

**Aleksandra KOWAL, Leszek LIPÍŃSKI, Henryk MANUSZKIEWICZ**

INSTYTUT NISKICH TEMPERATUR I BADAŃ STRUKTURALNYCH PAN IM. WŁ. TRZEBIATOWSKIEGO, WROCŁAW

**Zmodernizowane Laboratorium Wzorca Temperatury****Mgr inż. Aleksandra KOWAL**

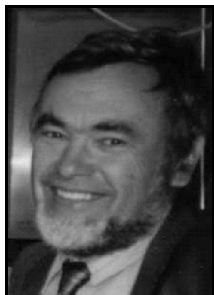
Fizyk w Laboratorium Wzorca Temperatury Instytutu Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Studia na Wydziale Podstawowych Problemów Techniki Politechniki Wrocławskiej ukończyła w 2000 r.



e-mail: Kowal@int.pan.wroc.pl

**Dr Leszek LIPÍŃSKI**

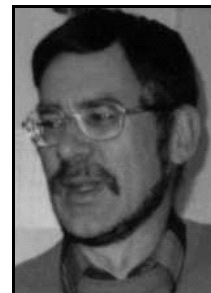
Fizyk w Laboratorium Wzorca Temperatury w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego ukończył w 1966 r. Stopień doktora nauk fizycznych uzyskał w 1976 r w INT i BS PAN.



e-mail: Lipinski@int.pan.wroc.pl

**Dr Henryk MANUSZKIEWICZ**

Fizyk w Laboratorium Wzorca Temperatury Instytutu Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego ukończył w 1976 r. Stopień doktora nauk fizycznych uzyskał w 1995 r w INT i BS PAN.



e-mail: Manuskiewicz@int.pan.wroc.pl

**Streszczenie**

W Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu znajduje się państwowy wzorec jednostki miary temperatury dla zakresu od 13,8033 K do 273,16 K. Posiadanie wzorca państwowego obliguje do przekazywania wartości jednostki temperatury wzorcom niższych rzędów oraz termometrom użytkowym, w celu zapewnienia spójności pomiarowej. Laboratorium podjęło się wykonywania usług wzorcowania czujników temperatury w zakresie niskich temperatur. W 2005 r. uzyskano środki finansowe z funduszy strukturalnych SPO-WKP, za które rozbudowano i zmodernizowano istniejące stanowiska pomiarowe stosowane do wykonywania prac usługowych, w wyniku czego możliwe jest wzorcowanie termometrów także w wyższym zakresie temperatur aż do 160 °C. Zmodernizowane, jak i nowo powstałe stanowiska pomiarowe będą objęte systemem zarządzania jakością zgodnie z wymaganiami Polskiego Centrum Akredytacji.

**Słowa kluczowe:** temperatura, system jakości, wzorec, punkt stały.

**Modernized Laboratory of Temperature Standard****Abstract**

At the Institute of Low Temperature and Structure Research (INTiBS) in Wrocław (Poland) the national temperature standard for the low temperature range between the triple point of hydrogen 13,8033 K and the triple point of water 273,16 K was established in 2001. At the Laboratory a quality system has been implemented according to ISO/IEC 17025/2005. To achieve traceability between the national standard and secondary thermometers the Laboratory has carried out calibration of low-temperature thermometers. Recently the Laboratory improved its service for higher temperature up to about of 160 °C. Measuring systems and calibration capabilities of the Laboratory is presented in the paper.

**Keywords:** temperature, quality system, standard, fixed point.

**1. Wstęp**

W Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu znajduje się państwowy wzorec jednostki miary temperatury dla zakresu od 13,8033 K do 273,16 K [1, 2].

Na mocy porozumienia o wzajemnym uznawaniu wzorców państwowych musi być zachowana spójność między wszystkimi

państwowymi wzorcami temperatury. Zapewnienie tej spójności i jej weryfikacja realizowana jest przez wprowadzenie ujednoliconego systemu zarządzania jakością w laboratoriach wzorcujących opartego na normie PN-EN ISO/IEC 17025 „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących”. Taki system zarządzania jakością został wprowadzony w Laboratorium w 2004 r. i zaprezentowany na międzynarodowym forum ds. systemów jakości w Bukareszcie w 2005 r. [3].

Informacje na temat możliwości pomiarowych Laboratorium wprowadzone są do bazy danych (calibration and measurement certificates - CMC) Międzynarodowego Biura Miar.

W celu zapewnienia spójności pomiarowej posiadanie wzorca państwowego obliguje do przekazywania wartości jednostki temperatury wzorcom niższych rzędów oraz termometrom użytkowym, dlatego też Laboratorium zaczęło wykonywać prace usługowe związane z wzorcowaniem termometrów w zakresie niskich temperatur. Stosuje się dwie metody wzorcowania: dokładniejszą metodę punktów stały i bardziej praktyczną metodę porównawczą.

W 2004 r. wystąpiono o dofinansowanie ze środków Unii Europejskiej modernizacji Laboratorium i rozszerzenia wykonywanych usług na zakres wyższych temperatur, czego oczekiwali klienci.

**2. Modernizacja Laboratorium Wzorca**

W 2005 r. uzyskano środki finansowe z funduszy strukturalnych SPO-WKP, działanie 1.4 *Wzmocnienie współpracy między sferą badawczo-rozwojową a gospodarką*, na rozbudowę i modernizację istniejących stanowisk pomiarowych stosowanych do wykonywania prac usługowych na rzecz polskich przedsiębiorstw (projekt nr WKP\_1/1.4.2/1/2004/1/1/2/2005). Dzięki temu zmodernizowano i utworzono nowe stanowiska pomiarowe, które objęte zostały systemem zarządzania jakością.

**2.1. Modernizacja wzorca**

W ramach modernizacji wzorca dotychczas stosowany precyzyjny mostek do pomiaru rezystancji termometrów platynowych firmy ASL model F18 o dokładności pomiaru 0,1 ppm został zastąpiony mostkiem termometrycznym firmy Measurements International model 6015 T o większej dokładności pomiaru (0,02 ppm).

Ponieważ temperatura punktu potrójnego wody zależy od składu izotopowego istotne było zakupienie komórki wody o znanym składzie izotopowym. Zakupiono również wannę/termostat do realizacji punktu potrójnego wody dla 4 komórek, umożliwiającą przechowywanie wymrożonych komórek przez 4 miesiące.

Zmodernizowano także stanowisko do realizacji punktu potrójnego rtęci (234,3156 K). Laboratorium dysponowało jedynie miniaturową komórką rtęci [4], dzięki której możliwe było wzorcowanie tylko niskotemperaturowych termometrów platynowych typu kapsułkowanego (o typowych wymiarach: długość ok. 50 mm i średnicy 5 mm). Obecnie Laboratorium wyposażone jest w ko-

mórkę rtęci umożliwiającą zarówno wzorcowanie termometrów niskotemperaturowych jak i termometrów dla wyższego zakresu temperatur, typu long – stem (z długą nóżką, których średnica wynosi ok. 7 mm i długość obudowy do kilkadziesiąt centymetrów).



Rys. 1. Wanny/termostaty do realizacji punktu potrójnego wody i rtęci  
Fig. 1. Bath for realization triple point of water and mercury

W przypadku obu nowych komórek prowadzone są międzylaboratoryjne porównania, w celu określenia dokładności realizacji definicyjnych punktów stałych. Komórka wody badana była w INMiR we Włoszech, a komórkę rtęci testowano w PTB w Niemczech. Wzorcowe platynowe termometry typu kapsułowanego, stanowiące element wzorca państwowego, biorą udział w porównaniach kluczowych koordynowanych przez Instytut Metrologiczny w Kanadzie.

W zmodernizowanym stanowisku wzorca państwowego osiąga się niepewność wyznaczania wartości temperatury punktu stałego w zależności od rodzaju substancji wzorcowej odpowiednio 0,0002 K dla wody i 0,002 K dla wodoru dla  $k = 2$  przy poziomie ufności  $p = 95\%$ .

## 2.2. Stanowisko do wzorcowania termometrów w zakresie od ~14 K do 200 K

Stanowisko składa się z:

- kriostatu do uzyskiwania temperatury od 14 K do 200 K
- wzorcowego oporowego termometru platynowego
- mostka termometrycznego F18
- regulatora temperatury firmy Lake Shore Cryotronic model 340.

Stanowisko to wykorzystywane jest do prowadzenia badań/wzorcowania komórek do realizacji wtórnych punktów stałych, takich jak punkt potrójny deuteru, azotu, dwutlenku węgla itp., a także wykorzystywane jest do wzorcowania metodą porównawczą użytkowych czujników temperatury różnego typu (takich jak czujniki oporowe, diody, termistory, itp). Najmniejsza niepewność pomiaru uzyskiwana na tym stanowisku szacowana jest na 1 mK przy  $k = 2$ .

## 2.3. Stanowisko do wzorcowania termometrów w punktach stałych powyżej 0 °C

Stanowisko wyposażone zostało w komórki do realizacji punktu topnienia galu (29,7646 °C) i krzepnięcia indu (156,5985 °C) wraz z odpowiednimi termostatami/piecami (rys. 2) oraz wzorcowymi termometrami platynowymi do tego zakresu temperatur. Najmniejsza niepewność pomiaru wynosi 0,001 °C w punkcie topnienia galu, a 0,002 °C dla punktu krzepnięcia indu ( $k = 2$ ).



Rys. 2. Stanowisko do wzorcowania termometrów w punkcie krzepnięcia indu i topnienia galu  
Rys. 2. Stand for calibration thermometers in fixed points of indium and gallium

## 2.4. Stanowisko do wzorcowania termometrów elektrycznych w zakresie od -80 °C do 100 °C metodą porównawczą

W skład stanowiska wchodzi (rys. 3):

- wanna/termostat firmy Fluke/Hart Instrument model 7380 wraz z termometrem do monitorowania temperatury w wannie
- urządzenie do pomiaru rezystancji wzorcowanych termometrów oporowych firmy Fluke/Hart Instrument – super-termometr ze skanerem model 1590.

Stanowisko to umożliwia pomiar z niepewnością około 0,05 °C ( $k = 2$ ).

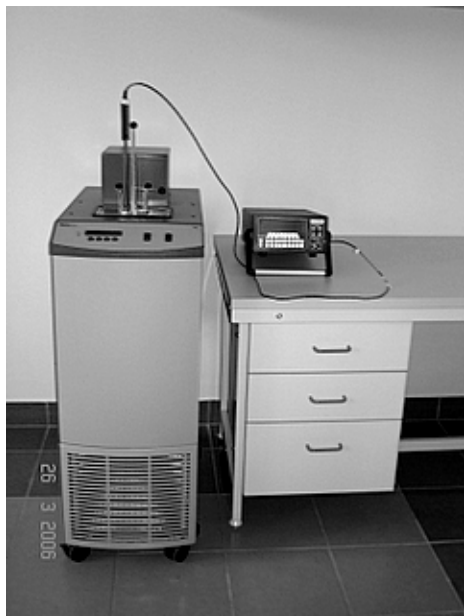


Rys. 3. Stanowisko do wzorcowania termometrów elektrycznych w zakresie od -80 °C do 100 °C metodą porównawczą  
Fig. 3. Stand for calibration of electrical thermometers in temperature range from -80 °C to +100 °C

## 2.5. Stanowisko do wzorcowania termometrów szklanych w zakresie od -80 °C do 100 °C metodą porównawczą

Układ pomiarowy złożony jest z wanny/termostatu firmy Fluke/Hart Instrument, model 7381. Wanna daje możliwość wzorcowania 10 termometrów jednocześnie. Temperatura w wannie monitorowana jest przez cyfrowy termometr firmy CROPICO model 3000 (rys. 4). Najmniejsza niepewność pomiaru przy wzor-

cowaniu termometrów szklanych – cieczowych osiągnięta na tym stanowisku wynosi  $\sim 0,03$  °C.



Rys. 4. Stanowisko do wzorcowania termometrów szklanych  
Fig. 4. Measuring equipment for calibration of liquid in glass thermometers

### 3. Podsumowanie

Przedstawione stanowiska dają możliwości wzorcowania czujników temperatury w szerokim zakresie od temperatur niskich około 14 K od 116 K (156 °C). Wyposażenie stanowisk w aparatu-

rę o najwyższej klasie dokładności pozwoliło na znaczne zwiększenie dokładności wykonywanych pomiarów.

Wszystkie stanowiska zostały objęte systemem zarządzania jakością. Laboratorium Wzorca Temperatury wystąpiło do PCA z prośbą o jego akredytację. Obecnie wszystkie świadectwa wzorcowania wykonane w zakresie niskich temperatur są honorowane przez PCA ze względu na posiadany państwowy wzorzec temperatury.

Praca częściowo finansowana z funduszy strukturalnych projekt nr WKP\_1/1.4.2/1/2004/1/1/2/2005 i ze środków finansowych na naukę w latach 2007 – 2008 jako projekt badawczy nr MRA/293/2006

### 4. Literatura

- [1] Szmyrka-Grzebyk A., Lipiński L., Manuskiewicz H., Kowal A., 2003, A National Temperature Standard between 13.8033 K and 273.16 K at INTiBS PAN, Proceedings of 2nd International Seminar on Low Temperature Thermometry, pp.77-85, Wrocław, Poland
- [2] Kowal A., Lipiński L., Szmyrka-Grzebyk A., Manuskiewicz H., System pomiarowy do realizacji Międzynarodowej Skali Temperatur z 1990 roku, VI Szkoła – Konferencja Metrologia Wspomagana Komputerowo 2003, vol II Waplewo 2003, pp 253 - 258
- [3] Kowal A., Szmyrka-Grzebyk A., Lipiński L., Manuskiewicz H., Zarządzanie systemem jakości w Laboratorium Państwowego Wzorca Temperatury, XXXVII MKM, Zielona Góra 2005, pp. 203
- [4] Lipiński L., Manuskiewicz H., Szmyrka-Grzebyk A., Steur P.P.M., Marcarino P., Comparison of temperature values of the mercury triple point realized in miniature and conventional cells, 8th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Sciences, Berlin, 2001, pp. 441 – 446

*Artykuł recenzowany*

## INFORMACJE

### Cennik publikacji reklam w miesięczniku naukowo-technicznym PAK

Reklama	Czarno-biała	Kolorowa
I okładka	-	<b>1 800,00 PLN netto</b>
II okładka	-	<b>1 600,00 PLN netto</b>
III okładka	-	<b>1 500,00 PLN netto</b>
IV okładka	-	<b>1 700,00 PLN netto</b>
1 strona (175x250 mm)	<b>900,00 PLN netto</b>	<b>1 100,00 PLN netto</b>
½ strony (175x125mm) - pozioma	<b>500,00 PLN netto</b>	<b>700,00 PLN netto</b>
½ strony (85x250 mm)- pionowa	<b>500,00 PLN netto</b>	<b>700,00 PLN netto</b>
⅓ strony (175x85 mm)	<b>400,00 PLN netto</b>	-
¼ strony (85x125 mm)	<b>300,00 PLN netto</b>	-

Do podanych cen należy doliczyć podatek VAT w wysokości 22%.