

4/2020
ROČNÍK 29

METROLOGIE

VĚDECKÁ
LEGÁLNÍ
PRAKTICKÁ



METROLOGIE V PRAXI**Doc. Ing. Olga Tůmová, CSc.;****Doc. Ing. František Tůma, CSc.**Využití základních nástrojů řízení kvality
v metrologii – část 2.....1**Ing. Martin Valenta**Sjednocování výpočtu CMC v AKL v oboru statický
objem a v oboru délka.....4**Ing. Eliška Fialová, Mgr. Petr Otáhal, Ph.D.,****Ing. Josef Vošahlík, Ing. Ivo Burian, CSc.**Zařízení pro zajištění metrologické návaznosti
přístrojů při nízkých objemových aktivitách radonu7**VĚDA A VÝZKUM****Ing. Jiří Bílek**Rozšíření rozsahu státního etalonu vlhkosti vzduchu
za atmosférického tlaku13**Ing. Martin Koval, Ph.D.**

Európsky Metrologický Cloud (EMC).....16

Ing. Leoš Vyskočil

Nový přístup k primárnímu meraniu pH.....20

ZKUŠEBNICTVÍ**Ing. Monika Hegedúšová**

Bezpečnost hraček.....26

INFORMACE**Ing. Zbyněk Veselák**37. zasedání výboru WELMEC (MoU) a 1. zasedání
výboru WELMEC e.V.29**Ing. Miroslav Čermák**Příručka správné praxe: Uvádění hraček
na trh ES a ČR.....31**Mgr. Jaroslav Zůda, Ph.D.**Zavádění nové definice základní jednotky
hmotnosti.....33

Nabídka akcí ČMS na 1. čtvrtletí roku 2021

METROLOGY IN PRACTICE**Doc. Ing. Olga Tůmová, CSc.;****Doc. Ing. František Tůma, CSc.**Using Basic Quality Control Tools
in Metrology - Part 21**Ing. Martin Valenta**Unifying the CMC Calculation in ACLs in the Fields
of Static Volume and Length4**Ing. Eliška Fialová, Mgr. Petr Otáhal, Ph.D.,****Ing. Josef Vošahlík, Ing. Ivo Burian, CSc.**Equipment to Ensure Metrological Continuity
of Instruments at Low Radon Volume Activities.....7**SCIENCE AND RESEARCH****Ing. Jiří Bílek**Expanding the National Standard for Air Humidity
at Atmospheric Pressure13**Ing. Martin Koval, Ph.D.**

European Metrology Cloud (EMC).....16

Ing. Leoš Vyskočil

A New Approach to Primary pH Measurement20

TESTING**Ing. Monika Hegedúšová**

Toy Safety26

INFORMATION**Ing. Zbyněk Veselák**The 37th Meeting of the WELMEC MoU Committee
and the 1st Meeting of the WELMEC e.V. Committee ..29**Ing. Miroslav Čermák**Guide to Good Practice: Placing Toys on the Market
in the EC and the Czech Republic31**Mgr. Jaroslav Zůda, Ph.D.**Introducing a New Definition of the Basic Unit
of Mass.....33The List of ČMS Events in the 1st Quarter of 2021**Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ)**

oznamuje, že se spolu s

Českou agenturou pro standardizaci (ČAS),která má sídlo ve stejném objektu, z důvodu plánované rekonstrukce budovy Biskupský dvůr 1148/5, Praha 1
s účinností od 3. srpna 2020 přestěhoval do nových prostor, na adresu:**Na Žertvách 132/24, 180 00 Praha 8.****Veškerá telefonní čísla a e-mailové adresy zůstávají nezměněny. Jako korespondenční a zasilací adresu pro veškeré
písemnosti používejte:****Na Žertvách 132/24, 180 00 Praha 8;**

Rekonstrukce objektu je plánovaná na dobu 2 let. Poté se oba subjekty přemístí zpět na adresu svého sídla.

Podrobnosti k přemístění ÚNMZ a ČAS naleznete na adrese:

<https://www.unmz.cz/stehovani-unmz-do-novych-prostor-a-omezeni-provozu-v-dusledku-stehovacich-praci/>

VYUŽITÍ ZÁKLADNÍCH NÁSTROJŮ ŘÍZENÍ KVALITY V METROLOGII – ČÁST 2.

Doc. Ing. Olga Tůmová, CSc.

Západočeská univerzita v Plzni, FEL

Doc. Ing. František Tůma, CSc.

Západočeská univerzita v Plzni, FAV

2.4 Paretova analýza

Paretův princip byl formulován jako nástroj řízení kvality v r. 1980, kdy Dr. Juran zjistil, že „nepravidelné rozložení kvality přináší vyšší ztráty“. Tento jev pojmenoval podle italského ekonoma Vilfreda Pareta, který již v 19. století zjistil nepravidelnost v rozložení bohatství mezi lidmi, neboť největší část bohatství je vlastněna relativně malou skupinou osob. Tento princip je pravdivý i v mnoha dalších jevech, včetně kvality technologií a výrobků.

V jednoduchých případech se potvrzuje, že většina následků má původ v relativně malém počtu příčin, proto v oblasti kvality bylo nejčastěji se vyskytujících (5 – 20) % typů příčin nazváno „životně důležitou menšinou“. Naopak (80 – 95) % příčin, které se vyskytovaly daleko méně, bylo nazváno „triviální většinou“. Protože obecně platí, že je nutné věnovat pozornost všem negativním jevům ve výrobě, byl později pojem „triviální většina“ přejmenován na „užitečnou většinu“.

Paretova analýza se používá nejen při rozhodování o opatřeních při snižování ztrát způsobených vadnými výrobky, ale i v mnoha oblastech řízení hospodářských organizací (např. zvýšení odbytu, redukce nepotřebných zásob, zlepšení organizace nákupu materiálu, snížení nákladů na údržbu a opravy, snížení počtu opožděných dodávek, snížení úrazovosti pracovníků nebo snížení prostojů výrobního zařízení). Využívá se např. při zkoumání ztrát z vadných výrobků, kdy charakterizujeme ztráty počtem poruch, jejich závažností nebo náklady nutnými k odstranění závady. Statistickými jednotkami jsou nositelé příčin ztrát, tedy výrobky nebo jejich funkční části.

Postup při řešení Paretovy analýzy:

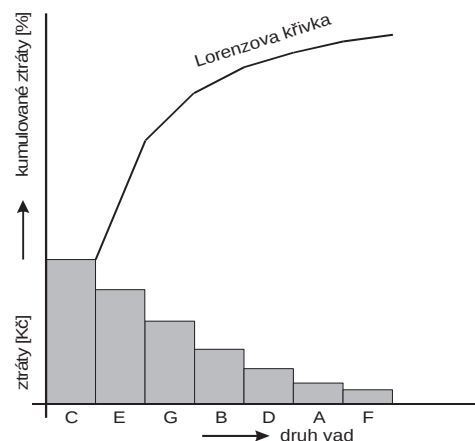
- zvolíme ukazatele u zkoumaných statistických jednotek (výroby, funkční skupiny, vybrané vlastnosti výrobku, druhy neshod na daném výrobku apod.),
- zapíšeme zjištěná data do prvotní tabulky, kde je zároveň uvedena kvantifikace jednotlivých položek,
- v následující údaie uspořádáme podle velikosti hodnot (četnosti) zkoumaného jevu od největšího k nejmenšímu počtu,
- provedeme kumulativní součty a vyjádříme je v % z celkového součtu hodnot (100 %). Tak odlišíme „životně důležité“ jednotky (např. druhy vad) od jednotek méně významných,
- odstraněním vad u těchto důležitých jednotek se dosáhne podstatného snížení poruchovosti výrobku. Které jednotky jsou důležité, zjistíme nastaveným kritériem pro rozhodování (např. 60 %).

Do prvotní tabulky uvádíme postupně zjištěné vady a vyhodnocené ztráty způsobené těmito vadami. V další tabulce zjištěné vady seřídíme podle velikosti ztrát, viz **Tab. 2**.

Tab. 2: Tabulka vad výrobku a finanční ztráty [3]

Druhy vad na výrobku	Ztráty (Kč)	Kumulované ztráty (Kč)	Kumulované ztráty (%)
C	540 · 10 ³	540 · 10 ³	37,5
E	450 · 10 ³	990 · 10 ³	68,7
G	216 · 10 ³	1206 · 10 ³	83,8
B	117 · 10 ³	1323 · 10 ³	91,1
D	72 · 10 ³	1395 · 10 ³	96,2
A	36 · 10 ³	1431 · 10 ³	98,7
F	22 · 10 ³	1453 · 10 ³	100,0
CELKEM	1453 · 10 ³	-	-

Paretova analýza je obvykle znázorněna grafem, kde na ose x jsou zkoumané jednotky (neshody) a na ose y ztráty v Kč, četnost neshod, rizika apod. Na ose y se také vyznačí kritérium rozhodování. Pak je v grafu patrné, které vady musíme odstranit pro dosažení stanoveného kritéria.



Obr. 5: Paretova analýza a Lorenzova křivka [3]

Analýza může být uplatněna prostou četností jednotlivých položek (pokud mají ukazatele stejnou důležitost i podobnou cenu). Ale pokud je různá **závažnost jednotlivých položek** (vad), je třeba přiřadit určité váhy (tj. bodové hodnocení dle závažnosti, např. 1, 5, 20, 100), a tím může dojít i k přeskupení jednotlivých položek v původním grafu, protože i méně četné závady s velkou váhou mohou představovat značnou finanční ztrátu, nebo taková vada způsobí závažný problém, až ohrožení života:

výpočet nositele příčin ztrát = četnost × váha × cena v Kč

Pro vytvoření diagramu lze použít i běžně dostupný software Microsoft Excel.

2.5 Histogramy

Jedním z velmi jednoduchých nástrojů při realizaci požadavků norem řady ČSN EN ISO 9000 [1] [2] i ČSN EN ISO/IEC 17025 [5] v praxi jsou histogramy. Jejich význam uvádí motto, že „Jediné grafické znázornění je mnohem cennější než tisíc čísel, je-li tímto znázorněním histogram“. Histogram ve své podstatě představuje sumarizaci proměnlivosti určité množiny číselných údajů a jejich grafická podoba umožňuje pozorovat určité rysy, které jsme jen velmi obtížně schopni zjistit z jednoduché tabulky. I tento nástroj se uplatňuje v metrologii.

Abychom mohli řešit vzniklé problémy, potřebujeme realizovat určité experimenty, získat údaje a z nich vyvodit závěry. Objektivita není obecně závislá na množství těchto údajů.

Budeme-li analyzovat vlastnosti některého výrobku na určitém počtu vzorků, pak na ose x značíme kvantitativní hodnotu sledované vlastnosti (popř. označíme i její nominální, horní a dolní mezní hodnotu), na ose y pak četnost jejího výskytu. Můžeme-li soubor údajů, které analyzujeme, chápat jako skutečně reprezentativní pro sledovaný znak, pak tvar histogramu vypovídá o vlastním měřicím nebo výrobním procesu, jeho způsobilosti, práci operátora, činnosti pracovníků kontroly atd. Histogram je globálním obrazem všech vlivů, kterým je sledovaný proces vystaven.

Statistické třídění znamená jednoznačné rozdělení jednotek statistického souboru do skupin nebo intervalů podle takových hledisek, abychom co nejlépe zjistili vlastnosti zkoumaného jevu. Uspořádané údaje nazýváme řady, které mohou být podle sledovaného znaku časové, místní, věcné, nebo rozdělení četností.

Meze intervalů se stanovují několika způsoby:

- při malém počtu různých číselných hodnot, kdy každá číselná hodnota tvoří samostatnou skupinu (třidu), existuje jediná hodnota znaku X_j , kterou také nazýváme třídní znak,
- u velkého počtu různých hodnot znaku seskupíme různé hodnoty do jednoho intervalu (třídy, sloupce, skupiny):
 - každá číselná hodnota musí být jednoznačně zařazena do určitého intervalu, např. 9,01-9,50 a 9,51-10,00 nebo 9,00-9,49 a 9,50-9,99; chybně jsou zvoleny intervaly o rozpětí 9,00-9,50 a 9,50-10,00.

Rozpětí R všech dat v souboru je dáno rozdílem maximální a minimální hodnoty, počet intervalů (tříd) značíme k (nebo m), celkový počet údajů n a šířku intervalu h . Pro určení vhodného počtu intervalů (tříd) k existují různé empirické vzorce, které jsou uvedené v **Tab. 3**.

Autor histogramu může použít software Excel, ale doporučuje se, aby si volil vlastní šířku intervalů s ohledem na jím plánovaný počet tříd.

Tab. 3: Obecný návrh počtu tříd u histogramu

Celkový počet údajů n	Vzorce pro počet intervalů (tříd) k
Obecný počet n	$k = R / h$
$n > 1000$	$k = 1 + 3,3 \log n$
$50 < n < 1000$	$k = 5 \log n$
$n < 100$	$k = \sqrt{n}$

Tab. 4: Příklady návrhu histogramů

Rozsah výběru n	Doporučený počet sloupců (tříd) k
Do 50	5–7
50–100	6–10
101–150	7–12
151–500	8–15
Nad 500	10–18

Histogram je grafickým skupinovým rozdělením četností, představuje rozdělení pravděpodobnosti sledovaného znaku a právě rozlišné působení zmíněných faktorů ovlivňuje tvar tohoto rozdělení, a tedy i tvar histogramů. [3] [6]

Nejčastějšími tvary histogramů jsou: zvonovitý (odpovídá normálnímu rozdělení, v procesu se vyskytují jen náhodné vlivy), se dvěma vrcholy, hřebenový, plochý, asymetrický, useknutý, zvonovitý s izolovanými hodnotami, dvouvrcholový s výraznou četností v krajní třídě. Uvedené histogramy (kromě zvonovitého) vypovídají o dalších systematických vlivech, které působily na měření nebo výrobu a ovlivnily výsledek sledovaného znaku.

2.6 Bodové diagramy a stochastická závislost (korelační analýza)

Při řešení různých technických problémů se setkáváme s tím, že zjištěné hodnoty jednoho znaku mohou být vztaženy i k jinému znaku na výrobku. To v praxi znamená, že v takovém případě můžeme zjišťovat hodnotu jen toho znaku, jehož hodnota se určí jednodušším nebo rychlejším způsobem. Tento postup vede ke značným ekonomickým úsporám.

Při určování stochastických závislostí pracujeme s dvourozměrnými statistickými soubory. Množina $x \in (x_1, x_2, \dots, x_n)$ je znakem, jehož pomocí predikci provedeme. Množina $y \in (y_1, y_2, \dots, y_n)$ je znakem, jehož hodnotu chceme získat. Příkladem může být určení vlastnosti materiálu dvěma metodami (destruktivní a nedestruktivní). Každá dvojice (x_i, y_i) představuje jediný bod.

Existují různé typy stochastických závislostí:

- Body jsou rozmístěny po celé ploše diagramu. Jednotlivým hodnotám nezávisle proměnné x odpovídají libovolné hodnoty proměnné y , hodnoty nekorelují.
 - Vyšším hodnotám proměnné x odpovídají i vyšší hodnoty proměnné y .
 - Vyšším hodnotám proměnné x odpovídají nižší hodnoty proměnné y .
- V případě b) a c) se jedná o lineární stochastickou závislost.
- Pokud body (x_i, y_i) jsou soustředěny kolem křivky, jedná se o nelineární závislost.

Čím těsněji jsou body soustředěny kolem regresní přímky, tím silnější je vzájemná lineární závislost - korelace. Mírou závislosti je koeficient korelace. Ten lze použít, pokud byly splněny dva předpoklady:

- základní soubor, z něhož náhodný výběr vybíráme, má dvourozměrné normální rozdělení,
- závislost je lineární (lze ji vyjádřit regresní přímkou).

Výběrový koeficient korelace r může nabývat hodnot $\langle -1, +1 \rangle$:

Hodnota $r = 0$ znamená, že mezi proměnnými x a y není lineární vztah.

Naopak je-li $r = 1$ nebo $r = -1$, přechází stochastická závislost ve vztah funkce $y = a + bx$, kde a a b jsou reálné konstanty ($b > 0$ při $r = 1$, $b < 0$ pro $r = -1$).

To ovšem neznamená, že všechny korelace jsou obecně automaticky správné!

Korelace znamená vzájemný vztah mezi dvěma procesy nebo veličinami. Pokud se jedna z nich mění, mění se korelativně i druhá a naopak. Pokud se mezi dvěma procesy ukáže korelace, je pravděpodobné, že na sobě závisí, ale nelze z toho ještě usoudit, že by jeden z nich musel být příčinou a druhý následkem. Samotná korelace toto obecně nedovoluje rozhodnout, protože korelace neimplikuje kauzalitu. Pokud nějaké dva proměnné jevy často následují po sobě nebo spolu korelují, nelze z toho obecně vyvozovat, že jeden je příčinou a druhý kauzálním následkem. Neznamená to, že by taková kauzalita byla vyloučená, jen není pouhou korelací prokázána.

Korelace je tedy nutnou, ale nikoli postačující podmínkou kauzality. K této logické chybě často dochází při vyhodnocování statistických výsledků jak v přírodních, tak také ve společenských vědách. Takový závěr by pak byl logicky chybný a tedy neplatný.

2.7 Statistická regulace – SPC

Statistical Process Control je nejvýhodnější způsob kontroly mezioperační hromadné a sériové výroby nebo dlouhodobé kontroly hodnot měřených ve zkušební laboratoři. Statistický charakter metody se projevuje tím, že jak časový rozvrh kontrol, tak způsob výběru ke kontrole a rozhodování o kvalitě se řídí předpisy, založenými na předběžném rozboru uvažovaného procesu a na teoretických základech matematické statistiky.

SPC znamená **udržování** výrobního, technologického nebo měřicího **procesu v ustáleném nebo požadovaném stavu**. Představuje sledování a řízení procesu statistickými metodami tak, aby byla udržena kvalita na žádoucí úrovni. Účelem je určit podle výsledků kontroly malého počtu vzorků odebraných z dávky za určitý časový interval, zda působením nějakého systematického jevu nenastaly takové změny, které by ohrozily plnění požadavků na kvalitu.

Namátková kontrola, která je druhou možnou variantou kontroly, je omezena nedostatkem soustavnosti v časovém rozvrhu i ve způsobu kontroly, nedostatkem objektivního rozhodování a evidencí o provedené kontrole. Přitom nelze tvrdit, že by SPC kladla větší nároky na kontrolora (který pouze plní jednoduchý předepsaný postup) než kontrola namátková. SPC má preventivní charakter, umožňuje zásah do procesu před skutečným výskytem zmetků. V tom se liší od pooperační kontroly, která pouze konstatuje, jaká je kvalita dávky po již provedené operaci.

SPC představuje zpětnovazební systém, který obsahuje čtyři prvky:

- **vlastní proces** jako úplnou kombinaci výrobců, dodavatelů, obsluhy, prostředí, zákazníků, materiálu a výrobních a měřicích metod,
 - **informace o procesu** představuje znalost vlastního procesu, jeho proměnnosti a příčin proměnnosti,
 - **opatření v procesu** taková, která minimalizují rozdíl nejdůležitějších znaků od technického zadání,
 - **opatření na výstupu** znamená udržování měřicího nebo výrobního procesu v ustáleném nebo požadovaném stavu.
- Proces je charakterizován výstupními regulovanými veličinami, které jsou náhodnými veličinami se známým rozdělením o neznámých parametrech. Víme, jaké hodnoty parametru rozdělení charakterizují požadovaný stav procesu.

Podstatou SPC je opakované rozhodnutí o tom, která situace nastává:

- a) na regulovanou veličinu působí jen náhodné vlivy – proces je pod statistickou kontrolou,
- b) na regulovanou veličinu působí i systematické vlivy – regulovaná veličina nemá parametry rozdělení trvale na požadovaných úrovních, proces není pod statistickou kontrolou.

Regulovanou veličinou mohou být jak znaky kvality výrobku, tak i technologické parametry.

Prostředkem SPC je **regulační diagram**. Na vodorovné ose se vynášejí časová pořadí jednotlivých kontrol, ve směru svislé osy hodnoty výběrových ukazatelů. Na regulačním diagramu musí být uvedeny další **základní technické údaje** (např. závod, středisko, výrobní zařízení, název a číslo výrobku, číslo výkresu, výrobní operace, regulovaný znak jakosti, metoda regulace apod.), pod vlastním diagramem se zachycují údaje přidružených znaků kvality, časové údaje a případné závady zjištěné v procesu.

V každém regulačním diagramu jsou zřetelně vodorovnými přímkami vyznačeny regulační meze, které se stanoví podle zásad pro zvolenou metodu. Regulační meze představují hodnoty (interval), v nichž se mají pohybovat výběrové ukazatele za předpokladu, že je proces stabilní. Regulační meze nejsou technickým předpisem a jsou srovnatelné s dolním a horním tolerančním pásmem pouze v tom případě, že jde o regulaci jednotlivých hodnot. Regulační meze poskytují tedy určité kritérium pro posouzení stability výrobního procesu. Dostane-li se výběrový ukazatel mezi regulační meze, pokládáme průběh procesu za uspokojivý z hlediska stability. Překročí-li hodnota výběrového ukazatele tyto meze, znamená to, že stabilita je porušena.

Na základě zkušeností z práce s regulačními mezemi vznikla další kritéria. Porušení stability indikuje např. situace, kdy dva nebo více ukazatelů jsou v blízkosti regulačních mezí, nebo kdy uspořádání bodů je málo pravděpodobné (např. 8 hodnot za sebou stále na jedné straně od střední hodnoty). V takových případech je nutné hledat příčinu porušení stability a provést opatření, která zaručí návrat do stabilního stavu.

Metody SPC se dělí podle způsobu a podle prostředků, jimiž se provádí kontrola sledovaného znaku. Při regulaci měřením je znak vyjádřen spojitou kvantitativní veličinou, regulace srovnáváním užívá znaky kvalitativní. [3]

Volba vhodných diagramů závisí také na rozsahu výběru v podskupině u regulace měření a zda je (nebo není) rozsah n konstantní u neshodných jednotek nebo neshod u regulace srovnávání.

V případě kvantitativních údajů se sestrojují dva typy regulačních diagramů, zaměřené na ukazatele polohy (výběrový průměr, průměr podskupiny nebo medián) a ukazatele rozptylu (rozpětí nebo výběrová směrodatná odchylka). U regulačních diagramů měření se předpokládá normální rozdělení, které se má ale nejprve ověřit.

Závěr

Implementace a využívání uvedených nástrojů v procesech měření, výroby i služeb vede k udržení kvality a rovněž k jejímu zlepšování, protože jde o to, aby byl zákazník dlouhodobě spokojen, aby se k dodavatelské firmě vracel a tato firma si budovala dobrou pozici na trhu v dlouhodobém horizontu.

V příspěvku je uveden přehled nástrojů řízení kvality se zaměřením na sedm základních nástrojů, které mají všeobecně uplatnění jak v měřicích i technologických procesech, tak v metrologii. Zároveň jsou charakterizovány jejich výhody a vhodnost použití.



Literatura:

- [1] ČSN EN ISO 9000:2016 – Systémy managementu kvality – *Základní principy a slovník*
- [2] ČSN EN ISO 9001:2016 – Systémy managementu kvality – *Požadavky*
- [3] Tůmová, O., Pirich D.: *Nástroje řízení jakosti a základy technické diagnostiky*, ZČU 2003, Plzeň
- [4] ČSN EN ISO 10012:2003 – Systémy managementu měření – *Požadavky na procesy měření a měřicí vybavení*
- [5] ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 *Všeobecné požadavky na kompetenci zkušebních a kalibračních laboratoří*
- [6] ČSN ISO 22514 - 7:2014 – Statistické metody v managementu procesu – *Způsobilost a výkonnost – část 7: Způsobilost procesů měření*
- [7] *Analýza systému měření (MSA)*, 4. Vydání, ČSJ Praha 2010
- [8] VDA 5 Management kvality v automobilovém průmyslu – *Vhodnost kontrolních procesů*, 2. vydání ČSJ Praha 2011
- [9] VDA 5.1 Management kvality v automobilovém průmyslu – *Inline-měřicí technika pro zpětné sledování ve stavbě karosérií*. 1. vydání ČSJ Praha 2013

SJEDNOCOVÁNÍ VÝPOČTU CMC V AKL V OBORU STATICKÝ OBJEM A V OBORU DÉLKA

Ing. Martin Valenta

Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Článek navazuje na informace k výsledkům řešení úkolů programu rozvoje metrologie (PRM) v letech 2017 a 2018, které byly věnovány teplotě a tlaku. Tentokrát se věnuje vlivům na nejistotu kalibrace měřidel statického objemu (úkol PRM roku 2018) a délkových měřidel (úkol PRM roku 2019), oba tyto úkoly byly cíleně stejně jako úkoly z předchozích let, mají posílit jednotnost a správnost stanovování hodnot CMC.

1 Úvod

V tomto časopisu vyšly v předchozích letech články, kterými byla veřejnost seznámena s výsledky úkolů programu rozvoje metrologie (PRM), které měly společný cíl. Tím bylo sjednotit náhled širší odborné veřejnosti na výpočet nejistot, uváděných v tabulce CMC, která je přílohou osvědčení o akreditaci (POA).

Společný cíl úkolů byl vyjádřen v jejich názvech:

VII/5/17 „Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru teplota“

VII/5/18 „Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru tlak“

V roce 2018 byl současně s uvedeným úkolem VII/5/18 ve spolupráci s pracovníci ČMI, Ing. Miroslavou Benkovou Ph.D. řešen i úkol

VII/4/18 „Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru objem“,

o němž ještě informace podána nebyla. V následujícím roce 2019 byl ve stejné sérii řešen další úkol, vztahující tentokrát k oboru délka. Byl řešen pod titulem

VII/5/19 „Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru délka“

I k řešení tohoto úkolu byl přizván pracovník ČMI, tentokrát se odborné stránky ujal Ing. František Dvořáček.

2 Obecná východiska a principy

V ČR je v současné době 136 akreditovaných kalibračních laboratoří (dále i AKL), mezi nimi 13 laboratoří, které se věnují statickému objemu a 32 laboratoří, které pracují v oboru délka. Informace uváděné v POA mají vyšší vypovídací hodnotu, pokud jsou srovnatelné v rámci oboru mezi jednotlivými laboratořemi. Z tohoto důvodu se využití výsledků předpokládá, stejně jako u předchozích úkolů PRM, především při posuzování návrhu rozsahu akreditace kalibračních laboratoří. Tedy jak ze strany pracovníků laboratoře, tak ze strany vedoucích a odborných posuzovatelů. Dalšími možnými uživateli jsou ostatní kalibrační laboratoře, akreditované i neakreditované, zkušební laboratoře, jejich zákazníci, odborná veřejnost a případní další zájemci o obor.

Z definice CMC, kterou je charakterizována laboratoř z hlediska oboru, rozsahu, nejistoty a metody, je zřejmé, že za CMC lze de facto označit každý řádek tabulky POA, protože teprve tak jsou naplněny požadavky příslušných norem. Jako CMC není možné označovat pouze nejistotu, protože ta není nejistotou kterékoliv provedené kalibrace, ale měřítkem,

jaké nejistoty je laborator schopna dosáhnout. Laborator ji stanovuje na základě znalosti dosahovaných nejistot měření a její velikost může být ovlivněna volbou krajních hodnot zvoleného rozsahu měření a jeho podrozsahů.

Tabulka CMC tak může být velmi vhodným měřítkem k porovnání schopností laboratorů a jejich vhodnosti pro požadovanou službu. Především zákazníkům by měla napomoci, aby vybrali laborator s takovými parametry a možnostmi, které mohou vyhovovat právě jejich potřebám. Tomu mají úplně a navzájem porovnatelné údaje v tabulce CMC napomáhat.

3 Obor (statický) objem

3.1 Obecně

V kapitole je uveden hlavní účel a smysl práce, tj. že popsané postupy by měly přispět k harmonizaci výpočtu nejistoty v jednotlivých akreditovaných laboratořích a k lepší porovnatelnosti výsledků kalibrací objemových měřidel, tedy odměrných kalibrovaných nádob, pipet, odměrných válců, byret, pyknometrů, tanků apod.

3.2 Východiska a zdroje

Práce uvádí tři možné metody měření statického objemu – hmotnostní metodu, metodu porovnání dvou objemů a metodu matematického výpočtu. Pro praktické využití jsou dále podrobně rozebrány metoda hmotnostní (vhodná především pro malé objemy) a metoda objemová. Kromě definice pojmů odkazem na příslušnou literaturu je uveden i základní postup výpočtu nejistoty.

3.3 Hmotnostní metoda

Hmotnostní metoda jako metoda standardní, používaná v národních metrologických institutech i běžné praxi je popsána podle vlivů na základní výpočet objemu podle stanovené hmotnosti. Následuje matematický model a příklad výpočtu zahrnující vlivy od nejistoty stanovení hmotnosti přes parametry prostředí až po (nezanedbatelný) vliv operátora. Samostatně jsou zmíněny všechny významné nejistoty, celé podkapitoly jsou věnovány vážení, teplotě a hustotě vody, roztažnosti materiálu, vypařování a ostatním vlivům. Zvláštní pozornost je věnována vlivu operátora. Další kapitoly rozebírají citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty a vzorce pro výpočet stupňů volnosti.

3.4 Objemová metoda

Měřidla objemu lze kalibrovat také vyplněním nebo vyprázdněním pomocí referenčního objemu, tedy porovnáním dvou objemů. Jedná se o sekundární metodu kalibrace, která se většinou používá u měřidel objemu pro paliva, zkapalněný plyn a systémy pro tankování letadel a lodí, měřicí systémy na potrubí a na silničních cisternách, měřidla objemu pro mléko a pivo a pro velké zkušební nádrže.

I objemová metoda je popsána podle vlivů na základní výpočet objemu, opět následuje matematický model a příklad výpočtu. Rozbor významných zdrojů nejistoty měření zahrnuje vlivy vázané na použité přístroje, etalony a vybavení, okolní prostředí, teploty kapalin, koeficient roztažnosti a další vlivy, pochopitelně i zde je uvažován vliv operátora. Samostatné kapitoly jsou věnovány referenčnímu

etalonu, teplotě kapaliny tohoto referenčního etalonu, teplotě kapaliny kalibrované nádoby, koeficientu roztažnosti materiálů nádob a koeficientu teplotní roztažnosti použité kapaliny a s nimi souvisejícím vlivům. Zanedbána nebyla ani opakovatelnost a citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty.

Jednotlivé vlivy jsou v dalších kapitolách textu zhodnoceny z hlediska významnosti ve vztahu k zařízení a ve vztahu k nastavené (požadované) úrovni nejistoty.

3.5 Shrnutí a praktický příklad

Protože cílem úkolu bylo ukázat jednotlivým laboratorům teoretický postup i praktický příklad, s jakými dílčími složkami nejistoty je potřeba pracovat, jsou v textu zařazeny kapitoly *Zohlednění výsledků řešení a Nepodkročitelné hodnoty*. V první jsou zváženy možné reálné dopady při aplikaci výše vedených vlivů. Druhá se věnuje nejmenším hodnotám nejistot, k nimž se v obvyklé praxi lze přiblížit, ale velmi těžko lze dosáhnout hodnot nižších. K tomu se váže doporučení velmi pečlivého prověřování, jak byly takové hodnoty dosaženy, pokud se s nimi posuzovatel setká v praxi.

Rozsáhlejší kapitolu vyplňují dva praktické příklady stanovení nejistot při kalibracích podle obou výše rozebraných metod. První je modelový příklad kalibrace mikropipety hmotnostní metodou, druhým příkladem pak je kalibrace nádoby objemovou metodou. Výpočty jsou v obou případech dovedeny až ke konkrétním hodnotám nejistot, vyvolaných dříve uvedenými vlivy, oba postupy obsahují vstupní rozbor situace, výběr potřebných měřidel, podmínky měření a jejich sledování a uvažované vlivy nejistoty. Výpočet s použitím konkrétních hodnot je přes dílčí hodnoty jednotlivých vlivů, shrnutých na závěr v přehledné tabulce, doveden ke konečné rozšířené nejistotě. V případě hmotnostní metody jsou výsledky uvedeny jak včetně vlivu operátora, tak pro srovnání i bez tohoto vlivu.

4 Obor délka

4.1 Obecně

Technická část úkolu je věnována nejběžnějším kalibračním měřidelům délky, tedy měřidlům nejhojněji zastoupeným v rámci akreditace. Na rozdíl od předchozích oborů je obor měření délky velmi obsáhlý, proto se řešení zaměřilo v první řadě na vhodné rozdělení oboru délka, aby byla zastoupena měřidla, u nichž kromě předpokládané vysoké míry praktického použití lze využít dostatečnou shodu ve způsobu výpočtu nejnižších udávaných nejistot měření.

Ve vybraných kategoriích tedy nesmí chybět koncové měřky, posuvná a mikrometrická měřidla, číselníkové úchylkoměry, čárková měřidla a ocelová měřítka. Do tohoto seznamu vzhledem k jejich významu byly zařazeny i kalibrace, které nespojuje předmět kalibrace, ale její princip.

Pro některé další typy měřidel, která v rámci řešení úkolu nebyla uvažována, bude možné výpočet hodnot nejistoty odvodit snadno analogicky vzhledem k podobnosti způsobu měření. To platí např. pro různé typy tloušťkoměrů, dutinoměry, úchylkoměrů s měřicími rameny apod., což jsou často různé variace výše uvedených měřidel. A pro typy měřidel, kde uvedené odvození není možné, bude výhledově zpracován obdobný text.

4.2 Možné vlivy na velikost nejistoty měření

Za základní příspěvky k nejistotě lze uvažovat běžné vlivy, v tomto případě samozřejmě vztahované k měření délky. Mezi ně patří především rozptýl naměřených hodnot mezi opakovanými měřeními, nejistota etalonu, vliv (rozlišitelnosti) měřidla a teplotní vlivy běžné i specifické.

V naprosté většině případů měření délky ovlivňují všechny výše popsané příspěvky velikost nejistoty měření a rozhodně by neměly být opomíjeny.

U jednotlivých metod jsou dále popsány další možné příspěvky pro specifická měření.

4.2.1 Kalibrace koncových měrek komparačně

Tato kapitola se věnuje metodám kalibrace koncových měrek a praktickým příkladům. Kvantifikovány jsou základní příspěvky k nejistotě, jako další vlivy jsou zmiňovány např. nestředový dotek snímače komparátoru a nesouosost měřících doteků. Uveden je vzorec pro výpočet nejistoty a dále přehledná tabulka nejistot, následně doplněná o vzorový výpočet, a shrnující tabulka včetně úplného stanovení konkrétní hodnoty nejistoty.

Graficky znázorněná velikost příspěvků k nejistotě pro uvedené příklady koncových měrek 10 mm a koncových měrek 100 mm dovoluje čtenáři snadné a rychlé vyhodnocení vzájemných poměrů jednotlivých vlivů. Pominuta není ani skutečnost, že v ČR je dlouhodobě užíváno rozdělení nejistot dle kalibračních řádů dle již neplatného dokumentu OIML R30.

4.2.2 Posuvná měřidla

Posuvná měřidla v podobě posuvných měřitek, posuvných hloubkoměrů a posuvných výškoměrů patří spolu s mikrometrickými měřidly mezi nejrozšířenější typy pracovních měřidel používaných v průmyslu, etalonem pak jsou obvykle koncové měrky s rozměry odstupňovanými tak, aby vhodné pokryly celý rozsah hlavní, případně i pomocné stupnice.

Posuvná měřítka bývají univerzálnější, protože jsou často vybavena doteky a čelistmi pro měření vnějších i vnitřních rozměrů a někdy i jednoduchým hloubkoměrem.

Mezi základní vlivy lze v tomto případě zahrnout i vliv Abbeho chyby, do dalších vlivů je započítáván kromě stavu měřidla i vliv operátora.

Opět je uveden podrobný popis výpočtu nejistoty při uvažování všech uvedených vlivů s konkrétními hodnotami a následným grafem procentuální velikosti jednotlivých příspěvků.

4.2.3 Mikrometrická měřidla

Mikrometrická měřidla na rozdíl od posuvných mají výhodu, že jejich měřicí osa je totožná s osou pohybu měřicího doteku. Je tedy eliminován vliv Abbeho chyby. Velmi často jsou vybavena zařízením pro vymezení konstantní přitlačné síly. Nejběžnějšími typy těchto měřidel jsou třmenové mikrometry, mikrometrické hloubkoměry a mikrometrické odpichy.

Ke kalibraci se používají buď koncové měrky vhodných rozměrů, nebo délkoměr, ten se využije především u mikrometrických odpichů, případně hloubkoměrů.

I zde je nutné k základním vlivům připočítat vliv stavu měřidla a vliv operátora. V dalším je již postup obdobný jako u předchozích případů.

4.2.4 Číselníkové úchylkoměry

Jako etalon při kalibraci číselníkových úchylkoměrů je běžně využíván délkoměr, koncové měrky nebo speciální přístroj pro měření úchylkoměrů. Přístroje pro měření úchylkoměrů jsou konstruovány podobně jako délkoměry, ale na rozdíl od běžného délkoměru je zde úchylkoměr při měření umístěn ve svislé poloze. Vlivy na nejistotu kalibrace jsou pak logicky obdobné, jako při kalibracích na délkoměru.

4.2.5 Čárková měřidla

Měřičská pásma, svinovací metry a ocelová měřítka, souhrnně čárková měřidla, mají často formu pravítka nebo pásku, označených čárkovou stupnicí nejběžněji s krokem 1 mm. Při kalibraci se používá metoda porovnání s etalonovým pravítkem nebo přímé měření na mikroskopu nebo souřadnicovém měřicím stroji. Kromě základních vlivů zde působí obvyklé vlivy operátora, stav měřidla, přidává se vliv nerovnoměrného napnutí, případně překládání při porovnávání s etalonovým pravítkem, ostatní vlivy jsou méně významné.

4.2.6 Kalibrace měřidel na délkoměru

Délkoměr jako jednosouřadnicový měřicí stroj, který slouží pro měření délky rozličných měřidel, kalibrů a přípravků v jedné ose, se využívá pro různá měření. Při řešení úkolu se pozornost soustředila na válečkové kalibry hladké, měřicí drátky, spárové měrky, měřicí trny, nastavné kroužky, nastavné měrky pro nastavování třmenových mikrometrů, číselníkové úchylkoměry a mikrometrické odpichy. Způsob výpočtu nejistoty měření je až na určité specifikace pro jednotlivá měřidla velmi podobný.

Kromě základních vlivů je při metodě přímého měření nutné vzít v úvahu nelinearitu délkoměru, vliv interpolace, kosinovou chybu, vliv doteků z hlediska souososti, seřízení a vůbec volby jejich vhodného typu. Při komparačním měření přistupuje ještě vliv poměru velikostí etalonu vůči kalibrovanému předmětu.

5 Závěr

Předložený článek má za cíl seznámit širší odbornou veřejnost s výsledky řešení dvou úkolů programu rozvoje metrologie z let 2018 a 2019, které navazovaly na úkoly řešené v předchozích letech. V budoucnu by měly být postupně zpracovávány obdobné přehledy pro další obory, aby informace uváděné na přílohách osvědčení o akreditaci jednotlivých laboratorí byly konzistentní a informace podávaly uživatelům nejen s vysokou mírou spolehlivosti, ale i přehlednosti a jednoznačnosti.

Zde uvedený náznak řešení a doporučení, která jsou obsahem závěrečných zpráv úkolů, jsou pouze stručnou informací o obou úkolech. S úplným obsahem řešení v podobě závěrečných zpráv se lze seznámit na webových stránkách ÚNMZ, konkrétně zde:

<https://www.unmz.cz/metrologie/rozvoj-v-metrologii/program-rozvoje-metrologie/vybrane-vystupy-z-programu-rozvoje-metrologie/posuzovani-akreditovanych-kalibracnich-laboratori/>

Autor článku děkuje oběma spoluřešitelům úkolů PRM za jejich obětavou práci při řešení úkolů PRM a podporu při tvorbě tohoto článku.

ZAŘÍZENÍ PRO ZAJIŠTĚNÍ METROLOGICKÉ NÁVAZNOSTI PŘÍSTROJŮ PŘI NÍZKÝCH OBJEMOVÝCH AKTIVITÁCH RADONU

**Ing. Eliška Fialová, Mgr. Petr Otáhal, Ph.D.,
Ing. Josef Vošahlík, Ing. Ivo Burian, CSc.**

Státní ústav jaderné, chemické a biologické ochrany

Abstrakt:

Státní ústav jaderné, chemické a biologické ochrany vyvinul v rámci řešení evropského projektu 16 ENV10 MetroRADON (the European metrology program for innovation and research, EMPIR) unikátní zařízení pro testování měřicích přístrojů při nízkých objemových aktivitách radonu. Zařízení se primárně skládá ze vzduchotěsné radonové komory (LLRCH) o objemu 324 litrů; průtočného zdroje ^{222}Rn typu RF 5 s obsahem ^{226}Ra o aktivitě 4,955 kBq, který byl vyvinut pracovníky Českého metrologického institutu v rámci projektu 16ENV10 MetroRADON; a tlakové nádoby se stlačeným vzduchem jako zdroj „čistého“ vzduchu bez přítomnosti radonu. Součástí systému je hmotnostní průtokoměr Bronkhorst EL-Flow type, který zajišťuje požadovaný konstantní průtok vzduchu přes zdroj radonu do radonové komory. Homogenita vnitřní atmosféry v komoře je zajištěna pomocí plynule regulovatelného ventilátoru, který umožňuje nastavit proudění vzduchu v rozsahu od 0,1 do 3,5 m·s⁻¹. Součástí komory je i měřidlo klimatických podmínek umožňující měření teploty, tlaku a relativní vlhkosti.

Konstrukce celého zařízení umožňuje udržení časově stabilní hodnoty objemové aktivity radonu na dané úrovni po dobu několika dní. Hodnoty objemové aktivity radonu lze libovolně nastavit na jakoukoliv hodnotu v rozmezí od 100 Bq·m⁻³ do 300 Bq·m⁻³.

Klíčová slova: radon; radonová komora; zdroj radonu; nízké objemové aktivity radonu

1. Úvod

Radon, jako člen přírodní uran-radiové rozpadové řady, je přirozeně se vyskytující radioaktivní vzácný plyn. Radium (^{226}Ra) se nachází v různém množství v horninách i půdě. Jeho rozpadem vzniká radon (^{222}Rn), který difunduje podloží a šíří se prostřednictvím prasklin do obydlí, pracovišť a jiných vnitřních pobytových prostor. Hodnoty objemové aktivity radonu ve vnitřních prostorech jsou silně závislé na množství radia v podloží a také na propustnosti podloží [1].

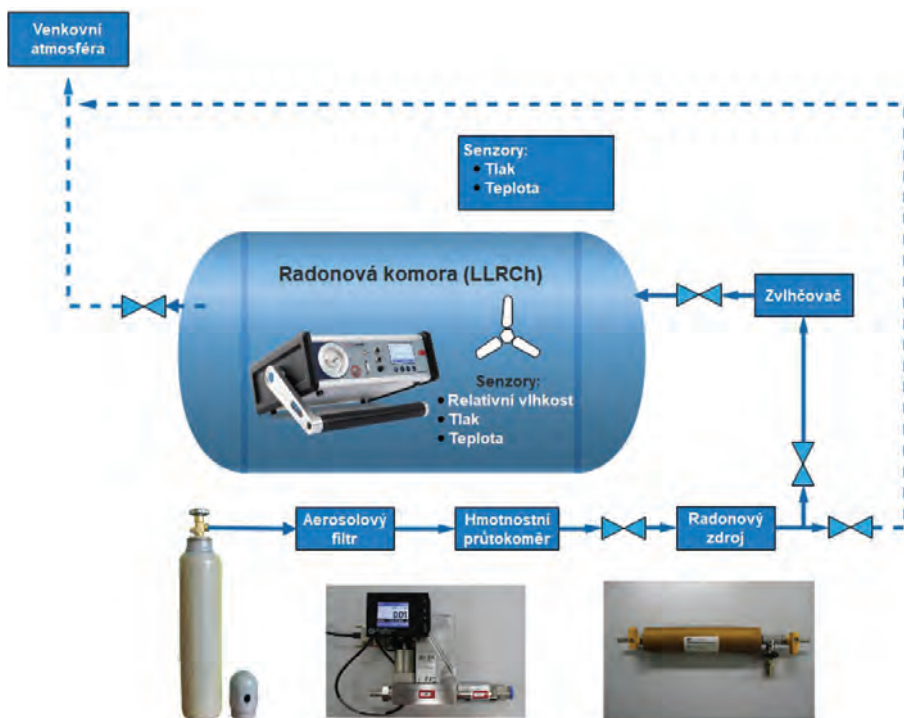
Krátkodobé produkty přeměny radonu jsou součástí vdechovaného vzduchu, ve vnitřním ovzduší se vyskytují v podobě pevných látek (kovů) deponovaných na aerosoly. Usazení

aerosolů s produkty přeměny radonu v dýchacím traktu způsobuje ozařování bronchiálního systému alfa zářením [1].

Podle Světové zdravotnické organizace (WHO) je odhadováno, že 3 – 14 % všech případů rakoviny plic na světě je způsobeno vdechováním produktů přeměny radonu. Tyto odhady potvrzují i několik tisíc úmrtí na rakovinu plic v Evropě za rok způsobených expozicí radonu. Výše rizika závisí na objemové aktivitě radonu, jejíž průměr se v různých oblastech světa významně liší. Průměrná světová objemová aktivita radonu ve vnějším prostředí se pohybuje v rozmezí 5 až 15 Bq·m⁻³. Objemová aktivita radonu ve vnitřních prostorech je ovšem mnohem vyšší a variabilita hodnot je značná. V prostorech obytných a pobytových místností (obydlí, školy, pracoviště, sociální, kulturní a jiná zařízení apod.) se objemová aktivita radonu může pohybovat v rozmezích několika jednotek Bq·m⁻³ až po několik kBq·m⁻³ [2].

Měřicí metody pro stanovení objemové aktivity radonu jsou obecně vcelku jednoduché, účinné a přesné. Nicméně referenční úrovně pro objemové aktivity radonu v evropských obydlích se s postupem času neustále snižují, v současné době je referenční úroveň 300 Bq·m⁻³. Proto je neustále aktuální otázka vývoje a/nebo zpřesnění kalibračních procesů komerčně dostupných přístrojů na měření radonu [3, 4, 5].

Hodnocení a kalibrace přístrojů na měření radonu a produktů přeměny radonu (RnDP) je vhodné realizovat za předpokladu udržení neměnné hladiny objemové aktivity radonu (OAR). Udržení hodnoty OAR na stabilní úrovni



Obr. 1: Schéma konstrukce zařízení pro testování při nízkých objemových aktivitách radonu

po dobu několika dní a vývoj nového zařízení pro testování měřících přístrojů při nízkých objemových aktivitách radonu byl i jedním z hlavních cílů v zadání projektu 16ENV10 MetroRADON.

SÚJCHBO, v.v.i. provozuje od roku 1991 Autorizované metrologické středisko (AMS), které v rámci České republiky zajišťuje metrologickou návaznost měřidel pro měření objemové aktivity radonu a ekvivalentní objemové aktivity radonu (EOAR). AMS je autorizováno Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ), akreditováno Českým institutem pro akreditaci (ČIA) dle standardu ČSN EN/IEC 17025:2018 a certifikováno Lloyd's dle standardů ČSN EN ISO 9001 (systém managementu kvality), ČSN EN ISO 14001 (systém environmentálního managementu) a ČSN ISO 45001 (systém managementu bezpečnosti práce). SÚJCHBO, v.v.i. provozuje vedle AMS také Kalibrační laboratoř (KL 113) akreditovanou ČIA.

2. Použité materiály a metody

Nově vyvinuté zařízení je umístěno na pracovišti Autorizovaného metrologického střediska SÚJCHBO, v.v.i. v Kamenné. Jak je znázorněno na **obr. 1**, zařízení se skládá zejména ze vzduchotěsné radonové komory (LLRCH), zvlhčovače vzduchu, průtočného zdroje ^{222}Rn RF 5, hmotnostního průtokoměru Bronkhorst® EL-Flow type, aerosolového filtru a tlakové nádoby se zdrojem vzduchu bez přítomnosti radonu.

Pro nastavení a udržení stabilních podmínek a nízké koncentrace objemové aktivity radonu je nezbytné zajistit jednak konstantní přísun radonu a jednak definovaný konstantní přísun vzduchu do komory. Vzhledem k tomu, že areál SÚJCHBO, v.v.i. je umístěn v prostorách bývalého uranového dolu, objemové aktivity ve venkovním ovzduší jsou zde běžně měřitelné v řádech až několika desítek $\text{Bq}\cdot\text{m}^{-3}$. Proto není možné zajistit v radonové komoře nízké objemové aktivity radonu v rozmezí od $100 \text{ Bq}\cdot\text{m}^{-3}$ do $300 \text{ Bq}\cdot\text{m}^{-3}$ bez užití tlakové nádoby se stlačeným vzduchem. Nádobu je používána minimálně po třiceti dnech od jejího naplnění, čímž je zajištěn dostatečně „čistý“ zdroj vzduchu bez přítomnosti radonu.

Vzduch z tlakové nádoby prochází přes aerosolový filtr a kalibrovaný hmotnostní průtokoměr do průtočného zdroje ^{222}Rn . Směs vzduchu a radonu dále prochází přes zvlhčovač do LLRCH radonové komory. Vzduch pocházející z tlakové nádoby má téměř nulovou relativní vlhkost. Zvlhčovač je do systému umístěn za účelem zajištění podmínek měření uvnitř komory blížících se co nejvíce reálným podmínkám měření v terénu (relativní vlhkosti).

Homogenita vnitřní atmosféry v komoře je zajištěna pomocí plynule regulovatelného ventilátoru, který umožňuje nastavit proudění vzduchu v rozsahu od $0,1$ do $3,5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Uvnitř i vně radonové komory jsou umístěny senzory pro měření klimatických podmínek.

2.1. Referenční úroveň radonu

Při navrhování zařízení byl použit model konstantního přísunu vzduchu a konstantní ventilace podle následujícího vztahu umožňujícího definovat dobu vytvoření stacionárního stavu:

$$a(t) = a_0 \cdot e^{-(\lambda+k)t} + \frac{R}{V(k+\lambda)}(1 - e^{-(\lambda+k)t}), \quad (1)$$

kde

$a(t)$ objemová aktivita radonu v LLRCH v čase t ($\text{Bq}\cdot\text{m}^{-3}$);
 a_0 objemová aktivity radonu v čase 0 ($\text{Bq}\cdot\text{m}^{-3}$);
 λ přeměnová konstanta radonu (h^{-1});
 k intenzita výměny vzduchu (h^{-1});
 t čas (h);
 R rychlost přísunu radonu ($\text{Bq}\cdot\text{h}^{-1}$);
 V objem radonové komory (m^3).

Pro ustálený stav za podmínek konstantní ventilace vzduchu a konstantního přísunu radonu platí následující vztah:

$$a_{V,Rn} = R_{Rn} / \left(Q_{m\text{eff}} \cdot \frac{M \cdot P_{\text{stand.}}}{R \cdot T_{\text{stand.}}} / \frac{M \cdot P_{\text{m\text{eff}}}}{R \cdot T_{\text{m\text{eff}}}} + \lambda_{Rn} \cdot V \right), \quad (2)$$

kde

$a_{V,Rn}$ objemová aktivita radonu ($\text{Bq}\cdot\text{m}^{-3}$);
 $Q_{m\text{eff}}$ objemový průtok vzduchu ($\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$);
 M molární hmotnost vzduchu ($\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$);
 $P_{\text{stand.}}$ standardizovaný atmosférický tlak ($1013,25 \text{ hPa}$);
 R molární plynová konstanta ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$);
 $T_{\text{stand.}}$ standardizovaná teplota ($273,16 \text{ K}$);
 $P_{\text{m\text{eff}}}$ tlak vzduchu při měření (Pa);
 $T_{\text{m\text{eff}}}$ teplota při měření (K);
 λ_{Rn} přeměnová konstanta radonu (h^{-1});
 V objem radonové komory (m^3);
 R_{Rn} emanační schopnost zdroje radonu ($\text{Bq}\cdot\text{h}^{-1}$).

2.2. Radonová komora (LLRCH)

Radonová komora LLRCH (Low-Level Radon Chamber) je vyrobena z oceli, má vnitřní objem 324 litrů a má cylindrický tvar (**obr. 2**). Tvar komory byl navržen s cílem minimalizovat depozici produktů přeměny radonu (RnDP) na stěny komory, a tím i zvyšování pozadí. Dlouhodobá depozice RnDP na stěny komory by způsobila zvyšování dávkového příkonu záření gama, což by mohlo mít negativní vliv například při měření pomocí elektretového systému. Vnitřní povrch komory je navíc natřen speciálním nátěrem, který rovněž snižuje možnost depozice RnDP .

Radonová komora je vybavena čtyřmi odběrovými kouty, které slouží jednak k odběru vzorků a jednak k připojení jednotlivých komponent zařízení. Umístění odběrových bodů bylo cíleně navrženo tak, aby bylo možné vzorkování z různých míst radonové komory (vpředu nahoře a dole, vzadu nahoře a dole).

Sensory na snímání teploty a tlaku vzduchu jsou umístěny uvnitř i vně komory. Tím je mimo jiné zajištěna i kontrola možného přetlaku/podtlaku v komoře. Uvnitř komory je navíc umístěn sensor relativní vlhkosti vzduchu. Displej znázorňující on-line měřená klimatická data je umístěn vně komory na hlavním panelu s elektronikou.

Radonová komora je uvnitř opatřena pohyblivým šuplíkem pro zajištění snadnější manipulace s testovanými přístroji.

Vzduchotěsnost LLRCH byla potvrzena realizováním mnoha experimentů, jejichž příklady jsou uvedeny dále.



Obr. 2: Radonová komora (LLRCH) v laboratoři Autorizovaného metrologického střediska SÚJCHBO, v.v.i.

2.3. Zdroj radonu

Průtočný emanační zdroj radonu Rn RF 5 s obsahem ^{226}Ra o aktivitě 4,955 kBq použitý pro testování radonové komory byl vyroben pracovníky Českého metrologického institutu rovněž v rámci spolupráce při řešení projektu 16ENV10 MetroRADON.

Radium jako zdroj radonu bylo umístěno do nerezového válcového pouzdra, na obou koncích opatřeného aerosolovými ochrannými filtry a uzavíratelnými kohouty na výstupu. Uprostřed válcového obalu je umístěna ocelová destička o rozměrech 3 x 7 cm, na které je nanášena vrstvička ^{226}Ra (v podobě emulze solí mastných kyselin v silikonovém kaučuku), odkud emanuje ^{222}Rn . Emanací koeficient zdroje, stanovený měřením aktivity produktů přeměny radonu ($^{214}\text{Pb}/^{214}\text{Bi}$) a aktivity ^{226}Ra , je roven 0,99 [6]. Na obr. 3 je fotografie zdroje využívaného k testování těsnosti a funkčnosti LLRCH.



Obr. 3: Průtočný zdroj radonu RF5 vyvinutý ČMI

Emanační schopnost radonu může být ovlivněna vlhkostí vzduchu, který přes radiový zdroj protéká. Relativní vlhkost vzduchu vstupujícího z tlakové nádoby do zdroje radonu je téměř rovna nule, což bylo potvrzeno provedením jednoduchého experimentu. Zvlhčovač vzduchu je v systému umístěn za zdrojem radonu. Relativní vlhkost v komoře byla měřena bez zapojení zvlhčovače do systému, přičemž výsledek byl téměř roven nule. Při experimentech se zapojeným zvlhčovačem v systému jsou obvyklé výsledky měření relativní vlhkosti vzduchu uvnitř komory 40% – 60% v závislosti na nastavení zvlhčovače.

2.4. Hmotnostní průtokoměr

Hmotnostní průtokoměr Bronkhorst® USA model F-201CV se používá pro přesné měření a nastavení průtoku vzduchu na úrovni tlaku vzduchu od vakua až po 64 bar. Objemový průtokoměr použitý při testování systému byl kalibrován ČMI. Průtokoměr se skládá z teplotního čidla objemového průtoku, kontrolního ventilu a mikroprocesoru převádějícího signál a disponuje digitálním displejem s rychlou odezvou.

3. Výsledky a diskuse

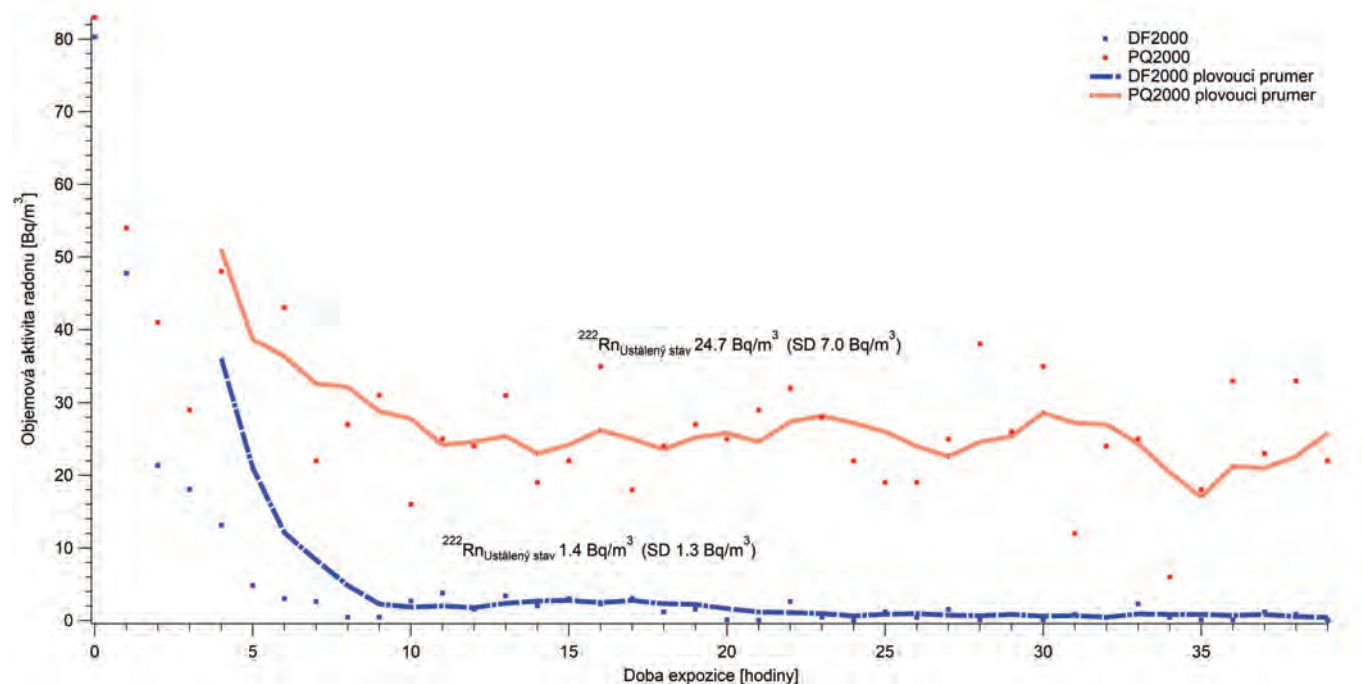
3.1. Experimenty v LLRCH

Pro stanovení objemové aktivity radonu byly použity dva referenční přístroje, AlphaGuard DF 2000 a AlfaGuard PQ 2000. Oba přístroje jsou v majetku SÚJCHBO, v.v.i.

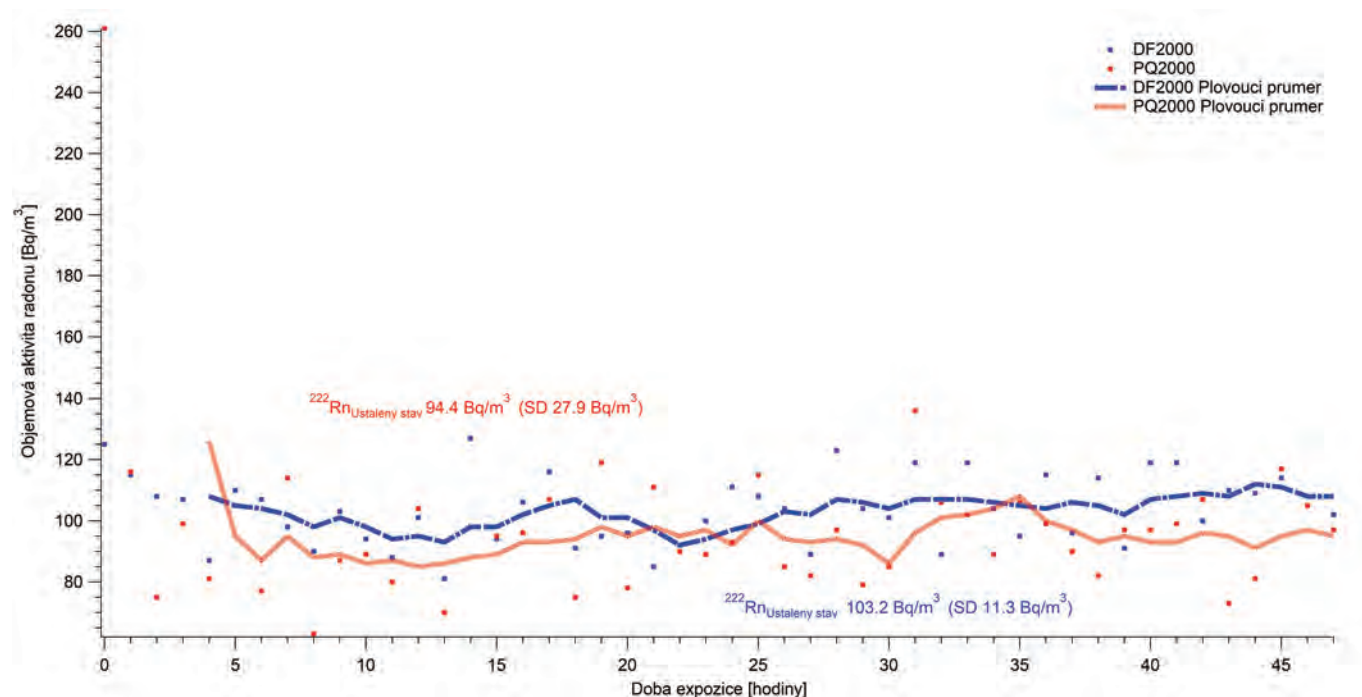
a byly kalibrovány v BfS Berlín (Německo). V průběhu všech experimentů byla aparatura sestavena dle znázornění na **obr. 1** a byl používán pouze emanační průtočný zdroj radonu RF 5 (ČMI) s emanační schopností 0,99. Změny v nastavení požadované objemové aktivity v radonové komoře byly prováděny řízeně změnou průtoku vzduchu přes radonový zdroj. Grafy na **obr. 4 – 7** znázorňují výsledky vybraných experimentů provedených na různých úrovních

objemové aktivity radonu změnou průtoku vzduchu přes radonový zdroj. Z grafů je patrná závislost nastaveného průtoku vzduchu, hodnoty objemové aktivity radonu a doba stabilizace hodnoty OAR v LLRCH.

Graf na **obr. 4** znázorňuje výsledky experimentu, při kterém radonový zdroj nebyl připojen do systému. Do radonové komory byl vháněn pouze „čistý“ vzduch z tlakové lahve. Cílem experimentu bylo jednak ověření těsnosti radonové



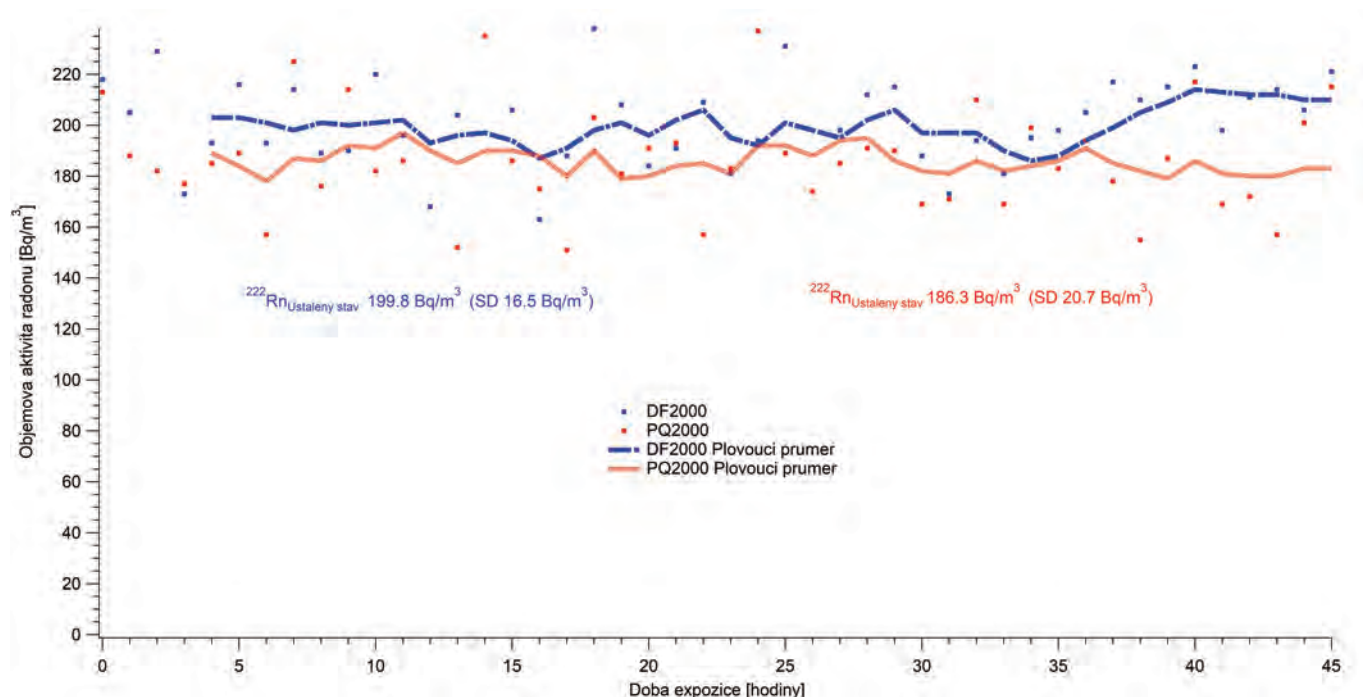
Obr. 4: Stabilní bez-radonová atmosféra byla v LLRCH ustavena zhruba po devíti hodinách. Jednotlivé body v grafu znázorňují reálné měřená data, křivky reprezentují plovoucí průměr měřených výsledků



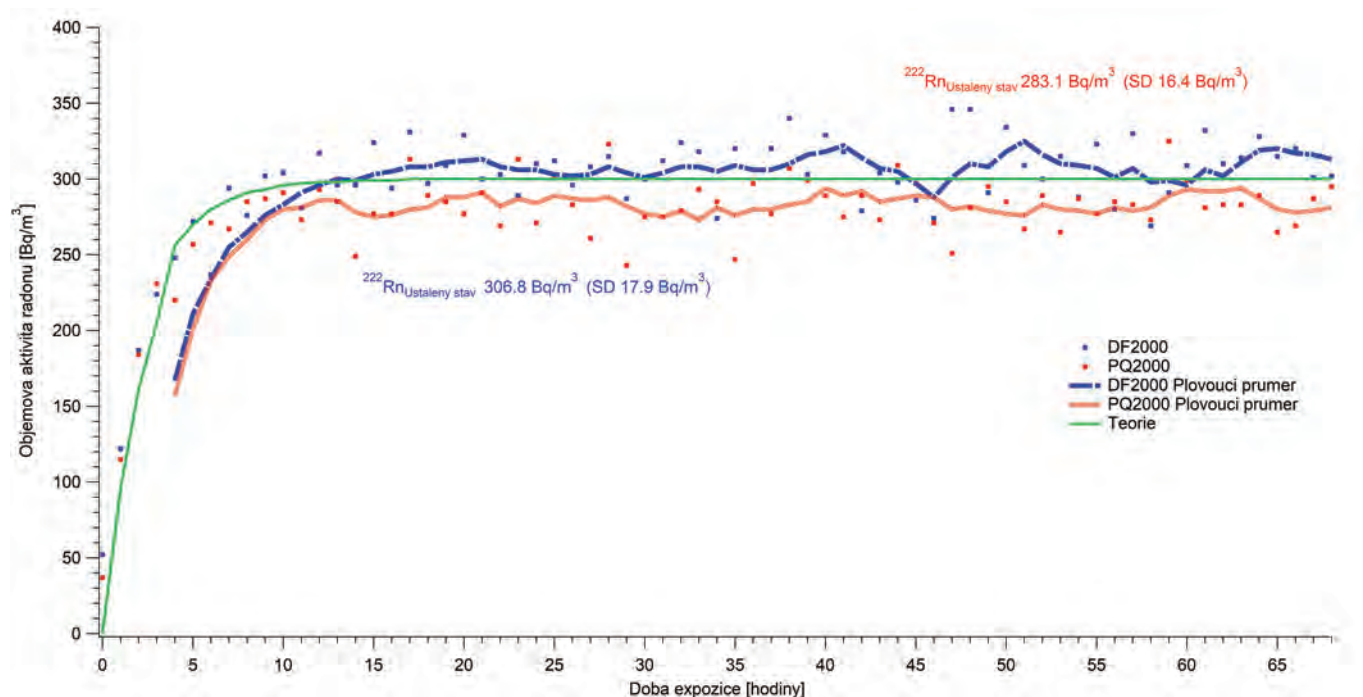
Obr. 5: Na počátku experimentu byla OAR v laboratoři (v atmosféře obklopující LLRCH) okolo 120 Bq·m⁻³. Nastavený průtok vzduchu přes radonový zdroj byl 6,20 l·min⁻¹. Požadovaná hodnota objemové aktivity radonu 100 Bq·m⁻³ byla ustálena přibližně po šesti hodinách. Jednotlivé body v grafu znázorňují reálné měřená data, křivky reprezentují plovoucí průměr měřených výsledků

komory a jednak srovnání pozadí měřících přístrojů s daty uvedenými v kalibračních listech obou přístrojů. Dle kalibračních listů, vydaných BfS Berlin, je pozadí pro AlphaGuard DF 2000 $2,2 \pm 1,2 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ a pro AlphaGuard PQ 2000 $29,0 \pm 7,0 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$. Naměřená průměrná objemová aktivita radonu

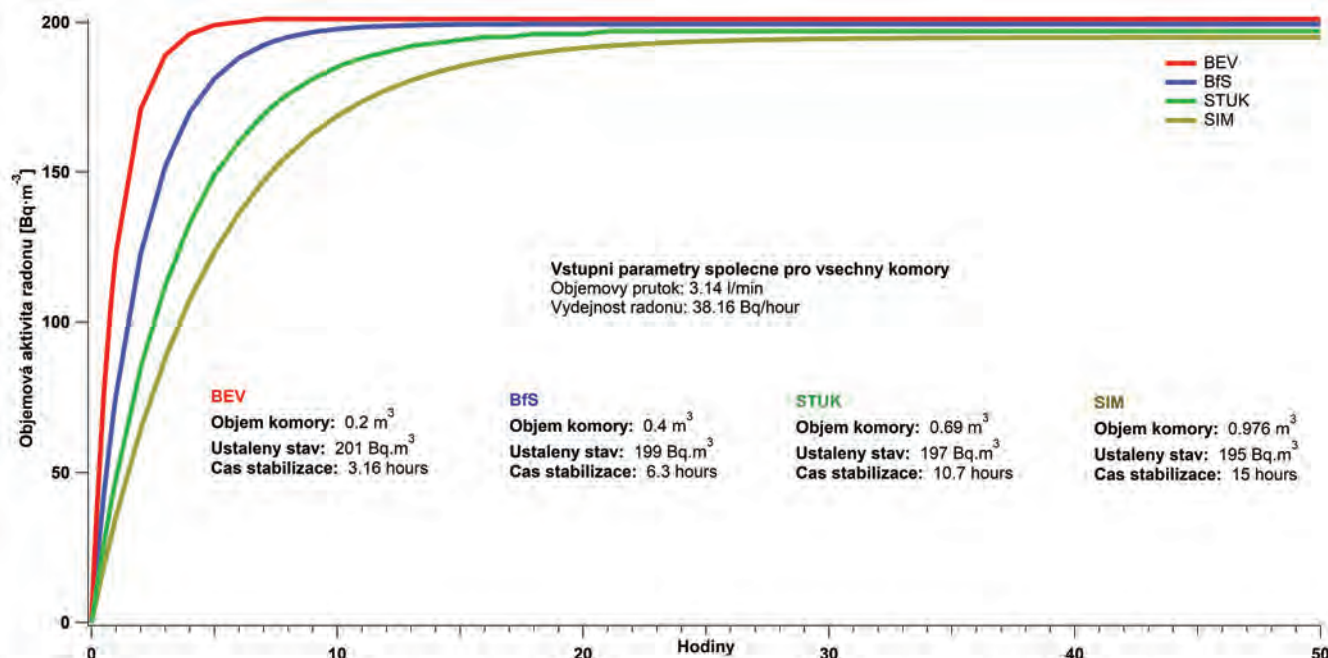
během tohoto experimentu byla $1,4 \pm 1,3 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ s AlphaGuard DF 2000 a $24,7 \pm 7,0 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ s AlphaGuard PQ 2000. Výsledky experimentu potvrdily srovnatelný výsledek stanovení pozadí obou přístrojů a navíc i možnost nastavení nulové koncentrace radonu v LLRCH po dobu více než 30 hodin.



Obr. 6: Na počátku experimentu byla objemová aktivita radonu v okolí LLRCH (v laboratoři) téměř na stejné úrovni, jako požadovaná nastavená hodnota OAR v LLRCH. Proto byla požadovaná hodnota $200 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ ustálena téměř okamžitě. Nastavený průtok vzduchu přes radonový zdroj byl $3,08 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$. Jednotlivé body v grafu znázorňují reálně měřená data, křivky reprezentují plovoucí průměr měřených výsledků



Obr. 7: Průtok vzduchu během experimentu byl nastaven na $2,04 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$. Stabilní hodnota objemové aktivity radonu na úrovni $300 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ byla ustálena přibližně za 10 hodin. Jednotlivé body v grafu znázorňují reálně měřená data, křivky reprezentují plovoucí průměr měřených výsledků. Nepřerušovaná zelená křivka znázorňuje teoretický nárůst OAR v LLRCH získaný použitím vztahu (2). Výsledky obou přístrojů AlphaGuard korelují s křivkou teoretického nárůstu OAR v radonové komoře



Obr. 8: Teoretický nárůst objemové aktivity radonu v některých evropských radonových komorách při použití zdroje radonu RF 5 (ČMI).

Následující sada experimentů byla provedena za účelem potvrzení těsnosti radonové komory a možnosti nastavení různých v čase stabilních úrovní objemové aktivity radonu v rozmezí od $100 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ do $300 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$.

Grafy na obr. 5 – 7 znázorňují výsledky experimentů při nastavení referenční OAR na úrovni 100, 200 a $300 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$. Požadovaná hodnota objemové aktivity radonu byla ustálena v řádech několika hodin v závislosti na hodnotě OAR a intenzitě výměny vzduchu v LLRCH. Výsledky byly velice uspokojivé, pro AlphaGuard DF 2000 byly průměrné hodnoty objemové aktivity radonu $103,2 \pm 11,3 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$, $199,8 \pm 16,5 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ a $306,8 \pm 17,9 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$. Pro AlphaGuard PQ 2000 byly výsledky průměrné OAR rovny $94,4 \pm 27,9 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$, $186,3 \pm 20,7 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ a $283,1 \pm 16,4 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$.

Všechny prezentované výsledky jsou uvedeny po odečtení pozadí obou měřicích přístrojů, uvedeném v kalibračních listech a s použitím kalibračních faktorů. Kalibrační faktory byly pro oba přístroje AlphaGuard stanoveny v rámci návaznosti metrologické jednotky na primární etalon ^{226}Ra s deklarovanou aktivitou radia, který vlastní Český metrologický institut.

Experimenty bylo potvrzeno, že objemová aktivita radonu v LLRCH může být nastavena a stabilně udržována na požadované hodnotě po dobu několika dní v závislosti na množství dostupného „čistého“ vzduchu v tlakové nádobě.

3.2. Modelování pro různé radonové komory

V rámci řešení projektu 16ENV10 MetroRADON byla vyvinuta a testována radonová komora (LLRCH) o objemu 324 litrů, která je majetkem SÚJCHBO, v.v.i. Použitý systém zapojení jednotlivých komponent celého zařízení je nicméně využitelný pro různé komory odpovídajícího objemu, například pro radonové komory uvedené v [7] a pro různé radonové zdroje. Nastavení požadované objemové aktivity radonu v radonové komoře závisí na emanační schopnosti

zdroje radonu a průtoku vzduchu procházejícího z tlakové nádoby přes radonový zdroj do radonové komory. Závislost je patrná i ze vztahů (1) a (2). Doba, za kterou se ustálí požadovaná hodnota objemové aktivity radonu v radonové komoře, silně závisí na objemu komory. Graf na obrázku 8 znázorňuje teoretický nárůst objemové aktivity radonu podle vztahu (2) pro některé vytipované radonové komory evropských laboratoří (BEV – Rakousko; BfS – Německo; STUK – Finsko; SIM – Slovenská republika) při použití zdroje radonu RF 5 s obsahem ^{226}Ra o aktivitě 4,955 kBq a emanační schopnosti 0,99 (ČMI). Informace o objemech jednotlivých radonových komor byly získány v rámci spolupráce na řešení projektu 16ENV10 MetroRADON.

4. Diskuze a závěr

Radonová komora (LLRCH) SÚJCHBO, v.v.i. je unikátním zařízením vyvinutým cíleně pro testování a kalibrace přístrojů na měření radonu při nízkých objemových aktivitách radonu v rozmezí od $100 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ do $300 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$. Řada provedených testů prokázala těsnost komory a možnost nastavení požadované úrovně objemové aktivity radonu na stabilní úrovni po dobu několika dní s rozšířenou nejistotou nastavení $\pm 2 \%$ (při koeficientu rozšíření $k = 2$). K ustálení požadované úrovně dojde v závislosti na hodnotě objemové aktivity radonu a intenzitě výměny vzduchu v komoře v řádu několika hodin. Obecně čím vyšší je požadovaná výsledná hodnota objemové aktivity radonu v radonové komoře, tím nižší musí být nastaven průtok vzduchu a tím delší je doba, za kterou se stabilizuje úroveň OAR v radonové komoře.

Úroveň objemové aktivity radonu v LLRCH může být v průběhu experimentu upravena změnou nastaveného průtoku operátorem. Klimatické podmínky jsou monitorovány v průběhu celého testu sensory umístěnými uvnitř i vně

radonové komory. Displej znázorňující měřené hodnoty relativní vlhkosti, teploty a tlaku vzduchu je umístěn vně komory vedle hlavního panelu s elektronikou.

Radonový průtočný emanační zdroj vyvinutý pracovníky Českého metrologického institutu v Praze může být potenciálně využit pro různé radonové komory odpovídajícího objemu, přibližně od 200 do 1000 litrů.

Poděkování: Radonová komora (LLRCH) byla vyvinuta za finanční podpory evropského projektu 16ENV10 Metro-RADON (European metrology program for innovation and research, EMPIR).

Literatura

- [1] Burian, I.; Otahal, P.; Vosahlik, J.; Pilecka, E.: Czech Primary Radon Measurement Equipment. Radiat. Prot. Dosim. 2011, 333–336, doi:10.1093/rpd/ncr041.
- [2] World Health Organisation, Fact Sheets, 30 June 2016. Available online: <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/radon-and-health> (accessed on 6 January 2020).
- [3] Paquet, F.; Bailey, M. R.; Leggett, R. W.; Lipsztein, J.; Marsh, J.; Fell, T. P.; Blanchardon, E. ICRP Publication 137: Occupational Intakes of Radionuclides: Part 3. Ann. ICRP 2017, 46, 1–486.
- [4] Arvela, H.; Marsh, J. W.; McLaughlin, J.; Tokonami, S.; Röttger, A. ICRU Report No 88; Measurement and Reporting of Radon Exposures Technical; Journal of the ICRU Vol 12 No 2 (2012) Report 88, available online: https://www.researchgate.net/publication/301796426_ICRU_Report_88_Measurement_and_Reporting_of_Radon_Exposures (accessed on 14 March 2020).
- [5] Council Directive 2013/59/Euratom of 5 December 2013. Available online: <https://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2014:013:0001:0073:EN:PDF> (accessed on 7 January 2020).
- [6] Fialova, E.; Otahal, P.; Vosahlik, J.; Mazanova, M.: Equipment for Testing Measuring Devices at a Low-Level Radon Activity Concentration, Int. J. Env. Research Public Health, 2020, 17(6), 1904, doi: 10.3390/ijerph17061904.
- [7] Azimi-Garakani, D. A comparison of different radon chambers. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. 1992, B71, 99–102.
- [8] European Accreditation EA-4/02 M: 2013, Evaluation of the Uncertainty of Measurement in Calibration, September 2013. Available online: <https://european-accreditation.org/wp-content/uploads/2018/10/ea-4-02-m-rev01-september-2013.pdf> (accessed on 6 January 2020).



ROZŠÍŘENÍ ROZSAHU STÁTNÍHO ETALONU VLHKOSTI VZDUCHU ZA ATMOSFÉRICKÉHO TLAKU

Ing. Jiří Bílek

Český metrologický institut

Úvod

Státní etalon vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku je zařízení, na kterém se měří teplota rosného bodu vzduchu za atmosférického tlaku. Je určen pro kalibraci rosnobodových vlhkoměrů. V roce 2020 dochází k rozšíření rozsahu z (-50 až 20) °C až na (-75 až 90) °C, což si vyžádalo zvýšené množství měřidel pracujících v širším rozsahu.

Teplota rosného bodu je teplota, při které je obsah vodních par ve vzduchu ve stavu nasycení. Při vlhkostních výpočtech je základem vztah mezi parciálním tlakem nasycených par p_w nebo p_i a teplotou T :

(pro vodu)

$$\ln p_w(T) = -6096,9385 \cdot T^{-1} + 21,2409642 - 2,711193 \cdot 10^{-2} \cdot T + 1,673952 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 + 2,433502 \cdot \ln T$$

(pro led)

$$\ln p_i(T) = -6024,5282 \cdot T^{-1} + 29,32707 + 1,0613868 \cdot 10^{-2} \cdot T - 1,3198825 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 - 0,49382577 \cdot \ln T$$

kde: T je teplota v Kelvinech [K],

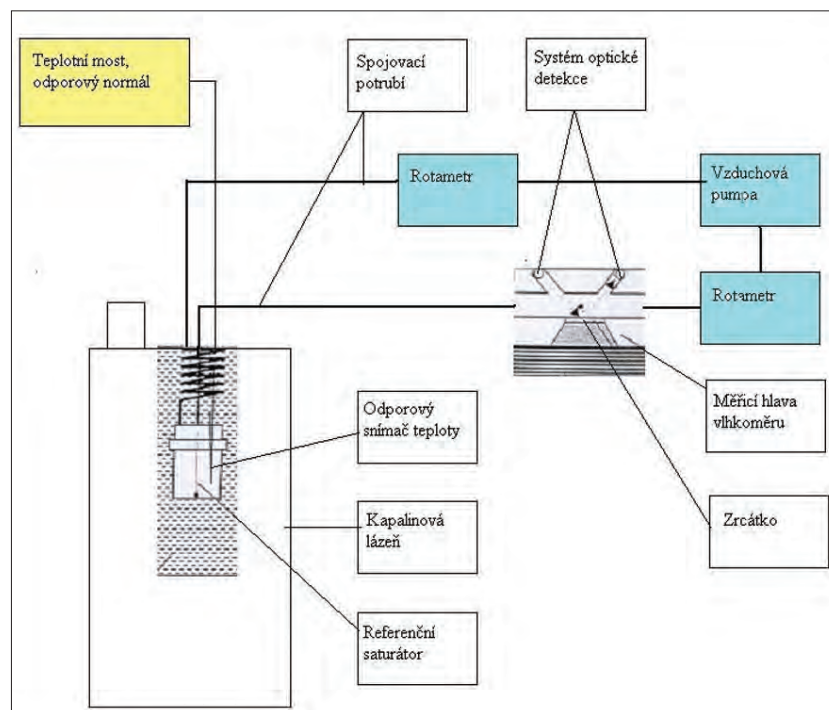
$p_w(T)$ je tlak nasycených par nad vodou při teplotě T [Pa],

$p_i(T)$ je tlak nasycených par nad ledem při teplotě T [Pa].

V záporných teplotách automaticky uvažujeme místo teploty rosného bodu teplotu bodu ojínění.

Princip činnosti

Státní etalon vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku v rozsahu (-75 až 20) °C je tvořen referenčním saturátorem, kryostatikou kapalinovou lázní, vzduchovou pumpou, plováčkovými průtokoměry (rotametry), rosnobodovým vlhkoměrem, odporovým snímačem teploty, střídavým teplotním mostem a odporovým normálem. Saturátor, rosnobodový vlhkoměr, vzduchová pumpa a průtokoměry jsou spojeny sériově nerezovým nebo teflonovým potrubím do uzavřeného okruhu (**obr. 1**). V rozsahu (-75 až -50) °C je nutné použít pouze nerezové potrubí a výstup z kapalinové lázně musí být důkladněji zaizolován. Referenční saturátor je ponořen do kapalinové lázně, ve které je generována požadovaná teplota rosného bodu. Pro přesné měření teploty saturátoru (po korekcích přímo teploty rosného bodu) je použit odporový snímač teploty ve spojení se střídavým teplotním mostem a odporovým normálem.



Obr. 1: Principiální schéma zapojení



Obr. 2: Celková sestava – zleva teplotní most, rosnobodový vlhkoměr, kapalinová lázeň se saturátorem

Saturátor je tvořen nerezovou tlustostěnnou válcovou nádobou, do které je vsazen vnitřní díl ve tvaru šroubovice. Na víku saturátoru je přivařena chladicí cívka, sloužící k předchlazení vzorku vzduchu (obr. 3). Na dnu saturátoru je několik kapek destilované vody. Vzduchová pumpa zajišťuje cirkulaci vzduchu, který je syčený na takovou vlhkost, která odpovídá požadované teplotě rosného bodu. Rosnobodový vlhkoměr slouží ke kontrolnímu měření teploty rosného bodu.

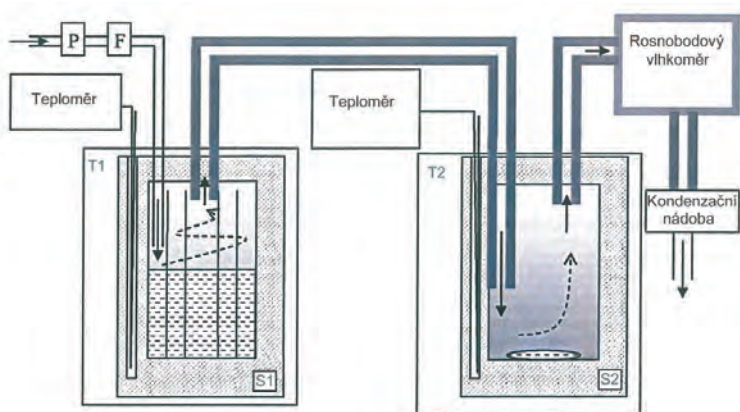
Státní etalon vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku v rozsahu (20 až 90) °C je tvořen presaturátorem,

referenčním saturátorem, dvěma kapalinovými lázněmi, vzduchovou pumpou, plováчковým průtokoměrem (rotametrem), rosnobodovým vlhkoměrem, dvěma odporovými snímači teploty, střídavým teplotním mostem, odporovým normálem a kondenzační nádobou. Vzduchová pumpa, průtokoměr, presaturátor, saturátor, rosnobodový vlhkoměr a kondenzační nádoba jsou spojeny sériově nerezovým nebo teflonovým potrubím do otevřeného okruhu (obr. 4). Cesta od presaturátoru přes saturátor k rosnobodovému vlhkoměru musí být tvořena vyhříváním potrubím včetně vyhřívání spojů. U spoje mezi rosnobodovým vlhkoměrem a kondenzační nádobou vyhřívání potrubí být nemusí, ale je doporučeno. Teplota uvnitř vyhřívání potrubí musí být minimálně o 5 °C vyšší, než je generovaná teplota rosného bodu, aby v potrubí nekondenzovala voda. Presaturátor je ponořen do kapalinové lázně, ve které je o (2 až 5) °C vyšší teplota než v lázni se saturátorem. Saturátor je ponořen do kapalinové lázně, ve které je generována požadovaná teplota rosného bodu. Pro přesné měření teploty presaturátoru i saturátoru (po korekcích přímo teploty rosného bodu) je použit odporový snímač teploty ve spojení se střídavým teplotním mostem a odporovým normálem. Jelikož je střídavý teplotní most vybaven přepínačem měřících míst s možností současného záznamu více kanálů, je možné současný střídavý teplotní most i odporové normály použít také pro tuto novou sestavu. Z důvodu variability obou sestav jsou ve skutečnosti i v této sestavě použity dva průtokoměry zabudované do společného boxu se vzduchovou pumpou.

Presaturátor je tvořen nerezovou tlustostěnnou válcovou nádobou, v jejímž tělese jsou soustředně vloženy kovové válcové komůrky s vývrty a jsou obaleny bezvláknovým papírem (obr. 6). Ten zajišťuje dokonalé nasávání vody, pro maximální zvlhčení procházejícího vzduchu. Cca polovina presaturátoru je zaplněna vodou, která během dlouhodobého měření ubývá a musí se doplňovat. Referenční



Obr. 3: Rozbraný a sestavený referenční saturátor



Obr. 4: Principiální schéma zapojení, P = vzduchová pumpa, F = rotametr (plovákový průtokoměr), T1 = T2 = kapalinová lázeň, S1 = presaturátor, S2 = referenční saturátor.



Obr. 5: Celková sestava – zleva teplotní most, kapalinová lázeň s presaturátorem, kapalinová lázeň se saturátorem, rosnobodový vlhkoměr



Obr. 6: Rozebraný a sestavený presaturátor

saturátor je tvořen nerezovou tlustostěnnou válcovou nádobou, do které je vsazen vnitřní díl ve tvaru šroubovice. Na víku saturátoru je přivařena cívka, sloužící k předehřevu vzorku vzduchu. Nový referenční saturátor je stejné konstrukce jako současný referenční saturátor (obr. 3). Saturátor je na počátku suchý, ale během dlouhodobého měření v něm kondenzuje voda, kterou je nutné odsávat. Vzduchová pumpa zajišťuje průchod vzduchu, který je sycený na takovou vlhkost, která odpovídá požadované teplotě rosného bodu.

Rosnobodový vlhkoměr slouží ke kontrolnímu měření teploty rosného bodu.

Parametry etalonu

Název etalonu	Státní etalon vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku
Označení etalonu	ECM 341-1/15-060
Rok vyhlášení	2015
Rok rozšíření	2020
Pracoviště	ČMI OI Brno, oddělení teploty a vlhkosti
Garant	Ing. Jiří Bílek
Rozsah	(-75 až 90) °C teploty rosného bodu / bodu ojmění
CMC	(0,08 až 0,24) °C
Stabilita	0,02 °C
Homogenita	0,02 °C
Opakovatelnost	0,05 °C
Reprodukovatelnost	0,05 °C

CMC byly potvrzeny úspěšně absolvovaným dvoustranným mezinárodním porovnáním.

Závěr

Státní etalon vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku je v současné době plně funkční v celém rozšířeném rozsahu, po úspěšně absolvovaném dvoustranném mezinárodním porovnání a po aktualizaci interního metodického postupu na něm probíhají kalibrace rosnobodových vlhkoměrů. Rozšíření bylo koncipováno tak, aby mohly být současně v provozu oba systémy, tj. systém pro rozsah (-75 až 20) °C i systém pro rozsah (20 až 90) °C a aby byla dosažena co nejvyšší variabilita obou systémů (shodný referenční saturátor, shodný box se vzduchovou pumpou a průtokoměry, ...).

Literatura

- [1] D. Sonntag, Important new values of the physical constants of 1986, vapour pressure formulations based on the ITS-90, and psychrometer formulae, Zeitschrift für Metrologie, Vol 40,(5), pp 340-344,1990.
- [2] Guide to the Measurement of Humidity, The Institute of Measurement and Control, London 1996.
- [3] Flakiewicz K., Implementation of the dew-point temperature generator as the primary standard in GUM, Papers and Abstracts from the Third International Symposium on Humidity & Moisture., Vol 1, NPL, UK, 1998.
- [4] Interní kalibrační postup č. 636-MP-C120 Kalibrace rosnobodových vlhkoměrů, ČMI 2019
- [5] Zpráva č. 6036-TR-Z0001-20 Rozšíření rozsahu státního etalonu vlhkosti vzduchu za atmosférického tlaku ECM 341-1/15-060, ČMI 2020

EURÓPSKY METROLOGICKÝ CLOUD (EMC)

Ing. Martin Koval, Ph.D.

Český metrologický institut

Úvod

Nové technológie v oblasti softvéru pre legálnu metrologiu sa vyvíjajú tak dynamicky, že legislatíva ich nie vždy stíha reflektovať. Jednou z iniciatív PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt) je navrhnúť a uviesť do praxe integrovaný informačný systém (IIS - Integrated Information System), ktorý by mal zefektívniť procesy v legálnej metrologii. V súčasnej dobe môžeme predpokladať, že takmer všetky zainteresované strany v oblasti legálnej metrologie (výrobcovia, užívatelia zariadení, oznámené subjekty, dohľad nad trhom/verifikačné authority) už majú časť svojich činností digitalizovaných (namiesto papierovej formy využívajú digitálnu). PTB od roku 2016 pracuje na návrhu Európskeho Metrologického Cloudu (EMC – European Metrology Cloud) [1], ktorého cieľom je tieto procesy integrovať.



Obr. 1: Logo Európskeho Metrologického Cloudu [1].

Európsky Metrologický Cloud

EMC je istý druh IIC, ktorý je určený pre oblasť legálnej metrologie a cieľom je spojiť všetky zainteresované strany a ich činnosti, ktoré sú navzájom prepojené. Takýto systém, môže pozitívne ovplyvniť procesy v legálnej metrologii. Väčšina digitalizovaných procesov je interne prepojená, ale výstup dát je v rôznej forme (formát, jazyk, kódovanie, použitie, vzorce a pod.), ktoré sú vysoko heterogénne. Ďalšou výzvou je legislatívny rámec, ktorý sa môže líšiť v závislosti na národnej úrovni. Cieľom EMC je integrovať zdroje dát a umožniť implementáciu právnych procesov

(napr. typové schválenie meradla alebo aktualizácia softvéru už existujúceho meracieho meradla) a uviesť takýto systém do praxe. Projekt je rozdelený na štyri oblasti:

- WP1: Trustworthy Metrological Core Platform / Základná metrologická dôveryhodná platforma
- WP2: Reference Architectures / Referenčné architektúry
- WP3: Technology based Metrological Support Services / Metrologické služby založené na technológiách
- WP4: Data based Metrological Support Services / Metrologické služby založené na dátach.

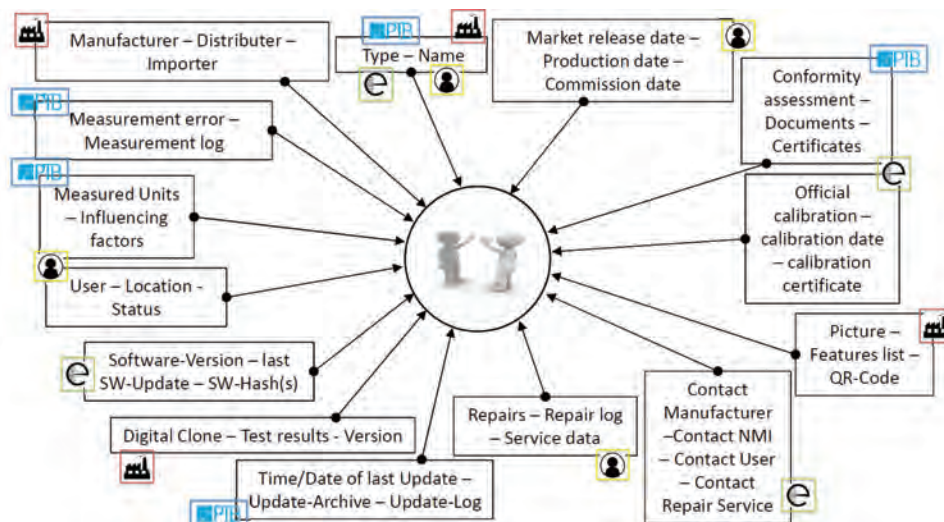
WP1: Základná metrologická dôveryhodná platforma

Táto oblasť sa zaoberá tromi hlavnými úlohami:

- Single Point of Contact (Digital Representation) / Jednotné kontaktné miesto – Digitálne reprezentácia
- Join Infrastructures and Databases / Prepojenie infraštruktúr a databáz
- Metrological Administration, Trust and Security / Administratíva pre metrologiu, dôveryhodnosť a zabezpečenie.

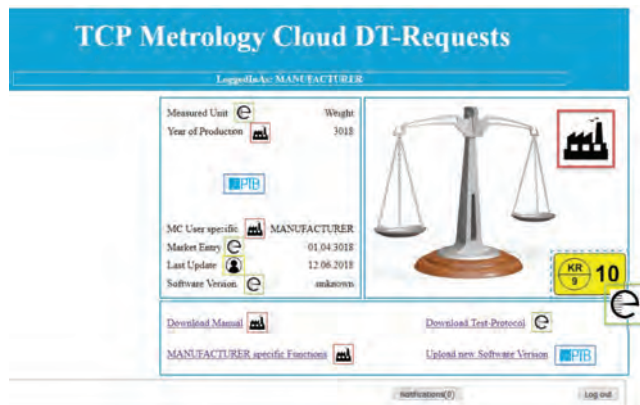
Pod digitálnou reprezentáciou (tiež používaný výraz Digital Twin) v prípade EMC sú myslené všetky informácie o meracom zariadení, ktoré je nutné mať k dispozícii v oblasti využitia legálnej metrologie. Nemusí ísť len o informácie, ktoré vygeneroval OS (Oznámený Subjekt), ale o všetky informácie, ktoré súvisia s meracím zariadením a sú vygenerované rôznymi zainteresovanými stranami ako je výrobca, dohľad nad trhom alebo užívateľ (obr. 2).

Všetky vygenerované informácie sú dostupné na EMC a pre každú zainteresovanú stranu sú prístupné iné dáta. Na obr. 3 je ukážka, ktorá znázorňuje, ktorá strana má aké práva. Ikonka „e“ (v zelenom štvorci) je príklad označenia, napr. pre dohľad nad trhom. Dohľad nad trhom má práva zrušiť (pozastaviť) platnosť certifikátu alebo vykonať verifikáciu. Výrobca (ikona budovy v červenom štvorci) je zodpovedný za špecifikáciu výrobu a manuálu. OS (modrý



Obr. 2: Model pre obsah informácií pre digitálnu reprezentáciu [1].

štvorec PTB) je zodpovedný za možnosť aktualizácie nového SW a zobrazovanie certifikátu. Užívateľ (anonym v žltom štvorci) má možnosť prezerat' si informácie na meradle a aktualizovať SW pokiaľ je táto možnosť poskytnutá.



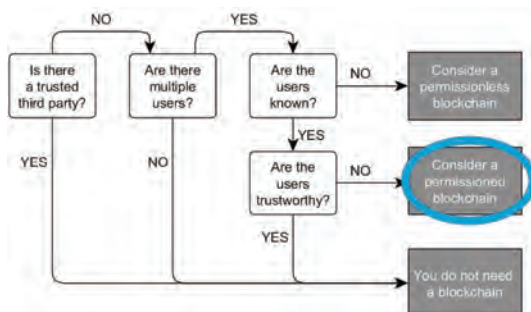
Obr. 3: Ukážka rôznych operácií z rôznych zainteresovaných strán [1].

Na obr. 4 je ukážka prihlásenia do EMC z profilu výrobcu.



Obr. 4: Ukážka: digitálna reprezentácia meracieho zariadenia v EMC z profilu výrobcu [1].

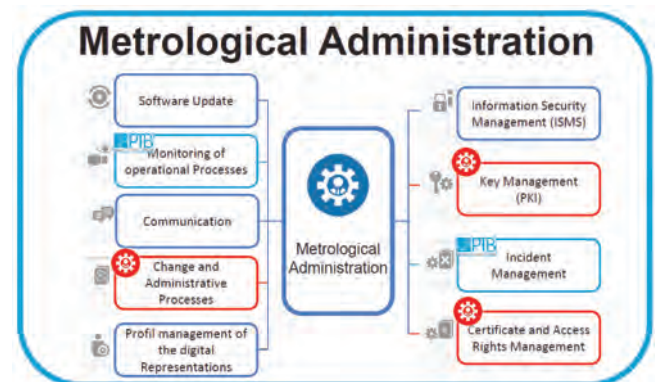
Ďalším prioritným cieľom v oblasti WP1 je zabezpečenie prepojenia databáz a infraštruktúr. Dáta poskytujú jednotlivé zainteresované strany zo svojich systémov. EMC návrh pre dôveryhodnosť prepojenia rôznych databáz uvažuje použitie PKI (Public Key Infrastructure) na báze blockchain (distribúovaná decentralizovaná databáza – populárne využitie v kryptomenách). Dôvod, prečo sa PTB rozhodlo využiť blockchain je vysvetlený na obr. 5, kde sa uvažuje so známymi užívateľmi, ktorí budú považovaní za nedôveryhodných.



Obr. 5: Prečo je vhodné využiť „blockchain“ v EMC [1].

Hlavným využitím pre blockchain v EMC sú funkcionality ako Smart contract, logovanie, zabezpečenie autentifikácie a komunikácie, zabezpečenie dôveryhodnosti pri výmene dát v dátových uzloch a pri digitálnych podpisoch.

Pre metrologickú administratívu je navrhnutý model (obr. 6).



Obr. 6: Model pre metrologickú administratívu [1].

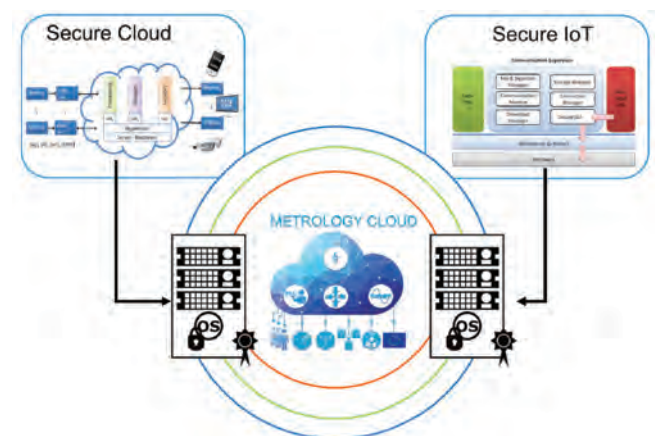
Návrh metrologickej administratívy pre EMC bude obsahovať viacero úloh, ktoré je nutné spravovať pre správny chod EMC. Patrí sem aktualizácia SW pre meracie zariadenie, sledovanie a správa vykonaných procesov, zabezpečenie komunikácie, databáza digitálnych reprezentácií zariadení, správa bezpečnosti systému, PKI, správa incidentov (hlásenie alarmov, chýb a pod.) a správa certifikátov a prístupových práv.

WP2: Referenčné architektúry

Oblasť sa zaoberá dvoma hlavnými úlohami:

- Referenčná architektúra pre IoT zariadenia / Reference Architectures for IoT Devices
- Referenčná architektúra pre distribuované zariadenia / Reference Architectures for distributed Instruments.

Návrh referenčnej architektúry sa zaoberá tým ako spojiť IoT (Internet of things) zariadenia s EMC.



Obr. 7: Model referenčnej architektúry pre IoT zariadenia pracujúce s EMC [1].

Cieľom návrhu je, aby takýto systém vyhovoval požiadavkám podľa WELMEC Guide 7.2, navrhnut' vhodnú

verifikačnú metódu, definovať rizikovú triedu a vytvoriť návodný dokument pre referenčné architektúry. V tejto oblasti sa vyžaduje aktívna spolupráca s výrobcami a zástupcami výrobcov, aby bolo možné špecifikovať požiadavky, ktoré bude nutné splniť za účelom bezpečného používania SW. Predpokladá sa, že v prípade IoT zariadení bude existovať možnosť prepojenia s EMC a do budúcnosti bude možné kontrolovať stav IoT zariadenia pre účely legálnej metrologie v reálnom čase. Pre IoT zariadenie sa uvažuje so separáciou SW (rozdelenie SW na legálne relevantný a legálne nerelevantný), ktorá bude na úrovni μ -kernelu (základné služby operačného systému). V rámci definícií referenčných architektúr bol vydaný aj nový WELMEC Guide 7.3 [2], ktorý poskytuje návod pre referenčnú architektúru, tak aby bol v súlade s WELMEC Guide 7.2. Vzhľadom k tomu, že SW je dynamická záležitosť očakáva sa, že tento dokument bude priebežne aktualizovaný podľa vývoja technológií na trhu.

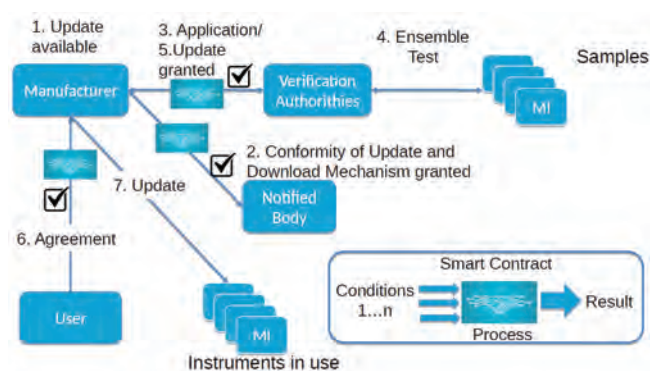
WP3: Metrologické služby založené na technológiách

Oblasť sa zaoberá ďalšími tromi úlohami:

- Možnosť opráv a následného overenia / Supporting Repair and subsequent Verification
- Podpora údržby SW a Smart contracts / Supporting Software Maintenance, Smart Contracts
- Digitálne overovanie / Digital Verification Marking.

Návrh konceptu údržby SW a následného overenia je graficky znázornený na **obr. 8**. Každá drobná úprava v legálne relevantnom SW vyžaduje overenie. S dynamickým rozvojom SW sa predpokladá, že zmeny budú stále častejšie, či už z dôvodu údržby alebo opravy SW. Navrhovaný koncept má pomôcť urýchliť tento druh procesu a pritom stále spĺňať požiadavky WELMEC Guide 7.2 – rozšírenie D. Koncept je nasledovný (1) výrobca vytvorí potrebnú aktualizáciu SW a poskytne ju OS na schválenie (2). Novú schválenú verziu SW poskytnú (3) verifikačným orgánom, ktoré túto verziu otestujú (4) a po úspešnom teste povolia aktualizáciu (5). Na záver užívateľ meradla odsúhlasí aktualizáciu a výrobca ju vykoná (7).

Pri každom zasielaní testovanej verzie sa vyžaduje Smart Contract. Smart Contract [3] je počítačový program, ktorý môže vykonať rozhodnutie na základe splnenia podmienok. Využíva sa koncept blockchainu a DAO (Decentralizovaná Autonómna Organizácia) kde ľudia a stroje môžu navzájom spolupracovať. DAO je založené na pravidlách a procesoch určených Smart Contracts, ktoré sú registrované v blockchaine.



Obr. 8: Koncept údržby SW s využitím Smart Contracts [1].

Ďalšou výzvou je digitálne overovanie, kde užívateľ meradla môže skontrolovať meradlo a napr. jeho platnosť overenia (**obr. 9**). Užívateľ zadá požiadavku do EMC, napríklad pomocou QR-kódu, kde sa požiadavka overí v uzle (MC Node - tam sa určí či žiadateľ má oprávnenie túto informáciu získať) pred vstupom do EMC a podobnou cestou dostane spätnú odozvu od dohľadu nad trhom, ktorý požiadavku prijme.



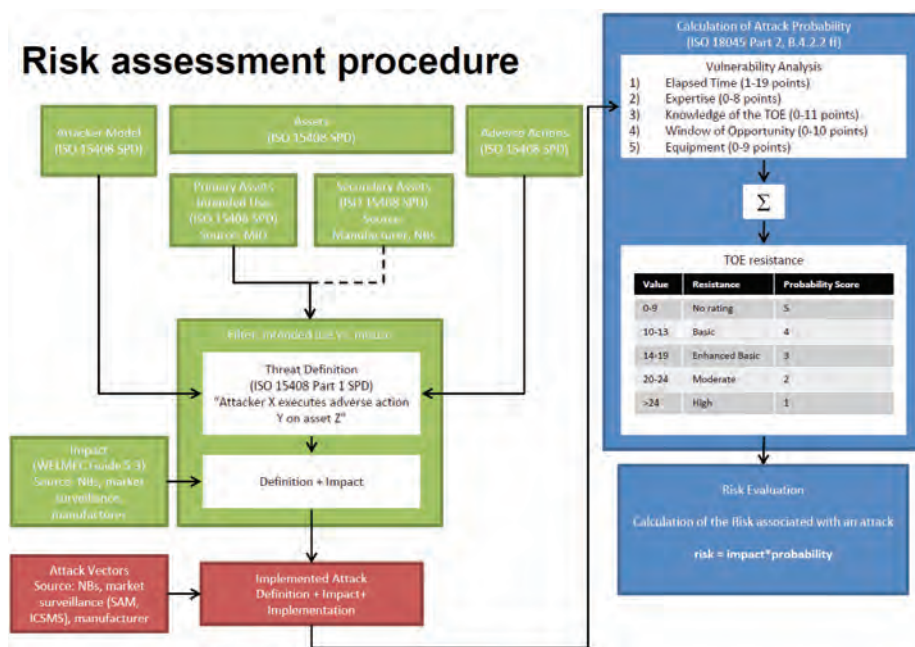
Obr. 9: Model pre digitálne overenie [1].

WP4: Metrologické služby založené na dátach

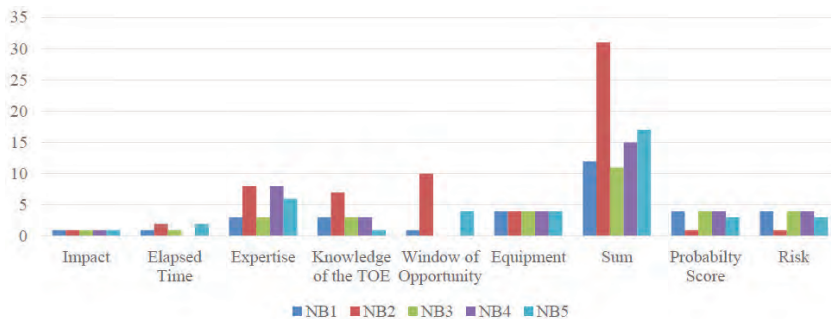
Oblasť sa zaoberá ďalšími dvoma úlohami:

- Porovnanie v rámci EU / EU ring comparison
- Ukončiť okruh týkajúci sa vyhodnotenia rizika/ Closing the Risk Assessment Loop.

Risk assessment procedure



Obr. 10: Návrh procedúry pre vyhodnotenie rizika [1].



Obr. 11: Výsledky porovnávania navrhovanej metódy pre hodnotenie rizika[1].

Posledných pár rokov sa rieši problematika hodnotenia rizika SW, ktorá vznikla z požiadavky MID 2014/32/EU a NAWID 2014/31/EU, kde sa uvádza, že technická dokumentácia má obsahovať analýzu a posúdenie rizika. PTB sa inšpirovalo dokumentami ISO/IEC 18045, ISO/IEC 15408 a navrhli procedúru (obr. 10).

Procedúra pozostáva z definície účinných vektorov a ako im je možné predísť. Každé riešenie je vystavené piatim rôznym hodnotiacim kritériám (čas na vykonanie, potrebná znalosť, príležitosť, potrebné vybavenie). Porovnávanie prebiehalo na vzorke experimentálneho meradla, kde riziko nezávisle od seba vyhodnotilo päť oznámených subjektov. Výsledky boli rôzne (obr. 11).

Porovnávanie poukázalo na nedostatky pri návrhu, ktoré budú postupne zapracovávané.

Konzorcium

Tento projekt má svoje konzorcium, ktoré pozostáva z rôznych inštitúcií a firiem:

Priemysel: CECIP, CECOD, FARECOGAZ, VDMA, AQUA, Diehl Metering, Itron, Gilbarco Veeder-Root, BIZERBA, Sartorius, Deutsche Telekom Laboratories, LIDL, bp, DHL – Deutsche Post.



Obr. 12: Konzorcium Európskeho Metrologického Cloudu [1].

Oznámené subjekty: Nemecko (PTB), Francúzsko (LNE), Veľká Británia (NPL), Švajčiarsko (METAS), Švédsko (RISE), Česká republika (ČMI), Rakúsko (BEV-PTP), Španielsko (CEM), Portugalsko (IPQ).

Verifikačné authority: Holandsko (Agentschap Telecom), Írsko (NSAI), Verifikačné orgány v Nemecku.

Výskumné organizácie: TU Berlin, SECT, BBDC.

Záver

Iniciatívny projekt PTB Európsky Metrologický Cloud má potenciál uspieť. Projekt podporuje viacero výskumných organizácií a má podporu aj v priemysle. Predstavenie uceleného návrhu sa odhaduje na koniec roka 2021, ale vzhľadom k tomu, že je to oblasť spadajúca do digitalizácie je pravdepodobné, že tento projekt bude podliehať neustálym zmenám a budú sa neustále implementovať nové technológie. Projekt je otvorený pre všetkých, ktorí majú záujem pripojiť sa a prispieť k vývoju. Každoročne sa organizuje workshop, kde sú predstavené pokroky a nové zmeny.

Literatúra:

- [1] The European Metrology Cloud, <https://www.ptb.de/cms/ptb/fachabteilungen/abt8/fb-85/metrology-cloud.html>
- [2] WELMEC Guide 7.3: Reference Architectures Based on WELMEC Guide 7.2, <https://www.welmec.org/documents/guides/73/>
- [3] Smart Contract, <https://nakamotoinstitute.org/the-idea-of-smart-contracts/>

NOVÝ PRÍSTUP K PRIMÁRNEMU MERANIU pH

Ing. Leoš Vyskočil

Slovenský metrologický ústav

Úvod

Primárne meranie pH už bolo popísané viacerými autormi [2], [5], [8], [11], [20]. Keď sa v americkom Národnom úrade pre štandardy (National Bureau of Standards – NBS) (terajší Národný inštitút pre štandardy a technológie, National Institute of Standards and Technology – NIST) rozhodli pre rozšírenie metrologie aj na fyzikálno-chemické veličiny, ako prvé bolo vybrané pH . Bol vypracovaný detailný postup merania. Veličina pH je definovaná pomocou aktivity iónov, ktorá nie je priamo merateľná. Postup merania vypracovaný Batesom [2] postupne prevzala väčšina národných metrologických inštitútov (NMI) a veľa inštitútov ho používa dodnes. Pri príprave Národného etalónu pH v Slovenskom metrologickom ústave – SMU bol doterajší postup merania kriticky prehodnotený a prepracovaný. Snahou bolo odstrániť hlavné nedostatky pôvodného postupu. V prvom rade meranie trvalo príliš dlho vzhľadom na nedokonalé sytenie roztoku vodíkom. Pri meraní bol potrebný dosť veľký objem roztoku. Pri príprave meracích elektród hrozilo nebezpečenie kontaminácie. Tieto nedostatky odstraňuje nový modifikovaný postup merania.

Teória

Veličinu pH ako mieru kyslosti definoval prvý Sørensen [15]. Definoval ju ako záporný dekadický logaritmus koncentrácie vodíkových iónov. V súčasnosti sa používa správnejšia definícia pomocou aktivity vodíkových iónov. Meranie je elektrochemické. Využíva sa skutočnosť, že vodíková elektróda je dokonale reverzibilná a jej potenciál je funkciou aktivity vodíkových iónov. Pri prvých meraniach sa ako protielektróda používala kalomelová elektróda. Jej nevýhodou bolo, že predstavovala článok s prevodom. Od meraného roztoku bola oddelená fritou. Z toho dôvodu tu vznikala tzv. difúzny potenciál (*liquid junction*), ktorý podstatne znižoval presnosť merania. Pri súčasných meraniach je kalomelová elektróda nahradená elektródou argentochloridovou. Článok v tejto konfigurácii sa nazýva Harnedov článok. Jeho hlavnou výhodou je neprítomnosť difúzneho potenciálu, čím je možné dosiahnuť vyššiu presnosť merania. Podľa Štokholmskej konvencie, používanej v elektrochemii, možno Harnedov článok symbolicky napísať:



Vodíkovú elektródu predstavuje platinový pliešok pokrytý platinovou čerňou. Roztok je prebublávaný vodíkom, ktorým sa platinová čerň nasycuje. Vodík rozpustený v platine a H_3O^+ ióny v roztoku tvoria redox pár, ktorý udeľuje vodíkovej elektróde potenciál závislý od pH . V Harnedovom článku prebieha sumárna reakcia:



Pre zmenu Gibbsovej voľnej energie ΔG pri tejto reakcii platí vzťah:

$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \cdot \ln \frac{a_{H^+} a_{Cl^-} a_{Ag}}{a_{AgCl} a_{H_2}^{1/2}} \quad (3)$$

Význam symbolov:

ΔG	Gibbsova voľná energia,
ΔG^0	štandardná Gibbsova voľná energia,
R	plynová konštanta,
T	absolútna teplota v Kelvinoch,
a_x	relatívna aktivita látky, alebo iónu x .

Čisté látky sú podľa konvencie vo svojich štandardných stavoch a ich aktivita sa považuje za jednotkovú. Aktivita vodíkového iónu sa vyjadří ako pomer parciálneho tlaku vodíka ku tlaku vodíka v štandardnom stave ($p^0 = 101\,325\text{ Pa}$). Ak počet vymenených elektrónov v reakcii je z , medzi zmenou Gibbsovej voľnej energie ΔG a napätím U platí vzťah:

$$\Delta G = -z \cdot F \cdot U \quad (4)$$

Spojením a úpravou výrazov (3) a (4) sa získa rovnica použiteľná pre meranie pH .

$$U = E^0 - \frac{RT}{F} \ln \frac{a_{H^+} \cdot a_{Cl^-}}{\sqrt{\frac{p - p_w}{p^0}}} \quad (5)$$

Význam symbolov¹:

p	barometrický tlak (Pa),
p_w	parciálny tlak nasýtenej vodnej pary pri teplote T ,
p^0	štandardný tlak 101 325 Pa,
R	plynová konštanta 8,314 462 618 ($J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$),
F	Faradayova konštanta 96 485,332 12 ($C \cdot mol^{-1}$),
E^0	štandardný potenciál argentochloridovej elektródy (V).

Zo vzťahu (5) vidieť, že napätie článku je určené aktivitou vodíkových iónov, tlakom a aktivitou chloridových iónov. Aktivita vodíkových iónov definuje pH , ktoré merame, tlak je meraný barometrom a chloridy musia byť do roztoku pridané. Obyčajne sa pridávajú do roztoku ešte pred meraním vo forme NaCl alebo KCl.

Pre praktické meranie sa vzorec (5) upravuje na tvar, v ktorom sú na ľavej strane všetky experimentálne dostupné členy.

$$\frac{(U^* - E_{Ag/AgCl}^0) \cdot F}{RT \ln(10)} + \log(b_{Cl^-}) - \frac{A \sqrt{I + b_{Cl^-}}}{1 + 1,5 \sqrt{I + b_{Cl^-}}} = pH + \xi \cdot b_{Cl^-} \quad (6)$$

¹ Hodnoty konštánt zodpovedajú novému systému jednotiek, schváleného 16. novembra 2018 na 26. zasadnutí CGPM

Význam symbolov:

U^*	napätie článku korigované na štandardný tlak 101325 Pa,
b_{Cl^-}	molalita pridaných chloridových iónov,
I	iónová sila meraného roztoku,
ξ	smernica priamky.

Vynáša sa ľavá strana rovnice oproti molalite chloridových iónov. Napätie korigované na štandardný tlak U^* , ktorý sa vypočítava v priebehu merania podľa vzorca:

$$U^* = U - \frac{RT}{2F} \ln \left(\frac{p - p_w}{101325} \right) \quad (7)$$

Pri praktickom meraní sa vzorka rozdelí na niekoľko častí (v našom prípade na šesť)². Do každej porcie sa pridá malé množstvo KCl. Navážku KCl treba voliť tak, aby sa výsledná molalita pohybovala v rozmedzí (0,002 až 0,02) mol·kg⁻¹. Takým spôsobom sa získa šesť hodnôt napätia pri šiestich hodnotách molality KCl. Aplikovaním rovnice (6) a použitím metódy najmenších štvorcov sa získa hodnota *pH* ako úsek na osi *y*.

Vo vzťahu (5) vystupuje aktivita chloridových iónov. Pretože meranie individuálnych iónových aktivít je v termodynamike nemožné, je aktivita chloridových iónov vo vzťahu (6) vyjadrená pomocou Debye – Hückelovej rovnice. Aby to bolo uskutočniteľné, je koeficient v menovateli podľa Bates – Guggenheimovej konvencie [4] stanovený ultimatívne na hodnotu 1,5 pre všetky koncentrácie chloridov do hodnoty 0,1 mol·kg⁻¹.

Pridané množstvo chloridov treba poznať s dobrou presnosťou. Je výhodné navažovať diferenčne a počítať skutočnú hmotnosť. Hodnota molality chloridových iónov sa vypočíta podľa vzťahu:

$$b_{Cl^-} = \frac{1000 \cdot m_{KCl}}{M_{KCl} \cdot m_{soln} \cdot x_w} \cdot \frac{\left(1 - \frac{\rho_{air}}{\rho_{soln}}\right)}{\left(1 - \frac{\rho_{air}}{\rho_{KCl}}\right)} \quad (8)$$

Význam symbolov:

b_{Cl^-}	molalita chloridových iónov,
m_{KCl}	údaj váh pre KCl,
m_{soln}	údaj váh pre roztok,
x_w	hmotnostný zlomok vody vo vzorke,
ρ_{air}	hustota vzduchu,
ρ_{soln}	hustota meraného roztoku,
ρ_{KCl}	hustota KCl.

Meranie pH

Pre porovnanie obidvoch spôsobov merania, uvediem najprv v skratke postup podľa Batesa [2], ktorý je doposiaľ používaný celým radom NMI.

² Voľba šiestich porcií má dva dôvody. Jednak v štatistike platí nepísané pravidlo, že počet bodov by mal byť minimálne trikrát väčší, ako počet parametrov regresnej funkcie; druhý dôvod je prozaickejší – viac nádobiek sa do termostatu nezmestilo.

Praktické meranie podľa Batesa

Pred meraním je potrebné pripraviť si elektródy a roztoky. Meranie je možné rozložiť do niekoľkých krokov, ktoré budú podrobnejšie popísané.

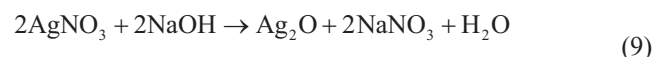
1. Príprava vodíkových elektród.
2. Príprava pasty Ag₂O.
3. Nanosenie pasty Ag₂O na Pt špirálky zatavené do skla.
4. Príprava strieborných elektród vypálením pasty pri 400 °C.
5. Elektrolytické pokrytie striebra vrstvou AgCl.
6. Príprava roztoku HCl (0,01 mol·kg⁻¹) pre stanovenie E⁰_{AgCl}.
7. Odstupňované prídavky KCl do meraného roztoku.
8. Stanovenie štandardného potenciálu argentochloridových elektród E⁰_{AgCl}.
9. Meranie *pH*.

Príprava vodíkových elektród

Pred poplatinovaním sa elektróda umyje v chróm-sírovej zmesi a dôkladne sa opláchnie destilovanou vodou. Na poplatinovanie sa používa Lummer-Kurlbaumov [5] platínovací kúpeľ obsahujúci 3 % H₂PtCl₆ s prídavkom 0,03 % Pb(CH₃COO)₂. Poplatinovanie prebieha pri prúdovej hustote 20 mA·cm⁻² do prvého intenzívneho vývoja vodíka. Po dôkladnom opláchnutí destilovanou vodou sa hotové elektródy uchovávajú v destilovanej vode. Od tohto okamihu elektróda nesmie vyschnúť, pretože by stratila aktivitu.

Príprava pasty Ag₂O

Ag₂O sa pripravuje zrážaním dusičnanu strieborného hydroxidom sodným podľa sumárnej rovnice:



Zrážanie sa robí v kadičke. Zrazenina sa premýva dekantáciou, pri čom sa súčasne kontroluje vodivosť roztoku nad zrazeninou. Premývanie sa skončí, keď sa vodivosť roztoku prakticky nemení (nezriedka 20 až 30-krát). Roztok nad zrazeninou sa opatrne zleje, posledné zvyšky sa odsajú kapilárrou a filtračným papierom. Pasta by nemala pri skladovaní vyschnúť, pretože sa stane značne hydrofóbnou a jej regenerácia je zdĺhavá.

Nanosenie pasty Ag₂O na Pt špirálky zatavené do skla

Táto fáza prípravy nevyžaduje nič, iba trpezlivosť. Platínová špirálka musí byť úplne pokrytá pastou. V opačnom prípade môže vznikať parazitný potenciál a znehodnocovať meranie.

Príprava strieborných elektród vypálením pasty

Po nanosení pasty sa nechajú elektródy voľne vysušiť. Sušenie v sušiarňi nie je vhodné. Pri rýchlom sušení vznikajú trhlinky, cez ktoré sa roztok môže dostať až na platínový substrát.

Vysušené elektródy sa vypaľujú v peci pri 400 °C. Pri tejto teplote sa oxid strieborný rozkladá na kyslík a kovové striebro.

Elektrolytické pokrytie striebra vrstvou AgCl

Po vychladnutí sa elektródy ponoria do roztoku HCl (1 mol·L⁻¹) a polarizujú sa anodicky pri prúdovej hustote

(5 až 10) mA·cm⁻². Ako katóda sa obyčajne používa platino-vá pliešková elektróda, na ktorej sa počas chloridizácie vyvíja vodík. Povrch elektród sa pokrýva vrstvičkou chloridu strieborného.

Príprava roztoku HCl

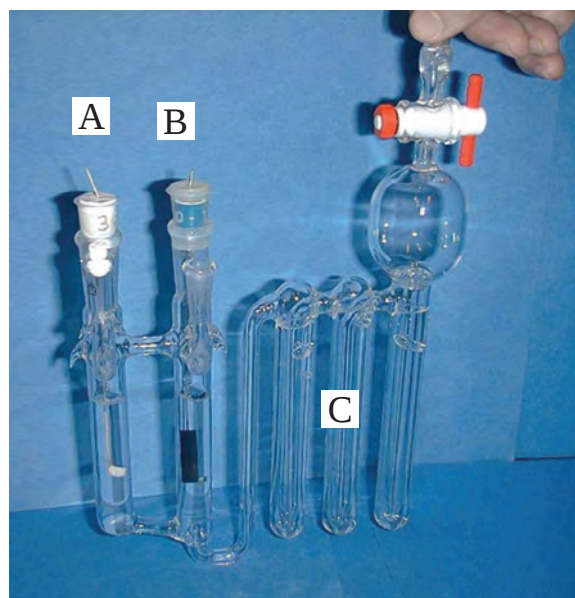
Po príprave elektród treba pripraviť roztoky. Pre stanovenie štandardného potenciálu sa používa roztok HCl o molalite 0,01 mol·kg⁻¹. Je dôležité poznať molalitu HCl s presnosťou lepšou, ako 0,1 %. Metrologické inštitúty ju merajú obyčajne coulometricky.

Odstupňované prídavky KCl do meraného roztoku

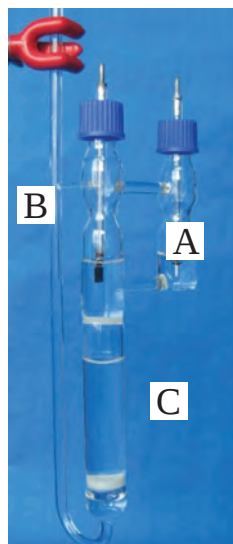
Meraný tlmivý roztok sa rozdelí na niekoľko porcií a do každej sa pridá odstupňované množstvo KCl. Navážku KCl treba voliť tak, aby sa výsledná molalita chloridových iónov pohybovala v rozmedzí 0,002 až 0,02 mol·kg⁻¹. Počet porcií sa riadi počtom meracích nádobiek, ktoré sa zmestia do termostatu. Pre správny výpočet molality treba poznať hmotnostný zlomok vody v meranom roztoku x_w a hustoty roztoku ρ_{soln} , soli ρ_{KCl} a vzduchu ρ_{air} . Molalita sa vypočíta podľa vzorca (8).

Meracia nádobka reprezentujúca Harnedov článok

Na **obr. 1** je jedna z nádobiek, v ktorých sa uskutočňuje meranie. Nádobka je rozdelená na dve časti, ktoré sú prepojené kapilárou. V prvej časti „A“ je umiestnená argentochloridová elektróda, v druhej časti „B“ je vodíková elektróda. Ku vodíkovej elektróde sa zospodu privádza vodík. Vodík z bomby je suchý. Aby neodnášal so sebou vodu z meraného roztoku, čím by sa menili koncentrácie všetkých prítomných zložiek, je pred tým prebublávaný cez tri zvlhčovače „C“, ktoré sú tiež naplnené meraným roztokom. Plnenie tejto nádoby nie je také problematické ako čistenie. Meraný roztok sa do nádoby natiahne pomocou vákuu.



Obr. 1: Realizácia Harnedovho článku podľa Batesa v NIST



Obr. 2: Realizácia modifikovaného článku SMU

Modifikovaný postup v SMU

Modifikovaná metóda merania *pH* používa temer ten istý postup. Hlavné odlišnosti sú v konštrukcii meracieho článku a v príprave argentochloridovej elektródy.

Merací článok

Pri návrhu nového meracieho článku bola snaha splniť nasledovné faktory: vyššia účinnosť zvlhčovania vodíka, ľahká manipulovateľnosť (plnenie, premývanie...) a menšia „zraniteľnosť“ nádobky.

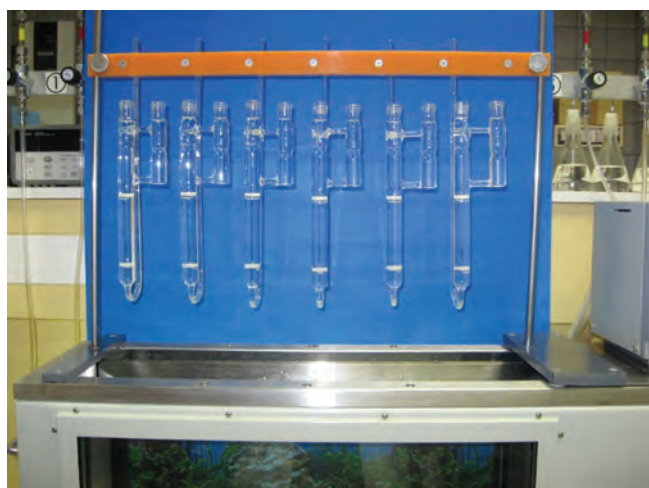
Zvlhčovanie

Keď som organizoval medzinárodnú štúdiu CCQM - P37, boli účastníci požiadaní o informácie o ich meracom systéme. Okrem iného mali uviesť približný priemer bubliniek vodíka. Väčšina používateľov pôvodného článku udávali hodnoty od 5 mm do 10 mm. Tak veľké bubliny majú veľmi nepriaznivý pomer povrchu ku objemu, v dôsledku čoho vodík vchádzajúci do meraného roztoku nie je dokonale zvlhčený a dá sa predpokladať, že ďalšiu vodu si vodík odnáša z meraného roztoku. Niektoré NMI nechávali systém ustáľovať celú noc a ráno im počítač poskytne ustálené hodnoty. Za ten čas sa ale môžu zmeniť koncentračné pomery v meranom roztoku tak, že výsledky sa týkajú už celkom iného roztoku, než aký bol pridaný na začiatku. Spolu s nedokonalým zvlhčením pri veľkom priemere bublín vodíka pristupuje ďalší sprievodný jav – pulzácia tlaku. Keď bublinka v zvlhčovači narastá, vytláča kvapalinu z kapiláry. Pri určitej veľkosti, keď sa bublina odtrhne, roztok sa vráti na vytlačené miesto. Rozdiel hladín môže byť až 5 mm, čo zodpovedá tlaku asi 50 Pa. Tlak priamo ovplyvňuje meraný potenciál, takže ten tiež pulzuje. Pri nesprávnom spôsobe tlmenia elektrických pulzov to môže viesť ku skresleniu výsledku merania.

Z toho dôvodu je v novej nádobke zvlhčovač riešený ako stĺpec roztoku, ktorý „sedí“ na fritě. Bublínky prechádzajúce fritou majú priemer menší, ako 1 mm. Tým sa výrazne zmení pomer povrchu/objem a zvlhčovanie je dokonalejšie, čo sa nakoniec potvrdilo aj experimentálne. Toto riešenie navyše nemá žiadny „hluchý“ priestor. Vodík opúšťa nádobku cez 1 mm dierku vo vrchnáku. Efekt pulzácie tlaku sa tu teoreticky uplatňuje tiež, ale bublinky sú maličké a sú ich stovky, takže dochádza ku prirodzenému spriemerovaniu a efekt nie je pozorovateľný. Dôležitý je výber hustoty frity. Napríklad fritá hustoty S0 má veľké póry a bubliny sú relatívne veľké. Skúsenosť ukazuje, že ideálna hustota je S2. Bublínky sú maličké a nasýtenie vodíka vodnými parami prakticky úplné.

Konstruktéria nádobky

Nádobka zobrazená na **obr. 2** je uchytená za kapiláru, ktorou sa privádza vodík do zvlhčovača „C“. Po nasadení vodnej vývevy na kapiláru je možné nádobku premývať či už vodou, alebo meraným roztokom. Meracie komory sú spojené v dolnej časti kapilárou a v hornej časti sú spojené spevňovacou tyčinkou. Podobným spôsobom je fixovaná aj prírodná kapilára. To umožňuje upevniť spoľahlivo nádobku do termostatu bez rizika jej poškodenia.



Obr. 3: Spôsob upevnenia nádobiek v termostate

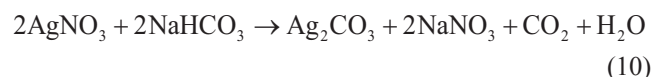
Označenie častí „A“, „B“ a „C“ je rovnaké ako v prípade Batesovej nádoby. Táto nádoba je asi siedma verzia a javí sa ako konečná. Treba ešte poznamenať, že šiesta verzia mala možnosť bubľania oboch priestorov. Platinovú elektródu vodíkom a argentochloridovú elektródu argónom. V kyslom prostredí za prítomnosti kyslíka sa totiž striebro oxiduje. Tento jav nám bol dôverne známy z coulometrickeho merania. Vzniklo podozrenie, že kyslík môže podobne ovplyvňovať argentochloridovú elektródu. Bola urobená séria meraní v celej škále tlmivých roztokov (od $pH = 4$ a menej). Ukázalo sa, že kyslík nemá na meranie žiaden vplyv, okrem tetrašťavelanového tlmivého roztoku ($pH = 1,679$). Tam bol vplyv preukázaný. Zmena pri meraní s kyslíkom a bez kyslíka bola pomerne veľmi malá na úrovni niekoľko tisícín jednotky pH . Z toho dôvodu bolo od bubľania argónom upustené.

Príprava elektród

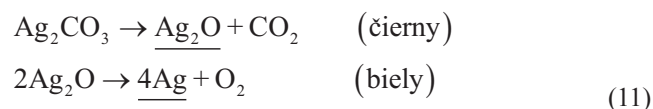
Zásadný rozdiel je pri príprave argentochloridovej elektródy. Pôvodní autori boli vynikajúci fyzikálni chemici, ale v oblasti anorganickej chémie mohli nájsť lepšie riešenie. Ide hlavne o prípravu argentochloridovej elektródy. Už Remy [13] vo svojej knihe uvádza, že ak sa zráža dusičnan strieborný s NaOH, vznikajúca zrazenina Ag_2O zadržiava veľké množstvo hydroxidu, ktorý sa len ťažko zo zrazeniny odstraňuje. Premývanie je potrebné robiť 20 až 30 krát. Aj vtedy ešte nie je isté, či neostali nejaké adsorbované zvyšky hydroxidu. Tieto sa neodstránia ani pri následnom žíhaní a v konečnom dôsledku ovplyvňujú potenciál elektródy.

Argentochloridová elektróda

V SMU je použitý trochu odlišný postup. Dusičnan strieborný sa zráža s hydrogénuhličitanom sodným v neutrálnom prostredí podľa rovnice:



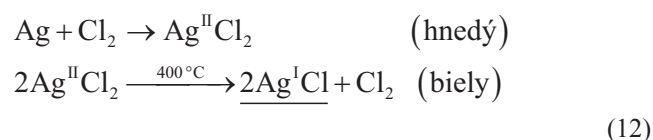
Vzniká zelená kryštalická zrazenina uhličitanu strieborného. Rozpustnosť má oproti oxidu striebornému trochu vyššiu, ale nemá afinitu ku zrážadlu. Na jeho odstránenie stačí zrazeninu premyť dekantáciou 3 až 4 krát. Veľmi čisté striebro sa pripraví tepelnou konverziou uhličitanu strieborného. Telo elektródy tvorí sklená trubička a zatavený Pt drôtik stočený do špirály. Na špirálu sa nanáša po vrstvách pasta uhličitanu strieborného a každá vrstva sa v piecke premení na striebro asi pri $400^\circ C$. Postup sa opakuje do priemeru elektródy asi 2 mm. Žíhaním elektród pri $400^\circ C$ nastáva postupná konverzia zeleného uhličitanu cez čierny oxid strieborný až na biele striebro:



Žíhanie sa robí v kremennej trubičke, v ktorej je veľmi dobre vidieť, ako sa postupne mení zelený Ag_2CO_3 na čierny Ag_2O až na biele Ag. Reakčné spodiny sú plyny, ktoré sa v piecke kvantitatívne odstraňujú a ďalšie meranie neovplyvňujú.

Pokrytie striebra chloridom strieborným sa bežne robí elektrolyticky anodickou oxidáciou. Proti tomuto spôsobu niet námietky. Je tu však určité riziko. Pri elektrolyze je prúdové pole orientované tak, že jedna strana elektródy sa rozpúšťa rýchlejšie, kým druhá strana je v akomsi „prúdovom tieni“. Výsledkom je nerovnomerné pokrytie vrstvičkou AgCl. Tento problém je možné riešiť rotáciou elektródy počas elektrolyzy. Toto však nerobil ani jeden NMI, ktoré som počas svojej 38-ročnej praxe navštívil. Hlavnou výhodou elektrolyzy je, že nevzniká nič, čo by elektródu mohlo kontaminovať. Existujú však aj iné spôsoby prípravy AgCl. Jedným z nich je priama oxidácia striebra chlóróm. Práve tento spôsob sme volili v SMU. Elektródy sa ponoria asi na minútu do miešaného roztoku čerstvo pripravenej chlórovej vody. Výsledok je rovnaký a nepomerne rýchlejší.

V staršej literatúre [2], [5], [7] sa uvádza, že správne pripravené elektródy majú byť mierne nahnedlé. Nie je to pravda. Elektrolytická oxidácia tak ako aj oxidácia chlóróm sú veľmi silné oxidačné činidlá, ktoré oxidujú striebro až na striebornaté soli. Práve tie dodávajú produktu hnedú farbu. Riešenie je však jednoduché. Elektródu stačí vystaviť vyššej teplote, pretože dvojmocné soli striebra sú nestabilné a pri zvýšenej teplote sa rozkladajú. To platí aj pre elektródy, ktoré boli chloridizované elektrolyticky.



Vodíková elektróda

Na príprave vodíkových elektród sa nemení nič. Ako bolo uvedené vyššie, na získanie platínovej černe sa používa platínovací kúpeľ obsahujúci 3 % H_2PtCl_6 s prídavkom 0,03 % $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Predtým sa vodík vyrábala chemickou reakciou amalgámového zinku s kyselinou sírovou. Pred použitím sa v premývačkách odstraňovali plyny, ktoré by mohli otráviť katalytickú účinnosť platínovej černe: H_2S , SO_2 , CO , HCN , AsH_3 . V dnešnej dobe je čistota vodíka v bombe dostatočná a dodatočné čistenie nie je potrebné.

Príprava roztokov

Ako už bolo spomenuté, samotný postup merania sa prakticky nezmenil. To isté platí aj pre prípravu roztokov použitých pri meraní. Treba zdôrazniť, že meraná vzorka musí mať určitú tlmivú kapacitu. Preto sa primárne meranie robí vždy s tlmivými roztokmi, ktoré ďalej slúžia ako médium na transfer jednotky pH . Pre pridané množstvo chloridov platí presne to isté ako v predchádzajúcom prípade a molalita chloridov sa vypočíta podľa vzťahu (8).

O tom, že po pridaní KCl^3 treba roztok dokonale premiešať, by som sa ani nezmieňoval, keby som sa s takým prípadom nestretol priamo v laboratóriu. Pochopiteľne pri takej chybe sú výsledky nepoužiteľné.

Pri presnom meraní pH sa nevystačí s meraním objemu roztokov. Všetky roztoky sú preto pripravované gravimetrickou metódou. Špeciálnu pozornosť treba venovať príprave roztoku HCl . Pre stanovenie štandardného potenciálu je potrebný roztok o molalite $0,01 \text{ mol} \cdot \text{kg}^{-1}$. Pre praktické účely je vhodné pripraviť roztok s látkovým obsahom $1 \text{ mol} \cdot \text{kg}^{-1}$

³ Použitie KCl alebo NaCl je rovnocenné. Predtým sa viac používal NaCl , pretože bol dostupnejší vo vyššej čistote. KCl sa zase rýchlejšie rozpúšťa.

a potrebný roztok o molalite $0,01 \text{ mol} \cdot \text{kg}^{-1}$ pripraviť riedením na váhach. Navažovať treba diferenčne z PE injekčnej striekačky. Tento postup minimalizuje poškodenie váh. Pri všetkých navážkach je nevyhnutné robiť korekcie na vztlak vzduchu.

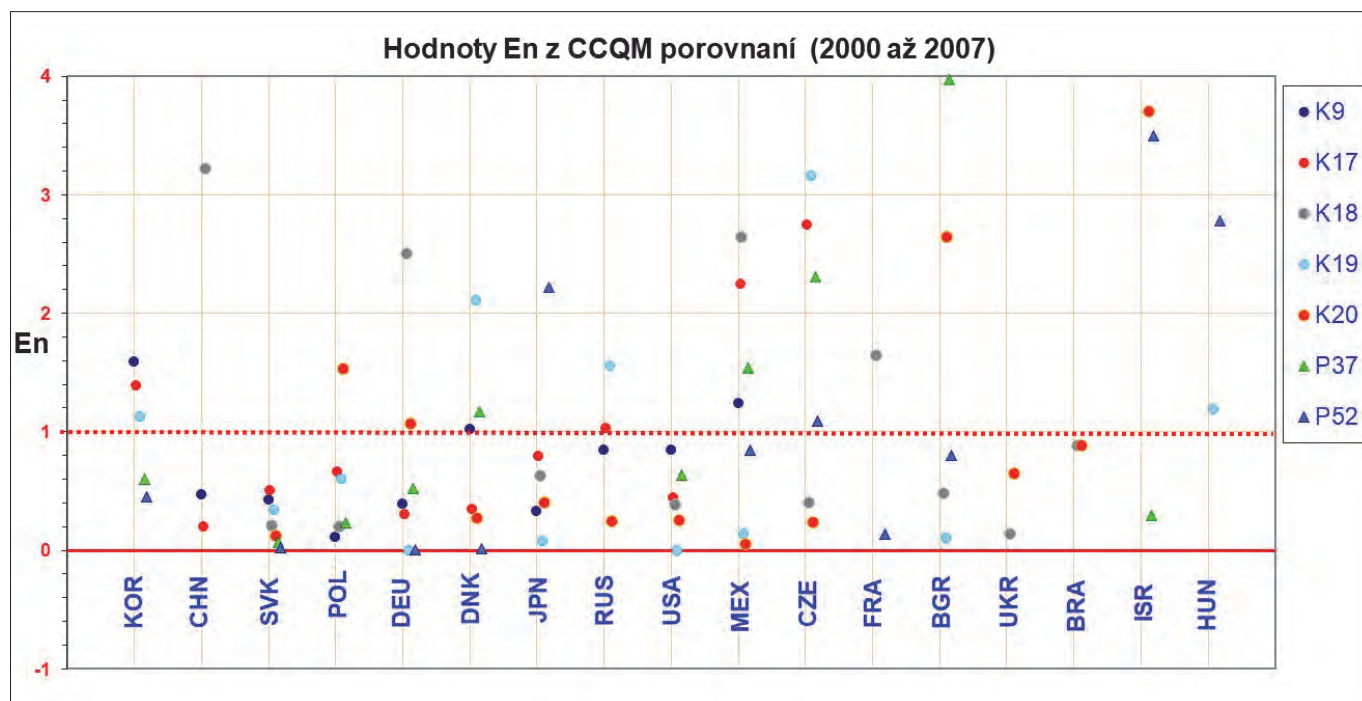
Výsledky medzinárodných porovnaní

Tento článok sa týka primárnej realizácie jednotky pH . Prenos z prvej úrovne na druhú sa uskutočňuje prostredníctvom diferenciálneho článku, v ktorom je možné priamo porovnať dva tlmivé roztoky. Ďalšie úrovne sú realizované pH -metrami pracujúcimi so sklenenými elektródami. Prenos jednotky pH sa uskutočňuje výhradne prostredníctvom certifikovaných referenčných materiálov (CRM).

Schéma nadväznosti prezentuje nadväznosť veličiny vo vertikálnom smere. Pre zabezpečenie spoľahlivosti realizácie jednotky v jednotlivých NMI sa organizujú medzinárodné porovnávacie merania. Niektoré porovnania boli realizované najprv ako štúdiá, následne ako kľúčové porovnanie. Organizované sú obyčajne niektorým z poradných orgánov BIPM. V prípade pH je porovnanie organizované s CCQM (poradný orgán pre látkové množstvo).

Na obr. 5 sú graficky znázornené výsledky z medzinárodných porovnaní pH . Ak kód porovnania začína písmenom „P“, ide o štúdiu. Ak začína písmenom „K“, ide o kľúčové porovnanie. Do grafu boli zahrnuté iba výsledky meraní pri štandardnej teplote 25°C . Niektoré NMI sa niektorých porovnaní nezúčastnili.

Tento graf zároveň dokumentuje kvalitu modifikovaného zariadenia pre primárne meranie pH . Prerušovaná čiara znázorňuje úroveň, keď je hodnota E_n jednotková. Všetko, čo je nad touto úrovňou, je nevyhovujúce. V tab. 1 sú bližšie informácie o predmete porovnania pH , kto a kedy ho organizoval.



Obr. 5: Výsledky porovnávacích meraní pH z rokov 2000 až 2007

Tab. 1: Bližšie informácie o porovnaníach

Kod porovnania	Veličina	Predmet porovnania	Rok	Pilot
CCQM-K9	pH	Phosphate buffer solution	2000	PTB
CCQM-K17	pH	Phthalate buffer solution	2001	PTB
CCQM-K37	pH	Phosphate buffer solution	2002	SMU
CCQM-K52	pH	Carbonate buffer solution	2003	SMU
CCQM-K19	pH	Tetraborate buffer solution	2005	PTB
CCQM-K18	pH	Carbonate buffer solution	2006	SMU
CCQM-K20	pH	Tetroxalate buffer solution	2007	NIST

Záver

Článok sa zaoberá inováciou postupu na primárne meranie *pH*. Je navrhnutá úplne nová konštrukcia meracej nádoby, ktorá umožňuje robiť všetky operácie (plnenie, vyprázdňovanie, čistenie, premývanie) priamo v termostate. Zvlhčovanie vodíka je oveľa dokonalejšie. Má malý objem, čím sa šetrí meraný roztok. Na jedno meranie úplne postačuje 1 L roztoku, pričom sa plní 6 kusov nádobiek, ktoré museli byť meraným roztokom najprv opláchnuté a podobne museli byť opláchnuté aj obidve meracie elektródy v každej nádobke. Pre porovnanie, na medzinárodné porovnanie sa štandardne dodávajú 3 L vzorky.

Ďalšiu dôležitú zmenu zaznamenala príprava argen-tochloridových elektród. Pripravené elektródy sú kvalitnejšie a ich príprava „po novom“ je navyše rýchlejšia. O úspešnosti modifikovaného systému merania svedčí aj fakt, že už ho prevzali národné metrologické inštitúty v deviatich štátoch (SVK, CZE, JPN, UKR, BRA, GEO, TUR, KAZ, SAU), ktorých výsledky pri medzinárodných porovnaníach sa začali postupne zlepšovať.

Abstract

The article describes the improvement of the primary pH measurement system. The main changes concern the construction of the measuring cell and the preparation of the silver-silver chloride electrodes. The new system works more efficiently while maintaining the metrological parameters of the original system.

Literatúra

- [1] Bates R. G., Robinson R. A.: Standardisation of Silver-Silver Chloride Electrodes from 0 to 60 °C, *J. Soln. Chem.*, 9 (1980-reprint) 455
- [2] Bates R. G.: Determination of pH – Theory and practice, John Wiley & Sons, New York 1954
- [3] Bates R. G., Guggenheim E. A.: „Report on the Standardization of pH and Related Terminology“. March, 1959
- [4] Bates R. G., Guggenheim E. A.: *Pure Appl. Chem.*, 1, 163, 1960
- [5] Berčík J., Tölgyessy J.: Potenciometria, SVTL Bratislava 1964
- [6] CRC Press: CRC Handbook of Chemistry and Physics, 87th edition, New York 2006
- [7] Dvořák J., Koryta J.: Elektrochemie, Akademia, Praha 1983
- [8] Hamann C. H., Hamnett A., Vielstich W.: Electrochemistry, Wiley – VCH, New York 1998
- [9] IUPAC: Measurement of pH. Definitions, standards and procedure, *Pure Appl. Chem.*, Vol. 74, No. 11, pp. 2169 - 2200, 2002
- [10] Kristensen H. B., Salomon A., Kokholm G.: International pH Scales and Certification of pH, *Anal. Chem.*, 63 (1991) 885-891
- [11] NBS spec, publ, 260-53 (dec, 1975): Standardization of pH Measurements
- [12] OIML: pH Scale for Aqueous Solutions, International Recommendation No 54 (1981)
- [13] Remy, H., *Anorganická chemie II*, SNTL Praha 1971, str. 408
- [14] Robinson R. H., Stokes R. H.: Electrolyte solutions, Academic Press, New York 1959
- [15] Sørensen J. P. L.: *Biochem. Z.* 21, 1909, s. 131
- [16] Stokes R. H., Robinson R. H.: *J. Am. Chem. Soc.*, 70, 1870 (1948)
- [17] Vospělová A.: Státní etalon veličiny pH; *Metrologie* 3. 2014, str. 2
- [18] Vyskočil L.: Spresnené hodnoty Debyeovej - Hückelovej konštanty, *Metrológia a skúšobníctvo*, roč. 5, 2000, č. 1, s. 21 - 22
- [19] Vyskočil L.: Rozdiel medzi konvenčnou a termodynamickou stupnicou pH, *Metrologie* 4 (2018)
- [20] Vyskočil L.; Mathiasová A.: Primárne meranie pH, *Metrológia a skúšobníctvo* 5 (2000) 11



BEZPEČNOST HRAČEK

Ing. Monika Hegedúšová

Technický a zkušební ústav stavební Praha, s.p.

o.z. Zkušební ústav lehkého průmyslu; České Budějovice

Hračky patří k dětským od nepaměti. Nevíme, kdy vznikla první hračka, ale všude tam, kde žil člověk s dětmi, byly určité i hračky.



Vzhledem k tomu, že cílovou skupinou uživatelů hraček jsou děti, je jejich bezpečnosti věnována velká pozornost. Hračky byly zařazeny mezi **stanovené výrobky** podle § 12 odst. 1 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů. Před jejich uvedením na trh u nich musí být provedeno posouzení shody, vystaveno ES prohlášení o shodě a na hračky musí být umístěno označení CE.

Výrobce musí před uvedením hračky na trh provést analýzu všech možných nebezpečí a posoudit vlastnosti hračky s požadavky předpisů, které se na ně vztahují.

V České republice je to nařízení vlády č. 86/2011 Sb., o technických požadavcích na hračky, které přebírá požadavky evropské směrnice č. 2009/48/ES o bezpečnosti hraček.

V nařízení vlády jsou uvedeny obecné požadavky na bezpečnost. Konkrétní požadavky pak obsahují normy.

Pro bezpečnost hraček platí norma ČSN EN 71, která má 14 částí. S výjimkou částí 9, 10 a 11 jsou všechny části harmonizovány.

Podle nařízení vlády č. 86/2011 Sb. se za hračku považuje „výrobek navržený nebo určený ke hraní dětem mladším 14 let, včetně výrobku navrženého nebo určeného vedle hraní i k dalším účelům“. Tato definice je poměrně obecná. Proto je dalšími předpisy zpřesňována.

Za hračky jsou považovány i některé výrobky ze sortimentu školních potřeb, jako popisovače, pastelky, voskovky, vodové a prstové barvy, křídly, modelovací hmoty, nůžky, různé kreativní sety, pomůcky pro malování, razítka, ale také ořezavátka a pryže ve tvaru zvířátek a postaviček a tužky s doplňky, které svádí ke hraní.



Mezi hračky také spadají knížky vyrobené z textilu a plastu nebo z kartonu, s jednoduchými obrázky a textem nebo se smyslovými doplňky (zvukové, hmatové), knížky s omalovánkami nebo samolepkami nebo doplněné hračkou, která souvisí s textem.

Za hračky jsou také považovány např. přívěsky na klíče ve tvaru zvířátek, postaviček a dalších předmětů, které svádí ke hraní.



Oproti tomu nejsou za hračky považovány např. puzzle, které mají víc než pět set dílků, dětská šidítka, módní doplňky pro děti (korále, prstýnky), výrobky pro sběratele (dekorativní panenky, věrné modely ve zmenšeném měřítku), jízdní kola s max. výškou sedadla nad 435 mm, vybavení pro výuku plavání (plováky a plavecké pomůcky), sportovní potřeby určené pro děti s tělesnou hmotností nad 20 kg.

Na trhu je velké množství výrobků, u kterých není jasné, jestli je považovat za hračku nebo ne, protože se pohybují v tzv. „šedé zóně“. Při rozhodování o tom, jestli je výrobek hračka nebo ne, je možné využít některá **orientační kritéria**: vhodnost ke hraní, místo prodeje, velikost, detaily, cenové hledisko, cílová skupina reklamy a obalu. Tyto ukazatele jsou sice pouze vodítkem, ale mohou mít vliv na rozhodnutí, zda výrobek je možné považovat za hračku nebo ne. Další informace je možné nalézt např. ve vysvětlujících pokynech ke směrnici č. 2009/48/ES, kterých je v současné době 19.

Pro posouzení bezpečnosti hračky je velice důležité vědět, pro jak staré dítě je hračka určená. **Hračky musí být bezpečné z hlediska mechanických vlastností, hořlavosti a uvolňování nebezpečných chemických látek.** U elektrických hraček k tomu ještě přistupují požadavky na elektrickou bezpečnost.

Zkoušky hraček podle ČSN EN 71, část 1, 2 a 3, případně část 9, jsou základní a prochází jimi všechny hračky. Dle ostatních částí normy ČSN EN 71 se dále testují již konkrétní typy hraček.

Požadavky na mechanickou bezpečnost hraček podle ČSN EN 71-1

Tyto požadavky jsou rozděleny na ty, které platí pro všechny hračky, a dále na přísnější požadavky na hračky pro děti do 3 let.

Mezi hračky pro děti do 3 let spadají nejen hračky pro velmi malé děti jako jsou chraстítka, kousátka apod., ale i knihy z textilu nebo měkkého plastu, textilní měkce cpané hračky, plastové panenky s jednoduchými doplňky, houpačky s ohrádkou, voskovky, pastelky, barvy nanášené prstem, křídly, plastelína, omalovánky, jednoduché skládky s velkými díly, odrážedla, malé tříkolky, houpací koně, hračky na tahání nebo tlačení, hračky na písek, jednoduché hudební hračky, měkké míče, stany, prolézací tunely a další typy hraček, které mají jednoduchý design, jednoduché ovládání a doplňky, snadné držení a skládání, nízkou hmotnost, větší díly a malý počet dílů.

U všech hraček bez rozdílu se sledují např. ostré hroty, hrany a mezery mezi pohyblivými částmi kvůli nebezpečí pořežání, píchnutí a skřípnutí různých částí těla a tloušťka plastových sáčků kvůli nebezpečí udušení.

U hraček, které mají unést hmotnost dítěte, se zjišťuje jejich pevnost (jak statická, tak dynamická) a stabilita, aby se zamezilo riziku převrácení.

Hračky, které mají volný vnitřní prostor, do kterého může dítě vlézt, musí mít větrací otvory a dvířka nebo víko se musí dát zevnitř snadno otevřít. Podobně musí mít dýchací otvory i masky, které úplně kryjí hlavu.

Hračky se střelami musí mít omezenou kinetickou energii, aby nemohlo dojít k poranění např. očí.

U hraček, které vydávají zvuk, se měří hladina akustického tlaku, aby nedošlo k poškození sluchu.

Magnety v hračkách musí být buď tak slabé, že nehrozí nebezpečí při jejich spolknutí nebo musí být připojeny tak, aby se neuvolnily a dítě je nemohlo spolknout.

Hračky pro pohybovou aktivitu (skluzavky, houpačky apod.) musí být zkonstruovány tak, aby nehrozilo riziko sevření různých částí těla nebo zachycení oblečení a riziko nárazu pohyblivými prvky. Sleduje se také výška pádu a např. i tvar skluzavek.

Požadavky na mechanickou bezpečnost u hraček pro děti do 3 let jsou mnohem přísnější než požadavky u hraček pro starší děti. Proto se kromě zkoušek, uvedených výše, provádí i zkoušky simulující reálné chování dětí při hraní. Jde o zkoušky krutem a tahem, zkoušky pádové, rázové a tlakem, aby se zjistilo, jestli se z hračky neuvolní nějaká malá část, kterou by dítě mohlo spolknout nebo vdechnout a jestli nevznikly ostré hrany a hroty. Hračky nesmí obsahovat sklo ani porcelán. U textilních hraček se zjišťuje, jestli neprasknou švy, aby se dítě nemohlo dostat k vycpávkovému materiálu. Důležitý je také tvar hraček pro děti, které ještě samy nesedí. Přísné požadavky platí na hračky, které mají šňůry, buďto volné nebo ve tvaru smyčky. Hračky pro děti do 3 let nesmí obsahovat malé koule – to jsou kulovité nebo přibližně kulovité předměty, které mají průměr menší než cca 4,5 cm. Z hraček naplněných kapalinou (např. z kousátka) nesmí po zkouškách kapalina unikat. Některé hračky hemisférického tvaru musí mít buďto dýchací otvory nebo tvarované okraje, aby nemohlo dojít k jejich přisátí na nos a ústa.

Vzhledem k přísnějším požadavkům na bezpečnost hraček pro děti do 3 let se v obchodech setkáváme s hračkami, které svým charakterem jsou evidentně určeny pro malé děti, ale mají na sobě upozornění, že nejsou vhodné pro děti do 3 let, většinou z důvodů možnosti spolknutí malých dílů. **Takové označení na těchto hračkách směrnice o bezpečnosti hraček nepřipouští!**

Součástí posuzování mechanických vlastností jsou také požadavky na značení hraček.

Na hračce, a pokud to z nějakého důvodu není možné, tak na jejím obalu, v dokladu přiloženém k hračce nebo na připojeném štítku musí být údaje dle požadavků NV č. 86/2011 Sb. (typ, série, sériové číslo nebo jiný prvek, který umožní identifikaci hračky, jméno a adresa výrobce a pokud je hračka vyrobena mimo EU, také jméno a adresa dovozce, označení CE, upozornění, návody k použití atd.).

Veškeré informace musí být uvedeny v českém jazyce.

Požadavky na hořlavost hraček podle ČSN EN 71-2

Hračky nesmí být zdrojem nebezpečí, které vyplývá z hořlavosti použitých materiálů.

Proto nesmí obsahovat hořlavé plyny ani hořlavé kapaliny a gely. Dále se v hračkách nesmí vyskytovat materiály s vlakovým povrchem, u nichž dochází k povrchovému vzplanutí.

V hračkách také nesmí být použit celuloid a materiály s podobným chováním při hoření.

Tyto požadavky se většinou posuzují z technické dokumentace. U některých druhů hraček se však hořlavost přímo zkouší. Jsou to např. měkce vycpané hračky (textilní zvířátka, panenky), maskární kostýmy, hračky, do kterých může dítě vlézt (stany, tunely), různé masky na hlavu nebo vousy a paruky. U těchto hraček většinou nesmí být rychlost hoření větší než 30 mm/s nebo musí vzorek sám zhasnout. Zjišťuje se také, jestli při hoření neodpadávají z hračky hořící části nebo kapky taveniny.

U hraček, které mají zabudovaný zdroj tepla, ať už elektrický nebo jiný, se měří oteplení rukojetí, knoflíků a podobných částí, kterých se dítě bude při hře pravděpodobně dotýkat, ale i oteplení ostatních částí.

Požadavky na zdravotní nezávadnost použitých materiálů

Nebezpečí vyplývající z mechanických vlastností hračky mohou rodiče alespoň přibližně odhadnout, ale to, jestli není hračka vyrobena z materiálů, z nichž se uvolňují zdraví škodlivé látky, neodhadne ani odborník. Nebezpečné chemické látky nadto většinou působí „plíživě“. Kumulují se v organismu a jejich účinky se mohou projevit až po mnoha letech. Proto je důležitou částí posouzení bezpečnosti hraček i testování na obsah zdraví škodlivých látek.

V hračkách se nesmí vyskytovat žádné karcinogenní nebo mutagenní látky a látky toxické pro reprodukci.

Některé ze zdraví škodlivých látek jsou vyjmenovány přímo ve směrnici o bezpečnosti hraček – například alergenní vonné látky, některé konzervační látky v hračkách na bázi vody včetně barev, formamid, který slouží jako nadouvadlo pěnových puzzle, nebo fosfátové zpomalovače hoření a bisfenol A v plastech.

Jiné škodlivé látky jsou uvedeny přímo v normě, např. některá barviva, primární aromatické aminy, monomery (např. fenol, akrylamid, styren, formaldehyd) a rozpouštědla (toluen, metanol, benzeny, xyleny). Další škodlivé látky uvádějí i jiné předpisy, např. nařízení Evropského parlamentu a Rady č. 1907/2006, tzv. REACH. Podle tohoto nařízení se zkouší celkový obsah kadmia v plastech a barvách, ftalátová změkčovadla a polycyklické aromatické uhlovodíky (PAU) v plastech. V textilu, papíru a dřevě hraček určených pro děti do 3 let se nesmí vyskytovat formaldehyd.

Požadavky na migraci určitých prvků z použitých materiálů podle normy ČSN EN 71-3

V současné době se zjišťuje 19 prvků – antimon Sb, arsen As, baryum Ba, bor B, cín Sn, hliník Al, trojmocný chrom Cr (III), šestimocný chrom Cr (VI), kadmium Cd, kobalt Co, mangan Mn, měď Cu, nikl Ni, olovo Pb, organicky vázaný cín Sn, rtuť Hg, selen Se, stroncium Sr, a zinek Zn.

Pro tento účel jsou použité materiály rozděleny do tří kategorií, z nichž vychází migrační limity sledovaných prvků:

- kategorie I: suché, křehké, práškové nebo plastické materiály (tablety vodových barev, jádra pastelek, křídly, plastické modelovací materiály a pod.),
- kategorie II: kapalně nebo přilnavé materiály (tekuté barvy, laky, barvy nanášené prsty, inkousty, kapalina v bublifuku apod.),
- kategorie III: seškrábnutelné materiály (sem patří většina materiálů, jako je dřevo, plast, textil, povlaky barev, sklo apod.).

Požadavky této normy se nevztahují na hračky nebo jejich části, u kterých je vzhledem k jejich přístupnosti, funkci, objemu nebo hmotnosti jasně vyloučeno jakékoli nebezpečí v důsledku sání, olizování, polykání nebo dlouhodobého styku s pokožkou s ohledem na obvyklé nebo předvídatelné chování dětí. Například se netestují výplňové materiály u měkce cpaných hraček, které jsou nepřístupné. Dále pak některé hračky určené starším dětem, např. části jízdních kol (šlapačky, kola) nebo funkční nářadí.

Vzorky se vyluhují za přesně stanovených podmínek do roztoku kyseliny chlorovodíkové. Pokud vzorky obsahují mastné složky, musí se tyto složky odstranit extrakcí. Většina ze sledovaných prvků se stanovuje na atomovém absorpčním spektrofotometru viz **obr. 1**, rtuť na merkurimetru.



Obr. 1: Atomový absorpční spektrofotometr ContrAA 800 D

Požadavky týkající se některých organických chemických látek podle normy ČSN EN 71-9

Tato norma se vztahuje pouze na určité druhy hraček, které jsou vyjmenovány v tabulce 1. Zde jsou také uvedeny jednotlivé materiály a zkoušky, které se mají na těchto materiálech provádět. Například obsah barviv a primárních aromatických aminů se zkouší u modelovacích hmot, plastelíny, hmot, které zanechávají stopu (pastelky, voskovky, popisovače), ale i u textilních, papírových nebo dřevěných hraček, určených pro děti mladší tří let,

a také u přístupných obarvených kapalin (např. inkoustů). U těch se navíc zkouší i konzervační prostředky (fenol, formaldehyd, BIT, MIT, CMIT). U masek nošených přes ústa a nos, vyrobených z textilu, se testují barviva, primární aromatické aminy a rozpouštědla. U hraček z polymerů, které jsou do činnosti uváděny ústy (pišťalky, foukačky apod.) se zkouší monomery, rozpouštědla, fosfátová změkčovadla. Kromě těchto látek obsahuje norma ČSN EN 71-9 ještě požadavky na fosfátové zpomalovače hoření a prostředky na ochranu dřeva. Papír, textil a dřevo hraček určených dětem mladším 3 let se testují na obsah formaldehydu. Pro stanovení většiny těchto látek se používají plynový chromatograf (viz **obr. 2**) a kapalinový chromatograf.



Obr. 2: Plynový chromatograf

Obecně platí, že na trh EU mohou být uvedeny pouze hračky, které jsou ve shodě se všemi relevantními právními předpisy a jsou opatřeny značením CE a doprovází je ES prohlášení o shodě. Mějme však vždy na paměti, že i s bezpečnou hračkou si dítě může přivodit úraz, pokud ji používá nevhodným způsobem.

Zkoušky jsou prováděny v akreditovaných laboratořích, které procházejí pravidelným dozorem ze strany Českého institutu pro akreditaci. Stejně podmínky platí i pro certifikaci výrobků.

Naše laboratoř se zabývá zkoušením hraček dle výše uvedených norem a dalších předpisů. Ročně pracujeme na cca 100 zakázkách.

Jedná se o nové výrobky, ale i o hračky, kde probíhá přezkoušení po uplynutí doby platnosti certifikátu či po jakémkoliv změně (např. legislativy, vstupních materiálů, technologie výroby apod.).

Vzhledem k tomu, že výrobci nejsou povinni nechat posoudit hračku třetí nezávislou stranou, tedy zkušebnou, je to jen zlomek z množství hraček, které přijdou na trh.

Pak už je na kontrolních orgánech (u nás je to Česká obchodní inspekce), aby se ke spotřebitelům dostávaly pouze hračky kvalitní a bezpečné.

Seznam platných norem

- ČSN EN 71-1+A1:2019 **Bezpečnost hraček – Část 1: Mechanické a fyzikální vlastnosti**
- ČSN EN 71-2+A1:2014 **Bezpečnost hraček – Část 2: Hořlavost**
- ČSN EN 71-3:2019 **Bezpečnost hraček – Část 3: Migrace určitých prvků**
- ČSN EN 71-4:2013 **Bezpečnost hraček – Část 4: Soupravy pro chemické pokusy a podobné činnosti**
- ČSN EN 71-5:2016 **Bezpečnost hraček – Část 5: Chemické hračky (soupravy) jiné než soupravy pro pokusy**
- ČSN EN 71-7+A2:2018 **Bezpečnost hraček – Část 7: Barvy nanášené prsty – požadavky a metody zkoušení**
- ČSN EN 71-8:2018 **Bezpečnost hraček – Část 8: Hračky pro pohybovou aktivitu určené pro domácí použití**

- ČSN EN 71-9+A1:2007 **Bezpečnost hraček – Část 9: Organické chemické sloučeniny – Požadavky**
- ČSN EN 71-10: 2006 **Bezpečnost hraček – Část 10: Organické chemické sloučeniny – Příprava vzorků a extrakce**
- ČSN EN 71-11:2006 **Bezpečnost hraček – Část 11: Organické chemické sloučeniny – Analytické metody**
- ČSN EN 71-12:2017 **Bezpečnost hraček – Část 12: N-nitrosaminy a N-nitrosovatelné látky**
- ČSN EN 71-13:2014 **Bezpečnost hraček – Část 13: Stolní hry podněcující čichové vjemy, kosmetické soupravy a hry podněcující chuťové vjemy**
- ČSN EN 71-14:2019 **Bezpečnost hraček – Část 14: Trampolíny pro domácí použití**
- ČSN EN 62115:2006, včetně změn A2, A11, A12, Z1 a Z2 **Elektrické hračky – Bezpečnost**



37. ZASEDÁNÍ VÝBORU WELMEC (MoU) A 1. ZASEDÁNÍ VÝBORU WELMEC e.V.

Ing. Zbyněk Veselák

Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví



(návrh nového loga WELMEC)

Rok 2020 řádně zamíchal s každodenním životem každého z nás a stejně tak tomu bylo i s termíny zasedání mezinárodních organizací. Původně plánované jarní **37. zasedání Výboru WELMEC** se přesunulo na konec září, a protože se jednalo o poslední zasedání Výboru WELMEC, spolupráce evropských autorit v oblasti legální metrologie, která fungovala od 8. června 1990 ve formátu Memoranda o porozumění (MoU), bylo rozhodnuto, že se uskuteční i za cenu on-line účasti prostřednictvím internetu formou video konference.

Jednání tedy proběhlo 28. září 2020 za řízení jejího předsedy pana Gregora Dudle ze švýcarského METAS. Pan Dudle připomněl, že více než dva roky trvala příprava na transformaci WELMEC (MoU) na WELMEC e.V. s právní entitou, tedy asociací podle německého práva, která byla ustavena schválením stanov dne 21. listopadu 2019 v Bruselu a zapsána do obchodního rejstříku dne 18. března 2020. Formálně však muselo dojít k rozpuštění WELMEC (MoU). Po třiceti letech existence WELMEC tak byla uzavřena jednání Výboru WELMEC ve starém formátu, nicméně veškeré činnosti byly převedeny pod nově vzniklou asociací WELMEC e.V.

Výsledky práce technických výborů WELMEC (WGs), které jsou ve formě Guides většinou předkládány

k posouzení Evropské komisí, jsou Evropskou komisí oceňovány jako přínosné návodové dokumenty a v případě jejich kladného posouzení jsou na ně uvedeny odkazy na webových stránkách:

https://ec.europa.eu/growth/single-market/goods/building-blocks/legal-metrology/measuring-instruments/guidance-standards_en

Aktivita technických výborů nebyly nikterak přerušeny, a tak i na tomto jednání WELMEC bylo předloženo několik nových návodových dokumentů či jejich revizí. Jednalo se o tyto revidované návodové dokumenty:

- Guide 2.4 - Guide defining non critical constructions for NAWI and AWI, revize, která bude vydána po schválení Guide 2.10,
- Guide 6.8 - Guide on the Verification of Drained Weight, Drained Washed, Weight and Deglazed Weight,
- Guide 7.3 - Reference Architectures Based on WELMEC Guide 7.2,
- Guide 7.4 - Exemplary Applications of WELMEC Guide 7.2,
- Guide 8.1 - Guide on Terms and definitions in MID (with minor corrections),
- Guide 8.9 - Common Application Capacity Serving Measures (CSM),
- Guide 8.21 - Common application,
- Guide 10.5 - Guide for the marking of Fuel Dispensers,
- Guide 11.1 - Common Application for Utility Meters,
- Guide 11.3 - Guide for sealing of Utility meters,
- Guide 11.4 - Guide for Information in the Type Examination Certificate, to be Borne by and to be Accompanied (or provided) by the Markings on the Gas Meters,

- Guide 12.1 - Taximeters common application,

nebo jejich konkrétní kapitoly:

- kapitolu 10.1 Guide 7.2 (Water Meters),
- kapitolu 10.4 Guide 7.2 (Energy Meters) a
- kapitolu 10.7 Guide 7.2 (Taximeter).

Schválenými novými návodovými dokumenty byly:

- Guide 7.5 - Software in NAWIs,
- Guide 10.14 - Guide for evaluating a pre setting device for Fuel Dispensers,
- Guide 13.1 - Common application for utility meters (water meters and thermal energy meters),
- Guide 13.2 - Water meters or Thermal energy meters equipped with additional functionalities and ancillary devices a
- Guide 13.3 - Guide for sealing of Water and Thermal energy meters.

Pro porovnání požadavků směrnice EU k měřidlům (MID) a normativních dokumentů (OIML R documents) byly Výboru WELMEC předloženy tyto korespondenční tabulky:

- CT 006 II (OIML R51 1:2006)
- CT 006 III (OIML R61 1&2:2017)
- CT 006 IV (OIML R107 1:2007)
- CT 006 V (OIML R50 1&2:2014)
- CT 006 VI (OIML R106 1:2011)
- CT 009 IV (OIML R129:2000)

Všechny výše uvedené dokumenty byly Výborem WELMEC schváleny.

V souvislosti s transformací WELMEC byly všechny pracovní skupiny (WGs), pracující v rámci WELMEC MoU, zrušeny k 30. září 2020 a jejich plány činnosti byly převedeny pod WELMEC e.V. Současně bylo rozhodnuto o převedení vlastnictví všech dosud vydaných návodových dokumentů a dalších publikací WELMEC MoU na WELMEC e.V. Veřejná dostupnost dokumentů z webových stránek WELMEC by měla být zachována, proto je bude možné prohlížet či stahovat z původních stránek až do doby, dokud nebudou funkční webové stránky WELMEC e.V.

Kromě technických věcí bylo rozhodnuto o převedení finančních prostředků WELMEC, které tvoří členské příspěvky.

Plynulost přechodu fungování WELMEC (MoU) na WELMEC e.V. dokumentuje **1. zasedání** (opět on-line) **Výboru WELMEC e.V.** které se uskutečnilo hned následující den, tj. 29. září. Jednalo se o první zasedání navazující na ustavující jednání v Bruselu (viz výše). Tomu také odpovídal charakter a program jednání. Formálně byly převzaty od WELMEC (MoU) všechny jeho vydané dokumenty, plány činnosti a obsah webové stránky. Byl potvrzen transfer finančních prostředků a závazků WELMEC (MoU)

na WELMEC e.V. až do doby jejich ukončení, respektive vypořádání. Pro každou dobrovolnou asociaci je důležitá činnost jejího sekretariátu. V tomto případě se již ve fázi přípravy transformace WELMEC velmi osvědčila spolupráce s asociací EURAMET e.V. a s německým národním metrologickým institutem PTB, které pomohly jak s personálním obsazením sekretariátu, tak s místem jeho dislokace, které je, shodně se sekretariátem EURAMET e.V., v německém Braunschweigu.

Na zasedání bylo rozhodnuto založit následující pracovní skupiny:

- WG 2: Weights and Weighing Instruments
- WG 5: Metrological supervision
- WG 6: Prepackages
- WG 7: Software
- WG 8: General Application of MID and NAWID
- WG 10: Measuring Equipment for Liquids other than Water
- WG 11: Gas and Electricity Meters
- WG 12: Taximeters
- WG 13: Water and Thermal Energy Meters

a schválit jejich plány činnosti (převedené z WELMEC MoU). Byli zvoleni vedoucí jednotlivých pracovních skupin, případně jejich zástupci, a to většinou ti, kteří tyto funkce vykonávali dosud pod hlavičkou WELMEC (MoU). Mezi nimi byli jako vedoucí i dva pracovníci Českého metrologického institutu (WG 2 – Ing. Ivan Kříž, WG 13 – Ing. Miroslava Benková).



RNDr. Pavel Klenovský, generální ředitel Českého metrologického institutu a nový předseda WELMEC e.V.

Pro českou metrologickou komunitu bylo ale nejzásadnějším zvolení RNDr. Pavla Klenovského, generálního ředitele Českého metrologického institutu, předsedou WELMEC e.V. Sekundovat mu bude v pozici místopředsedy Marc Wouters, pracovník belgického federálního ministerstva hospodářství a ve výkonné radě budou pomáhat Zijad Džemič (BH), Tuomo Valkeapää (FIN) a Wilfried de Waal (NL).

Přestože strategie WELMEC e.V. bude ještě dolaďována, je zřejmé, že bude prohlubována blízká spolupráce s EURAMET e.V. Vizualně se to může projevit již v blízké budoucnosti při spuštění nových webových stránek, které mají v úvodním rozcestníku vyjadřovat evropskou spolupráci v oblasti metrologie.

Na závěr nezbývá než popřát vedení WELMEC e.V. a zejména jeho předsedovi, aby se podmínky pro jejich práci opět brzy vrátily do normálu a dobrovolná práce ve prospěch evropské metrologie nebyla stěžována dalšími nucenými osobnostními on-line jednáními.

PŘÍRUČKA SPRÁVNÉ PRAXE: UVÁDĚNÍ HRAČEK NA TRH ES A ČR

Ing. Miroslav Čermák

Zdroj: Magazín ČAS 2/2020; Česká agentura pro standardizaci

Text je určený především pro malé a střední výrobce hraček, dále pro jejich dovozce, zplnomocněné zástupce a distributory, a slouží pro rychlou orientaci při uvádění těchto výrobků na trh v ČR a EU.

Podrobnější informace naleznete na portálu Předpisy a normy – Příručky správné praxe pro malé a střední podniky webu ÚNMZ. Tyto příručky každý rok aktualizuje ITC Zlín ve spolupráci s ÚNMZ a Českou agenturou pro standardizaci.

Požadavky na hračky podle směrnice EP a Rady 2009/48/ES a nařízení vlády č. 86/2011 Sb.

Při uvádění výrobku na trh v rámci EU, v tomto případě hraček, musí výrobce postupovat v souladu s požadavky směrnice EP a Rady 2009/48/ES týkající se bezpečnosti hraček, ve znění pozdějších změn. V ČR je tato směrnice 2009/48/ES implementována nařízením vlády č. 86/2011 Sb., ve znění pozdějších předpisů. Současné také platí, že hračka musí splňovat i ostatní požadavky právních předpisů, které se na hračku vztahují (viz dále).

Směrnice EP a Rady 2009/48/ES nabyla účinnosti 20. 7. 2011 a nejprve částečně (v platnosti zůstal článek 2 a část 3 přílohy II směrnice 88/378/EHS) a od 20. 7. 2013 zcela nahradila směrnicí 88/378/EHS. Cílem nahrazení bylo uvést do souladu některá ustanovení směrnice na hračky s rozhodnutím EP a Rady č. 768/2008/ES o společném rámci pro uvádění výrobků na trh a o zrušení rozhodnutí Rady 93/465/EHS.

Pojem „uvedení na trh“ znamená první vstup každého jednotlivého kusu výrobku nebo jednotlivé dávky na trh. Nejedná se tedy o jednorázový akt, který se vztahuje k prvnímu uvedení typu výrobku na trh, ale o akt, který se vztahuje ke každému jednotlivému výrobku. Prvním dodáním výrobku na trh (tedy uvedením na trh) je myšlen okamžik, kdy je výrobek předán ze stadia výroby někomu dalšímu, např. distributorovi. Není tím myšleno dodání na trh prvního kusu stejného druhu výrobku. Druhé, a případně další, dodání výrobku na trh je dodání např. od distributora dalšímu distributorovi nebo spotřebiteli, nikoliv dodání druhého a dalších kusů stejného druhu výrobku na trh (viz zák. č. 22/1997 Sb. v aktuálním znění).

Vzhledem k tomu, že jsou hračky ve smyslu § 12 odst. 1 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů (v aktuálním znění), tzv. stanovenými výrobky, u kterých je třeba při jejich uvádění na trh posoudit shodu jejich vlastností podle příslušného prováděcího předpisu k tomuto zákonu, a tímto prováděcím předpisem je nařízení vlády (dále jen NV) č. 86/2011 Sb., o technických požadavcích na hračky, je třeba dodržovat v rámci uvádění výrobků v ČR ustanovení tohoto nařízení. Tímto nařízením je do našeho právního řádu implementována směrnice EP a Rady 2009/48/ES.

NV č. 86/2011 Sb. zrušilo a nahradilo NV č. 19/2003 Sb. (ve znění NV č. 340/2008 a NV č. 1/2010 Sb.) k 20. 7. 2011. Toto NV č. 19/2003 Sb. bylo možno využít po dobu přechodného období od 20. 7. 2011 do 20. 7. 2013 pro stanovení chemických vlastností hraček podle § 25 odst. 2 NV č. 86/2011 Sb. (§ 25 odst. 2 tohoto nařízení odpovídal požadavkům části II, bodu 3., přílohy II směrnice 88/378/EHS), které po tuto dobu přechodného období zůstávalo v platnosti). Nyní musí hračky z hlediska chemických vlastností splňovat požadavky uvedené v části III přílohy č. 2 k NV č. 86/2011 Sb.

Podle směrnice EP a Rady 2009/48/ES a NV č. 86/2011 Sb. se „vztahuje na výrobky navržené nebo určené, výlučně či nevýlučně, ke hraní dětem mladším 14 let“. Výrobky, které nespadají pod tuto směrnici, jsou uvedeny v příloze I této směrnice, popř. v příloze 1 k tomuto nařízení. Vyloučeny jsou i následující uvedené výrobky (§ 2 odstavec 3 NV č. 86/2011 Sb.; Směrnice 2009/48/ES, kapitola 1 článek 2 bod 2):

- a) vybavení pro dětská hřiště určená pro veřejnost,
- b) hrací automaty, včetně automatů na mince, určené pro veřejnost,
- c) dětská vozidla a vozítka se spalovacími motory,
- d) parní motory pro hračky a
- e) praky a katapulty.

Všechny hračky dodávané na trh EU musí být opatřeny označením CE (v souladu s nařízením ES č. 765/2008), kterým výrobce deklaruje, že hračky splňují všechny základní požadavky. Hračky označené CE se mohou volně pohybovat v rámci Evropského hospodářského prostoru.

V rámci jednotlivých zemí EU je třeba při uvádění výrobku na trh zjistit, zda se na hračky nevztahují ještě další národní předpisy, např. při uvádění na německý trh je třeba zohlednit rozhodnutí Komise 2012/160/EU o vnitrostátních předpisech oznámených Německou spolkovou vládou ponechávajících limitní hodnoty pro olovo, baryum, arsen, antimon, rtuť a nitrosaminy a nitrosovatelné látky v hračkách po nabytí účinnosti směrnice Evropského parlamentu a Rady 2009/48/ES o bezpečnosti hraček. Při řešení problémů českých podnikatelů v zahraničí pomáhá systém SOLVIT (<https://ec.europa.eu/solvit>).

Posuzování shody

Výrobce provede před uvedením hračky na trh posouzení shody. Jak podle směrnice 2009/48/ES, tak podle NV č. 86/2011 Sb. jsou výrobci povinni provést za účelem posouzení shody posouzení bezpečnosti (čl. 18 2009/48/ES; § 15 NV č. 86/2011 Sb.). Posuzování bezpečnosti spočívá v analýze chemických, fyzikálních, mechanických a elektrických nebezpečí a nebezpečí souvisejících s hořlavostí, radioaktivitou a hygienou, která může hračka představovat, a rovněž v analýze možné expozice těmto nebezpečím.

Poznámka: Výrobci mohou provést posouzení pravděpodobnosti výskytu zakázaných nebo omezených látek v hračce. Rozsah zkoušení vychází z tohoto posouzení. Na tomto základě se povinné zkoušení vztahuje na látky, u nichž lze očekávat,

že se objeví v dotyčné hračce. Např. pokud z posouzení vyplývá, že neexistuje riziko zakázaných vonných látek, nemusí výrobce provést zkoušku na vonné látky. Jestliže neexistuje elektrické nebezpečí, nemusí výrobce provést zkoušku s ohledem na toto nebezpečí, totéž platí pro látky klasifikované jako karcinogenní, mutagenní nebo toxické pro reprodukci (CMR).

Výrobce si může podle směrnice 2009/48/ES i podle NV č. 86/2011 Sb. vybrat ze dvou modulů posuzování shody:

1. Je-li výrobek, v našem případě hračka, ve shodě s příslušnými harmonizovanými normami a tyto normy pokrývají všechna příslušná hlediska bezpečnosti hračky, postupuje se v souladu s interním řízením výroby stanoveným v části I přílohy 6 k NV č. 86/2011 Sb. (čl. 19 odst. 2 2009/48/ES, příloha II rozhodnutí č. 768/2008/ES) – modul A. Výrobce na vlastní odpovědnost zaručuje a prohlašuje, že hračky splňují požadavky tohoto nařízení (směrnice), které se na ně vztahují. Výrobce vypracuje před uvedením hračky na trh technickou dokumentaci, včetně analýzy rizik. Dále musí výrobce zajistit, aby výrobní proces a jeho kontrola zajišťovaly shodu vyráběných hraček s technickou dokumentací a se základními požadavky, které se na ně vztahují, přičemž musí zohlednit změny návrhu nebo parametrů hračky a změny technických norem, na jejichž základě se prohlašuje shoda hračky. Výrobce nakonec připojí označení CE (§ 13 NV č. 86/2011 Sb.; směrnice 2009/48/ES) na každou jednotlivou hračku, která je v souladu s příslušnými požadavky tohoto nařízení a vypracuje pro daný model hračky písemné prohlášení o shodě.
2. V případě, že neexistují harmonizované evropské normy, na které byly odkazy zveřejněny v Úředním věstníku EU

a které zahrnují všechny příslušné základní požadavky, či harmonizované evropské normy existují, ale výrobce je nepoužil nebo je nepoužil jen zčásti nebo harmonizované normy byly zveřejněny s omezením, popř. se výrobce domnívá, že povaha, návrh, konstrukce nebo účel hračky vyžaduje ověření třetí osobou, výrobce předloží hračku k ES přezkoušení typu podle § 17 NV č. 86/2011 Sb. (čl. 20 2009/48/EC) s vypracovanou technickou dokumentací a dále se řídí postupem uvedeným v části II přílohy 6 k NV č. 86/2011 Sb. (čl. 19 2009/48/EC, příloha II rozhodnutí č. 768/2008/ES) – modul C, tj. shoda s typem založená na interním řízení výroby, kterým výrobce plní povinnosti stanovené v bodech 2 a 3 přílohy 6, část II č. 86/2011 Sb. (příloha II rozhodnutí č. 768/2008/ES) a zaručuje a prohlašuje, že dané hračky jsou ve shodě s popsaným typem v certifikátu ES přezkoušení typu a s požadavky tohoto nařízení, které se na ně vztahují. Výrobce musí zajistit, aby výrobní proces a jeho kontrola zajišťovaly shodu vyráběných hraček se schváleným typem popsaným v certifikátu ES přezkoušení typu. Dále výrobce připojí požadované označení shody uvedené v právním předpisu na každou jednotlivou hračku, která je ve shodě s typem popsaným v certifikátu ES přezkoušení typu a splňuje příslušné požadavky tohoto nařízení a vypracuje pro daný model hračky písemné prohlášení o shodě.

Dokumenty TNI jsou umístěny v systému ČSN online, přeložené Pokyny CEN/CLC nebo odkazy na anglická znění najdete na webových stránkách Agentury v části Užívání norem / Normy pro spotřebitele.

Pokyny CEN/CENELEC nebo ISO/IEC související s touto problematikou

Pokyn (anglicky)	Název	(česky)
ISO/IEC Guide 14:2018	Prodejní informace o zboží a službách určených spotřebiteli	–
ISO/IEC Guide 37:2012	Návody pro používání spotřebních výrobků	–
ISO/IEC Guide 41:2003	Obaly a balení – Doporučení pro řešení potřeb zákazníků	TNI POKYN ISO/IEC 41:2015 (77 0162)
ISO/IEC Guide 50:2014	Bezpečnostní hlediska – Směrnice pro bezpečnost dětí v normách a další specifikace	Pokyn ISO/IEC 50:2005-11 (přebírá verzi ISO/IEC Guide 50:2002)
ISO/IEC Guide 51:2014	Bezpečnostní hlediska – Pokyny pro jejich začlenění do norem	TNI POKYN ISO/IEC 51:2015-05-01 (76 3503)
ISO Guide 64:2008	Pokyn pro začlenění environmentálních problémů do norem produktů	TNI 01 0964:2010
ISO/IEC Guide 74:2004	Grafické značky – Pokyny pro uvažování potřeb spotřebitelů	TNI POKYN ISO/IEC 74:2014 (01 8011)
ISO/IEC Guide 76:2008	Tvorba norem pro služby – Doporučení pro zohlednění zájmů spotřebitelů	TNI POKYN ISO/IEC 76:2015 (76 3504)
CEN/CENELEC Guide 6:2014	Pokyny pro zpracovatele norem pro pochopení potřeb seniorů a osob s postižením	POKYN CEN-CENELEC 6: Pokyn k zohlednění přístupnosti v normách
CEN/CENELEC Guide 11:2012	Důležité informace o výrobku pro spotřebitele – Pokyny pro zpracovatele norem	POKYN CEN-CENELEC 11: Informace o výrobku určené spotřebitelům – Směrnice pro zpracovatele norem
CEN/CENELEC Guide 14: 2009	Bezpečnost dětí – Pokyny pro její začlenění do norem	–
CEN GUIDE 16:2017	Pokyn pro řešení chemických látek v normách pro výrobky relevantní pro spotřebitele	–
CENELEC Guide 29:2007	Teploty horkých povrchů, kterých je možné se dotýkat. Pokyn pro technické komise a výrobce	–

ZAVÁDĚNÍ NOVÉ DEFINICE ZÁKLADNÍ JEDNOTKY HMOTNOSTI

Mgr. Jaroslav Zůda, Ph.D.

Český metrologický institut

Zavádění nové definice základní jednotky hmotnosti

Dne 16. listopadu 2018 byla na 26. Generální konferenci měr a vah (CGPM) odhlasována pravděpodobně nejvýznamnější změna v soustavě jednotek SI. Za souhlasu všech členských zemí Metrické konvence byla zavedena změna definice některých základních jednotek soustavy SI, a to včetně základní jednotky hmotnosti, která zůstávala jedinou, jejíž praktická realizace byla stejná od roku 1889, kdy byly první mezinárodní definice zavedeny. Na webových stránkách Mezinárodního úřadu pro míry a váhy (BIPM) je speciální část věnovaná revizi soustavy jednotek SI včetně odkazů na další dokumenty nebo záznam hlasování (<https://www.bipm.org/en/si-download-area/>).

Jednotlivé definice nevešly v platnost okamžitě. Jako datum vstupu v platnost pro všechny jednotky byl vybrán 20. květen 2019, což odpovídá přesně 144 letům od založení Metrické konvence. Od 20. května 2019 platí nová definice kilogramu.

Kilogram, značka kg, je jednotkou hmotnosti v SI. Je definován stanovením pevné číselné hodnoty Planckovy konstanty h , která je rovna $6,626\,070\,15 \times 10^{-34}$, je-li vyjádřena v jednotce $J\,s$, jež je rovna $kg\,m^2\,s^{-1}$, kde metr a sekunda jsou definovány prostřednictvím c a $\Delta\nu_{Cs}$.

Tento článek je zaměřen na proces zavádění jednotky hmotnosti podle nové definice. Obecně je důraz kladen na zachování kontinuity s předchozí definicí založenou na Mezinárodním prototypu kilogramu. U jednotlivých fází procesu je uveden vliv na možnosti realizace jednotky hmotnosti v prostředí Českého metrologického institutu.

Historie jednotky hmotnosti

Hmotnost společně s délkou a časem patří nejspíše mezi první veličiny, které se člověk pokoušel určit měřením. První etalony hmotnosti byly pravděpodobně vyrobeny již v Egyptě a na Středním Východě. Babylón již měl kontrolovaný metrologický systém. Etalony a další měřidla byly označovány cejchem panovníka a uchovávaly v chrámech a svatyních. Délkové etalony byly například vyřezávány do soch. V Římské říši existoval systém založený pro jednotlivé oblasti, které uchovávaly vlastní etalony, přičemž nejpresnější etalony byly uchovávaly přímo v Římě. V rámci českého systému lze uvést analogii jednotlivých oblastních inspektorátů a primárních laboratoří. Zajímavostí římského systému bylo použití jednotek hmotnosti libry a unce jak pro hmotnost, tak pro objem. Jako objemové jednotky byly obě používány jako neměnné. Hodnota hmotnosti byla určena zaplněním duté míry určitou substancí, jako například olejem, obilím nebo vínem.

První významné novodobé pokusy o zavedení soustavy jednotek a veličin lze vysledovat do období Velké

Francouzské revoluce. Nový systém měr a vah založený např. na délce zemského poledníku byl založen v roce 1793. Jednotka hmotnosti byla založena na hmotnosti $1\,dm^3$ vody za daných podmínek, čímž měla být zaručena dostupnost etalonu. Na základě této definice byl vyroben Archivní prototyp kilogramu, který byl od roku 1799 uložen v archivu Francouzské republiky. V roce 1869 započaly práce na novém mezinárodním systému jednotek, kdy francouzská Akademie věd svolala konferenci, která se měla zabývat studiem možností výroby etalonů pro jednotlivé země a možnostmi jejich ověřování. V té době někteří delegáti namítali, že rozdíl mezi hmotností Archivního prototypu a teoretickou hodnotou z původní definice může být až 300 mg, nicméně bylo rozhodnuto, že nový etalon hmotnosti bude odvozen z Archivního prototypu v tehdejším stavu. Po náročné přípravě slitiny a výrobě prvních prototypů byl v 1883 vybrán jeden konkrétní kus, který byl poté v roce 1889 vyhlášen jako mezinárodní prototyp kilogramu.

Československo patřilo (prostřednictvím Rakouska-Uherska) mezi země, které se připojily k Metrické konvenci od počátku. V roce 1928 získalo svůj prototyp kilogramu č. 41 ze slitiny platiny a iridia. Do roku 1968 byl tento etalon uchovávan v Praze, poté byl převezen do Bratislavy, kde byly zajišťovány úkoly primární etalonáže pro celé území tehdejší ČSSR. V roce 1981 získalo Československo druhý etalon ze stejné slitiny, tentokrát s označením 61. Po rozdělení Československa v roce 1993 zůstaly oba prototypy v Bratislavě. V roce 1994 byla vybudována laboratoř primární etalonáže hmotnosti v Brně, která poté zajišťovala úkoly primární etalonáže hmotnosti. V té době ČR nevladla žádný platino-iridiový prototyp, návaznost k Mezinárodnímu prototypu kilogramu byla zajištěna přes švýcarský metrologický institut OFMET (dnes METAS, resp. EJPD) pomocí dvou závaží z nerezové oceli. V roce 1999 byl přivezen platino-iridiový prototyp č. 67, který byl v laboratořích BIPM používán jako pracovní měřidlo, a poté v roce 2000 vyhlášen státním etalonem hmotnosti České republiky.

Státní etalon hmotnosti se každých 10 let nechává kalibrovat přímo v laboratořích BIPM. Poslední kalibrace proběhla v roce 2010, kdy byla získána hodnota hmotnosti $1\,kg + 0,188\,mg \pm 0,006\,mg$ ($k = 1$). Nicméně v roce 2014



Obr. 1: Státní etalon hmotnosti ČR

bylo prokázáno, že v určitém období neměřil používaný komparátor hmotnosti správně. Vyhodnocením velkého množství měření byla nalezena příčina a bylo možné spočítat potřebné opravy pro jednotlivé kalibrace. To se týkalo i státního etalonu hmotnosti ČR. ČMI pak získal kalibrační list s opravenou hodnotou hmotnosti, která nyní je

$$m_{67} = 1 \text{ kg} + 0,152 \text{ mg} \pm 0,003 \text{ mg} (k = 1).$$

Státní etalon hmotnosti je používán pro kalibraci dvou závaží z nerezové oceli, které byly zdrojem primární návaznosti dříve. Tyto nerezové etalony jsou použity pro kalibraci metodou souborné zkoušky v rozsahu 1 mg – 10 kg.

Důvody zavedení nové definice kilogramu

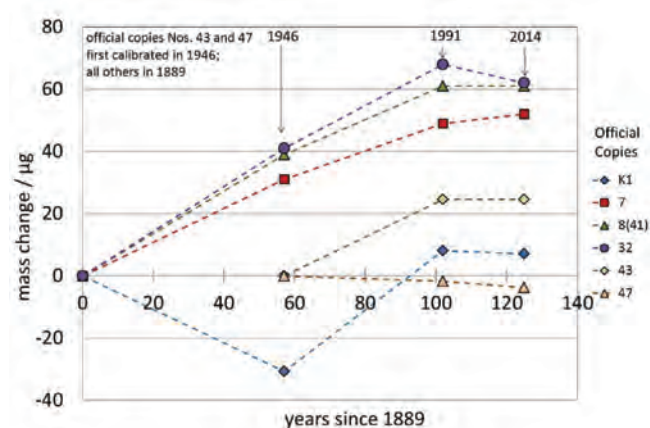
Mezinárodní prototyp kilogramu je spolu se šesti oficiálními kopiemi trvale uchováván v trezoru v jedné z budov BIPM. Každých přibližně 40–50 let je používán ve velké kalibrační kampani, kde probíhá kalibrace a porovnání velkého množství dalších platino-iridiových prototypů. K poslednímu takovému porovnání došlo v letech 1988–1992.

Po zpracování výsledků se ukázalo, že velká část prototypů vykazovala podobný nárůst hmotnosti přibližně o 0,05 mg oproti poslední kalibrační kampani z roku 1946. Vzhledem k tomu, že neexistuje druhé zcela nezávisle určené závaží, není možné zcela s jistotou posoudit, k čemu ve skutečnosti došlo. Je jistá pravděpodobnost, že všechny prototypy mimo Mezinárodní prototyp kilogramu mohly být kontaminovány, čímž se zvýšila jejich hmotnost pokadě podobně. Pravděpodobnější je vysvětlení, že nějakým procesem poklesla hmotnost Mezinárodního prototypu kilogramu. Mohlo též dojít k tomu, že se měnily hmotnosti všech prototypů. Jak již bylo řečeno, nelze určit přesně, k jakým změnám a na jakých prototypěch došlo, protože neexistuje druhá nezávislá reference hmotnosti. Obecně se předpokládá, že hmotnost Mezinárodního prototypu kilogramu poklesla o 0,05 mg, ale bylo rozhodnuto, že jeho hmotnost bude nadále přesně 1 kg.

Již v roce 2011 bylo rozhodnuto, že nová definice kilogramu bude založena na Planckově konstantě. Na základě dalších jednání bylo rozhodnuto, že před zavedením nové definice musí úspěšně proběhnout pilotní porovnání, které by simulovalo potenciální průběh budoucích klíčových porovnání hmotnosti. Spolu s tím proběhne mimořádná kalibrační kampaň, kdy se porovnají platino-iridiové prototypy zemí, ve kterých probíhá výzkum v oblasti nové definice jednotky hmotnosti.

Na základě předchozích kalibračních kampaní bylo možné odhadnout hodnoty hmotnosti jednotlivých prototypů. Po více než 20 letech od poslední kampaně mělo dojít k nárůstu o přibližně 0,01 mg, tedy o hodnotu, která přesahuje velikost nejistoty při kalibraci prototypů jednotlivých zemí. Ukázalo se, že hodnoty téměř všech etalonů jsou přibližně stejné jako při poslední kampani. Nyní tedy nelze jednoznačně rozhodnout o chování jednotlivých prototypů ani jednoznačně odhadnout jejich chování v budoucích letech. Lze říci, že v současnosti neexistuje jasná představa o chování Mezinárodního prototypu kilogramu, oficiálních

kopii ani prototypů, které často bývají používány jako státní etalony jednotlivých zemí.



Obr. 2: Porovnání vybraných etalonů s mezinárodním prototypem kilogramu

V roce 2016 proběhla pilotní studie klíčového porovnání. Na rozdíl od standardních klíčových porovnání zde byla určována hmotnost porovnávaných závaží nikoliv pomocí určitého etalonu, ale pomocí primárního experimentu v návaznosti na předem stanovenou Planckovu konstantu. Ta vycházela z tehdy známých výsledků a hodnoty doporučené Committee on Data for Science and Technology (CODATA). Porovnání jako takové probíhalo ve více stupních, porovnávaly se jednak primární realizace ve vakuu, jednak přenos jednotky hmotnosti z vakua na vzduch. Ukázalo se, že všechna měření a tím i všechny primární realizace kilogramu jsou mezi sebou kompatibilní. V roce 2020 již probíhá první oficiální klíčové porovnání realizací kilogramu za účasti 7 laboratorů (BIPM, Čína, Japonsko, Jižní Korea, USA, Kanada, Německo).

Fáze zavádění nové definice základní jednotky hmotnosti do praxe

Fáze zavádění nové definice základní jednotky hmotnosti do praxe.

Základní jednotka hmotnosti, resp. její nová definice, bude zaváděna do praxe ve třech na sebe navazujících krocích tak, aby vždy byla zachována v co nejvyšší míře nepřerušovaná návaznost na předchozí definici (viz též https://www.bipm.org/utils/common/pdf/CC/CCM/CCM_Note-on-dissemination-after-redefinition.pdf). Tyto kroky jsou shrnuty v tabulce, jednotlivé části jsou vysvětleny dále.

Fáze 0 – Návaznost na Mezinárodní prototyp kilogramu

Fáze 0 odpovídá původnímu stavu, kdy byl Mezinárodní prototyp kilogramu brán jako základ systému měření hmotnosti. Signatářské země Metrické konvence měly právo si nechat provést kalibraci svých státních etalonů hmotnosti v BIPM. Tak tomu je i v případě České republiky, kdy poslední kalibrace ve fázi 0 proběhla v roce 2009. Obvyklá nejistota hmotnosti této kalibrace byla 0,003 mg ($k = 1$) a byla dána jednak nejistotou samotného měření, jednak nejistotou stability závaží používaných pro kalibraci.

Fáze	Termín	Popis	Zdroj návaznosti	Nejistota kalibrační hmotnosti v BIPM	Role realizací kilogramu	Návaznost hmotnosti z metrologických institutů s realizací jednotky hmotnosti
0	Do 20. 5. 2019	Návaznost na Mezinárodní prototyp kilogramu	$m_{\text{IPK}} = 1 \text{ kg}$, $u_{\text{mIPK}} = 0 \text{ } \mu\text{g}$	$u_{\text{stab}}(t)$	Měření Planckovy konstanty	Návaznost z národního etalonu navázaného na Mezinárodní prototyp kilogramu
1	20. 5. 2019 – Datum 1	Návaznost na Planckovu konstantu s využitím Mezinárodního prototypu kilogramu, zvýšené nejistoty vycházející z nové definice	$m_{\text{IPK}} = 1 \text{ kg}$, $u_{\text{mIPK}} = 10 \text{ } \mu\text{g}$	$\sqrt{u_{\text{mIPK}}^2 + u_{\text{stab}}^2(t)}$	Účast na klíčovém porovnání realizací kilogramu, vylepšení a vyřešení potenciálních odchylek	Návaznost z národního etalonu navázaného na Mezinárodní prototyp kilogramu, nejistota navýšena o dodatečný zdroj $10 \text{ } \mu\text{g}$
2	Datum 1 – Datum 2	Návaznost na Planckovu konstantu s využitím konsenzuální hodnoty hmotnosti	Konsenzuální hodnota	$\sqrt{u_{\text{CV}}^2 + u_{\text{stab}}^2(t)}$	Příspěvek ke konsenzuální hodnotě, vylepšení experimentů, řešení odchylek	Návaznost z konsenzuální hodnoty s nejistotou $\sqrt{u_{\text{CV}}^2 + u_{\text{stab.NMI}}^2}$
3	Od Datum 2	Návaznost na Planckovu konstantu s využitím jednotlivé realizace	Pevná hodnota $h = 6,62607015 \times 10^{-34} \text{ Js}$, $u(h) = 0 \text{ Js}$	Nejistota realizace jednotky v BIPM	Realizace jednotky hmotnosti, účast na klíčových porovnáních, prokázání ekvivalence	Návaznost z validované realizace jednotky hmotnosti s nejistotou dané realizace. Uplatňují se podmínky CIPM MRA.

Planckova konstanta byla v této době předmětem měření, uváděla se tedy vždy s určitou nejistotou, jejíž relativní hodnota byla ke konci Fáze 0 rovna 10^{-8} .

Jak je uvedeno v tabulce, tato fáze skončila 20. 5. 2019, tedy 144 let od podpisu Metrické konvence původními 17 signatářskými zeměmi.

Fáze 1 – Návaznost na Planckovu konstantu prostřednictvím Mezinárodního prototypu kilogramu

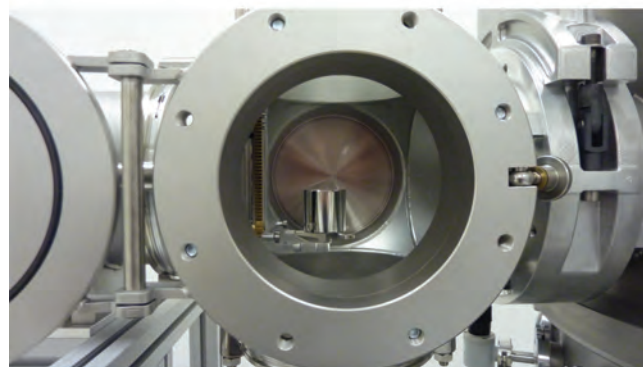
Dne 20. 5. 2019 vstoupila v platnost nová definice základní jednotky hmotnosti, která je založena na přesné číselné hodnotě Planckovy konstanty. Návaznost jednotky hmotnosti je i nadále realizována porovnáním s Mezinárodním prototypem kilogramu. Vzhledem k tomu, že v době stanovení přesné hodnoty Planckovy konstanty byla relativní nejistota 10^{-8} , byla tato relativní nejistota nově přiřazena Mezinárodnímu prototypu kilogramu.

I nadále platí, že primárním zdrojem návaznosti hmotnosti je BIPM a jeho Mezinárodní prototyp kilogramu s hodnotou hmotnosti 1 kg (bez odchylky), nikoliv nově realizace kilogramu. Na rozdíl od Fáze 0 bude nyní nejistota vyšší o příspěvek 0,010 mg, což vyplývá z relativní nejistoty 10^{-8} . Pokud tedy při předchozí kalibraci státního etalonu hmotnosti byla předána nejistota 0,003 mg, ve Fázi 1 bude tato nejistota rozšířena na 0,011 mg, jak vyplývá ze vztahu uvedeného v tabulce se základním přehledem jednotlivých fází přechodu. Ve stejném smyslu je na uvážení jednotlivých zemí, zda budou upravovat své záznamy v CMC tabulkách vyjadřujících kalibrační schopnosti. V případě ČR je pro závaží o hmotnosti 1 kg hodnota v CMC tabulce 0,08 mg ($k = 2$), po přidání nového zdroje nejistoty o velikosti 0,011 mg nebude nutné provádět další úpravy.

Laboratoře provádějící měření hmotnosti přímo v návaznosti na Planckovu konstantu se ve Fázi 1 účastní mezinárodního porovnání hmotnosti realizací kilogramu. Tohoto porovnání se podle informací v době psaní článku účastní 7 laboratoří a stále není ukončeno. Předpokládá se, že měření budou ukončena ještě v roce 2020. Cílem porovnání je ověřit odchylky mezi jednotlivými realizacemi a získat další údaje pro výpočet konsenzuální hodnoty hmotnosti, která je důležitá pro Fázi 2.

Fáze 2 – Návaznost na Planckovu konstantu prostřednictvím Konsenzuální hodnoty hmotnosti

Fáze 2 procesu přechodu k nové definici kilogramu zahrnuje přechod od hodnoty hmotnosti dané Mezinárodním prototypem kilogramu ke konsenzuální hodnotě hmotnosti. Tato fáze začne po uzavření prvního klíčového porovnání realizací kilogramu, které v současné době probíhá.



Obr. 3: Příprava kalibrace závaží s návazností na státní etalon v komparátoru Mettler Toledo M-One s cílem dosáhnouti podmínek pro snížení nejistoty v CMC tabulkách.

Konsenzuální hodnota hmotnosti je založena na faktu, že mezi jednotlivými realizacemi kilogramu jsou stále určité rozdíly. Tímto způsobem, kdy se vezmou mimo jiné poslední tři výsledky klíčových porovnání, se rozdíly přepočítají do jedné průměrné hodnoty s určitou nejistotou. Hodnota hmotnosti daná tímto způsobem bude nadále předávána na jednotlivé státní etalony hmotnosti prostřednictvím kalibrací v BIPM.

První konsenzuální hodnota bude dána aritmetickým (neváženým) průměrem tří souborů dat:

1. Data s přímou návazností na Mezinárodní prototyp kilogramu s uvážením nového zdroje nejistoty z Fáze 1
2. Data z pilotní studie realizací kilogramu, která proběhla v letech 2016–2017 s uvážením korekce Planckovy konstanty z dat CODATA 2017
3. Referenční hodnota klíčového porovnání po očištění o odlehle hodnoty

První dva soubory dat jsou v přímé návaznosti na Mezinárodní prototyp kilogramu. Třetí soubor dat bude získán již v podmínkách nové definice kilogramu. Definovaná hodnota Planckovy konstanty byla založena na hodnotě hmotnosti Mezinárodního prototypu kilogramu, a tak i třetí soubor dat je navázán na původní realizaci kilogramu. I nadále bude díky těmto krokům zajištěna kontinuita kilogramu.

Předpokládá se, že klíčové porovnání realizací kilogramu bude probíhat každé dva roky. Konsenzuální hodnota bude vždy počítána z výsledků posledních tří porovnání, čímž budou redukovány potenciální prudké změny hodnoty hmotnosti. Účastníci se laboratoře budou uvádět korelace mezi výsledky vykázanými do klíčových porovnání tak, aby bylo zajištěno, že nové výsledky jsou dostatečně nezávislé na předchozím měření. Změny konsenzuální hodnoty budou vždy revidovány a pokud bude situace vyžadovat, bude relativní změna mezi dvěma hodnotami omezena na 5×10^{-9} .

Účast na klíčovém porovnání bude omezena na laboratoře, které mají publikované výsledky v recenzovaném časopise s relativní nejistotou menší než 2×10^{-7} , což přibližně odpovídá nejistotě 0,2 mg pro závaží o hmotnosti 1 kg. Předpokládá se, že se vždy zúčastní alespoň 5 laboratoří. Pokud by splnil podmínky pro účast menší počet laboratoří, klíčové porovnání se odloží až do doby, kdy budou dostupné další realizace.

Předpokládaná hodnota nejistoty konsenzuální hodnoty hmotnosti je 0,020 mg, což odpovídá cílové hodnotě relativní nejistoty Planckovy konstanty v podmínkách pro zavedení nové definice kilogramu.

Fáze 3 – Návaznost na Planckovu konstantu přímo

Poslední fázi v procesu zavádění nové definice základní jednotky hmotnosti je návaznost měření na jednotlivé realizace kilogramu. Tímto bude završen celý proces přechodu od Mezinárodního prototypu kilogramu k Planckově konstantě.

Fáze 3 začne poté, co se ukáže, že výsledky dostatečného počtu realizací kilogramu jsou koherentní s konsenzuální hodnotou s uvážením dosahovaných nejistot. Poté bude jednotka hmotnosti navázána vždy na konkrétní realizaci kilogramu.

Pro přechod jsou stanovené určité podmínky:

1. Alespoň 5 experimentů, které
 - a. Dosahují relativní nejistoty 4×10^{-8} v rámci klíčového porovnání
 - b. Jsou konzistentní s referenční hodnotou klíčového porovnání
 - c. Ve dvou po sobě jdoucích klíčových porovnáních dosáhly konzistentních hodnot
2. Alespoň 3 z laboratoří, které plní předchozí kritéria, dosahují relativní nejistoty alespoň 2×10^{-8} .
3. Experimenty plnící předchozí kritérium musí být založeny alespoň na dvou nezávislých principech (například Kibblovy váhy a rentgenová krystalografie).
4. Rozdíl mezi referenční hodnotou klíčového porovnání a dosavadní konsenzuální hodnotou je menší než 5×10^{-9} .

Jakmile budou kritéria splněna, přestane být konsenzuální hodnota hmotnosti používána. Laboratoře splňující kritéria MRA budou moci publikovat své hodnoty kalibračních schopností v tabulkách CMC a budou moci provádět kalibrace hmotnosti v návaznosti na své hodnoty CMC. Mezinárodní úřad pro míry a váhy bude nadále poskytovat kalibrační službu s tím, že návaznost bude dána skrz poslední provedené klíčové porovnání realizací kilogramu nebo skrz vlastní realizaci kilogramu.

Shrnutí

Z předchozích řádků je patrné, že proces zavádění nové definice jednotky hmotnosti do praxe bude ještě poměrně zdoluhavý. Nyní se nacházíme ve Fázi 1, přičemž přechod do Fáze 2 může být završen do konce roku 2020 v závislosti na vyhodnocení výsledků prvního klíčového porovnání realizací jednotky hmotnosti.

Přechod k plné návaznosti prostřednictvím jednotlivých realizací jednotky hmotnosti bude záviset na dostupnosti jednotlivých realizací a také na dalším rozvoji jiných experimentů či jiných metod. Zároveň musí úspěšně proběhnout alespoň 3 po sobě jdoucí klíčová porovnání, která jsou plánována vždy po dvou letech. V této chvíli lze říci, že přechod k nové definici hmotnosti bude završen nejdříve za 6 let.

Laboratoř primární etalonáže hmotnosti Českého metrologického institutu bude i nadále sledovat vývoj v této oblasti a bude příslušně reagovat na nové poznatky a výsledky. Nyní není důvod ke změně státního etalonu hmotnosti, kterým tak zůstává i nadále prototyp ze slitiny platiny a iridia s označením 67. V roce 2020 bude provedena pravidelná kalibrace v BIPM, což znamená, že hodnota hmotnosti bude odvozena již za podmínek nové definice tak, jak bylo popsáno pro Fázi 1.

NABÍDKA AKCÍ ČMS NA I. POLOLETÍ ROKU 2021



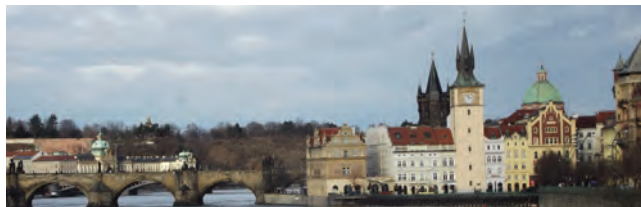
Česká metrologická společnost, z. s.

Novotného lávka 5, 110 00 Praha 1

tel.: 606 957 233

e-mail: cms-zk@csvts.cz

www.csvts.cz/cms



Místo a datum konání	Kód akce	Název akce
27. ledna 2021 ČSVTS Praha, učebna č. 318	K 569-21	Měření tvrdosti <i>New!</i> 💡
10. února 2021 ČSVTS Praha, učebna č. 219	K 568-21	Měření elektrických veličin s praktickými ukázkami kalibrací vybraných měřidel

2. 3. až 3. 3. 2021 Hotel PRIMAVERA, Plzeň	Ko 571-21	30. mezinárodní konference MĚŘICÍ TECHNIKA PRO KONTROLU JAKOSTI
24. března 2021 ČSVTS Praha, učebna č. 318	K 570-21	Řízení metrologie v organizaci
26. 4. až 29. 4. 2021 ČSVTS Praha, učebna č. 501	K 572-21	53. základní kurz metrologie

Trvalá nabídka	K 90	Korespondenční kurz metrologie
----------------	------	--------------------------------

Nabídka akcí ČMS na I. pololetí roku 2021 může být v případě změn aktualizována. Aktuální informace budou zveřejněny na <https://spolky.csvts.cz/cms> v menu Odborné akce / Kalendář akcí ČMS. Další informace o připravovaných akcích včetně přihlášek ke stažení jsou/budou uváděny na webových stránkách ČMS v menu Odborné akce/Kalendář akcí ČMS: <https://spolky.csvts.cz/cms/kalendar-akci-cms>.

Redakční rada:

Ing. Zdeňka Pohořelá (předsedkyně), Mgr. Kristýna Vančurová (místopředsedkyně), Ing. Milan Badal, Ing. Miroslav Čermák, Mgr. Václava Holušová, Doc. Ing. Jiří Horský, CSc., Ing. František Jelinek, CSc., Ing. Jiří Kazda, Mgr. Petra Krůčková, Ing. Petr Pánek, CSc., RNDr. Klára Popadičová, Ing. Pavel Rubáš, Ing. Radek Sedláček, Ph.D., doc. RNDr. Jiří Tesař, Ph.D., Ing. Josef Vojtíšek.
Přizvání: PhDr. Bořivoj Kleník – šéfredaktor.

Časopis vychází 4 x ročně. Cena výtisku 80,- Kč, roční předplatné 320,- Kč + poštovné a balné + 10 % DPH. Vydavatel: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ) ve spolupráci s Českým metrologickým institutem, Českou metrologickou společností a Českým kalibračním sdružením. Sídlo vydavatele: ÚNMZ, Na Žertvách 132/24, 180 00 Praha 8. IČO: 48135267. Povolení tisku: registrace MK ČR 6111, MIČ 46 676, ISSN 1210-3543.

Místo vydávání: Praha. Datum vydání: listopad 2020. Nakladatelský servis, předplatné a inzerce: PhDr. Bořivoj Kleník, Bezdědice 19, 294 25 Katusice, mobil: 603 846 527, e-mail: klenik@q-art.cz. Nevyžádané materiály se nevracejí. Za původnost a správnost příspěvků odpovídají autoři.

Foto na obálce:

Radonová komora (LLRCH) v laboratoři Autorizovaného metrologického střediska SÚJCHBO, v.v.i.

Photo on the front page:

The Low-Level Radon Chamber in practice in the laboratory of Authorised Metrological Center, SUJCHBO, v.v.i.

