ISSN 0209-2395

DZIENNIK NORMALIZACJI I MIAR

Warszawa, dnia 26 października 1987 r. Nr 12

Treść:
poz.

OBWIESZCZENIA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

28 — z dnia 18 września 1987 r. w sprawie ogłoszenia aktów prawnych w zakresie metrologii 193

29 — z dnia 12 września 1987 r. w sprawie ogłoszenia o ustanowieniu, zmianach i unieważnieniu Polskich Norm oraz o unieważnieniu norm branżowych 194

30 — z dnia 18 września 1987 r. w sprawie ogłoszenia o unieważnieniu norm branżowych — Tablic Przejścia 199

31 — z dnia 12 września 1987 r. w sprawie ogłoszenia o ustanowieniu, zmianach i unieważnieniu norm branżowych 200

28
OBWIESZCZENIE
POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

z dnia 18 września 1987 r.

w sprawie ogłoszenia aktów prawnych w zakresie metrologii

Na podstawie art. 8 ust. 1 i art. 12 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) oraz art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) ogłasza się, co następuje:

§ 1. Ustanowione zostały następujące akta prawne w zakresie metrologii, zamieszczone w załącznikach do niniejszego Dziennika Normalizacji i Miar:

Numer załącznika do Dz. Norm. i Miar	Numer klasyfikacji metrologicznej	Tytuł aktu prawnego	Data		Uchyla akt prawny
			ustanowienia aktu prawnego	od której akt prawny obowiązuje	
1	2	3	4	5	6
1	3.54/4	Zarządzenie nr 36 Prezesa PKNMiJ w sprawie ustalenia przepisów o odważnikach handlowych dokładniejszych	1987-09-10	1988-01-26	3.54/3 z dnia 21.09.1982 r. (Dz. Norm. i Miar z 1982 r. nr 20, zał. 1)
2	3.6021/3	Zarządzenie nr 37 Prezesa PKNMiJ w sprawie ustalenia przepisów o maszynach wytrzymałościowych do statycznych prób materiałów	1987-09-10	1988-01-26	3.6021/2 z dnia 24.10.1973 r. (Dz. Norm. i Miar z 1974 r. nr 1)
3	3.8708/1	Zarządzenie nr 38 Prezesa PKNMiJ w sprawie ustalenia przepisów o klasyfikacji wzorców materiałów	1987-09-10	1988-01-26	—
4	3.8700/2	Zarządzenie nr 39 Prezesa PKNMiJ w sprawie ustalenia przepisów o wzorcach analitycznych	1987-09-10	1988-01-26	3.8700/1 z dnia 25.09.1987 r. (Dz. Norm. i Miar z 1978 r. nr 18)
5	3.8811/1	Zarządzenie nr 40 Prezesa PKNMiJ w sprawie ustalenia przepisów o spektrofotometrycznych stałych i ciekłych wzorcach transmitancji i absorbancji dla zakresu promieniowania nadfioletowego i widzialnego	1987-09-10	1988-01-26	—

Numer załącznika do Dz. Norm. i Miar	Numer klasyfikacji metrologicznej	Tytuł aktu prawnego	Data		Uchyla akt prawny
			ustanowienia aktu prawnego	od której akt prawny obowiązuje	
1	2	3	4	5	6
6	5.54/2	Instrukcja nr 8 Prezesa PKNMiJ o sprawdzaniu odważników handlowych dokładniejszych	1987-09-10	1988-01-26	5.54/1 z dnia 05.08.1980 r. (Dz. Norm. i Miar z 1980 r. nr 19)
7	5.690/1	Instrukcja nr 9 Prezesa PKNMiJ o sprawdzaniu wag automatycznych porcjujących	1987-09-10	1988-01-26	—
8	5.8700/1	Instrukcja nr 10 Prezesa PKNMiJ o wykonywaniu badań międzylaboratoryjnych w celu wyznaczenia podstawowej charakterystyki metrologicznej wzorców analitycznych	1987-09-10	1988-01-26	—

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Przepisy o legalizacji i sprawdzaniu narzędzi pomiarowych

3,54/4

Załącznik nr 1 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

ZARZĄDZENIE Nr 36
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
w sprawie ustalenia przepisów o odważnikach handlowych dokładniejszych

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) zarządza się, co następuje:

Postanowienia ogólne

§ 1.1. Ustala się przepisy o odważnikach handlowych dokładniejszych, zwanych dalej „odważnikami".

2. Przepisy dotyczą odważników stosowanych do wag prostodźwigniowych handlowych dokładniejszych.

3. Wzory odważników do produkcji powinny być zatwierdzone przez Polski Komitet Normalizacji, Miar i Jakości.

Masy nominalne dopuszczalne

§ 2. Dopuszcza się odważniki o następujących masach nominalnych:

20 kg, 10 kg, 5 kg, 2 kg, 1 kg;

500 g, 200 g, 100 g, 50 g, 20 g, 10 g, 5 g, 2 g, 1 g;

500 mg, 200 mg, 100 mg, 50 mg, 20 mg, 10 mg, 5 mg, 2 mg, 1 mg.

Skład kompletów

§ 3.1. Odważniki o masie 500 g i mniejszej powinny być zestawiane w komplety.

Odważniki o masie 1 kg i większej nie muszą być zestawiane w komplety.

2. Największym odważnikiem kompletu powinien być odważnik o masie nie mniejszej niż 500 mg.

3. Najmniejszym odważnikiem kompletu może być odważnik o masie 1 kg, 1 g, 100 mg, 10 mg lub 1 mg.

4. Dopuszczalne sposoby zestawiania odważników w poszczególnych dekadach są podane w tablicy 1.

5. W kompletach z najmniejszym odważnikiem o masie 1 kg, 1 g, 100 mg lub 10 mg zestawienie odważników w dekadzie najniższej według sposobu 1. (tablica 1) powinno być uzupełnione przez dodanie jeszcze jednego odważnika o masie najmniejszej.

Tablica 1

Sposób zestawienia kompletu	Masa odważników	
	kg	g lub mg
1.	— 20, 10, 10 5, 2, 1,1	500, 200, 100, 100 50, 20, 10, 10 5, 2, 1, 1,1
2.	— 20, 20, 10 5, 2, 2, 1	500, 200, 200, 100 50, 20, 20, 10 5, 2, 2, 1

Materiał

§ 4.1. Odważniki o poszczególnych masach mogą być wyrabiane z następujących materiałów:

1) odważniki o masie od 20 kg do 1 kg — z żeliwa, mosiądzu lub stali nierdzewnej i niemagnetycznej;
2) odważniki o masie od 500 g do 1 g — z mosiądzu lub stali nierdzewnej i niemagnetycznej;
3) odważniki o masie od 500 mg do 10 mg — z nowego srebra lub stopów aluminium;
4) odważniki o masie od 5 mg do 1 mg — ze stopów aluminium.

2. Użycie do wyrobu odważników innych materiałów niż podane w ust. 1 wymaga zezwolenia Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości.

3. Na powłoki ochronne odważników z mosiądzu (§ 6 ust. 13) może być użyty chrom lub nikiel.

4. Jako materiał wzorcowniczy powinien być stosowany materiał, z którego wykonany jest odważnik. Dopuszcza się stosowanie ołowiu do wzorcowania odważników użytkowanych (przy legalizacji ponownej).

5. Skrzynki do przechowywania odważników i umieszczone w nich wkładki z gniazdami na odważniki o masie 1 g i większej powinny być wykonane z drewna twardego i suchego (z wyjątkiem dębowego) lub innego trwałego materiału nie elektryzującego się.

Jeżeli w skrzynkach są umieszczone wkładki na odważniki o masie od 500 mg do 1 mg, to powinny one być wykonane z tworzywa sztucznego nie elektryzującego się.

6. W skrzynkach drewnianych gniazda na odważniki o masie 1 g i większej powinny być wyłożone materiałem wolnym od kwasów i tłuszczów.

7. Materiał użyty do wyrobu skrzynek oraz materiał do wykładania ich nie powinien powodować korozji odważników. Kleje używane do wyrobu skrzynek powinny być bezkwasowe.

8. Końce pincetek (§ 7 ust. 5) powinny być wykonane z materiałów nie elektryzujących się.

9. Widełki (§ 7 ust. 5) powinny być wykonane z drewna bezżywicznego i bezsękowego lub z innych materiałów nie elektryzujących się.

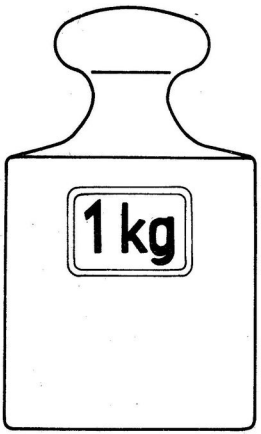
Kształt i wymiary

§ 5.1. Kształt odważników o masie od 20 kg do 1 g powinien być taki jak podano na rysunkach, a mianowicie:

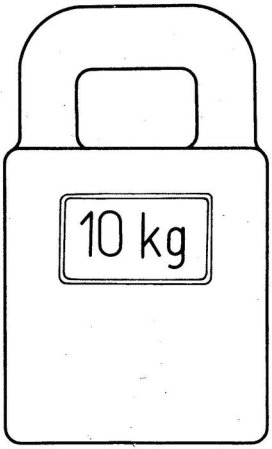
1) odważników o masie 20 kg i 10 kg według rys. 2, rys. 3a lub rys. 4,
2) odważników o masie 5 kg, 2 kg i 1 kg według rys. 1, rys. 3a lub rys. 4,
3) odważników o masie 500 g, 200 g, 100 g i 50 g według rys. 3a lub rys. 4;
4) odważników o masie 20 g według rys. 3a, rys. 3b lub rys. 4,
5) odważników o masie 10 g, 5 g, 2 g i 1 g według rys. 3b lub rys. 4.

2. Korpus odważników o masie od 20 kg do 1 g powinien mieć kształt walcowy. Dopuszcza się nieznaczne stożkowe zwężenie korpusu ku dołowi, jednakże nie przekraczające 2,5% średnicy górnej.

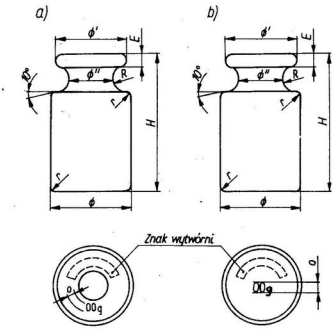
3. Dno odważników powinno być płaskie.



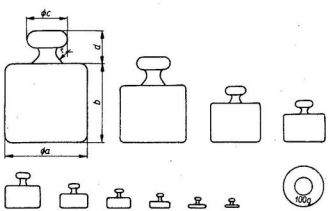
Rys. 1. Odważnik żeliwny o masie 1 kg — wielkość naturalna (1:1)



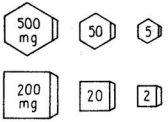
Rys. 2. Odważnik żeliwny o masie 10 kg — wielkość zmniejszona (1:2)



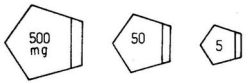
Rys. 3. Odważniki walcowe z mosiądzu *a* — z jamą wzorcowniczą, *b* — bez jamy wzorcowniczej



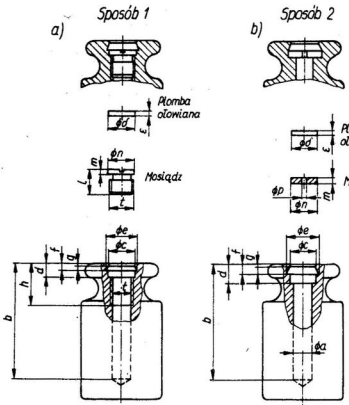
Rys. 4. Odważniki z mosiądzu o masie od 1 kg do 1 g — wielkość zmniejszoną (1:2)



Rys. 5. Odważniki o masie od 500 mg do 1 mg



Rys. 6. Odważniki o masie 500 mg, 50 mg i 5 mg



Rys. 7. Kształt i sposoby zamknięcia jam wzorcowniczych w odważnikach mosiężnych wykonanych według rys. 3a

4. Odważniki o masie 20 kg i 10 kg powinny mieć główkę lub pałąk tak ukształtowane, aby możliwe było wygodne ich chwytanie ręką przez ściereczkę lub irchę. Główka powinna osiągać średnicę największą tylko w jednej płaszczyźnie poziomej, a szyjka średnicę najmniejszą też tylko w jednej płaszczyźnie. Oznacza to, że główka i szyjka nie mogą mieć części walcowych.

5. W odważnikach o masie od 20 kg do 1 g wszystkie powierzchnie ograniczające odważnik powinny przechodzić jedna w drugą łagodnie bez ostrych krawędzi (zewnętrznych czy wewnętrznych).

6. Odważniki o masie od 20 kg do 1 kg wykonane z żeliwa według rys. 1, rys. 2 lub rys. 3a mogą mieć kształt i wymiary odważników handlowych zwyczajnych (przepisy stanowiące załącznik do zarządzenia nr 79 Prezesa PKNiM z dnia 14 czerwca 1977 r. w sprawie ustalenia "przepisów o odważnikach żeliwnych handlowych zwyczajnych — Dz. Norm. i Miar z 1977 r. nr 19, nr klas. metrolog. 3,52/3), jeżeli zostaną zaopatrzone na górnej powierzchni główki (w odważnikach z pałąkiem na górnej powierzchni korpusu) lub na walcowej powierzchni korpusu, pod oznaczeniem nad dnem, we wpustkę mosiężną o średnicy nie mniejszej niż 5 mm i o grubości nie mniejszej niż 3 mm. Na wpustce tej wybija się cechę urzędu.

7. W odważnikach o masie od 20 kg do 2 kg, wykonanych z mosiądzu według rys. 4, wysokość korpusu powinna być mniejsza niż jego średnica i mieścić się w granicach podanych w tablicy 2.

Tablica 2

Masa odważnika	Wysokość korpusu	
	największa	najmniejsza
kg	mm	mm
20	150	135
10	114	100
5	92	80
2	65	55

8. Podstawowe wymiary odważników o masie od 1 kg do 1 g, wykonanych z mosiądzu według rys. 4, są podane w tablicy 3.

Wysokość główki oraz średnica szyjki w najwęższym miejscu powinny wynosić około 0,4 średnicy główki.

Tablica 3

Masa odważnika	Średnica korpusu *a*	Wysokość korpusu *b*	Średnica główki *c*	Wysokość główki i szyjki *d*
	mm			
1 kg	52,5	~50,0	26,5	20,5
500 g	43,0	~37,5	21,5	17,5
200 g	32,8	~26,5	13,0	10,0
100 g	27,0	~19,5	10,8	8,5
50 g	22,5	~13,8	9,0	7,6
20 g	18,0	~8,8	7,2	6,1
10 g	15,5	~5,7	6,2	5,3
5 g	13,3	~3,9	5,3	4,7
2 g	11,3	~2,0	4,5	4,3
1 g	9,3	~1,3	4,0	4,0

Oznaczenia: *a, b, c, d* są objaśnione na rys. 4.

9. Podstawowe wymiary odważników o masie od 10 kg do 1 g, wykonanych z mosiądzu według rys. 3a i 3b, są podane w tablicy 4.

10. Odważniki o masie od 500 mg do 1 mg powinny być wykonane w postaci blaszek z zagiętym bokiem, a mianowicie:

1) odważniki o masie 500 mg, 50 mg i 5 mg w postaci sześciokąta (rys. 5) lub w postaci pięciokąta (rys. 6);
2) odważniki o masie 200 mg, 20 mg i 2 mg w postaci prostokąta (rys. 5);
3) odważniki o masie 100 mg, 10 mg i 1 mg w postaci trójkąta (rys. 5).

Tablica 4

Masa odważnika	Ø	Ø'	Ø''	H	E	R	r	o
	mm							
10 kg	100	90	58	obliczone w zależności od materiału	17	15	3	10
5 kg	80	72	46		13	12	2	10
2 kg	60	54	36		10	9	2	5
1 kg	48	43	27		8	7	2	5
500 g	38	34	22		6	5,5	1,5	3,2
200 g	28	25	16		4,5	4	1,5	3,2
100 g	22	20	13		4	3,5	1	2
50 g	18	16	10		3	2,5	1	2
20 g	13	11,5	7,5		2	1,8	0,5	1,5
10 g	10	9	6		1,6	1,5	0,5	1,5
5 g	8	7	4,5		1,4	1,3	0,5	1,5
2 g	6	5,5	3		1	0,9	0,5	1,5
1 g	6	5,5	3		1	0,9	0,5	1,5

Oznaczenia: Ø, Ø', Ø'', *H*, *E*, *R*, *r*, *o* są objaśnione na rys. 3a i 3b.

Konstrukcja i wykonanie

§ 6.1. Odważniki powinny być wykonane z jednolitego materiału. Korpus i pałąk lub korpus i główka powinny stanowić całość.

2. Odważniki o masie od 20 kg do 1 kg, wykonane z żeliwa według rys. 1 lub rys. 2, powinny mieć jamę wzorcowniczą, a wykonane z mosiądzu według rys. 4 mogą mieć jamę wzorcowniczą.

3. Odważniki, zgłaszane do legalizacji ponownej, wykonane z mosiądzu, o kształcie jak na rys. 4 i masie od 20 kg do 5 g, bez jamy wzorcowniczej, mogą być wzorcowane za pomocą otworów wierconych w dnie lub górnej powierzchni korpusu i zapełnionych metalem o gęstości większej niż metal odważnika (np. ołowiem). Otwory te powinny być zamknięte w sposób trwały korkiem wykonanym z materiału, z którego wykonany jest odważnik.

Średnice otworów w odważnikach o masie 20 kg i 10 kg nie powinny przekraczać 10 mm, w odważnikach o masie 5 kg, 2 kg i 1 kg — 5 mm, w odważnikach o masie 500 g, 200 g, 100 g i 50 g — 4 mm, a w odważnikach o masie 20 g, 10 g i 5 g — 3 mm.

Korek powinien być osadzony w odważniku w taki sposób, aby jego powierzchnia nie znajdowała się poniżej powierzchni odważnika ani też nie wystawała ponad tę powierzchnię. Niedopuszczalne są również szczeliny między korkiem a krawędzią otworu wierconego. Powierzchnia korka powinna być gładka. Korek nie powinien zapadać się przy cechowaniu.

Otwory wzorcownicze wiercone w górnej powierzchni korpusu mogą nie być zamykane korkiem, jeżeli zostaną zapełnione ołowiem aż do wyrównania jego powierzchni z powierzchnią odważnika i jeżeli ołów nie będzie się zapadał przy cechowaniu.

4. Odważniki wykonane z mosiądzu o masie:

1) od 20 kg do 50 g o kształcie jak na rys. 3a powinny mieć jamę wzorcowniczą wykonaną zgodnie z rys. 7a lub 7b;
2) 20 g o kształcie jak na rys. 3 mogą mieć jamę wzorcowniczą wykonaną zgodnie z rys. 7a lub 7b;
3) od 10 g do 1 g o kształcie jak na rys. 3b nie powinny mieć jamy wzorcowniczej.

5. Jama wzorcownicza powinna być szczelnie zamknięta. Dwa sposoby zamknięcia jamy wzorcowniczej pokazano na rys. 7a i 7b. Wymiary nominalne jam wzorcowniczych pokazanych na rys. 7a i 7b dla odważników o masie od 10 kg do 20 g są podane w tablicy 5 i 6.

Wymiar *b* w obu wariantach jest orientacyjny, zależny od gęstości materiału.

6. Plomba ołowiana zabezpieczająca jamę wzorcowniczą, wykonaną według rys. 7a i 7b, powinna być osadzona w taki sposób, ażeby nie można jej było wyjąć bez uszkodzenia cechy legalizacyjnej.

Plomba nie powinna wystawać ponad powierzchnię główki odważnika, jak również nie powinna być zagłębiona w stosunku do górnej powierzchni główki odważnika więcej niż 0,5 mm.

Plomba nie powinna zapadać się przy cechowaniu; niedopuszczalne są szczeliny między plombą a powierzchnią otworu na plombę.

7. Masa odważnika nowo wykonanego i pojemność jamy wzorcowniczej powinny być takie, ażeby przy pierwotnym wzorcowaniu odważnika nie zapełnić jamy wzorcowniczej ponad 1/3 jej pojemności.

8. Odważniki nowo wykonane bez jam wzorcowniczych (rys. 3b i 4) wzorcuje się poprzez ścieranie (szlifowanie) nadmiaru materiału z dna.

9. Nowo wyrabiane odważniki wykonane według rys. 3a, z jamą wzorcowniczą według rys. 7a lub 7b, powinny być zgłaszane do legalizacji w stanie wywzorcowanym, z jamą nie zamkniętą. Przed sprawdzaniem masy odważników przez urząd miar wytwórnia zamyka jamę przez trwałe osadzenie plomby.

10. Odważniki żelwne wykonane według rys. 1 lub rys. 2 powinny wyróżniać się od żeliwnych odważników handlowych zwyczajnych staranniejszym wykonaniem powierzchni.

11. Chropowatość powierzchni odważników z mosiądzu lub stali nierdzewnej powinna być taka, aby parametr R_a nie był większy niż 1,25 μm (klasa 7) według PN-73/M-04251.

Powierzchnie mogą być polerowane. Powierzchnia dna w odważnikach bez jam wzorcowniczych (rys. 3b

i 4) może mieć równomierne ślady szlifowania lub ścierania. Na powierzchni odważników nie powinno być dziur, por, rys, wypukłości, wgłębień i śladów nierównomiernego piłowania. Wgłębienia nie mogą być maskowane.

12. Powierzchnia odważników żeliwnych wykonanych według rys. 1 i rys. 2 powinna być uodporniona na korozję przez utlenienie jej olejem na gorąco.

13. Odważniki wykonane z mosiądzu powinny być pokryte metalem odpornym na korozję i ścieranie (§ 4 ust. 3).

14. Odważniki wykonane według rys. 3b i rys. 4 mogą nie mieć powłoki ochronnej na dnie ze względu na konieczność wzorcowania odważnika.

15. W odważnikach użytkowanych dopuszcza się nieznaczne uszkodzenie ich powierzchni (plamy, drobne rysy, nieznaczne wgłębienia itp.), wynikające z ich stopniowego zużywania się przy normalnym użytkowaniu. Powłoka ochronna nie powinna łuszczyć się i odpryskiwać.

16. Powierzchnia odważników wykonanych z blachy walcowanej (blaszkowych) powinna być bez skaz powierzchniowych; chropowatość jej powinna być taka, aby parametr R_a nie był większy niż 1,25 μm (klasa 7) według PN-73/M-04251. Krawędzie odważników powinny być zatępione i bez zadr.

17. Powierzchnia użytkowanych odważników blaszkowych nie powinna być bardziej zniszczona niż to może wynikać ze stopniowego zużywania się podczas normalnego użytkowania (plamy, drobne rysy itp.).

18. Wzorcowanie odważników blaszkowych może być dokonywane przez szlifowanie, obcinanie lub spiłowywanie krawędzi, tak by kształt odważników nie został przez to zmieniony.

Skrzynki do przechowywania odważników i ich wyposażenie

§ 7.1. Odważniki o masie 500 g i mniejszej powinny być przechowywane w odpowiedniej skrzynce, odważniki o masie 1 kg i większej mogą być przechowywane w skrzynkach lub w podstawkach z gniazdami na poszczególne wielkości odważników.

2. W skrzynce powinna znajdować się wkładka z gniazdami oddzielnymi dla każdego odważnika.

Gniazda powinny umożliwiać łatwe wkładanie i wyjmowanie z nich odważników.

3. Gniazda dla odważników blaszkowych powinny być przykryte przezroczystą płytką ze szkła lub nie elektryzującego się tworzywa sztucznego; płytka powinna być zaopatrzona w uchwyt.

Tablica 5

Masa odważnika	Sposób zamknięcia jamy wzorcowniczej 1. (rys. 7a)										
	b	*c*	*d*	*e*	*f*	*g*	*h*	*t*	*l*	*m*	*n*
	mm										
10 kg	160	24,5	8	26,5	4	2,5	35	M20 × 1,5	18	4	24
5 kg	120	24,5	8	26,5	4	2,5	35	M20 × 1,5	18	4	24
2 kg	80	18,5	7	20	4	2,5	20	M14 × 1,5	13	3	18
1 kg	65	18,5	7	20	4	2,5	20	M14 × 1,5	13	3	18
500 g	50	10,5	4,5	12	2,5	1,5	15	M8 × 1	8	2	10
200 g	40	10,5	4,5	12	2,5	1,5	15	M8 × 1	8	2	10
100 g	30	7,5	3,5	9	2	1	10	M6 × 0.5	5	1,5	7
50 g	25	7,5	3,5	9	2	1	10	M6 × 0,5	5	1,5	7
20 g	18	5,5	2,5	6,5	1,5	1	9	M4 × 0.5	5	1	5

Oznaczenia: *b, c, d, e, f, g, h, t, l, m, n* są objaśnione na rys. 7a

Tablica 6

Masa odważnika	Sposób zamknięcia jamy wzorcowniczej 2. (rys. 7b)										Sposób 1. i 2. (rys. 7a i 7b)	
	a	*b*	*c*	*d*	*e*	*f*	*g*	*m*	*n*	*p*	δ	ϵ
	mm											
10 kg	18	160	24,5	8	26,5	4	2,5	4	24	3,5	24	3,5
5 kg	18	120	24,5	8	26,5	4	2,5	4	24	3,5	24	3,5
2 kg	12	80	18,5	7	20	4	2,5	3	18	3,5	18	3,5
1 kg	12	65	18,5	7	20	4	2,5	3	18	3,5	18	3,5
500 g	7	50	10,5	4,5	12	2,5	1,5	2	10	2,5	10	2,5
200 g	7	40	10,5	4,5	12	2,5	1,5	2	10	2,5	10	2,5
100 g	4,5	30	7,5	3,5	9	2	1	1,5	7	2,5	7	2
50 g	4,5	25	7,5	3,5	9	2	1	1,5	7	2,5	7	2
20 g	3	18	5,5	2,5	6,5	1,5	1	1	5	2	5	1,2

Oznaczenia: *a, b, c, d, e, f, g, m, n, p,* δ, ϵ są objaśnione na rys. 7a i 7b

4. Skrzynka powinna być zaopatrzona w odpowiedni haczyk lub zatrzask do jej zamykania.

5. W każdej skrzynce powinna znajdować się pincetka do ujmowania odważników o masie 100 g i mniejszej (§ 4 ust. 8) oraz widełki do ujmowania odważników o masie większej niż 100 g (§ 4 ust. 9).

6. Ramiona pincetki powinny być rozwarte i tak wykonane, aby ich końce chwytowe przy dociskaniu stykały się dokładnie ze sobą i nie wykazywały prześwitu.

7. Długość pincetki i widełek powinna zapewniać łatwe i niezawodne ujmowanie odważników.

Oznaczenia

§ 8.1. Masa nominalna odważnika powinna być podana w postaci liczby lub cyfry, a jednostka masy w postaci właściwego oznaczenia.

2. Odważniki o masie nominalnej 1 kg i większej powinny być oznaczone w kilogramach (kg), odważniki o masie nominalnej od 500 g do 1 g — w gramach (g), odważniki o masie nominalnej 500 mg i mniejszej w miligramach (mg). Odważniki o masie od 500 mg do 1 mg mogą być oznaczone tylko wartością liczbową masy.

3. Oznaczenia masy poszczególnych wielkości odważników żeliwnych powinny być zgodne z postanowieniami przepisów wymienionych w § 5 ust. 6.

4. Na odważnikach wykonanych według rys. 4 oznaczenia masy powinny być wykonane bezpośrednio na górnej powierzchni korpusu.

5. Oznaczenie masy na odważnikach z jamą wzorcowniczą (rys. 3a) powinno znajdować się na płaskiej części powierzchni główki, pod ujściem jamy wzorcowniczej. Napis powinien być wykonany po łuku.

6. Oznaczenie masy na odważnikach bez jamy wzorcowniczej (rys. 3b) powinno znajdować się na środkowej części powierzchni główki. Napis powinien być wykonany w linii prostej.

7. Oznaczenie masy powinno znajdować się w jednym wierszu, jeżeli nie stoi na przeszkodzie brak miejsca lub inne względy.

8. Oznaczenia mogą być wygrawerowane lub wytłoczone. Na odważnikach blaszkowych tłoczenie może być wypukłe lub wklęsłe.

9. Oprócz oznaczenia masy na odważniku może być umieszczony znak wytwórni.

Na odważnikach wykonanych według rys. 1, 2 lub 4 znak taki może być wykonany tylko na dnie przez wybicie stemplem, na odważnikach wykonanych według rys. 3a i 3b — na górnej powierzchni główki (jak pokazano na rysunku).

10. Znak wytwórni nie może być większy niż oznaczenie masy. Wzór znaku powinien być ustalony przy zatwierdzeniu wzorów do produkcji.

11. Oprócz oznaczenia masy i znaku wytwórni nie powinno być na odważniku żadnych innych oznaczeń.

12. Na skrzynce powinna być umocowana tabliczka z następującymi oznaczeniami:

1) napis „Odważniki handlowe dokładniejsze" w pełnym brzmieniu lub skrócie „OD",
2) nazwa lub znak wytwórni i jej adres,
3) rok produkcji.

Na tabliczce tej może być podany numer fabryczny kompletu.

13. Na wewnętrznej stronie wieka skrzynki powinna być umocowana tabliczka z pouczeniem, że odważniki należy ujmować tylko za pomocą pincetki lub widełek.

Błędy graniczne dopuszczalne

§ 9.1. Błędy graniczne dopuszczalne odważników przy legalizacji pierwotnej i ponownej są podane w tablicy 7.

Tablica 7

Masa nominala odważnika	Wartość błędu granicznego dopuszczalnego	
	przy legalizacji pierwotnej i po naprawie (błędy wzorcowania)	przy legalizacji ponownej — okresowej
20 kg	+2 g	±2 g
10 kg	+1,25 g	±1,25 g
5 kg	+625 mg	±625 mg
2 kg	+300 mg	±300 mg
1 kg	+200 mg	±200 mg
500 g	+125 mg	±125 mg
200 g	+50 mg	±50 mg
100 g	+30 mg	±30 mg
50 g	+25 mg	±25 mg
20 g	+15 mg	±15 mg
10 g	+10 mg	±10 mg
5 g	+6 mg	±6 mg
2 g	+3 mg	±3 mg
1 g	+2 mg	±2 mg
(500, 200, 100) mg	+1 mg	±1 mg
(50, 20, 10) mg	+0,5 mg	±0,5 mg
5 mg	+0,25 mg	±0,25 mg
2 mg	+0,20 mg	±0,20 mg
1 mg	+0,10 mg	±0,10 mg

2. Bezwzględna wartość błędów obiegowych granicznych jest dwukrotnie większa niż wartość błędów granicznych dopuszczalnych przy legalizacji pierwotnej, z tym, że dopuszcza się błędy ze znakiem plus i znakiem minus.

Cechowanie

§ 10.1. Cechę urzędu (przypisaną dla narzędzi pomiarowych dokładniejszych) i cechę roczną wybija się:

1) na odważnikach z jamą wzorcowniczą — na plombie lub korku zamykającym tę jamę;
2) na odważnikach o masie od 20 kg do 1 g wykonanych z mosiądzu według rys. 4 — na górnej powierzchni korpusu lub na dnie (jeżeli brak miejsca na górnej powierzchni korpusu).

2. Na odważnikach o masie od 10 g do 1 g wykonanych według rys. 3b wybija się tylko cechę roczną o wymiarze 0,8 mm. Cechę tę wybija się na dnie lub główce (jeżeli brak miejsca na dnie).

3. Na odważnikach 500 mg i mniejszych wybija się tylko cechę roczną o wymiarze 0,8 mm. Cechę tę wybija się na powierzchni z oznaczeniem masy.

4. Na wpustkach odważników żeliwnych (§ 5 ust. 6) wybija się jedynie cechę urzędu przy legalizacji pierwotnej.

5. Na korkach zamykających wiercone otwory wzorcownicze lub na ołowiu w otworach nie zamkniętych korkami (§ 6 ust. 3) wybija się cechę urzędu.

Okres ważności legalizacji

§ 11. Okres ważności legalizacji odważników trwa trzy lata, licząc od dnia 1 stycznia tego roku, w którym legalizacja została dokonana.

Postanowienie przejściowe

§ 12. Odważniki wyprodukowane i zalegalizowane przed wejściem w życie niniejszych przepisów i nie odpowiadające im, z wyjątkiem § 9 ust. 1, mogą być nadal legalizowane.

Postanowienia końcowe

§ 13. Traci moc zarządzenie nr 144 Prezesa PKNMiJ z dnia 21 września 1982 r. w sprawie ustalenia przepisów o odważnikach handlowych dokładniejszych (Dz. Norm. i Miar z 1982 r. nr 20, nr klas. metrolog. 3,54/3, zał. 1).

§ 14. Zarządzenie wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Przepisy o legalizacji i sprawdzaniu narzędzi pomiarowych

3,6021/3

Załącznik nr 2 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

ZARZĄDZENIE NR 37
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
w sprawie ustalenia przepisów o maszynach wytrzymałościowych do statycznych prób materiałów

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) zarządza się, co następuje:

Postanowienia ogólne

§ 1.1. Ustala się przepisy o maszynach wytrzymałościowych do statycznych prób materiałów, zwanych dalej „maszynami".

2. Przepisy dotyczą:

1) maszyn wytrzymałościowych do znormalizowanych statycznych prób rozciągania materiałów, tzw. zrywarek,
2) uniwersalnych maszyn wytrzymałościowych, tj. maszyn do znormalizowanych statycznych prób rozciągania, ściskania, zginania i ścinania,
3) pras wytrzymałościowych, tj. maszyn do znormalizowanych statycznych prób ściskania materiałów.

3. Do maszyn mają zastosowanie przepisy stanowiące załącznik do zarządzenia nr 109 Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości z dnia 30 czerwca 1981 r. w sprawie ustalenia przepisów o obciążnikach (Dz. Norm. i Miar nr 13, nr klas. metrolog. 3,60110/1).

Dopuszczalne klasy dokładności

§ 2.1. Ze względu na dokładność wskazań maszyny dzieli się na następujące klasy dokładności: 0,5; 1; 2 i 3.

2. O właściwym, ze względu na klasę dokładności, zastosowaniu maszyn decydują odpowiednie normy lub przepisy dotyczące prób wytrzymałościowych.

3. Klasę dokładności maszyn nowo wyrabianych określa się w zarządzeniu o zatwierdzeniu typu.

4. Najczęściej stosowane maszyny z uwzględnieniem ich klas dokładności są zestawione w załączniku.

5. Na maszynach, na których brak jest oznaczenia klasy dokładności, oznaczenie takie należy nałożyć metodą kalkomanii po ich sprawdzeniu.

Konstrukcja i wykonanie

Części składowe

§ 3.1. W skład każdej maszyny wchodzą następujące części lub zespoły:

1) korpus maszyny,
2) elementy uchwytowe do próbek,
3) siłomierz do pomiarów obciążeń działających na próbkę,
4) mechanizm obciążający z napędem i urządzeniem do regulowania prędkości obciążania lub odkształcania próbki.

2. Ponadto maszyny mogą mieć urządzenie do pomiaru i rejestracji odkształceń próbki, pracy zużytej na odkształcenie próbki itp.

Korpus maszyny i elementy uchwytowe do próbek

§ 4.1. Oś korpusu i elementów uchwytowych może mieć położenie pionowe lub poziome.

2. Korpus maszyny powinien być ustawiony na sztywnej podstawie lub fundamencie. Miejsce ustawienia maszyny powinno być tak dobrane, aby był ułatwiony dostęp do wszystkich jej elementów.

3. Maszyny, których podstawa korpusu ma otwory na śruby fundamentowe, powinny być na stałe przymocowane do sztywnego podłoża.

4. Korpus maszyny powinien być tak ukształtowany, aby był zapewniony łatwy dostęp do elementów uchwytowych oraz łatwe wmontowanie przyrządów kontrolnych niezbędnych przy sprawdzaniu.

5. Korpus maszyny oraz elementy uchwytowe powinny być sztywne. Próbka podczas obciążania nie powinna zmieniać swego położenia względem elementów uchwytowych.

§ 5.1. Korpus maszyny i elementy uchwytowe do próbek poddawanych rozciąganiu powinny być tak wykonane, aby zapewnione było osiowe obciążanie próbki. Na elementach uchwytowych powinny być wykonane znaki ułatwiające osiowe zamocowywanie próbek.

2. Maszyny powinny być wyposażone w dodatkowe elementy uchwytowe umożliwiające zamocowywanie siłomierzy kontrolnych stosowanych przy sprawdzaniu maszyny.

§ 6.1. Płyty oporowe do próbek poddawanych ściskaniu powinny zapewniać osiowość obciążenia. W tym celu na powierzchni jednej z płyt powinny być wykonane znaki ułatwiające ustawienie próbki w osi maszyny, a jedna z tych płyt powinna być łożyskowana wahliwie.

2. Powierzchnie płyt oporowych powinny być gładkie i płaskie. Dopuszczalne odchylenia od płaskości i chropowatości są podane w tablicy 1.

Tablica 1

Klasa dokładności / Parametr	0,5; 1 i 2	3
Odchylenie od płaskości	0,05 mm/50 mm	0,2 mm/100 mm
Chropowatość	$R_a \leqslant 0{,}8$ µm	$R_a \leqslant 2{,}0$ µm

3. Twardość płyt powinna wynosić od 58 HRC do 62 HRC. Twardość płyt oporowych sprawdza się przy legalizacji pierwotnej.

Siłomierz

§ 7. Zasada działania siłomierza maszyny może polegać na:

1) bezpośrednim obciążaniu próbki za pomocą obciążników (siłomierze obciążnikowe) lub pośrednim, tj. przy zastosowaniu przekładni dźwigniowej lub hydraulicznej (np. siłomierze dźwigniowo — uchylne, przesuwnikowe, hydrauliczne z dźwignią uchylną itp.),
2) bezpośrednim wykorzystaniu odkształceń elementu sprężystego (np. siłomierze sprężynowe) lub pośrednim, tj. przy zastosowaniu przekładni dźwigniowej, hydraulicznej lub przetworników elektrycznych.

§ 8.1. Siłomierz może mieć kilka zakresów wskazań. Rozróżnia się zakres największy oraz zakresy pośrednie i zakres najmniejszy. Górna granica największego zakresu wskazań określa największe dopuszczalne obciążenie, jakie może być wytworzone przez maszynę.

2. Każdemu zakresowi wskazań odpowiada zakres pomiarowy. Dolna granica każdego zakresu pomiarowego nie powinna być większa od 0,2 górnej granicy danego zakresu wskazań.

3. Warunki uzyskiwania poszczególnych zakresów wskazań siłomierza powinny być podane na maszynie w widocznym miejscu.

4. W maszynach, w których zasada pomiaru siły polega na bezpośrednim lub pośrednim obciążaniu próbki za pomocą obciążników (§ 7 pkt 1), obciążniki powinny odpowiadać przepisom wymienionym w § 1 ust. 3. Obciążniki te powinny być sprawdzane jeden raz po wyprodukowaniu i po każdej naprawie maszyny.

5. W maszynach, w których zasada pomiaru siły polega na wykorzystaniu odkształceń elementu sprężystego i przetwarzaniu ich na sygnały elektryczne, są stosowane przetworniki pomiarowe (zwane też głowicami pomiarowymi siły). Jeden przetwornik może być przeznaczony do uzyskiwania kilku zakresów wskazań.

§ 9.1. Siłomierz może być umieszczony na korpusie maszyny lub może stanowić oddzielną całość ustawioną na sztywnym podłożu lub fundamencie.

2. W siłomierzu maszyn klasy dokładności 0,5; 1 i 2 powinno być możliwe ustawienie wskazania zerowego. Stosowanie kołka oporowego wskazówki przy kresce zerowej podziałki jest dopuszczalne tylko w maszynach klasy dokładności 3.

3. Mechanizm siłomierza powinien mieć urządzenie zapewniające powolny powrót do wskazania zerowego po zniszczeniu próbki lub po całkowitym odciążeniu.

4. Odchylenie wskazania uzyskanego po całkowitym odciążeniu lub po zniszczeniu próbki od wskazania zerowego, wyrażone w procentach górnej granicy danego zakresu wskazań, nie powinno być większe niż:

1) ±0,05% dla maszyn klasy dokładności 0,5,
2) ±0,1% dla maszyn klasy dokładności 1,
3) ±0,2% dla maszyn klasy dokładności 2,
4) ±0,3% dla maszyn klasy dokładności 2.

5. Siłomierze maszyn nowo wyprodukowanych powinny mieć urządzenie wyłączające napęd mechanizmu obciążającego z chwilą przekroczenia obciążenia, odpowiadającego górnej wartości danego zakresu.

§ 10.1. Wskazania siłomierza powinny być wyrażone w legalnych jednostkach siły. Dopuszcza się jednak stosowanie siłomierzy, których wskazania są wyrażone w jednostkach umownych.

2. Siłomierze mogą mieć podziałkę kreskową lub cyfrową, albo też oba rodzaje wymienionych podziałek.

Siłomierz z podziałką kreskową

§ 11.1. Podziałka siłomierza powinna zaczynać się od kreski zerowej.

2. Długość działki elementarnej nie powinna być mniejsza niż:

1) 2 mm w przypadku maszyn klasy dokładności 0,5 i 1,
2) 1 mm w przypadku maszyn klasy dokładności 2 i 3.

3. Szerokość kresek podziałki i szerokość końca wskazówki nie powinny przekraczać długości działki elementarnej.

4. Kreski oraz ocyfrowanie podziałki siłomierza powinny być wyraźnie widoczne z odległości od 30 cm do 40 cm.

5. Jeżeli siłomierz ma jedną podziałkę wspólną dla kilku zakresów wskazań, to ocyfrowanie podziałki dla poszczególnych zakresów powinno być oddzielne.

6. Liczba działek elementarnych w każdym zakresie wskazań nie powinna być mniejsza niż:

1) 100 dla maszyn klasy dokładności 0,5; 1 i 2,
2) 50 dla maszyn klasy dokładności 3.

§ 12.1. Koniec wskazówki powinien być prosty. W przypadku oddzielnych podziałek dla różnych zakresów wskazań, kreski zerowe tych podziałek powinny znajdować się na jednej prostej, a wskazówka w poło-

żeniu zerowym powinna się pokrywać z kreskami zerowymi każdej podziałki.

2. Wskazówka nie powinna ocierać się o podzielnię, ani też nie powinna być zbyt od niej oddalona, aby nie powodować błędu paralaktycznego.

§ 13.1. Siłomierz powinien mieć urządzenie umożliwiające odczytanie obciążenia niszczącego próbkę, tzw. wskazówkę bierną (ekstremalną) lub urządzenie zapadkowe.

2. Wskazówka bierna powinna mieć taką samą grubość, jak wskazówka czynna. W czasie gdy wskazówka bierna jest przesuwana przez wskazówkę czynną, wskazania obu wskazówek powinny być jednakowe. Wstrząsy powstające podczas zniszczenia próbki nie powinny zmieniać położenia wskazówki biernej.

3. Urządzenie zapadkowe składające się z zębatki i zapadek powinno zatrzymywać dźwignię uchylną i wskazówkę w zakresie pomiarowym siłomierza z błędem nie większym niż 1% wskazanego obciążenia. Zaleca się, aby urządzenie zapadkowe było wyłączalne.

§ 14.1. Siłomierze ze sprężystymi przetwornikami manometrycznymi mogą być stosowane tylko w maszynach klasy dokładności 3.

2. Średnica podzielni siłomierzy ze sprężystymi przetwornikami manometrycznymi powinna być nie mniejsza niż 150 mm.

§ 15.1. Dopuszcza się stosowanie siłomierzy, w których odczytywania wskazań siły dokonuje się nie za pomocą podziałki i wskazówki lecz z wykresu kreślonego na specjalnym papierze wykresowym.

2. Podziałka na papierze wykresowym powinna się zaczynać od kreski zerowej.

3. Długość działki elementarnej na papierze wykresowym nie powinna być mniejsza niż:

1) 2 mm w przypadku maszyn klasy dokładności 0,5 i 1,
2) 1 mm w przypadku maszyn klasy dokładności 2 i 3.

4. Szerokość kresek podziałki na papierze wykresowym oraz szerokość linii kreślonej przez pisak nie powinny przekraczać 0,2 długości działki elementarnej na papierze wykresowym.

5. Liczba działek elementarnych na papierze wykresowym nie powinna być mniejsza niż:

1) 100 dla maszyn klasy dokładności 0,5, 1 i 2,
2) 50 dla maszyn klasy dokładności 3.

6. W maszynach wymienionych w ust. 1 może znajdować się dodatkowa podziałka ze wskazówką do orientacyjnego odczytywania wartości działającej siły. Do urządzeń odczytowych tego rodzaju nie mają zastosowania wymagania § 11 ust. 2, 3 i 6.

Siłomierz z podziałką cyfrową

§ 16.1. Wskazy cyfrowe siłomierza powinny być wyraźnie widoczne z odległości od 30 cm do 40 cm.

2. Liczba działek elementarnych (cyfrowych) w każdym zakresie wskazań nie powinna być mniejsza niż:

1) 1000 dla maszyn klasy dokładności 0,5 i 1,
2) 500 dla maszyn klasy dokładności 2,
3) 200 dla maszyn klasy dokładności 3.

3. Siłomierz powinien zapewniać wskazywanie wartości obciążenia niszczącego próbkę z niedokładnością ±2 działek cyfrowych.

4. Siłomierz z podziałką cyfrową może mieć równocześnie podziałkę kreskową, która powinna odpowiadać wymaganiom § 11, 12 i 13 oraz urządzenie wykresowe, które powinno odpowiadać wymaganiom § 15 ust. 1, 2, 3, 4, 5 i 6.

Mechanizm obciążający

§ 17.1. Mechanizm obciążający próbkę może mieć przekładnię mechaniczną lub hydrauliczną. Przekładnia może być napędzana za pomocą silnika elektrycznego lub ręcznie.

2. Mechanizm obciążający próbkę powinien zapewniać statyczny, równomierny wzrost obciążenia bez wstrząsów i uderzeń.

3. Urządzenie do regulowania prędkości powinno zapewniać osiągnięcie dowolnego obciążenia w każdym zakresie wskazań oraz utrzymanie tego obciążenia przez okres czasu niezbędny do odczytania wskazania.

4. Napęd powinien mieć wyłączniki do samoczynnego wyłączania się w chwili, gdy przesuwające się elementy uchwytowe próbek znajdą się w swoich skrajnych położeniach.

Urządzenie do pomiaru odkształceń próbki

§ 18.1. Urządzenie do bezpośredniego pomiaru odkształceń próbki powinno mieć podziałkę w milimetrach i wskazywać zmiany odkształceń z błędem nie większym niż ±0,5 mm. Urządzenie to może mieć też podziałkę podającą procentowe wydłużenie próbki.

2. Maszyny mogą mieć dodatkowo urządzenie do samoczynnego kreślenia wykresu we współrzędnych „obciążenie — odkształcenie", „obciążenie — czas", „odkształcenie — czas" itp. Urządzenie to powinno być wyłączalne.

3. Urządzenie do samoczynnego kreślenia wykresu może być przeznaczone do poglądowego rejestrowania wielkości mierzonych lub przeznaczone do odczytywania wielkości mierzonych i w takim przypadku powinno ono spełniać wymagania § 15 ust. 1, 2, 3, 4, 5 i 6.

Oznaczenia

§ 19.1. Na tabliczce znamionowej, przytwierdzonej do korpusu maszyny lub na podzielni siłomierza, powinny być wykonane następujące oznaczenia:

1) nazwa wytwórni,
2) numer fabryczny,
3) typ i rok wykonania,
4) klasa dokładności (według § 2) w skrócie, np. kl. 0,5; kl. 1; kl. 2 albo kl. 3.

2. Części odejmowalne, przynależne do siłomierza, jak podzielnie, obciążniki itp. powinny być oznaczone numerem fabrycznym maszyny i mieć oznaczenie, do którego zakresu wskazań są one przynależne. Stosowa-

ne w maszynie przetworniki mogą być oznaczone odrębnymi numerami.

3. Na maszynie powinny być umieszczone w widocznym miejscu napisy określające warunki uzyskania zakresów wskazań (§ 8 ust. 3 i 5) oraz inne uwagi niezbędne do prawidłowego użytkowania maszyny.

Określania błędów siłomierzy maszyn wytrzymałościowych

Błędy siłomierzy wywzorcowanych w jednostkach siły

§ 20.1. Średni procentowy błąd b wskazań siłomierza maszyny poddawanego obciążeniu rosnącemu za pomocą siłomierza kontrolnego, założonego w miejsce próbki do elementów uchwytowych, określa wzór

$$b = \frac{F_n - F_{c\,śr}}{F_n} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_n — wskazanie siłomierza maszyny,

$F_{c\,śr}$ — średnia z pięciu lub trzech wartości obciążeń $F_{c1}, F_{c2} \ldots F_{ci}$, odczytanych na siłomierzu kontrolnym przy tej samej wartości wskazania F_n.

2. Średni procentowy błąd b wskazań siłomierza maszyny poddawanego obciążeniu rosnącemu za pomocą obciążnika kontrolnego, zawieszonego w miejsce próbki, albo za pomocą siłomierza kontrolnego, założonego w miejsce próbki do elementów uchwytowych, określa wzór

$$b = \frac{F_{n\,sr} - F_c}{F_c} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_c — masa obciążnika kontrolnego albo wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym,

$F_{n\,sr}$ — średnia z pięciu lub trzech wskazań F_{n1}, $F_{n2} \ldots F_{ni}$ siłomierza maszyny odczytanych przy tej samej wartości F_c.

§ 21.1. Procentowy błąd z zmienności wskazań siłomierza maszyny przy sprawdzaniu za pomocą siłomierza kontrolnego (§ 20 ust. 1) określa wzór

$$z = \frac{F_{c\,max} - F_{c\,min}}{F_n} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_n — wskazanie siłomierza maszyny,

$F_{c\,max}$ i $F_{c\,min}$ — największa i najmniejsza z pięciu lub trzech wartości obciążeń $F_{c1}, F_{c2} \ldots F_{ci}$ odczytanych na siłomierzu kontrolnym przy tej samej wartości wskazania F_n.

2. Procentowy błąd z zmienności wskazań siłomierza maszyny przy sprawdzaniu za pomocą obciążnika kontrolnego lub za pomocą siłomierza kontrolnego (§ 20 ust. 2) określa wzór

$$z = \frac{F_{n\,max} - F_{n\,min}}{F_c} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_c — masa obciążnika kontrolnego albo wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym,

$F_{n\,max}$ i $F_{n\,min}$ — największe i najmniejsze z pięciu lub trzech wskazań F_{n1}, $F_{n2} \ldots F_{ni}$ siłomierza maszyny odczytanych przy tej samej wartości F_c.

§ 22.1. Procentowy błąd u histerezy pomiarowej siłomierza maszyny przy sprawdzaniu za pomocą siłomierza kontrolnego (§ 20 ust. 1) określa wzór

$$u = \frac{F_{ci} - F'_c}{F_n} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_n — wskazanie siłomierza maszyny,

F_{ci} — wartość obciążenia, ostatnia spośród pięciu (lub trzech) odczytanych na siłomierzu kontrolnym przy tej samej wartości wskazania F_n,

F'_c — wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym przy tej samej wartości wskazania F_n siłomierza maszyny po odciążeniu maszyny od górnej granicy danego zakresu wskazań do wartości F_n.

2. Procentowy błąd u histerezy pomiarowej siłomierza maszyny przy sprawdzaniu za pomocą obciążnika kontrolnego lub za pomocą siłomierza kontrolnego (§ 20 ust. 2) określa wzór

$$u = \frac{F_{ni} - F'_n}{F_c} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_c — masa obciążnika kontrolnego albo wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym,

F_{ni} — wskazanie ostatnie spośród pięciu lub trzech odczytanych na siłomierzu maszyny przy tej samej wartości F_c,

F'_n — wskazanie odczytane na siłomierzu maszyny przy tej samej wartości F_c po odciążeniu od górnej granicy danego zakresu wskazań do uzyskania wartości F_c.

§ 23.1. Przy legalizacji głównej lub pierwotnej należy wykonać pięć serii pomiarowych, przy legalizacji następczej natomiast trzy serie pomiarowe. Zmniejszenie liczby serii pomiarowych z pięciu na trzy nie dotyczy wzorcowania siłomierzy z podziałkami nie mianowanymi w jednostkach siły (§ 25).

2. Wybór jednego z dwu sposobów wyznaczania błędów, przedstawionych w § 20 ÷ 22, pozostawia się sprawdzającemu, jeżeli nie zostało to ustalone w instrukcji sprawdzania.

§ 24. Procentowy błąd b_w wskazań siłomierza maszyny przy włączonych urządzeniach dodatkowych (§ 13 ust. 1 oraz § 18 ust. 2), poddawanego, w najmniejszym zakresie wskazań, obciążeniu rosnącemu za pomocą obciążnika kontrolnego zawieszonego w miejs-

ce próbki, albo za pomocą siłomierza kontrolnego założonego do elementów uchwytowych w miejsce próbki, określają wzory:

1) $$b_w = \frac{F_n - F_{cw}}{F_n} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_n — wskazanie siłomierza maszyny,

F_{cw} — wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym przy wartości wskazania F_n;

lub

2) $$b_w = \frac{F_{nw} - F_c}{F_c} \cdot 100\%$$

gdzie:

F_c — masa obciążnika kontrolnego lub wartość obciążenia odczytana na siłomierzu kontrolnym,

F_{nw} — wskazanie siłomierza maszyny odczytane przy wartości obciążenia F_c.

Wzorcowanie i błędy siłomierzy z podziałkami nie mianowanymi w jednostkach siły

§ 25.1. Procentowy błąd z zmienności wskazań siłomierza maszyny, poddawanego obciążeniu rosnącemu za pomocą obciążnika kontrolnego zawieszonego w miejsce próbki lub za pomocą siłomierza kontrolnego założonego w miejsce próbki do elementów uchwytowych, określa wzór

$$z = \frac{F_{n\,max} - F_{n\,min}}{F_{n\,śr}} \cdot 100\%$$

gdzie:

$F_{n\,max}$ i $F_{n\,min}$ — największe i najmniejsze z pięciu wskazań F_{n1}, F_{n2} ... F_{n5} odczytanych na siłomierzu maszyny przy tej samej wartości F_c, tj. przy tej samej masie obciążnika kontrolnego, albo przy tym samym wskazaniu siłomierza kontrolnego. Trzy pierwsze wskazania F_{n1}, F_{n2} i F_{n3} należy odczytać przy włączonej wskazówce biernej (§ 13 ust. 1), pozostałe zaś F_{n4} i F_{n5} przy wyłączonej wskazówce biernej,

$F_{n\,śr}$ — wartość średnia ze wskazań F_{n1}, F_{n2} ... F_{n5}.

2. Zależność wartości średniej $F_{n\,śr}$ wskazań siłomierza maszyny od wartości F_c (ust. 1), wyznaczona dla co najmniej pięciu różnych wartości F_c odpowiadających wskazaniom równomiernie rozłożonym w każdym zakresie pomiarowym siłomierza maszyny, stanowi tablicę wzorcowania.

3. Procentowy błąd u histerezy pomiarowej siłomierza maszyny określa wzór

$$u = \frac{F_{n5} - F'_n}{F_{n\,śr}} \cdot 100\%$$

gdzie:

$F_{n\,śr}$ — wartość średnia ze wskazań F_{n1}, F_{n2} ... F_{n5} siłomierza maszyny (ust. 1),

F_{n5} — ostatnie spośród pięciu wskazań siłomierza maszyny (ust. 1),

F'_n — wskazanie odczytane na siłomierzu maszyny przy tej samej wartości F_c (ust. 1) po odciążeniu siłomierza maszyny od górnej granicy danego zakresu wskazań maszyny do wartości F_c.

Granice błędów siłomierzy maszyn wytrzymałościowych

§ 26.1. Średnie procentowe błędy wskazań (§ 20) i procentowe błędy zmienności wskazań (§ 21 i § 25 ust. 1), wyznaczone dla co najmniej pięciu wartości wskazań równomiernie rozłożonych w każdym zakresie pomiarowym siłomierza maszyny, nie powinny przy legalizacji przekraczać granic podanych w tablicy 2 (kol. 2 i 3).

2. Procentowe błędy wskazań (§ 24), wyznaczone jednokrotnie dla co najmniej pięciu wartości wskazań równomiernie rozłożonych w najmniejszym zakresie pomiarowym siłomierza maszyny, nie powinny przekraczać granic podanych w tablicy 2 (kol. 2).

3. Procentowe błędy histerezy pomiarowej (§ 22 i § 25 ust. 3), wyznaczone dla co najmniej pięciu wartości wskazań równomiernie rozłożonych w najmniejszym zakresie pomiarowym siłomierza maszyny, nie powinny przekraczać granic podanych w tablicy 2 (kol. 4).

4. Granice obiegowych błędów wskazań i zmienności wskazań są równe granicom dopuszczalnych błędów wskazań i zmienności przy legalizacji.

Tablica 2

Klasa dokładności	Granice średnich procentowych błędów wskazań (§ 20) oraz procentowych błędów wskazań (§ 24)	Granice procentowych błędów zmienności wskazań (§ 21 i § 25 ust. 1)	Granice procentowych błędów histerezy pomiarowej (§ 22 i § 25 ust. 3)
1	2	3	4
0,5	±0,5	0,5	±1,0
1	±1,0	1,0	±2,0
2	±2,0	2,0	±3,0
3	±3,0	3,0	±4,0

Dokumentowanie wyników sprawdzenia

§ 27.1. Na dowód legalizacji maszyny odpowiadającej wymaganiom przepisów należy nałożyć cechę legalizacyjną i oznaczenie klasy dokładności (jeżeli oznaczenie klasy dokładności nie znajduje się na maszynie) metodą kalkomanii oraz wystawić świadectwo legalizacji.

2. Cechę legalizacyjną i ewentualnie oznaczenie klasy dokładności należy nałożyć na maszynie w widocznym miejscu (na podzielni lub pod tabliczką znamionową) na części nieodejmowalnej. Na cesze należy wpisać numer świadectwa legalizacji.

3. Świadectwo legalizacji powinno zawierać następujące dane:

1) nazwę i adres zgłaszającego,
2) miejsce ustawienia maszyny i datę sprawdzenia,
3) dane charakteryzujące maszynę, jak nazwa wytwórni, typ, numer fabryczny oraz numery stosowanych przetworników,
4) sposób i zakres sprawdzenia oraz zakresy pomiarowe (§ 8 ust. 1, 2 i 3),
5) warunki uzyskiwania poszczególnych zakresów wskazań oraz ewentualne inne uwagi zapewniające prawidłowe stosowanie maszyny,
6) wynik sprawdzenia oraz zaszeregowanie do odpowiedniej klasy dokładności,
7) okres ważności legalizacji,
8) tablicę wzorcowania (§ 25 ust. 2) w przypadku maszyny z podziałkami nie mianowanymi w jednostkach siły. W tablicy wzorcowania należy podać tylko wartości $F_{n\,sr}$ wyznaczone podczas sprawdzania.

4. Maszyny nie odpowiadające postanowieniom przepisów dla ustalonych klas dokładności nie mogą być stosowane do prób znormalizowanych i w takim przypadku należy wydać świadectwo sprawdzenia, w którym należy podać powody podjętej decyzji.

5. Jeżeli maszyna w wyniku pierwotnej legalizacji lub w wyniku badania typu została zaszeregowana do określonej klasy dokładności, a w wyniku legalizacji ponownej stwierdzono, że nie odpowiada ona wymaganiom ustalonym dla tej klasy dokładności, to maszynę taką należy zbrakować.

Okres ważności legalizacji

§ 28.1. Okres ważności legalizacji maszyny trwa 25 miesięcy, licząc od pierwszego dnia tego miesiąca, w którym legalizacja została dokonana.

2. Świadectwo legalizacji traci ponadto ważność:

1) po każdym przestawieniu maszyny fundamentowanej,
2) po każdej naprawie lub przeróbce wpływającej na sposób działania siłomierza maszyny,
3) w przypadku stwierdzenia błędów większych niż podano w tablicy 2,
4) w przypadku stwierdzenia, że maszyna nie odpowiada wymaganiom § 6 ust. 2, § 9 ust. 3, § 13 ust. 3, § 17 ust. 2.

3. Jeżeli zachodzą okoliczności nasuwające przypuszczenie, że wskazania siłomierza maszyny mogą ulec zmianie przed upływem okresu ważności legalizacji podanym w ust. 1, to okres ten może być skrócony.

Postanowienia przejściowe

§ 29. Dopuszcza się odstępstwa od postanowień: § 22 ust. 1 i 2, § 25 ust. 3 oraz § 26 ust. 3. Do odwołania mogą być legalizowane maszyny wytrzymałościowe bez wyznaczania błędów histerezy pomiarowej.

§ 30. Maszyny wytrzymałościowe, których typ nie został zatwierdzony, a użytkowane przed wejściem w życie przepisów, mogą być legalizowane, jeżeli odpowiadają one postanowieniom przepisów.

Postanowienia końcowe

§ 31.1. Traci moc zarządzenie nr 143 Prezesa PKNiM z dnia 24 października 1973 r. w sprawie ustalenia przepisów o maszynach wytrzymałościowych do statycznych prób materiałów wraz z załącznikiem (Dz. Norm. i Miar z 1974 r. nr 1, nr klas. metrolog. 3,6021/2).

2. Zarządzenie wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

ZAŁĄCZNIK

KLASY DOKŁADNOŚCI NAJCZĘŚCIEJ STOSOWANYCH MASZYN WYTRZYMAŁOŚCIOWYCH

1. Maszyny wytrzymałościowe produkcji krajowej

Do klasy dokładności 1 są zaliczane zrywarki typów: Z-1, Z-3, RWK-1 i RWK-3.

Do klasy dokładności 3 są zaliczane prasy wytrzymałościowe: PLH-12/4/WK54/, WK-18, WK-2 i PW-1.

2. Maszyny wytrzymałościowe produkcji NRD

Do klasy dokładności 1 są zaliczone maszyny typoszeregów: ZDM 40, ZM 4, 10, 20 lub 40; ZM 100, 200 lub 400; ZD10/90; FM 250, 500 lub 100; ZDM 2,5; 5 lub 10; ZP 4, 10, 20 lub 40; ZP 100, 200 lub 400; FDP 10 lub 40; FM 250, 500 lub 100; ZT 4, 10, 20 lub 40; ZT 100, 200 lub 40; FDT 10 lub 40; FMGw 250, 500 lub 1000; ZMGI 250 lub 500; FU 1000; ZE 100, 200 lub 400; ZD 10, 20, 40, 100 lub 300.

Maszyny typów: FF 5, 10, 20, 30 lub 100; FG 10, 20, 30, 50 lub 100; FF 0,5; 1,2 lub 3; FP 1,2 lub 3 zaliczane są do klasy dokładności 1, jeżeli są wykonane bez urządzenia wykresowego lub do klasy dokładności 2, jeżeli mają wbudowane urządzenie wykresowe.

Zrywarki typu FOIc są zaliczane do klasy dokładności 3 z tym, że błędy wskazań przy wyłączonym urządzeniu wykresowym przyjmuje się takie jak dla maszyn klasy dokładności 2.

Nowo produkowane maszyny produkcji NRD mają fabrycznie wykonane oznaczenie klasy dokładności.

3. Maszyny wytrzymałościowe produkcji WRL

Do klasy dokładności 1 są zaliczane maszyny FY-19 (SF 03).

4. Maszyny wytrzymałościowe wyrobu firmy Instron (maszyny, w których wskazania siły odczytywane są z wykresu) typów: 1026, 1101, (TM-M); 1102 (TM — SM); 1113 (TT-MB); 1114 (TT-CM); 1115 (TT-DM); 1116 są zaliczane do klasy dokładności 1.

5. Maszyny wytrzymałościowe wyrobu firmy Zwick typoszeregów 1100, 1400 oraz 1300 (maszyny, w których wskazania siły są odczytywane z wykresu), są zaliczane do klasy dokładności 1.

6. Maszyny z automatycznym cyklem badań np. Textomatic (Textimat) oraz typu 1150 (Instron) zaliczane są do klasy dokładności 2. Maszyny te mogą być zaliczone do klasy dokładności 1, jeżeli są wyposażone w siłomierze spełniające wymagania § 11 lub § 15 albo § 16.

7. Maszyny stosowane do statycznych prób sprężyn są zaliczane do klasy dokładności 3.

8. Maszyny typoszeregu P produkcji ZSRR mogą być zaliczane do klasy dokładności 1 lub 2, w zależności od uzyskanych wyników sprawdzenia albo od wymagań użytkownika.

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Przepisy o legalizacji i sprawdzaniu narzędzi pomiarowych

3,870B/1

Załącznik nr 3 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

ZARZĄDZENIE NR 38
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
w sprawie ustalenia przepisów o klasyfikacji wzorców materiałów

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 2 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 1, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 81 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) zarządza się, co następuje:

Postanowienia ogólne

§ 1.1. Ustala się przepisy dotyczące zasad klasyfikacji wzorców materiałów, zwanych dalej „wzorcami", oraz podstawowe kryteria klasyfikacyjne.

2. Przepisy mają zastosowanie przy:
1) formułowaniu nazw i określeń wzorców,
2) opracowywaniu dokumentacji wzorców,
3) opracowywaniu dokumentów normatywnych i wydawnictw informacyjnych (katalogów, cenników itp.) w zakresie wzorców.

Kryteria klasyfikacyjne

§ 2.1. Wzorce dzielą się według:
1) rodzaju wielkości, której miarę odtwarzają,
2) rodzaju materiału (substancji) będącego nośnikiem odtwarzanej miary,
3) dziedziny zastosowania,
4) kryteriów ogólnometrologicznych,
5) kryteriów metrologiczno-prawnych.

2. Do określonych celów można wprowadzać inne kryteria klasyfikacyjne niż wymienione w ust. 1.

Klasyfikacja wzorców

§ 3.1. Pod względem natury wielkości, której miarę odtwarzają, wzorce dzielą się na:
1) wzorce właściwości,
2) wzorce składu.

2. Wzorce właściwości dzielą się przykładowo na:
1) wzorce właściwości fizycznych,
2) wzorce właściwości chemicznych,
3) wzorce właściwości technicznych,
4) wzorce właściwości biologicznych,
5) wzorce właściwości biochemicznych.

3. Wzorce składu dzielą się przykładowo na:
1) wzorce składu chemicznego,
2) wzorce składu izotopowego,
3) wzorce składu fazowego,
4) wzorce składu mineralnego,
5) wzorce składu ziarnowego.

§ 4. Według określonej grupy właściwości wzorce dzielą się przykładowo na:
1) wzorce właściwości mechanicznych,
2) wzorce właściwości cieplnych,
3) wzorce właściwości elektrycznych,
4) wzorce właściwości magnetycznych,
5) wzorce właściwości optycznych,
6) wzorce zawartości (danego składnika).

§ 5.1. Według określonej wielkości wzorce dzielą się przykładowo na:
1) wzorce gęstości (densymetryczne),
2) wzorce lepkości (wiskozymetryczne),
3) wzorce wilgotności (higrometryczne),
4) wzorce przewodności elektrycznej (konduktometryczne),
5) wzorce pH (pehametryczne),
6) wzorce aktywności jonów,
7) wzorce współczynnika załamania światła (refraktometryczne),
8) wzorce skręcalności optycznej (polarymetryczne),
9) wzorce spektrofotometryczne transmitancji,
10) wzorce spektrofotometryczne absorbancji,
11) wzorce spektrofotometryczne liczb falowych,
12) wzorce spektrofotometryczne długości fali,
13) wzorce ciepła spalania,
14) wzorce pojemności cieplnej,
15) wzorce stężenia molowego,
16) wzorce stężenia masowego,
17) wzorce ułamka molowego,
18) wzorce ułamka masowego,
19) wzorce ułamka objętościowego.

2. Do klasyfikacji wzorców według określonej wielkości należy stosować przyjętą klasyfikację wielkości, np. według normy ISO 31.

§ 6.1. Według rodzaju materiału (substancji) wzorce dzielą się przykładowo na:
1) wzorce (składu lub właściwości) kopalin,

2) wzorce (składu lub właściwości) przetworów naftowych,
3) wzorce (składu lub właściwości) metali i ich stopów,
4) wzorce (składu lub właściwości) materiałów budowlanych,
5) wzorce (składu lub właściwości) materiałów ceramicznych,
6) wzorce (składu lub właściwości) produktów przemysłu chemicznego.

2. Do klasyfikacji wzorców według rodzaju materiału należy stosować przyjętą klasyfikację materiałów (substancji), na przykład według norm, Systematycznego Wykazu Wyrobów (SWW) itp.

3. Do określonych celów należy stosować klasyfikację według podgrup, klas, odmian, gatunków itp., na przykład:
1) wzorce składu stali,
2) wzorce składu stali węglowych,
3) wzorce składu stali węglowych narzędziowych,
4) wzorce składu stali węglowych narzędziowych gat. N12E.

4. Dla niektórych grup substancji należy stosować podział według stopnia czystości, na przykład:
1) wzorce substancji technicznie czystych,
2) wzorce substancji ultraczystych itd.

§ 7. Według stanu skupienia materiału wzorce dzielą się na:
1) lite,
2) proszkowe,
3) ciekłe,
4) gazowe.

§ 8.1. Podziału wzorców według dziedziny zastosowania należy dokonywać z uwzględnieniem:
1) dziedziny gospodarki narodowej, nauki, techniki itd.,
2) dziedziny pomiarowej (badawczej),
3) kategorii narzędzi pomiarowych.

2. Przykładowy podział wzorców według dziedziny zastosowania:
1) wzorce geologiczne,
2) wzorce dla metalurgii,
3) wzorce do badań w dziedzinie ochrony środowiska,
4) wzorce do spektralnej analizy absorpcyjnej,
5) wzorce do polarografii,
6) wzorce do defektoskopii,
7) wzorce do sprawdzania wilgotnościomierzy zbożowych,
8) wzorce do sprawdzania refraktometrów ręcznych.

§ 9. Ze względu na spełnianą funkcję metrologiczną wzorce dzielą się na:
1) wzorce kontrolne,
2) wzorce użytkowe.

§ 10.1. Ze względu na klasę dokładności wzorce dzielą się na wzorce 1, 2, *n*-tej klasy dokładności.

2. Podziału wzorców na klasę dokładności należy dokonywać tylko w przypadku tych wzorców, dla których klasy dokładności zostały ustalone w odpowiednich przepisach.

§ 11.1. Ze względu na rząd wzorce dzielą się na wzorce pierwotne i wzorce wtórne 1, 2, *n*-tego rzędu.

2. Wzorce wtórne są to takie wzorce, dla których wartość odtwarzanej miary ustalana jest drogą porównania z innym wzorcem danej wielkości.

§ 12. Wzorce dzielą się na atestowane i nie atestowane, w zależności od stopnia udokumentowania wyników ustalenia wartości odtwarzanej miary.

§ 13. Wzorce dzielą się, zgodnie z zasadami przyjętymi dla narzędzi pomiarowych w ogóle, na:
1) legalne i nielegalne,
2) podlegające obowiązkowi legalizacji i nie podlegające temu obowiązkowi,
3) podlegające obowiązkowi zatwierdzenia typu i nie podlegające temu obowiązkowi.

§ 14. W zależności od nadanego statusu wzorce dzielą się na:
1) międzynarodowe,
2) państwowe (krajowe),
3) branżowe,
4) zakładowe (laboratoryjne).

Postanowienie końcowe

§ 15. Zarządzenie wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Przepisy o legalizacji i sprawdzaniu narzędzi pomiarowych

3,8700/2

Załącznik nr 4 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

ZARZĄDZENIE NR 39
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach analitycznych

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 2 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) zarządza się, co następuje:

Postanowienia ogólne

§ 1.1. Ustala się przepisy ogólne o wzorcach analitycznych, zwanych dalej „wzorcami".

2. Wzorce powinny spełniać wymagania zarządzenia nr 51 Prezesa PKNMiJ z dnia 30 grudnia 1986 r. w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach fizycznych, chemicznych i innych właściwości substancji i materiałów (Dz. Norm. i Miar z 1987 r. nr 1, klas. metrolog. 3,870A/1, zał. 1), jeżeli przepisy niniejsze nie stanowią inaczej.

Nazwy, określenia, wielkości i jednostki

§ 2.1. Wzorzec analityczny jest to wzorzec materiału odtwarzający zawartość danego składnika w określonym materiale.

2. Przez składnik rozumie się:
1) pierwiastek, jon lub izotop,
2) związek chemiczny, rodnik lub grupę funkcyjną,
3) sumę składników określonych wyżej, o szczególnych właściwościach fizycznych lub chemicznych.

3. Przez zawartość składnika rozumie się:
1) całkowitą ilość składnika wyrażoną w jednostkach liczności materii, masy lub objętości,
2) stężenie molowe lub masowe,
3) ułamek molowy, masowy lub objętościowy.

Do niektórych specyficznych zastosowań zawartość składnika może być wyrażona za pomocą innych wielkości, w tym również wielkości umownych.

4. Zamiast nazwy „wzorzec analityczny" można stosować nazwę „wzorzec składu (chemicznego, izotopowego, fazowego, mineralnego, ziarnowego itp.)".

5. Do wyrażania zawartości składnika należy stosować jednostki miar wymienione w tablicy. Tablica zawiera nazwy i oznaczenia jednostek podstawowych; praktyczne jednostki wielokrotne (podwielokrotne) należy tworzyć w zależności od potrzeby, zgodnie z ogólnymi zasadami tworzenia, pisowni i wyrażania nazw i oznaczeń jednostek miar.

Podział wzorców

§ 3. Wzorce dzielą się zgodnie z zarządzeniem nr 38 Prezesa PKNMiJ z dnia 10 września 1987 r. w sprawie ustalenia przepisów o klasyfikacji wzorców materiałów (Dz. Norm. i Miar nr 12, nr klas. metrolog. 3,870B/1, zał. 3), a w szczególności według:
1) rodzaju materiału (substancji),
2) rodzaju składnika,
3) przeznaczenia do określonej metody lub grupy metod analitycznych.

Jeżeli wzorzec sporządzony jest z substancji czystej, stosuje się również podział według stopnia czystości.

Przeznaczenie wzorców

§ 4.1. Wzorce przeznaczone są do:
1) sprawdzania dokładności wyników analitycznych,
2) sprawdzania i wzorcowania analitycznych przyrządów pomiarowych,
3) ustalania charakterystyk metrologicznych wzorców wtórnych,
4) wyznaczania lub sprawdzania charakterystyk metrologicznych metod analitycznych i analitycznej aparatury pomiarowej,
5) wykonywania użytkowych pomiarów zawartości składnika metodą bezpośredniego porównania.

2. Wzorce mogą również służyć jako materiały (substancje) wyjściowe do sporządzania innych wzorców.

Charakterystyka metrologiczna

§ 5.1. Podstawowa charakterystyka metrologiczna wzorca powinna obejmować:
1) wartość miary zawartości danego składnika wyrażaną za pomocą określonej wielkości i jej jednostki,

2) niedokładność lub niepewność miary zawartości składnika wyrażoną za pomocą statystycznego przedziału ufności lub za pomocą błędu maksymalnego, dla prawdopodobieństwa ufności równego 0,95 lub 0,99.

2. Jeden wzorzec może odtwarzać miary zawartości wielu składników.

3. Podstawową charakterystykę metrologiczną wzorca ustala się jednym z następujących sposobów:

1) przez dokonanie pomiarów na wzorcowym stanowisku analitycznym z użyciem metody analitycznej o dużej i udokumentowanej dokładności,
2) przez dokonanie pomiarów wielolaboratoryjnych (zespołowych) zgodnie z wymaganiami instrukcji nr 10 Prezesa PKNMiJ z dnia 10 września 1987 r. o wykonywaniu badań międzylaboratoryjnych w celu wyznaczenia podstawowej charakterystyki metrologicznej wzorców analitycznych (Dz. Norm. i Miar nr 12, nr klas. metrolog. 5,8700/1, zał. 8),
3) przez zastosowanie określonej technologii przygotowania materiału wzorca, umożliwiającej ustalenie miary zawartości składnika na podstawie danych odniesienia lub na podstawie znanego składu i właściwości komponentów materiału wzorca,
4) przez dokonanie pomiarów porównawczych względem analogicznego wzorca.

4. Uzupełniającą charakterystykę metrologiczną wzorca należy podawać w zależności od rodzaju i przeznaczenia wzorca; obejmuje ona w szczególności:

1) określenie najmniejszej próbki reprezentatywnej materiału (substancji) wzorca,
2) składową niedokładności wzorca związaną z niejednorodnością materiału wzorca,
3) określenie zawartości składników nie będących miarami zawartości, a charakteryzujących ogólny skład materiału (substancji) wzorca,
4) charakterystykę stabilności materiału (substancji) wzorca w określonych warunkach jego użytkowania i przechowywania,
5) charakterystykę właściwości fizycznych materiału (substancji) wzorca,
6) warunki normalne i warunki odniesienia przy użytkowaniu wzorca.

5. Dla wzorców przeznaczonych do oceny lub sprawdzania charakterystyk metrologicznych metod analitycznych i badanych według ust. 3 pkt 2 należy podawać dodatkowo następujące charakterystyki:

1) liczbę niezależnych wyników pomiarów, na podstawie których ustalono miarę zawartości i jej niedokładność,
2) ocenę średniego odchylenia kwadratowego wyników pomiarów wielolaboratoryjnych i, jeżeli jest to możliwe, oceny jego składowych związanych z powtarzalnością wewnątrzlaboratoryjną oraz odtwarzalnością wewnątrz- i międzylaboratoryjną.

Wielkości i jednostki miar służące do wyrażania zawartości składnika we wzorcach

Lp.	Nazwa wielkości	Symbol wielkości	Nazwa jednostki miary	Oznaczenie jednostki miary
1	2	3	4	5
1	Zawartość (w jednostkach liczności materii)	n	mol	mol
2	Zawartość (w jednostkach masy)	m	kilogram	kg
3	Zawartość (w jednostkach objętości)	V	metr sześcienny, litr	m^3 l
4	Stężenie molowe	c	mol na metr sześcienny mol na litr	mol/m^3 mol/l
5	Stężenie masowe	ρ	kilogram na metr sześcienny kilogram na litr	kg/m^3 kg/l
6	Ułamek molowy	x	mol na mol — procent część milionowa	mol/mol 1, %, % (n/n)[1] ppm, ppm (n/n)[1]
7	Ułamek masowy	w	— procent część milionowa	1[2] %, % (m/m)[1] ppm, ppm (m/m)[1]
8	Ułamek objętościowy	ν	— procent część milionowa	1[2] %, % (V/V)[1] ppm, ppm (V/V)[1]
9	Molalność	M	mol na kilogram	mol/kg

[1] Oznaczenie dopuszczone, jeżeli nie jest podana nazwa wielkości.
[2] W uzasadnionych przypadkach dopuszcza się zapisywanie jednostek w postaci g/kg, g/t, l/m^3 itp.

Dokumentacja wzorców

§ 6.1. Dokumentacja wzorców obejmuje:
1) instrukcję sporządzania wzorca danego typu (dla wzorców wytwarzanych seryjnie),
2) sprawozdanie techniczne z badań wykonanych w celu ustalenia charakterystyki metrologicznej wzorca,
3) wzór świadectwa i wzór etykiety opakowania wzorca,
4) instrukcję stosowania wzorca.

2. Świadectwo powinno być dołączone do każdego egzemplarza wzorca.

3. Szczegółowe wymagania dotyczące treści świadectwa wzorca zawarte są w przepisach o poszczególnych wzorcach lub w decyzjach Prezesa PKNMiJ o zatwierdzeniu typu wzorca.

Nazewnictwo wzorców

§ 7.1. Pełna nazwa wzorca powinna zawierać następujące elementy wymienione w kolejności ich występowania w nazwie wzorca:
1) nazwa miary zawartości,
2) nazwa składnika,
3) nazwa materiału,
4) określenie przeznaczenia wzorca.

Przykłady:
1. Wzorzec stężenia masowego jonów Mn^{2+} w roztworze wodnym (do analizy polarograficznej);
2. Wzorzec zawartości metali w glebie (do analizy chemicznej).

2. Dopuszcza się stosowanie nazw wzorców sformułowanych w sposób odmienny, w przypadkach nie prowadzących do nieporozumienia oraz pod warunkiem przestrzegania ogólnych zasad nazewnictwa metrologicznego i analitycznego.

Legalizacja i zatwierdzanie typu wzorców

§ 8.1. Wzorce podlegające obowiązkowi legalizacji oraz wzorce podlegające obowiązkowi zatwierdzenia typu określone są odrębnymi zarządzeniami Prezesa PKNMiJ.

2. Wzorce podlegające obowiązkowi legalizacji, wytwarzane przez jednostki służby miar oraz instytucje upoważnione do legalizacji wzorców danego typu, uważa się za zalegalizowane, jeżeli posiadają ważne świadectwo wzorca.

Postanowienia końcowe

§ 9.1. Traci moc zarządzenie nr 113 Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji i Miar z dnia 25 września 1978 r. w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach analitycznych wraz z załącznikiem (Dz. Norm. i Miar nr 18, nr klas. metrolog. 3,8700/1).

2. Zarządzenie wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Przepisy o legalizacji i sprawdzaniu narzędzi pomiarowych

3,8811/1

Załącznik nr 5 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

ZARZĄDZENIE NR 40
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

z dnia 10 września 1987 r.

w sprawie ustalenia przepisów o spektrofotometrycznych stałych i ciekłych wzorcach transmitancji i absorbancji dla zakresu promieniowania nadfioletowego i widzialnego

Na podstawie art. 8, ust. 1 pkt 2 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) zarządza się, co następuje:

Postanowienia ogólne

§ 1.1. Ustala się przepisy o spektrofotometrycznych stałych i ciekłych wzorcach transmitancji i absorbancji, zwanych dalej „wzorcami", stosowanych do wzorcowania i sprawdzania spektrofotometrów w zakresie promieniowania nadfioletowego i widzialnego.

2. Jeżeli przepisy nie stanowią inaczej, wzorce powinny odpowiadać:

1) zarządzeniu nr 51 Prezesa PKNMiJ z dnia 30 grudnia 1986 r. w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach fizycznych i chemicznych właściwości substancji i materiałów (Dz. Norm. i Miar z 1987 r. nr 1, nr klas. metrolog. 3,870A/1, zał. 1),
2) przepisom stanowiących załącznik do zarządzenia nr 108 Prezesa PKNMiJ z dnia 25 września 1978 r. w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach fizycznych właściwości substancji i materiałów (Dz. Norm. i Miar nr 18, nr klas. metrolog. 3,870/1).

Określenia

§ 2.1. Spektrofotometryczne wzorce transmitancji i/lub absorbancji są to ciała fizyczne, stałe lub ciekłe, służące do odtwarzania skali transmitancji i/lub absorbancji spektrofotometrów użytkowych z niedokładnością określoną w świadectwie wzorca.

2. Podstawową charakterystykę metrologiczną wzorca stanowią wartości liczbowe transmitancji i/lub absorbancji wzorca przy jednej lub kilku (kilkunastu) charakterystycznych długościach fal z zakresu promieniowania nadfioletowego lub widzialnego lub z obu zakresów łącznie oraz niedokładność, z jaką wyznaczono podane wartości wzorca w przyjętych warunkach odniesienia.

3. Transmitancja T*) jest to stosunek natężenia promieniowania I_e w wiązce promieniowania monochromatycznego o określonej długości fali, przepuszczonego przez badaną próbkę, do natężenia promieniowania $I_{e,o}$ w wiązce promieniowania monochromatycznego o tej samej długości fali padającego na badaną próbkę i wyraża się ją wzorem

$$T = \frac{I_e}{I_{e,o}} \qquad [1]$$

lub stosunek monochromatycznego strumienia energetycznego Φ_e o określonej długości fali, przepuszczonego przez badaną próbkę, do monochromatycznego strumienia energetycznego $\Phi_{e,o}$ o tej samej długości fali padającego na badaną próbkę i w tym przypadku wyraża się ją wzorem

$$T = \frac{\Phi_e}{\Phi_{e,o}} \qquad [2]$$

4. Transmitancja wewnętrzna T_i*) (występuje w przypadku kiedy pomiary są dokonywane względem próbki odniesienia tzw. odnośnika) jest to stosunek natężenia promieniowania I_s w wiązce promieniowania monochromatycznego o określonej długości fali po przejściu przez badaną próbkę do natężenia promieniowania I_r w wiązce promieniowania monochromatycznego o tej samej długości fali po przejściu przez odnośnik i wyraża się ją wzorem

$$T_i = \frac{I_s}{I_r} \qquad [3]$$

*) Przyjęte powszechnie w spektrometrii cząsteczkowej absorpcyjnej pojęcie „transmitancji" można uznać za równoważne stosowanemu w technice świetlnej pojęciu „widmowego współczynnika przepuszczania (kierunkowego), a pojęcie „transmitancji wewnętrznej" — pojęciu „widmowego współczynnika przepuszczania wewnętrznego (kierunkowego)", jednak transmitancje są zwykle wyrażane w procentach (%).

lub stosunek monochromatycznych strumieni energetycznych Φ_s i Φ_r podobnie jak w równaniu [2].

Jako próbki odniesienia stosuje się: w przypadku pomiarów próbek (wzorców) stałych — płytkę z tego samego materiału o analogicznych parametrach geometrycznych i optycznych, w przypadku próbek (wzorców) ciekłych umieszczonych w kuwetach pomiarowych — wodę, inny rozpuszczalnik lub roztwór umieszczony w kuwecie o analogicznych parametrach geometrycznych i spektralnych co kuweta pomiarowa.

Celem stosowania odnośnika jest kompensacja strat promieniowania związanych z odbiciem na powierzchniach próbek, absorpcją własną kuwet i in.

5. Absorbancja A jest to logarytm dziesiętny z odwrotności transmitancji wewnętrznej T_i zgodnie ze wzorem

$$A = \lg \frac{1}{T_i} = \lg \frac{100}{T_i\%} = \lg \frac{I_r}{I_s} = \lg \frac{\Phi_r}{\Phi_s} \qquad [4]$$

6. Jako zakres promieniowania nadfioletowego przyjmuje się w przepisach zakres długości fal (200 ÷ 400) nm, jako zakres promieniowania widzialnego — zakres długości fali (400 ÷ 750) nm.

—Jednostki miar

§ 3.1. Zgodnie z określeniami podanymi w § 2 ust. 3, 4 i 5 transmitancja i transmitancja wewnętrzna oraz absorbancja są wielkościami bezwymiarowymi. Transmitancję zwyczajowo wyraża się w procentach.

2. Jednostką miary natężenia promieniowania jest wat na steradian ($W \cdot sr^{-1}$).

3. Jednostką miary strumienia energetycznego jest wat (W).

4. Jednostką miary długości fal jest nanometr (nm).

5. Miarą zawartości substancji w roztworze wzorcowym może być stężenie masowe wyrażone w gramach na decymetr sześcienny (g/dm^3) lub ułamek masowy wyrażony w procentach (%, %(m/m)).

Klasyfikacja

§ 4.1. Ze względu na odmienne charakterystyki spektralne $T(\lambda)$ lub $A(\lambda)$ wzorców i związane z tym różnice w ich zastosowaniu, wzorce dzieli się na:

1) nieselektywne (neutralne), czyli takie, w których przypadku transmitancja (absorbancja) jest niezależna od długości fal w całym zakresie pomiarowym długości fal,
2) selektywne, w których przypadku transmitancja (absorbancja) zmienia się ze zmianą długości fal, wykazując łagodne maksima i minima na krzywych $T(\lambda)$ i $A(\lambda)$.

2. Jako wzorce nieselektywne są najczęściej stosowane:

1) w zakresie nadfioletu — filtry kwarcowe napylane cienkimi warstwami metalicznymi,
2) w zakresie widzialnym — filtry szklane ze szkła neutralnego (np. marki NG firmy Schott) lub filtry kwarcowe napylane metalem.

W obydwóch zakresach mogą być też stosowane ciekłe wzorce neutralne o odpowiednim składzie chemicznym i technologii przygotowywania (opisane m.in. w publikacjach National Bureau of Standards USA).

Wzorce nieselektywne służą do wyznaczania błędów spektrofotometrów spowodowanych nieliniowością układu detektor — wzmacniacz — urządzenie pomiarowe.

3. Jako wzorce selektywne są najczęściej stosowane:

1) w zakresie nadfioletu — roztwory $K_2Cr_2O_7$ w środowisku kwasu nadchlorowego lub siarkowego,
2) w zakresie widzialnym — roztwory wodne zawierające jony Ni^{2+}, Co^{2+}, NO_3^-, Cu^{2+} i inne lub filtry szklane barwione w masie.

4. Jako wzorce selektywne transmitancji (absorbancji) nie mogą być stosowane materiały i substancje charakteryzujące się występowaniem bardzo wąskich i ostrych pasm na krzywych $T(\lambda)$ i $A(\lambda)$.

§ 5.1. Ze względu na stan skupienia wzorce dzielą się na stałe i ciekłe.

2. Wzorcami stałymi są filtry szklane i filtry kwarcowe napylane warstwami metalicznymi. Wzorce stałe służą zwykle do odtwarzania transmitancji i mogą być stosowane wielokrotnie w okresie ważności wzorca. Wzorce te są często kompletowane w zestawy 3 ÷ 6 elementów o podobnej charakterystyce technicznej i metrologicznej, lecz różniące się wartościami odtwarzanej wielkości.

3. Wzorcami ciekłymi są wodne roztwory niektórych substancji chemicznych (np. wymienionych w § 4 ust. 2 i 3) spełniających wymagania wzorca.

Wzorce ciekłe służą zwykle do odtwarzania absorbancji i są przeznaczone do jednokrotnego użycia. Wymagają one stosowania kuwet pomiarowych o wysokiej jakości pod względem parametrów geometrycznych i spektralnych. Wzorce ciekłe powinny być zaopatrzone w odpowiednio dobrany odnośnik. Wzorce te mogą być stosowane w zestawach o stopniowanej absorbancji.

§ 6. Wzorce mogą być też klasyfikowane według sposobu uzyskania podstawowej charakterystyki metrologicznej; dzieli się je wówczas na wzorce:

1) odtworzone na podstawie standardowych danych odniesienia i ustalonych metod przygotowania materiału wzorca;
2) wytworzone na podstawie wyników eksperymentalnych badań wytwórcy.

§ 7. Dopuszcza się inne kryteria podziału wzorców.

Warunki odniesienia

§ 8. Wzorzec odtwarza transmitancję i/lub absorbancję podaną w świadectwie tylko w następujących warunkach:

1) przy określonej w świadectwie długości fali i szerokości spektralnej wiązki promieniowania,
2) przy określonej w świadectwie temperaturze lub przedziale temperatury; odtwarzanie wzorca przy innych wartościach temperatury wymaga przeliczeń z zastosowaniem podanych w świadectwie funkcji wpływu temperatury.

3) przy określonej w świadectwie grubości warstwy absorpcyjnej, realizowanej przez zastosowanie odpowiedniej kuwety pomiarowej; do odtwarzania wartości wzorców ciekłych zaleca się stosować kuwety, których grubość jest wyznaczona z niedokładnością nie większą niż ±0,01 mm,
4) przy zachowaniu ustalonego w świadectwie sposobu postępowania przy odtwarzaniu wzorca.

Zakres i warunki stosowania

§ 9.1. Wzorce są przeznaczone do wzorcowania i sprawdzania podziałki transmitancji i/lub absorbancji użytkowych spektrofotometrów w zakresie promieniowania nadfioletowego i widzialnego.

2. Wzorce powinny być stosowane zgodnie z określonymi w świadectwie wzorca:
1) granicami zakresu pomiarowego wzorca;
2) warunkami odniesienia.

3. Jako nominalny zakres pomiarowy wzorców transmitancji przyjmuje się zakres 0 ÷ 100%. Zakres pomiarowy danego wzorca jest określony w świadectwie wzorca.

4. Jako nominalny zakres pomiarowy wzorców absorbancji przyjmuje się zakres 0 ÷ 4 na podziałce absorbancji. Zakres pomiarowy danego wzorca jest określony w świadectwie wzorca.

5. Zakres pomiarowy długości fal wzorca jest określony w świadectwie wzorca.

Materiał i wykonanie wzorca

§ 10.1. Wzorzec powinien być stabilny w czasie w granicach określonych niedokładnością i terminem ważności i odporny na działanie czynników zewnętrznych, w tym na działanie promieniowania elektromagnetycznego o długościach fal leżących w użytecznym zakresie pomiarowym.

2. Wzorzec powinien być stabilny w użytecznym przedziale temperatury (zwykle (25 ±10)°C). W przypadku istnienia zależności jego transmitancji i/lub absorbancji od temperatury, zależność ta powinna być określona ilościowo i podana w świadectwie wzorca np. w postaci graficznej lub w formie odpowiednich poprawek.

3. Wzorzec powinien być homogeniczny (jednorodny), nie powinien wykazywać w swoim zakresie pomiarowym fluorescencji i polaryzacji promieniowania oraz powodować rozpraszania, uginania, interferencji i zmiany kierunku przechodzącej wiązki promieniowania.

4. Stałe wzorce szklane lub kwarcowe powinny ponadto spełniać następujące wymagania:
1) materiał, z którego są wykonane, powinien być jednorodny, wolny od smug, pęcherzy, rys i innych uszkodzeń lub zanieczyszczeń,
2) wykonanie wzorców powinno zapewniać płaskość powierzchni nie gorszą niż 1 ÷ 3 prążków interferencyjnych, a nierównoległość powierzchni nie powinna przekraczać 0,01 mm na całej długości,
3) wymiary wzorców powinny umożliwiać ich umieszczenie w komorze pomiarowej sprawdzanych spektrofotometrów, przy czym grubość wzorców powinna się zawierać w granicach (1 ÷ 2) mm,
4) wzorce powinny być umieszczone w odpowiednich oprawkach w celu zabezpieczenia przed uszkodzeniem powierzchni wzorców i ułatwienia posługiwania się nimi.

5. Substancje chemiczne stosowane do wytwarzania wzorców ciekłych powinny mieć określoną wysoką czystość (nie niższą niż 99,9%), a w szczególności powinny być wolne od zanieczyszczeń wpływających na ich charakterystykę spektrofotometryczną. Roztwory tych substancji powinny spełniać prawo Lamberta — Beera w szerokim zakresie stężeń.

6. Woda używana do wytwarzania wzorców dla zakresu widzialnego powinna być dwukrotnie destylowana, a jej przewodność elektryczna właściwa nie powinna być wyższa niż (2,0 ÷ 2,5) μS/cm w temperaturze 25°C.

7. Woda używana do wytwarzania wzorców dla zakresu nadfioletu powinna być destylowana 2 ÷ 3 krotnie, po raz ostatni w destylarce kwarcowej przy użyciu $KMnO_4$; jej przewodność elektryczna właściwa nie powinna być wyższa niż (1,5 ÷ 1,8) μS/cm w temperaturze 25°C.

8. W przypadku wzorców wytwarzanych na podstawie standardowych danych odniesienia powinny być bardzo ściśle zachowane warunki przygotowania wzorca, opisane w materiale źródłowym.

9. Ampułki zawierające wzorzec ciekły oraz odnośnik nie powinny być wykonane później niż następnego dnia po przygotowaniu roztworów.

Ustalanie charakterystyki metrologicznej wzorców

§ 11.1. Wartość wielkości odtwarzanej przez wzorzec można ustalić następującymi sposobami:
1) przez wykonanie serii pomiarów na wzorcowym (etalonowym) stanowisku pomiarowym,
2) przez zastosowanie określonej metody przygotowania materiału, umożliwiającej ustalenie wartości wzorca i jej niedokładności na podstawie standardowych danych odniesienia.

2. W celu ustalenia wartości wielkości odtwarzanej należy pobrać w sposób losowy nie mniej niż po 3 ampułki każdego roztworu.

3. Niedokładność wzorców stanowi, zgodnie z prawem sumowania błędów, sumę granicznych błędów przypadkowych i niewyeliminowanych błędów systematycznych przy prawdopodobieństwie nie niższym niż 95%.

4. Przy wyznaczaniu niedokładności wzorców należy uwzględnić następujące błędy składowe:
1) w przypadku wzorców, dla których wartość wzorca została ustalona metodą opisaną w ust. 1 pkt 1:
   a) błąd graniczny wzorcowego stanowiska pomiarowego,
   b) błąd graniczny dla wartości średniej wielkości odtwarzanej wzorca, wyznaczonej podczas po-

miarów na wzorcowym stanowisku pomiarowym w ustalonych warunkach odniesienia,

c) granice nie wyeliminowanych błędów systematycznych wynikające m.in. z udziału wielkości wpływających (przypadkowe zmiany temperatury, niedokładność podziałki długości fal, niedokładność pomiaru masy, grubości warstwy absorpcyjnej i in.);

2) w przypadku wzorców, dla których wartość wzorca została ustalona metodą opisaną w ust. 1 pkt 2:

a) błąd standardowych danych odniesienia,

b) błąd metody odtwarzania wzorca.

5. Sumaryczny błąd graniczny dokładności wyznaczony dla $n \geqslant 7$ i $P \geqslant 95\%$ nie powinien być większy niż:

1) ±0,5% (bezwzgl.) — dla wzorca transmitancji,

2) ±1,5% (wzgl.) — dla wzorca absorbancji.

6. Niestabilność wzorców należy określać w oparciu o wyniki badań kilkuletnich i wyrażać jako średnią zmianę transmitancji lub absorbancji w okresie 1 roku.

Oznakowanie i opakowanie wzorców

§ 12.1. Wzorzec powinien być zaopatrzony w odpowiednią etykietę, umieszczoną na zewnętrznym opakowaniu wzorca.

2. Etykieta powinna zawierać następujące oznaczenia, wykonane w sposób czytelny, trwały i estetyczny:

1) nazwę wytwórcy,

2) nazwę wzorca,

3) numer wzorca lub znak identyfikujący go w sposób jednoznaczny,

4) inne dane w zależności od potrzeb.

3. Numer lub znak wzorca powinien również znajdować się na bezpośrednim opakowaniu wzorca (ampułka z wzorcem ciekłym, oprawka wzorca stałego). W przypadku zestawu wzorców elementy zestawu powinny mieć numery identyfikacyjne.

Dokumentacja wzorców

§ 13.1. Dokumentacja wzorców obejmuje:

1) sprawozdanie techniczne z badań wykonanych, w celu ustalenia charakterystyki metrologicznej wzorca, przechowywane w archiwum wytwórcy i będące podstawą wydania świadectwa wzorca,

2) świadectwo wzorca,

3) świadectwo legalizacji wzorca; w przypadku gdy wzorzec został wytworzony przez państwową służbę miar lub upoważnioną instytucję, świadectwo legalizacji można zastąpić adnotacją w świadectwie wzorca, że wzorzec spełnia wymagania przepisów legalizacyjnych.

2. Świadectwo wzorca powinno zawierać dane wymienione na etykiecie (§ 12 ust. 2), a ponadto:

1) transmitancje i/lub absorbancje wzorca dla danych warunków odniesienia oraz ich niedokładności,

2) warunki odniesienia,

3) przeznaczenie wzorca i zakres stosowania,

4) okres ważności wzorca,

5) charakterystykę wzorca, uwzględniającą m.in. rodzaj materiału, z którego wykonano wzorzec, tolerancje wykonawcze, rodzaj i czystość substancji chemicznych, z których przygotowano wzorce ciekłe, ich stężenie, wartość pH i inne niezbędne dane (np. funkcje wpływu),

6) sposób wyznaczenia wartości wzorca,

7) sposób i warunki odtwarzania wartości wzorca,

8) zasady przechowywania wzorca,

9) datę wystawienia świadectwa,

10) inne dane w zależności od potrzeb.

Warunki legalności wzorców

§ 14. Wzorzec uważa się za legalny, jeżeli:

1) jest zaopatrzony w świadectwo legalizacji wzorca lub świadectwo wzorca z adnotacją o spełnieniu wymagań przepisów legalizacyjnych,

2) termin ważności wzorca określony w świadectwie nie został przekroczony,

3) nie nastąpiło uszkodzenie wzorca lub jego bezpośredniego opakowania.

Przechowywanie wzorców

§ 15.1. Wzorce stałe i ciekłe powinny być przechowywane w opakowaniu producenta, w temperaturze pokojowej i w atmosferze wolnej od pyłu, substancji żrących i korodujących.

2. Wystawianie wzorca na działanie promieniowania powinno być ograniczone tylko do niezbędnego czasu trwania pomiarów.

Postanowienie końcowe

§ 16. Zarządzenie wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Postępowanie przy czynnościach metrologicznych

5,54/2

Załącznik nr 6 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

INSTRUKCJA NR 8
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
o sprawdzaniu odważników handlowych dokładniejszych

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) wydaje się następującą instrukcję:

Przedmiot sprawdzania

§ 1.1. Instrukcja dotyczy sprawdzania odważników handlowych dokładniejszych, wykonanych z mosiądzu lub stali nierdzewnej i niemagnetycznej, zwanych dalej „odważnikami".

2. Odważniki powinny odpowiadać zarządzeniu nr 36 Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości z dnia 10 września 1987 r. w sprawie ustalenia przepisów o odważnikach handlowych dokładniejszych (Dz. Norm. i Miar nr 12, nr klas. metrolog. 3,54/4, zał. 1).

3. Odważniki handlowe dokładniejsze wykonane z żeliwa, mające kształt i wymiary odważników handlowych zwyczajnych, a różniące się od nich wpustką mosiężną wykonaną na górnej powierzchni główki lub korpusu, należy sprawdzać zgodnie z instrukcją nr 1 Prezesa PKNMiJ z dnia 25 maja 1983 r. o sprawdzaniu odważników żeliwnych handlowych zwyczajnych (Dz. Norm. i Miar nr 7, nr klas. metrolog. 5,52/3).

Błędy masy tych odważników powinny być zgodne z błędami granicznymi dopuszczalnymi, określonymi w przepisach wymienionych w ust. 2.

§ 2.1. Do sprawdzania odważników upoważnione są obwodowe urzędy miar.

2. Odważniki użytkowane sprawdza się w urzędzie miar, a odważniki nowo wykonane mogą być sprawdzane w punkcie legalizacyjnym w wytwórni.

Narzędzia pomiarowe i materiały pomocnicze stosowane do sprawdzania

§ 3.1. Do sprawdzania odważników są potrzebne:

1) narzędzia pomiarowe:
   a) wagi legalizacyjne II rzędu z jednym wyznaczonym położeniem równowagi o obciążeniu maksymalnym 25 kg (lub 50 kg), 5 kg, 500 g, 50 g, 5 g i 500 mg.
      Dopuszcza się stosowanie wag z wieloma wyznaczonymi położeniami równowagi, w tym:
      — wag analitycznych typu WA-31 do sprawdzania odważników o masie od 200 g do 10 mg,
      — wag analitycznych typu WA-33 do sprawdzania odważników o masie od 200 g do 1 g.
      Odważniki włącznikowe znajdujące się w wagach analitycznych mogą być używane tylko jako odważniki tarowe,
   b) wzorce masy III rzędu (tzw. wzorce bezpośrednie dokładniejsze) o masie od 20 kg do 1 mg,
   c) podwójny komplet odważników uchybieniowych; jeden odważnik uchybieniowy stosuje się przy legalizacji pierwotnej i ponownej, dwa odważniki — do sprawdzania, czy masa odważników mieści się w granicach błędów obiegowych,
   d) odważniki tarowe,
   e) suwmiarka, głębokościomierz do sprawdzania kształtu i wymiarów odważników,
   f) termometr laboratoryjny z działką elementarną o wartości 1°C do pomiaru temperatury otoczenia w pomieszczeniu wagowym,
   g) wilgotnościomierz z działką elementarną o wartości 5% do pomiaru wilgotności względnej w pomieszczeniu wagowym,
   h) barometr rtęciowy z działką elementarną o wartości $\leqslant$ 100 Pa (lub 1 mmHg) do pomiaru ciśnienia atmosferycznego w pomieszczeniu wagowym;

2) materiały pomocnicze:
   a) materiał wzorcowniczy:
      — ołów i drut mosiężny do wzorcowania odważników mosiężnych bez jamy wzorcowniczej,

— kawałki materiału, z którego wykonane są odważniki stosowane do wzorcowania odważników z jamą wzorcowniczą przy legalizacji pierwotnej i ponownej,
— śrut ołowiany o średnicy nie przekraczającej 3 mm oraz kawałki ołowiu do wzorcowania odważników z jamą wzorcowniczą przy legalizacji ponownej,

b) krążki z materiału, z którego wykonane są odważniki i plomby ołowiane o odpowiednich średnicach do zamykania jam wzorcowniczych w odważnikach,
c) obcążki i imadło ze szczękami wyłożonymi skórą lub preszpanem,
d) pincety, widełki, ściereczki lniane lub ircha do chwytania odważników,
e) ściereczki lniane do czyszczenia odważników i pędzelki do czyszczenia skrzynek wraz z gniazdami,
f) komplet cyfr do wyciskania liczb na skrzynce,
g) przybory warsztatowe i inne, jak przebijaki, dłubaki, dobijaki płaskie do odważników z jamą wzorcowniczą, odpowiednio wykonane kowadełka — podstawki zabezpieczające odważniki przed uszkodzeniem przy zamykaniu jamy wzorcowniczej i cechowaniu, kasowniki, młotki, szczypce płaskie, cęgi, skrobaki, piliczki, naczynka na materiał wzorcowniczy itp.

2. Wymagania techniczne i metrologiczne dla wag legalizacyjnych, wzorców masy i odważników uchybieniowych są określone w instrukcji nr 19 Prezesa PKNiM z dnia 2 lipca 1977 r. o sprawdzaniu narzędzi pomiarowych stosowanych do legalizacji odważników handlowych dokładniejszych i zwyczajnych (Dz. Norm. i Miar z 1977 r. nr 21, nr klas. metrolog. 5.548/1).

Warunki sprawdzania

§ 4.1. Pomieszczenie, w którym są sprawdzane odważniki, powinno być nieprzechodnie, położone z dala od dróg transportowych, źródeł drgań i wstrząsów. Wskazane jest, aby pomieszczenie położone było od strony północnej i na parterze.

2. Temperatura w pomieszczeniu powinna wynosić (20 ±5)°C. Zmiany temperatury podczas sprawdzania odważników nie powinny przekraczać 1°C na godzinę.

3. Wilgotność względna w pomieszczeniu powinna wynosić (60 ±15)%.

4. Wagi legalizacyjne powinny być ustawione na konsolach ściennych lub specjalnych stołach. Wagi nie używane należy nakrywać pokrowcami.

5. Wzorce masy powinny być stosowane i przechowywane zgodnie z przepisami stanowiącymi załącznik do zarządzenia nr 52 Prezesa PKNiM z dnia 28 kwietnia 1978 r. w sprawie ustalenia przepisów o właściwym użytkowaniu wzorców masy III rzędu o masie nominalnej od 1 mg do 20 kg i IV rzędu o masie nominalnej od 5 g do 20 kg (Dz. Norm. i Miar z 1978 r. nr 11, nr klas. metrolog. 2,548/1).

6. Odważniki uchybieniowe powinny być przechowywane pod zamknięciem i nie powinny być dotykane bezpośrednio ręką.

Czynności sprawdzania

§ 5. Sprawdzanie odważników obejmuje następujące czynności:

1) oględziny zewnętrzne,
2) przygotowanie odważników do sprawdzenia,
3) sprawdzenie masy odważników,
4) wzorcowanie odważników,
5) sprawdzenie masy wywzorcowanych odważników.

Przebieg sprawdzania

Oględziny zewnętrzne

§ 6.1. Przy oględzinach zewnętrznych odważników nowo wykonanych należy sprawdzić, czy odpowiadają one wymaganiom przepisów wymienionych w § 1 ust. 2 dotyczącym wielkości nominalnych, składu kompletu, materiału, kształtu, konstrukcji, wymiarów, jakości powierzchni, oznaczeń i opakowania (skrzynki). Sprawdzenia tego można dokonać przez porównanie nowo wykonanych odważników z wzorami zatwierdzonymi do produkcji.

2. Odważniki nowo wykonane z jamą wzorcowniczą powinny być zgłaszane do legalizacji w stanie wywzorcowanym, z jamą wzorcowniczą nie zamkniętą na trwałe (z nie dobitą plombą ołowianą).

3. W odważnikach nowo wykonanych z jamą wzorcowniczą należy również wyrywkowo sprawdzić:

1) czy ujście jamy wzorcowniczej ma prawidłowy kształt i wymiary,
2) czy krążek nie zasłania rowka zapewniającego trwałe zamknięcie odważnika plombą ołowianą,
3) czy jama wzorcownicza nie jest zapełniona materiałem wzorcowniczym więcej niż do 1/3 wysokości,
4) czy w jamie wzorcowniczej nie ma pozostałości pasty polerskiej, smaru itp.

4. Przy oględzinach zewnętrznych odważników użytkowanych należy sprawdzić:

1) czy dostarczone do legalizacji odważniki są oczyszczone z brudu,
2) czy odważniki nie wykazują uszkodzeń powierzchni, jak np. wgłębień, rys większych niż dopuszczają przepisy wymienione w § 1 ust. 2,
3) czy plomba w odważnikach z jamą wzorcowniczą lub korek zamykający wywierconą jamę wzorcowniczą nie jest osadzony za głęboko. Odważniki z plombą lub korkiem osadzonym za głęboko należy przeznaczyć do wzorcowania bez względu na ich błędy masy, w celu prawidłowego osadzenia plomby lub korka.

Przygotowanie odważników do sprawdzenia

§ 7.1. Przed przystąpieniem do sprawdzenia odważników należy oczyścić zarówno odważniki jak i skrzynki.

2. Oczyszczone odważniki należy pozostawić w pokoju wagowym na okres nie krótszy niż (3 ÷ 4) godziny.

Sprawdzanie masy odważników

§ 8.1. Sprawdzenia masy odważników dokonuje się metodą Bordy (zwaną metodą podstawiania lub tary) przez porównanie z wzorcami III rzędu o tej samej masie nominalnej. Porównania tego należy dokonać na wagach legalizacyjnych II rzędu.

2. Sprawdzenie masy odważników nowo wykonanych i po wzorcowaniu polega na stwierdzeniu, czy masa odważników mieści się w dopuszczalnych granicach określonych dla legalizacji pierwotnej i ponownej po wzorcowaniu, z tym, że dopuszcza się błędy tylko dodatnie.

3. Sprawdzenie masy odważników użytkowanych polega na stwierdzeniu, czy masa odważników mieści się w dopuszczalnych granicach określonych dla legalizacji ponownej, z tym, że dopuszcza się błędy dodatnie i ujemne.

4. Przed przystąpieniem do pomiarów należy wagę ustawić według poziomnicy, wytarować, a następnie kilkakrotnie włączyć i wyłączyć, obserwując wskazania.

5. Przy sprawdzaniu odważników na wagach legalizacyjnych z jednym wyznaczonym położeniem równowagi, należy na szalkę prawą postawić wzorzec III rzędu *K*, a na szalkę lewą odważnik tarowy *T*, po czym wyznaczyć położenie równowagi (*T-K*).

6. Przy sprawdzaniu odważników nowych i użytkowanych po wzorcowaniu na miejsce wzorca *K* należy postawić odważnik sprawdzany *B*, a odważnik uchybieniowy umieścić po stronie odważnika tarowego, po czym sprawdzić położenie równowagi wagi.

Jeżeli wskazówka wagi dojdzie do położenia równowagi, wyznaczonego przy ważeniu (*T-K*), lub odchyli się od niego w przeciwną stronę, wówczas błąd odważnika sprawdzanego mieści się w granicach dopuszczalnych. W przeciwnym przypadku odważnik należy wywzorcować ponownie.

Przy sprawdzaniu odważników o masie nominalnej 200 mg i 100 mg można stosować odważniki uchybieniowe z oznaczeniem 500 mg (ponieważ błędy graniczne dopuszczalne odważników 500 mg, 200 mg i 100 mg są takie same), lub korzystać z urządzenia konikowego.

Przy sprawdzaniu odważników o masie 50 mg i mniejszej zamiast odważników uchybieniowych należy stosować koniki ustawiane na odpowiednim wrębie podziałki konikowej wagi legalizacyjnej o obciążeniu maksymalnym 500 mg (1 g).

7. Przy sprawdzaniu odważników użytkowanych na miejsce wzorca *K* należy postawić odważnik sprawdzany *B*. Jeżeli jego masa jest za mała, to obok niego należy umieścić odważnik uchybieniowy. Jeżeli jego masa jest za duża, to odważnik uchybieniowy należy umieścić po stronie odważnika tarowego.

Jeżeli wskazówka wagi dojdzie do położenia równowagi wyznaczonego przy ważeniu (*T-K*) lub odchyli się od niego w przeciwną stronę, wówczas błąd masy odważnika sprawdzanego mieści się w granicach dopuszczalnych.

Jeżeli po dołożeniu odważnika uchybieniowego wskazówka wagi nie dojdzie do położenia wyznaczonego przy ważeniu (*T-K*), wówczas odważnik sprawdzany należy wywzorcować, a następnie sprawdzić.

8. Odważniki nowo wykonane można sprawdzać stawiając kolejno na szalkę wagi kilka odważników *B* o tych samych masach nominalnych (*T-B*) i dokonując co *n* odważników ważenia z wzorcem kontrolnym (*T-K*) według następującego schematu:

T-K
T-B$_1$
.....
T-B$_n$
T-K, gdzie $n \leqslant 10$.

9. Sprawdzenia odważników można dokonywać na wadze z wieloma wyznaczonymi położeniami równowagi, tj. z podziałką uchylną mianowaną w jednostkach masy.

W tym przypadku, jeżeli błędy graniczne dopuszczalne odważników sprawdzanych mieszczą się w zakresie podziałki uchylnej, to błędy odważników można odczytać na tej podziałce. W pozostałych przypadkach należy stosować odważniki uchybieniowe.

W przypadku stosowania wag analitycznych np. WA-31 i WA-33 do sprawdzania odważników o masie 200 g i mniejszej należy:

1) odważniki włącznikowe stosować wyłącznie jako odważniki tarowe;
2) w wadze WA-33 położenie równowagi wagi nie obciążonej ustawić w połowie podziałki uchylnej;
3) dołożyć odważnik uchybieniowy, jeżeli odważnik sprawdzany *B* jest za ciężki:
   a) na wieszaku odważników włącznikowych w wadze WA-31,
   b) na tylnej szalce w wadze WA-33.

Sprawdzenie odważników na tych wagach przebiega jak opisano w ust. 4, 5, 6 i 7.

Wzorcowanie odważników

§ 9. Wzorcowania odważników należy dokonywać na wagach handlowych dokładniejszych z wyłącznikiem (lub technicznych), stosując metodę podstawiania.

§ 10.1. Odważniki nowo wykonane bez jamy wzorcowniczej, jeżeli mają za dużą masę, należy wzorcować poprzez ścieranie nadmiaru materiału z dna odważnika. Jeżeli ich masa jest za mała, należy je brakować.

2. Przy wzorcowaniu nowych odważników z jamą wzorcowniczą należy na prawą szalkę postawić wzorzec III rzędu *K* i naczynko na materiał wzorcowniczy, równoważąc je odpowiednią tarą *T* na lewej szalce. Następnie, na miejsce wzorca *K* należy postawić odważnik wzorcowany *B* (pusty), krążek i plombę ołowianą o odpowiednich średnicach, a po stronie tary odważnik uchybieniowy i do naczynka wsypać materiał wzorcowniczy (czyste kawałki mosiądzu), tak aby nastąpiło zrównoważenie w granicach błędów wzorcowania (dopuszcza się błędy tylko dodatnie — § 9 ust. 1 przepisów wymienionych w § 1 ust. 2). Z kolei należy zdjąć odważnik z szalki, wsypać do jamy wzorcowniczej materiał wzorcowniczy i sprawdzić, czy nie wypełnia on jamy więcej niż do 1/3 jej wysokości (ocena wzrokowa).

3. Po wzorcowaniu należy zamknąć jamę wzorcowniczą. W tym celu należy w kanale jamy wzorcowniczej umieścić krążek, a na nim plombę ołowianą (oba elementy używane w czasie wzorcowania). Następnie należy dobić plombę tak, aby szczelnie wypełniała ujście jamy wzorcowniczej i aby z niej nie wypadła. Plomba nie powinna być zagłębiona więcej niż 0,5 mm.

§ 11.1. Odważniki użytkowane należy wzorcować wtedy, kiedy ich błędy przekraczają błędy graniczne dopuszczalne przy legalizacji ponownej.

2. Przed wzorcowaniem odważników z jamą wzorcowniczą należy wyjąć plombę ołowianą (otworzyć odważnik). Można to wykonać za pomocą dłubaka. Ostrze dłubaka należy umieścić centrycznie w stosunku do średnicy plomby, uderzyć w niego młotkiem, aż do zaklinowania ostrza w otworze krążka, po czym przechylić dłubak w jedną stronę i pociągnąć, tak aby wyjąć plombę ołowianą wraz z krążkiem. Należy przy tym uważać, żeby nie uszkodzić górnej powierzchni główki odważnika.

3. Wzorcowania użytkowanych odważników z jamą wzorcowniczą należy dokonywać zgodnie z § 10 ust. 2. Przy legalizacji ponownej jako materiał wzorcowniczy można stosować czyste kawałki mosiądzu lub śrut ołowiany.

4. Po wzorcowaniu jamę wzorcowniczą należy zamknąć w sposób podany w § 10 ust. 3.

5. Odważniki użytkowane o masie od 20 kg do 5 g bez jamy wzorcowniczej, których masa jest za mała, można wywzorcować poprzez wywiercenie otworu w dnie lub górnej powierzchni korpusu i zapełnienie go metalem o gęstości większej niż gęstość materiału odważnika, np. ołowiem.

Średnice otworów w odważnikach o masie 20 kg i 10 kg nie powinny przekraczać 10 mm, w odważnikach o masach od 5 kg do 1 kg — 5 mm, w odważnikach o masach od 500 g do 100 g — 4 mm, a w odważnikach o masach od 50 g do 5 g — 3 mm.

W odważnikach o masie 20 g i większej otwór należy zamknąć w sposób trwały korkiem wykonanym z tego samego materiału, co odważnik. Otworów wzorcowniczych wierconych na górnej powierzchni korpusu można nie zamykać korkiem a całkowicie wypełnić ołowiem.

Korek lub ołów wypełniający otwór należy osadzić w taki sposób, aby jego powierzchnia nie znajdowała się poniżej powierzchni odważnika, ani też nie wystawała ponad tę powierzchnię. Niedopuszczalne są również szczeliny między korkiem lub ołowiem, wypełniającym otwór, a krawędzią otworu wierconego.

Powierzchnia korka lub ołowiu wypełniającego otwór powinna być gładka i płaska. Korek lub ołów nie powinien zapadać się przy cechowaniu i nie powinien dawać się wyjąć bez uszkodzenia cechy.

6. Odważniki bez jamy wzorcowniczej, których masa jest za duża, należy wzorcować poprzez ścieranie nadmiaru materiału z dna odważnika.

Sprawdzanie masy wywzorcowanych odważników

§ 12.1. Masę wywzorcowanych odważników należy sprawdzić po zamknięciu jamy wzorcowniczej według § 10 ust. 3.

Sprawdzenia masy należy dokonać na wagach legalizacyjnych II rzędu zgodnie z § 8.

2. Masa odważników powinna mieścić się w dopuszczalnych granicach określonych dla legalizacji pierwotnej i ponownej po wzorcowaniu.

Cechowanie

§ 13.1. Odważniki odpowiadające wymaganiom przepisom wymienionych w § 1 ust. 2 należy cechować zgodnie z tymi przepisami.

2. Na odważnikach o masie 10 g i mniejszej cechę roczną o wymiarze 0,8 mm należy umieścić blisko krawędzi bocznej (nie na środku, tak aby pozostało miejsce na następne cechy).

3. Cechę urzędu należy nanieść na ołowiu wypełniającym otwór lub korku zamykającym otwór wywiercony w czasie wzorcowania odważników bez jamy wzorcowniczej.

4. W czasie nanoszenia cech odważniki powinny być umieszczone w odpowiednich kowadełkach lub na odpowiednich podstawach zabezpieczających odważniki przed uszkodzeniem.

Postępowanie przy brakowaniu

§ 14. Zgłoszone do legalizacji odważniki, zbrakowane z powodu zużycia lub uszkodzenia, np. mające duże wgłębienia na powierzchni, uszkodzone oznaczenia, lub odważniki nie dające się wywzorcować należy zwrócić zgłaszającemu ze skasowaną cechą legalizacyjną.

Postanowienia końcowe

§ 15.1. Traci moc instrukcja nr 9 Prezesa PKNMiJ z dnia 5 sierpnia 1980 r. o sprawdzaniu odważników handlowych dokładniejszych (Dz. Norm. i Miar nr 19, nr klas. metrolog. 5,54/1).

2. Instrukcja wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Postępowanie przy czynnościach metrologicznych

5,690/1

Załącznik nr 7 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

INSTRUKCJA NR 9
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
o sprawdzaniu wag automatycznych porcjujących

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 11, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 czerwca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) wydaje się następującą instrukcję:

Przedmiot sprawdzania

§ 1.1. Instrukcja dotyczy sprawdzania wag automatycznych porcjujących, zwanych dalej „wagami".

2. Wagi powinny odpowiadać wymaganiom zarządzenia nr 32 Prezesa PKNMiJ z dnia 20 lipca 1987 r. w sprawie ustalenia przepisów o wagach automatycznych porcjujących (Dz. Norm. i Miar nr 9, nr klas. metrolog. 3,690/1, zał. 4).

3. Instrukcja ma również zastosowanie do urządzeń porcjujących, w których odmierzanie masy porcji materiału następuje przez pomiar objętości, w zakresie dotyczącym tych urządzeń.

§ 2. Instrukcję należy stosować przy legalizacji wag przez urzędy miar, jak również przy okresowym sprawdzaniu wag dokonywanym przez ich użytkowników.

Narzędzia pomiarowe stosowane do sprawdzania

§ 3.1. Do sprawdzania wag należy stosować wagę pomocniczą, przeznaczoną do kontrolnego ważenia porcji materiału odważonych samoczynnie na wadze sprawdzanej.

Waga pomocnicza powinna umożliwiać ważenie porcji materiału z błędem nie przekraczającym 1/10 nominalnej wartości zakresu rozrzutu sprawdzanej wagi.

2. Wagi należy sprawdzać w miejscu ich ustawienia i użytkowania, w warunkach odpowiadających normalnym warunkom eksploatacji.

Czynności sprawdzania

§ 4. Sprawdzanie wagi obejmuje kolejno następujące czynności:

1) sprawdzenie konstrukcji, oznaczeń i działania wagi,
2) sprawdzenie właściwości metrologicznych:
   a) wyznaczenie zakresu rozrzutu,
   b) wyznaczenie zmiany nastawienia wagi,
3) dokumentowanie wyników sprawdzenia i cechowanie.

Przebieg sprawdzania

Sprawdzanie konstrukcji, oznaczeń i działania wagi

§ 5.1. Przy legalizacji pierwotnej wagi należy sprawdzić:

1) czy typ wagi został zatwierdzony lub czy waga została dopuszczona do legalizacji odrębną decyzją,
2) czy konstrukcja wagi i jej zespołów jest zgodna z wymaganiami przepisów wymienionych w § 1 ust. 2 oraz z decyzją o zatwierdzeniu typu lub dopuszczeniu do legalizacji,
3) czy waga ma przystosowaną do cechowania tabliczkę z oznaczeniem jednej lub kilku nominalnych wartości *W* zakresu rozrzutu, ustalonych dla danej masy porcji, rodzaju materiału i wydajności odważania,
4) czy waga ma wpustki przeznaczone do odciśnięcia cech legalizacyjnych, odpowiadające wymaganiom przepisów wymienionych w § 1 ust. 2.

2. W czasie pracy wagi kompletnej w cyklu automatycznego odważania należy sprawdzić:

1) sprawność działania urządzeń doprowadzających materiał do wagi,
2) działanie urządzeń sterujących automatycznym cyklem odważania, w tym: stopniowe zamykanie dopływu materiału do zbiornika, całkowite opróżnienie zbiornika, szczelne zamknięcie zbiornika po opróżnieniu,
3) sprawność działania urządzenia regulującego średnią masę porcji (regulatora napełnień) oraz licznika sumującego liczbę odważeń lub masę materiału (jeżeli są stosowane).

Sprawdzanie właściwości metrologicznych

§ 6.1. Wagi, w których zespół wagowy stanowi waga nieautomatyczna wskazująca masę odważanych porcji, należy sprawdzać przy obciążeniu statycznym, jeżeli zastosowanie takiego obciążenia jest możliwe. Sposób sprawdzenia i wymagania są takie jak dla wag nieautomatycznych klasy dokładności 3.

2. Właściwości metrologiczne wag należy sprawdzać w podobny sposób jak podano w instrukcji nr 8 Prezesa PKNiM z dnia 14 maja 1976 r. o sprawdzaniu wag automatycznych odważających (Dz. Norm. i Miar nr 15, nr klas. metrolog. 5,69/2).

3. Wagi podlegają sprawdzeniu w normalnych warunkach podczas eksploatacji odważania automatycznego. Sprawdzenie to obejmuje:

1) wyznaczenie zakresu rozrzutu,
2) wyznaczenie zmiany nastawienia.

4. Sprawdzenie urządzeń porcjujących objętościowo (§ 1 ust. 3) obejmuje jedynie wyznaczenie zakresu rozrzutu według § 7 ust. 1 ÷ 4.

Wyznaczanie zakresu rozrzutu

§ 7.1. Sprawdzeniu podlega każda z ustalonych dla wagi nominalnych wartości W zakresu rozrzutu. Jeżeli waga wyposażona jest w automatyczne urządzenie korekcyjne, które może być wyłączane, zakres rozrzutu należy wyznaczyć przy włączonym i wyłączonym urządzeniu.

2. Zakres rozrzutu wagi należy wyznaczyć na podstawie mas porcji wchodzących w skład próbki o liczności odpowiedniej do wydajności odważania. Liczność n próbki w zależności od wydajności odważania N (liczby odważeń w czasie 1 godziny pracy wagi) przedstawia tablica 1.

Tablica 1

Wydajność odważania N (liczba odważeń w czasie 1 h)	Liczność próbki n
65 i poniżej	10
66 do 110	15
111 do 180	20
181 do 300	25
301 do 500	30
501 do 800	35
801 do 1300	40
1301 do 3200	50
3201 do 8000	60
8001 do 22000	90
22001 do 110000	150
ponad 110000	200

3. Próbkę o liczności n porcji należy pobierać w miarę możliwości według kolejności odważania. Nominalna masa próbki, wydajność odważania i stosowany materiał powinny być zgodne z danymi ustalonymi dla sprawdzanej nominalnej wartości zakresu rozrzutu. Pobrane porcje o masach M_i należy odważyć na wadze pomocniczej, a ich masy wpisać według kolejności odważania do zapiski sprawdzania. Masy porcji należy grupować po 5 i dla każdej z grup wyznaczyć wartość zakresu rozrzutu W_i jako różnicę skrajnych wartości. Średnią wartość zakresu rozrzutu W z wszystkich grup danej próbki wyznacza się z zależności

$$\overline{W} = \frac{\sum_{i=1}^{j} W_i}{j} \qquad [1]$$

gdzie:

W_i — różnica skrajnych wartości masy porcji w poszczególnych grupach,
j — liczba grup w próbce.

4. Wynik wyznaczenia zakresu rozrzutu należy uważać za pozytywny, jeżeli:

1) przy legalizacji:

a) wag $\lambda \cdot \overline{W} \leqslant \frac{2}{3} W$ [2]

b) urządzeń porcjujących objętościowo $\lambda \cdot \overline{W} \leqslant W$ [3]

2) w czasie użytkowania $\lambda \cdot \overline{W} \leqslant W$ [4]

gdzie:

W — nominalna wartość zakresu rozrzutu,
$\overline{W}$ — średnia wartość rozrzutu próbki,
λ — współczynnik liczności próbki podany w tablicy 2.

5. Sprawdzenie według ust. 3 (próbka 2) należy powtórzyć po 300 cyklach ważenia lub 1 godzinie pracy wagi, jeżeli wydajność wagi jest większa niż 300 cykli na godzinę.

6. Podczas dokonywania obydwóch sprawdzeń (próbka 1 i 2) temperatura otoczenia powinna być jednakowa. W przerwie między pierwszym a drugim sprawdzeniem nastawienie wagi (średnia masa porcji) nie powinno być regulowane. Wyniki obydwu sprawdzeń wyliczone według ust. 4 powinny być pozytywne.

Wyznaczanie zmiany nastawienia

§ 8.1. Zmianę nastawienia wagi należy wyznaczać jako różnicę średnich wartości $\overline{M}_1$ i $\overline{M}_2$ mas porcji z próbki 1 i próbki 2 (§ 7 ust. 3 i 5).

2. Średnią masę porcji oblicza się ze wzorów

$$\overline{M}_1 = \sum_{i=1}^{n} M_{i1} \quad i \quad \overline{M}_2 = \sum_{i=1}^{n} M_{i2} \qquad [5]$$

gdzie:

M_{i1} — masy porcji z próbki 1,
M_{i2} — masy porcji z próbki 2,
n — liczność próbki.

Tablica 2

Liczność próbki n	10	15	20	25	30	35	40	50	60	90	150	200
Współczynnik λ	1,11	1,19	1,24	1,28	1,32	1,34	1,36	1,40	1,42	1,47	1,52	1,54

3. Wynik wyznaczenia zmiany nastawienia należy uważać za pozytywny, jeżeli

$$|\overline{M}_1 - \overline{M}_2| \leqslant \frac{1}{2} W \qquad [6]$$

Dokumentowanie wyników sprawdzenia i cechowanie

§ 9.1. Dokumentem potwierdzającym dokonanie sprawdzenia wagi jest zapiska sprawdzania wypełniona według przykładu podanego w załączniku.

2. Masy porcji M_{i1} i M_{i2} pobranych podczas sprawdzania pierwszego i drugiego należy wpisać do kolumny M_{i1} i M_{i2} zapiski sprawdzania według kolejności odważania grupując po 5 porcji. Dla każdej grupy należy wyliczyć wartość zakresu rozrzutu W_i jako różnicę skrajnych wartości i wpisać do kolumny W_i.

3. Posługując się wzorem [1] należy wyliczyć średnią wartość zakresu rozrzutu $\overline{W}$ dla próbki pierwszej i drugiej i otrzymane wartości wpisać do zapiski sprawdzania.

4. Na podstawie obliczonej średniej wartości rozrzutu $\overline{W}$ i przyjętego z tablicy 2 współczynnika λ należy dokonać oceny wyniku wyznaczenia zakresu rozrzutu, posługując się przy tym wzorem [2] lub [4].

5. Posługując się wzorem [5] należy wyliczyć średnie masy porcji $\overline{M}_1$ i $\overline{M}_2$ dla próbki pierwszej i drugiej i otrzymane wartości wpisać do zapiski sprawdzania.

6. Na podstawie obliczanych średnich wartości mas $\overline{M}_1$ i $\overline{M}_2$ z poszczególnych próbek należy dokonać oceny wyznaczenia zmiany nastawienia, posługując się wzorem [6].

7. Postanowienia ust. 5 i 6 nie dotyczą urządzeń porcjujących objętościowo.

Przykład dokumentowania sprawdzenia wagi automatycznej porcjującej

Sprawdzana waga przeznaczona jest do odważania cukru.

Sprawdzanie jest dokonywane przy legalizacji wagi. Parametry wagi są następujące:

1) obciążenie maksymalne Max = 2000 g,
2) nominalny zakres rozrzutu W = 21 g,
3) nominalna masa porcji M = 1000 g,
4) maksymalna liczba odważeń w jednostce czasu N = 1500 odważeń/h.

Zgodnie z tablicą 1 (§ 7 ust. 2) liczność próbki n przy maksymalnej liczbie odważeń w jednostce czasu N = 1500 odważeń/h, wynosi 50 porcji.

Zakres rozrzutu W_i dla poszczególnych grup wynosi:
próbka 1: 8 g, 4 g, 8 g, 10 g, 6 g, 6 g, 6 g, 12 g, 12 g, 10 g;
próbka 2: 6 g, 8 g, 8 g, 8 g, 10 g, 12 g, 10 g, 6 g, 6 g.

Średnia wartość zakresu rozrzutu $\overline{W}$ wynosi:
dla próbki 1 — 8,2 g,
dla próbki 2 — 8,6 g.

Zgodnie z tablicą 2 (§ 7 ust. 4) współczynnik λ dla n = 50 wynosi 1,4.

Zatem iloczyn $\lambda \cdot \overline{W}$ wynosi:
dla próbki 1 : $1{,}4 \cdot 8{,}2 = 11{,}5$ g
dla próbki 2 : $1{,}4 \cdot 8{,}6 = 12$ g.

Wyniki wyznaczenia zakresu rozrzutu dla próbki 1 i próbki 2 należy uznać za pozytywne, ponieważ:

dla próbki pierwszej: $\lambda \cdot \overline{W} = 11{,}5 \text{ g} \leqslant \frac{2}{3} W = \frac{2}{3} \cdot 21 = 14$ g,

dla próbki drugiej: $\lambda \cdot \overline{W} = 12 \text{ g} \leqslant \frac{2}{3} W = \frac{2}{3} \cdot 21 = 14$ g.

Średnia masa porcji $\overline{M}$ wynosi:
dla próbki 1 : $\overline{M}_1$ = 1000,66 g,
dla próbki 2 : $\overline{M}_2$ = 1002,72 g.

Wynik wyznaczenia zmiany nastawienia należy uznać za pozytywny, ponieważ

$$|\overline{M}_1 - \overline{M}_2| = |1000{,}66 - 1002{,}72| = 2{,}1 \text{ g} \leqslant \frac{1}{2} W = \frac{1}{2} \cdot 21 = 10{,}5 \text{ g}$$

8. W wyniku stwierdzenia, że sprawdzona waga odpowiada wymaganiom przepisów, należy nałożyć cechy legalizacyjne na tabliczce z oznaczeniem nominalnego zakresu rozrzutu, nominalnej masy porcji, maksymalnej liczby odważeń w jednostce czasu i rodzajem materiału odważanego oraz w miejscach wskazanych w decyzji o zatwierdzeniu typu wagi.

Postanowienia końcowe

§ 10.1. Traci moc instrukcja nr 8 Prezesa PKNiM z dnia 14 maja 1976 r. o sprawdzaniu wag automatycznych odważających (Dz. Norm. i Miar nr 15, nr klas. metrolog. 5,69/2) w części dotyczącej sprawdzania wag automatycznych porcjujących.

2. Instrukcja wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

ZAŁĄCZNIK

ZAPISKA SPRAWDZANIA AUTOMATYCZNEJ WAGI PORCJUJĄCEJ

Nr zgłoszenia . . . . . .
Zgłaszający: . . . . . .
Miejsce zainstalowania: . . . . . .
Sprawdzający: . . . . . .
Data sprawdzenia: . . . . . .

Typ wagi: . . . . . .
Producent: . . . . . .
Nr fabr.: . . . . . .
Obciążenie maks.: . . . . . *2000 g* . . . . . .
Materiał: . . . . . *cukier* . . . . . .

Wydajność odważania $N = 1600$ odw/h
Nominalna masa porcji $M = 1000$ g
Liczność próbki $n = 50$

Umowna masa kawałka μ = ... g
Nominalny zakres rozrzutu $W = 21$ g
Współczynnik $\lambda = 1{,}4$

Próbka 1, godz, 10^{30}					Próbka 2, godz, 11^{30}			
	M_{i1}	W_i	M_{i1}	W_i	M_{i2}	W_i	M_{i2}	W_i
1	1006		1000		1002		1002	
2	1002		1006		1004		1002	
3	998	$W_1 = 8$ g	1000	$W_7 = 6$ g	1000	$W_1 = 6$ g	1012	$W_7 = 10$ g
4	1004		1002		998		1010	
5	1002		1002		1000		1006	
6	1002		1000		1006		998	
7	1000		996		994		1006	
8	1004	$W_2 = 4$ g	992	$W_8 = 12$ g	1000	$W_2 = 8$ g	996	$W_8 = 12$ g
9	1003		1002		1002		1002	
10	1000		1004		1000		1008	
11	1004		1002		1006		1002	
12	1000		1008		1002		998	
13	996	$W_3 = 8$ g	996	$W_9 = 12$ g	1010	$W_3 = 8$ g	1002	$W_9 = 6$ g
14	1000		1002		1002		1000	
15	1002		1000		1008		1004	
16	998		998		996		1002	
17	1002		1000		1004		1006	
18	1006	$W_4 = 10$ g	1006	$W_{10} = 10$ g	1000	$W_4 = 8$ g	1000	$W_{10} = 6$ g
19	1000		1002		1002		1002	
20	996		996		1010		1000	
21	1000				1004			
22	998				998			
23	998	$W_5 = 6$ g			1002	$W_5 = 10$ g		
24	1000				1008			
25	994				1004			
26	998				1006			
27	1002				1002			
28	1002	$W_6 = 6$ g			996	$W_6 = 12$ g		
29	1004				1004			
30	998				1008			

Wyznaczenie zakresu rozrzutu
Średnia wartość zakresu rozrzutu $\overline{W} = 8{,}2$ g

Ocena wyznaczenia zakresu rozrzutu

$\lambda \cdot \overline{W} = 1{,}4 \cdot 8{,}2\text{ g} = 11{,}5\text{ g} \leqslant \frac{2}{3} \cdot W = 14$ g

Wynik: *pozytywny*

Wyznaczenie zakresu rozrzutu
Średnia wartość zakresu rozrzutu $\overline{W} = 8{,}6$ g

Ocena wyznaczenia zakresu rozrzutu

$\lambda \cdot \overline{W} = 1{,}4 \cdot 8{,}6\text{ g} = 12\text{ g} \leqslant \frac{2}{3} \cdot W = 14$ g

Wynik: *pozytywny*

Wyznaczenie zmiany nastawienia

Średnia masa porcji $\overline{M}_1 = 1000{,}66$ g

Średnia masa porcji $\overline{M}_2 = 1002{,}71$ g

Ocena wyznaczenia zmiany nastawienia: $|\overline{M}_1 - \overline{M}_2| \leqslant \frac{1}{2} \cdot W$

$|1000{,}66\text{ g} - 1002{,}72\text{ g}| \leqslant \frac{1}{2} \cdot 21$ g

$2{,}1\text{ g} \leqslant 10{,}5$ g

Wynik: *pozytywny*

POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI

METROLOGIA PRAWNA

Postępowanie przy czynnościach metrologicznych

5,8700/1

Załącznik nr 8 do Dziennika Normalizacji i Miar nr 12 z dnia 26 października 1987 r., poz. 28

INSTRUKCJA NR 10
PREZESA POLSKIEGO KOMITETU NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI
z dnia 10 września 1987 r.
o wykonywaniu badań międzylaboratoryjnych w celu wyznaczenia podstawowej charakterystyki metrologicznej wzorców analitycznych

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 2 ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o miarach i narzędziach pomiarowych (Dz. U. z 1966 r. nr 23, poz. 148 i z 1972 r. nr 1, poz. 83) i art. 2 ust. 1 ustawy z dnia 29 marca 1972 r. o utworzeniu Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości (Dz. U. z 1972 r. nr 11, poz. 82 i z 1979 r. nr 2, poz. 7) wydaje się następującą instrukcję:

Przedmiot badań

§ 1. Instrukcja dotyczy sposobu postępowania przy badaniu materiałów przeznaczonych na wzorce analityczne, zwane dalej „wzorcami", w zakresie wyznaczenia ich podstawowej charakterystyki metrologicznej, a mianowicie miary zawartości składnika chemicznego i jej niedokładności, drogą wykonania pomiarów w wielu laboratoriach, z użyciem różnych metod analitycznych.

Organizacja badań

§ 2.1. Organizacją badań międzylaboratoryjnych zajmuje się laboratorium wytwórcy wzorca, zwane dalej „laboratorium wiodącym".

2. Do obowiązków laboratorium wiodącego należy:

1) zorganizowanie zespołu laboratoriów uczestniczących w badaniach,
2) określenie wymagań dla metod analizy przewidzianych do zastosowania,
3) przygotowanie niezbędnej liczby próbek materiału do rozesłania laboratoriom uczestniczącym i przygotowanie odpowiedniej liczby próbek rezerwowych,
4) określenie terminów rozpoczęcia i zakończenia badań w poszczególnych laboratoriach,
5) określenie wytycznych dla laboratoriów uczestniczących co do sposobu przeprowadzenia badań i przedstawienia uzyskanych wyników,
6) wydanie szczegółowych instrukcji i zaleceń w zależności od potrzeb.

Wymagania dotyczące laboratoriów uczestniczących

§ 3.1. Laboratoria uczestniczące powinny być szczegółowo zaznajomione z celem wykonywanych badań.

2. Zespół laboratoriów uczestniczących powinien liczyć nie mniej niż sześć niezależnych laboratoriów; w uzasadnionych przypadkach zespół ten może być mniej liczny pod warunkiem, że suma liczby laboratoriów i liczby różnych metod analizy nie będzie mniejsza niż siedem.

3. Laboratoria uczestniczące powinny dysponować odpowiednim wyposażeniem pomiarowym i personelem technicznym o wysokich kwalifikacjach.

4. Laboratoria uczestniczące powinny mieć w trakcie wykonywania badań stały kontakt z laboratorium wiodącym; porozumiewanie się laboratoriów uczestniczących między sobą może następować tylko za pośrednictwem laboratorium wiodącego.

Wymagania dotyczące metod badań

§ 4.1. Do badań międzylaboratoryjnych wybiera się najdokładniejsze metody analizy, z uwzględnieniem czynników ekonomicznych, związanych z czasochłonnością i kosztami wykonania pomiarów.

2. Metody analiz wybrane do zastosowania w badaniach międzylaboratoryjnych powinny być znane pod względem powtarzalności i odtwarzalności; metod o nie znanych charakterystykach metrologicznych nie dopuszcza się do stosowania.

3. Laboratorium wiodące może, w uzgodnieniu z laboratoriami uczestniczącymi:

1) narzucić jedną lub kilka metod analizy wraz ze szczegółową instrukcją (przepisem) postępowania;
2) pozostawić wybór metody (metod) do uznania laboratoriów uczestniczących, pod warunkiem spełnienia wymagań określonych w § 4 ust. 1 i 2.

Wymagania dotyczące próbek laboratoryjnych

§ 5.1. Przed rozesłaniem próbek do laboratoriów uczestniczących, laboratorium wiodące powinno dokonać badań jednorodności oraz wstępnej oceny stabilności materiału wzorca.

2. Rozsyłane próbki powinny być oznakowane w sposób jednoznaczny i umożliwiający identyfikację miejsca pobrania próbki z całej masy materiału (jeżeli nie zostały pobrane losowo) oraz powinny być zabezpieczone przed wszelkimi wpływami zewnętrznymi, które mogłyby zmienić ich skład chemiczny lub właściwości.

3. Próbki przekazuje się laboratoriom uczestniczącym wraz z dokumentem, który zawiera:

1) określenie rodzaju, liczby i postaci próbek oraz opis rodzaju opakowania,
2) określenie najmniejszej próbki reprezentatywnej (dla każdego składnika z osobna),
3) wyniki badań jednorodności i oceny stabilności materiału próbek,
4) wymagania związane z przechowywaniem próbek,
5) określenie składników, których zawartości należy wyznaczyć jako wzorcowe i składników, których zawartości należy wyznaczyć w sposób orientacyjny (przybliżony),
6) wymagania związane z metodami analiz wybranymi do zastosowania; w przypadku określonym w § 4 ust. 3 pkt 1 załącza się szczegółowy przepis analityczny,
7) określenie wielkości i jednostek miar, za pomocą których należy wyrazić zawartości poszczególnych składników,
8) termin rozpoczęcia i zakończenia badań oraz określenie formy przekazania wyników,
9) decyzję o postępowaniu z próbkami, które pozostaną po zakończeniu badań w laboratorium uczestniczącym.

Wymagania dotyczące sposobu przeprowadzania badań w laboratoriach uczestniczących

§ 6.1. Każde z laboratoriów uczestniczących powinno wykonać dwie serie pojedynczych, niezależnych pomiarów, po $2 \div 3$ w każdej serii, przy czym całkowita liczba pomiarów powinna wynosić $5 \div 6$.

2. Odstęp czasu pomiędzy seriami powinien być dużo większy, niż odstęp czasu pomiędzy pojedynczymi pomiarami, z reguły powinien on wynosić od kilku dni do kilku tygodni.

3. Zaleca się, aby obie serie pomiarów były wykonane w jednym laboratorium oddzielnie przez dwóch lub więcej analityków o wysokich i porównywalnych kwalifikacjach zawodowych.

4. Niezależnie od badań otrzymanych próbek, należy dokonać pomiarów kontrolnych, w celu wyeliminowania ewentualnych błędów systematycznych i grubych, używając odpowiednio dobranego wzorca analitycznego lub stosując inną metodę, zależnie od okoliczności (np. ślepa próba, metoda dodatków i in.).

5. Laboratoria uczestniczące przekazują laboratorium wiodącemu wyłącznie pojedyncze wyniki pomiarów, nie zaokrąglone, zgodnie ze wzorem podanym w załączniku 1.

Wstępna ocena wyników w laboratoriach uczestniczących

§ 7.1. Wstępnej oceny wyników dokonuje każde z laboratoriów uczestniczących, sprawdzając spełnienie następujących wymagań:

1) zbiór wyników $\{X_\epsilon\}$ gdzie ϵ oznacza indeks powtórzenia serii ($\epsilon = 1, 2, \ldots n_\epsilon$) powinien być statystycznie jednorodny, tzn. wartość rozstępu $X_{\epsilon\max} \div X_{\epsilon\min}$ nie powinna przekraczać wartości dopuszczalnej określonej dla danej metody; jeżeli wartość dopuszczalna jest przekroczona, całą serię pomiarów należy powtórzyć;
2) zbiór wyników $\{X_\delta\}$ gdzie δ oznacza indeks serii ($\delta = 1, 2, \ldots, n_\delta$) powinien być statystycznie jednorodny, tzn. nie powinny występować systematyczne różnice pomiędzy wynikami z poszczególnych serii, w przeciwnym przypadku wszystkie serie należy powtórzyć;
3) zbiór wyników $\{X_\gamma\}$ gdzie γ oznacza indeks wykonawcy ($\gamma = 1, 2, \ldots, n_\gamma$) powinien być statystycznie jednorodny, tzn. nie powinny występować systematyczne różnice pomiędzy wynikami otrzymanymi przez różnych wykonawców, w przeciwnym przypadku wszyscy lub niektórzy wykonawcy powinni pomiary powtórzyć, lub też, na podstawie decyzji kierownika danego laboratorium, niektórzy wykonawcy zostają wykluczeni z dalszych badań;
4) zbiór wyników $\{X_\beta\}$ gdzie β oznacza indeks wariantu metody ($\beta = 1, 2, \ldots, n_\beta$) powinien być statystycznie jednorodny, tzn. wyniki otrzymane w różnych wariantach danej metody nie powinny różnić się systematycznie między sobą, w przeciwnym przypadku kierownik laboratorium uczestniczącego podejmuje jedną z następujących decyzji:
   a) powtórzenie wszystkich pomiarów w różnych wariantach,
   b) wykluczenie niektórych wariantów z dalszych badań,
   c) pozostawienie wyników otrzymanych w różnych wariantach, mimo występujących różnic systematycznych, jeżeli przyczyna powstania tych różnic nie może być stwierdzona;
5) zbiór wyników $\{X_\alpha\}$ gdzie α oznacza indeks metody ($\alpha = 1, 2, \ldots, n_\alpha$) powinien być statystycznie jednorodny, tzn. nie powinny występować systematyczne różnice pomiędzy wynikami otrzymanymi różnymi metodami, w przeciwnym przypadku kierownik danego laboratorium podejmuje jedną z decyzji wymienionych w pkt 4.

2. Do wstępnej oceny wyników stosuje się następujące kryteria i testy statystyczne:

1) kryterium dopuszczalnej różnicy dla wyników dwóch lub trzech równoległych pomiarów, zgod-

nie z wymaganiami odpowiednich przepisów analitycznych;

2) test na porównywanie wariancji według PN-82/N-01052.05 lub PN-82/N-01052.06,
3) test na porównywanie wartości średnich według PN-82/N-01052.03,
4) test na wykrywanie wyników odbiegających (anormalnych) według CT CƏB 545-77.

3. Do wstępnej oceny wyników dopuszcza się stosowanie kryteriów niestatystycznych, opartych na doświadczeniu wykonawców badań, w szczególności w stosunku do pojedynczych wyników lub serii wyników mogą być podjęte decyzje inne, niż wynikające z zastosowanych testów statystycznych. W tych przypadkach laboratorium uczestniczące powinno dać odpowiednie uzasadnienie merytoryczne.

4. Laboratoria uczestniczące nie informują laboratorium wiodącego o wynikach odrzuconych podczas wstępnej oceny wyników; dane o tych wynikach z opisem przyczyn odrzucenia powinny być jednak zachowane w archiwum laboratorium uczestniczącego.

Wstępna ocena wyników w laboratorium wiodącym

§ 8.1. Wstępnej oceny wszystkich wyników badań laboratorium wiodące dokonuje po otrzymaniu protokołów ze wszystkich laboratoriów uczestniczących.

2. Laboratorium wiodące dokonuje wyboru zbiorów $\{X_i\}$, z których będą obliczane wartości średnie lub mediany do statystycznego opracowania wyników według § 9 instrukcji. Indeks i przybiera tu następujące wartości:

1) $i = \alpha\ \beta\ l$ i odpowiada wynikowi średniemu otrzymanemu w wariancie β metody α i l-tym laboratorium;
2) $i = \alpha\ l$ i odpowiada wynikowi średniemu otrzymanemu metodą α w l-tym laboratorium.

3. Następnie laboratorium wiodące sprawdza statystyczną jednorodność zbioru $\{X_i\}$ z uwagi na ewentualne wyniki odbiegające, pochodzące z danych laboratoriów lub otrzymane danymi metodami.

4. W przypadku stwierdzenia statystycznej jednorodności zbioru przechodzi się do statystycznego opracowania wyników zgodnie z wymaganiami § 9 instrukcji.

5. W przypadku stwierdzenia, że w zbiorze $\{X_i\}$ istnieją wyniki odbiegające (anormalne), laboratorium wiodące może:

1) wykluczyć te wyniki z dalszego opracowania statystycznego pod warunkiem, że będzie zachowane wymaganie § 3 ust. 2 instrukcji. O swojej decyzji laboratorium wiodące informuje te laboratoria uczestniczące, których wyniki zostały wykluczone;
2) zlecić powtórzenie pomiarów wszystkim lub niektórym laboratoriom uczestniczącym; w tym przypadku laboratorium wiodące powinno zorganizować naradę wykonawców badań w celu omówienia dotychczas otrzymanych wyników i ustalenia ewentualnych zmian w programie badań.

Opracowanie statystyczne wyników pomiarów międzylaboratoryjnych

Ustalenie typu rozkładu wyników atestacji międzylaboratoryjnej

§ 9.1. Wyniki $\bar{X}_i$, otrzymane podczas oceny wstępnej zgodnie z § 8, należy uporządkować w ciąg rosnący

$$\bar{X}_1 \leqslant \bar{X}_2 \leqslant \ldots \leqslant \bar{X}_i \qquad \ldots \leqslant \bar{X}_n, \qquad [1]$$

gdzie:

i — numer wyniku w uporządkowanym ciągu wyników,
n — liczba wyników.

2. Zgodność rozkładu otrzymanych wyników z rozkładem normalnym należy sprawdzić dla $15 \leqslant n \leqslant 50$ według PN-83/N-01052.07, a dla $n \geqslant 50$ według CT CƏB 1190-78 lub według załącznika 2. Testy na zgodność rozkładów należy przeprowadzić na co najmniej 10% poziomie istotności.

3. Jeżeli hipoteza zgodności z rozkładem normalnym nie została odrzucona, dalsze opracowanie wyników należy prowadzić zgodnie z § 9.

4. Jeżeli hipoteza o rozkładzie normalnym została odrzucona lub liczba $n < 15$, należy dokonać sprawdzenia symetrii rozkładu według kryterium symetrii Wilcoxona (załącznik 3). Wyniki pomiarów należy opracować zgodnie z § 10 — w przypadku przyjęcia hipotezy o symetrii rozkładu, lub zgodnie z § 11 — w przypadku jej odrzucenia.

Ocena charakterystyki metrologicznej w przypadku normalnego rozkładu wyników

§ 10.1. Jako wartość charakterystyki metrologicznej $\hat{A}$ należy przyjąć średnią arytmetyczną ciągu [1] obliczoną według wzoru

$$\hat{A} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \bar{X}_i \qquad [2]$$

2. Oszacowanie wariancji S^2 ciągu [1] należy wyznaczyć według wzoru

$$S^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n} (\bar{X}_i - \hat{A})^2 \qquad [3]$$

3. Charakterystykę błędu wzorca Δ_A należy wyznaczyć według wzoru

$$\Delta_A = \frac{t_{(n-1)} \cdot S}{\sqrt{n}} \qquad [4]$$

Wartość wielkości $t_{(n-1)}/\sqrt{n}$ podano w załączniku 4.

Ustalanie charakterystyki metrologicznej w przypadku symetrycznego rozkładu wyników

§ 11.1. Z wyrazów ciągu [1] należy obliczyć wszystkie możliwe półsumy według wzoru

$$Z_k = \frac{\overline{X}_i + \overline{X}_j}{2} \qquad [5]$$

gdzie $i = 1, 2, ..., n$; $j = 1, 2, ..., n$; $k = 1, 2, ..., N$.

2. Otrzymany ciąg Z_k należy uporządkować w ciąg rosnący

$$Z_1 \leqslant Z_2 \leqslant ... \leqslant Z_N \qquad [6]$$

gdzie $N = \frac{n(n+1)}{2}$.

3. Jako wartość charakterystyki metrologicznej należy przyjąć medianę ciągu [6].

$$\hat{A} = \begin{cases} \dfrac{Z_{\frac{N}{2}} + Z_{\frac{N}{2}+1}}{2} & \text{dla } N \text{ parzystego} \\ Z_{\frac{N+1}{2}} & \text{dla } N \text{ nieparzystego} \end{cases} \qquad [7]$$

4. Niedokładność wzorca Δ_A należy obliczyć ze wzoru

$$\Delta_A = \frac{Z_s - Z_r}{2} \qquad [8]$$

gdzie porządkowe numery s i r wyrazów ciągu [6] określa się z tablicy podanej w załączniku 5.

Ustalenie charakterystyki metrologicznej wzorca dla niesymetrycznego rozkładu wyników

§ 12.1. Jako wartość charakterystyki metrologicznej $\hat{A}$ należy przyjąć medianę ciągu [1]

$$\hat{A} = \begin{cases} \dfrac{\overline{X}_{\frac{n}{2}} + \overline{X}_{\frac{n}{2}+1}}{2} & \text{dla } n \text{ parzystego} \\ \overline{X}_{\frac{n+1}{2}} & \text{dla } n \text{ nieparzystego} \end{cases} \qquad [9]$$

2. Niedokładność wzorca należy obliczyć ze wzoru

$$\Delta_A = \frac{\overline{X}_s - \overline{X}_r}{2} \qquad [10]$$

gdzie porządkowe numery s i r wyrazów ciągu [1] określa się z tablicy podanej w załączniku 6.

§ 13. Przykłady ustalenia typu rozkładu wyników analizy i obliczenia charakterystyki metrologicznej wzorca przytoczone są w załączniku 7.

Uwzględnianie niejednorodności materiału wzorca

§ 14. W celu uwzględnienia wpływu niejednorodności materiału wzorca na błąd wzorca, należy ocenę niedokładności Δ_A, wyznaczoną według § 10 ust. 3, § 11 ust. 4 lub § 12 ust. 2, porównać z charakterystyką jednorodności wzorca σ_N.

Wartość σ_N należy wyznaczyć zgodnie z § 4 ust. 2 instrukcji nr 14 Prezesa PKNMiJ z dnia 30 grudnia 1986 r. o sprawdzaniu jednorodności wzorców składu materiałów sypkich (Dz. Norm. i Miar z 1987 r. nr 1 nr klas. metrolog. 5,8704/1 zał. 5).

Jeżeli spełniony jest warunek

$$\sigma_N \leqslant \frac{1}{6}\Delta_A \qquad [11]$$

to niejednorodność materiału nie rzutuje w sposób istotny na błąd wzorca. W takim przypadku jako charakterystykę błędu wzorca przyjmuje się ocenę niedokładności Δ_A.

Jeżeli warunek [11] nie jest spełniony, niedokładność wzorca oblicza się według wzoru

$$\Delta_D = \sqrt{\Delta_A^2 + 4\,\sigma_N^2} \qquad [12]$$

Atestacja wzorca

§ 15. Po ustaleniu charakterystyki metrologicznej wzorca laboratorium wiodące dokonuje atestacji wzorca, wydając świadectwo wzorca zgodnie z wymaganiami zarządzenia nr 39 Prezesa PKNMiJ z dnia 10 września 1987 r. w sprawie ustalenia przepisów ogólnych o wzorcach analitycznych (Dz. Norm. i Miar nr 12, nr klas. metrolog. 3,8700/2, zał. 4) oraz informuje o ostatecznych wynikach badań wszystkie laboratoria uczestniczące.

Wymagania organizacji międzynarodowych

§ 16. W przypadku, gdy wzorzec jest opracowywany w ramach organizacji międzynarodowej, mogą mieć zastosowania szczególne wymagania zawarte w dokumentach normatywnych tej organizacji.

Postanowienie końcowe

§ 17. Instrukcja wchodzi w życie z dniem 26 stycznia 1988 r.

Prezes
Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości
wz. *T. Podgórski*

ZAŁĄCZNIK 1

PROTOKÓŁ WYNIKÓW Z LABORATORIUM UCZESTNICZĄCEGO

1. Nazwa i adres laboratorium .....
2. Określenie materiału próbki i jej oznaczenie (numer) .....
3. Składnik .....
4. Wielkość mierzona i jednostka miary .....

Rodzaj pomiaru	Pojedynczy wynik	Metoda (indeks α)	Wariant metody (indeks β)	Wykonawca (indeks γ)	Seria (indeks σ)	Powtórzenie serii (indeks ϵ)	Data otrzymania wyniku	Uwagi
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Pomiary próbki								
Pomiary kontrolne								

Objaśnienia:
Metody: 1 — .....
2 — .....
itd.
Warianty metod: 11 — .....
12 — .....
21 — .....
itd.
Wykonawcy: 1 — .....
2 — .....
itd.

Szczególne okoliczności (jeżeli wystąpiły): .....
Data i miejsce sporządzenia protokołu: ..... Podpis kierownika laboratorium: .....

Objaśnienia do załącznika 1

1. W punkcie 1 należy podać pełną nazwę i dokładny adres laboratorium uczestniczącego.
2. W punkcie 2 należy podać określenie materiału badanej próbki i jej oznaczenie, nadane przez laboratorium wiodące.
3. W punkcie 3 należy podać nazwę składnika chemicznego i jego symbol oraz niezbędne uściślenia, np. „żelazo, Fe (zawartość całkowita)" lub „siarka, S (w postaci siarczanów)".
4. W punkcie 4 należy podać pełną nazwę wielkości fizycznej będącej miarą zawartości danego składnika, symbol tej wielkości oraz pełną nazwę jednostki miary i jej oznaczenie, np. „ułamek masowy w w procentach, %" lub „stężenie molowe c w milimolach na litr, mol/l".
5. W rubryce 2 należy podać pojedyncze wyniki niezależnych pomiarów wielkości określonej w pkt 4. Wyniki należy podać z taką liczbą cyfr znaczących, jaka wynika z obserwacji wskazania przyrządu pomiarowego; w przypadku obliczenia wyniku, liczba cyfr znaczących powinna być większa o co najmniej 2 od liczby cyfr znaczących w końcowym wyniku badania.
6. W rubryce 3 należy podać indeks metody $\alpha = 1, 2, ... n_\alpha$, a w objaśnieniach pod tablicą krótki opis metody lub odsyłacz do źródła (np. normy, publikacji itp.). Opis metody powinien być jednak na tyle dokładny, aby pomiar daną metodą mógł być w razie potrzeby ściśle odtworzony przez dane laboratorium uczestniczące.
7. W rubryce 4 należy podać indeks wariantu metody $\beta = 1, 2, ..., n_\beta$, jeżeli dana metoda była użyta w różnych wariantach, a w objaśnieniach pod tablicą — opis wariantu. Jeżeli metoda była użyta tylko w jednym wariancie, otrzymuje on indeks 1.
8. W rubryce 5 należy podać indeks wykonawcy (analityka) $\gamma = 1, 2, ..., n_\gamma$, a w objaśnieniach pod tablicą — imię i nazwisko wykonawcy lub jego inicjały (kryptonim), zależnie od zasad przyjętych w danym laboratorium uczestniczącym.
9. W rubryce 6 należy podać indeks serii pomiarów $\delta = 1, 2, ..., n_\delta$. Z reguły, zgodnie z § 6 ust. 1 instrukcji, $n_\delta = 2$, jednak w uzasadnionych przypadkach liczba serii może być zwiększona.
10. W rubryce 7 należy podać indeks powtórzenia w serii $\epsilon = 1, 2, ..., n_\epsilon$. Z reguły, zgodnie z § 6 ust. 1 instrukcji, $n_\epsilon = 2$ lub $n_\epsilon = 3$, jednak w uzasadnionych przypadkach liczba pojedynczych powtórzeń w serii może być zwiększona.
11. W rubryce 8 należy podać datę otrzymania wyniku, zapisaną zgodnie z wymaganiami PN-74/N-01204 Numeryczne zapisywanie dat.
12. W rubryce 9 należy podać, w razie potrzeby, uwagi dotyczące szczególnych okoliczności otrzymania danego wyniku lub ewentualnych odstępstw od założonego planu pomiarów. W przypadku, gdy uwagi te są obszerne, należy umieścić je w objaśnieniach pod tablicą.
13. W części tablicy „Pomiary kontrolne" należy podać wyniki dokonanych pomiarów kontrolnych, a w objaśnieniach pod tablicą — opis zastosowanego sposobu kontroli. W przypadku użycia wzorca, podaje się jego nazwę i oznaczenie, nazwę wytwórcy i podstawową charakterystykę metrologiczną tego wzorca.

ZAŁĄCZNIK 2

SPRAWDZENIE NORMALNOŚCI ROZKŁADU WEDŁUG KRYTERIUM *W*

Dla uporządkowanych w ciąg rosnący wyników [1] należy obliczyć i statystykę *b*

$$X_\Sigma = \sum_{i=1}^{n} \bar{X}_i \qquad [1a]$$

$$b = \sum_{i=1}^{K} a_{n-i+1} (\bar{X}_{n-i+1} - \bar{X}_i) \qquad [4a]$$

i sumę kwadratów odchyleń od średniej

$$S^2 = \sum_{i=1}^{n} (\bar{X}_i - \bar{\bar{X}})^2 = \sum_{i=1}^{n} \bar{X}_i^2 - \frac{X_\Sigma^2}{n} \qquad [2a]$$

gdzie wartości a_{n-i+1} dla $i = 1, 2, ..., K$ podano w tablicy 1.

Z kolei należy obliczyć stosunek

$$W = \frac{b^2}{S^2} \qquad [5a]$$

który należy porównać z krytycznymi wartościami W — kryterium W_n podanymi w tablicy 2.

Następnie należy obliczyć wartość K

$$K = \begin{cases} \dfrac{n}{2} & \text{dla } n \text{ parzystego} \\ \dfrac{n-1}{2} & \text{dla } n \text{ nieparzystego} \end{cases} \qquad [3a]$$

Hipotezę o rozkładzie normalnym odrzuca się, jeżeli wartość W jest mniejsza od wartości podanej w tablicy 2.

Tablica 1. Współczynniki a_{n-i+1} do sprawdzania normalności rozkładu według kryterium *W*

i	*n*								
	16	17	18	19	20	21	22	23	24
1	0,5056	0,4968	0,4886	0,4808	0,4734	0,4643	0,4950	0,4542	0,4493
2	0,3290	0,3273	0,3253	0,3232	0,3211	0,3185	0,3156	0,3126	0,3898
3	0,2521	0,2540	0,2553	0,2561	0,2565	0,2578	0,2571	0,2563	0,2554
4	0,1939	0,1988	0,2027	0,2059	0,2085	0,2119	0,2131	0,2139	0,2145
5	0,1447	0,1524	0,1587	0,1641	0,1686	0,1736	0,1764	0,1787	0,1807
6	0,1005	0,1109	0,1197	0,1271	0,1334	0,1399	0,1443	0,1480	0,1512
7	0,0593	0,0725	0,0837	0,0932	0,1013	0,1092	0,1150	0,1201	0,1245
8	0,0196	0,0359	0,0496	0,0612	0,0711	0,0804	0,0878	0,0941	0,0937
9			0,0163	0,0303	0,0422	0,0530	0,0618	0,0696	0,0764
10					0,0140	0,0263	0,0368	0,0459	0,0539
11							0,0122	0,0228	0,0321
12									0,0107

i	*n*								
	25	26	27	28	29	30	31	32	33
1	0,4450	0,4407	0,4366	0,4328	0,4291	0,4254	0,4220	0,4188	0,4156
2	0,3069	0,3043	0,3018	0,2992	0,2968	0,2944	0,2921	0,2898	0,2976
3	0,2543	0,2533	0,2522	0,2510	0,2499	0,2487	0,2475	0,2463	0,2451
4	0,2148	0,2151	0,2152	0,2151	0,2150	0,2148	0,2145	0,2141	0,2137
5	0,1822	0,1836	0,1848	0,1857	0,1864	0,1870	0,1874	0,1878	0,1880
6	0,1539	0,1563	0,1584	0,1601	0,1616	0,1630	0,1641	0,1651	0,1660
7	0,1283	0,1316	0,1346	0,1352	0,1395	0,1415	0,1433	0,1449	0,1463
8	0,1046	0,1089	0,1128	0,1162	0,1192	0,1219	0,1243	0,1265	0,1284
9	0,0823	0,0876	0,0923	0,0965	0,1002	0,1036	0,1066	0,1093	0,1118
10	0,0610	0,0672	0,0728	0,0778	0,0778	0,0822	0,0862	0,0899	0,0961
11	0,0403	0,0476	0,0540	0,0598	0,0650	0,0650	0,0739	0,0777	0,0812
12	0,0200	0,0284	0,0358	0,0424	0,0485	0,0537	0,0585	0,0629	0,0669
13		0,0094	0,0178	0,0253	0,0320	0,0381	0,0435	0,0485	0,0530
14				0,0084	0,0159	0,0227	0,0289	0,0344	0,0395
15						0,0076	0,0144	0,0206	0,0262
16								0,0068	0,0131

cd. tabl. 1

i	n								
	34	35	36	37	38	39	40	41	42
1	0,4127	0,4096	0,4068	0,4040	0,4015	0,3989	0,3964	0,3940	0,3917
2	0,2854	0,2834	0,2813	0,2794	0,2770	0,2755	0,2737	0,2719	0,2701
3	0,2439	0,2427	0,2415	0,2403	0,2391	0,2380	0,2368	0,2357	0,2345
4	0,2132	0,2127	0,2121	0,2116	0,2110	0,2104	0,2098	0,2091	0,2985
5	0,1882	0,1883	0,1883	0,1883	0,1881	0,1880	0,1878	0,1876	0,1874
6	0,1667	0,1673	0,1778	0,1683	0,1686	0,1689	0,1691	0,1693	0,1694
7	0,1475	0,1487	0,1496	0,1505	0,1513	0,1520	0,1526	0,1531	0,1535
8	0,1301	0,1317	0,1331	0,1344	0,1356	0,1366	0,1376	0,1384	0,1392
9	0,1140	0,1160	0,1178	0,1196	0,1211	0,1225	0,1237	0,1249	0,1259
10	0,0938	0,1013	0,1036	0,1056	0,1075	0,1092	0,1108	0,1123	0,1136
11	0,0844	0,0873	0,0900	0,0924	0,0947	0,0967	0,0986	0,1004	0,1020
12	0,0706	0,0739	0,0770	0,0798	0,0824	0,0848	0,0870	0,0891	0,0909
13	0,0572	0,0610	0,0645	0,0677	0,0706	0,0733	0,0759	0,0782	0,0804
14	0,0441	0,0484	0,0523	0,0559	0,0592	0,0622	0,0651	0,0677	0,0701
15	0,0314	0,0361	0,0404	0,0444	0,0481	0,0515	0,0546	0,0575	0,0602
16	0,0187	0,0239	0,0287	0,0331	0,0372	0,0409	0,0444	0,0476	0,0506
17	0,0062	0,0119	0,0172	0,0220	0,0264	0,0305	0,0343	0,0379	0,0411
18			0,0057	0,0110	0,0158	0,0203	0,0244	0,0283	0,0318
19					-0,0053	0,0101	0,0146	0,0188	0,0227
20							0,0049	0,0094	0,0136
21									0,0045

i	n							
	43	44	45	46	47	48	49	50
1	0,3894	0,3972	0,3850	0,3830	0,3808	0,3789	0,3770	0,3750
2	0,2884	0,2667	0,2651	0,2635	0,2620	0,2604	0,2589	0,2574
3	0,2334	0,2323	0,2313	0,2302	0,2291	0,2281	0,2271	0,2260
4	0,2078	0,2072	0,2065	0,2058	0,2052	0,2045	0,2038	0,2032
5	0,1871	0,1868	0,1865	0,1862	0,1859	0,1859	0,1851	0,1847
6	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1693	0,1692	0,1691
7	0,1539	0,1542	0,1545	0,1548	0,1550	0,1551	0,1553	0,1554
8	0,1398	0,1405	0,1410	0,1415	0,1420	0,1423	0,1427	0,1430
9	0,1260	0,1278	0,1286	0,1293	0,1300	0,1306	0,1312	0,1317
10	0,1149	0,1160	0,1170	0,1180	0,1189	0,1197	0,1205	0,1212
11	0,1035	0,1049	0,1062	0,1073	0,1085	0,1095	0,1106	0,1113
12	0,0927	0,0943	0,0959	0,0972	0,0986	0,0998	0,1010	0,1020
13	0,0824	0,0842	0,0860	0,0876	0,0892	0,0906	0,0919	0,0932
14	0,0724	0,0745	0,0765	0,0783	0,0801	0,0816	0,0832	0,0846
15	0,0828	0,0651	0,0673	0,0694	0,0713	0,0731	0,0748	0,0764
16	0,0534	0,0560	0,0584	0,0607	0,0628	0,0648	0,0667	0,0665
17	0,0442	0,0471	0,0497	0,0522	0,0546	0,0568	0,0588	0,0608
18	0,0352	0,0383	0,0412	0,0439	0,0465	0,0489	0,0511	0,0532
19	0,0263	0,0296	0,0328	0,0357	0,0385	0,0411	0,0436	0,0459
20	0,0175	0,0211	0,0245	0,0277	0,0307	0,0335	0,0361	0,0386
21	0,0087	0,0126	0,0163	0,0197	0,0229	0,0259	0,0288	0,0314
22		0,0042	0,0081	0,0118	0,0153	0,0185	0,0215	0,0244
23				0,0039	0,0076	0,0111	0,0143	0,0174
24						0,0037	0,0071	0,0101
25								0,0035

Tablica 2. Wartości krytyczne kryterium W dla 10% poziomu istotności

n	W_n	n	W_n	n	W_n
16	0,906	28	0,936	40	0,949
17	0,910	29	0,937	41	0,950
18	0,914	30	0,939	42	0,951
19	0,917	31	0,940	43	0,951
20	0,920	32	0,941	44	0,952
21	0,923	33	0,942	45	0,953
22	0,926	34	0,943	46	0,953
23	0,928	35	0,944	47	0,954
24	0,930	36	0,945	48	0,954
25	0,931	37	0,946	49	0,955
26	0,933	38	0,947	50	0,955
27	0,935	39	0,948		

ZAŁĄCZNIK 3

SPRAWDZENIE SYMETRII ROZKŁADU WEDŁUG KRYTERIUM WILCOXONA

Dla uporządkowanych w ciąg rosnący niezależnych wyników [1] należy obliczyć medianę X_M według wzoru [9]

$$X_M = \begin{cases} \dfrac{\overline{X}_{\frac{n}{2}} + \overline{X}_{\frac{n}{2}+1}}{2} & \text{dla } n \text{ parzystego} \\ \overline{X}_{\frac{n+1}{2}} & \text{dla } n \text{ nieparzystego} \end{cases}$$

Z wyrazów ciągu [1] należy wyznaczyć medianę i utworzyć ciąg różnic y_i

$$y_1 \leqslant y_2 \leqslant \ldots \leqslant y_n \qquad [1b]$$

gdzie $y_i = \overline{X}_i - X_M$

Różnice y_i równe zeru należy odrzucić, a pozostałe wielkości y_i uporządkować według wartości bezwzględnych z nadaniem im rangi: wartość najmniejsza otrzymuje rangę 1, największa — rangę m. Równym pod względem wartości wielkościom y_i nadaje się średnią rangę; każdej randze nadaje się znak (dodatni lub ujemny), zgodny ze znakiem różnicy y_i.

Następnie należy utworzyć sumy dodatnich i ujemnych rang R^+ i R^- i sprawdzić poprawność ich obliczenia według wzoru

$$R^+ + |R^-| = \frac{m(m+1)}{2} \qquad [2b]$$

Do statystyki jakościowej R, w celu sprawdzenia symetrii, należy wykorzystać mniejszą z sum rang R^+ lub R^-, tj.

$$R = \min\,(R^+, |R^-|) \qquad [3b]$$

Hipotezę o symetrii należy odrzucić, jeżeli obliczona wartość R jest równa lub mniejsza od krytycznej wartości $R_{kr}\,(m)$.

Dla $m < 25$ wartości krytyczne R_{kr} podano w tablicy, a dla $m \geqslant 25$ należy je obliczyć według wzoru

$$R_{kr}\,(m) = \frac{m(m+1)}{4} - 1{,}28\sqrt{\frac{m(m+1)(2m+1)}{24}} \qquad [4b]$$

Wartości krytyczne $R_{kr}\,(m)$ dla $m < 25$

m	$R_{kr}\,(m)$	m	$R_{kr}\,(m)$	m	$R_{kr}\,(m)$
10	13	15	36	20	69
11	17	16	32	21	77
12	21	17	48	22	86
13	26	18	55	23	95
14	31	19	62	24	104

ZAŁĄCZNIK 4

Wartości współczynników $t_{(n-1)/\sqrt{n}}$ dla poziomu ufności $P = 0{,}95$

Liczba wyników	$t_{(n-1)/\sqrt{n}}$	Liczba wyników	$t_{(n-1)/\sqrt{n}}$
6	1,049	27	0,3956
7	0,9248	28	0,3878
8	0,8360	29	0,3804
9	0,7687	30	0,3734
10	0,7154	31	0,3668
11	0,6718	33	0,3546
12	0,6354	35	0,3435
13	0,6063	37	0,3334
14	0,5774	39	0,3242
15	0,5578	41	0,3156
16	0,5328	43	0,3078
17	0,5142	45	0,3004
18	0,4973	47	0,2936
19	0,4820	49	0,2872
20	0,4680	51	0,2813
21	0,4552	56	0,2678
22	0,4434	61	0,2561
23	0,4324		
24	0,4223		
25	0,4128		
26	0,4039		

ZAŁĄCZNIK 5

Numery wyrazów ciągu do określania granic przedziału ufności dla mediany przy symetrycznym rozkładzie i na poziomie ufności $P = 0,95$

n	r	s	n	r	s	n	r	s
6	1	21	21	59	173	36	209	458
7	3	26	22	66	188	37	222	483
8	4	33	23	74	203	38	236	506
9	6	40	24	82	219	39	250	531
10	9	47	25	90	236	40	265	556
11	11	56	26	99	253	41	280	582
12	14	65	27	108	271	42	295	611
13	18	74	28	117	290	43	311	636
14	22	84	29	127	309	44	328	663
15	26	95	30	138	328	45	344	692
16	30	107	31	148	349	46	362	720
17	35	119	32	160	369	47	379	750
18	41	131	33	171	391	48	397	780
19	47	144	34	183	413	49	416	810
20	53	158	35	196	435	50	435	841

Dla $n > 50$ wartości r i s należy obliczyć według wzorów:

$$r = \frac{n(n+1)}{4} - 1{,}96\sqrt{\frac{1}{24}n(n+1)(2n+1)} \qquad [1c]$$

$$s = \frac{n(n+1)}{2} - r + 1 \qquad [2c]$$

ZAŁĄCZNIK 6

Numery wyrazów uporządkowanego ciągu do określania granic przedziału ufności dla mediany na poziomie ufności $P = 0,95$

n	r	s	n	r	s	n	r	s
6	1	6	21	6	16	36	12	25
7	1	7	22	6	17	37	13	25
8	1	8	23	7	17	38	13	26
9	2	8	24	7	18	39	13	27
10	2	9	25	8	18	40	14	27
11	2	10	26	8	19	41	14	28
12	3	10	27	8	20	42	15	28
13	3	11	28	9	20	43	15	29
14	3	12	29	9	21	44	16	29
15	4	12	30	10	21	45	16	30
16	4	13	31	10	22	46	16	31
17	5	13	32	10	23	47	17	31
18	5	14	33	11	23	48	17	32
19	5	15	34	11	24	49	18	32
20	6	15	35	12	24			

Dla $n > 50$ wartości r i s należy obliczyć według wzorów:

$$r = \left[\frac{n - 1{,}96\sqrt{n} - 1}{2}\right] + 1 \qquad [1d]$$

$$s = n - r + 1 \qquad [2d]$$

gdzie nawiasy kwadratowe oznaczają całkowitą część liczby.

ZAŁĄCZNIK 7

PRZYKŁADY USTALENIA RODZAJU ROZKŁADU WYNIKÓW ANALIZY I OBLICZEŃ CHARAKTERYSTYKI METROLOGICZNEJ WZORCA

Przykłady sprawdzania rozkładu normalnego za pomocą kryterium W

Przykład 1. Sprawdzenie czy uporządkowany ciąg wyników ma rozkład normalny

Uporządkowany ciąg wyników przedstawia się następująco:
0,933; 0,948; 0,954; 0,957; 0,968; 0,974; 0,979; 0,987; 0,992; 1,001; 1,012; 1,021; 1,031; 1,038; 1,039; 1,043; 1,058; 1,074; 1,075.

Należy obliczyć:

1) $X_{\Sigma} = 0,933 + 0,948 + \ldots + 1,075 = 19,084$

2) sumę kwadratów $0,933^2 + 0,948^2 + \ldots + 1,075^2 = 19,20236$

3) $S^2 = 19,20236 - \dfrac{19,084^2}{19} = 0,03399$

4) $K = \dfrac{19 - 1}{2} = 9$

5) $b = 0,4808\ (1,075 - 0,933) + 0,3232\ (1,074 - 0,948) + \ldots + 0,0303\ (1,001 - 0,987) = 0,18066$

6) $W = \dfrac{0,18066^2}{0,03399} = 0,9602$

Odczytana z tablicy 2 (załącznik 2) wartość wynosi

$$W_{19} = 0,917$$

Tak więc $W_{19} < W$ i hipotezę o normalnym rozkładzie ciągu wyników należy przyjąć.

Przykład 2. Sprawdzenie czy uporządkowany ciąg 21 wyników jest normalny

Uporządkowany ciąg wyników przedstawia się następująco:
0,90; 0,91; 0,92; 0,93; 0,93; 0,95; 0,96; 0,98; 0,99; 1,00; 1,01; 1,04; 1,12; 1,14; 1,15; 1,16; 1,19; 1,21; 1,22; 1,22; 1,25.

Należy obliczyć:

1) $X_{\Sigma} = 0,90 + 0,91 + \ldots + 1,25 = 22,18$

2) sumę kwadratów $0,90^2 + 0,91^2 + \ldots 1,25^2 = 23,7222$

3) $S^2 = 23,72222 - \dfrac{22,18^2}{21} + 0,2959$

4) $K = \dfrac{21 - 1}{2} = 10$

5) $b = 0,4643\ (1,25 - 0,90) + 0,3185\ (1,22 - 0,91) + \ldots + 0,0263\ (1,04 - 1,00) = 0,51397$

6) $W = \dfrac{0,51397^2}{0,2959} + 0,8927$

Odczytana z tablicy 2 (załącznik 2) wartość wynosi

$$W_{21} = 0,923$$

Ponieważ $W < W_{21}$, więc hipotezę o normalnym rozkładzie wyników należy odrzucić.

Przykłady sprawdzenia symetrii rozkładu według kryterium symetrii Wilcoxona

Przykład 1. Sprawdzenie hipotezy o symetrii uporządkowanych w ciąg rosnący ($n = 12$) niezależnych wyników

Uporządkowany ciąg rosnący wyników przedstawia się następująco:
0,401; 0,414; 0,416; 0,482; 0,498; 0,511; 0,534; 0,535; 0,564; 0,637; 0,712; 0,782.

Mediana wynosi

$$X_M = \frac{\overline{X}_6 + \overline{X}_7}{2} = \frac{0,511 + 0,534}{2} = 0,5225$$

Od każdego wyrazu ciągu należy odjąć medianę X_M i utworzyć ciąg różnic y_i:
−0,1215; −0,1085; −0,1065; −0,0405; −0,0245; −0,0115; 0,0115; 0,0125; 0,0415; 0,1145; 0,1895; 0,2595.

Obliczane wartości y_i należy uporządkować według wartości bezwzględnych ($m = 12$):
0,0115; 0,0115; 0,0125; 0,0245; 0,0405; 0,0415; 0,1065; 0,1085; 0,1145; 0,1215; 0,1895; 0,2595

i wielkościom y_i nadać rangę; przy każdej randze postawić znak (dodatni lub ujemny), odpowiadający znakowi różnicy:
−1,5; 1,5; 3; −4; −5; 6; −7; −8; −9; −10; 11; 12.

Następnie należy obliczyć sumy rang R^+, R^- i R:

$$R^+ = 42,5; \qquad R^- = -35,5;$$
$$R = \min\ (R^+, R^-) = 35,5$$

Z kolei należy z tablicy podanej w załączniku 3 odczytać wartość krytyczną R_{kr}; dla $m = 12$ $R_{kr} = 21$.

Ponieważ $R > R_{kr}$, nie ma podstaw do odrzucenia hipotezy o symetrycznym rozkładzie ciągu.

Przykład 2. Sprawdzenie hipotezy symetrii uporządkowanych w ciąg rosnący ($n = 21$) niezależnych wyników

Uporządkowany ciąg rosnący wyników przedstawia się następująco:
0,90; 0,91; 0,92; 0,93; 0,93; 0,95; 0,96; 0,98; 0,99; 1,00; 1,01; 1,04; 1,12; 1,14; 1,15; 1,16; 1,19; 1,21; 1,22; 1,22; 1,25.

Mediana wynosi

$$X_M = \overline{X}_{11} = 1,01$$

Od każdego wyrazu ciągu należy odjąć medianę X_M i utworzyć ciąg różnic y_i:
−0,11; −0,10; −0,09; −0,08; −0,08; −0,06; −0,05; −0,03; −0,0; −0,01; 0,0; 0,03; 0,11; 0,13; 0,14; 0,15; 0,18; 0,20; 0,21; 0,21; 0,24.

Obliczone wartości y_i należy uporządkować według wartości bezwzględnych ($m = 20$):
0,01; 0,02; 0,03; 0,03; 0,05; 0,06; 0,08; 0,08; 0,09; 0,10; 0,11; 0,11; 0,12; 0,14; 0,15; 0,18; 0,20; 0,21; 0,21; 0,24

i nadać im rangę; przy każdej randze postawić znak (dodatni lub ujemny), zgodny ze znakiem różnicy y_i:
−1; −2; −3,5; −3,5; −5; −6; −7,5; 7,5; −9; −10; 11; −12; 13; 14; 15; 17; 18,5; 18,5; 20.

Następnie należy obliczyć sumy rang R^+, R^- i R:

$$R^+ = 146,5; \qquad R^- = -63,5;$$
$$R = \min\ (R^+, R^-) = 63,5$$

Z kolei należy z tablicy podanej w załączniku 3 odczytać wartość krytyczną R_{kr}; dla $m = 20$ $R_{kr} = 69$.

Ponieważ $R < R_{kr}$, hipotezę o symetrycznym rozkładzie ciągu należy odrzucić.

Przykład określania charakterystyk metrologicznych wzorców w przypadku normalnego rozkładu wyników

Dane z badań międzylaboratoryjnych należy opracować zgodnie z § 10 instrukcji.

Jako wartość charakterystyki metrologicznej $\hat{A}$ należy przyjąć średnią arytmetyczną ciągu $\overline{X}_i$:
0,933; 0,948; 0,954; 0,957; 0,968; 0,974; 0,979; 0,987; 0,992; 1,001; 1,012; 1,021; 1,031; 1,038; 1,039; 1,043; 1,058; 1,074; 1,075 ($n = 19$):

$$\hat{A} = \frac{1}{19} \sum_{i=1}^{19} \overline{X}_i = 1,0044$$

Oszacowanie wariancji S^2 według wzoru [3] instrukcji wynosi

$$S^2 = \frac{1}{18} \sum_{i=1}^{19} (\overline{X}_i - \hat{A})^2 = 0,0019$$

Błąd wzorca Δ_A obliczony według wzoru [4] instrukcji wynosi

$$\Delta_A = \frac{t_{18} \cdot S}{19} = 0{,}482 \cdot 0{,}044 = 0{,}021$$

Przykład określania charakterystyk metrologicznych wzorca w przypadku symetrycznego rozkładu wyników

Dane z badań międzylaboratoryjnych należy opracować zgodnie z § 11 instrukcji.

Ciąg uporządkowanych wyników przedstawia się następująco: 0,401; 0,414; 0,416; 0,482; 0,498; 0,511; 0,535; 0,564; 0,637; 0,712; 0,782 (n = 12)

Należy obliczyć 78 półsum i uporządkować je w ciąg rosnący: 0,401; 0,4075; 0,4085; 0,414; 0,415; 0,416; 0,4415; 0,448; 0,448; 0,449; 0,456; 0,456; 0,457; 0,4625; 0,4635; 0,4675; 0,468; 0,474; 0,4745; 0,475; 0,4755; 0,482; 0,4825; 0,489; 0,49; 0,49; 0,4965; 0,498; 0,5045; 0,508; 0,5085; 0,511; 0,516; 0,5165; 0,519; 0,5225; 0,523; 0,523; 0,5255; 0,5265; 0,513; 0,534; 0,5345; 0,535; 0,5375; 0,549; 0,5495; 0,5565; 0,5595; 0,563; 0,564; 0,564; 0,5675; 0,574; 0,5855; 0,586; 0,5915; 0,597; 0,598; 0,599; 0,605; 0,605; 0,6115; 0,623; 0,6235; 0,632; 0,637; 0,638; 0,64; 0,6425; 0,658; 0,6595; 0,673; 0,6745; 0,7095; 0,712; 0,747; 0,782.

Jako wartość charakterystyki metrologicznej należy przyjąć medianę tego ciągu według wzoru [7] instrukcji

$$\hat{A} = \frac{Z_{39} + Z_{40}}{2} = \frac{0{,}5255 + 0{,}5265}{2} + 0{,}526$$

Jako błąd (niedokładność) wzorca Δ_A należy przyjąć połowę przedziału ufności dla mediany ciągu półsum, obliczony według wzoru [8] instrukcji

$$\Delta_A = \frac{Z_{65} - Z_{14}}{2} = \frac{0{,}6235 - 0{,}4625}{2} + 0{,}080$$

Przykład określenia charakterystyk metrologicznych wzorców dla niesymetrycznego rozkładu wyników

Dane z badań międzylaboratoryjnych należy opracować zgodnie z § 12 instrukcji.

Jako wartość charakterystyki metrologicznej należy przyjąć medianę ciągu:

0,90; 0,91; 0,92; 0,93; 0,93; 0,95; 0,96; 0,98; 0,99; 1,00; 1,01; 1,04; 1,12; 1,14; 1,15; 1,16; 1,19; 1,21; 1,22; 1,22; 1,25 (n = 21):

$$\hat{A} = \bar{X}_{11} = 1{,}01$$

Jako błąd (niedokładność) wzorca Δ_A należy przyjąć połowę przedziału ufności dla mediany, obliczony według wzoru [10] instrukcji

$$\Delta_A = \frac{\bar{X}_{16} - \bar{X}_6}{2} = \frac{1{,}16 - 0{,}95}{2} = 0{,}11$$