

IX Konferencja Chemometria i Metrologia w Analityce

6 - 8 marca 2024 r.



ROLA OKRĘGOWEGO URZĘDU MIAR W POZNANIU W ZAPEWNIENIU SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ W LABORATORIACH CHEMICZNYCH

J. Wiśniewska, R. Danielewski, M. Królikiewicz, W. Ludwiczak

USTANOWIENIE SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ W LABORATORIUM DLA ZAPEWNIENIA:

- wiarygodnych wyników pomiarów;
- porównywalności wyników pomiarów w kraju i na poziomie międzynarodowym.

Elementy do ustanowienia spójności pomiarowej wyników pomiarów:

- nieprzerwany łańcuch porównań do międzynarodowego lub państwowego wzorca pomiarowego,
- udokumentowana niepewność pomiaru,
- udokumentowana procedura pomiarowa,
- kompetencje personelu laboratorium wzorcującego,
- odniesienie do jednostek miar układu SI albo poprzez stosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia lub wyniki referencyjnych procedur pomiarowych, określonych metod albo uzgodnionych wzorców szczegółowo opisane i zaakceptowane,
- odstępy czasu między wzorcowaniami (ILAC-G24/OIML D 10).

Ustanowienia spójności pomiarowej możliwe poprzez:

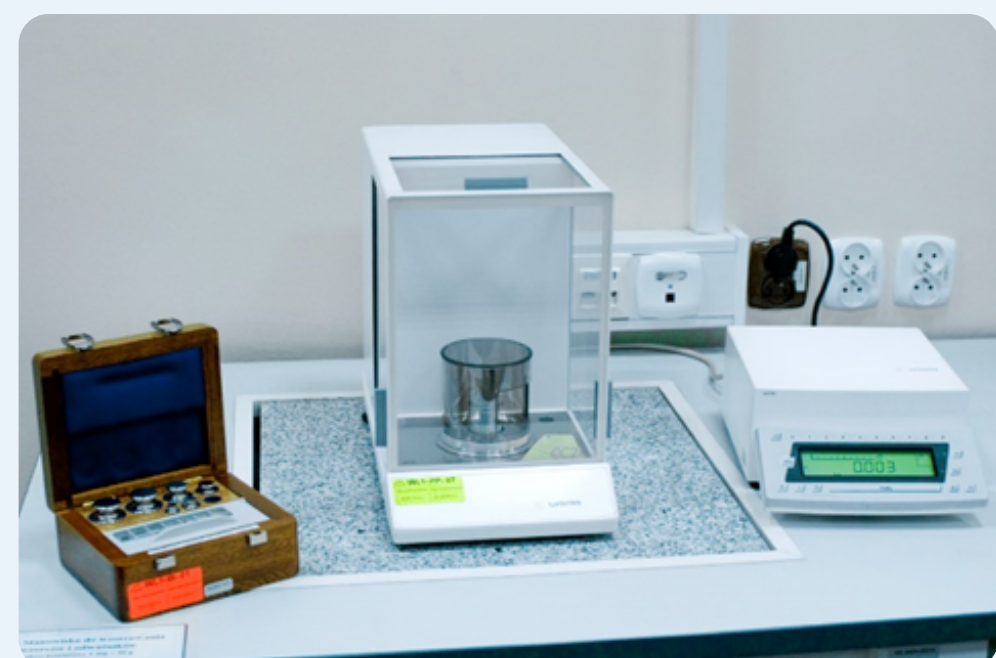
- uwzględnianie systematycznego błędu pomiaru wzorcowanego wyposażenia pomiarowego;
- zastosowanie wzorców pomiarowych, dla których w świadectwie wzorcowania przedstawiono wyłącznie stwierdzenie zgodności ze specyfikacją.

ZAPEWNIENIE WZORCOWANIA PRZYRZĄDU ALBO WZORCA POMIAROWEGO ADEKWATNIE DO ZAMIERZONEGO ZASTOSOWANIA :

zakres wzorcowania oraz zdolność pomiarowa CMC Laboratorium wzorcującego odpowiednie do zakresu pomiarów wykonywanych przyrządem pomiarowym oraz w odniesieniu do oczekiwanej niepewności pomiaru.

Wzorcowania przyrządów i wzorców pomiarowych realizowane w OUM w Poznaniu (zakres usług dostępny na <https://poznan.gum.gov.pl>) m.in.:

- odważniki klasy dokładności F_1 , F_2 , M_1
- wagi nieautomatyczne, wzorce masy



Rys. 1. Stanowisko pomiarowe do wzorcowania i legalizacji wzorców masy, odważników i obciążników



Rys. 2. Stanowisko pomiarowe do wzorcowania wag nieautomatycznych

- spektrofotometry w zakresie ultrafioletu (250÷400) nm, widzialnym (400÷800) nm i w bliskiej podczerwieni (800÷880) nm



Rys. 3. Wzorce pomiarowe - zestaw filtrów ciekłych stosowanych w zakresie ultrafioletu oraz zestaw filtrów szklanych stosowanych w zakresie widzialnym i bliskiej podczerwieni.

- sekundomierze



Rys. 5. Stanowisko pomiarowe do wzorcowania sekundomierzy mechanicznych oraz sekundomierzy elektronicznych sterowanych ręcznie i elektronicznie (wyznaczenie błędu pomiaru krótkoterminowego częstotściomierzem - czasomierzem i błędu pomiaru długoterminowego chronokomparatorem)

- konduktometry



Rys. 4. Stanowisko pomiarowe do wzorcowania konduktometrów metodą elektryczną

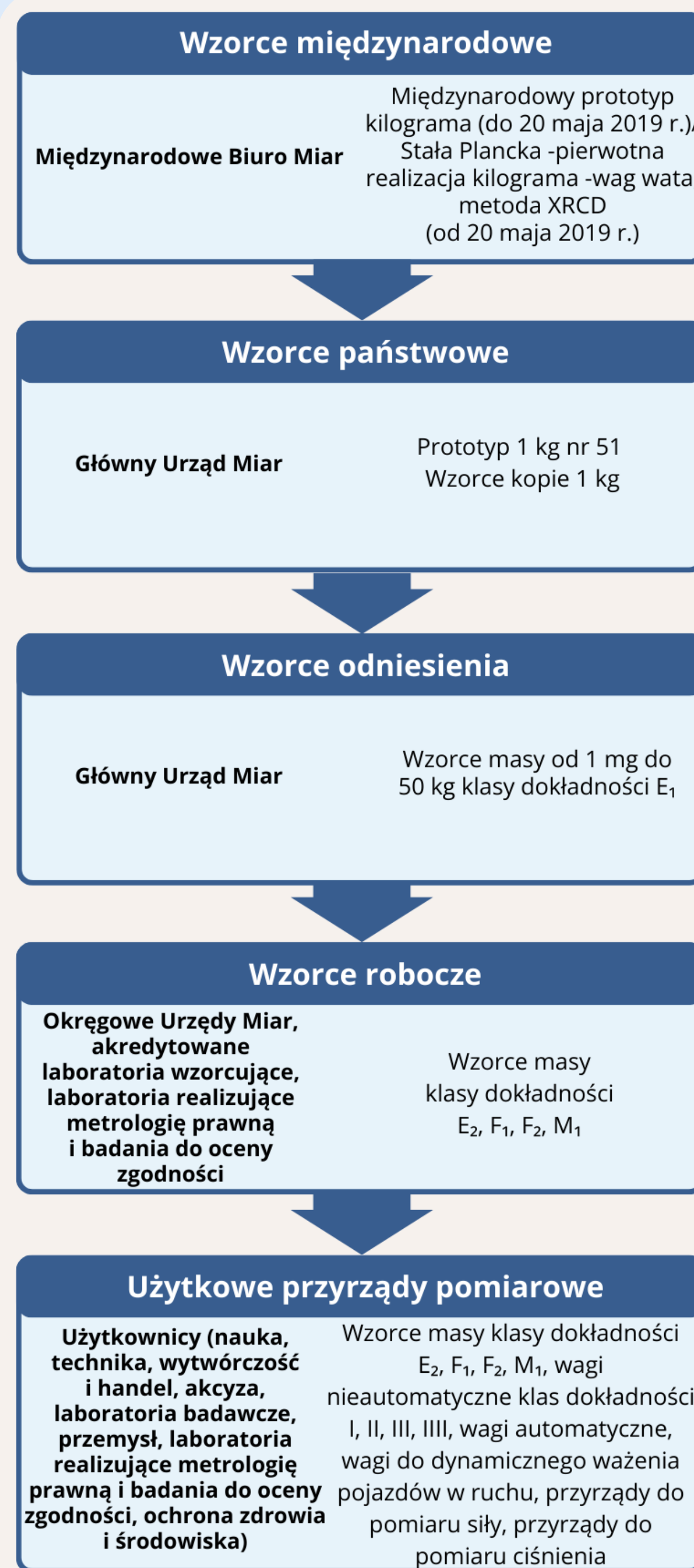
- rotametry



Rys. 6. Niskociśnieniowe stanowisko pomiarowe do wzorcowania rotametrów do gazów w zakresie strumienia objętości od 1 dm³/h do 15000 dm³/h

ŁAŃCUCH SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ STANOWI CIĄG WZORCÓW POMIAROWYCH I WZORCOWAŃ UŻYTYCH DO STWORZENIA POŁĄCZENIA WYNIKU POMIARU Z MIĘDZYNARODOWYM WZORCEM POMIAROWYM.

Zapewnienie spójności pomiarowej na przykładzie pomiarów masy:



Rys. 7. Łańcuch spójności pomiarowej w pomiarach masy.

Podstawowa jednostka masy jest przenoszona poprzez wzorec masy w nieprzerwanym łańcuchu porównań, od międzynarodowego wzorca pomiarowego, na wzorce robocze stosowane do wzorcowania lub weryfikacji przyrządów pomiarowych. Międzynarodowy wzorec masy po redefinicji jednostki masy SI w 2019 r. stanowi wartość uzgodniona przy użyciu metod pierwotnych wyznaczania jednostki miary masy, opierających się na wartości stałej Plancka. Wzorcem odtwarzającym jednostkę miary masy w Polsce jest prototyp kilograma nr 51 (rys. 8.), od którego jest ona przekazywana na wzorce kopie 1 kg i dalej na wzorce masy poszczególnych klas dokładności.

Obecnie w kraju porównania wzorców masy kopii 1 kg przeprowadzane są na w pełni zautomatyzowanym stanowisku pomiarowym, w skład którego wchodzi: komparator masy MT AT 1006 (rys. 9.) o obciążeniu maksymalnym max 1011 g, z działką elementarną $d = 0,001$ mg oraz stacja klimatyczna, bezpośrednio współpracująca z komparatorem, której zadaniem jest pomiar temperatury w komorze ważenia komparatora oraz ciśnienia i wilgotności względnej powietrza w odizolowanym pomieszczeniu, w którym usytuowane jest stanowisko pomiarowe.



Rys. 8. Państwowy wzorec jednostki miary masy - prototyp kilograma nr 51

Przekazywanie wartości jednostki miary masy na wzorce robocze klasy dokładności E₂, F₁, F₂, M₁ odbywa się poprzez wzorcowanie metodą podstawiania na właściwych stanowiskach pomiarowych. Wartości jednostki miary masy przekazywane są do użytkowych przyrządów pomiarowych.

Po redefinicji jednostek miar SI - jednostka masy kilograma definiowana dotychczas jako jednostka masy, która jest równa masie międzynarodowego prototypu kilograma, została zastąpiona nową definicją: Kilogram, oznaczenie kg, to jednostka masy SI. Jest ona zdefiniowana poprzez przyjęcie ustalonej wartości liczbowej stałej Plancka h , wynoszącej $6,62607015 \times 10^{-34}$ wyrażonej w jednostce J s, która jest równa $kg m^2 s^{-1}$, przy czym metr i sekunda określone są poprzez c i $\Delta\nu_{CS}$.

Dotychczasowe stanowisko państwowego wzorca jednostki miary masy - 1 kg: komparator MT AT 1006 zostanie zastąpione stanowiskiem, w skład którego będzie wchodzić automatyczny próżniowy komparator masy z adiustacją zewnętrzną o obciążeniu $max \geq 1$ kg z działką elementarną $d \leq 0,1$ μg . Komparator będzie wyposażony w moduł pomiarowy umożliwiający pomiar masy w powietrzu, w wysokiej próżni oraz w osłonie gazów: argonu i azotu. (rys.10.) i zapewni lepszą dokładność pomiarową.



Rys. 9. Komparator MT AT 1006 (obecnie)



Rys. 10. Komparator próżniowy (w najbliższym czasie)