



26.03.2019

DOKŁADNOŚĆ I PRECYZJA W BADANIACH ZAWARTOŚCI WODY

Każdy pomiar (seria pomiarów) cechuje się dokładnością oraz precyzją. Dokładność pomiaru to stopień zgodności między wynikiem pomiaru zawartości wody uzyskanym za pomocą wagosuszarki a wartością prawdziwą (ISO 5725-1:2002). Ocena dokładności pomiaru wymaga zatem informacji o rzeczywistej zawartości wody w produkcie. Taką informację można uzyskać poprzez walidację metody badawczej.

$$\delta = x_i - x_o$$

δ - błąd pomiaru zawartości wody

x_i - wynik pomiaru zawartości wody

x_o - rzeczywista zawartość wody w produkcie

Precyzja pomiarów zawartości wody to stopień zgodności pomiędzy wynikami zawartości wody wykonywanymi za pomocą tego samego urządzenia, dla tego samego produktu, zrealizowanymi w ustalonych warunkach przez tego samego operatora. Precyzja pomiarów zależy tylko od rozkładu błędów losowych i nie ma odniesienia do wartości rzeczywistej lub innej określonej wartości (ISO 5725-1:2002). Należy zwrócić uwagę, że znaczną rozbieżność w serii pomiarów można uzyskać, gdy analizowany produkt jest niejednorodny. Miarą rozrzutu rozkładu wyników badania zawartości wody jest odchylenie standardowe.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

s - odchylenie standardowe

x_i - kolejne wyniki pomiaru zawartości wody

\bar{x} - średnia arytmetyczna z serii pomiarów zawartości wody

n - ilość pomiarów w serii

WERYFIKACJA DZIAŁANIA WAGOSUSZARKI

KONTROLA TEMPERATURY SUSZENIA

Dotyczy wagosuszarek serii MA R, MA X2.A, MA X2.IC.A, MA 3Y

Sprawdzenie poprawności działania wagosuszarki można wykonać dwoma metodami. Pierwsza metoda polega na sprawdzeniu czy zadana temperatura analizy np. 105°C jest rzeczywiście uzyskiwana poprzez system grzewczy wagosuszarki. Żeby to sprawdzić należy porównać wskazania termometru kontrolnego umieszczonego w miejscu jednorazowej szalki z wartością zadaną.

$$\delta_T = T_i - T_o$$

δ_T – błąd pomiaru temperatury suszenia

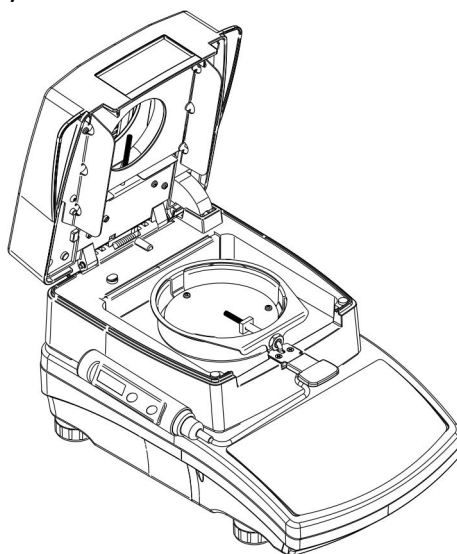
T_i – wartość temperatury zmierzonej przez termometr kontrolny GT105k-12/Z

T_o – wartość temperatury zadanej (temperatura suszenia)

Przyjmuje się, że różnica między temperaturą zadaną a temperaturą zmierzoną przez termometr kontrolny może maksymalnie wynosić $\pm 3^\circ\text{C}$. Otrzymanie pozytywnego wyniku kontroli temperatury suszenia nie jest jednoznaczne z tym, że analiza produktu będzie cechowała się dokładnością i precyzją. Żeby to osiągnąć konieczna jest optymalizacja parametrów suszenia z uwzględnieniem specyficznych cech produktu (typ struktury, kolorystyka, podatność na absorpcję promieniowania).

PROCEDURA

Procedura związana z weryfikacją temperatury suszenia jest umieszczona w instrukcji obsługi każdego typoszeregu wagosuszarek. Widok termometru kontrolnego podczas pomiaru zaprezentowano na poniższym rysunku.



CHLOREK SODU

JAKO MATERIAŁ REFERENCYJNY W BADANIACH ZAWARTOŚCI WODY

Dotyczy wagosuszarek serii MA R, MA X2.A, MA X2.IC.A, MA 3Y, PMV

Druga metoda weryfikacji działania wagosuszarki polega na suszeniu substancji o znanej wilgotności / zawartości masy suchej. Taką substancją jest chlorek sodu (NaCl) o stężeniu 10 % ± 0.5 %. Jest to bezbarwna, klarowna ciecz o gęstości 1.07 g/cm³.

DOKŁADNOŚĆ SUSZENIA

Przyjmuje się założenie, że jeżeli układ grzewczy wagosuszarki działa poprawnie, to w wyniku suszenia substancji referencyjnej (NaCl) powinno się uzyskać wynik zawartości masy suchej zgodny ze wartością certyfikowaną.

$$\delta_{MC} = MC_i - MC_{REF}$$

$$\delta_{DM} = DM_i - DM_{REF}$$

δ_{MC} – błąd pomiaru wilgotności

δ_{DM} – błąd pomiaru zawartości masy suchej

MC_i – wynik wilgotności jaki uzyskano podczas suszenia substancji referencyjnej (wagosuszarka)

MC_{REF} – certyfikowana zawartości wilgotności substancji referencyjnej

DM_i – wynik zawartości masy suchej suszenia substancji referencyjnej (wagosuszarka)

DM_{REF} – certyfikowana zawartości masy suchej substancji referencyjnej

PRECYZJA POMIARÓW

Substancja referencyjna (NaCl) może być wykorzystana również dla oceny precyzji pomiarów wykonywanych za pomocą wagosuszarki. Rozbieżność między wynikami zawartości masy suchej kilku pomiarów wykonanych w tym samym czasie i w tych samych warunkach jest miarą precyzji pomiarów. Może ona być wyrażona poprzez odchylenie standardowe lub maksymalny rozstęp jaki zachodzi między pomiarami.

CHLOREK SODU PROCEDURA POMIAROWA

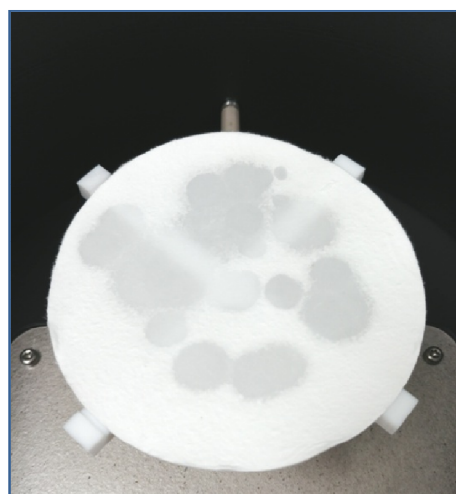
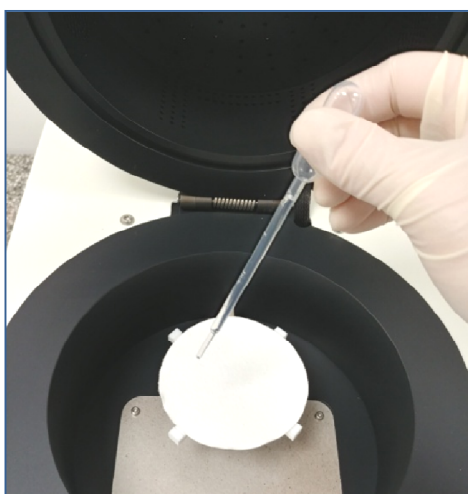
1. Przygotować wagosuszkę do pracy i ustawić poniższe parametry suszenia

MA R, MA X2.A, MA X2.IC.A, MA 3Y

PMV

- | | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| a. Temperatura suszenia: 105°C | a. Temperatura produktu: 100°C |
| b. Profil suszenia: Standardowy | b. Skala mocy: 100 % |
| c. Zakończenie analizy: Auto 2 | c. Profil suszenia: Standardowy |
| d. Jednostka miary: %D | d. Zakończenie analizy: Auto 2 |
| | e. Jednostka miary: %D |

2. Wymieszać substancję referencyjną (NaCl)
3. Na szalce wagosuszarki umieścić filtr z włókna szklanego
4. Uruchomić procedurę suszenia (szczegółowe informacje – instrukcja obsługi)
5. Gdy wagosuszkarka wyświetla komunikat „przygotuj próbkę” – pobrać z pojemnika ok. 1 g chlorku sodu i zadozować tę ilość na powierzchnię filtra. Próbkę nakładać kroplami rozprowadzając próbkę na całej powierzchni filtra.



6. Zamknąć pokrywę komory suszenia. Proces suszenia rozpocznie się automatycznie.
7. Po zakończeniu procesu suszenia odczytać wynik z wyświetlacza wagosuszarki. Jeżeli wynik analizy jest w zakresie $10\% \pm 0.5\%$ należy uznać, że wagosuszkarka działa poprawnie.
8. Celem określenia precyzji procedurę suszenia powtórzyć 6 – krotnie każdorazowo stosując nowy filtr z włókna szklanego.