechanical system based Scanning Probe Microscope), dla rozdzielczości bocznej mniejszej niż 50 nm,
- opracowanie i zatwierdzenie metod spójności pomiarowej i modeli pomiarowych dla wysokowydajnej nanomechanicznej charakteryzacji urządzeń opartych na nanoprzewodach oraz nanoprzewodowych elektromechanicznych urządzeniach do zbierania energii, biorąc pod uwagę lokalne zginanie i ściskanie nanoprzewodów, w tym opracowanie spójności pomiarowej dla systemów MEMS-SPM (rozdzielczość mniejsza niż 10 pm głębokości) dla szybkiego jednoczesnego nanomechanicznego i elektrycznego pomiaru półprzewodnikowych i polimerowych nanoprzewodów piezoelektrycznych,
- opracowanie i zwalidowanie technik spójności pomiarowej do charakteryzacji termoelektrycznej, opartych na szybkim obrazowaniu termicznym nanoprzewodów (przewodność cieplna poniżej  $10 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ )

z niepewnością względną nie większą niż 10 %, przy różnych prędkościach skanowania i powierzchni końcówki kontaktu,

- wdrożenie technologii i infrastruktury pomiarowej, opracowanej w ramach projektu, poprzez łańcuchy spójności pomiarowej, organizacji opracowujące normy (IEC TC 113 i IEC TC 82) oraz użytkowników końcowych (producenci ogniw słonecznych i generatorów energii).

Cele te będą wymagały działań na dużą skalę, co zdecydowanie wykracza poza możliwości pojedynczych krajowych instytucji metrologicznych i instytutów desygnowanych. Aby zwiększyć wpływ badań na otoczenie, należy zaangażować odpowiednie społeczności użytkowników, takie jak przemysł, organy normalizacyjne i regulacyjne zarówno przed opracowaniem metodologii, jak i w jej trakcie.

**Mikroskop Sił Atomowych** (Atomic Force Microscope, AFM) – rodzaj mikroskopu ze skanującą sondą SPM (Scanning Probe Microscope) do badania właściwości powierzchni. Zasada działania opiera się na skanowaniu powierzchni próbki przy użyciu sondy, przy jednoczesnym pomiarze przemieszczenia wykonywanym za pomocą laserowego układu pomiarowego. Po wykryciu zmiany sygnału na fotodiodzie mikroskop zmienia położenie sondy za pomocą skanera piezoelektrycznego, który jednocześnie pozwala na przesuwanie się próbki względem sondy skanującej lub też sondy względem nieruchomej próbki, w zależności od konstrukcji mikroskopu. AFM umożliwia również wykonywanie testów wgłębień.

**Skaningowy Mikroskop Mikrofalowy** (Scanning Microwave Microscope, SMM) – przewodzący AFM połączony z wektorowym analizatorem sieci (VNA), w celu badania materiałów o częstotliwościach mikrofalowych w nanoskali.

**Systemy mikroelektromechaniczne** (Micro-Electro-Mechanical Systems, MEMS) – technologia, którą w najbardziej ogólnej postaci można zdefiniować, jako zminiaturyzowane elementy mechaniczne i elektromechaniczne (tj. urządzenia i konstrukcje), które są wytwarzane przy użyciu technik mikro wytwarzania, opracowanych w przemyśle półprzewodników.

**Mikroskop z sondą skanującą** (Scanning Probe Microscope, SPM) – urządzenie mikroskopii, które tworzy obrazy powierzchni za pomocą fizycznej sondy skanującej próbkę.

## Wysokowydajna nanowymiarowa charakteryzacja nanoprzewodów pozyskujących energię

W projekcie, po raz pierwszy zostanie opracowany zestaw demonstracyjnych układów nanoprzewodów wykonanych z różnych materiałów (np. Si, ZnO i GaN), o średnicach poniżej 100 nm, kształcie cylindrycznym, stosunku długości do średnicy wynoszącym od 20 do 100 i chropowatości ściany bocznej w zakresie nanometrów.

Ponadto zostanie wykorzystana i dalej rozwijana nowa, wysokowydajna optyczna metoda pomiaru, tzw. skaterometria obrazowa, która umożliwia rejestrację serii obrazów oświetlonej próbki dla kilku długości fali. Opracowane zostaną niezawodne i o szerokim zastosowaniu metody, przydatne do charakteryzacji defektów, bazujące na metodach badawczych rozwijanych przez partnerów projektu oraz na zaawansowanym połączeniu z metodami mikroskopii o wysokiej rozdzielczości w hybrydowym podejściu metrologicznym. Powyższe metody będą doskonałym uzupełnieniem obecnych zaawansowanych metod obrazowania defektów w nanoobjektach, wykorzystujących m.in. transmisyjny mikroskop elektronowy TEM (Transmission Electron Microscope) [6].

Złożona geometria 3D układów nanoprzewodów, zaangażowane różne zaawansowane materiały, a także spory zestaw wymagań metrologicznych znacznie wykraczają poza najnowocześniejsze techniki badawcze. Wykorzystana w projekcie kombinacja zaawansowanej metrologii AFM i Skaningowej Mikroskopii Elektronowej SEM (Scanning Electron Microscopy), wraz z wyrafinowanymi narzędziami metrologii optycznej, stwarza wyjątkowe możliwości, aby sprostać temu wyzwaniu. Charakteryzacja geometrii i wielkości nanostruktur jest zatem możliwa lokalnie (np. AFM), jak również całościowo (tj. skaterometria i elipsometria matrycy Muellera MME).

Zostaną opracowane wydajne możliwości modelowania na bazie, np. Metody Elementów Skończonych FEM (Finite Element Method). Zatem, pod koniec niniejszego projektu, po raz pierwszy dostępna będzie metrologia HV do niezawodnego określania parametrów porządkowych dużych układów skoordynowanych nanosystemów, takich jak układy nanoprzewodów krzemowych.

**Transmisyjny Mikroskop Elektronowy** (Transmission Electron Microscope, TEM) – jako źródło informacji o badanej próbce wykorzystuje właściwości wiązki elektronów, która częściowo przechodzi przez badany materiał, a częściowo ugina się na siatce dyfrakcyjnej. Umożliwia uzyskanie powiększenia rzędu 1 000 000 razy i rozdzielczości ok. 1 nm. Uzyskanie takich powiększeń możliwe jest dzięki zastosowaniu wiązki elektronów do prześwietlania obserwowanego obiektu.

**Skaningowa Mikroskopia Elektronowa** (Scanning Electron Microscopy, SEM) – rodzaj mikroskopu elektronowego, który tworzy obrazy próbki poprzez skanowanie jej zogniskowaną wiązką elektronów.

**Modelowanie Elementów Skończonych** (Finite Element Modelling, FEM) – numeryczna metoda rozwiązywania problemów z zakresu inżynierii i fizyki matematycznej (aby rozwiązać problem, dzieli duży problem na mniejsze, prostsze części, zwane elementami skończonymi).



## Wysokowydajna charakteryzacja nanoelektryczna półprzewodnikowych ogniw słonecznych na bazie nanoprzewodów

Bieżący projekt wykroczy poza aktualny stan techniki poprzez rozwijanie metod spójności pomiarowej do badań spektroskopii prądowo-napięciowej I-V na poszczególnych połączeniach nanoprzewodu w ciemności i przy oświetleniu, z wykorzystaniem nowego przewodzącego AFM, wyposażonego w sondę MEMS-SPM i sprzężonego z komercyjną wersją AFM, pracującego w trybie kontaktowym. Oczekiwana względna niepewność pomiarowa jest na poziomie 10 %. Ponadto, wykorzystując technikę, która umożliwi nanodrukowanie przewodzących końcówek materiałów (tipy) w nanodruku 3D, zostaną opracowane nowe zoptymalizowane geometrie końcówki do charakteryzacji nanoprzewodów, które umożliwią charakteryzację nanoelektryczną nanoprzewodu.

Po raz pierwszy zostaną wykonane spójne pomiarowo profile stężenia domieszki za pomocą skaningowego mikroskopu mikrofalowego SMM, poprzez indywidualne sondowanie górnych obszarów domieszkowanych, usytuowanych wertykalnie nanoprzewodów (przymocowanych do podłoża w dolnej części) w trybie nieniszczącym i w warunkach środowiskowych kompatybilnych z konstrukcją ogniw słonecznych na bazie nanoprzewodów. Docelowa niepewność względna stężenia domieszki wyniesie poniżej  $\pm 10\%$ .

## Wysokowydajna charakterystyka nanomechaniczna urządzeń na bazie nanoprzewodów

Głowica MEMS-SPM, zdolna do pomiarów mechanicznych, zostanie rozbudowana o funkcjonalność pomiarów elektrycznych. Ten nowy, przewodzący układ MEMS-SPM o rozdzielczości 10 pm i maksymalnej sile testowej 10 mN umożliwi spójny pomiarowo pomiar bezpośrednich i odwrotnych właściwości piezoelektrycznych nanoprzewodów, stosowanych w nanourządzeniach do pozyskiwania energii typu ruch-energia. Po raz pierwszy przewodzący AFM zostanie wyposażony w tę nową głowicę MEMS-SPM z przewodzącymi sondami diamentowymi i sprzężony z zaawansowanym, pracującym w trybie kontaktowym AFM, opracowanym do pomiarów generacji piezoelektrycznej.

Ponadto opracowane zostaną innowacyjne sondy diamentowe AFM z uformowanymi końcówkami piramidowymi oraz nowe przewodzące końcówki otrzymane techniką nanodruku 3D, które umożliwiają stabilne, jednoczesne pomiary elektryczne i mechaniczne indywidualnych nanoprzewodów. Sonda AFM, wyposażona

w znormalizowaną (ISO-14577) końcówkę węgelnika, po raz pierwszy pozwoli powiązać mechaniczne pomiary nanomateriałów, za pomocą nanomechanicznych AFM-ów, z pomiarami nanomechanicznymi za pomocą tradycyjnych zwalidowanych instrumentów.

W celu dalszego zwiększenia wydajności pomiarów mechanicznych opracowana zostanie mikrosonda o szybkim rezonansie kontaktowym CR (contact resonance). Szybkość śledzenia próbek częstotliwości rezonansowej będzie zwiększona z 10 do więcej niż 100 kSamples/sec.

**Technika Rezonansu Kontaktowego (Contact Resonance Technique, CR)** – technika, opierająca się na zasadzie, że częstotliwość rezonansu kontaktu i współczynnik jakości Q wspornika AFM zmieniają się w odpowiedzi na zmiany sztywności i tłumienia końcówka-próbka.

## Szybkie obrazowanie termiczne nanoprzewodów

Skaningowy Mikroskop Termiczny SThM (Scanning Thermal Microscope) zostanie ulepszony w celu zmniejszenia niepewności pomiarowej przewodności cieplnej z 20 % do 10 %, w przypadku płaskich próbek izotropowych i dla materiałów o przewodności cieplnej mniejszej niż  $10 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ . Co więcej, badania z zastosowaniem powyższej aparatury, w połączeniu z technikami bezdotykowymi, umożliwią szybkie obrazowanie defektów lokalnych w urządzeniach opartych na matrycach z nanoprzewodów, takich jak ogniwa słoneczne. W badaniach tych planowana jest ścisła współpraca Głównego Urzędu Miar z Katedrą Nanometrologii Politechniki Wrocławskiej. Rozwiązaniem, w tym wypadku, będzie nowa konstrukcja układu pomiarowego, za pomocą którego obserwowana będzie odpowiedź termiczna ostrza przeznaczonego do pomiaru właściwości termicznych nanowłókna. Pomiary te będą kojarzone z technologiami MEMS, co stanowi o innowacyjności proponowanej przez GUM i Katedrę Nanometrologii technologii.

**Skaningowy Mikroskop Termiczny (Scanning Thermal Microscopy, SThM)** – rodzaj SPM, w którym sonda jest wykorzystywana jako czujnik termiczny.

## Wpływ na środowisko przemysłowe i innych użytkowników

Zastosowanie w przemysłowej aparaturze badawczej nowych trybów pomiarowych, opartych na kontakcie, pozwoli na przeprowadzanie jednoczesnego pomiaru wymiarów geometrycznych, właściwości elektrycznych, termicznych oraz mechanicznych powierzchni, takich jak elastyczność, twardość, lepkość, naprężenie, tarcie i przyczepność oraz grubość nanomateriałów. Przewodzący AFM z obciążeniem prądu stałego i mikrofalami, sprzężony z różnymi typami AFM z modulacją siły, w połączeniu z pomiarami prądów indukowanych

wiązką elektronów EBIC (Electron Beam Induced Current) i katodoluminescencją CL (cathodoluminescence), mają duży potencjał do zbadania w jednym urządzeniu ogólnej wydajności, niechcianych mechanizmów strat, optymalnych częstotliwości pracy oraz starzenia. Tak zaawansowana aparatura badawcza z pewnością sprostą potrzebom przyszłej produkcji przemysłowej. Ponadto zaawansowana technologia sond diamentowych zapewni solidność i długowieczność, której obecnie brakuje w czujnikach kontaktowych. Powyższe działania projektowe spowodują, że przemysł pozyskiwania i magazynowania energii umocni swoją pozycję na rynku światowym i zapewni trwałe miejsca pracy.

## **Wpływ na metrologię i środowisko naukowe**

Opracowane w projekcie spójne metody pomiarowe, do ilościowego określania kluczowych specyfikacji geometrycznych nanoprzewodów o wysokich proporcjach długości do średnicy, przyczynią się zasadniczo do dalszego rozwoju metrologii w dziedzinie nanomateriałów. W szczególności opracowane w tym projekcie zaawansowane techniki pomiarowe (włącznie z szybkim pomiarem liniowym powierzchni paneli ukierunkowanych nanoprzewodów) zapewnią płynne przełożenia uzyskanych rezultatów na zastosowania komercyjne.

## **Oddziaływanie na normy**

Wyniki metrologiczne tego projektu, z dziedziny ogniw słonecznych na bazie nanoprzewodów, zostaną przedstawione Komitetowi Normalizacyjnemu, np. IEC/TC 113 „Nanotechnologia dla produktów i systemów elektrotechnicznych” oraz IEC/TC 82 „Słoneczne systemy energii fotowoltaicznej”, a także Polskiemu Komitetowi Normalizacyjnemu – KT 314 ds. Nanotechnologii, w celu wsparcia w tworzeniu nowych rozwiązań (obszar tematyczny, którym zajmuje się Komitet Techniczny ds. Nanotechnologii KT 314 jest identyczny jak tematyka, którą zajmuje się komitet ISO/TC 229 i CEN/TC 352). Zostaną opracowane przewodniki dobrych praktyk, które następnie rozpowszechnione zostaną w niemieckim Komitecie Technicznym VDI/VDE-GMA 3.41 „Technologia Pomiaru Powierzchni w zakresie Mikro- i Nanometrów”. W konsekwencji zostanie przeprowadzona standaryzacja nowych trybów pomiarowych.

## **Długoterminowe skutki gospodarcze, społeczne i środowiskowe**

Opracowana w ramach tego projektu metrologia przyczyni się do kontroli jakości nowo opracowanych urządzeń do pozyskiwania i magazynowania energii, a tym samym przyczyni się do promowania i przyspieszenia

rozwoju i produkcji oraz włączy nowe nanotechnologie dla przemysłu energii odnawialnej. Wzmocni to odpowiedź Europy na wywołane przez człowieka zmiany klimatu.

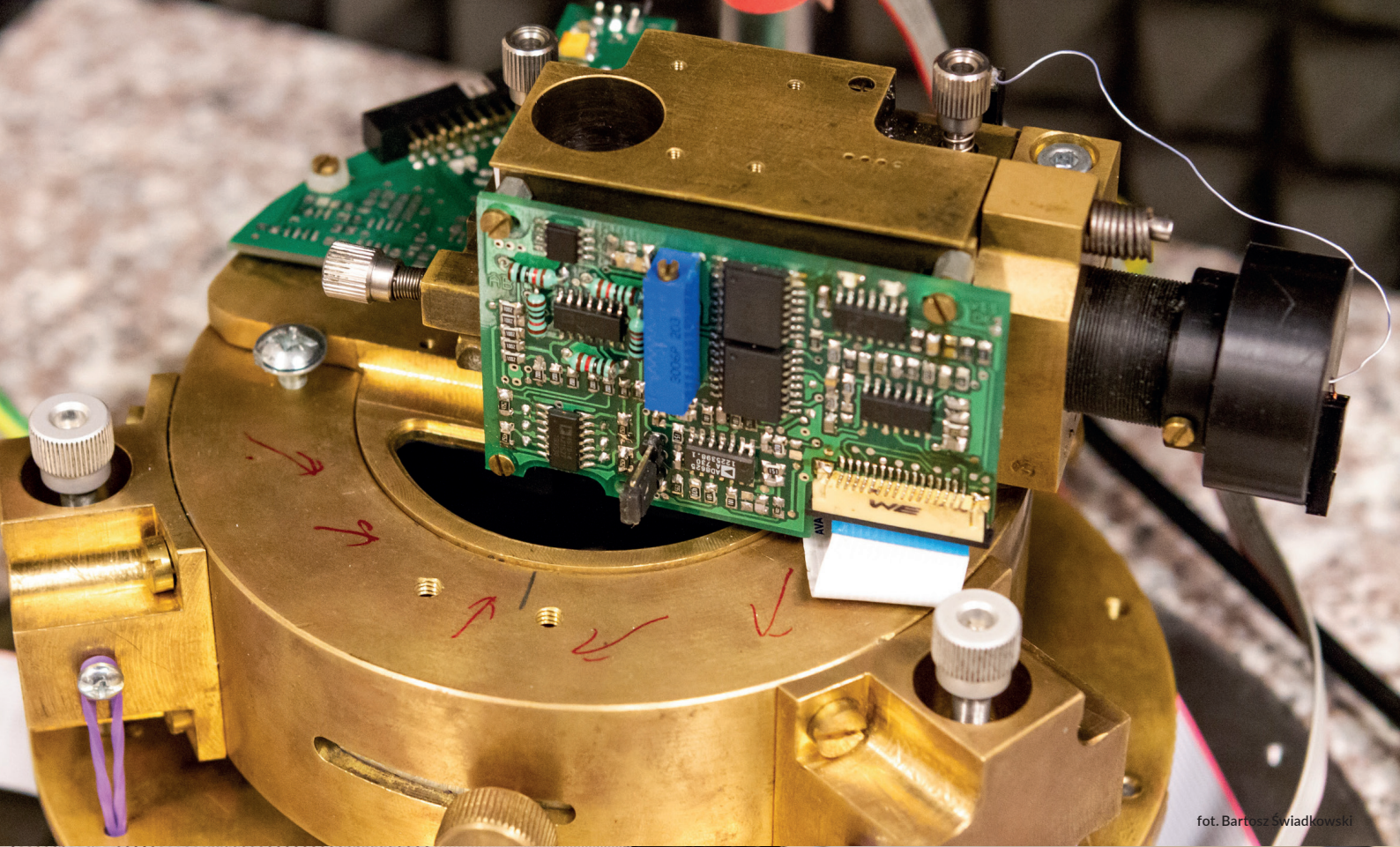
Metrologia o wysokiej wydajności, mająca zastosowanie w kontroli jakości innowacyjnych urządzeń do pozyskiwania i magazynowania energii, znacznie poprawi konkurencyjność europejskiego przemysłu półprzewodników i energetyki przemysłowej. Opracowane wysoko wydajne techniki pomiarowe SPM mogą być również zastosowane do ultraszybkiej kontroli jakości bardzo precyzyjnych elementów, zwiększając w ten sposób konkurencyjność europejskiego przemysłu produkcyjnego.

## **Współpraca Głównego Urzędu Miar i Politechniki Wrocławskiej w projekcie**

W projekcie NanoWires planowana jest ścisła współpraca Głównego Urzędu Miar (finansowany jako pełnoprawny partner) z Katedrą Nanometrologii Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki (WEMiF) Politechniki Wrocławskiej, kierowaną przez prof. dr hab. inż. Teodora Gotszalka. Współpraca ta ma dotyczyć metrologii pojedynczych nanowłókien, służących do pozyskiwania energii. Pomiary takie będą prowadzone metodami mikroskopii bliskich oddziaływań SPM (Scanning Probe Microscopy), co pozwoli na obserwacje napięć i ładunków wytwarzanych oraz właściwości termicznych w nanostrukturze, w skali ułamków nanometra. Przykładową głowicę mikroskopu bliskich oddziaływań przedstawiono na rys. 1. Pomysłem Katedry Nanometrologii i zespołu GUM jest osadzanie nanowłókien na specjalizowanych podłożach wykonywanych w technologii układów mikro-elektromechanicznych MEMS. W założeniu podłoża te pozwalają na polaryzację nanonstruktur, ich zawieszenie ponad wnękami i jednoznaczne adresowanie. Proces osadzania nanowłókien będzie prowadzony ze wsparciem technologii skaningowej mikroskopii elektronowej i zogniskowanej wiązki jonów SEM-FIB (Scanning Electron Microscopy and Focused Ion Beam), skojarzonych z technikami nanorobotycznymi (rys. 2). W ten sposób możliwy będzie pomiar właściwości wskazanych nanowłókien w zdefiniowanych miejscach. Badania i pomiary będą prowadzone w różnych laboratoriach partnerów uczestniczących w projekcie NanoWires (przy wsparciu UJ oraz ITE), co przekłada się wprost na wzrost niezawodności obserwacji i ich spójność.

Najważniejsze dane dotyczące projektu 19ENG05 NanoWires przedstawiono w tab. 1.





fot. Bartosz Świądkowski



fot. Bartosz Świądkowski



Tab. 1. Dane projektu 19ENG05 NanoWires

19ENG05 NanoWires „High throughput metrology for nanowire energy harvesting devices”	
Początek i czas realizacji projektu	1 września 2020, 36 miesięcy
Koordynator: Dr. Uwe Brand, PTB, Tel: +49 531 592 5100, E-mail: uwe.brand@ptb.de Adres strony internetowej: <a href="https://www.ptb.de/empir2020/nanowires/home/">https://www.ptb.de/empir2020/nanowires/home/</a>	
KONSORCJUM	
1.	Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Niemcy
2.	Česky Metrologický Institut (CMI), Brno, Czechy
3.	Dansk Fundamental Metrologi A/S (DFM), Dania
4.	Central Office of Measures (GUM), Polska
5.	Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Włochy
6.	Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), Francja
7.	VSL B.V. (VSL), Holandia
8.	Aalto-korkeakoulusäätiö sr (Aalto), Finlandia
9.	Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), Francja
10.	Electrosiences Limited (ELECTRO), Wielka Brytania
11.	GETec Microscopy GmbH (GET), Austria
12.	Politechnika Wrocławska (PWR), Polska
13.	The Provost, Fellows, Foundation Scholars and the other members of Board, of the College of the Holy and Undivided Trinity of Queen Elizabeth near Dublin (TCD), Irlandia
14.	Technische Universitaet Braunschweig (TUBS), Niemcy
15.	Universidad Autonoma de Barcelona (UAB), Hiszpania
16.	Concept Scientific Instruments (CSI), Francja
17.	Ecole Centrale de Lyon (ECL), Francja


## Podsumowanie

Nanoprzewody półprzewodnikowe, małe cylindryczne kryształy o średnicy około 100 nm i stosunkowo długie, można tak zaprojektować, aby wytwarzały niewielkie ilości energii elektrycznej. Skalowalność tych materiałów może potencjalnie przyczynić się do spełnienia europejskich wymogów, dotyczących energii elektrycznej, pochodzącej ze źródeł zerowej emisji dwutlenku węgla. Może to zostać osiągnięte poprzez zwiększenie wydajności konwersji słonecznej energii fotowoltaicznej

lub poprzez pozyskiwanie energii pochodzącej z gradientów temperatury i odkształceń mechanicznych. W celach praktycznych nanoprzewody są wytwarzane w układach o wymiarach do kilku metrów kwadratowych. Kluczowe znaczenie dla zrozumienia wykonalności ekonomicznej ma zrozumienie odpowiednich obliczeń kosztów i korzyści związanych z konwersją energii, w tym takiego zagadnienia, jak właściwości poszczególnych nanoprzewodów odnoszą się do ogólnej wydajności urządzenia.

W zrealizowanym w latach 2010–2013 projekcie EMRP ENGO2 [4] nie udało się ustalić ilościowego powiązania dla elektromechanicznych odbiorników energii, ponieważ dostępne wówczas metody pomiarowe nie były wystarczająco dokładne. Metody zapewniania kontroli jakości w produkcji na większą skalę są również uznawane za niewystarczające dla tego zadania.

 Rys. 1. Głowica mikroskopu bliskich oddziaływań do badań nanowłókien

 Rys. 2. Skaningowy mikroskop elektronowy ze zogniskowaną wiązką jonów do osadzania nanowłókien układów pozyskiwania energii



W ramach projektu EMPIR 19ENG05 NanoWires opracowane zostaną nowe metody pomiarowe, które pozwolą lepiej zrozumieć działanie urządzeń do pozyskiwania energii opartych na pionowych nanoprzewodach, w tym w ogniwach słonecznych. Opracowane zostaną również metody i modele wspierające produkcję urządzeń opartych na nanoprzewodach. Ponadto zostaną opracowane nowe materiały odniesienia, wzorce i unikatowe technologie pomiarowe, a także określona zostanie niepewność pomiarowa dla stężenia domieszki i pomiarów przewodnictwa cieplnego.

Główny Urząd Miar, we współpracy z Katedrą Nanometrologii Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej, przeprowadzi badania dotyczące metrologii pojedynczych nanowłókien służących do pozyskiwania energii. Pomiary takie będą prowadzone metodami mikroskopii bliskich oddziaływań, co pozwoli na obserwacje napięć i ładunków wytwarzanych oraz właściwości termicznych w nanostrukturze w skali ułamków nanometra. Zespoły te będą osadzały nanowłókna na specjalizowanych podłożach wykonywanych w technologii MEMS. Proces osadzania nanowłókien będzie prowadzony ze wsparciem technologii skaningowej mikroskopii elektronowej i zogniskowanej wiązki jonów skojarzonych z technikami nanorobotycznymi. W ten sposób możliwy będzie pomiar właściwości wskazanych nanowłókien w zdefiniowanych miejscach.

Oczekuje się, że technologie i metody opracowane w ramach projektu NanoWires wskażą nowe sposoby poprawy wydajności i jakości urządzeń do pozyskiwania energii z nanoprzewodów i istotnie przyczynią się do wsparcia przemysłu energii odnawialnej w Europie.



**Janusz D. Fidelus**

Pracuje w Głównym Urzędzie Miar w Pracowni Siły i Twardości, przedstawiciel GUM w KT 314 PKN ds. Nanotechnologii. Stopień doktora nauk technicznych w dziedzinie inżynierii materiałowej uzyskał na Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Wiedzę i doświadczenie w zakresie wytwarzania i charakteryzacji materiałów i nanomateriałów funkcjonalnych do zastosowań w technice i medycynie zdobywał podczas zagranicznych stypendiów naukowych (Instytut Naukowy Weizmanna, ETH Zürich) oraz w krajowych instytutach badawczych (IWC PAN, IF PAN) i firmach z prywatnym kapitałem (InPhoTech, PCFS), twórca i współtwórca kilku patentów i technologii wytwarzania innowacyjnych materiałów oraz autor i współautor ok. 50 publikacji w międzynarodowych i krajowych czasopismach naukowych (HI=10).

## Bibliografia

- [1] Nayak P. K., Mahesh S., Snaith H. J., i in.: Photovoltaic solar cell technologies: analysing the state of the art. *Nat. Rev. Mater* 4 (2019), s. 269-285.
- [2] Fidelus J.D., Zhydachevskii Ya., Paszkowicz W., Reszka A., Dłużewski P., Suchocki A.: Enhancement of luminescence of nanocrystalline  $\text{TiO}_2\text{:Yb}^{3+}$  nanopowders due to co-doping with  $\text{Nd}^{3+}$  ions. *Optical Materials* 47 (2015), s. 361-365.
- [3] High throughput metrology for nanowire energy harvesting devices, 19ENG05 NanoWires. <https://www.ptb.de/empir2020/nanowires/project/overview/>
- [4] Projekt EMRP ENG02.
- [5] Priya S., Inman D.: *Energy Harvesting Technologies*. Springer 2009.
- [6] Fidelus J. D., Karbowski A., Mariazzi S., Werner-Malento E., Brusa R. S., Zhou W., Karwasz G. P.: Combined positron-annihilation and structural studies of hydrothermally grown zirconia. *Nanomaterials and Energy* 1 (2012), s. 97-105.

## Acknowledgments

The 19ENG05 NanoWires project has received funding from the EMPIR programme co-financed by the Participating States and from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme. Funder ID: 10.13039/100014132.

**EMPIR**



**EURAMET**

The EMPIR initiative is co-funded by the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme and the EMPIR Participating States



**Teodor Gotszalk**

Kierownik Katedry Nanometrologii Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej, która jako jedyna w Polsce zajmuje się kompleksową metrologią (rozumianą w znaczeniu badań ilościowych) mikro- i nanostruktur realizowaną metodami i technikami mikroskopowymi, dyfrakcyjnymi, elektrycznymi i optycznymi. Stypendysta DAAD, Fundacji na Rzecz Nauki Polskiej, Komisji Fulbrighta. Pracował w laboratoriach badawczo rozwojowych koncernu SIEMENS. Od 2015 r. profesor zwyczajny PWR czynnie zaangażowany w prace dydaktyczne i naukowe badawcze, członek paneli eksperckich w programach Komisji Europejskiej, autor i współautor ponad 40 projektów badawczych oraz ok. 200 prac w międzynarodowych i krajowych czasopismach naukowych (HI=25).

# Efekty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF: rozszerzenie oferty o nowe certyfikowane materiały odniesienia – wodne wzorce etanolu

Results of GUM participation in EMPIR 16RPT02 ALCOREF project: GUM offer extended by new certified reference materials – ethanol aqueous solutions

Piotr Janko, Ewa Malejczyk, Michał Nawotka  
Główny Urząd Miar

Analizatory wydechu, przyrządy do pomiaru stężenia masowego alkoholu (etanolu) w powietrzu wydychanym, są wzorcowane w Polsce za pomocą wilgotnych wzorców gazowych wytwarzanych *in situ* w symulatorze wydechu z wodnych roztworów wzorcowych etanolu. Do wyznaczenia stężenia etanolu w wytworzonym wzorcu gazowym niezbędna jest znajomość wartości ułamka masowego etanolu w roztworze. Opisano przeznaczone do stosowania w symulatorach wydechu do wzorcowania i badania analizatorów wydechu nowe materiały odniesienia etanolu w roztworze wodnym, certyfikowane zgodnie z normą PN-ISO/IEC 17034:2017 i przewodnikiem PKN/ISO 35:2017 oraz zapewniające spójność pomiarową wartości certyfikowanej.

Breath alcohol analyzers are instruments for the determination of alcohol (ethanol) mass concentration in exhaled air. These instruments are calibrated in Poland using wet gas standards produced *in situ* from aqueous standard solutions in breath simulators. The value of the mass fraction of ethanol in solution is necessary to determine the concentration of ethanol in the produced gas standard. New reference materials of ethanol in an aqueous solution intended for use in breath simulators for calibration and testing of breath alcohol analyzers were described. They were certified following standard ISO 17034:2015 and Guide ISO 35:2017 ensuring traceability of certified values.

**Słowa kluczowe:** certyfikowane materiały odniesienia, wodne wzorce etanolowe, analizatory wydechu, projekt EMPIR

**Keywords:** certified reference materials, breath alcohol analyzers, aqueous ethanol standards, EMPIR project

## Wprowadzenie

Analizatory wydechu, czyli przyrządy do pomiaru stężenia masowego alkoholu w wydychanym powietrzu, są używane do kontroli trzeźwości przez policję i inne służby mające zapewnić przestrzeganie prawa. W powszechnym obiegu funkcjonują pod nazwą „alkometry”. Mimo tendencji spadkowej, wciąż w wielu wypadkach drogowych uczestniczą użytkownicy dróg będący pod działaniem alkoholu (w 2019 roku 9 % ogółu wypadków, w tym jako sprawcy 6,9 % ogółu) [1]. Aby zapewnić skuteczne egzekwowanie prawa, konieczne jest stosowanie urządzeń zapewniających miarodajne wyniki pomiarów stężenia alkoholu w wydychanym powietrzu. Ze względu na konsekwencje związane z wynikiem pomiaru ważne jest zapewnienie ich odpowiedniej dokładności. W Polsce analizatory wydechu są wzorcowane z użyciem wilgotnych wzorców gazowych, wytwarzanych *in situ* w symulatorach wydechu, w oparciu o prawo Henry’ego [2, 3].

Z prawa tego wynika, że w warunkach równowagi przy stałej temperaturze  $t$  stężenia w fazie gazowej i ciekłej pozostają w stałej relacji. Zgodnie z zaleceniem Międzynarodowej Organizacji Metrologii Prawnej (OIML) R126 [4], jako zależność wiążącą stężenia etanolu w fazie wodnej  $\gamma$  i w fazie gazowej  $\beta$  przyjmuje się tzw. równanie Dubowskiego:

$$\beta_t = 0,04145 \gamma_t e^{0,06583t} \quad (1)$$

Po przekształceniach można otrzymać równanie:

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

w którym stężenie w wytworzonym wzorcu gazowym jest funkcją dwóch zmiennych niezależnych: temperatury generowania gazu  $t$  oraz ułamka masowego etanolu w roztworze  $w$ . Stąd wniosek, że do wyznaczenia stężenia  $\beta$  w wilgotnym wzorcu gazowym musi być znany ułamek masowy etanolu w roztworze. Czyli, do wytworzenia wzorca gazowego konieczne są wodne roztwory wzorcowe etanolu o znanej wartości ułamka masowego etanolu obarczonej jak najmniejszą niepewnością. Aby wyjść naprzeciw tej potrzebie podjęto działania w celu rozszerzenia swojej oferty. Wytwarzanie certyfikowanych materiałów odniesienia etanolu w wodzie do wzorcowania analizatorów wydechu zostało zapisane jako jedno z zadań w strategii Głównego Urzędu Miar. Realizacja tego zadania nastąpić miała w wyniku uczestnictwa GUM w projekcie ALCOREF w ramach Europejskiego Programu na Rzecz Innowacji i Badań w Dziedzinie Metrologii (EMPIR).

### Projekt EMPIR 16RPT02 ALCOREF

Program EMPIR [5] jest programem badawczym w ramach Programu Ramowego Unii Europejskiej na rzecz Badań i Rozwoju „HORYZONT 2020”. Program EMPIR, zarządzany przez EURAMET (Europejskie Stowarzyszenie Krajowych Instytucji Metrologicznych), jest przewidziany na 10 lat (2014–2023). Budżet programu to 600 mln EUR, w połowie finansowany przez państwa członkowskie i w połowie przez Komisję Europejską z zastosowaniem Art. 185 Traktatu. Program jest skierowany przede wszystkim do krajowych instytucji metrologicznych (NMI) i instytutów desygnowanych (DI), choć możliwy jest też udział innych instytucji naukowych. Główne cele programu to wsparcie europejskiego systemu badań i rozwoju, wdrożenie nowoczesnych rozwiązań pomiarowych i technologicznych, co ma zapewnić UE konkurencyjność w skali globalnej, zdrowie obywateli, trwałość i zrównoważony rozwój. Program EMPIR obejmuje szereg grup tematów, w ramach których realizowane są wspólne projekty (JRP): przemysł, środowisko, zdrowie, energia, metrologia podstawowa, normalizacja, potencjał badawczy, wzmocnienie efektów zakończonych projektów. Projekty realizowane w ramach modułu budowania potencjału badawczego (RPT) mają dać podstawy: spójnego, efektywnego, trwałego i zintegrowanego rozwoju europejskiego potencjału metrologicznego i zbudowanie możliwości badawczych w słabiej rozwiniętych NMI i DI.

Projekt 16RPT02 ALCOREF został zgłoszony w ramach modułu budowy potencjału badawczego wezwania z 2016 roku, a jego realizacja rozpoczęła się 1 września 2017 roku. Projekt przewidziany był na 3 lata, tj. do 31 sierpnia 2020 roku, ale na skutek komplikacji wywołanych pandemią COVID-19 został przedłużony

o 6 miesięcy, tj. do 28 lutego 2021 roku. Ogólnym celem projektu jest umożliwienie krajowym instytucjom metrologicznym lub instytutom desygnowanym zdobycia wiedzy potrzebnej do budowy ich potencjału badawczego w zakresie wytwarzania i wprowadzenia do swojej oferty nowych certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM). Są nimi wodne roztwory etanolu do wzorcowania analizatorów wydechu za pomocą wilgotnych wzorców gazowych etanolu. Podstawą do formułowania wymagań dla tych CRM jest zalecenie OIML R126-2012 [4]. W efekcie powstać ma nowa regionalna infrastruktura metrologiczna dotycząca CRM do celów kontroli poziomu alkoholu w powietrzu wydychanym.

Do realizacji projektu powołano konsorcjum, w którego skład wchodziło 11 podmiotów z 10 krajów, w tym 8 NMI/DI:

1. Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) – Niemcy; DI w dziedzinie metrologii chemicznej (koordynator projektu – Dr Rosemarie Philipp),
2. Institutul National De Metrologie (INM-RO) – Rumunia,
3. Centro Español de Metrología (CEM) – Hiszpania,
4. Główny Urząd Miar (GUM) – Polska,
5. Institut za mjeriteljstvo Bosne i Hercegovine (IMBiH) – Bośnia i Hercegowina,
6. Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) – Francja,
7. Дирекција за мере и драгоцене метале (DMDM) – Serbia,
8. Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Arastırma Kurumu (TUBITAK) – Turcja,
9. Valstybinis mokslinių tyrimų institutas Fizinių ir technologijos mokslų centras (FTMC) – Litwa,
10. Independent Authority for Public Revenue (IAPR) – Grecja,
11. Uniwersytet Warszawski (UW) – Polska.

Projekt podzielony został na 5 pakietów roboczych (WP), w których aktywnie uczestniczył także GUM, w tym trzy techniczne.

Celem pakietu WP1 było osiągnięcie zdolności do wytwarzania metodą grawimetryczną CRM – wodnych roztworów etanolu, zgodnie z normą [6] i przewodnikami ISO serii 30 [7-9], zapewniając spójność pomiarową wartości certyfikowanych wielkości. Pakiet obejmował także opracowanie metod wyznaczania czystości etanolu – wielkości, której niepewność ma dominujący udział w budżecie niepewności procesu przygotowania CRM.

Pakiet WP2 obejmuje studium wykonalności certyfikowania wytworzonych roztworów wodnych etanolu jako CRM, czyli wdrożenie metody analitycznej do oznaczania etanolu w wodnym roztworze i zastosowanie jej do badania jednorodności oraz stabilności długo



i krótkoterminowej. Efektem WP2 są opracowane procedury wytwarzania i certyfikacji RM (w GUM opracowano dwie instrukcje postępowania [10 i 11]) oraz oznaczania etanolu (w GUM opracowano dwie instrukcje wzorcowania [12 i 13]).

W ramach pakietu WP3 odbyły się trzy porównania międzylaboratoryjne, w celu potwierdzenia kompetencji uczestników projektu w zakresie oceny czystości etanolu oraz wytwarzania i certyfikowania CRM. Pierwsze z nich było tylko wewnętrznym porównaniem w ramach projektu, a dwa następne zorganizowano w ramach TC-MC EURAMET jako oficjalnie zatwierdzone przez CCQM OAWG. Porównania EURAMET.QM-S13: *Comparison of value assigned forensic alcohol in water reference materials* oraz EURAMET.QM-S14: *Measurement capabilities for the quantification of ethanol in water* zostały zarejestrowane w bazie porównań kluczowych (KCDB BIPM). Na podstawie otrzymanych wyników możliwe jest staranie się o uzyskanie wpisów CMC w KCDB BIPM dotyczących wytwarzania CRM i oznaczania etanolu w roztworach wodnych.

Pakiet WP4 dotyczy oddziaływania projektu, czyli obejmuje transfer wiedzy i rozpowszechnianie informacji o projekcie i jego wynikach oraz szkolenia dla uczestników projektu w zakresie wytwarzania CRM i metod oznaczania etanolu. W ramach tego pakietu zostały

przedstawione przez pracowników GUM referaty i plakaty na konferencjach [15-19] i na spotkaniu podkomitetu TC17/SC7 OIML [20] oraz publikacja [21].

W ramach pakietu WP5 „Zarządzanie projektem” odbyło się szereg spotkań partnerów projektu oraz dostarczono dokumenty wymagane przez EURAMET: sprawozdania techniczne i finansowe.

## Rezultaty projektu uzyskane przez GUM

Materiały odniesienia (RM) są jednym z rodzajów wzorców pomiarowych i są ważnym elementem walidacji metod, zapewnienia spójności pomiarowej i ważności wyników w pomiarach chemicznych. Zgodnie z definicją RM to *materiał dostatecznie jednorodny i stabilny, jeżeli chodzi o określone właściwości, który przyjęto jako odpowiedni do zamierzonego jego wykorzystania w procesie pomiarowym*. Certyfikowany materiał odniesienia CRM to RM o *jednej lub wielu określonych właściwościach scharakteryzowanych przez metrologicznie poprawną procedurę, któremu towarzyszy certyfikat podający wartość określonej właściwości, związaną z nią niepewność oraz stwierdzenie o spójności pomiarowej* [6]. W dalszej treści artykułu przedstawiono wyniki uzasadniające, że wytwarzane CRM etanolu, spełniają wymagania powyższej definicji CRM oraz normy [6] i przewodników [7-9].



Rys. 1. Uczestnicy projektu ALCOREF na spotkaniu w połowie trwania projektu, w czerwcu 2019 roku, w Belgradzie (organizator DMDM)



## Wytwarzanie materiałów odniesienia

Wytwarzane są certyfikowane materiały odniesienia (CRM) – wodne roztwory etanolu przeznaczone do stosowania w symulatorach wydechu do wzorcowania i badania analizatorów wydechu. Dla zapewnienia definicyjnego wymogu, aby RM był *odpowiedni do zamierzonego jego wykorzystania w procesie pomiarowym*, poziomy zawartości etanolu w roztworach RM ustalono zgodnie z wymaganiami Zalecenia OIML R126 [4]. Przedstawia je tab. 1. Trzy „najważniejsze” poziomy wyróżniono w tabeli pogrubionym drukiem. Pierwsze dwa odpowiadają ustawowym poziomom definiującym stan po użyciu alkoholu i stan nietrzeźwości [22], a trzeci to podstawowe stężenie wymagane przez Zalecenie [4] w badaniach do zatwierdzenia typu. Zalecenie [4] stanowiło także podstawę do wyznaczenia docelowych niepewności rozszerzonych  $U_{trg}$  (rozumianych jako maksymalne dopuszczalne) certyfikowanej wartości ułamka masowego etanolu. Zastosowano przy tym popularną regułę 1/3, przyjmując niepewności docelowe  $U_{trg}$  jako 1/9 największych błędów dopuszczalnych (MPE) określonych w Zaleceniu [4]. Wyznaczone w ten sposób  $U_{trg}$  zostały zastosowane do określenia kryteriów akceptacji wyników uzyskanych w badaniach certyfikacyjnych. CRM są wytwarzane jako *powtarzalne partie* (p. 6.15 w [9]) zgodnie ze ściśle określoną procedurą. Produkcja CRM jest realizowana w *małych partiach* (p. 7.4.1.3 w [9]) po wpłynięciu zamówienia ze strony klienta.



Rys. 2. Stanowisko do grawimetrycznego wytwarzania RM i widok naczynia do ważenia etanolu

Tab. 1. Wykaz wytwarzanych wodnych roztworów wzorcowych etanolu (CRM)

Nr GUM	Ułamek masowy etanolu w roztworze (g/kg)	Odpowiadające stężenie masowe etanolu w wilgotnym wzorcu gazowym w 34 °C (z równania Dubowskiego) (mg/l)	Docelowa względna niepewność rozszerzona (%)	Docelowa niepewność rozszerzona (g/kg)
12.1	0,129 4	0,050	4,40	$5,8 \times 10^{-3}$
<b>12.2</b>	<b>0,258 8</b>	<b>0,100</b>	<b>2,20</b>	<b><math>5,8 \times 10^{-3}</math></b>
<b>12.3</b>	<b>0,647 0</b>	<b>0,250</b>	<b>0,89</b>	<b><math>5,8 \times 10^{-3}</math></b>
<b>12.4</b>	<b>1,035 2</b>	<b>0,400</b>	<b>0,56</b>	<b><math>5,8 \times 10^{-3}</math></b>
12.5	1,812	0,700	0,56	$1,0 \times 10^{-2}$
12.6	2,459	0,950	0,56	$1,4 \times 10^{-2}$
12.7	3,884	1,500	0,56	$2,2 \times 10^{-2}$
12.8	5,051	1,950	0,56	$2,8 \times 10^{-2}$

## Procedura wytwarzania materiałów odniesienia

Materiały odniesienia są wytwarzane z zastosowaniem procedury wagowej (grawimetrycznej), polegającej na zmieszaniu odważonych ilości, tzw. bezwodnego etanolu o wyznaczonej czystości i wody demineralizowanej

– gatunku 1 wg [23]. Procedura została oparta na stosowanej dotąd w GUM procedurze do wytwarzania roztworów do wzorcowania analizatorów wydechu [14]. Ze względu na lotność i higroskopijność etanolu jego ważenie odbywa się w zamkniętym naczyniu otwieranym wewnątrz zamkniętego pojemnika z wodą, dzięki żyłce przymocowanej do korka (rys. 2).



Rys. 3. Aplikacja wspomagająca produkcję CRM (LabView)

Roztwory przygotowywane są w 5 L lub 10 L pojemnikach HDPE, po czym są mieszane i pozostawione do następnego dnia.

Aplikacja wspomagająca wytwarzanie roztworów, napisana w środowisku LabView, została całkowicie przebudowana i rozszerzona o nowe funkcjonalności (rys. 3). Umożliwia ona obecnie równoległe wykonywanie wielu roztworów i monitorowanie stanu zaawansowania przygotowania każdego z nich, uwzględnia też bieżące sprawdzanie wag, których wyniki są automatycznie zapisywane w protokole z wytworzenia wzorca i w karcie kontrolnej w arkuszu Excel.

Przygotowane roztwory są konfekcjonowane do opakowań jednostkowych, tj. do butelek z HDPE o pojemności 1 L lub 0,5 L. Jako rezultat oceny ryzyka wdrożono działanie ograniczające ryzyko zmian składu roztworu podczas rozlewania do kolejnych butelek. Wprowadzono konfekcjonowanie z kompensacją strat etanolu do fazy nadpowierzchniowej i z ciągłym mieszaniem z zastosowaniem opracowanego układu przedstawionego na rys. 4. Zamiast świeżego powietrza z otoczenia wprowadza się do pojemnika z roztworem RM powietrze o tym samym stężeniu etanolu. Wykorzystuje się opisaną wyżej zasadę, na jakiej działają symulatory wydechu w oparciu o prawo Henry'ego. Bezprzewodowym przyciskiem jednocześnie uruchamiana jest pompa oraz otwierane są dwa elektrozawory. Przechodząc przez



Rys. 4 Układ dozowania CRM do opakowań jednostkowych



Rys. 5. Butelka z CRM i butelka umieszczona w torebce strunowej



pełniącą rolę naczynia barbotażowego płuczkę Dreschla z roztworem o tym samym stężeniu etanolu co dozowany, powietrze nasycane jest parami alkoholu i wprowadzane do pojemnika z roztworem konfekcjonowanym. Mieszadło magnetyczne zapewnia ciągłe mieszanie roztworu podczas dozowania do butelek [21, 24].

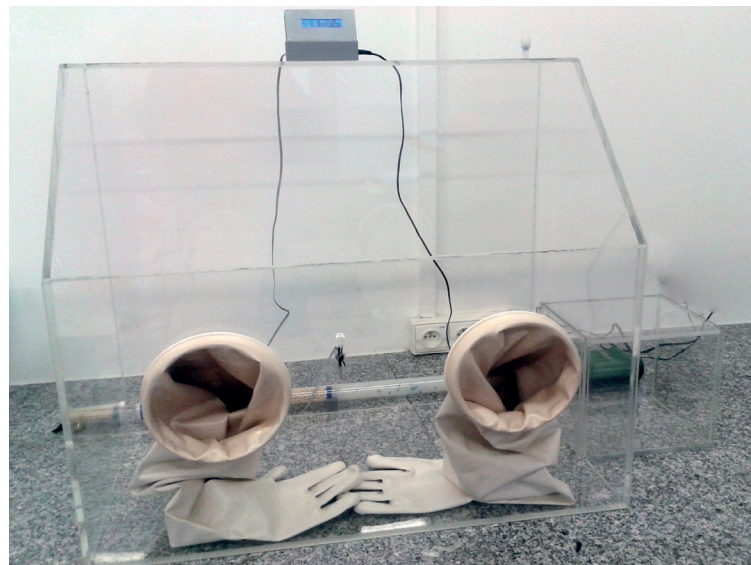
Butelki są zamykane nakrętką z pierścieniem samoplombującym, owijane folią *Parafilm*, następnie umieszczone w zgrzewanej aluminiowej torebce strunowej, aby uniknąć transpiracji przez polietylenowe ścianki podczas przechowywania (rys. 5).

Wytwarzanie RM, jako *powtarzalnych partii* zgodnie ze ściśle określoną procedurą, pozwala na wykorzystanie opisanych w dalszej części wyników z kampanii certyfikacyjnej (certification campaign) do kolejno wytwarzanych partii. Aby to jednak było możliwe, wymagana jest stała kontrola stabilności procesu produkcyjnego [9]. Jednorodność oraz wartość certyfikowana każdej partii są zatem weryfikowane przez pomiar gęstości. Do sprawdzenia jednorodności pobierane są dwie próbki na początku i na końcu konfekcjonowania roztworu. Wyniki pomiaru gęstości obu próbek są porównywane. Powinno być spełnione jedno z dwóch kryteriów: brak statystycznie istotnej różnicy (test dwustronny *t*-Studenta) lub różnica mniejsza niż niepewność pomiaru. Do sprawdzenia poprawności wartości certyfikowanej dodatkowo pobierana jest próbka wody użytej do przygotowania roztworu. Na podstawie różnicy gęstości wody i próbki roztworu, stosując międzynarodowe tablice alkoholometryczne

[25], wyznaczany jest ułamek masowy etanolu  $w_1$  i  $w_n$  w każdej z próbek [13]. Wartość średnia powinna być zgodna z wartością wynikającą z wyników ważenia  $w_{char}$  w granicach niepewności pomiaru. Kontrola ta została włączona do udokumentowanej procedury wytwarzania RM [10].

## Wyznaczanie czystości etanolu

Jak wspomniano wcześniej, do sporządzenia roztworu używa się etanolu o wyznaczonej uprzednio czystości. Wyznaczenie czystości etanolu jest warunkiem



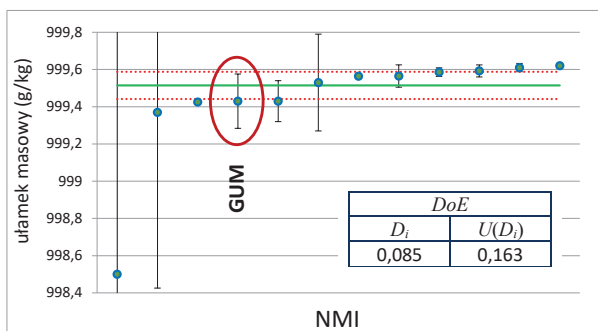
■ Rys. 6 Komora rękawicowa (sucha komora) wykonana w GUM

Tab. 2. Przykład zapisu wyników z kontroli produkcji (potwierdzających spełnienie wszystkich założonych kryteriów)

Kontrola produkcji -sprawdzenie jednorodności	$w_1$	1,8083 g/kg
	$w_n$	1,8059 g/kg
	$\Delta w =  w_n - w_1 $	0,0023 g/kg
	$t$	0,13
	<b>Kryteria akceptacji</b>	
	$\Delta w = \leq 0,01$ g/kg	TAK
	$t_{crit}(n-2, 0,05)$	2,10
	$t \leq t_{crit}(n-2, 0,05)$	TAK
	Partia jednorodna?	TAK
Kontrola produkcji - sprawdzenie poprawności	$w = (w_1 + w_n)/2$	1,8071 g/kg
	$ w - w_{char} $	0,0048 g/kg
	<b>Kryterium akceptacji</b>	
	$ w - w_{char}  \leq 0,01$ g/kg	TAK
	wartość certyfikowana poprawna?	TAK

koniecznym do zapewnienia spójności pomiarowej wartości certyfikowanej. Realizowane jest to poprzez pomiar gęstości na gęstościomierzu oscylacyjnym i obliczenie ułamka masowego etanolu z użyciem międzynarodowych tablic alkoholometrycznych [25]. Ze względu na dużą higroskopijność etanolu, otwarcie oryginalnego opakowania i pobranie próbki do naczynka oraz jego zamknięcie septą i kapslem z użyciem kapsłownicy, odbywa się w zbudowanej w tym celu w GUM komórce rękawicowej (rys. 6), zapewniającej kontrolowane warunki suchej atmosfery ( $RH < 20\%$ ) [26].

Metoda pomiaru gęstości nie jest specyficzna dla etanolu, *a priori* zakłada, że jest to mieszanina dwuskładnikowa, a inne zanieczyszczenia niż woda są zanedbywalne. Z pomocą partnera w projekcie (Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych Uniwersytetu Warszawskiego) potwierdzono, że to podejście jest uprawnione. Analiza zanieczyszczeń organicznych wykonana w Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych UW techniką chromatografii gazowej sprzężonej ze spektrometrią mas potwierdziła, że są one zanedbywalne. Skoro jedynym istotnym zanieczyszczeniem jest woda, to oznaczenie wody i wyznaczenie czystości etanolu metodą bilansu mas jest powszechnie stosowaną alternatywą dla pomiaru bezpośredniego. Porównanie wyników czystości wyznaczonej na podstawie pomiaru gęstości z wynikami miareczkowania KF wskazuje na niewielki ujemny błąd systematyczny, który jednak nie podważa przydatności metody do zamierzonego zastosowania. Potwierdzeniem przydatności metody stosowanej przez GUM jest wynik uzyskany w organizowanym, w ramach projektu ALCOREF, porównaniu międzylaboratoryjnym. Jako wartość przypisaną w porównaniu  $w_{cv}$  przejęto średnią (odporną), wyznaczoną wg algorytmu A normy [27]. Do oceny rezultatu uzyskanego przez uczestnika zastosowano, wzorem porównań kluczowych BIPM, tzw. *stopień równoważności (DoE)*. Składają się nań dwa elementy: różnica między wynikiem uczestnika i wartością odniesienia  $D_i = w_i - w_{cv}$  oraz niepewność rozszerzona wyznaczenia tej różnicy  $U(D_i)$ . Wynik GUM przedstawiono na rys. 7. Ponieważ  $|D_i| < U(D_i)$ , to uzyskany przez GUM wynik należy uznać za zadowalający [28].



Rys. 7. Wyniki porównania wyznaczenia czystości etanolu

## Certyfikacja RM

Certyfikowanie RM przeprowadzono zgodnie z wytycznymi przewodnika ISO Guide 35 [9], co przedstawiono w dalszej części artykułu.

## Charakteryzowanie

Wielkością odtwarzaną przez RM jest ułamek masy etanolu w roztworze wodnym. Norma [6] i przewodnik [9] wymieniają cztery metody charakteryzowania RM w jednym laboratorium, czyli 4 sposoby przypisywania wartości wielkości. W przypadku opisywanego RM do przypisywania wartości ułamka masowego etanolu zastosowano sposób podany w p. 9.3.4. w [9] i p. 7.12.3 e) w [6]. Może być on traktowany jako szczególny przypadek metody polegającej na zastosowaniu procedury pomiarowej odniesienia [30], którą w tym wypadku jest procedura grawimetryczna. Przypisanie wartości  $w_{char}$  następuje na podstawie mas obu użytych składników, z uwzględnieniem korekcji wpływu siły wyporu powietrza na wskazania wag oraz czystości użytego etanolu, zgodnie ze wzorem:

$$w_{char} = w_c \left( 1 + f_{cv} \frac{(m_w^{r1} - m_w^{r0}) \left( 1 - \frac{\rho_p}{\rho_c} \right)}{(m_c^{r1} - m_c^{r0}) \left( 1 - \frac{\rho_p}{\rho_w} \right)} \right)^{-1} \quad (3)$$

gdzie:

$\rho_p, \rho_c, \rho_w$  – gęstości powietrza, etanolu i wody w warunkach ważenia (g/l),

$m_e^r$  – wyniki ważenia naczynka z etanolem i pustego naczynka (g),

$m_w^r$  – wyniki ważenia pojemnika z wodą i pustego pojemnika (g),

$f_{cv}$  – poprawka uwzględniająca wynikające z prawa Henry'ego straty etanolu do fazy nadpowierzchniowej w pojemniku i w butelce.

Względna niepewność standardowa pochodząca z charakteryzowania, wyznaczona jak w [14] wynosi 0,056 %. Główny udział w niepewności ma składowa związana z czystością etanolu i jej zmianami podczas ważenia.

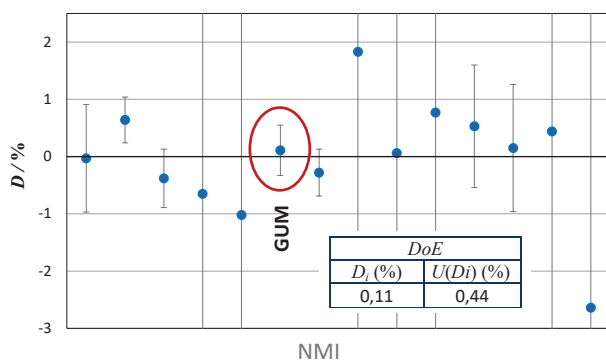
Wstępne potwierdzenie kompetencji GUM do wytwarzania materiałów odniesienia i przypisywania wartości  $w_{char}$  wraz z jej niepewnością standardową złożoną  $u_c(w_{char})$  uzyskano z pomocą partnera w projekcie: BAM. W tym celu przygotowane w GUM roztwory zostały przesłane do BAM do analizy techniką chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo jonizacyjną (GC-FID). Wyniki potwierdzające bardzo dobrą zgodność przestawia tab. 3.



Tab. 3. Wyniki pomiarów w BAM roztworów przygotowanych w GUM

Identyfikacja	GUM wartość przypisana (g/kg)	BAM GC-FID		Odzysk (%)
		Wynik (g/kg)	Niepewność rozszerzona (g/kg)	
0.70.2018.07.06APJ	1,811 9	1,812 0	0,009 1	<b>100,0</b>
0.40.2018.07.19APJ	1,035 2	1,033 6	0,005 2	<b>99,8</b>
0.25.2018.07.06APJ	0,646 96	0,647 9	0,003 2	<b>100,1</b>

Ostatecznym potwierdzeniem kompetencji w tym zakresie jest wynik uzyskany w porównaniu międzylaboratoryjnym EURAMET.QM-S13. Wyniki porównania [31] opracowano z zastosowaniem analizy statystycznej z wykorzystaniem podejścia częstościowego [32] oraz bayesowskiego [33]. Na rys. 8 przedstawiono wyniki analizy wg podejścia częstościowego, analogicznie do przedstawienia wyników w porównaniu CCQM K-79 [34].



Rys. 8. Wyniki porównania EURAMET.QM-S13 (analiza częstościowa)

## Ocena jednorodności

Przewodnik [9] daje wskazówki, kiedy badanie jednorodności jest istotne, a kiedy nie, każda wyprodukowana partia musi być badana. Wodne roztwory wzorcowe etanolu są podane w p. 7.3 jako przykład sytuacji, gdy nie jest to konieczne.

Przeprowadzono ocenę jednorodności między opakowaniami jednostkowymi (butelkami), do których jest konfekcjonowany sporządzony roztwór. Ze względu na przewidziane zastosowanie i sposób użycia RM (tj. zużycie całej objętości RM zaraz po otwarciu butelki) oraz ze względu na charakter wodnego roztworu etanolu i zawarcie w dokumentacji CRM, w instrukcji postępowania z RM, wymogu starannego wymieszania przed otwarciem butelki, nie wykonano badania jednorodności wewnątrz opakowania i nie było też celowe wyznaczenie najmniejszej reprezentatywnej porcji RM.

Przygotowano partie roztworów po 10 butelek o pojemności 1 L, o następujących zawartościach etanolu: 0,129 g/kg, 0,259 g/kg, 0,670 g/kg, 1,035 g/kg i 5,051 g/kg, obejmujących cały zakres planowanych RM (w tym 3 najważniejsze wspomniane na początku). Butelki zostały ponumerowane zgodnie z kolejnością ich napełniania. Strategia pobierania próbek do badania jednorodności (p. 7.4.1, p. 7.4.3 w [9]) polegała na użyciu do badania wszystkich 10 butelek wytworzonego roztworu (tj. 100 % partii). Wymagania dla metody pomiarowej, co do odchylenia standardowego powtarzalności  $s_r$ , określone są równaniem (p. 7.5.1 w [9]):

$$\frac{s_r}{\sqrt{n_{al}}} \leq \frac{u_{trg}}{3} \quad (4)$$

gdzie  $n_{al}$  to liczba powtórzeń pomiaru.

Do oznaczania etanolu w roztworze zastosowano metodę polegającą na wytworzeniu wilgotnego wzorca gazowego z badanego roztworu na stanowisku GUM do wzorcowania analizatorów wydechu [3, 26] i pomiarze stężenia etanolu w wytworzonym gazie jednym z dwóch dowodowych analizatorów wydechu: Intox II EC/IR (Intoximeters Inc.) oraz Alcotest 9510 (Draeger) (rys. 9). Do wszystkich pomiarów dla danego poziomu zawartości etanolu stosowano ten sam kanał (tor) pomiarowy stanowiska, a wymiana roztworu na kolejny następowała po wykonaniu wszystkich 8. powtórzeń pomiaru dla danej butelki. Roztwory analizowano w kolejności losowej butelek (ponumerowanych zgodnie z kolejnością ich napełniania podczas konfekcjonowania), ale innej niż kolejność ich napełniania. Schemat sekwencji pomiarowej przedstawia rys. 10.



Rys. 9. Stanowisko GUM do wytwarzania wilgotnych wzorców gazowych etanolu

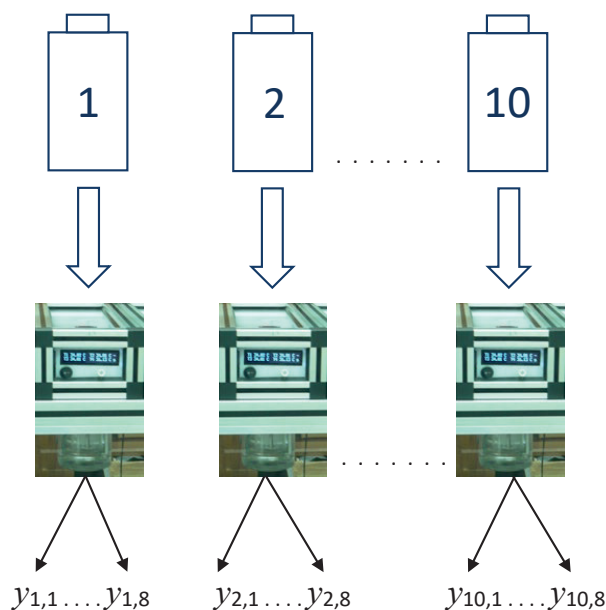
Przydatność metody do zamierzonego zastosowania (tj. badania jednorodności i stabilności) została potwierdzona w procesie walidacji. W tab. 4 zestawiono podstawowe parametry metody [12].

Tab. 4. Charakterystyka metody oznaczania etanolu

Parametr	Wartość wymagana	Wartość z walidacji	Spełnienie wymagań
LOD	$\leq 0,01$ g/kg	0,005 g/kg	Tak
LOQ	$\leq 0,05$ g/kg	0,02 g/kg	Tak
Powtarzalność ( $s_r$ )	$\leq 0,25$ % wzgl. w zakresie 0,25 g/kg do 5,05 g/kg	(0,2 – 0,25) %	Tak
Poprawność (odzysk)	(99 – 101) %	(99,5 – 101) %	Tak
Niepewność pomiaru	$\leq 1$ %	0,50 %	Tak

Tab. 5. Potwierdzenie poprawności wyników (metoda z zastosowaniem analizatora wydechu) [12]

ID	CRM BAM	Wyniki pomiarów GUM					
	Stężenie masowe w 20 °C g/l	Ułamek masowy g/kg	Niepewność rozszerzona g/kg	Względna niepewność rozszerzona %	Wyznaczone stężenie masowe w 20 °C g/l	Odzysk %	Użyty analizator wydechu
K-003	0,610 0 ± 0,000 6	0,611 1	0,002 5	0,40	0,610 0	100,0	Intox II EC/IR
K-001	1,029 3 ± 0,001 0	1,031 1	0,005 0	0,49	1,029 0	100,0	
K-006	1,820 0 ± 0,001 8	1,831 7	0,009 4	0,51	1,827 8	100,4	



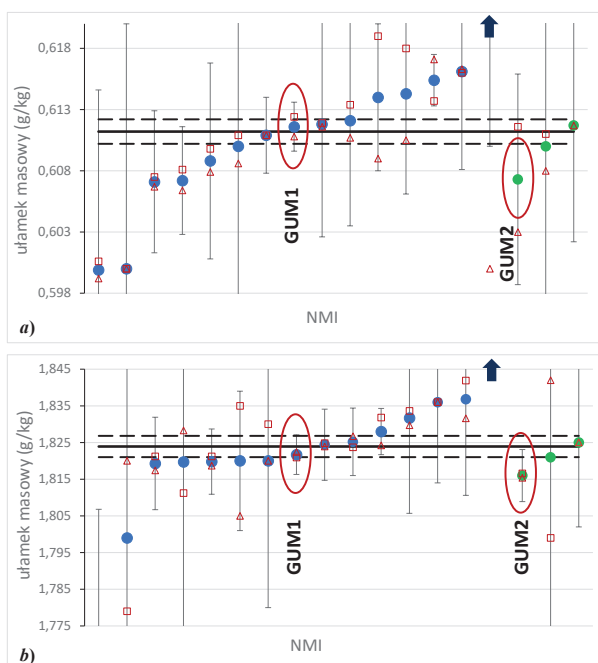
Rys. 10. Schemat sekwencji pomiarów do oceny jednorodności (na rysunku numery na butelkach oznaczają kolejność pomiarów, a nie kolejność napełniania)

Potwierdzono poprawność wyników uzyskanych zarówno metodą zastosowaną do badań certyfikacyjnych, jak i wcześniej wspomnianą metodą przeznaczoną do kontroli produkcji, analizując CRM wyprodukowane przez BAM. Wyniki zestawiono w tab. 5 i 6.

Tab. 6. Potwierdzenie poprawności wyników (metoda pomiaru gęstości) [13]

ID	CRM BAM	Wyniki pomiarów GUM				
	Stężenie masowe w 20 °C	Ułamek masowy	Niepewność rozszerzona	Względna niepewność rozszerzona	Wyznaczone stężenie masowe w 20 °C	Odzysk
	g/l	g/kg	g/kg	%	g/l	%
K-003	0,610 0 ± 0,000 6	0,611 7	0,010	1,6	0,610 5	100,1
K-001	1,029 3 ± 0,001 0	1,026 4	0,010	1,0	1,024 3	99,5
K-006	1,820 0 ± 0,001 8	1,820 4	0,010	0,6	1,816 4	99,8

Zdolności pomiarowe w zakresie oznaczania etanolu w roztworze wodnym potwierdzono wynikiem uzyskanym w porównaniu międzylaboratoryjnym, organizowanym w ramach projektu jako oficjalne porównanie EURAMET.QM-S14. Wstępne rezultaty porównania przedstawiono na rys. 11 [35].



Rys. 11. Wyniki porównania EURAMET.QM-S14. a) poziom 0,61 g/kg b) poziom 1,82 g/kg. GUM1 - metoda wg [12], GUM2 - metoda wg [13]

Przy opracowaniu wyników pomiaru zastosowano procedurę opisaną poniżej.

- a) Obliczono wartości względne, dzieląc wskazanie analizatora przez stężenie we wzorcu gazowym:

$$y_{i,j,rel} = \frac{I_{i,j}}{\beta_{i,j}} \quad (5)$$

gdzie:

$I_{ij}$  – wskazania analizatora dla pomiaru  $j$  ( $j = 1...n$ ) w butelce  $i$  (gdzie  $i = 1...m$ ,  $i$  oznacza kolejność, w jakiej analizowane są butelki, a nie kolejność napełniania butelek),

$\beta_{ij}$  – stężenie masowe etanolu w wytworzonym wilgotnym gazie, obliczone z równania Dubowskiego.

- b) Obliczono wartości znormalizowane, dzieląc wartości względne przez wartość średnią:

$$y_{i,j,norm} = \frac{y_{i,j,rel} \cdot n \cdot m}{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n y_{i,j,rel}} \quad (6)$$

- c) Obliczono wartość średnią dla każdej butelki:

$$\bar{y}_i = \frac{y_{i,j,norm} \cdot n}{\sum_{j=1}^n y_{i,j}} \quad (7)$$

- d) Wykonano test Grubbsa w celu wykrycia pojedynczej wartości odstającej  $\bar{y}_i$  dla poziomu istotności  $\alpha = 0,05$ . Jeżeli wykryta wartość odstająca znajduje wyjaśnienie wynikające z przebiegu pomiarów, wynik odrzuca się.

- e) Sprawdzone, czy nie ma trendu wynikającego z kolejności wykonania pomiarów, czyli obliczono współczynniki kierunkowe prostej (linii trendu) stosując analizę regresji:

$$\bar{y} = b \cdot i + a \quad (8)$$

a następnie stosując dwustronny test  $t$ -Studenta zweryfikowano hipotezę o braku trendu:  $H_0: b = 0$ , wobec hipotezy alternatywnej  $H_1: b \neq 0$  ( $b$  – nachylenie prostej). W przypadku odrzucenia  $H_0$  dokonano

korekcji trendu pomiarowego. Skorygowane wartości  $\bar{y}'_i$  obliczono na podstawie wzoru:

$$\bar{y}'_i = \frac{y_i - a}{b \cdot i} \quad (9)$$

i po korekcji dryfu przyrządowego ponownie wykonano test Grubbsa w celu wykrycia pojedynczej wartości odstającej  $\bar{y}'_i$  dla poziomu istotności  $\alpha = 0,05$ .

- f) Sprawdzono, czy nie ma trendu wynikającego z kolejności napełniania butelek, czyli obliczono współczynniki kierunkowe prostej (linii trendu) stosując analizę regresji:

$$\bar{y} = b \cdot k + a \quad (10)$$

gdzie:  $k$  oznacza numery butelek zgodnie z kolejnością ich napełniania, a następnie stosując dwustronny test  $t$ -Studenta zweryfikowano hipotezę o braku trendu:  $H_0: b = 0$ , wobec hipotezy alternatywnej  $H_1: b \neq 0$  ( $b$  – nachylenie prostej).

- g) Stosując jednoczynnikową analizę wariancji (ANOVA) obliczono składową odchylenia standardowego, związaną ze zróżnicowaniem wyników między butelkami  $s_{bb}$ , zgodnie z p. 7.7.3, równanie (3) w [9]:

$$s_{bb} = \sqrt{\max \left( \frac{M_{\text{between}} - M_{\text{within}}}{n_0}, 0 \right)} \quad (11)$$

gdzie:

$M_{\text{between}}$  – międzygrupowy średni kwadrat odchyień (zmiennosc między butelkami),

$M_{\text{within}}$  – wewnątrzgrupowy średni kwadrat odchyień (powtarzalność),

$n_0$  – liczba powtórzeń obliczona, zgodnie z p. B.1, równanie (B.4) w [9]:

$$n_0 = \frac{1}{a-1} \left( \sum_{i=1}^a n_i - \frac{\sum_{i=1}^a n_i^2}{\sum_{i=1}^a n_i} \right) \quad (12)$$

gdzie:

$a$  – liczba butelek,  $n_i$  – liczba powtórzeń dla butelki  $i$ . Wyznaczono wartość statystyki  $F$  oraz wartość krytyczną  $F_{\text{crit}}$  i stosując test  $F$  sprawdzono,

Tab. 7. Wyniki oceny jednorodności

Ułamek masowy etanolu (g/kg)	0,129 4	0,258 8	0,647 0	1,035 2	5,050 6
Zastosowany analizator	Intox II EC/IR				Alcotest 9510
Wartości odstające	0	0	1	0	0
Trend pomiarowy wykryto i skorygowano	Tak				Nie
$M_{\text{between}}$	0,000 000 180 8	0,000 000 415 6	0,000 002 087	0,000 006 728	0,000 174 59
$M_{\text{within}}$	0,000 000 301 7	0,000 000 451 0	0,000 001 585	0,000 003 851	0,000 079 58
$s_{bb}$ (g/kg)	0	0	0,000 24	0,000 57	0,003 4
$u'_{bb}$ (g/kg)	0,000 080	0,000 091	0,000 18	0,000 27	0,001 3
$s_r$ (g/kg)	0,000 55	0,000 67	0,001 3	0,002 0	0,008 9
$s_r / \sqrt{n_0}$ (g/kg)	0,000 19	0,000 23	0,000 43	0,000 66	0,003 2
$1/3 u_{\text{trg}}$ (g/kg)	0,000 96	0,000 96	0,000 96	0,000 96	0,004 7
Kryterium dla $s_r$ (4)	spełnione				spełnione
$F$	0,60	0,92	1,32	1,75	2,19
$F_{\text{kryt}}$	2,017	2,002	2,072	2,002	2,017
Kryterium $F < F_{\text{kryt}}$	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione	nie spełnione
$u_{bb} = \max(s_{bb}, u'_{bb})$ (%)	0,062	0,035	0,037	0,055	0,068
$u_{bb} = \max(s_{bb}, u'_{bb})$ (g/kg)	0,000 080	0,000 091	0,000 24	0,000 57	0,003 4
$1/3 u_{\text{trg}}$ (g/kg)	0,000 96	0,000 96	0,000 96	0,000 96	0,004 7
Kryterium dla $u_{bb}$ ( $u_{bb} < 1/3 u_{\text{trg}}$ )	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione



czy spełniony jest warunek  $F < F_{crit}$  na poziomie ufności 95 %, w celu oceny, czy niejednorodność nie jest istotna statystycznie. Obliczono odchylenie standardowe powtarzalności  $s_r$ , zgodnie z p. C.1, równanie (C.3) w [9]:

$$s_r = \sqrt{M_{within}} \quad (13)$$

i sprawdzono, czy spełniony jest warunek równania (4). Obliczono w alternatywny sposób, przewidziany dla metod o niewystarczającej precyzji, składową niepewności w postaci (p. 7.8 i p. C.2, równanie (C.6) w [9]):

$$u'_{bb} = \sqrt{\frac{M_{within}}{n_0}} \sqrt{\frac{2}{v_M}} \quad (14)$$

gdzie  $v_M$  oznacza liczbę stopni swobody.

- h) Jako oszacowanie niepewności standardowej, wynikającej z niejednorodności  $u_{hom}$ , przyjęto większą z wartości  $u'_{bb}$  oraz  $s_{bb}$  (zgodnie z zaleceniem w p. C.2 w [9]):

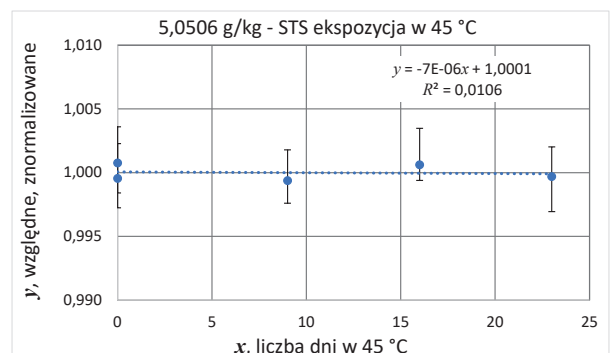
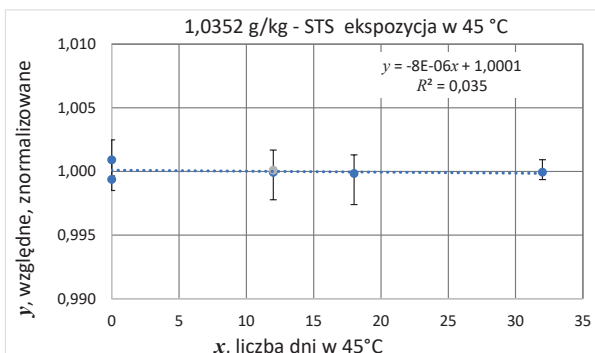
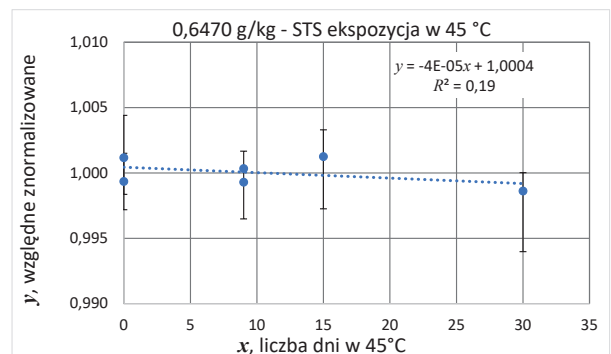
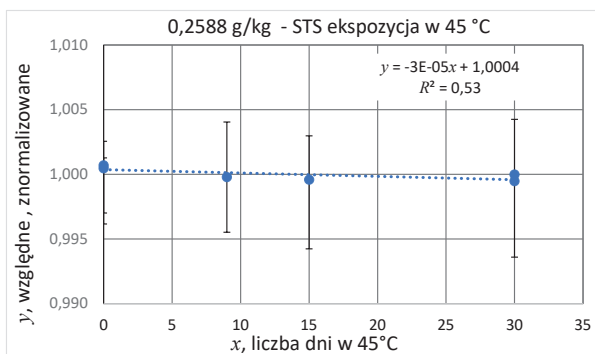
$$u_{hom} = \max(s_{bb}, u'_{bb}) \quad (15)$$

Wyniki przeprowadzonej w opisany wyżej sposób oceny jednorodności podsumowano w tab. 7.

Nie stwierdzono trendu wynikającego z kolejności napełniania butelek. Wyniki oceny jednorodności potwierdziły, że nie ma znaczącej niejednorodności między butelkami. Ustalone kryteria dla  $s_r$  i  $u_{bb}$  zostały spełnione. Tak wyznaczone wartości  $u_{bb}$  uwzględniono jako składowe  $u_{hom}$  w budżecie niepewności wartości certyfikowanej. Składowa niepewności związana z niejednorodnością jest wprawdzie mała w porównaniu do niepewności docelowej  $u_{trg}$ , ale jako że nie jest spełniony warunek  $u_{bb} < 1/3 u_{char}$ , nie można jej zaniedbać.

## Ocena stabilności krótkoterminowej

Badanie stabilności krótkoterminowej (STS) wykonano w celu wykrycia niestabilności w warunkach transportowania. Test miał na celu wykazanie, że transport nie wpływa znacząco na ułamek masowy etanolu w roztworze i nie jest konieczne uwzględnianie składowej niepewności związanej ze stabilnością krótkoterminową w budżecie niepewności wartości certyfikowanych ([9] p. 8.3.4.1. Uwaga). Do badań STS wybrano 4 poziomy zawartości etanolu: 0,2588 g/kg, 0,6470 g/kg, 1,0352 g/kg oraz 5,0506 g/kg, reprezentatywne dla



■ Rys. 12. STS – względna zmiana zawartości etanolu w zależności od czasu ekspozycji

Tab. 8. STS – wyniki analizy regresji

Ułamek masowy etanolu (g/kg)	0,258 8	0,647 0	1,035 2	5,050 6
Zastosowany analizator	Intox II EC/IR			Alcotest 9510
Trend pomiarowy wykryty i skorygowany	Tak			Nie
$b$ (%)	-0,002 6	-0,004 2	-0,000 78	0,000 65
$s_b$ (%)	0,001 2	0,004 4	0,002 4	0,003 7
$ t $	2,12	0,96	0,33	0,18
$t_{kryt}$	2,78	2,78	3,18	3,18
Kryterium $ t  < t_{kryt}$	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione

zakresu planowanych CRM. Roztwory sporządzono analogicznie jak w przypadku badań do oceny jednorodności, przy czym butelki umieszczono w aluminiowych torebkach strunowych.

Zastosowano izochroniczny plan badania: roztwory przechowywano w warunkach odniesienia (2 °C do 8 °C w lodówce), a następnie kolejne butelki przenoszono w warunki ekspozycji (45 °C w cieplarni laboratoryjnej Binder) na około 1, 2, 4 tygodnie, pozostawiając dwie z nich w warunkach odniesienia (czas ekspozycji = 0 tygodni). Po ekspozycji w temperaturze 45 °C butelki z roztworem o danej zawartości etanolu analizowano tego samego dnia w jednej serii analiz, co pozwoliło wyeliminować wpływ niedostatecznej odtwarzalności metody pomiarowej. Podczas eksperymentu przestrzegano zasady, aby kolejność wynikająca z czasu ekspozycji nie była zgodna z kolejnością napełniania butelek, a kolejność mierzonych butelek była różna od kolejności napełniania butelek i kolejności wynikającej z czasu ekspozycji.

Przy opracowaniu wyników pomiaru zastosowano następującą procedurę.

- Wykonano obliczenia w sposób opisany przy ocenie jednorodności w p. od a) do f).
- Sprawdzono, czy nie ma trendu wynikającego z czasu ekspozycji, obliczając współczynniki kierunkowe prostej (linii trendu) przy użyciu analizy regresji:

$$\bar{y} = b \cdot t_d + a \quad (16)$$

gdzie  $t_d$  oznacza czas ekspozycji wyrażony liczbą dni. Stosując dwustronny test  $t$ -Studenta zweryfikowano hipotezę o braku trendu:  $H_0: b = 0$ , wobec hipotezy alternatywnej  $H_1: b \neq 0$  ( $b$  – nachylenie prostej).

Brak podstaw do odrzucenia  $H_0$  stanowiło podstawę do uznania braku wpływu warunków transportu na

wartość ułamka masowego etanolu w roztworze. Uzyskane wyniki przedstawiono na rys. 12 i zestawiono w tab. 8.

Wyniki testu  $t$ -Studenta wykazują, że nie ma podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej, że nachylenie  $b = 0$ . Zatem przyjęto, że RM są stabilne w warunkach transportu. Wyniki oceny STS wykazały, że transport nie wpływa znacząco na ułamek masowy etanolu w roztworze i nie jest konieczne uwzględnianie składowej niepewności związanej ze stabilnością krótkoterminową w budżecie niepewności wartości certyfikowanych. Jako maksymalny czas transportu przyjęto 2 tygodnie.

### Ocena stabilności długoterminowej

Badanie stabilności długoterminowej (LTS) wykonano w celu wykrycia niestabilności w czasie przechowywania. Według danych literaturowych roztwory wodne etanolu są materiałem stabilnym w czasie [35-39]. Do badań LTS wybrano te same 4 poziomy zawartości etanolu co do badań STS. Roztwory sporządzono analogicznie i zastosowano także izochroniczny plan badania. Roztwory przechowywano w warunkach odniesienia (od 2 °C do 8 °C), a następnie przenoszono w warunki ekspozycji (warunki otoczenia) na około 3, 6, 9, 12 miesięcy, pozostawiając dwa z nich w warunkach odniesienia (czas ekspozycji = 0 miesięcy). Po ekspozycji w temperaturze pokojowej butelki z roztworem o danej zawartości etanolu analizowano tego samego dnia w jednej serii analiz. Zasady pomiarów były analogiczne jak w przypadku oceny STS. Kolejność wynikająca z czasu ekspozycji nie była zgodna z kolejnością napełniania butelek, a kolejność mierzonych butelek była różna od kolejności napełniania butelek i kolejności wynikającej z czasu ekspozycji. Butelki o czasie ekspozycji 12 miesięcy były analizowane bezpośrednio po sobie.

Przy opracowaniu wyników pomiaru zastosowano procedurę jak poniżej.

- Sprawdzono, czy wartości średnie  $\bar{y}_0$  i  $\bar{y}_{12}$  z pomiarów roztworów przechowywanych w warunkach odniesienia i w temperaturze pokojowej przez 12 miesięcy różnią się istotnie (dwustronny test  $t$ -Studenta).
- Wykonano obliczenia w sposób opisany przy ocenie STS w p. a).
- Sprawdzono, czy nie ma trendu wynikającego z czasu przechowywania, obliczając współczynniki kierunkowe prostej (linii trendu) stosując analizę regresji:

$$\bar{y} = b \cdot t_m + a \quad (17)$$

gdzie  $t_m$  oznacza czas ekspozycji wyrażony liczbą miesięcy. Stosując dwustronny test  $t$ -Studenta zweryfikowano hipotezę o braku trendu:  $H_0: b = 0$ , wobec hipotezy alternatywnej  $H_1: b \neq 0$  ( $b$  – nachylenie prostej).

Uzyskane wyniki przedstawiono na rys. 13 i zestawiono w tab. 9.

Wyniki testu  $t$ -Studenta wykazują, że nie ma podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej, że nachylenie  $b = 0$ . Wyniki oceny LTS wykazały, że nie ma wpływu czasu na materiał w warunkach przechowywania (temperatura pokojowa) w ciągu 12 miesięcy.

Składowa niepewności przypisana do niestabilności w trakcie przechowywania  $u_{LTS}$  została obliczona ze

wzoru (18) (zgodnie z p. 8.7.3, równanie (10) w [9]) dla okresu ważności certyfikatu  $t_{cert} = 6$  miesięcy. Wyznaczone niepewności  $u_{LTS}$  spełniają przyjęte kryteria. Składowa ta ( $u_{stab}$ ) została następnie uwzględniona w budżecie niepewności wartości certyfikowanej.

$$u_{stab} = u_{LTS} = s_b \cdot t_{cert} \quad (18)$$

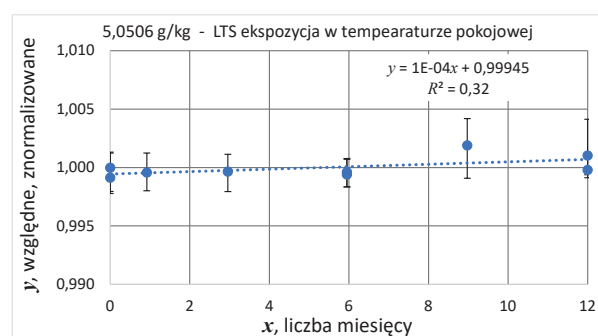
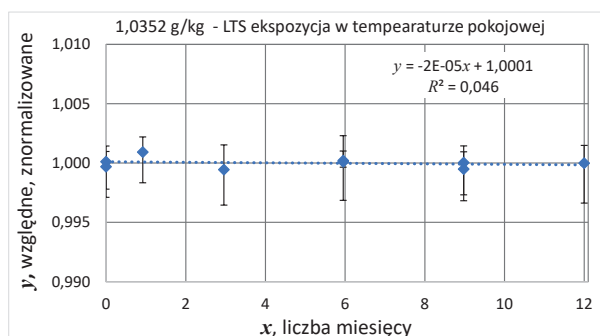
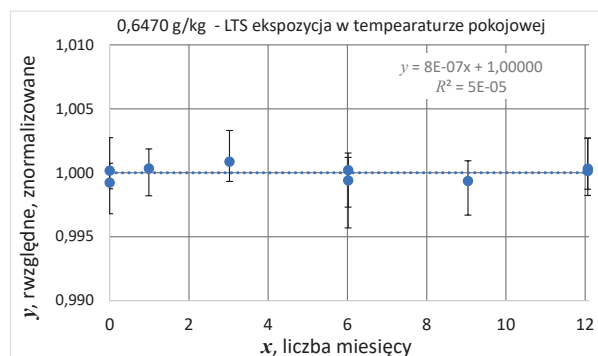
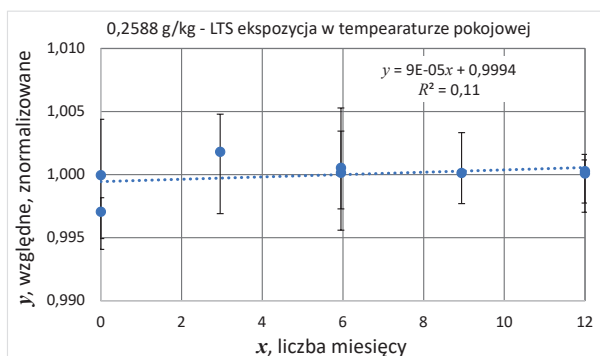
gdzie  $s_b$  to odchylenie standardowe współczynnika regresji  $b$  obliczone ze wzoru:

$$s_b = \sqrt{\frac{\left(\frac{n}{n-2}\right) \sum_{i=1}^n (x_i - a - b \cdot t_i)^2}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}} \quad (19)$$

gdzie  $n$  to liczba butelek.

## Monitorowanie stabilności

Oprócz oceny stabilności, dokonanej w ramach kampanii certyfikacyjnej, wymagane jest też jej monitorowanie. Przyjęty sposób postępowania przewiduje sprawdzenie 1 raz na pół roku, przez porównanie aktualnie wytworzonego CRM z CRM pozostawionym w tym celu 6 miesięcy wcześniej. Oznaczenie etanolu odbywa się metodą z użyciem analizatora wydechu [12]. Do oceny wyniku stosowane jest kryterium przedstawione w równaniu poniżej (zgodnie z p. 8.10.3.2 równanie (11) w [9]):



■ Rys. 13. LTS – względna zmiana zawartości etanolu w zależności od czasu przechowywania



Tab. 9. LTS – wyniki badania stabilności podczas przechowywania

Ułamek masowy etanolu (g/kg)	0,258 8	0,647 0	1,035 2	5,050 6
Zastosowany analizator	Intox II EC/IR			Alcotest 9510
$y_0$	0,999 951	1,002 083	1,000 712	0,999 976
$y_{12}$	1,000 087	1,002 470	1,002 058	1,001 033
$ t $	0,18	0,60	0,47	1,49
$t_{kryt}(2n-2; 0,05)$	2,14	2,14	2,14	2,14
Kryterium $ t  < t_{kryt}$	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione
Trend pomiarowy wykryty i skorygowany	Nie	Tak	Tak	Nie
$b$ (%)	0,009	0,000 08	-0,002	0,010
$s_b$ (%)	0,011	0,004 3	0,003 7	0,005 7
$ t $	0,87	0,02	0,58	1,82
$t_{kryt}(n-2, 0,05)$	2,45	2,36	2,36	2,36
Kryterium $ t  < t_{kryt}$	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione
$u_{LTS} = s_b \cdot t_{cert}$ (%)	0,064	0,026	0,022	0,034
$u_{LTS} = s_b \cdot t_{cert}$ (g/kg)	0,000 17	0,000 17	0,000 23	0,001 7
Kryterium $u_{LTS} < 1/3 u_{trg}$	spełnione	spełnione	spełnione	spełnione

$$|w_{CRM} - w_{mon}| \leq k \sqrt{u_{CRM}^2 + u_{mon}^2} \quad (20)$$

gdzie:

$w_{CRM}$  – wartość certyfikowana w badanym RM,

$w_{mon}$  – wynik pomiaru w punkcie monitorowania stabilności,

$k = 2$  – współczynnik rozszerzenia,

$u_{CRM}, u_{mon}$  – niepewności standardowe związane z wartością certyfikowaną i wynikiem pomiaru w punkcie monitorowania stabilności.

## Wartość certyfikowana

Zgodnie z definicją wartość certyfikowana to wartość przypisana do właściwości materiału odniesienia, której towarzyszy stwierdzenie o niepewności i spójności pomiarowej, określona w certyfikacie materiału odniesienia [6]. Przypisanie wartości do właściwości i określenie jej niepewności następuje w procesie połączenia wyników uzyskanych w badaniach jednorodności i stabilności z wynikami charakteryzowania [9]. Liczbowo wartość certyfikowana ułamka masowego etanolu  $w_{CRM}$  jest równa wartości wynikającej z charakteryzowania  $w_{char}$ .

## Przypisanie niepewności wartości certyfikowanej

Niepewność wartości certyfikowanej została wyznaczona zgodnie z prawem propagacji niepewności [40 i 41]. Przy wyznaczaniu niepewności posłużono się równaniem pomiaru (zgodnie z 10.2 w [9]):

$$w_{CRM} = w_{char} + \delta_{hom} + \delta_{stab} \quad (21)$$

gdzie:

$\delta_{hom}$  – poprawka uwzględniająca błąd wynikający z niejednorodności,

$\delta_{stab}$  – poprawka uwzględniająca wpływ niestabilności w warunkach przechowywania,

$$u(w_{CRM}) = \sqrt{u^2(w_{char}) + u^2(\delta_{hom}) + u^2(\delta_{stab})} \quad (22)$$

co również można zapisać w postaci (zgodnie z 10.2 w [9]):

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{hom}^2 + u_{stab}^2} \quad (23)$$

gdzie:

$u(w_{char})$  lub  $u_{char}$  – niepewność standardowa wartości ułamka masowego etanolu w roztworze sporządzonym metodą wagową,

$u(\delta_{hom})$  lub  $u_{hom}$  – składowa niepewności określona w wyniku oceny jednorodności,

$u(\delta_{\text{stab}})$  lub  $u_{\text{stab}}$  – składowa niepewności określona w wyniku oceny stabilności.

W całym zakresie zawartości etanolu przyjęto wartości niepewności:

$$u_{\text{CRM}} = \max(0,001 \cdot w_{\text{CRM}}; 0,00024) \text{ g/kg} \quad (24)$$

Niepewność rozszerzoną przy prawdopodobieństwie rozszerzenia ok. 95 % i współczynnika rozszerzenia  $k = 2$  oblicza się ze wzoru:

$$U_{\text{CRM}} = k \cdot u_{\text{CRM}} \quad (25)$$

W tab. 10 podano wartości składowych niepewności, wyznaczoną niepewność standardową złożoną i niepewność rozszerzoną dla 4 poziomów zawartości etanolu. Osiągnięta względna niepewność rozszerzona w zakresie

od 0,258 8 g/kg do 5,050 6 g/kg wynosi  $\leq 0,2 \%$ , czyli jest znacząco niższa niż wymagana w tab. 1.

Dla porównania w tab. 11 zestawiono zdolności pomiarowe instytucji metrologicznych posiadających wpisy CMC dla CRM etanolu w bazie porównań kluczowych Międzynarodowego Biura Miar. Jak widać jedynie BAM uzyskał wpis CMC w KCDB, o niższej niepewności, ale tylko dla jednego poziomu zawartości etanolu. Wiele CMC nie spełnia wymagań przedstawionych dla niepewności docelowej w tab. 1. Ponadto, albo objętości nie są odpowiednie do stosowania w symulatorach, albo mimo wpisów w KCDB próżno ich szukać w obecnej ofercie NMI. Na tym tle uzyskana względna niepewność rozszerzona na poziomie 0,2 % jest dobrym osiągnięciem.

Tab. 10. Wyznaczone niepewności wartości certyfikowanych

w (g/kg)	Niepewność względna (%)					Niepewność (g/kg)				
	$u_{\text{char}}$	$u_{\text{hom}}$	$u_{\text{LTS}}$	$u_{\text{CRM}}$	$U_{\text{CRM}} (k=2)$	$u_{\text{char}}$	$u_{\text{hom}}$	$u_{\text{LTS}}$	$u_{\text{CRM}}$	$U_{\text{CRM}} (k=2)$
0,258 8	0,056	0,035	0,064	0,092	<b>0,18</b>	0,000 14	0,000 091	0,000 17	0,000 24	<b>0,000 48</b>
0,647 0	0,056	0,037	0,026	0,072	<b>0,14</b>	0,000 36	0,000 24	0,000 17	0,000 47	<b>0,000 93</b>
1,035 2	0,056	0,055	0,022	0,082	<b>0,16</b>	0,000 58	0,000 57	0,000 23	0,000 85	<b>0,001 7</b>
5,050 6	0,056	0,068	0,034	0,095	<b>0,19</b>	0,002 83	0,003 4	0,001 7	0,004 8	<b>0,009 6</b>

Tab. 11. Zdolności pomiarowe NMI/DI dla CRM etanolu w KCDB BIPM

NMI/DI	Ułamek masowy (g/kg)	Względna niepewność rozszerzona (%)	Objętość (L)	Identyfikacja
Niemcy, BAM	1,02 do 1,04	0,1	4,15	BAM-K001
Peru, INCAL	0,5 do 5	1 do 3	0,5	MRC 018, MRC 019, MRC 029, MRC 030, MRC 031
Brazylia, INMETRO	0,5 do 5	1,4	0,5	CRM MRC01
Egipt, NIS	0,2 do 5	0,7 do 1,8	b. d.	NIS-CRM-ORG-01, NIS-CRM-ORG-02
RPA, NMISA	0,05 do 5	1 do 7	0,05; 0,5 i 1	NML-ORG-001
Argentyna, INTI	0,2 do 5	1 do 1,6	b. d.	b. d.
UK, LGC	0,20 do 2,00	0,3 do 3	0,025; 0,050	ERM AC401, AC402 AC403, AC409
Chiny, NIM	0,8	3	b. d.	BW3449
Francja, LNE	0,13 do 8	0,8 to 3,3	1 i 5	b. d.
Australia, NMIA	0,6 do 5	1	0,5	ETOH-YY-01, -02, -03, -04, -05
Rosja, VNIIM	0,1 do 6	0,5	b. d.	PRM SRM 07.22.001
USA, NIST	0,2 do 3	0,8 do 4	1,2 ml	SRM 2891, SRM 2892, SRM 2893, SRM 2894, SRM 2895, SRM 2896, SRM 1828

## Spójność pomiarowa wartości certyfikowanej

Spójność pomiarowa jest warunkiem zapewnienia porównywalności wyników pomiarów [9]. Norma [6] wymaga, aby przy produkcji CRM była ustanowiona spójność pomiarowa wartości certyfikowanych zgodnie z wymaganiami normy ISO/IEC 17025 [43], a producent RM (RMP) przedstawił dowody jej zapewnienia. RMP może ją zapewnić stosując zwalidowane procedury pomiarowe, wzorcowane wyposażenie pomiarowe i zapewniając właściwe warunki lub poprzez weryfikację z użyciem materiału o znanej wartości [9].

Spójność pomiarowa jest *właściwością wyniku pomiaru, przy której wynik może być powiązany z odniesieniem*. Odniesieniem może być definicja jednostki miary poprzez jej praktyczną realizację, procedura pomiarowa zawierająca jednostkę miary lub wzorzec pomiarowy [44]. Certyfikowana wartość wielkości i jej niepewność są kombinacją wyników wielu pomiarów, które powinny spełniać wymagania odnośnie spójności pomiarowej. Sposób formułowania deklaracji nt. spójności pomiarowej wartości certyfikowanej zależy od typu menzurandu i podejścia zastosowanego do certyfikacji [45 i 46].

W przypadku omawianych CRM etanolu zapewniona jest spójność pomiarowa poprzez odniesienie do państwowego wzorca masy (przez zastosowanie wzorcowanych w GUM wag lub wzorców masy) oraz do państwowego wzorca gęstości (przez zastosowanie wzorcowanego w GUM gęstościomierza oscylacyjnego).

## Podsumowanie

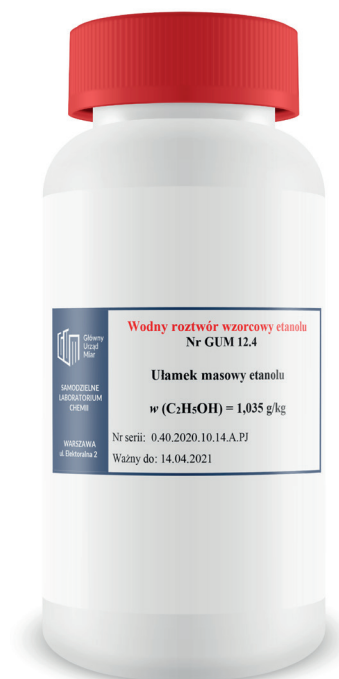
Przedstawiono rezultaty uzyskane przez GUM w ramach uczestnictwa w projekcie 16RPT02 EMPIR ALCOREF. Założone cele zostały osiągnięte. Potwierdzono przydatność metody, opartej na pomiarze gęstości do określania czystości etanolu, z użyciem międzynarodowych tablic alkoholometrycznych [25]. Mimo stwierdzenia niewielkiego ujemnego błędu systematycznego dla tej metody, nie podważa to jej przydatności, co potwierdził wynik uzyskany w porównaniu międzylaboratoryjnym dla uczestników projektu.

Wybrana strategia charakteryzowania na podstawie wagowego przygotowania RM zapewnia spójność pomiarową wartości certyfikowanej. W ramach kampanii certyfikacyjnej wykonano badania jednorodności i stabilności materiału. Wyniki oceny jednorodności potwierdziły, że nie ma znaczącej niejednorodności między opakowaniami jednostkowymi (butelkami). Wyznaczone wartości składowej niepewności przypisanej niejednorodności między butelkami spełniają założone kryteria i zostały uwzględnione w budżecie niepewności wartości certyfikowanych. Wyniki badania stabilności

krótkoterminowej potwierdziły, że warunki transportu nie mają wpływu na wartość certyfikowaną w ciągu czterech tygodni, więc nie jest wymagane zwiększenie niepewności wartości certyfikowanych. Jako najdłuższy dopuszczalny okres transportu RM przyjęto dwa tygodnie. Wyniki badania stabilności długoterminowej potwierdziły, że nie ma znaczącej niestabilności spowodowanej warunkami przechowywania przez okres 12 miesięcy. Zdecydowano o sześciomiesięcznym okresie ważności świadectwa CRM, składowa niepewności związana z niestabilnością podczas przechowywania została wyznaczona dla tego okresu i uwzględniona w budżecie niepewności wartości certyfikowanej.

Niepewność wartości certyfikowanej została wyznaczona z uwzględnieniem trzech podstawowych składowych. Wartość niepewności spełnia kryteria ustanowione dla niepewności docelowej. Kompetencje w zakresie wytwarzania i przypisywania wartości właściwości CRM zostały potwierdzone wynikiem uzyskanym w porównaniu EURAMET QM-S13, a kompetencje do oznaczania etanolu w roztworach wodnych wynikiem uzyskanym w porównaniu EURAMET QM-S14. Stanowią one podstawę umożliwiającą wnioskowanie o uzyskanie wpisów CMC w KCDB BIPM.

Opracowane materiały odniesienia są odpowiednie do przewidywanego zastosowania. W rezultacie udziału GUM w projekcie oferta GUM została rozszerzona o nowe certyfikowane materiały odniesienia, wodne roztwory wzorcowe etanolu.



Rys. 14. Opakowanie z etykietą CRM



## Bibliografia

- [1] Symon E.: Wypadki drogowe w Polsce w 2019 roku. Komenda Główna Policji, Biuro Ruchu Drogowego, 2020.
- [2] Dubowski K. M.: Breath-Alcohol Simulators, Scientific Basis and Actual Performance. *J. Anal. Toxicol.* vol. 3 (1979), s. 177-182.
- [3] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E.: Wzorcownie analizatorów wydechu. *Biuletyn GUM* nr 2 (2018), s. 16-25.
- [4] OIML R126:2012 International Recommendations. Evidential breath analyzers.
- [5] European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) <https://www.euramet.org/research-innovation/research-empir/> (dostęp: 30.10.2020).
- [6] PN-EN ISO 17034:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji producentów materiałów odniesienia.
- [7] ISO Guide 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions.
- [8] PKN-ISO Guide 31:2018-02 Materiały odniesienia – Zawartość certyfikatów, etykiet i dokumentacji towarzyszącej.
- [9] PKN-ISO Guide 35:2018-02 Materiały odniesienia – Wytyczne dotyczące charakteryzowania oraz oceny jednorodności i stabilności.
- [10] Postępowanie przy wytwarzaniu certyfikowanych materiałów odniesienia – etanolu w roztworze wodnym (IP1-EBA), GUM, 2019.
- [11] Postępowanie przy certyfikacji materiałów odniesienia etanolu w roztworze wodnym (IP2-EBA), GUM, 2019.
- [12] Oznaczanie etanolu w dwuskładnikowych roztworach wodnych z zastosowaniem analizatora wydechu (IW3-EBA), GUM 2020.
- [13] Oznaczanie etanolu w dwuskładnikowych roztworach wodnych na podstawie pomiaru gęstości (IW4-EBA), GUM 2020.
- [14] Janko P., Kordulasiński R., Wasilewska J., Lenard E.: Wodne roztwory wzorcowe etanolu do wzorcowania analizatorów wydechu sporządzane metodą wagową. *Biuletyn GUM* nr 3-4 (2017), s. 17-27.
- [15] Janko P.: Udział Głównego Urzędu Miar w projekcie badawczym 16RPT02 ALCOREF „Certyfikowane materiały odniesienia etanolu w wodzie” w Ramach Europejskiego Programu EMPIR. 8 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 22-24.11. 2017, Mory.
- [16] Janko P.: Certyfikowane materiały odniesienia etanolu w wodzie – planowane rozszerzenie oferty GUM (udział w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF). Pierwsza krajowa konferencja nt. materiałów odniesienia RM'19, 29.06.2019, Warszawa.
- [17] Janko P.: Certyfikacja nowych materiałów odniesienia – wodnych roztworów etanolu do badania i wzorcowania analizatorów wydechu (projekt EMPIR 16RPT02 ALCOREF). Pierwsza krajowa konferencja nt. materiałów odniesienia RM'19, 29.06.2019, Warszawa.
- [18] Janko P., Malejczyk E., Nawotka M.: Opracowanie nowych certyfikowanych materiałów odniesienia – wodnych roztworów wzorcowych etanolu. Rezultaty udziału GUM w projekcie EMPIR 16RPT02 ALCOREF. 9 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 20-22.11.2019, Mory.
- [19] Malejczyk E., Janko P., Karasiński J., Torres Elguera J. C.: Ocena jednorodności i stabilności w procesie certyfikacji wodnych wzorców etanolowych. 9 Konferencja Jakość w Chemii Analitycznej, 20-22.11.2019, Mory.
- [20] Janko P.: EMPIR project 16RPT02 ALCOREF „Certified forensic alcohol reference materials”. OIML TC17/SC7 Breath Alcohol Analyzers Meeting, 16.02.2018, Warszawa.
- [21] Janko, P.: Budowa układu konfekcjonowania certyfikowanych materiałów odniesienia w postaci wodnych roztworów etanolu do opakowań jednostkowych. *Biuletyn GUM* nr 2 (2019), s. 17-23.
- [22] Ustawa z dnia 26 października 1982r. o wychowaniu w trzeźwości i przeciwdziałaniu alkoholizmowi (Dz. U. 1982 Nr 35 poz. 230 z. późn. zm., tekst jednolity Dz. U. z 2019 r. poz. 2277).
- [23] PN-EN ISO 3696:1999 Woda stosowana w laboratoriach analitycznych – Wymagania i metody badań.
- [24] Janko, P.: Budowa układu dozowania roztworów etanolu (CRM) do opakowań jednostkowych., Sprawozdanie z Pracy Badawczo-Rozwojowej, GUM, 2019.
- [25] Rozporządzenie Ministra Gospodarki z dnia 25 maja 2006 r. w sprawie liczbowych danych odniesienia dla mieszanin alkoholu etylowego i wody. Dz. U. nr 106 poz. 716, 2006. OIML R22:1975 International Alcoholometric Tables.
- [26] Janko P., Nawotka M.: Budowa komory rękawicowej (suchej komory). Sprawozdanie z Pracy Badawczo-Rozwojowej, GUM 2018.
- [27] ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.
- [28] Report on the comparison of ethanol purity between partners and other NMIs/DIs using methods developed in the project. EMPIR 16RPT02 ALCOREF Project deliverable D5, LNE, 2019.

- [29] Kordulasiński R., Wasilewska J., Kolasiński P., Lenard E., Janko, P., Ochman, G.: The measuring facilities for breath analyzers testing in Poland. *OIML Bulletin* vol. LVII (2016), s. 12-15.
- [30] Linsinger T. P. J., Botha A.: Principles for the characterization and the value assignment of the candidate reference material in the new ISO Guide 35:2017. *Accred. Qual. Assur.* vol. 24 (2019), s. 157-161.
- [31] Lalere B. i in.: EURAMET.QM-S13: Comparison of value assigned forensic alcohol in water reference materials. Track A Model 2 Key Comparison. Report Draft A, September 2020.
- [32] Duewer D. L., Gasca-Aragon H., Lippa K. A., Toman, B.: Experimental design and data evaluation considerations, for comparisons of reference materials". *Accred. Qual. Assur.* vol. 17 (2012), s. 567-588.
- [33] Toman B. Duewer D. L., Gasca-Aragon, H., Guenther, F. R., Rhoderick G. C.: A Bayesian approach to the evaluation of comparisons of individually value assigned reference materials. *Anal. Bioanal. Chem.* vol. 403 (2012), s. 537-548.
- [34] Hein S., Philipp R., Duewer D. L., Gasca-Aragon H., Lippa K. A., Toman, B.: Final report on CCQM-K79: Comparison of value-assigned CRMs and PT materials: Ethanol in aqueous matrix. *Metrologia* vol. 50 (2013), 08005.
- [35] Philipp R.: EURAMET.QM-S14: Measurement capabilities for the quantification of ethanol in water. Preliminary summary of results, January 2020.
- [36] Dubowski K. M., Goodson E. E., Sample M.: Storage stability of simulator ethanol solutions for vapor-alcohol control tests in breath-alcohol analysis. *J. Anal. Toxicol.*, vol. 26 (2002), s. 406-410.
- [37] Chow B. L. C., Wigmore J. G.: Qn Stability of Aqueous Alcohol Standard used in Breath Alcohol Testing after Twenty-Six Years Storage. *Can. Soc. Forensic Sci. J.*, vol. 38 (2005), s. 21-24.
- [38] de Souza V., Rodrigues J. M., Cunha Bandeira R. D. da C., das Neves Valente L. A., Barreto Sousa M. V., da Silva V. F., Lemos da Silva R. A.: Evaluation of the stability of ethanol in water certified reference material: measurement uncertainty under transport and storage conditions. *Accred. Qual. Assur.* vol. 12 (2008), 717-721.
- [39] Kucmanic J.: Long-Term Stability of Ethanol Solutions for Breath-Alcohol Tests. *J. Anal. Toxicol.* vol. 33 (2009), s. 328-331.
- [40] JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [41] Dokument EA-4/02 M:2013 Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu.
- [42] KCDB <https://www.bipm.org/kcdb/> (dostęp: 30.10.2020).
- [43] PN-EN ISO/IEC17025:2018-02 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- [44] PKN-ISO/IEC Guide 99:2010 Międzynarodowy słownik metrologii – Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM).
- [45] ISO/TR 16476:2016 TECHNICAL REPORT Reference materials – Establishing and expressing metrological traceability of quality values assigned to reference materials.
- [46] Koeber, R., Linsinger, T. P. J., Emons, H.: An approach for more precise statements of metrological traceability on reference material certificates. *Accred. Qual. Assur.* vol. 15 (2010), s. 255-262.

## Podziękowania

Autorzy składają podziękowania dr Rosemarie Philipp z BAM za udostępnienie CRM produkcji BAM oraz za wykonanie analiz techniką GC-FID przygotowanych w GUM roztworów RM oraz dr Jakubowi Karasińskiemu i dr Julio Torresowi z zespołu prof. dr hab. Ewy Bulskiej z CNBCh UW za wykonanie analiz techniką GC-MS.

Projekt ALCOREF jest finansowany z Programu EMPIR współfinansowanego przez kraje członkowskie oraz z Programu Ramowego Unii Europejskiej na rzecz Badań i Rozwoju „HORYZONT 2020”.



The EMPIR initiative is co-funded by the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme and the EMPIR Participating States



**Piotr Janko**

Główny metrolog w Pracowni Wzorców Fizykochemicznych Samodzielnego Laboratorium Chemii. Absolwent Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, kierunek Chemia Podstawowa i Stosowana. Dziedziny pomiarowe którymi się zajmuje w GUM: analizatory wydechu (przyrządy do pomiaru stężenia masowego alkoholu w wydychanym powietrzu) - wzorcowanie, produkcja certyfikowanych materiałów odniesienia, organizacja porównań międzylaboratoryjnych; gęstość; objętość statyczna. Główny wykonawca w GUM w projekcie EMPIR 16RPTALCOREF "Certified forensic ethanol reference materials".



**Ewa Malejczyk**

Absolwentka kierunków Technologia Chemiczna Politechniki Warszawskiej oraz Ochrona Środowiska Uniwersytetu Kardynała Stefana Wyszyńskiego w Warszawie, ukończyła Studium Podyplomowe w zakresie Metrologii Chemicznej na Uniwersytecie Warszawskim. Obecnie główny metrolog w Pracowni Wzorców Fizykochemicznych Samodzielnego Laboratorium Chemii w Głównym Urzędzie Miar. Specjalizuje się w pomiarach gęstości i objętości statycznej. Odyła szkolenia w Narodowych Instytutach Metrologicznych w IPQ w Portugalii oraz w PTB w Niemczech. Obecnie uczestniczy w dwóch międzynarodowych projektach badawczych EMPIR: 16RPT02 AlcoRef „Certified forensic alcohol reference materials” oraz 17RPT02 rhoLiq „Establishing traceability for liquid density measurements”.



**Michał Nawotka**

Absolwent Wydziału Elektroniki i Telekomunikacji Wojskowej Akademii Technicznej, specjalność Systemy Informacyjno-Pomiarowe. Na co dzień zajmuje się tworzeniem oprogramowania kontrolno-pomiarowego w środowisku LabView dla stanowisk pomiarowych oraz prototypowaniem elementów z wykorzystaniem technologii druku 3D. Bierze udział w projektach Europejskich AlcoREF, RhoLIQ i AdOSSIG w ramach programu EMPIR. Interesuje się elektroniką, programowaniem systemów EMBEDDED i fotografią.



# Przekształcenie wskazania analogowego przyrządu pomiarowego na postać cyfrową

Converting the indication of an analog measuring instrument to a digital form

Dariusz Luśtyk  
Główny Urząd Miar

W artykule przedstawiono sposób wyodrębnienia obrazu podzielnego analogowego przyrządu pomiarowego uzyskanego z kamery oraz metodę przetwarzania jego wskazania na postać cyfrową z zastosowaniem perceptronu wielowarstwowego. W pracy przedstawiono wyniki skuteczności odczytu wskazań analogowych z wykorzystaniem programu implementującego proponowaną metodę.

The article presents a method of extracting the image of an analog measuring instrument scale obtained from a camera, and the method of its processing into a digital form of an indication using a multilayer perceptron. The paper presents the results of the effectiveness of reading analog indication with the use of a program implementing the proposed method.

**Słowa kluczowe:** analogowy przyrząd pomiarowy, wskazanie cyfrowe, perceptron wielowarstwowy, operator Sobela

**Keywords:** analog measuring instrument, digital indication, multilayer perceptron, Sobel operator

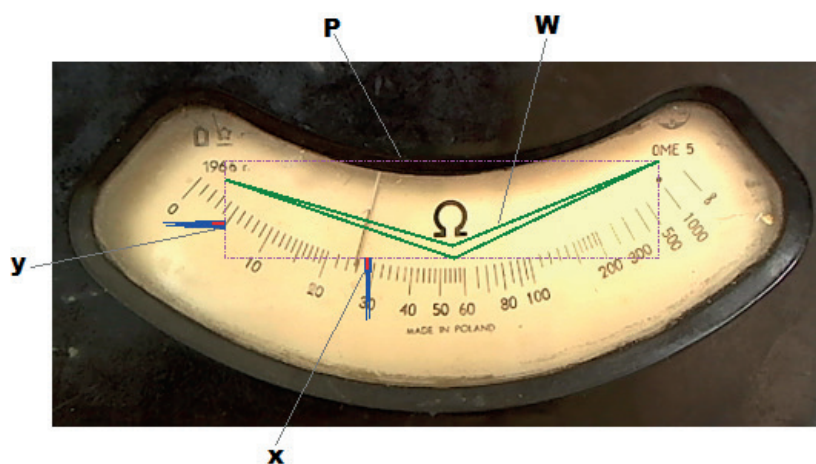
## Wprowadzenie

Analogowe przyrządy pomiarowe na ogół nie umożliwiają odczytu wskazania w postaci cyfrowej. Kąt obrotu lub współrzędne wybranego punktu wskazówki przyrządu są nieliniową i nieznaną funkcją, co wynika z charakterystyki czujnika przyrządu, wzajemnego położenia przyrządu i kamery czy zniekształcenia obrazu przez kamerę.

Odczyt wskazań analogowych na stanowisku wyposażonym w kamerę i oprogramowanie możliwy jest po wyodrębnieniu obrazu podzielnego przyrządu, następnie lokalizacji wskazówki i zamianie jej pozycji na postać cyfrową. W rozwiązaniu proponuje się wykorzystanie sieci neuronowej typu *wielowarstwowy perceptron*, uczącej się na ograniczonej liczbie wskazań analogowych.

## Wyodrębnienie obrazu podzielnego

Obraz przyrządu, podlegający analizie, ograniczony jest do niezbędnego obszaru podzielnego, obejmującego założony zakres położenia wskazówki. Na rys. 1 przedstawiono obszar analizy graficznej ograniczony do wielokąta *W*.



Rys. 1. Obszar analizy graficznej wyznaczenia położenia wskazówki na obrazie podzielnego

W ogólnym przypadku wielokąt *W* może być nieregularny, niewypukły, z liczbą krawędzi zależną od kształtu podzielnego i występujących na niej elementów graficznych. Istotne jest, aby wewnątrz wielokąta *W* było jednorodne, co do koloru, tło z widoczną wskazówką przyrządu pomiarowego lub jej fragmentem, z pominięciem symboli graficznych występujących na podzielnym.

Początek układu współrzędnych, w którym określa się położenie wskazówki, znajduje się w lewym dolnym rogu prostokąta  $P$ , opisanego na wielokącie  $W$ .

### Lokalizacja wskazówki przyrządu

Wskazanie reprezentuje położenie wskazówki, która kontrastuje na tle wyodrębnionego obrazu podzielnicy. Analiza oparta jest na badaniu gradientów luminacji w otoczeniu wszystkich pikseli zawartych w wielokącie  $W$ . Umożliwia identyfikację tych, które rejestrują największe zmiany luminacji, a na wyodrębnionym obrazie powinny dotyczyć krawędzi wskazówki. W implementacji programowej do wykrywania krawędzi wykorzystano operator Sobela.

W celu określenia pozycji wskazówki w układzie  $X$ - $Y$  istotne są przyrosty luminacji wewnątrz wielokąta  $W$ . W związku z tym składowe tablice gradientów luminacji są zerowane dla pikseli, które znajdują się poza obszarem  $W$ . Sprawdzenie przynależności każdego piksela, występującego w prostokącie  $P$ , do wnętrza wielokąta  $W$  realizuje odrębna funkcja, która bada liczbę punktów wspólnych półprostej, zaczynającej się w pikselu i poprowadzonej w dowolnym kierunku, z bokami wielokąta  $W$ . Nieparzysta liczba punktów wspólnych świadczy o przynależności piksela do wnętrza  $W$ .

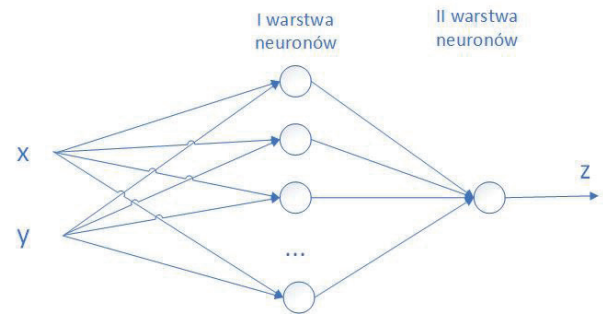
Pozycja wskazówki obliczana jest na podstawie sumy gradientów luminacji (SGL) pikseli zawartych wewnątrz wielokąta  $W$  na kierunkach prostopadłych do osi  $X$  i  $Y$ . Współrzędne występowania maksimum SGL na osiach  $X$ ,  $Y$  określają pozycję wskazówki. Charakterystyki SGL, przedstawione na rys. 1 w kolorze niebieskim, osiągają największą wartość na odciętej i rzędnej w miejscach oznaczonych czerwonymi kreskami. W przyrządzie, którego wskazówka zmienia swoją pozycję w pionie, istotna jest SGL w kierunku osi rzędnych.

W obrazach występuje niepożądany efekt powstania niezerowego gradientu luminacji wewnątrz wielokąta  $W$ , poza krawędziami wskazówki, spowodowany zmiennym natężeniem i kątem padania światła na podzielnicy przez przezroczysty wizjer. W związku z tym, wielokąt  $W$  powinien być tak usytuowany i ukształtowany, aby obejmował założony zakres zmian pozycji wskazówki i jednocześnie względnie małą liczbę pikseli w wielokącie  $W$ . W implementacji programowej algorytm SGL uwzględnia piksele, które reprezentują przyrost luminacji na poziomie wyższym od określonej wartości granicznej.

Współrzędne pozycji wskazówki są średnią arytmetyczną kilku ostatnich pozycji maksimum SGL na osiach  $X$  i  $Y$ , obliczanych z częstotliwością kilkunastu na sekundę.

### Przetwarzanie pozycji wskazówki na postać cyfrową

Pozycja wskazówki przyrządu jest argumentem nieliniowej i nieznannej funkcji. W celu określenia postaci tej funkcji, na podstawie ograniczonego zbioru wskazań analogowych, wykorzystano sieć neuronową typu wielowarstwowy perceptron, schematycznie przedstawioną na rys. 2.



Rys. 2. Wielowarstwowy perceptron

Na potrzeby aproksymacji wskazania analogowego, zależnego od położenia wskazówki, zbudowano dwuwarstwowy perceptron, w którym pierwsza warstwa zawiera kilkanaście neuronów, a druga tylko jeden. Do sieci dochodzą dwa sygnały  $x$  i  $y$ , a wychodzi jeden  $z$ .

Sygnały wyjściowe neuronów warstwy poprzedniej są sygnałami wejściowymi wszystkich neuronów warstwy następnej. Położenie wskazówki określają współrzędne  $x$ ,  $y$  występowania maksimum SGL – są to sygnały wejściowe sieci. Jeśli podczas pomiaru kąt obrotu wskazówki nie przekracza  $180^\circ$ , wystarczy jeden sygnał wejściowy sieci  $x$  lub  $y$ .

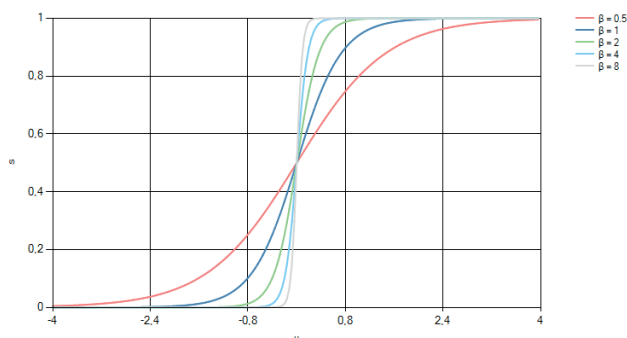
Każdy neuron realizuje przetwarzanie oparte na sigmoidalnej unipolarnej funkcji aktywacji  $s(u)$ , której argumentem  $u$  jest iloczyn skalarny wag synaptycznych i sygnałów wejściowych, pomnożony przez współczynnik kształtu funkcji:

$$s(u) = \frac{1}{1 + e^{-u}} \quad (1)$$

$$u = \beta \left[ \left( \sum_{i=1}^N w_i x_i \right) + w_0 \right] \quad (2)$$

gdzie:  $\beta$  – współczynnik kształtu funkcji,  $w_i$  –  $i$ -ta waga synaptyczna neuronu,  $N$  – liczba sygnałów wejściowych neuronu,  $x_i$  –  $i$  ty sygnał wejściowy neuronu,  $w_0$  – waga synaptyczna dodatkowego sygnału wejściowego o wartości 1.

Przebiegi sigmoidalnej unipolarnej funkcji aktywacji dla wybranych współczynników  $\beta$  przedstawia rys. 3.



Rys. 3. Sigmoidalna unipolarna funkcja dla wybranych współczynników  $\beta$

Proces uczenia sieci realizuje algorytm propagacji wstecznej błędów (back propagation), szeroko opisywany w literaturze sztucznych sieci neuronowych. Uczenie oznacza sekwencyjną modyfikację wag synaptycznych podczas wielokrotnej prezentacji wszystkich przykładów uczących – danych wejściowych i wyjściowych. W uczeniu zastosowano model z tzw. momentem  $\mu$  – składową w zakresie wartości od 0 do 1 w formule modyfikacji wag, która ułatwia osiągnięcie najmniejszego błędów sieci o określonej architekturze, funkcji aktywacji i danych uczących. Trening poprzedza inicjalizacja wag neuronów przy użyciu rozkładu Bottou.

Dane treningowe podlegają skalowaniu i translacji, ponieważ funkcje aktywacji, z racji swojego charakteru, nie osiągają wartości maksymalnych. Dla sigmoidalnej unipolarnej funkcji aktywacji, opisanej formułami (1) i (2), można przyjąć, dla sygnału wyjściowego sieci, zakres wartości od 0,1 do 0,9.

Tempo treningu zależy od współczynnika szybkości uczenia  $\eta$  przyjmowanym w zakresie od 0,001 do 0,05, przy czym mniejsze wartości wymagają większej liczby prezentacji przykładów uczących, wydłużając czas uczenia przy wyższym prawdopodobieństwie osiągnięcia minimum błędów.

Trening przeprowadzany jest kilkakrotnie dla ustalonych parametrów sieci. Losowe wartości początkowe wag mogą prowadzić do osiągnięcia różnych błędów sieci. W celu uzyskania minimum błędów sieci dobiera się liczbę neuronów i współczynniki  $\beta$ ,  $\eta$ ,  $\mu$ , a także parametry skalowania i translacji sygnałów wejściowych i wyjściowych.

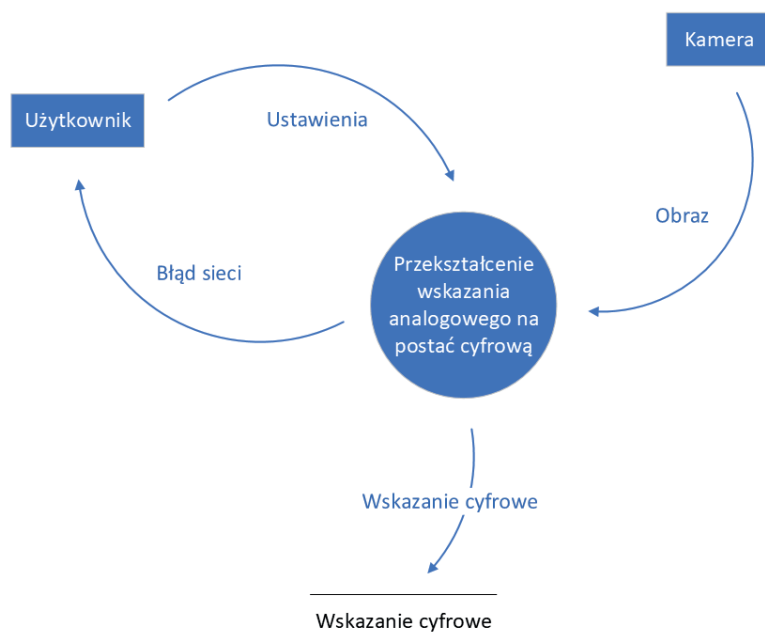
Uczenie powtarzane jest tak długo, aż osiągnięty zostanie dostatecznie mały błąd sieci.

W sytuacji, gdy dla różnych parametrów, sieć nie rozpoznaje sygnałów wejściowych z dostatecznie małym błędem, należy rozważyć przygotowanie bardziej reprezentatywnych danych treningowych lub zwiększyć ich liczbę. Trening jest zakończony, gdy średniokwadratowy błąd sieci, uzyskany na różnicach wartości sygnałów wyjściowych osiągniętych i wyjściowych oczekiwanych dla wszystkich przykładów uczących, jest mniejszy lub równy wartości akceptowalnego błędów. Efektem treningu są wyznaczone wagi neuronów.

Nauczona sieć reprezentuje przetwornik pozycji wskazówki przyrządu w układzie X-Y na cyfrową postać wskazania, w zastosowaniu tutaj opisywanym. Wartość wskazania, jako efekt rozpoznawania przez sieć sygnałów wejściowych, otrzymywana jest po skalowaniu i translacji odwrotnej sygnału wyjściowego.

## Implementacja metody

Metoda cyfrowego odczytu wskazania analogowego zrealizowana została w programie AnnRiami, którego działanie obrazują diagramy przepływu danych DFD. Rys. 4 przedstawia diagram kontekstu rozwiązania, w którym proces „Przekształcenie wskazania analogowego na postać cyfrową” odpowiedzialny jest za określenie krawędzi wielokąta W, filtra kolorów, parametrów perceptronu, jego trening oraz odczyty i rejestrację w postaci cyfrowej wskazania analogowego.



Rys. 4. Diagram kontekstu rozwiązania

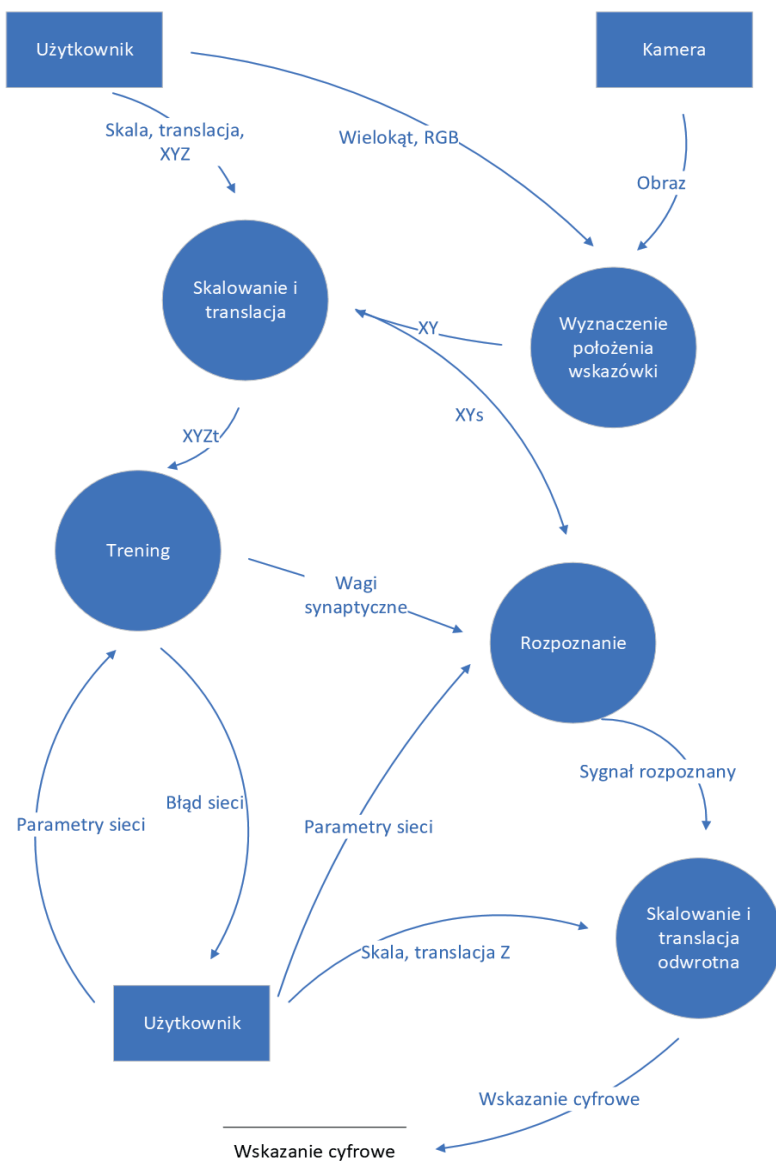


Proces wymienia dane z obiektami:

- „Użytkownik” – osoba sterująca procesem adaptacji perceptronu i inicjująca automatyczne odczyty wskazań,
  - „Kamera” – źródło obrazu podzielnego przyrzędu pomiarowego,
  - „Wskazanie cyfrowe” – postać cyfrowa wskazania.
- W diagramie kontekstu występują przepływy danych:
- „Obraz” – bitmapa obrazu z kamery, sekwencyjnie odświeżana, prezentowana w oknie aplikacji,
  - „Błąd sieci” – średniokwadratowy błąd perceptronu określony różnicą sygnałów wyjściowych otrzymanych i oczekiwanych, obliczony dla wszystkich przykładów treningowych,
  - „Ustawienia” obejmują:

- krawędzie wielokąta  $W$  ograniczającego obszar analizy obrazu podzielnego,
- składowe w kanałach: czerwonym, zielonym, niebieskim filtra kolorów obrazu,
- liczby sygnałów wejściowych, warstw i neuronów w warstwach,
- współczynniki:  $\beta, \eta, \mu,$
- parametry skalowania i translacji sygnałów wejściowych i wyjściowych sieci,
- przykłady treningowe – jeden przykład zawiera dwie współrzędne pozycji wskazówki i wartość wskazania.

Rys. 5 przedstawia dekompozycję DFD procesu „Przekształcenie wskazania analogowego na postać cyfrową”, który realizuje funkcję przetwarzania obrazu, treningu i eksploatacji sieci.



Rys. 5. Diagram dekompozycji procesu „Przekształcenie wskazania analogowego na postać cyfrową”

Proces „Wyznaczanie położenia wskazówki” realizuje filtrowanie kolorów zgodnych z kolorem wskazówki i określa pozycję wskazówki na podstawie obrazu ograniczonego do wielokąta  $W$ .

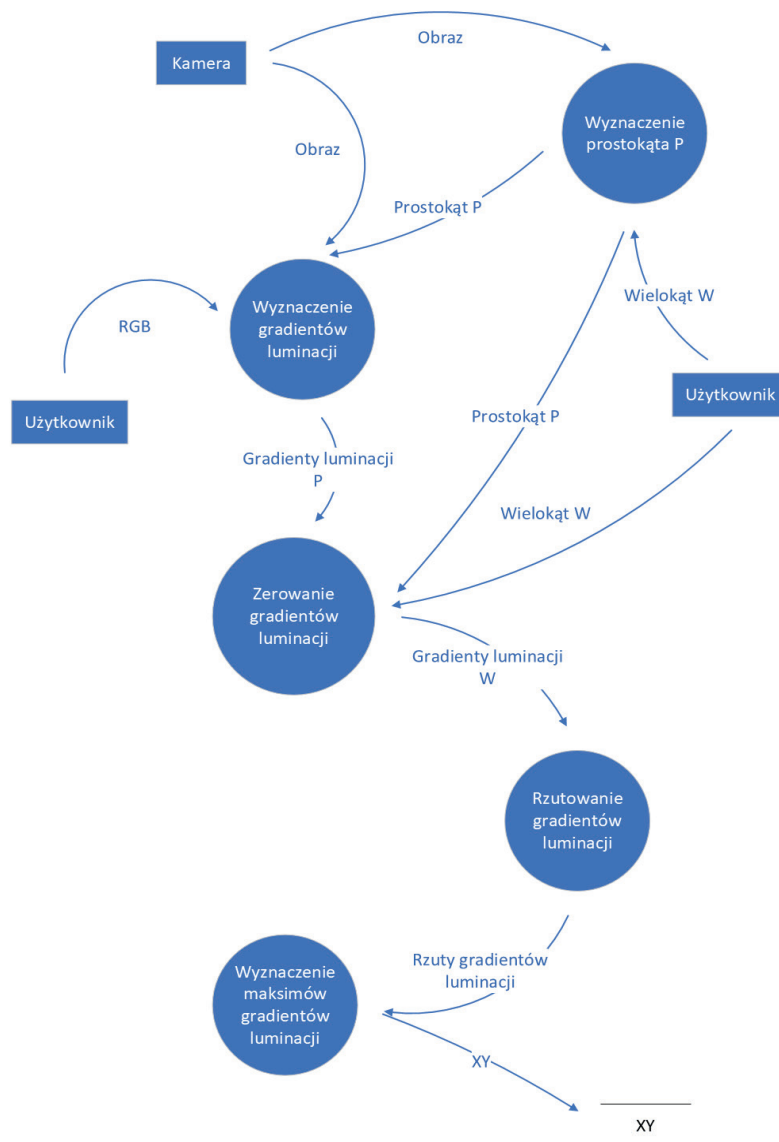
Proces „Skalowanie i Translacja” wykonuje skalowanie i translację sygnałów wejściowych i wyjściowych na potrzeby uczenia w procesie „Trening” oraz skalowanie i translację sygnałów wejściowych w procesie „Rozpoznanie”.

Proces „Trening” realizuje uczenie wielowarstwowego perceptronu metodą propagacji wstecznej błędów, z zastosowaniem współczynnika  $\mu$  w formule modyfikacji wag synaptycznych neuronów. Po każdej prezentacji wszystkich przykładów uczących obliczany jest i prezentowany na wykresie średniokwadratowy błąd sieci.

„Sygnał rozpoznany” jest aproksymacją funkcji zadanej w postaci przykładów uczących podczas treningu sieci, podlega przetworzeniu w procesie „Skalowanie i translacja odwrotna” na „Wskazanie cyfrowe” – wartość odczytu analogowego przedstawionego cyfrowo.

Wymiana danych następuje w przepływach wcześniej zdefiniowanych i niżej wymienionych:

- „Wielokąt, RGB” – współrzędne wielokąta  $W$  oraz trzy składowe filtra koloru wskazówki, każdy w zakresie wartości od 0 do 255 w kanałach: czerwonym, zielonym, niebieskim,
- „XY” – położenie wskazówki przyrządu w układzie X-Y z początkiem w lewej dolnej krawędzi prostokąta  $P$ ,
- „Skala, translacja, XYZ” – minimalne i maksymalne wartości sygnałów wejściowych i wyjściowych sieci,



Rys. 6. Diagram wyznaczenia położenia wskazówki

uwzględniające cechy funkcji aktywacji neuronów oraz zakres pomiaru,

- „XYZt” – dane treningowe (sygnały wejściowe i wyjściowy sieci) po skalowaniu i translacji,
- „Wagi synaptyczne” – wagi synaptyczne neuronów sieci,
- „XYs” – sygnał wejściowy sieci po skalowaniu i translacji,
- „Skala, translacja Z” – minimalne i maksymalne wartości sygnałów wyjściowych sieci,
- „Sygnał rozpoznany” – wartość rozpoznana przez sieć.

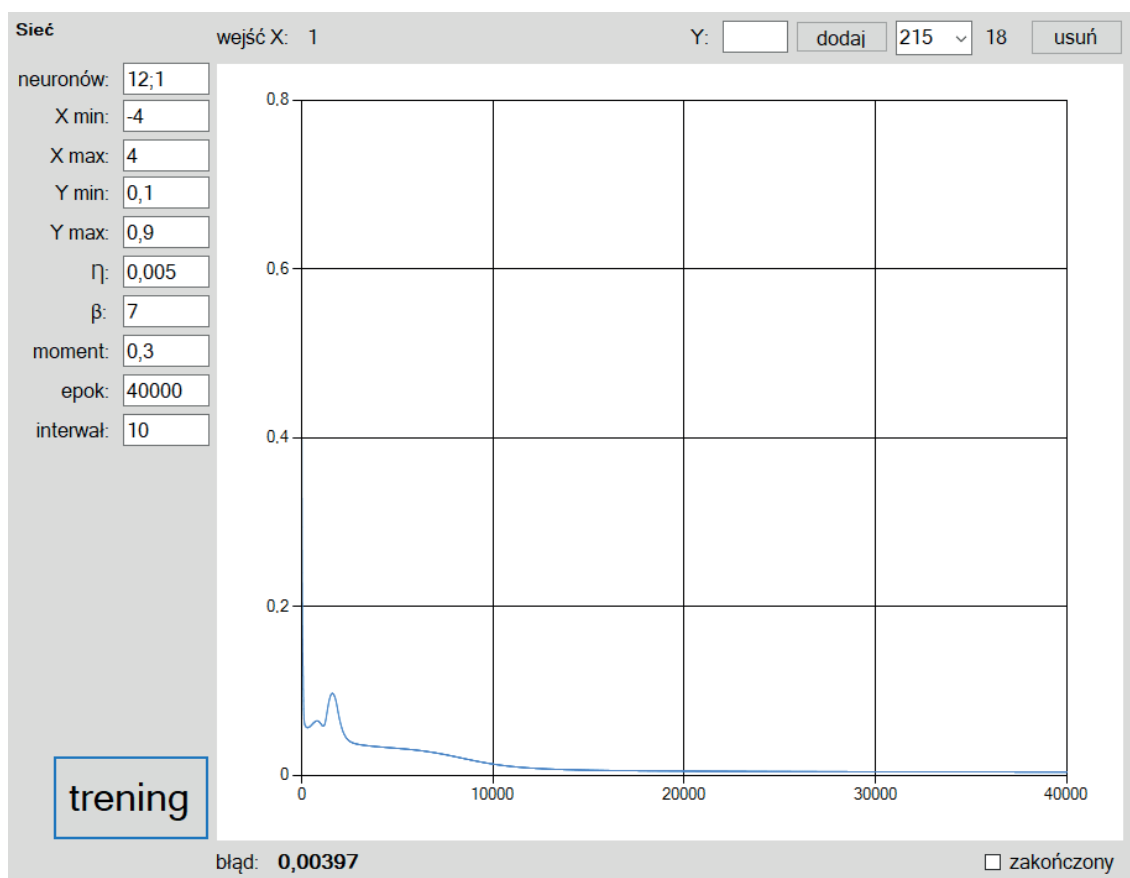
Proces „Wyznaczenie położenia wskazówki” dekomponuje się na procesy przedstawione w diagramie na rys. 6.

Na podstawie obrazu z kamery użytkownik określa liczbę i współrzędne węzłów wielokąta  $W$ , które w procesie „Wyznaczenie prostokąta  $P$ ” służą do określenia pozycji i rozmiarów prostokąta  $P$  opisanego na  $W$ . W procesie „Wyznaczenie gradientów luminacji” następuje generacja tablicy „Gradienty luminacji  $P$ ” w obszarze prostokąta  $P$  z użyciem operatora Sobela na obrazie

poddanym filtracji kolorów, zgodnym z kolorem wskazówki i zdefiniowanym przepływem „RGB”. Proces „Zerowanie gradientów luminacji”, na podstawie współrzędnych krawędzi prostokąta  $P$  i wielokąta  $W$ , przeprowadza zerowanie składowych tablicy „Gradienty luminacji  $P$ ” odpowiadających pikselom, które nie zawierają się w wielokącie  $W$ . W efekcie powstaje tablica „Gradienty luminacji  $W$ ”.

Proces „Rzutowanie gradientów luminacji” z wykorzystaniem tablicy „Gradienty luminacji  $W$ ” wykonuje obliczenia charakterystyk SGL na kierunkach  $X$  i  $Y$ , przy czym uwzględniane są tylko te piksele, które występują w wielokącie  $W$  i reprezentują przyrost luminacji większy od założonej granicznej wartości. Położenie wskazówki w układzie współrzędnych określają maksima charakterystyk SGL, określonych w procesie „Wyznaczenie maksimumów gradientów luminacji”. W diagramie występują przepływy danych:

- „Wielokąt  $W$ ” – współrzędne krawędzi wielokąta  $W$ ,
- „Prostokąt  $P$ ” – współrzędne krawędzi prostokąta  $P$ ,



■ Rys. 7. Przebieg błędu sieci w funkcji prezentacji przykładów uczących



- „RGB” – trzy składowe koloru w zakresie wartości od 0 do 255 w kanałach: czerwonym, zielonym, niebieskim,
- „Gradienty luminacji P” – tablica dwuwymiarowa, odpowiadająca rozmiarem liczbom pikseli w pionie i poziomie prostokąta  $P$ ,
- „Gradienty luminacji W” – tablica dwuwymiarowa, odpowiadająca rozmiarem liczbom pikseli w pionie i poziomie prostokąta  $P$ , zawierająca niezerowe gradienty luminacji tylko tych pikseli, które zawarte są wewnątrz wielokąta  $W$ ,
- „Rzuty gradientów luminacji” – dwie tablice wartości, reprezentujące charakterystyki rzutów gradientów luminacji na osie  $X$  i  $Y$ ,
- „XY” – współrzędne  $x$  i  $y$  występowania maksymalnych wartości charakterystyk rzutów gradientów luminacji, stanowiących pozycję wskazówki przyrządu.

### Skuteczność odczytów analogowych

W ramach oceny możliwości wykorzystania metody cyfrowego odczytu wskazań analogowych przeprowadzono porównanie wyników wskazań, uzyskanych analogowym omomierzem Mera (podzielnia na rys. 1) o klasie dokładności 1,5, z wynikami wskazań omomierza cyfrowego Vellman DVM892 o klasie dokładności 1,2. Program implementujący metodę współpracował z kamerą internetową Logitech HD 1080p.

Dane treningowe sieci, w których każdy przykład stanowił dwie wartości: sygnał wejściowy  $x$ , otrzymany z przekształcenia obrazu wskazań omomierza analogowego i dla tej samej rezystancji oraz sygnał wyjściowy  $z$ , jako wskazanie omomierza cyfrowego. W zakresie od  $3 \Omega$  do  $217 \Omega$  wykonano kilkanaście odczytów wskazań różnych rezystancji, stanowiących dane treningowe sieci zbudowanej z dwóch warstw neuronów. Pierwsza warstwa zawierała 12 neuronów, druga 1 neuron. Sygnały wejściowe podlegały skalowaniu i translacji w zakresie od  $-4,0$  do  $4,0$ , a wyjściowe w zakresie od  $0,1$  do  $0,9$  (współczynniki:  $\eta = 0,005$ ,  $\beta = 7$ ,  $\mu = 0,3$ ). Trening przeprowadzano kilka razy, każdorazowo użyto 40 000 prezentacji przykładów uczących, uzyskując najmniejszy błąd przetwarzania sieci o wartości 0,004. Przebieg błędu sieci w funkcji prezentacji przykładów uczących przedstawia rys. 7.

Po treningu przeprowadzono serię odczytów rezystancji omomierzem cyfrowym i analogowym z wykorzystaniem programu AnnRiami. W tab. 1. w kolumnie  $R_c$  zamieszczono wskazanie przyrządu cyfrowego, w kolumnie  $R_p$  wskazanie odczytane przez program, a w ostatniej kolumnie ich różnicę.

Tab. 1. Odczyt rezystancji omomierzem cyfrowym i przy użyciu programu AnnRiami

L.p.	$R_c$	$R_p$	$R_c - R_p$
1	3	4	-1
2	5	6	-1
3	13	12	1
4	14	13	1
5	18	19	-1
6	23	23	0
7	25	25	0
8	28	29	0
9	31	30	1
10	40	39	1
11	43	42	1
12	48	48	0
13	52	52	0
14	58	57	1
15	66	66	0
16	74	74	0
17	83	83	0
18	96	95	1
19	102	102	0
20	114	113	1
21	146	144	2
22	169	166	3
23	200	196	4
24	217	211	6

Średnia kwadratowa różnic wartości uzyskanych w odczycie omomierzem cyfrowym i przy użyciu programu wynosi 1,57. Największe wartości  $R_c - R_p$  występują w pobliżu górnej granicy zakresu pomiaru, gdzie określona zmiana kąta położenia wskazówki wskazuje znaczące przyrosty wartości względem zmian kąta położenia wskazówki w pobliżu dolnej granicy zakresu.

## Podsumowanie

Przekształcenie wskazań analogowych na cyfrową postać może przyczynić się do automatyzacji stanowisk pomiarowych, ponieważ redukuje czas odczytu, eliminuje wpływ człowieka na jego błąd i umożliwia automatyczne rejestrowanie wartości zmierzonych lub udostępnianie ich innym procesom.

Zaproponowana metoda odwołuje się do techniki przetwarzania opartej na zastosowaniu sztucznej sieci neuronowej. Można rozważać wykorzystanie rozwiązań sztucznej inteligencji w sterowaniu procesami na stanowiskach laboratoryjnych, gdzie istotna jest informacja o położeniu, kształcie, kolorze czy teksturze na obrazie.



**Dariusz Luśtyk**

Pracuje w Głównym Urzędzie Miar, w Laboratorium Wsparcia Przemysłu, w Pracowni Wsparcia Nowych Technologii. Ukończył jako mgr inż. Politechnikę Warszawską, Wydział Mechaniczny Energetyki i Lotnictwa, ze specjalnością lotnictwo. W Głównym Urzędzie Miar od 2012 r. realizuje zadania związane z tworzeniem oprogramowania i projektowaniem elementów konstrukcji stanowisk laboratoryjnych.

## Bibliografia

- [1] Tadeusiewicz R., Sieci neuronowe, Akademicka Oficyna Wydaw. RM, 1993.
- [2] Timoty Masters, Sieci neuronowe w praktyce, WNT Warszawa 1996.
- [3] Strona internetowa (<http://home.agh.edu.pl/~horzyk/lectures/biocyb/BIOCYBSieciNeuronowe.pdf>)
- [4] Strona internetowa ([https://www.cri.agh.edu.pl/uczelnia/tad/inteligencja\\_obliczeniowa/08%20-%20Uczenie%20-%20pogl%c4%85dowe.pdf](https://www.cri.agh.edu.pl/uczelnia/tad/inteligencja_obliczeniowa/08%20-%20Uczenie%20-%20pogl%c4%85dowe.pdf))
- [5] Strona internetowa ([http://wmii.uwm.edu.pl/~mario/jsmallfib\\_top/upload/wdgm/zestaw10.pdf](http://wmii.uwm.edu.pl/~mario/jsmallfib_top/upload/wdgm/zestaw10.pdf))
- [6] Strona internetowa (<http://books.icse.us.edu.pl/runestone/static/ai/SztuczneSieciNeuronowe/PodstawoweModeleSieciNeuronowych.html>)
- [7] Strona internetowa (<http://users.pja.edu.pl/~denisjuk/pko/wyklady/07-segmentation.pdf>)

# Badanie wyrobów aerozolowych w Laboratorium Badań Radiograficznych OUM w Warszawie

## Testing of aerosols in the Radiographic Research Laboratory at OUM Warsaw

Marcin Sawicki

Okręgowy Urząd Miar w Warszawie

W artykule przedstawiono powody utworzenia Laboratorium Badań Radiograficznych w Okręgowym Urzędzie Miar w Warszawie. Opisano metodę wyznaczania objętości wyrobów aerozolowych w oparciu o radiografię cyfrową z zastosowaniem promieniowania jonizującego. Zaprezentowano stanowisko pomiarowe wykorzystujące promieniowanie jonizujące oraz stanowisko pomiarowe do wzorcowania pojemników aerozolowych metodą wagową.

The article presents the reasons for the establishing the Radiographic Research Laboratory at the Regional Office of Measures in Warsaw. The method of evaluation the volume of aerosols based on digital radiography with the use of ionizing radiation is described. A measuring system using ionizing radiation and a measuring system for calibration of aerosol cans by weight method are presented.

**Słowa kluczowe:** radiografia cyfrowa, promieniowanie jonizujące, wzorcowanie metodą wagową  
**Keywords:** digital radiography, ionizing radiation, calibration by weight method

### Wprowadzenie

Wszyscy w codziennym życiu korzystamy z pianek do golenia, lakierów do włosów, dezodorantów i wielu innych rzeczy, które są w postaci aerozolu. Jeśli na opakowaniu takiego produktu jest oznaczenie jego objętości czy masy i objętości, to jest to już wyrób aerozolowy.

Jedynym laboratorium w Polsce, które potrafi sprawdzić, czy w wyrobie aerozolowym jest tyle „wyrobu”, ile powinno być, jest Laboratorium Badań Radiograficznych Okręgowego Urzędu Miar w Warszawie.

Obecnie wyroby aerozolowe produkowane są z różnych materiałów i w różnorodnych kształtach ze zmieniającym się upodobaniem i zapotrzebowaniem konsumenta. Różnorodność wyrobów aerozolowych jest olbrzymia, są one wykorzystywane w gospodarstwie domowym, przemyśle motoryzacyjnym oraz w lecznictwie i higienie osobistej. Aerozole podlegają specjalnym przepisom, w szczególności co do wymagań dotyczących zapewnienia bezpieczeństwa ich użytkowania. W rozumieniu obowiązującego prawa wyroby aerozolowe są towarem paczkowanym.

Zgodnie z ustawą o towarach paczkowanych z 2009 roku nadzorowi administracji miar podlega paczkowanie produktów, a w szczególności stosowany przez

paczkującego system kontroli wewnętrznej ilości towaru paczkowanego. W ramach tego nadzoru, właściwe terytorialnie organy administracji miar przeprowadzają kontrole w pomieszczeniach paczkującego, zlecającego paczkowanie, paczkującego na zlecenie, sprowadzającego lub importera w miejscu paczkowania lub składowania towarów paczkowanych, w celu stwierdzenia poprawności stosowanego systemu kontroli wewnętrznej ilości rzeczywistej towaru paczkowanego. Zatem w gestii organów administracji miar jest kontrola towarów paczkowanych.

Organy te przeprowadzają badania partii towaru paczkowanego z zastosowaniem wskazanej w ustawie o towarach paczkowanych metody referencyjnej. Badania próbek mogą być przeprowadzone w pomieszczeniach paczkującego, importera lub sprowadzającego, bądź w wyspecjalizowanych laboratoriach wskazanych przez organy administracji miar.

Obowiązujące przepisy w zakresie wyrobów aerozolowych określają, że ilość nominalna zawartości, deklarowana na wyrobie aerozolowym, powinna być wskazana w jednostkach masy i objętości albo tylko w jednostkach objętości.

## Badania wyrobów aerozolowych

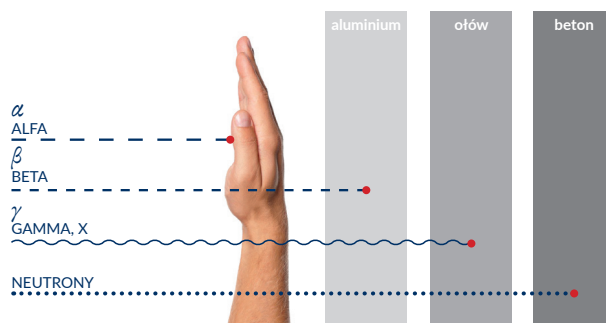
Podczas badań lub kontroli mogą występować następujące przypadki zależne od sposobu paczkowania i oznaczania wyrobu aerozolowego:

- przypadek deklarowanej przez producenta ilości nominalnej w jednostkach masy, wyznaczenie ilości rzeczywistej odbywa się bezpośrednio przez pomiar masy z wykorzystaniem tary średniej;
- przypadek deklarowanej przez producenta ilości nominalnej w jednostkach objętości, ilość rzeczywistą towaru paczkowanego wyznacza się bezpośrednio przez pomiar objętości lub pośrednio przez pomiar masy i gęstości.

Przykładem wyznaczenia ilości rzeczywistej, wskazanej na opakowaniu w jednostkach objętości, metodą bezpośrednią jest najbardziej uniwersalny sposób określania objętości przy użyciu technologii z wykorzystaniem promieniowania rentgenowskiego. Metoda ta jest niezawodna i dająca wyniki z wysoką dokładnością, ale wymaga dostępu do specjalistycznej aparatury rentgenowskiej. W związku z powyższym, w budynku Wydziału Zamiejscowego w Broniszach Okręgowego Urzędu Miar w Warszawie zostało utworzone Laboratorium Badań Radiograficznych (rys. 1). W laboratorium tym stosowany jest specjalistyczny aparat radiografii cyfrowej (rys. 2).

Wykonywanie zdjęć rentgenowskich zamkniętego wyrobu aerozolowego jest „spojrzeniem” do wnętrza pojemnika bez mechanicznych ingerencji, w celu dokonania oceny zawartości tego pojemnika.

Duża częstotliwość promieniowania rentgenowskiego (jonizującego) i tym samym krótka długość fali sprawiają, że jest ono bardzo przenikliwe. Przy przechodzeniu przez obiekt (puszka aerozolowa) część promieniowania zostaje pochłonięta, przez co wiązka promieniowania doznaje osłabienia natężenia. Stopień osłabienia zależy od rodzaju materiału, z jakiego jest wykonany obiekt, a ściślej mówiąc, od gęstości tego materiału.



Wykorzystując to zjawisko można prześwietlić napełnioną, szczelnie zamkniętą metalową puszkę i obejrzeć jej zawartość. W ten sposób można wyznaczyć objętość wszystkich rodzajów towarów paczkowanych w postaci

aerozolowej, zamkniętych w metalowych opakowaniach (rys. 3).

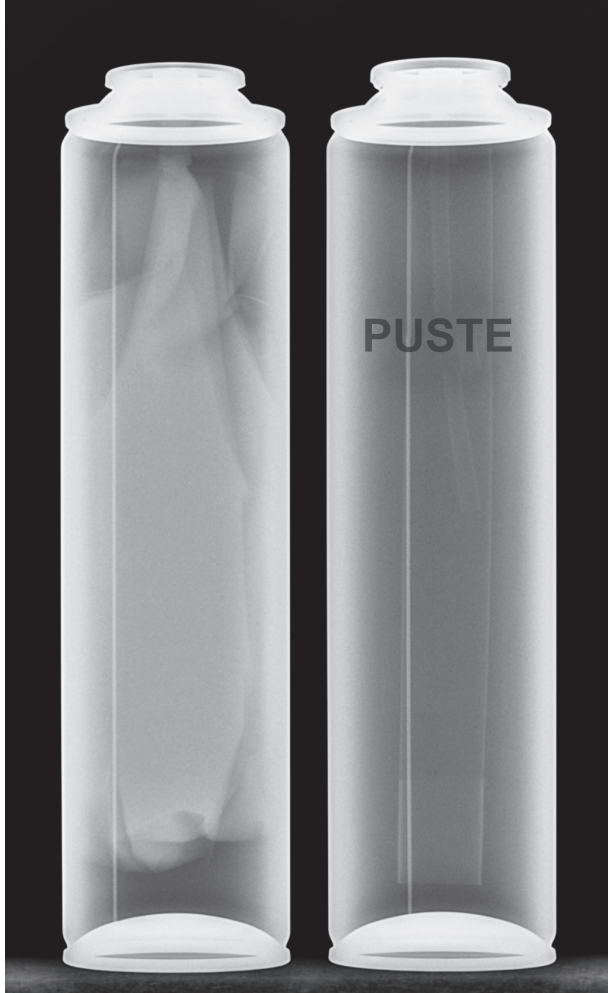


Rys. 1. Laboratorium Badań Radiograficznych



Rys. 2. Cyfrowy aparat RTG PROSLIDE





Rys. 3. Puszka z produktem owadobójczym i pusta puszką

Przechodzące przez obiekt promieniowanie jonizujące jest częściowo w nim pochłaniane. Dzięki różnicy w stopniu pochłaniania promieniowania jonizującego przez różne substancje, możliwe jest obserwowanie zawartości prześwietlanych obiektów.

### Spełnienie wymagań przez Laboratorium

Żeby organy administracji miar mogły wykorzystać metodę promieniowania jonizującego do kontroli wyrobów aerozolowych Laboratorium Badań Radiograficznych (LBR), usytuowane w OUM w Warszawie, musiało uzyskać odpowiednie zezwolenie na wykonywanie działalności związanej z narażeniem na promieniowanie jonizujące, wydawane przez Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki (rys. 4).

W powyższym celu należało spełnić szereg rygorystycznych wymagań, wynikających z ustawy Prawo atomowe z 2000 roku. Między innymi należało zainstalować odpowiednie osłony w pomieszczeniach Laboratorium. Przyjęto tam limit roboczy 5 mSv/rok. Metrologzy wykonujący pomiary pracują w warunkach narażenia na promieniowanie jonizujące w kategorii B. Kontrola narażenia osób zatrudnionych w laboratorium jest prowadzona pośrednio przez kontrolę środowiska pracy. Kontrolę środowiska pracy prowadzi się poprzez pomiar

**P R E Z E S**  
**PAŃSTWOWEJ AGENCJI ATOMISTYKI**

OKRĘGOWY URZĄD MIAR  
w Warszawie

Warszawa, dnia 25.09.2018 r.

Nr rejestru: 50.302.01  
L.dz. DOR.5001.3245.13.2017.MS

2018-09-28

**ZEZWOLENIE Nr D-20843**

Na podstawie art. 5 ust. 3 i 7a w związku z art. 4 ust. 1 ustawy z dnia 29 listopada 2000 r. - Prawo atomowe (Dz. U. z 2018 r. poz. 792) oraz art. 104 ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. - Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2017 r., poz. 1257, z późn. zm.),  
po rozpatrzeniu wniosku, który wpłynął w dniu 21.11.2017 r.

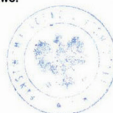

**z e z w a l a m**

Okręgowemu Urzędowi Miar w Warszawie  
00-139 Warszawa  
ul. Elektoralna 4/6

na wykonywanie działalności, o której mowa w art. 4 ust. 1 pkt 5 i 6 ustawy - Prawo atomowe, polegającej na: uruchomieniu w Broniszach przy ul. Kwiatowej 11, pracowni rentgenowskiej przeznaczonej do stosowania urządzenia wytwarzającego promieniowanie jonizujące - aparatu rentgenowskiego Proslide 32B oraz na stosowaniu ww. urządzenia wytwarzającego promieniowanie jonizujące w uruchomionej pracowni.

Warunki zezwolenia:  
- działalność będzie wykonywana zgodnie ze złożonymi dokumentami wynikającymi z rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 30 czerwca 2015 r. w sprawie dokumentów wymaganych przy składaniu wniosku o wydanie zezwolenia na wykonywanie działalności związanej z narażeniem na działanie promieniowania jonizującego albo przy zgłoszeniu wykonywania tej działalności (Dz. U. z 2015 r., poz. 1355);  
- aparat rentgenowski Proslide 32 B będzie stosowany w uruchomionej pracowni w wymiarze do 40 zdyf. tygodniowo.

**Zezwolenie ważne jest bezterminowo.**

**Pouczenie:**  
Strona niezadowolona z decyzji może zwrócić się do Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki z wnioskiem o ponowne rozpatrzenie sprawy w terminie 14 dni od dnia doręczenia jej decyzji. Jeżeli strona nie chce skorzystać z prawa do zwrócenia się z wnioskiem o ponowne rozpatrzenie sprawy, może wnieść do Wojewódzkiego Sądu Administracyjnego w Warszawie skargę na decyzję w terminie 30 dni od dnia doręczenia decyzji stronie. Skargę wnosi się za pośrednictwem Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki. Wpis od skargi wynosi 500 złotych. Stronie wnoszącej skargę może być udzielone na jej wniosek prawo pomocy obejmujące zwolnienie od kosztów sądowych oraz ustanowienie adwokata, radcy prawnego, doradcy podatkowego lub rzecznika patentowego. Strona, w trakcie biegu terminu do wniesienia wniosku o ponowne rozpatrzenie sprawy, może zrzec się prawa do zwrócenia się z wnioskiem o ponowne rozpatrzenie sprawy do Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki. Z dniem doręczenia Prezesowi Państwowej Agencji Atomistyki oświadczenia o zrzeczeniu

**Adres do korespondencji:**  
Państwowa Agencja Atomistyki, Departament Ochrony Radiologicznej, 00-203 Warszawa ul. Bonifraterska 17

Rys. 4. Zezwolenie Państwowej Agencji Atomistyki



Rys. 5. Dawkomierz środowiskowy

dawk napromieniowania przy użyciu termoluminescencyjnego dawkomierza środowiskowego (rys. 5).

Zgodnie z wymaganiami Rozporządzenia Rady Ministrów w sprawie stanowisk, mających istotne znaczenie dla zapewnienia bezpieczeństwa jądowego i ochrony radiologicznej, została zawarta współpraca z Inspektorem Ochrony Radiologicznej, posiadającym uprawnienia typu IOR-3, wydane przez Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki, odpowiadające działalności prowadzonej przez LBR. Inspektor Ochrony Radiologicznej sprawuje wewnętrzny nadzór nad przestrzeganiem wymagań bezpieczeństwa jądowego

i ochrony radiologicznej w LBR. Do zakresu obowiązków inspektora ochrony radiologicznej należy w szczególności nadzór nad przestrzeganiem przez Laboratorium warunków zezwolenia, w tym:

- nadzór nad przestrzeganiem prowadzenia działalności według instrukcji pracy oraz nad prowadzeniem dokumentacji dotyczącej bezpieczeństwa jądowego i ochrony radiologicznej (BJIOR);
- nadzór nad spełnianiem warunków dopuszczających pracowników do zatrudnienia na danym stanowisku pracy, w tym dotyczących szkolenia pracowników na stanowisku pracy w zakresie BJIOR;
- opracowanie programu pomiarów dozymetrycznych w środowisku pracy;
- współpraca z: zakładowymi służbami bezpieczeństwa i higieny pracy, z osobami wdrażającymi program bezpieczeństwa jądowego i ochrony radiologicznej, ze służbami przeciwpożarowymi i ochrony środowiska w zakresie ochrony przed promieniowaniem jonizującym;
- nadzór nad postępowaniem wynikającym z zakładowego planu postępowania awaryjnego, jeżeli na terenie jednostki organizacyjnej zaistnieje zdarzenie radiacyjne.

## Świadczenie usług przez Laboratorium

Po spełnieniu wszystkich wymagań i uzyskaniu Zezwolenia PAA pracownicy Laboratorium Badań Radiograficznych mogą świadczyć usługę prześwietlania puszek aerosolowych dla właściwych organów administracji miar oraz innych klientów. W tym celu należało, między innymi, stworzyć stanowisko pomiarowe do wzorcowania pojemników aerosolowych metodą wagową. Zakupiono więc odpowiednią wagę (rys. 6) i opracowano instrukcję wzorcowania.



■ Rys. 6. Waga elektroniczna na stanowisku pomiarowym

Puste pojemniki aerosolowe (puszki), podlegające wzorcowaniu, dostarczane są do laboratorium przez zlecającego usługę. Po uzupełnieniu wodą o znanej objętości laboratorium określa błąd pojemników aerosolowych wzorcowanej pojemności nominalnej oraz wydaje świadectwo wzorcowania (rys. 7).

**DYREKTOR  
OKRĘGOWEGO URZĘDU MIAR W WARSZAWIE**

**Laboratorium Badań Radiograficznych**  
ul. Książkowa 11, 05-850 Bronisze  
tel.: (22) 581 02 90, fax: (22) 581 90 15, e-mail: oum.warszawa@poczta.gum.gov.pl,  
https://warszawa.gum.gov.pl

**ŚWIADCTWO WZORCOWANIA**

Data wydania: 31 maja 2019 r.      Nr świadctwa: WN.64.1.14.2019.3      Strona 1/2

<b>OBIEKT WZORCOWANIA</b>	Pojemnik aerosolowy o pojemności nominalnej 12 ml Materiał: b.d.
	Numer: 12
<b>ZGŁASZAJĄCY</b>	
<b>METODA WZORCOWANIA</b>	Wzorcowanie wykonano zgodnie z instrukcją „Stanowisko pomiarowe do wzorcowania pojemników aerosolowych nr 1/LBR/2019” wydaną dnia 15 stycznia 2019 r.
<b>WARUNKI ŚRODOWISKOWE</b>	Temperatura wody: (20,7 ± 0,1) °C, temperatura otoczenia: (20,7 ± 0,1) °C, ciśnienie atmosferyczne: (1011,6 ± 0,1) hPa, wilgotność względna: (46,8 ± 0,1) %.
<b>DATA WYKONANIA WZORCOWANIA</b>	30 maja 2019 r.
<b>SPÓJNOŚĆ POMIAROWA</b>	Wyniki wzorcowania zostały odniesione do państwowego wzorca jednostki miary masy poprzez zastosowanie wagi elektronicznej typu RADWAG PS 200/2000.X2 o nr. fabrycznym 564387.
<b>WYNIKI WZORCOWANIA</b>	Podano na stronie 2 niniejszego świadctwa wraz z wartościami niepewności pomiaru.
<b>NIEPEWNOŚĆ POMIARU</b>	Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02 M:2013. Podane wartości niepewności stanowią niepewność rozszerzoną przy prawdopodobieństwie rozszerzenia ok. 95 % i współczynniku rozszerzenia $k = 1,84$ .

Z upoważnienia  
Dyrektora  
KIEROWNIK  
Laboratorium Badań Radiograficznych  
M. Jankowski

Określony Urząd Miar w Warszawie

■ Rys. 7. Przykładowe świadectwo wzorcowania

Tak wywzorcowane puszki służą do wykonania zdjęcia tzw. „zerowego” (rys. 8). Ma to na celu określenie wielkości błędu obarczającego ocenę objętości pojemników aerosolowych z towarem paczkowanym. Następnie Laboratorium wykonuje zdjęcia w podobny sposób z całą badaną próbą, uwzględniając skrajne wzorce do oceny objętości zapakowanego wyrobu w opakowania aerosolowe (rys. 9).





Rys. 8. Przykładowe zdjęcie pojemników wzorcowych

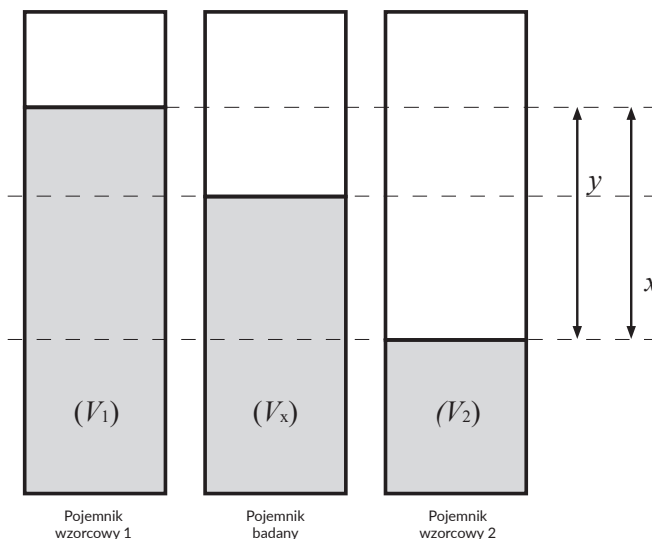


Rys. 9. Przykładowe zdjęcie pojemnika aerozolowego z dwoma pojemnikami wzorcowymi

Zgodnie z rys. 10 wyznaczane są parametry, które służą do obliczenia objętości na podstawie wzoru [1]:

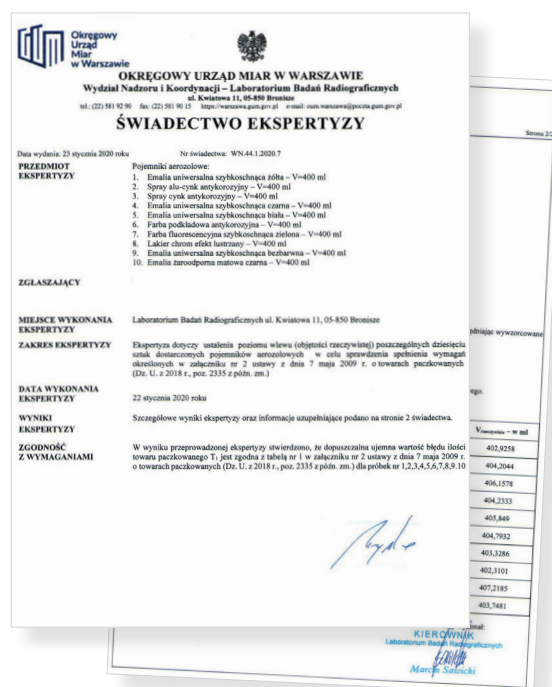
$$V_x = V_2 + \frac{x}{y}(V_1 - V_2) \quad (1)$$

Błąd wyznaczenia objętości aerozolu nie może być większy niż  $\pm 0,4\%$ . Główną przyczyną powstawania tego błędu jest subiektywna ocena osoby wykonującej pomiar, jak również jakość monitora komputera PC. Nieprzekroczenie powyższego błędu gwarantuje, że zastosujemy się do zasady określonej w załączniku nr 2 do ustawy o towarach paczkowanych, tj.: błąd pomiaru podczas wyznaczania ilości rzeczywistej towaru paczkowanego nie powinien przekraczać 20% dopuszczalnej ujemnej wartości błędu ilości towaru paczkowanego.



Rys. 10. Schematyczne przedstawienie obrazu puszek [1]

Należy podkreślić, że utworzone Laboratorium Badań Radiograficznych nie skupia się tylko na czynnościach związanych z badaniem próbek aerozolowych dla celów kontrolnych, ale także wykonuje usługi w zakresie ekspertyz (rys. 11), dotyczących ustalenia poziomu wlewu (objętości rzeczywistej) pojemników aerozolowych w celu sprawdzenia spełnienia wymagań określonych w załączniku nr 2 ustawy z dnia 7 maja 2009 r. o towarach paczkowanych. Taką ekspertyzę możemy wykonać dla każdego wyrobu aerozolowego i dla każdej zainteresowanej firmy.



Rys. 11. Przykładowe świadectwo ekspertyzy

## Podsumowanie

Podsumowując należy podkreślić, że kontrole prowadzone przez administrację miar wynikające z nadzoru nad ustawą o towarach paczkowanych, a w szczególności podmiotów paczkujących wyroby w opakowania aerozolowe, charakteryzują się małą uciążliwością dla podmiotów paczkujących (kontrolowanych). Pozwalają one na wyeliminowanie nieprawidłowości w procesie paczkowania, co daje konsumentom pewność, że zakupiony towar jest zgodny z deklaracją ilościową umieszczoną na opakowaniu przez producenta.

## Bibliografia

- [1] Czechowski A., Knyziak A.B.: Badanie wyrobów aerozolowych metodą promieniowania rentgenowskiego. Metrologia i Probiernictwo – Biuletyn Głównego Urzędu Miar, nr 1-2(8-9)/2015.



**Marcin Sawicki**

Główny Specjalista Wydziału Nadzoru i Koordynacji – Kierownik Laboratorium Badań Radiograficznych w Okręgowym Urzędzie Miar w Warszawie.

Ukończył studia na Wyższej Szkole Menedżerskiej w Warszawie na Wydziale Nauk Społecznych i Administracji, na kierunku Administracja, specjalność Administracja publiczna.

Od 2003 roku zatrudniony w Okręgowym Urzędzie Miar w Warszawie.

Wykonuje zadania związane z nadzorem nad przestrzeganiem przepisów ustaw Prawo o miarach, o tachografach oraz o towarach paczkowanych.

Wykonuje prace przygotowawcze związane z badaniem towaru paczkowanego w postaci aerozolu metodą promieniowania rentgenowskiego.



# Wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy

## Calibration of plunger pressure gauges at the Regional Office of Measures in Bydgoszcz

Krzysztof Szulc, Grażyna Andreskowska  
Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy

W artykule przedstawiono zagadnienie wzorcowania ciśnieniomierzy w Laboratorium Długości i Termometrii Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy. Omówiono znaczenie pomiarów ciśnienia. Przedstawiono możliwości pomiarowe w zakresie pomiarów ciśnienia ze szczególnym uwzględnieniem wzorcowania ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych.

The article presents the issue related to calibration of pressure gauges in the Laboratory of Length and Thermometry of the Regional Office of Measures in Bydgoszcz. The importance of pressure measurements is discussed. Measurement possibilities in the scope of pressure measurements are presented, with particular emphasis on the calibration of piston pressure gauges.

**Słowa kluczowe:** wzorcowanie, ciśnieniomierz, okręgowy urząd miar  
**Keywords:** calibration, pressure gauge, regional office of measures

### Wstęp

Wysoki poziom technologii stworzył wiele nowych obszarów, w których niezwykle ważne stały się pomiary ciśnienia. Ma to przełożenie na konieczność stosowania coraz większej liczby rodzajów przyrządów do jego pomiarów. W niektórych dziedzinach jest to związane bezpośrednio ze zdrowiem i bezpieczeństwem obywateli. Tak jest między innymi w przypadku ciśnieniomierzy do pomiaru ciśnienia tętniczego krwi oraz manometrów do opon pojazdów mechanicznych.

Ciśnieniem można nazwać stan naprężenia ciał ciekłych i gazowych, wywołanych działaniem czynników zewnętrznych. Ciśnienie definiuje się jako iloraz siły i pola powierzchni. Siła ta działa prostopadle do płaszczyzny. Jednostką ciśnienia w układzie SI jest paskal oznaczany symbolem Pa. Inne dopuszczalne do stosowania jednostki ciśnienia to bar oraz mmHg. Ta ostatnia jednostka stosowana jest w przyrządach do pomiaru ciśnienia tętniczego krwi.

W nauce i technice wyróżnia się ciśnienie bezwzględne oraz względne. Ciśnienie bezwzględne, czyli

absolutne, jest to ciśnienie, dla którego zerem jest próżnia absolutna. Ciśnienie względne zawsze jest odniesione do ciśnienia otoczenia. Dzieli się ono na podciśnienie i nadciśnienie.

Przyrządy do pomiarów ciśnienia charakteryzują się dużą różnorodnością, w zależności od wielkości ciśnień oraz miejsca ich pomiaru. W powszechnym zastosowaniu spotyka się ciśnieniomierze cieczowe, sprężynowe, elektroniczne oraz tłokowe.

Laboratoria zajmujące się wzorcowaniem, czyli określaniem relacji pomiędzy wartościami wielkości mierzonej wskazanymi przez przyrząd pomiarowy a odpowiednimi wartościami wielkości realizowanymi przez wzorce jednostki miary, realizują usługi wzorcowania w zależności od posiadanych możliwości pomiarowych. Na możliwości pomiarowe laboratorium mają wpływ przede wszystkim posiadane wzorce oraz stanowiska pomiarowe, pozwalające na wzorcowanie danego przyrządu z uwzględnieniem jego konstrukcji i klasy dokładności.

## Wzorcowanie ciśnieniomierzy

Pracownia pomiarów ciśnienia w Okręgowym Urzędzie Miar w Bydgoszczy posiada wieloletnią tradycję. Obecnie wchodzi w skład Laboratorium Długości i Termometrii w Wydziale Usług Metrologicznych. Wykonywane są tutaj wzorcowania ciśnieniomierzy sprężynowych, elektronicznych oraz obciążnikowo-tłokowych. Pracownia przygotowana i nastawiona jest głównie na wzorcowanie przyrządów wyższych klas, stosowanych jako wzorce dla ciśnieniomierzy użytkowych. Posiadane stanowiska pomiarowe pozwalają na realizację wzorcowania ciśnieniomierzy w zakresie od 1 MPa do 250 MPa oraz ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych w zakresie od 0,6 MPa do 60 MPa.

Bezpośrednio do czynności wzorcowania stosowane są wzorcowe ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe. Najdokładniejsze wzorce reprezentują klasę dokładności 0,01. W procesie konstrukcyjnym tych przyrządów cały wysiłek skierowany jest na wytworzenie wysokiej jakości tłoka i cylindra, jako głównych elementów układu pomiarowego. Pozwala to na wyeliminowanie szeregu czynników, mogących wpłynąć na błędy pomiarowe.

Na rys. 1 przedstawione jest stanowisko do wzorcowania ciśnieniomierzy w zakresie od 1 000 mbar do 2 000 mbar. Ciśnieniomierz reprezentuje klasę dokładności 0,01.

Aby zapewnić kompleksową obsługę klientów, Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy posiada na wyposażeniu również stanowisko do wzorcowania ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych. Należy w tym miejscu wspomnieć, że jest to jedyne w administracji miar

stanowisko, na którym realizowane są usługi objęte akredytacją PCA (Polskie Centrum Akredytacji). Wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych jest zadaniem bardzo odpowiedzialnym, ponieważ nawet najmniejsze błędy, spowodowane niewłaściwą realizacją procesu wzorcowania, będą przeniesione w łańcuchu pomiarowym na kolejne przyrządy do pomiaru ciśnienia, nierzadko również stosowane jako wzorce ciśnienia. Dodatkowo, najczęściej przyjmowany przez laboratoria okres między kolejnymi wzorcowaniami wynosi aż 60 miesięcy, co w przypadku ewentualnych błędów jednoznacznie wskazuje, jak długo mogą być odczuwalne ich skutki.

Ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe, pomimo pozornie prostej, analogowej konstrukcji, zapewniają wysoki poziom i powtarzalność uzyskiwanych pomiarów oraz wieloletnią niezawodność, eliminując jednocześnie składowe budżetu niepewności, występujące w nowoczesnych elektronicznych konstrukcjach ciśnieniomierzy, opartych na czujnikach tensometrycznych. Z tego właśnie względu ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe stanowią wyposażenie stanowisk pomiarowych w Głównym Urzędzie Miar oraz w zdecydowanej większości okręgowych urzędów miar.

W pracowni ciśnienia w Laboratorium Długości i Termometrii w OUM w Bydgoszczy wzorcowane są ciśnieniomierze klasy dokładności 0,05. Stanowisko to zostało w ostatnich latach odnowione i zmodernizowane. W ramach modernizacji zamontowano platformę, na której możliwa jest instalacja całego ciśnieniomierza, bez konieczności demontażu układu pomiarowego. Demontowanie układu nie zawsze było możliwe ze względu na fakt, że użytkownicy często trwale



■ Rys. 1. Stanowisko do wzorcowania ciśnieniomierzy w zakresie od 1 000 mbar do 2 000 mbar

uszczelniali gniazdo układu pomiarowego. Nowe rozwiązanie stworzyło lepsze warunki do sprawdzenia szczelności całego ciśnieniomierza.

Konstrukcja platformy umożliwia również regulację jej wysokości. Pozwala to na umieszczenie czoła tłoka wzorcowanego na wysokości czoła tłoka wzorcowanego. Zabieg ten eliminuje konieczność uwzględnienia w obliczeniach dodatkowej poprawki związanej z różnicą wysokości czoła tłoka ciśnieniomierza wzorcowanego. Obecny wygląd stanowiska przeznaczonego do wzorcowania ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych przedstawiony jest na rys. 2.

Podstawowe zadanie przy wzorcowaniu ciśnieniomierza obciążnikowo-tłokowego to wyznaczenie przekroju czynnego tłoka. Do ustalenia klasy ciśnieniomierza i wyznaczenia niepewności rozszerzonej konieczne jest badanie wielu parametrów, takich jak:

- czas trwania swobodnego ruchu obrotowego,
- prędkość opadania tłoka wraz z obciążnikami,
- sprawdzenie odchyłki prostokątności powierzchni oporowej obciążnika podstawowego względem osi tłoka,
- sprawdzenie progu pobudliwości.

W procesie wzorcowania bardzo duże znaczenie ma precyzyjne określenie masy obciążników stosowanych do wzorcowania, jak i masy obciążników ciśnieniomierza wzorcowanego. Przy wyznaczaniu masy tych ostatnich potrzebne są wielokrotne pomiary w celu dokonania korekcy. Jest to wymaganie związane z zachowaniem odpowiedniej klasy przyrządu. Atutem Laboratorium Długości i Termometrii jest możliwość korzystania w tym celu z usług akredytowanego Laboratorium Masy,

wchodzącego w skład Wydziału Usług Metrologicznych OUM w Bydgoszczy, co stanowi gwarancję wysokiej jakości wykonanych pomiarów.

Do wzorcowania stosuje się wzorce o zakresach dostosowanych do zakresów ciśnieniomierzy wzorcowanych, np. do wzorcowania ciśnieniomierza o zakresie pomiarowym od 1 MPa do 25 MPa stosuje się wzorzec o tym samym zakresie. Wzorce dobierane są pod względem klasy dokładności. Oznacza to, że ciśnieniomierz wzorcowy powinien być znacznie dokładniejszy, czyli np. do wzorcowania ciśnieniomierza klasy 0,05 stosuje się wzorzec klasy 0,02. Wszystkie wzorcowe zespoły pomiarowe stanowisk pomiarowych OUM w Bydgoszczy wzorcowane są w Głównym Urzędzie Miar.

Ważnym zagadnieniem związanym ze wzorcowaniem jest oszacowanie niepewności pomiaru. Budżet niepewności pomiaru ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych składa się z dwóch części. Pierwsza z nich dotyczy wyznaczenia przekroju czynnego tłoka, a druga pomiarów ciśnienia. Przy tworzeniu budżetu niepewności uwzględnia się wiele czynników, takich jak:

- masy stosowane przy równoważeniach,
- rodzaj materiału, z którego wykonane są tłoki,
- temperatura otoczenia,
- przyspieszenie ziemskie właściwe dla miejsca użytkowania.

Pomimo doboru identycznych zakresów przekroje tłoków wzorca i ciśnieniomierza wzorcowanego nie są takie same. To zagadnienie jest również uwzględniane przy opracowaniu budżetu niepewności.



Rys. 2. Stanowisko do wzorcowania ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych



## Porównania międzylaboratoryjne

Sprawdzaniem kompetencji Laboratorium Długości i Termometrii w zakresie wzorcowania ciśnieniomierzy były przeprowadzone dwustronne porównania międzylaboratoryjne, w których laboratorium odniesienia była Pracownia Ciśnienia Samodzielnego Laboratorium Masy Głównego Urzędu Miar. Uzyskana najwyższa wartość wskaźnika  $E_n$ , stosowanego przy ocenie wyników porównań, wyniosła 0,15 (w najgorszym punkcie pomiarowym). Jest to rezultat na bardzo dobrym poziomie, świadczący o tym, że wyniki uzyskane przez Laboratorium Długości i Termometrii są wiarygodne.

Porównania międzylaboratoryjne były wstępnym testem na drodze do uzyskania rozszerzenia akredytacji o wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych. Po pozytywnym wyniku audytu, przeprowadzonego przez Polskie Centrum Akredytacji, uzyskano akredytację na wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych w roku 2018.

Niepewność pomiaru CMC to najmniejsza niepewność pomiaru jaką laboratorium wzorcujące jest w stanie osiągnąć w trakcie rutynowo przeprowadzanego wzorcowania. Akredytowane laboratoria wzorcujące są zobligowane do szacowania niepewności pomiaru dla wszystkich wzorcowań i pomiarów objętych zakresem akredytacji. Podane w świadectwach wzorcowania wartości niepewności pomiaru nie mogą być niższe od ustalonych w zakresie akredytacji wartości CMC. Dokumentem potwierdzającym wykonanie wzorcowania jest wydawane, przez laboratorium akredytowane, świadectwo wzorcowania (rys. 3), które potwierdza spójność pomiarową.

Posiadanie akredytacji na wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych, oprócz możliwości realizacji wzorcowań dla klientów komercyjnych, pozwala również na wzorcowanie przyrządów pozostałych okręgowych urzędów miar oraz przyrządów własnych. Możliwość ta znacząco skraca okres wyłączenia stanowiska pomiarowego, co usprawnia realizację zleceń klientów.

## Podsumowanie

Pracownia pomiarów ciśnienia, dzięki systematycznemu rozwojowi dziedziny oraz wieloletniemu doświadczeniu personelu, posiada duże możliwości obsługi zleceń od klientów z całego kraju. Z usług pracowni korzysta bardzo szeroki krąg odbiorców, od producentów i serwisantów stanowisk pomiarowych, poprzez laboratoria wojskowe i laboratoria działające przy zakładach przemysłowych. Zdobyte doświadczenie pozwala na wzorcowanie przyrządów o wysokiej dokładności i w szerokim zakresie pomiarowym.



Rys. 3. Przykładowe świadectwo wzorcowania

Planowane i realizowane działania rozwojowe pozwalają na systematyczne rozszerzanie możliwości laboratorium w zakresie realizowania usług w dziedzinie ciśnienia (tab. 1).

Okręgowy Urząd Miar w Bydgoszczy, jako jedyny urząd w administracji miar, posiada akredytację na wzorcowanie ciśnieniomierzy obciążnikowo-tłokowych, co ugruntowało jego znaczącą pozycję w tej dziedzinie pomiarowej.

W ramach kompleksowej obsługi klienta OUM w Bydgoszczy realizuje również usługi wzorcowania ciśnieniomierzy do pomiarów ciśnienia tętniczego krwi oraz przeprowadza legalizację i wzorcowania manometrów do pomiarów ciśnienia w oponach pojazdów mechanicznych.

Dobre podstawy dla uzyskania wysokiego poziomu wzorcowań przeprowadzanych w laboratorium pomiarów ciśnienia naszego urzędu tworzone dzięki wieloletnim doświadczeniom i merytorycznemu wsparciu ze strony Głównego Urzędu Miar. Odbywało się to poprzez szkolenia personelu, konsultacje techniczne oraz ścisłą współpracę w zakresie metodyki postępowania w tej dziedzinie pomiarów.



Tab. 1. Zakresy pomiarowe oraz zdolności pomiarowe CMC dla ciśnieniomierzy wzorcowanych w OUM w Bydgoszczy

Przyrządy wzorcowane	Zakres pomiarowy	CMC
ciśnieniomierze sprężynowe i elektroniczne (ciśnienie względne – gaz)	(-0,05 ÷ -0,001) MPa	$1 \times 10^{-5}$ MPa
	(-0,1 ÷ -0,05) MPa	$3 \times 10^{-5}$ MPa
	(0,001 ÷ 0,01) MPa	$2 \times 10^{-6}$ MPa
	(0,01 ÷ 0,02) MPa	$1,1 \times 10^{-5}$ MPa
	(0,02 ÷ 0,05) MPa	$2 \times 10^{-5}$ MPa
	(0,05 ÷ 0,1) MPa	$3 \times 10^{-5}$ MPa
	(0,1 ÷ 0,15) MPa	$2 \times 10^{-4}$ MPa
	(0,15 ÷ 1) MPa	$3 \times 10^{-4}$ MPa
ciśnieniomierze sprężynowe i elektroniczne (ciśnienie względne – ciecz)	(0,02 ÷ 0,4) MPa	$2 \times 10^{-4}$ MPa
	(0,4 ÷ 0,6) MPa	$3 \times 10^{-4}$ MPa
	(0,6 ÷ 1) MPa	$4 \times 10^{-4}$ MPa
	(1 ÷ 1,6) MPa	$1 \times 10^{-3}$ MPa
	(1,6 ÷ 4) MPa	$2 \times 10^{-3}$ MPa
	(4 ÷ 6) MPa	$4 \times 10^{-3}$ MPa
	(6 ÷ 10) MPa	$5 \times 10^{-3}$ MPa
	(10 ÷ 16) MPa	$2 \times 10^{-2}$ MPa
	(16 ÷ 25) MPa	$2 \times 10^{-2}$ MPa
	(26 ÷ 60) MPa	$3 \times 10^{-2}$ MPa
	(60 ÷ 100) MPa	$6 \times 10^{-2}$ MPa
	(100 ÷ 200) MPa	$2 \times 10^{-1}$ MPa
(210 ÷ 250) MPa	1 MPa	
ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe (ciśnienie względne – ciecz)	(0,02 ÷ 60) MPa	$3,5 \times 10^{-4} p$ <i>p</i> – ciśnienie mierzone

## Bibliografia

- [1] Polska Norma PN-89/M-42336 Manometry obciążnikowo-tłokowe.
- [2] IW/LW1/11 Instrukcja wzorcowania. Ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe OUM Bydgoszcz wyd. 2, 29.05.2020.
- [3] IN/LW1/11 Instrukcja szacowania niepewności pomiaru. Ciśnieniomierze obciążnikowo-tłokowe. OUM Bydgoszcz, wyd. 2, 29.05.2020.



### **Krzysztof Szulc**

Absolwent Technikum Ekonomicznego w Wągrowcu. W administracji miar od 1997 r. Obecnie zajmuje stanowisko Starszego Inspektora i Zastępcy Kierownika w Laboratorium Długości i Termometrii w Wydziale Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy. Specjalizuje się w dziedzinie ciśnienia i termometrii. W czasie swojej pracy zawodowej brał udział w licznych szkoleniach i seminariach metrologicznych organizowanych głównie przez Główny Urząd Miar w Warszawie.



### **Grażyna Andreskowska**

Absolwentka Wydziału Mechanicznego Akademii Techniczno-Rolniczej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich w Bydgoszczy (obecnie Uniwersytet Techniczno-Przyrodniczy). W Administracji Miar od 2012 r. Obecnie zajmuje stanowisko Kierownika Laboratorium Długości i Termometrii w Wydziale Usług Metrologicznych Okręgowego Urzędu Miar w Bydgoszczy. Nadzoruje realizację prac metrologicznych oraz rozwój laboratorium w dziedzinach: termometria, wilgotność względna, ciśnienie, długość, kąt i geometria powierzchni. Brała udział w licznych szkoleniach i seminariach metrologicznych.

# Badanie złotych sztabek przy użyciu konduktometru w Okręgowym Urzędzie Probierczym w Krakowie

Testing the gold bars by conductometer at the Regional Assay Office in Cracow

Paweł Kowalówka

Okręgowy Urząd Probierczy w Krakowie

Artykuł przedstawia konduktometryczną metodę badania wyrobów wykonanych ze złota, których wnętrze może być wypełnione tanimi zamiennikami, metalami nieszlachetnymi. Doświadczenia zebrane w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probierczego w Krakowie pozwolą odpowiedzieć na pytanie, czy metoda ta może pomóc przy wykrywaniu i eliminacji coraz częściej spotykanych w obrocie fałszerstw sztabek lokacyjnych, monet i medali.

The article presents a method of conductometric testing of gold articles that may be filled with cheap substitutes, a base metals. The experience gathered at Technical Department of Regional Assay Office in Cracow allows to determine whether the method is applicable for detection and elimination of the frequently encountered forgeries in gold bars, coins and medals trading.

**Słowa kluczowe:** konduktometr, metale szlachetne, wyroby ze złota

**Keywords:** conductometer, precious metals, gold articles

## Wstęp

Pojawiające się w gronie konsumentów zwiększone zainteresowanie zakupem złota, które może służyć jako lokata, wpłynęło na rozwój oferty rynkowej, w której pojawia się szeroka gama produktów w postaci sztabek inwestycyjnych oraz medali i monet kolekcjonerskich, wykonanych ze stopów złota próby 0,999.

Popularność złota na całym świecie oraz gwałtowny wzrost jego cen sprawiają, że potencjalni nabywcy tego rodzaju wyrobów narażeni są na oszustwa. Często bowiem oferowane do sprzedaży wyroby stanowią podróbki produktów pochodzących ze znanych mennic i do złudzenia przypominają oryginalne sztabki i monety. Na ogół sprzedawane są w blistrach, które ukrywają ich prawdziwą zawartość, nie mającą wiele wspólnego z podanymi na nich oznaczeniami i opisami na opakowaniach. Nagminnie podrabiane są znaki firmowe.

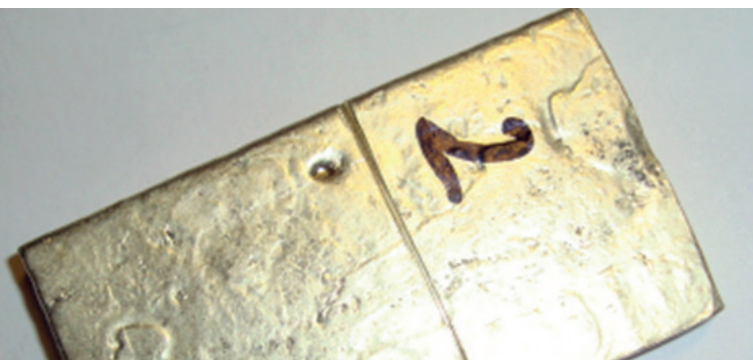
W przypadku sztabek, jak również monet i wyrobów, wobec których nabywca ma podejrzenie co do prawdziwości materiału z jakiego je wykonano, powszechnie stosowane są w polskich urzędach probierczych

analityczne metody badania, dające jednoznaczną odpowiedź w sprawie zawartości metalu szlachetnego i jego próby (na powierzchni i wewnątrz wyrobu). Są to metody niszczące, wymagające pobrania próbek z wyrobu. Ich liczba oraz sposób pobrania materiału są uzależnione od rozmiaru i masy badanego przedmiotu, a zgłaszający każdorazowo musi wyrazić zgodę na wykonanie analizy chemicznej, która powoduje trwałe uszkodzenie wyrobu.

Zgodnie z obowiązującymi w Polsce przepisami, pomocniczo, w badaniu stopów z metali szlachetnych można stosować również pomiar gęstości, ale wymaga to wyjęcia sztabki lub monety z oryginalnego opakowania, co deprecjonuje charakter przedmiotu jako upominku. Metoda ta była skuteczna w przypadku wykrywania fałszerstw wyrobów wypełnionych miedzią lub mosiądzem, natomiast nie jest wiarygodna w odniesieniu do stosowanych ostatnio wypełnień wolframem, który ma gęstość zbliżoną do gęstości złota (tab. 1). Na rys. 1 przedstawiono przykład sztabki, w której wnętrzu umieszczono pręty wolframowe.

Tab. 1. Zestawienie ciężarów właściwych dla wybranych metali stosowanych w stopach jubilerskich

matal	ciężar właściwy
Cyna (Sn)	7,29
Cynk (Zn)	7,13
Miedź (Cu)	8,9
Nikiel (Ni)	8,9
Platyna (Pt)	21,5
Srebro (Ag)	10,5
Wolfram (W)	19,2
Złoto (Au)	19,3



Rys.1. Przykład sztabki złota wypełnionej prętami z wolframu

Zwiększająca się w ostatnich latach liczba interesantów, którzy zwracają się do urzędów probierczych z zapytaniem, czy zakupili pełnowartościowy wyrób oraz zlecane przez policję, prokuraturę i sądy ekspertyzy, przy wykonywaniu których nie można uszkadzać materiałów dowodowych, zainspirowały do poszukiwania metod, które pozwolą organom administracji probierczej na wykrycie fałszerstw bez uszkadzania badanych wyrobów.



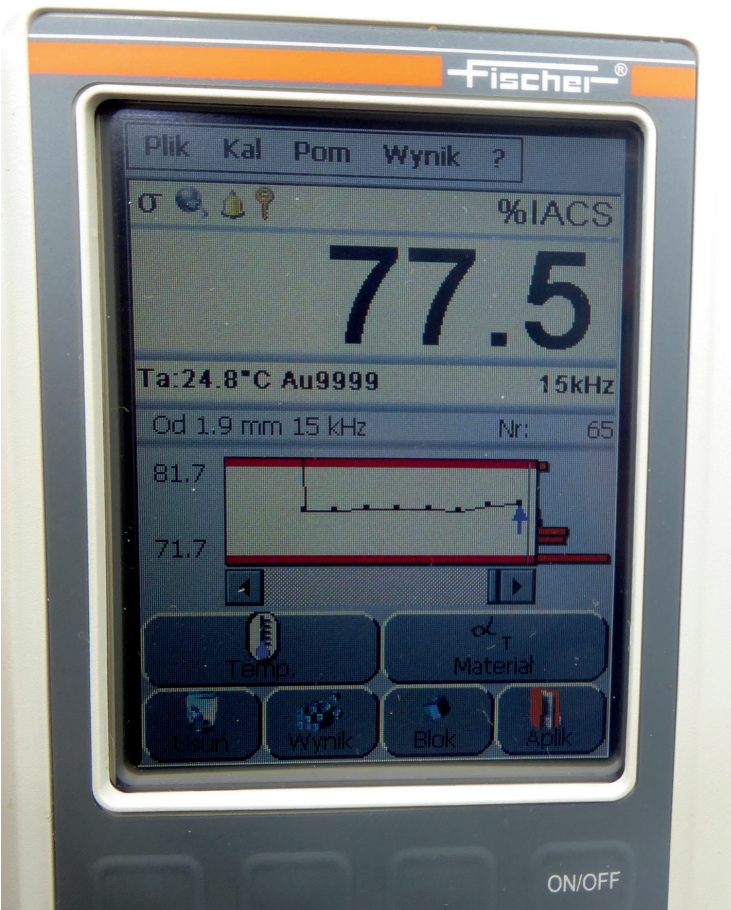
Rys. 2. Konduktometr – urządzenie stosowane w OUP w Krakowie do pomiaru konduktywności

W 2019 r., tytułem próby, zakupiony został przez Okręgowy Urząd Probierczy w Krakowie konduktometr – przenośny przyrząd do bezinwazyjnych, nieniszczących badań autentyczności złota na podstawie pomiaru przewodności elektrycznej (rys. 2).

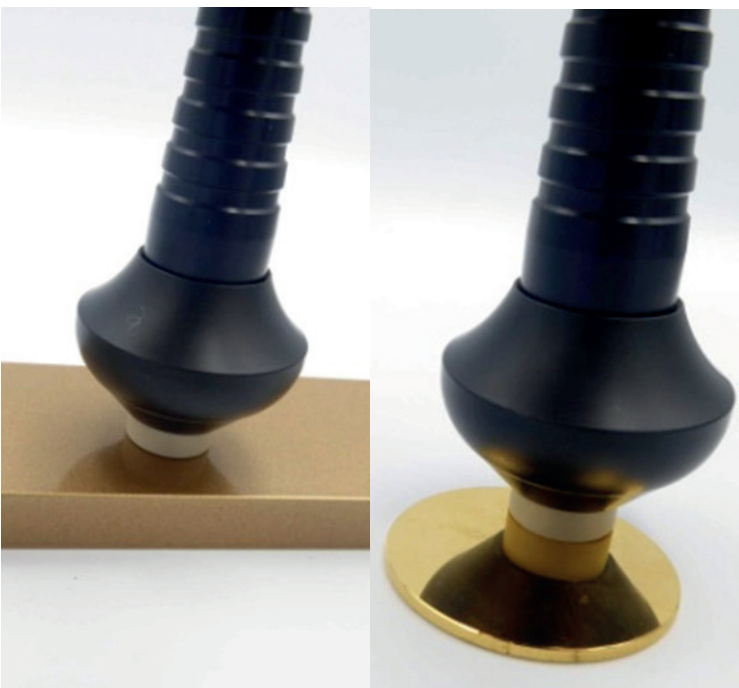
Przewodność elektryczna jest odwrotnością rezystancji. Jest to wielkość fizyczna, która nie tylko określa zdolność metalu do przewodzenia prądu elektrycznego, ale także pozwala pośrednio uzyskać informacje na temat zmian w składzie, mikrostrukturze i właściwościach mechanicznych. Jednostkami używanymi w pomiarach konduktywności są MS/m i % IACS (Międzynarodowy Standard Miedzi Wyżarzanej). Przewodność elektryczna ustalana jest w odniesieniu do przewodności elektrycznej miedzi jako 100 % IACS (rys. 3). 100 % IACS odpowiada przewodności wynoszącej 58,108 MS/m w temperaturze 20 °C.

Wszelkie wtrącenia innego materiału, zawarte w badanej próbce, zmieniają przewodność elektryczną, której zbadanie umożliwia szybką, niezawodną i nieniszczącą identyfikację próbki. Głębokość penetracji prądów wirowych można dobrać odpowiednio do grubości próbki. Konduktometr pozwala na badanie zarówno monet, jak też cienkich sztabek (rys. 4), z wykorzystaniem czterech częstotliwości (15 kHz, 30 kHz, 60 kHz, 120 kHz).





Rys. 3. Przykład wskazania pomiaru przewodności elektrycznej dla wybranej częstotliwości w badaniu, wynoszącej 15 kHz



Rys. 4. Głowica sondy w trakcie wykonywania pomiaru sztabki i monety

Minimalna grubość próbki zależy od częstotliwości sondy i wynika z głębokości penetracji indukowanych prądów wirowych w badanym materiale. Odczyt

wartości przewodności elektrycznej można uzyskać zarówno poprzez pomiar z przypadkowych miejsc (punktowo, np. środek i obrzeże), jak i poprzez przesuwanie sondy po powierzchni i prześledzenie, otrzymanych dzięki temu, wartości pomiarowych. Ta druga metoda wydaje się być znacznie efektywniejsza.

Nawet mała zawartość metali nieszlachetnych znacząco zmienia przewodność elektryczną stopu metali szlachetnych. Oznacza to, że o ile przewodność elektryczna np. dla czystego złota, stosowana przy badaniu zgłaszanych przez klientów wyrobów próby 0,999, może posłużyć jako pewna stała, to obecność metali nieszlachetnych w ligurach zmienia tę przewodność, uniemożliwiając jednoznaczną ocenę w sprawie fałszerstwa.

W celu uzyskania wiarygodnych wyników pomiarowych istotnym jest spełnienie w trakcie badania poniższych warunków:

- 1) podłoże, na którym leży badana próbka powinno być plastikowe lub drewniane (z uwagi na brak przewodnictwa elektrycznego),
- 2) płasko kontaktująca się z badaną próbką sonda musi mieć średnicę mniejszą niż powierzchnia, po której się przemieszcza, aby głowica nie wystawała poza krawędź,
- 3) sonda powinna się przemieszczać tylko po gładkich częściach, pozbawionych tłoczeń lub nierówności.

W pewnych warunkach sam pomiar przewodności elektrycznej nie wystarcza do jednoznacznej identyfikacji materiału. Przykładem mogą być stopy miedzi, dla których wartość przewodności elektrycznej może być dowolna. Należy zatem pamiętać, że przed podjęciem ostatecznej decyzji niezbędne będą pomiary dodatkowe (takie, jak zbadanie wyrobu metodą spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej oraz ocena jego masy). Omawiana metoda ma tę zaletę, że zarówno sztabki, jak i monety można badać przy użyciu konduktometru pod



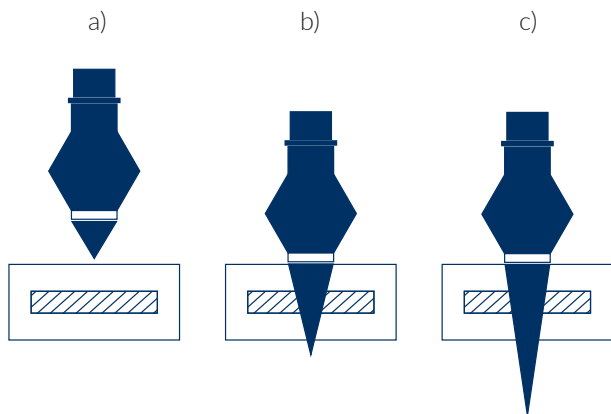
Rys. 5. Przykłady sztabek zabezpieczonych w blistrach

powłoką farby oraz wewnątrz blistrów (rys. 5), bez konieczności naruszania oryginalnego opakowania, jeśli jego grubość wynosi do 0,5 mm.

Sonda może wykorzystywać do pomiaru różne częstotliwości. Wybór właściwej zależy zasadniczo od przewodności elektrycznej stopu użytego do wykonania monety lub sztabki. Im wyższa częstotliwość sondy, tym mniejsza jest głębokość penetracji podczas badania (tab. 2 i rys. 6).

Tab. 2. Zależność pomiędzy wyborem częstotliwości konduktometru a głębokością pomiaru

częstotliwość (kHz)	głębokość pomiaru (mm)
15	1,9
30	1,3
60	0,9
120	0,65



Rys. 6. a) zbyt niska głębokość pomiaru, skutkująca nie wykryciem przez konduktometr wolframu wewnątrz sztabki, b) właściwie ustawiona głębokość pomiaru, umożliwiająca zbadanie całego przekroju sztabki, c) zbyt duża głębokość pomiaru – wykorzystana jest tylko część sygnału pomiarowego

Pomiar przewodności elektrycznej jest badaniem, w którym istotne znaczenie mają również właściwości fizyczne, w szczególności temperatura badanego wyrobu. Dla każdego materiału wpływ temperatury można wyrazić za pomocą współczynnika temperaturowego oporu elektrycznego  $\alpha$ . Wzrost temperatury o 1 °C spowoduje spadek przewodności elektrycznej złota o około 0,4 % IACS. W temperaturze 20 °C przewodność elektryczna złota wynosi 77,1 % IACS, natomiast w temperaturze 25 °C pomiar przewodnictwa elektrycznego dla tego samego złota wynosi tylko 75,5 % IACS.

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów konduktywności sztabki o grubości 2 mm, wykonanej ze złota próby 0,999, potwierdzono, że uzyskane wyniki są zgodne w warunkach, gdy badany materiał nie zawiera wtrąceń i rdzeni innych metali (rys. 7 i tab. 3).



Rys. 7. Pomiar przewodności elektrycznej sztabki dla złota próby 0,999 Au

Tab. 3. Zestawienie wyników pomiaru przewodności elektrycznej sztabki złota próby 0,999 Au przeprowadzone dla wszystkich dostępnych częstotliwości w Wydziale Technicznym OUP w Krakowie

mm/kHz	% IACS	MS/m
0,65/120	75,3	43,6
	75,4	43,6
0,9/60	74	42,9
	74	42,9
1,3/30	80,8	46,7
	80,9	46,8
1,9/15	77,6	44,8
	77,6	44,5

Tab. 4. Zestawienie wyników pomiaru przewodności elektrycznej dla wybranych stopów opracowane w Wydziale Technicznym OUP Kraków

Rodzaj materiału	Jednostka miary	
	% IACS	MS/m
Złoto próby 0,999 Au	75,3	43,6
Stop miedzi	59,0	36,0
Stop aluminium	24,0	13,8
Stop srebra 0,925 Ag	97,1 – 99,0	55,9
Falszywa sztabka „czyste złoto”	0,40	0,25

W tab. 4 przedstawiono zestawienie wyników pomiaru przewodności elektrycznej dla stopów metali szlachetnych i nieszlachetnych oraz dla stopu żelaza z miedzią, z którego została wykonana sztabka będąca falsyfikatem.

Zebrane wyniki pomiaru konduktywności na przykładzie badanych stopów pokazują, że ich przewodność jest zróżnicowana. Dlatego, oferowane w sprzedaży internetowej, jako atrakcyjne cenowo sztabki złota próby 0,999 (rys. 8), można w bardzo szybki sposób zbadać i z absolutną pewnością stwierdzić, że uzyskana w ten sposób, tak niska, przewodność elektryczna (0,40 % IACS – tab. 4) jest wystarczającym dowodem na to, że mamy do czynienia z falsyfikatem, który został wykonany z bezwartościowego stopu (żelaza z miedzią).



Rys. 8. Falsyfikat imitujący wyglądem i masą uncjową sztabkę czystego złota



## Podsumowanie

Konduktometr używany przez Okręgowy Urząd Probierny w Krakowie znajduje obecnie zastosowanie głównie do wstępnego rozpoznania sztabek i monet, których badanie przewodności elektrycznej pozwala, w przypadku złota próby 0,999, wyeliminować te wyroby, dla których wynik wskazywałby na nieprawidłowości, co do zawartości wnętrza sztabki bądź monety. Stosowana metoda pozwala również na wykrywanie w obrocie wyrobów wykonanych z metali nieszlachetnych, sprzedawanych jako wyroby z metali szlachetnych, które ze względu na niewielką masę (poniżej ustawowych progów) są zwolnione z obowiązku badania i oznaczenia w urzędach probiernych. Dużą zaletą metody jest możliwość rozpoznania fałszywych sztabek i monet jeszcze przed otwarciem oryginalnego opakowania (blistra). Przydatność jej stosowania potwierdzono przy wykonywaniu specjalistycznych ekspertyz dla policji i prokuratury, które zgłaszają wyroby stanowiące materiał dowodowy w prowadzonych sprawach, a badania urzędu muszą być bezinwazyjne. W codziennej pracy urzędu różnice wskazań przewodności elektrycznej będą pomocne w odniesieniu do wykrycia wyrobów, które są w całości wykonane z metalu nieszlachetnego. Każdorazowo pomiary są wspomagane i weryfikowane podstawowymi badaniami, wykonywanymi standardowo tak jak dla każdego wyrobu, który jest zgłaszany w celu zbadania i oznaczenia do urzędu probiernego. Planowane jest rozszerzenie zastosowania urządzenia do badania próbek platyny, ale wymaga to dalszych prób i przeprowadzenia pomiarów oraz porównania ich z wynikami uzyskanymi z analiz chemicznych. Biorąc pod uwagę dużą możliwość pomyłki, jaka może wystąpić podczas oceny wyrobów wykonanych ze stopów złota lub srebra z dodatkami metali nieszlachetnych, wydaje się mało prawdopodobne wykorzystanie parametru przewodności, jako kryterium oceny autentyczności dla wyrobów wykonanych ze stopów o niższych próbach.

Zakres badań prowadzonych przez Okręgowy Urząd Probierny w Krakowie rozszerza się, czemu będzie sprzyjał fakt zakupienia w 2020 roku kolejnego konduktometru dla Wydziału Zamiejscowego w Chorzowie. Asortyment zgłaszanych tam do badania i oznaczenia wyrobów ze stopów metali szlachetnych jest podobny do tego, jaki trafia do Wydziału Technicznego OUP w Krakowie, co powinno ułatwić współpracę i wymianę doświadczeń.



**Paweł Kowalówka**

magister inżynier, absolwent Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie Wydziału Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska.  
Zatrudniony od 2008 roku w Wydziale Technicznym Okręgowego Urzędu Probiernego w Krakowie.  
Aktualnie na stanowisku Specjalista ds. Jakości.



# W inkaskim świecie miar

## In the world of Inca measures

**Adam Żeberkiewicz**

Główny Urząd Miar

**Anna Kubicka**

Politechnika Wroclawska

Rozmowa z dr inż. arch. Anną Kubicką (Wydział Architektury Politechniki Wrocławskiej), laureatką nagrody Prezesa Rady Ministrów w roku 2020 za rok 2019 w kategorii: wyróżniająca się rozprawa doktorska. Doktor Anna Kubicka jest autorką pracy „Zastosowanie metody cosine quantogram do analizy metrologicznej kompleksu Machu Picchu”. Została wyróżniona za opracowanie metody badawczej, która może mieć zastosowanie do studiów nad architekturą w różnych obszarach kulturowych i o odmiennych parametrach chronologicznych.

The GUM Bulletin talks to Dr. Eng. of architecture Anna Kubicka (Faculty of Architecture, Wrocław University of Technology), winner of the Polish Prime Minister's award in 2020 for 2019 in the category of an outstanding doctoral dissertation. Dr. Anna Kubicka is the author of the work "Application of the cosine quantogram method to metrological analysis of the Machu Picchu group". She was awarded for developing a research method that can be applied to architecture studies in different cultural areas and with different chronological parameters.

**Słowa kluczowe:** historia metrologii, inkaskie miary długości

**Keywords:** the history of metrology, Inca measures of length

**Adam Żeberkiewicz:** Na początku proszę przyjąć serdeczne gratulacje za przyznane wyróżnienie. Tematyka, którą podjęła Pani w swojej pracy, jest bliska również metrologom. Historią metrologii zajmujemy się między innymi na łamach Biuletynu GUM. Odkrywanie tego, jak człowiek mierzył przed wiekami, w bardzo odległych czasach, pomaga nam poznać konsekwencje zdarzeń w świecie metrologii, w tym rozwój definicji jednostek miar. Co wiedziała Pani przed wyjazdem do Ameryki Południowej na temat historii miar w ogóle, a w szczególności w tym rejonie świata?

**Anna Kubicka:** Bardzo dziękuję za gratulacje. W literaturze opisującej funkcjonowanie Imperium Inków często napotykamy wzmianki o systemie miar, odwołujące się do przekazów z hiszpańskich kronik. Znani badacze kultur przed hiszpańskich, tacy jak: J.H. Rowe, M. Rostworowski de Diez Canseco, W. C. Bennett, I. Farrington, S. Agurto Calvo są zgodni co do tego, że w społeczeństwie inkaskim istniał system miar, ale zakres i uniwersalność jego stosowania były trudne do określenia. Badania nad funkcjonowaniem systemu miar w kulturze inkaskiej prowadzone były przede wszystkim na bazie źródeł pisanych. Wczesnonowożytne definicje miar, pochodzące ze słowników quechua, dostarczyły



■ Doktor Anna Kubicka w Machu Picchu



informacji o etymologii nazw miar, które wywodziły się z proporcji ludzkiego ciała. Jednak znajdujące się w XVI-wiecznych i XVII-wiecznych słownikach nazwy miar nie świadczą ani o czasie, ani o zakresie ich funkcjonowania w społeczeństwie inkaskim, a przede wszystkim nie określają wartości liczbowych, jakie te miary reprezentowały.

**A. Ż.:** Czy zainteresowanie architekturą kraju Inków wynika z szerszego zainteresowania historią państwa Inków, czy może dziejów Ameryki Południowej? Ile czasu zajęły Pani badania?

**A. K.:** Moje badania terenowe, w tym przede wszystkim dokumentacja w postaci skanowania naziemnego 3D, rozłożone były na kilka jedno- i dwutygodniowych etapów, trwających w latach 2015–2017. Natomiast dokumentacja w postaci chmury punktów 3D całego kompleksu Machu Picchu powstawała już wcześniej (od 2010 r.), kiedy zespół Laboratorium Skanowania i Modelowania 3D Politechniki Wrocławskiej, kierowany przez profesora Jacka Kościuka, dołączył do polsko-peruwiańskiego projektu badawczego na podstawie umowy pomiędzy Ośrodkiem Badań Prekolumbijskich (OBP) Uniwersytetu Warszawskiego, kierowanym przez profesora Mariusza Ziółkowskiego a Dyrekcją Narodowego Parku Archeologicznego Machu Picchu. Dzięki tej współpracy miałam możliwość przeprowadzenia badań terenowych, związanych z dokumentacją, a także rozpoznaniem funkcji i rodzajów kamieniarki występującej na Machu Picchu.

**A. Ż.:** Z jakimi oczekiwaniami jechała Pani do Peru? Czy badania od samego początku miały służyć zbieraniu materiałów do pracy doktorskiej?

**A. K.:** Jechałam z oczekiwaniami pogłębienia swojej wiedzy o kulturze inkaskiej i przed inkaskiej, a nie tylko z opracowań tematu. Także ze względów finansowych,



■ Fragment chmury punktów 3D

mój pobyt w Peru w większości przypadków nie był związany wyłącznie z pracą nad rozprawą doktorską. Miałam możliwość brać udział także w innych projektach kierowanych przez polskich badaczy z OBP i Centrum Studiów Andyjskich Uniwersytetu Warszawskiego w Cusco (CEAC) na takich stanowiskach jak: Maucallacta, Castillo de Huarmey czy też opracowania dokumentacji 3D dla świątyni Coricancha w Cusco. Dzięki temu miałam okazję studiować architekturę inkaską i nie tylko z obszaru wybrzeża i gór, ale także z centrum dawnego Imperium Inków, jak i peryferii.

**A. Ż.:** Czy w trakcie badań pojawiły się jakieś przeszkody? Co było najtrudniejsze?

**A. K.:** Pojawiały się różne przeszkody: techniczne, czasem zdrowotne, ale też te związane z analizą danych pomiarowych. Problemy techniczne były związane







z procesem skanowania 3D, który od 2010 r. był wykonywany na kilku urządzeniach i przez różne zespoły, w związku z czym dane w całej bazie były mocno rozproszone i wymagały wspólnej rejestracji. Ze względu na wysokość nad poziomem morza zdarzało się, że zbyt krótki czas aklimatyzacji źle wpływał na organizm, ale na samym Machu Picchu nigdy nie było to problemem. Natomiast najtrudniejszym etapem w trakcie badań było wybranie do analiz metrologicznych właściwych elementów inkaskiej architektury i zestawienie ich we wspólne grupy, które odpowiadały jednolitym, pod względem funkcji i kamieniarki, układom budynków.

**A. Ż.:** Przeprowadzała Pani prace badawcze w Machu Picchu. Czy możemy mieć pewność, że imperialne miary długości, zastosowane w budowlach Machu Picchu,

mogły być również stosowane w stolicy Cuzco, a nawet w całym państwie Inków?

**A. K.:** Nie możemy mieć takiej pewności, dopóki przynajmniej dla satelitarnych stanowisk Machu Picchu nie zostaną przeprowadzone analizy metrologiczne. Machu Picchu, jako imperialna inwestycja Inków, wydaje się być właściwym miejscem. Jednak kompletny obraz stopnia zestandaryzowania systemu miar, funkcjonującego niespełna 100 lat w Państwie Inków, mogą przynieść tylko dalsze studia metrologiczne reliktyw architektury inkaskiej z innych części dawnego Imperium, oparte na statystycznych metodach analizy danych pomiarowych.

**A. Ż.:** Czy przeprowadzane przez Panią badania pozwoliły również na jakieś konkretne ustalenia, co do innych jednostek miar, np. objętości, masy, powierzchni? Czy możliwe jest, żeby Inkowie posługiwali się w jakiś sposób abstrakcyjnymi miarami, nie definiowanymi przez długości części ciała?

**A. K.:** W moich badaniach nie rozszerzyłam analiz na inne rodzaje jednostek miar. Natomiast nic nie stoi na przeszkodzie, żeby takie studia przeprowadzić np. dla analizy miar objętości naczyń zasobowych. Skoro Inkowie dokumentowali dane ilościowe na węzełkach quipu, zapewne posiadali również zestandaryzowany system miar regulujący magazynowanie czy transportowanie danych surowców. Innym rodzajem miar, nie definiowanym przez długości części ciała, są miary odległości, które u Inków mogły mieć zastosowanie w planowaniu dróg, na których umiejscawiane były „posterunki” przeznaczone na postój w trakcie drogi. Ich rozmieszczenie miało być określone wartością jednego dnia marszu.

**A. Ż.:** Wspomina Pani, że do tej pory nie znaleziono żadnego narzędzia mierniczego, potwierdzającego Pani ustalenia, jak również wcześniejsze, mniej dokładne





przypuszczenia innych badaczy. Czy ma Pani wiedzę na temat stanu prac archeologicznych w rejonach największych ośrodków cywilizacji Inków? Czy jest szansa na jakieś kolejne odkrycia, które pozwolą potwierdzić w sposób bezsporny istnienie takich narzędzi? Na przykład w Chinach odkryto ponad 100 narzędzi mierniczych, pochodzących z okresu panowania Pierwszego Cesarza Dynastii Qin, a więc ponad 200 lat przed naszą erą.

**A. K.:** Jeśli nie dysponujemy źródłami pisanymi w kulturze inkaskiej, to źródło materialne w postaci narzędzia mierniczego byłoby jednoznacznym potwierdzeniem istnienia zestandaryzowanego systemu miar. Jednak możliwe, że sposób wykonania i niewielka ilość narzędzi w postaci sznura (mógł nim dysponować władca i wybrani urzędnicy nadzorujący budowę) nie zachowały się nawet przez 500 lat w takim stopniu, żeby była możliwa ich identyfikacja. Dysponujemy natomiast narzędziami do wyznaczania kierunku pionowego, znalezionymi w kompleksie Machu Picchu. Prace archeologiczne w największych ośrodkach cywilizacji Inków, a także tych peryferyjnych ciągle trwają, więc zawsze możemy liczyć na nowe odkrycia w tej materii.

**A. Ż.:** Czy można znaleźć analogię pomiędzy Starożytnym Egipciem a państwem Inków w odniesieniu do podstawowej miary długości? W Starożytnym Egipcie miarą tą był „łokiec królewski”, którego długość wynosiła ok. 52,4 cm, ale w czasach Nowego Państwa upowszechnił się „mały łokiec” o długości ok. 44,9 cm, głównie używany w budownictwie.

**A. K.:** Bezpośrednia analogia oczywiście nie jest możliwa, ale z tego względu, że porównane tutaj jednostki

miar odnoszą się do naturalnych, antropometrycznych wartości, odnajdujemy w nich podobieństwa. W drugim systemie miar zidentyfikowanym na Machu Picchu, modulem jest nieznaną, najprawdopodobniej również antropometryczną jednostką 54 cm. Połową jej wartości jest chaqui (27 cm), odpowiadająca wartości stopy, która nie wpisywała się w pierwszy system oparty na module khococ. Stopa, jako jednostka miary, funkcjonowała i funkcjonuje w wielu kulturach jako moduł i jako taki składa się na większe jednostki miary, które tak jak w przypadku starożytnego Egiptu czy Persji utworzyły w układzie miar wartość łokcia królewskiego równego podwójnej wartości stopy.

**A. Ż.:** Nad czym Pani obecnie pracuje? Czy ma to również związek z historią miar?

**A. K.:** Obecnie pracuję nad opublikowaniem kompletnych wyników rozprawy doktorskiej. Natomiast moja praca badawcza skupia się aktualnie na historii rozplanowania grecko-rzymskiego miasta Pafos na Cyprze, które w okresie hellenistycznym powstało na regularnej siatce ulic i bloków zabudowy. W ramach projektu: „MA-P Maloutena i Agora w planie urbanistycznym Pafos: Modelowanie miejskiego krajobrazu stolicy hellenistycznego i rzymskiego Cypru” będziemy analizować rozmiary hellenistycznych insulae, a w mniejszej skali szukać modułu w relikwach architektury i detalu. Pierwsze wyniki analiz metrologicznych ujawniły, że w rzymskim budownictwie z początku I w.n.e. nadal funkcjonował system miar oparty na ptolemejskich miarach długości.

**A. Ż.:** Dziękuję za rozmowę.



■ Widok z góry na granicę między strefą tarasów uprawnych a przestrzenią zabudowy Machu Picchu



---

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

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

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

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

---

Świętokrzyski

# KAMPUS

Laboratoryjny  
Głównego Urzędu Miar  
(ŚKLGUM)

# ŚWITEŻ

System wsparcia informatycznego  
usług terenowej administracji  
miar



Główny  
Urząd  
Miar

# e-CzasPL

System niezawodnej i wiarygodnej  
dystrybucji czasu urzędowego  
na obszarze RP

# 2021

# TRANS-TACHO

System informatyczny służący stworzeniu  
środowiska cyfrowego dla realizacji usług publicznych  
i zadań GUM w sprawach tachografów