



Metrologia w laboratorium

POMIARY MASY I WIELKOŚCI POCHODNYCH

© Copyright by RADWAG Wagi Elektroniczne

Radom 2015

Wydanie II

RADWAG Wagi Elektroniczne
26-600 Radom, ul. Bracka 28
Tel. 48 3848800, fax 48 3850010
e-mail: radom@radwag.pl
<http://www.radwag.pl>
NIP: 796-000-03-27

SPIS TREŚCI

Od autora.....	8
1. Wstęp.....	9
2. Infrastruktura metrologiczna	11
3. Podstawowe pojęcia metrologiczne dla pomiarów masy.....	16
4. Metrologia pomiarów masy	21
4.1. Systemy pomiarowe wag elektronicznych.....	21
4.2. Teoria błędów	23
4.3. Pomiar masy dla wag elektronicznych.....	25
4.4. Model fizyczny procesu ważenia	29
4.5. Kiedy pomiar jest dokładny?	31
4.6. Dobór wagi do wymaganego zastosowania	32
4.6.1. Powtarzalność wskazań	33
4.6.2. Powtarzalność – półautomatyczna metoda badania	34
4.6.3. Liniowość	37
4.6.4. Parametry wzorca podczas badań liniowości.....	38
4.6.5. Centryczność w pomiarach masy	42
4.6.6. Stabilność czułości w czasie	44
5. Analiza systemu pomiarowego (MSA).....	46
5.1. MSA dla pomiarów masy	46
5.2. MSA dla pomiarów wilgotności.....	48
6. Wzorce masy a odważniki.....	51
7. Gęstość powietrza w pomiarach masy	53
7.1. Siła wyporu.....	53
7.2. Ocena błędów pochodzących od siły wyporu	54
7.3. Praktyczne aspekty korekty wpływu siły wyporu na wynik pomiaru	56
7.4. Wartość siły wyporu podczas ważenia materiałów o różnych gęstościach.....	57
7.5. Sposoby korekcji siły wyporu wykorzystywane w wagach RADWAG.....	58
7.5.1. Metoda półautomatyczna z zastosowaniem wzorców masy	58
7.5.2. Metoda 2 automatyczna z wykorzystaniem czujników	60
7.5.3. Wagi z zintegrowanymi czujnikami warunków środowiskowych	62
7.5.4. Porównanie metod	63
8. Wyznaczanie gęstości próbek metodą grawimetryczną.....	64
8.1. Zjawiska fizyczne występujące w pomiarach gęstości	64
8.2. Metody pomiarowe wykorzystywane podczas pomiarów gęstości ciał	66
8.2.1. Metoda piknometryczna	66
8.2.2. Metoda areometryczna.....	69
8.2.3. Metoda oscylacyjna	70
8.2.4. Metoda hydrostatyczna	71
8.3. Metodyka w pomiarach hydrostatycznych wyznaczania gęstości	74
8.4. Grawimetryczne wyznaczanie gęstości ciał porowatych	77
8.5. Wyznaczanie gęstości ciał porowatych metodą piknometryczną	78
8.6. Pomiar gęstości ciał „pływających”	80
8.7. Pomiar gęstości cieczy o dużej lepkości	81
8.8. Dokładność pomiarowa podczas wyznaczania gęstości ciał stałych z wykorzystaniem metody hydrostatycznej.....	82
8.8.1. Powtarzalność wskazań	82
8.8.2. Siła wyporu pęcherzyków powietrza	83

8.8.3. Opór, jaki stawia ciężno	83
8.8.4. Temperatura cieczy.....	84
8.8.5. Objętość numnika	84
8.8.6. Napięcie powierzchniowe cieczy	84
8.8.7. Niepewność pomiarowa	85
8.9. Pomiar gęstości w praktyce – wagi serii .3Y / 4Y	86
8.10. Podsumowanie	87
9. Metody wyznaczania wilgotności próbek.....	88
9.1. Co to jest wilgotność materiałów?.....	89
9.2. Wymagania prawne	89
9.3. Zjawiska w procesach suszenia	90
9.4. Przygotowanie próbek do suszenia	91
9.4.1. Pobieranie i przygotowanie różnych rodzajów próbek	91
9.4.2. Przechowywanie próbek.....	91
9.5. Parametry suszenia	91
9.6. Błędy w pomiarach wilgotności.....	94
9.7. Walidacja metody	94
10. Pipety tłokowe, kontrola objętości (metoda grawimetryczna)	95
10.1. Błąd systematyczny.....	96
10.2. Błąd przypadkowy	96
10.3. Wymagania dla wag	97
10.4. Kurtyna parowa	97
10.5. Półautomatyczna metoda w badaniach objętości.....	98
10.6. Niepewność pomiaru	100
11. Niepewność pomiaru masy	101
11.1. Niepewność typu A.....	101
11.2. Niepewność typu B.....	102
11.3. Niepewność złożona	103
11.4. Niepewność rozszerzona	104
11.5. Niepewność - równanie pomiaru masy	105
11.6. Niepewność dla pomiarów masy – zestawienie	108
11.7. Niepewność pomiaru masy przy określaniu wilgotności.	109
12. Pomiar małych mas – minimalna naważka	111
12.1 Dobór wagi do zastosowania	113
13. Czynniki zewnętrzne procesach ważenia.....	115
13.1. Temperatura	115
13.2. Wilgotność.....	117
13.3. Elektrostatyka	120
13.4. Ruch powietrza.....	121
13.5. Wibracje podłoża	123
13.6. Zakłócenia elektromagnetyczne.....	126
14. Półautomatyczne procedury kontroli wag	129
14.1. GLP Report	129
14.2. Autotest Filtr.....	130
15. Ważenie różnicowe w praktyce	133
15.1. Ważenie różnicowe małych mas.....	133
15.2. Ważenie różnicowe dużych mas	134
15.3. Ważenie różnicowe – rejestracja masy próbki	135

16. Zgodność z wymaganiami.....	137
16.1. Metrologia prawna w praktyce	137
16.2. GMP - metrologia przemysłowa	138
16.3. Farmacja	138
16.4. Ochrona środowiska.....	139
17. Cechy użytkowe współczesnych wag elektronicznych	140
17.1. Szybkość	140
17.2. Praca bezdotykowa.....	141
17.3. Praca bezprzewodowa	141
17.4. Bezpieczeństwo.....	141
17.5. Personalizacja.....	142
17.6. Wielofunkcyjne środowisko pracy	142
17.7. Wsparcie techniczne – moduł media	142
18. SOP dla pomiarów masy.....	143
18.1. Waga	143
18.2. Wzorce masy	143
18.3. Metodyka testów	144
18.3.1. Czułość	145
18.3.2. Liniowość	148
18.3.3. Rozrzut wskazań	151
18.3.4. Centryczność	154
18.3.5. Ogólne wytyczne dla testów	155
19. Moduły wagowe - uniwersalne rozwiązania wagowe	156
19.1. Termograwimetria	156
19.2. Badanie napięcia powierzchniowego cieczy i roztworów metodą tensjometryczną..	159
19.3. Praca w cyklach automatycznych	161
19.3.1. Moduły wagowe w wagach automatycznych.....	161
19.3.2. Automatyczne dozowanie proszku	163
Dodatek.....	164
Załącznik A - Leksykon terminów metrologicznych.....	169
Załącznik B - Gęstość wody destylowanej.....	182
Skorowidz.....	183
Bibliografia	185

Nauka wymaga dokonywania pomiarów z kilku powodów. Jednym z nich jest uznana potrzeba oddzielenia naszych obserwacji od naszych przekonań, użycie bezosobowych maszyn jest tu jednym ze sposobów. Drugim powodem jest oczywista chęć dokonania pomiarów dokładniejszych od tych na jakie pozwalają nasze nie uzbrojone w żadną aparaturę zmysły. Trzecim jest użyteczność pomiarów, które mogą być powtórzone w różnych miejscach i przez różnych ludzi.

Jeżeli zatem mówimy, że nauka mierzy, to mamy na myśli ten wysiłek uzyskania wiedzy, która jest zarazem dokładna i spójna, tak że ludzie na całym świecie mogą ją odtworzyć w odpowiednich warunkach.

Prof. L.N. Cooper Istota i struktura fizyki

Od autora

W niniejszej publikacji przedstawiono wiele procesów, w których wykorzystujemy ważenie. Ten dość prosty proces analizować można w różnych aspektach, od czysto metrologicznego do personalnego, czyli naszej zdolności do wykonywania powtarzalnych pomiarów. Opisuując pewne zjawiska, nie dążono do pokazywania wszystkich zależności, jakie występują, ale raczej skupiano się na tym, co najistotniejsze.

Część informacji jest zapewne znana szerokiemu gronu użytkowników wag, dla innych może stanowić wstęp do dyskusji na tematy ich interesujące. Mam nadzieję, że choćby część tej publikacji będzie dla Państwa przydatna. Kolejne wydanie *„Metrologii w Laboratorium* zawiera pewne uzupełnienia i rozszerzenia. Wynikają one w znacznej mierze z nowych doświadczeń oraz spojrzenia z dystansem na pierwsze wydanie publikacji.

Sławomir Janas

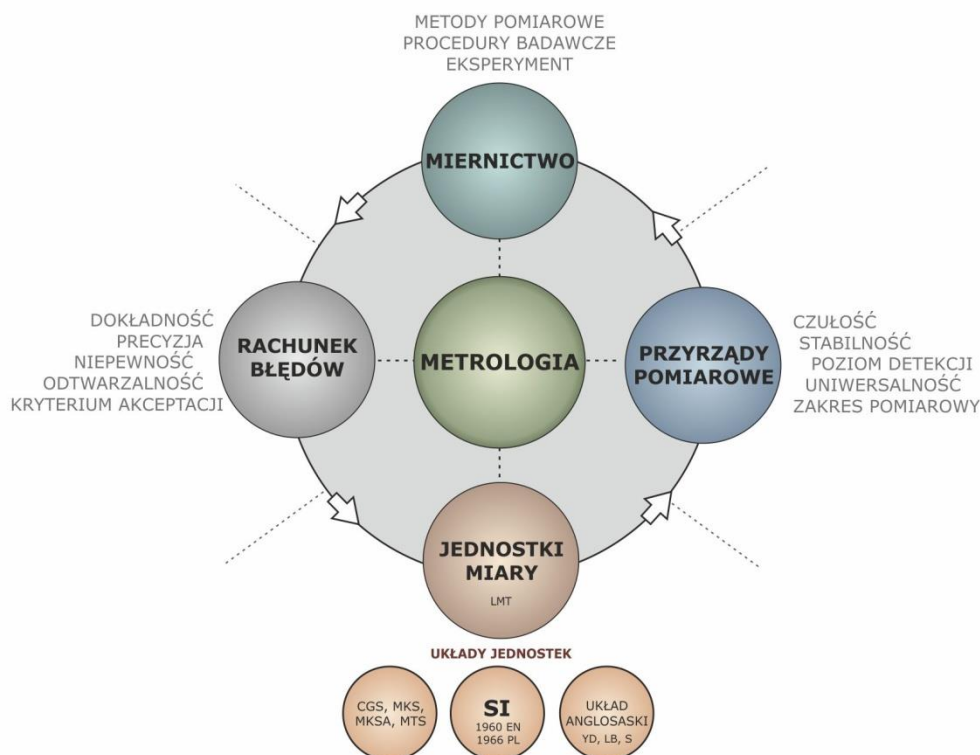
*Kierownik Laboratorium Badawczego
RADWAG Wagi Elektroniczne*

1. Wstęp

Pomiar masy jest pozornie najprostszym procesem pomiarowym, jaki dokonywany jest w Laboratorium. Zazwyczaj masa próbki nie jest znana przed analizą, toteż obserwowany wynik pomiaru jest przyjmowany intuicyjnie jako prawdziwy. Optymistycznie można przyjąć, że tak jest. Pozornie prosty proces pomiaru, jakim jest ważenie, kryje w sobie dość skomplikowane mechanizmy. Zrozumienie tego, czym one są i jak działają, pozwala nie tylko usprawnić pracę, ale również optymalnie wykorzystywać wagę.

Nie jest możliwe dokonanie analizy wszystkich elementów i przypadków związanych z pomiarem masy. Pokazane tu rozwiązania są efektem badań oraz wiedzy i mają charakter użytkowy.

Metrologia, jak powszechnie wiadomo, to nauka dotycząca sposobów dokonywania pomiarów oraz zasad interpretacji uzyskanych wyników. Ogólnie można ją podzielić na metrologię przemysłową, naukową oraz prawną (dotyczącą uregulowań prawnych). Podstawą metrologii są jednostki miar, pogrupowane w układy (najpowszechniej stosowany jest układ SI). Część metrologii dotycząca praktycznego uzyskiwania wyników pomiarów to miernictwo. Metrologia obejmuje również to, czym mierzymy, czyli przyrządy pomiarowe. Interpretacja uzyskanych wyników wymaga znajomości rachunku błędów. Wszystkie te obszary są ze sobą wzajemnie powiązane.



Rys. 1. Najważniejsze zagadnienia związane z metrologią.

Rozróżnia się 3 główne działy metrologii:

- Metrologia Prawna - dział metrologii, odnoszący się do działań, które wynikają z wymagań ustawowych i dotyczą pomiarów, jednostek miar, przyrządów pomiarowych i metod pomiarowych, które są przeprowadzane przez odpowiednie organy państwowe.

Należy do tych działań nadzór nad przyrządem pomiarowym (wagą) w postaci tzw. legalizacji ponownej (okresowej). Jest to niczym innym jak ponownym sprawdzeniem wagi po pewnym okresie użytkowania. Warto już tu zauważyć, że nie każda waga podlega takim procedurom.

- Metrologia Przemysłowa - dział metrologii zajmujący się pomiarami w różnych dziedzinach nauki i przemysłu, z wyłączeniem obszaru regulowanego (metrologii prawnej).
- Metrologia Naukowa - dział metrologii zajmujący się utrzymywaniem i rozwojem wzorów miar oraz wielkości z nimi związanych.

Powszechna globalizacja, którą obserwujemy już od przeszło dekady, spowodowała jakościową zmianę w postrzeganiu metrologii. Oczekuje się dokładniejszych badań, szybkiej wymiany i weryfikacji wyników. Cyfryzacja jest dziś podstawą, zwłaszcza w technologicznie zaawansowanych społeczeństwach. Sprostanie tym wyzwaniom jest możliwe w każdych warunkach, jednakże wiąże się to zazwyczaj z zainwestowaniem znacznych środków finansowych. Współpraca ośrodków zajmujących się metrologią z przemysłem wydaje się być tu słuszną drogą – korzyści dla obydwu stron mogą być znaczące.

Na podstawie kilkuletnich doświadczeń w tej materii można stwierdzić, że pożądane przez producentów są wyspecjalizowane aplikacje cechujące się dużą rozdzielczością pomiarową. Jest to trudne zagadnienie, które wymaga zaplecza technicznego – personalnego z doświadczeniem. Nie zawsze jest to możliwe do uzyskania w sferze szeroko rozumianego przemysłu. W komercyjnym środowisku o dużej konkurencyjności proces idea – prototyp – gotowe rozwiązanie nie może trwać zbyt długo.

2. Infrastruktura metrologiczna

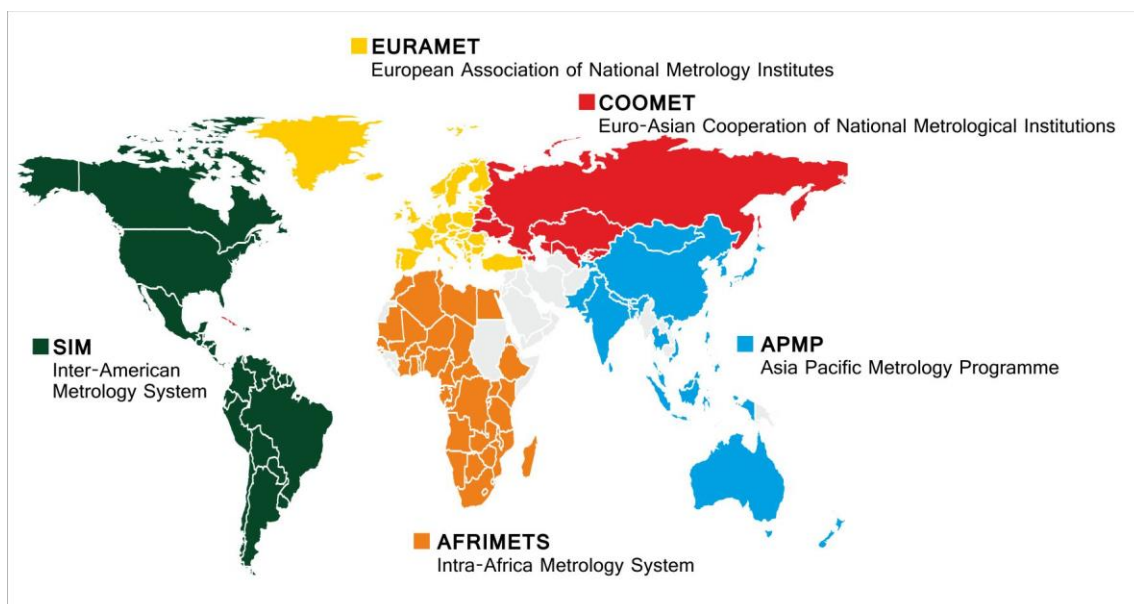
Idea metrologii jako nauki obejmującej dość szeroki obszar wymaga odpowiedniej infrastruktury. Globalnie mamy dwie organizacje związane z metrologią:

- BIMP (Bureau International des Poids et Mesures - Międzynarodowe Biuro Miar i Wag), zajmujące się metrologią naukową;
- oraz
- OIML (International Organization of Legal Metrology – Międzynarodowa Organizacja Metrologii Prawnej), zajmuje się metrologią prawną.

Metrologia naukowa tworzy i rozwija różne obszary związane z doskonaleniem wzorców międzynarodowych, pomiarami, jednostkami miar, natomiast metrologia prawna tworzy zalecenia związane z przyrządami pomiarowymi. Jako zalecenia nie muszą one być obowiązkowo respektowane przez wszystkie kraje. Praktycznie jednakże przenoszone są one do ustawodawstwa większości krajów członkowskich. Dzięki temu można posługiwać się tymi samymi wymaganiami co do urządzeń ważących na całym świecie.

Na poziomie regionalnym metrologią naukową zajmują się organizacje skupiające kraje z określonego obszaru:

- European Association of National Metrology Institutes (Euramet);
- Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions (Coomet);
- Intra-Africa Metrology System (Afrimets);
- Asia Pacific Metrology Programme (APMP);
- Inter-American Metrology System (SIM).



Rys. 2. Regionalne Organizacje Metrologiczne.

Oczywiście w każdym kraju członkowskim niezależnie od regionu istnieją instytucje państwowe odpowiedzialne za metrologię naukową oraz metrologię prawną. Taki system zapewnia zarówno przepływ informacji jak, i spójność w zakresie zasadniczych wymagań.

W Europie, pomimo pozornej równości krajowych instytucji metrologicznych, liczą się przede wszystkim tradycja, renoma, osiągnięcia, prezentowany poziom wiedzy oraz prowadzone badania. Niektóre z jednostek notyfikowanych prowadzą szerokie badania w zakresie nowych rozwiązań technologicznych, przede wszystkim na potrzeby przemysłu. Jest to także jedna z form pozyskiwania środków na rozwój, dzięki której buduje się zarówno markę firmy, jak i instytucji metrologicznej.

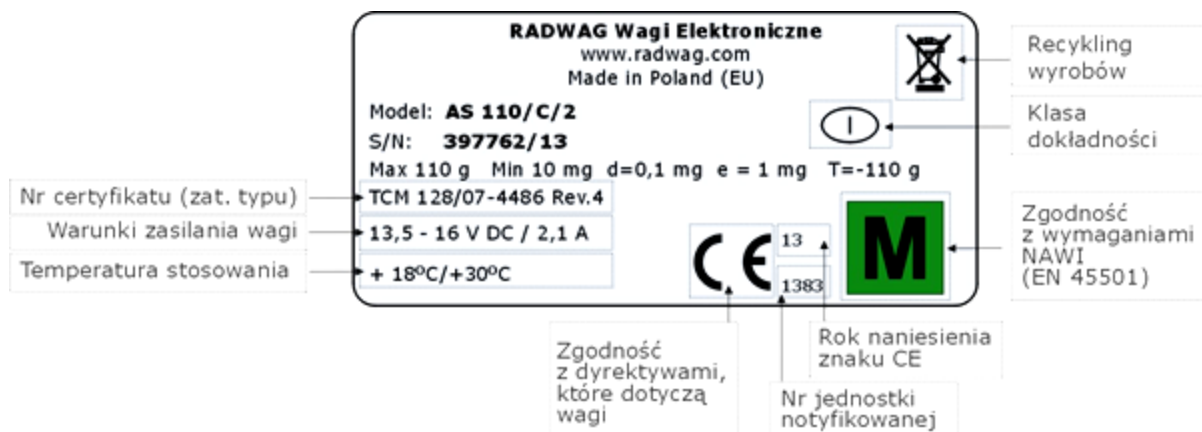
Należy wyraźnie zaznaczyć, że w zakresie metrologii prawnej krajowe organizacje metrologiczne prowadzą nadzór **tylko nad obszarami istotnymi** dla funkcjonowania państwa. Stąd też wynikają kategorie przyrządów, które podlegają nadzorowi (ocenie zgodności). W odniesieniu do wag nieautomatycznych (dyrektywa NAWI – patrz: leksykon) są to wagi stosowane do określania masy:

- w obrocie handlowym;
- będącej podstawą obliczania opłat targowych, ceł, podatków, premii, opustów, kar, wynagrodzeń, odszkodowań lub podobnych typów opłat;
- podczas stosowania przepisów prawnych oraz przy wydawaniu opinii w postępowaniach sądowych przez biegłych i ekspertów;
- pacjenta w praktyce medycznej w celu monitorowania, diagnozowania i leczenia;
- przy sporządzaniu lekarstw wydawanych na receptę w aptekach;
- w trakcie analiz przeprowadzanych przez laboratoria medyczne i farmaceutyczne;
- przy paczkowaniu towarów.

Wagi automatyczne dla pojedynczych ładunków, porcjujące, odważające, przenośnikowe, wagonowe obejmuje dyrektywa MID – patrz: leksykon.

System nadzoru nad przyrządami pomiarowymi, jaki sprawuje państwo z jednej strony jest niewątpliwie dla użytkownika obciążeniem (również ekonomicznym). Z drugiej strony gwarantuje mu bezpieczeństwo i odpowiednią jakość (zakup towarów, sprzedaż, diagnoza, opłata itp.). Niezależnie od złożoności systemu metrologicznego, zachowanie spójności pomiarowej poprzez powiązanie z wzorcami wyższej klasy jest podstawowym wymogiem, a tym samym gwarancją rzetelności pomiarów. Współcześnie istotną rolę poza kompetencją odgrywa również jakość i szybkość świadczonych usług metrologicznych. Potwierdza się stara reguła „czas to pieniądz”.

Należy wyraźnie stwierdzić, że nie każda waga podlega prawnej kontroli. O wymogach w tym zakresie decyduje jej zastosowanie w określonym obszarze. Powszechnie przyjmuje się, że jeżeli waga jest legalizowana (posiada znak M na zielonym tle) to jest dokładniejsza, niż taka sama bez legalizacji. Jest to opinia błędna. Wszystkie wagi produkowane są w czasie tego samego procesu wytwarzania i kontroli, a więc stosowane są dla nich takie same kryteria jakościowe.



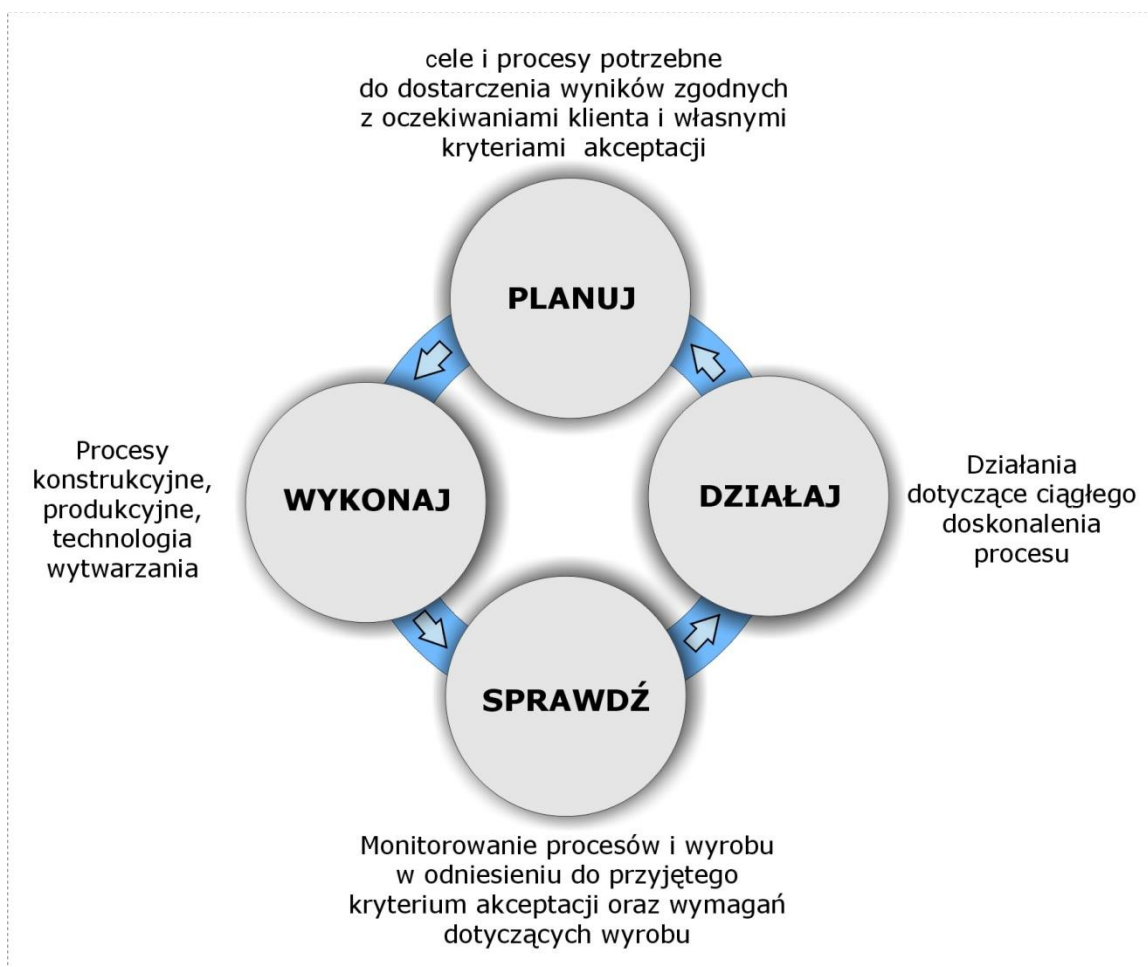
Rys. 3. Tabliczka znamionowa wagi legalizowanej – widok ogólny.

To system jakości producenta gwarantuje odpowiednią jakość wag, a nie zielona naklejka na wadze. W przypadku RADWAG, jakość wyrobów jest wynikiem wdrożonego oraz certyfikowanego systemu jakości ISO 9001:2008, dodatkowo nadzorowanego przez Jednostkę Notyfikowaną CMI odnośnie wymagań zasadniczych Dyrektyw NAWI oraz MID. Taki system nadzoru umożliwia firmie RADWAG dokonywanie oceny zgodności własnych wyrobów.

Jak w każdej firmie produkcyjnej, jakość wyrobu jest ciągle monitorowana nie tylko poprzez kontrolę wyrobu końcowego, ale również poprzez doskonalenie innych obszarów związanych z produkcją wag. Zaczyna się od planowania produkcji, czy też nowych rozwiązań konstrukcyjnych. Tu kluczowym elementem jest opinia i wymagania naszych użytkowników. Proces wytworzenia to dokładność oraz sprzężenie ze sobą procesów technologicznych oraz informatycznych.

W przypadku zaawansowanych technologicznie produktów ciągły nadzór procesu produkcji jest wymogiem koniecznym dla uzyskania efektywności. Nadzór procesu produkcji to nie tylko kontrola wagi, lecz złożony ciąg operacji. Rozpoczyna się on z chwilą przyjęcia elementów konstrukcyjnych przez Dział Kontroli Dostaw, a kończy się sprawdzeniem parametrów metrologicznych wytworzonej wagi. Ciągłe doskonalenie wszystkich procesów w firmie jest oczywistą praktyką dla innowacyjnych firm, takich jak RADWAG. Nasze działania obejmują nie tylko procesy technologiczne, ale również sferę marketingu – najważniejszy jest dla nas klient.

Doskonalenie procesów w firmie RADWAG prowadzone jest zgodnie z modelem W. E. Deminga (W. J. Latzko, D. M. Saunders: *Cztery dni z dr. Demingiem – nowoczesna teoria zarządzania*, WNT 1998)



Rys. 4. Doskonalenie systemu jakości zgodnie z zaleceniami W.E. Deminga.

Systemy zarządzania jakością oraz procesy produkcyjne w RADWAGU powiązane są ze sobą poprzez system komputerowy. Jest to szczególnie ważne dla celów ewidencji, prowadzenia działań korygujących, archiwizacji przebiegu procesu produkcyjnego dla poszczególnych wyrobów oraz kontroli wyrobu końcowego.

W naszych działaniach posługujemy się zdefiniowanymi procedurami od momentu rozpoczęcia projektu do momentu jego wdrożenia. Proces produkcyjny jest dokładnie zdefiniowany i kontrolowany na każdym etapie. Zastosowany system elektronicznej weryfikacji pozwala nam odtworzyć historię produkcji i kontroli praktycznie każdej wagi, która opuszcza naszą firmę. Można tym samym powiedzieć, że RADWAG posiada własną infrastrukturę, której kluczowym elementem jest Dział Kontroli Jakości.

Gwarancją jakości pomiarów masy wykonywanych w RADWAG jest powiązanie wzorców, którymi się posługujemy, z wzorcami wyższego rzędu. Schemat spójności pomiarowej pokazano na rysunku poniżej.



Rys. 5. Powiązanie z wzorcami wyższego rzędu.

Przyjęty system jakości podlega ciągłemu nadzorowi w postaci corocznych audytów. Obejmują one system jakości ISO jako proces zarządzania firmą, jak i te obszary, które dotyczą oceny zgodności (głównie proces produkcji oraz kontroli).

3. Podstawowe pojęcia metrologiczne dla pomiarów masy

Praktycznie każdy obszar działań Laboratorium cechuje się pewną specyficzną dla niego terminologią. Czasami stosuje się tzw. żargon techniczny, wprowadzie raczej niepoprawny, ale powszechnie zrozumiały. W zakresie pomiarów masy ta terminologia dotyczy wymagań prawnych oraz parametrów technicznych wag. Wykaz większości przydatnych terminów zawiera Leksykon (załącznik A), poniżej znajduje się opis kilku najważniejszych z nich.

Certyfikacja

Proces badania parametrów technicznych wag, podczas którego sprawdza się ich wskazania, porównując je z wartościami granicznymi (PN-EN 45501). Testy uznaje się za poprawne, gdy wszystkie testy dają wynik pozytywny, tzn. błędy wskazań nie są większe niż błędy graniczne dopuszczalne (MPE). Jest to podstawą do wydania certyfikatu (zatwierdzenia typu) dla producenta badanej wagi (typoszeregu).

Deklaracja zgodności

Deklaracja zgodności jest pisemnym oświadczeniem sporządzonym przez producenta, stwierdzającym, że wagi, których dotyczy, są zgodne z zatwierdzonym typem oraz spełniają wymagania wszystkich dyrektyw, które ich dotyczą.

Legalizacja ponowna

Procedura dotycząca wag będących w użytkowaniu, podczas której sprawdza się podstawowe parametry wag, porównując je z wartościami granicznymi dopuszczalnymi. Wielkości błędów zawiera norma PN-EN 45501. Legalizacja ponowna jest wykonywana okresowo, zgodnie z aktualnie obowiązującym prawem. Obowiązek zgłoszenia wagi do ponownej legalizacji spoczywa na użytkowniku. Istotną informacją jest to, że podczas legalizacji ponownej, błędy wagi odnosi się do błędów granicznych dopuszczalnych (MPE). Tym samym przed ponowną legalizacją warto sprawdzić, czy błędy wskazań wagi są mniejsze niż MPE. Mamy wówczas gwarancję, że ta procedura zakończy się sukcesem. Podczas użytkowania wagę uznaje się za sprawną wówczas, gdy jej błędy wskazań nie są większe niż $2 \times \text{MPE}$.

Działka elementarna

Wyrażona w jednostkach masy, wartość różnicy między wartościami odpowiadającymi dwóm sąsiednim wskazaniom podziałki przy wskazaniu analogowym lub różnicy między wartościami dwóch kolejnych wskazań przy wskazaniu cyfrowym. Wagi elektroniczne zazwyczaj mają działki elementarne jako:

- 1,2,3,4,5,6,7,8,9,0
- 0,2,4,6,8,
- 0,5

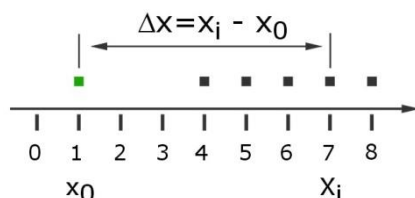
Wartość działki elementarnej dla wag legalizowanych jest określona przepisami. Dla wag bez legalizacji wartość działki wybiera producent. Zazwyczaj stosowane jest rozwiązanie, w którym każda waga posiada JEDNĄ działkę elementarną. Wyjątkiem są tzw. wagi wielozakresowe lub wielodziałkowe, które posiadają więcej niż jedną działkę elementarną. Takie konstrukcje wag nie są powszechne, można je spotkać w dedykowanych rozwiązaniach przemysłowych.

Obciążenie minimalne

Wartość obciążenia, poniżej którego wyniki ważenia mogą być obarczone nadmiernym błędem względnym (PN-EN 45501). Jak wynika z definicji, ważenie poniżej obciążenia minimalnego nie jest zabronione, chociaż zakres ważenia wg EN 45501 jest definiowany od obciążenia minimalnego do obciążenia maksymalnego.

Komentarz:

Błąd bezwzględny – różnica pomiędzy wartością zmierzoną x_i a wartością prawdziwą x_0 .



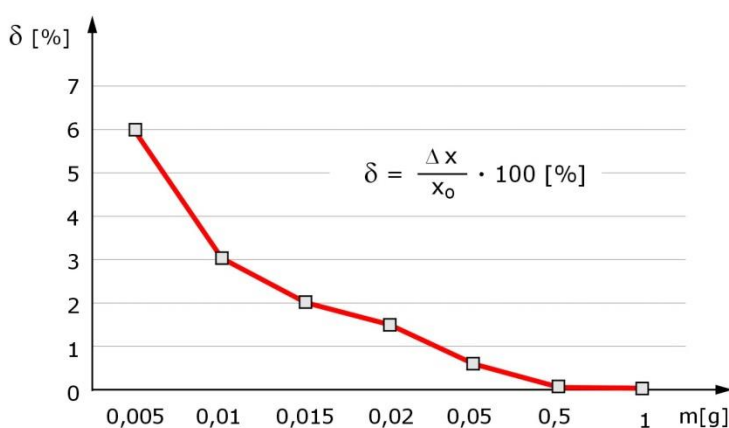
Rys. 6. Błąd bezwzględny – interpretacja graficzna.

Dla małych obciążeń błąd bezwzględny jest efektem dwóch czynników. Pierwszy to powtarzalność wskazań wagi dla małej masy. Ważąc tę samą masę kilkakrotnie, otrzymamy pewną zmienność wskazań, którą można przyjąć jako błąd bezwzględny. Podczas badania należy obserwować wskazanie zerowe wagi pomiędzy pomiarami: ważne jest, żeby każdy pomiar zaczynał się od tzw. „dokładnego” zera. Jest to drugi czynnik.

Błąd względny – jest to stosunek błędu bezwzględnego do wartości prawdziwej, tzn.

$$\delta = \Delta x / x_0$$

Znając wielkość błędu bezwzględnego, można określić błąd względny dla określonej masy próbki. Określimy tym samym dokładność wykonywania procesu ważenia, można ją podawać nie tylko w jednostkach masy, ale również w procentach. Prawdziwa jest zależność: im mniejsza masa próbki, tym większy względny błąd pomiaru.



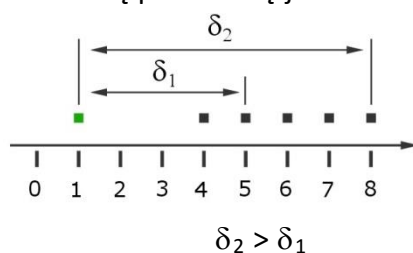
m [g]	δ [%]
200	0,00015
180	0,00016
150	0,0002
100	0,0003
80	0,00037
50	0,0006
10	0,003
1	0,03
0,5	0,06
0,05	0,6
0,02	1,5
0,015	2
0,01	3
0,005	6
0,001	30

Zależność błędu względnego [%] od stosowanego obciążenia ($\Delta x = 0,3\text{mg}$).

Jak widać na wykresie, dla masy 10 mg mamy błąd względny w wielkości 3%. Dla próbki 1 mg będzie to aż 30%.

Dokładność pomiaru

Zbieżność zachodząca pomiędzy wartością wielkości zmierzoną a wartością wielkości prawdziwą menzurandu (wielkości, która ma być zmierzona) (VIM 2010 Międzynarodowy Słownik Terminów Metrologicznych). Uogólniając, można stwierdzić, że pomiar jest dokładny wówczas, gdy różnica pomiędzy wartością zmierzoną a wartością prawdziwą jest bardzo mała.

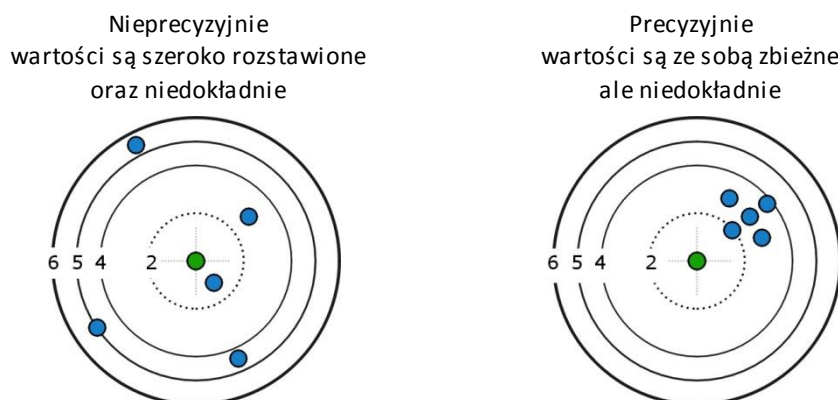


Rys. 7. Dokładność pomiaru – schemat graficzny.

Wyznaczenie wielkości błędu, jaki występuje podczas ważenia, wymaga porównania wyniku ważenia wzorca z wartością oczekiwaną. Tym samym dokładność pomiaru nie może być określona poprzez ważenie próbki.

Precyzja pomiaru

Zbieżność zachodząca pomiędzy wskazaniem lub wartościami wielkości, zmierzonymi otrzymanymi przy powtarzalności pomiarów na tym samym lub podobnych obiektach w określonych warunkach wg VIM 2010. Dużą precyzję otrzymujemy wówczas, gdy wartości zmierzone są położone blisko siebie.



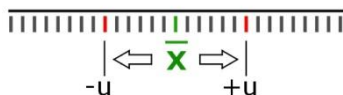
Rys. 8. Precyzja w pomiarach.

Jak wynika z powyższych opisów, dokładność można odnieść do pojedynczego pomiaru, natomiast precyzja wymaga już serii pomiarów. Pomiar precyzyjny (np. średnia) nie musi być dokładny. O ile precyzję można wyznaczyć poprzez ważenie kilkakrotnie dowolnej próbki, to dokładność wymaga porównania wyniku ważenia wzorca z wartością prawdziwą. Jest nią masa nominalna wzorca po uwzględnieniu jego błędu. Informacje o tym, jaki błąd posiada wzorzec, zawiera świadectwo wzorcowania.

$$Masa_{NOM} = masa_{wz} - \delta_{wz} \quad (1)$$

Niepewność pomiaru (u)

Wielkość wyznaczająca przedział liczbowy, w którym wartość prawdziwa leży z określonym, dość dużym, prawdopodobieństwem. Takie podejście jest efektem niedoskonałości przyrządów pomiarowych oraz stosowanych metod, nie można więc jednoznacznie wyznaczyć wartości mierzonej.



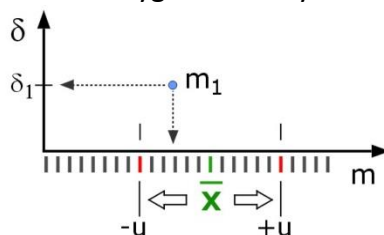
Rys. 9. Niepewność pomiaru.

Komentarz:

Istnieje zasadnicza różnica pomiędzy niepewnością pomiaru a błędem pomiaru. Błąd to różnica między wartością otrzymaną a wartością rzeczywistą; np.:

dla idealnego wzorca o masie 50 g uzyskano podczas pomiaru wskazanie 50,0020 g, tak więc błąd wynosi 0,0020 g. Zatem pomiar każdej próbki o masie zbliżonej do 50 g będzie obarczony błędem 0,0020 g.

Natomiast określona złożona niepewność pomiaru to zakres przedziału, w którym wartość oczekiwana może się znaleźć z pewnym prawdopodobieństwem. Tym samym wyznaczonej niepewności nie można wykorzystać do skorygowania uzyskanego wyniku pomiaru.



Rys. 10. Niepewność pomiaru a dokładność.

Rozwinięcie zagadnienia niepewności znajduje się w dalszej części opracowania.

Spójność pomiarowa

Właściwość pomiaru lub wzorca jednostki miary, polegająca na tym, że można go powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miary, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.

Zachowanie spójności pomiarowej jest warunkiem jednoznaczności wyników pomiarów, umożliwiającym ich wzajemne porównanie. Spójność pomiarowa charakteryzowana jest przez sześć podstawowych elementów:

- nieprzerwany łańcuch porównań do międzynarodowego lub państwowego wzorca pomiarowego;
- udokumentowaną niepewność pomiaru;
- udokumentowaną procedurę pomiarową;
- kompetencje techniczne;
- odniesienie do jednostek układu SI, wzorców pomiarowych odniesienia lub procedur pomiarowych zawierających jednostkę miary;
- odstępy czasu między wzorcowniami/kalibracjami.

Adiustacja

Szereg czynności, w wyniku których doprowadza się przyrząd pomiarowy do działania odpowiadającego jego przeznaczeniu. W odniesieniu do wag elektronicznych sprowadza się to do skorygowania czułości wagi poprzez porównanie wyniku ważenia wzorca (zazwyczaj zabudowanego wewnątrz wagi) z jego wartością referencyjną. Takie porównania wykonywane są w cyklach automatycznych (sterowanych zmianami temperatury i czasu) lub półautomatycznych (poprzez operatora).

Kalibracja (wzorcowanie)

Zbiór operacji ustalających w określonych warunkach relacje między wartościami wielkości mierzonej, wskazywanymi przez przyrząd pomiarowy lub układ pomiarowy albo wartościami reprezentowanymi przez wzorzec miary lub przez materiał odniesienia, a odpowiednimi wartościami wielkości, realizowanymi przez wzorce jednostki miary.

Uprasząc powyższe stwierdzenie, proces polega na badaniu charakterystyki wagi wzorcami masy. W wyniku tego określimy błędy pomiaru masy dla punktów pomiarowych. Mamy tym samym informację, jakiego błędu można oczekiwać wówczas, gdy będziemy ważyć próbkę o podobnej masie. Takie podejście nie uwzględnia cech specyficznych próbki (np. elektrostatyka) - to leży w gestii użytkownika (doświadczenie zawodowe). Jak widać, podczas kalibracji nie reguluje się żadnych parametrów wagi. Efektem kalibracji wagi jest zazwyczaj świadectwo wzorcowania.

4. Metrologia pomiarów masy

4.1. Systemy pomiarowe wag elektronicznych

Postrzeganie wagi jako urządzenia pomiarowego sprowadza się do tego, co widzimy na zewnątrz. Mamy więc kształt obudowy, typ wyświetlacza, estetykę wykonania, czyli to, co można ocenić wzrokowo. Za tą fasadą kryją się konkretne rozwiązania konstrukcyjne, które decydują o takich parametrach wagi, jak powtarzalność, liniowość, szybkość pomiaru. Uzyskiwanie pożądanych parametrów wymaga zastosowania odpowiedniego systemu pomiarowego. Nie ma potrzeby omawiania wszystkich rozwiązań, jakie istnieją w tym zakresie. Dlatego zastaną ogólnie przedstawione dwa z nich: najtańsze oraz najdokładniejsze.

Przetworniki tensometryczne

Produkowane są na skalę masową (praktycznie na całym świecie), toteż ich cena jest dość niska. Zasada ich działania polega na pomiarze odkształcenia elementu pomiarowego (tensometru). Zmiana rezystancji ΔR tensometru jest proporcjonalna do naprężenia mechanicznego.

$$\Delta R = kR\Delta e = kR \frac{\Delta \sigma}{E} \quad (2)$$

gdzie: R - rezystancja tensometru bez naprężeń;
k - stała tensometryczna czujnika;
e - wydłużenie względne;
 σ - naprężenie;
E - moduł sprężystości Younga.

Zaletą tego rozwiązania (poza ceną) jest możliwość tworzenia wag o znacznych obciążeniach maksymalnych. Wadą (choć niekoniecznie) – dość mała dokładność pomiarowa. Typowa Rozdzielczość takich przetworników tensometrycznych zawiera się w zakresie od 3 000 ÷ 6000 działek.



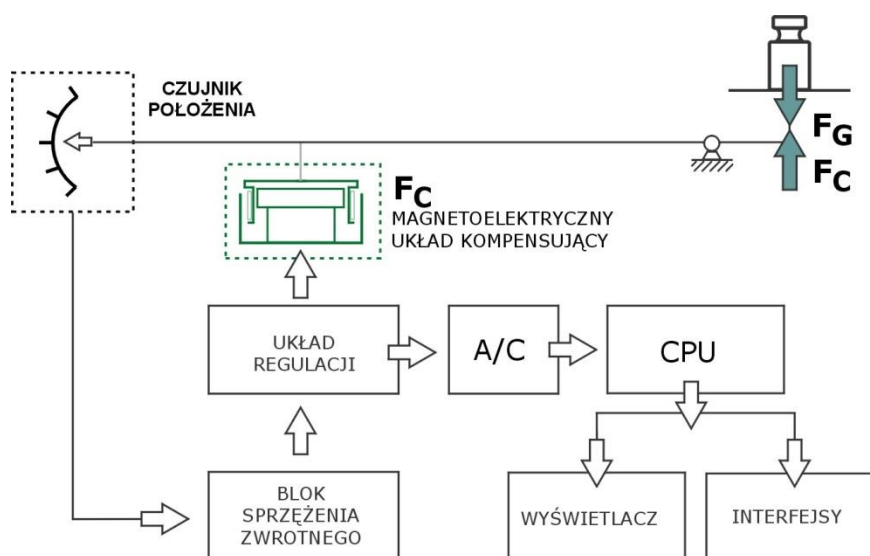
Przetwornik zamocowany do podłoża ze wspornikiem szalki.

Poprzez selekcję oraz optymalizację można uzyskiwać nawet dość duże rozdzielczości rzędu 60 000 działek; tak jak dla wag WLC. Zdjęcie pokazuje typowy przetwornik tensometryczny w konstrukcji wagi WLC 6/A2. Przetworniki tensometryczne są również wykorzystywane w konstrukcji wag przemysłowych nawet do kilkunastu ton. Przetwornik ma wówczas trochę inną konstrukcję, choć zasada działania pozostaje bez zmian.

Przetworniki magnetoelektryczne

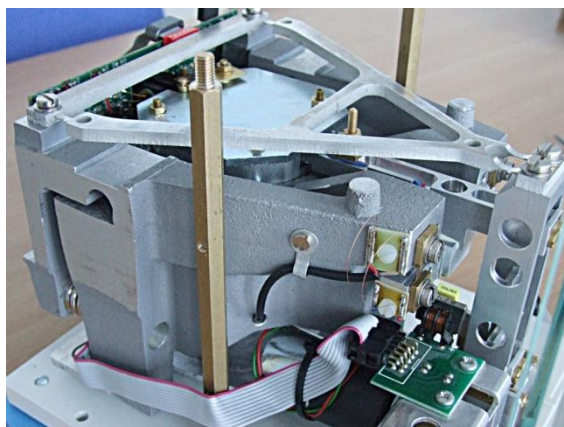
W wagach wykorzystujących ten typ przetwornika siła nie powoduje ugięcia zespołu mechanicznego prostowodu, co umożliwia uzyskanie dużych rozdzielczości przy małych błędach wskazań. Zasada działania jest następująca:

Gdy waga jest nieobciążona, układ jest w stanie „początkowym”, wyświetlacz wagi pokazuje stan zera. Po położeniu ładunku na szalce wagi rejestrujemy siłę (F_G), z jaką ładunek jest przyciągany przez Ziemię. Uzyskuje się to poprzez wychylenie elementu umieszczonego w polu działania czujnika położenia. To wychylenie jest równoważone poprzez siłę (F_C), pochodzącą od cewki, poprzez którą płynie prąd, umieszczonej w polu magnetycznym. W konsekwencji położenie szalki pozostaje niezmiennie. Znając wielkość siły równoważącej, jesteśmy w stanie podać wynik pomiaru.



Rys. 11. Schemat wagi magnetoelektrycznej.

Pozornie prosta zasada pracy wymaga nie tylko dokładności wykonania elementów konstrukcyjnych wagi. Kolosalne znaczenie mają odpowiednie elementy elektroniczne oraz oprogramowanie. Warto tu podać, że ten system pomiarowy pozwala uzyskiwać rozdzielczość 20 milionów, przy błędzie pomiaru ledwie kilku dziesiątek odczytowych. Takie wagi potrafi produkować tylko trzech producentów na świecie, w tym RADWAG. Konstrukcja wagi z takim przetwornikiem pokazana jest na przykładzie wagi XA.



4.2. Teoria błędów

W zakresie teorii błędów dostępnych jest wiele publikacji, dlatego też szczegółowe rozważania zostały pominięte. Poniżej podano jedynie najważniejsze terminy, które są powszechnie stosowane nie tylko w Laboratorium.

Różnicę pomiędzy wynikiem pomiaru, a rzeczywistą wartością mierzonej wielkości nazywamy potocznie **błędem pomiaru**. Wyróżniamy następujące rodzaje błędów:

- grube,
- systematyczne,
- przypadkowe,
- w punkcie kontrolnym,
- w zerze.

Błąd grubo

Powstaje zwykle na skutek nieuwagi obserwatora lub w wyniku nagłej zmiany warunków pomiaru, np. wstrząsy, podmuchy. Przykład błędu grubego pokazuje poniższy zbiór danych:

1. 45,5010
2. 45,5009
3. 45,5012
4. 45,5080 ← błąd grubo /znaczną zmianę +70 jednostek/
5. 45,5012

Błąd grubego nie należy uwzględniać w analizie serii pomiarów. Zazwyczaj jest on usuwany, a pomiar uznany za nieprawidłowy. Można a nawet trzeba, analizować, co było przyczyną powstania tego błędu.

Błąd systematyczny

Składnik błędu pomiaru, który przy powtarzaniu pomiarów pozostaje stały lub zmienia się w przewidywalny sposób. Wynika on z niedoskonałości przyrządów i metod pomiarowych. Błędy systematyczne należy uwzględniać, wprowadzając korekcję do wyniku. Może nią być poprawka, mnożnik lub wartość z tablicy. Przykładem błędu systematycznego jest błąd wzorca, który znajduje się w świadectwie wzorcowania.

Błąd przypadkowy

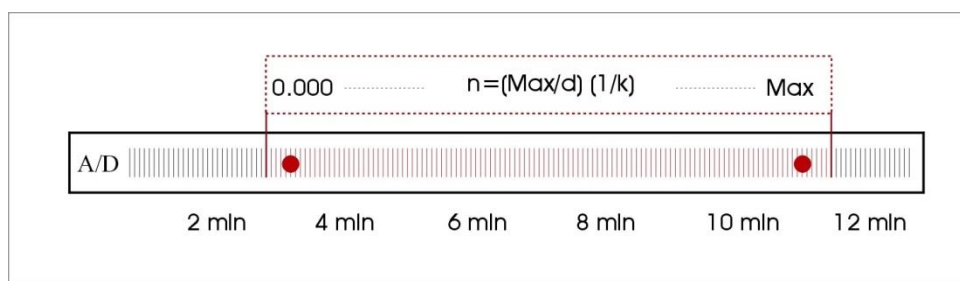
Błąd przypadkowy jest to składnik błędu pomiaru, który w powtarzalnych pomiarach zmienia się w sposób nieprzewidywalny. Wynika z różnych przypadkowych czynników (np. wahania temperatury, ruch powietrza w pobliżu przyrządu pomiarowego). Niepowtarzalność wyników pomiaru tej samej wielkości jest efektem błędu przypadkowego (badanie powtarzalności wskazań wagi).

Błąd w punkcie kontrolnym

Jest to błąd pomiaru przyrządu pomiarowego lub układu pomiarowego przy określonej wartości wielkości mierzonej. Przykładem takich błędów jest wzorcowanie wagi w wybranych punktach kontrolnych. W codziennym użytkowaniu sprawdza się okresowo wagę za pomocą wzorca (zazwyczaj po adiustacji). To również jest określanie błędu w punkcie kontrolnym. Dobrze byłoby, żeby ten punkt kontrolny pokrywał się z masami ważonych próbek.

Błąd w zerze

Jest to błąd pomiaru w punkcie kontrolnym, kiedy określona zmierzona wartość jest równa zero. Dla wag elektronicznych ten błąd oznacza stabilność wskazania zerowego. Ta stabilność może mieć znaczenie podczas długotrwałych pomiarów tej samej próbki. Oczywiście im mniejsza masa próbki, tym większy udział tzw. „błędu zera”. Wskazania zera wagi elektronicznej nie należy utożsamiać z brakiem jakiegokolwiek wartości mierzonej. W rzeczywistości zakres ważenia (0 – Max) pokrywa tylko pewien fragment zakresu pomiarowego wagi. Praktycznie zawsze jest tak, że ilość działek odczytowych wagi (Max/d) jest znacznie mniejsza od ilości działek przetwornika. Tym samym wskazywany wynik 0,000 to pewna, określona ilość działek przetwornika wagi. Tę zależność pokazuje poniższy schemat.



Rys. 12. Zakres pomiarowy wagi elektronicznej.

Błędy wskazań wag elektronicznych wynikają z ich możliwości pomiarowych, jak i z czynników zewnętrznych, jakie występują w procesie ważenia. Nie bez znaczenia jest również metodyka pomiarów. W związku z tym wszelkie działania, zmierzające do zmniejszenia błędów wskazań, powinny być prowadzone w kilku obszarach; takich jak:

- poprawa właściwości metrologicznych;
- wdrażanie nowych technologii, metod pomiarowych, podnoszenie odporności na zmienne czynniki środowiskowe;
- projektowanie i testowanie specyficznego wyposażenia związanego z procesami pomiaru masy;
- podnoszenie kwalifikacji personelu poprzez szkolenia z technik pomiarowych.

Więcej informacji o błędach wskazań wag zawierają rozdziały dotyczące powtarzalności i liniowości wag.

4.3. Pomiar masy dla wag elektronicznych

Zrozumienie tego, jak działa waga jest pierwszym krokiem, który pozwala na jej optymalne wykorzystanie. Taka wiedza może również być podstawą do oceny błędów, jakie wynikają ze zmiennych warunków pracy. Oczywiście nie dąży się do rozpatrywania pojedynczych elementów, z jakich składa się waga, ale raczej traktuje się ją jako jeden element pomiarowy, działający w konkretnych warunkach. Potocznie mówi się, że coś ważymy, ale co to oznacza w praktyce? Kluczowymi pojęciami są tu [ciężar] oraz [masa].

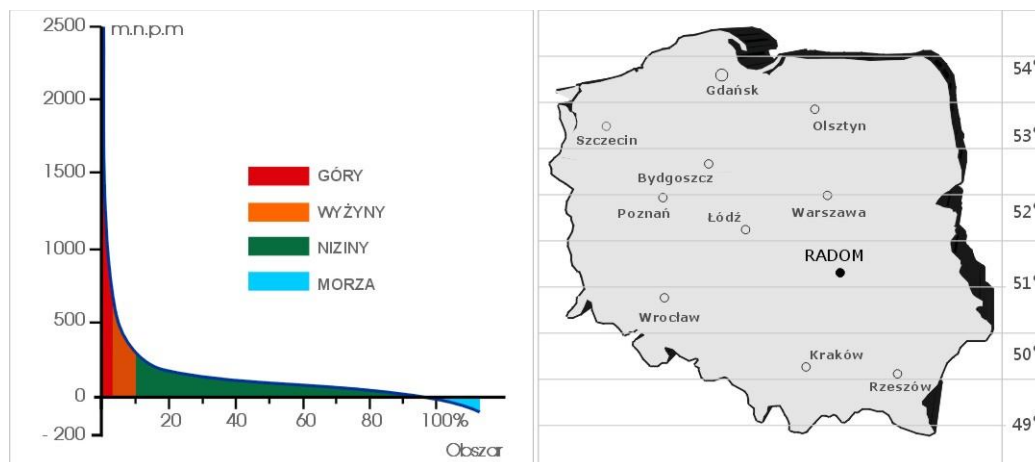
Ciężar

Siła grawitacyjnego przyciągania, jakie na dane ciało wywiera inne ciało, np. Ziemia. Każde dwa ciała przyciągają się z siłą wprost proporcjonalną do iloczynu ich mas i odwrotnie proporcjonalną do kwadratu odległości między nimi (prawo powszechnego ciążenia).

$$F = G \cdot \frac{m_1 \cdot m_2}{r^2} \quad (3)$$

gdzie: G – stała grawitacji ($6,67428 \cdot 10^{-11} \text{ m}^3/\text{kg s}^2$)
 m_1, m_2 – masy ciał
 r – odległość pomiędzy środkami ciał

Z tego równania wynika jedna z ważniejszych zależności, a mianowicie: jeżeli założymy stałość mas Ziemi oraz próbki, to różnice w pomiarach można uzyskać, oddalając stanowisko wagowe od Ziemi. Taki przypadek to przemieszczenie wagi z jednego miejsca (nizinnego) do drugiego w obszary górskie.



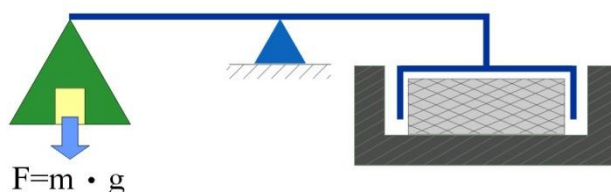
Rys. 13. Polska - ukształtowanie terenu

Ta zależność ma charakter globalny. W wyniku spłaszczenia Ziemi w okolicach bieguna to samo ciało „wazy” nieco więcej na biegunach niż na równiku. Odległość ciała od środka planety jest na biegunie mniejsza niż na równiku, co ma wpływ na ciężar ciała. **Ciężar jest zatem siłą.** Żeby wyznaczyć ciężar, należy zmierzyć siłę, z jaką ciało jest przyciągane.

Masa

Miara bezwładności, czyli tendencji ciała do pozostawania w stanie spoczynku lub ruchu o danej prędkości. Potocznie rozumiana jest jako ilość materii i energii zgromadzonej w obiekcie fizycznym. Im większa masa ciała, tym trudniej je rozpędzić lub zmienić jego prędkość. Tak więc **masa ciała ma wartość stałą** i nie zależy od miejsca położenia, natomiast ciężar jest uzależniony od położenia (szerokości geograficznej oraz wysokości nad poziomem morza). Stałość masy jest podstawową właściwością charakterystyczną dla wzorców masy.

W systemach pomiarowych wag elektronicznych podczas pomiaru nie następuje bezpośrednio porównywanie masy próbki z masą wzorca. Żeby otrzymać wynik ważenia, mierzy się wielkości pośrednie, takie jak np. napięcie, poziom wypełnienia (dla wag z przetwarzaniem magnetoelektrycznym) lub zmianę rezystancji mostka (w wagach tensometrycznych).



Rys. 14. Uproszczony schemat wagi magnetoelektrycznej.

Te wielkości pośrednie są następnie przetwarzane poprzez układy elektroniczne, dając w efekcie wynik ważenia w gramach czy kilogramach. Poprawność działania takiego układu wymaga odpowiedniego skalowania (adiustacji). Podczas tego procesu „wiąże” się określoną wartością mierzoną z konkretną masą wzorca. Podczas adiustacji sprawdzany jest cały zakres pomiarowy wagi, w efekcie czego otrzymujemy poprawność wskazań, niezależnie od tego, w jakim zakresie waga będzie wykorzystywana. Kluczowym elementem podczas takiego procesu jest dobór odpowiednich wzorców masy – ich błąd (odchyłka od wartości nominalnej) powinna być znacznie mniejsza niż działka elementarna wagi.

Oczywiście metod pomiarowych stosowanych w wagach elektronicznych jest znacznie więcej, ale generalnie, żeby otrzymać wynik, należy w pierwszej kolejności zmierzyć siłę, z jaką ładunek jest przyciągany przez Ziemię:

$$F = m \cdot g \quad (4)$$

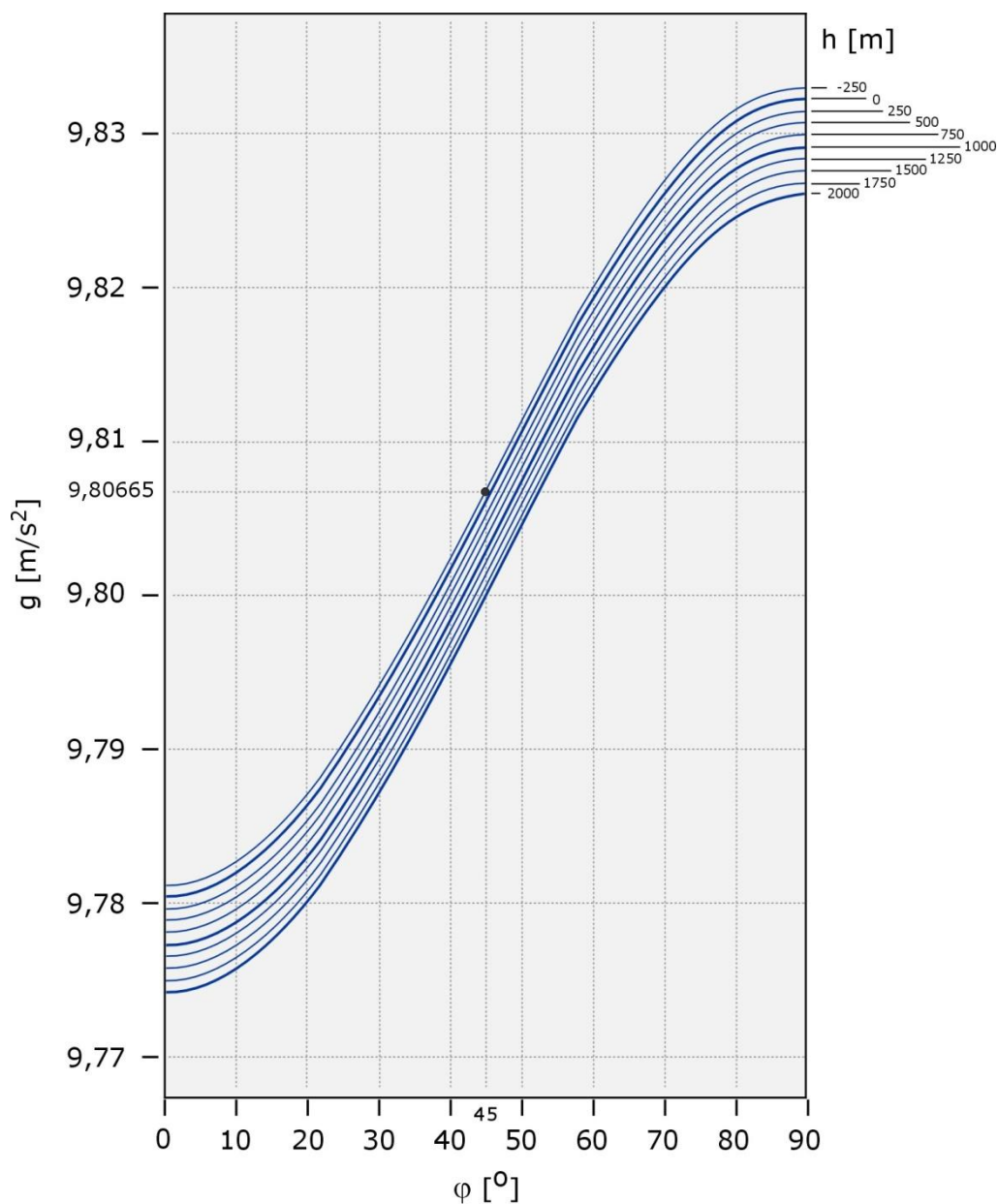
Dla wzorca o masie 200 g otrzymamy zatem:

- zgodnie z zależnością $\rightarrow F = 0,2\text{kg} \cdot 9,81\text{m/s}^2 = 1,962\text{ N}$,
- z taką siłą wzorzec jest przyciągany przez Ziemię (w stałych warunkach należy założyć, że ta siła ma wartość stałą).

Siła ta powoduje ustalenie się stabilnego stanu wartości mierzonej w wadze elektronicznej (napięcia, oporności, częstotliwości itd.). Ten ustalony stan wartości mierzonej jest definiowany jako pomiar masy i przedstawiany na wyświetlaczu w postaci 200.0000 g. Taką zależność ustalono w procesie adiustacji fabrycznej, wykorzystując „dokładne” wzorce masy.

Z równania (4) wynika, że czynnikiem, który ma istotny wpływ na wynik ważenia, jest zmienność przyspieszenia ziemskiego. Zmiana dokładności wskazań wag, wynikająca z tego czynnika, dotyczy wszystkich wag elektronicznych. Problem występuje tylko wtedy, gdy waga zostanie przemieszczona z jednego miejsca do innego. Błąd ten eliminuje się poprzez automatyczną adiustację. Jest ona standardowym rozwiązaniem dla większości wag. Zasada jej działania opisana jest w dalszej części opracowania.

Zmiany wartości przyspieszenia ziemskiego względem szerokości geograficznej oraz wysokości nad poziomem morza pokazano poniżej.



Rys. 15. Przyspieszenie ziemskie w zależności od szerokości i wysokości.

Wnioski:

1. Wyskalowanie wag elektronicznych w jednostkach masy wymaga uwzględnienia wartości przyspieszenia ziemskiego „g”, występującego w miejscu adiustacji. Wynika to z zasady działania wag, czyli $F = mg$. Przy założeniu stałości masy (m), pozostaje wartość przyspieszenia ziemskiego. Jak wiadomo, jest ono zależne od szerokości geograficznej i wysokości nad poziomem morza.
2. Przemieszczenie wagi do innego miejsca użytkowania wymaga ponownej adiustacji wagi. Jest to wynikiem zmiany przyspieszenia ziemskiego. Ta zależność jest prawdziwa dla wag o rozdzielczościach co najmniej kilkudziesięciu tysięcy działek elementarnych, np. waga PS 6000/C/2.

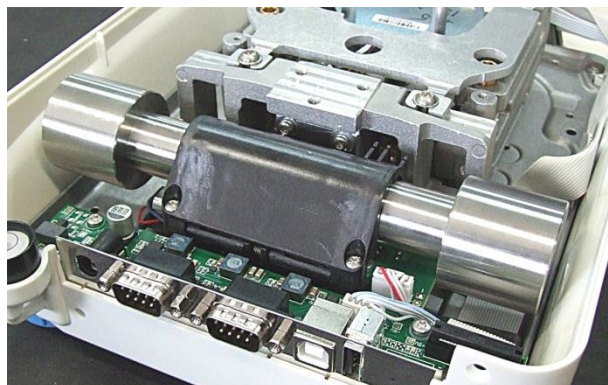
Parametry wagi:

Max 6000 g

d=0,01 g

e = 0,1 g

Z tego też powodu wagi tego typu szeregu posiadają zabudowaną wewnętrzną masę adiustacyjną – waga samoczynnie wykona adiustację. Dokładność wagi będzie zawsze poprawna, niezależnie od miejsca eksploatacji wagi.



Rys. 16. Wzorzec adiustacyjny wagi PS 6000.R2

Adiustacja w innym miejscu wymagana jest nawet dla wag III klasy dokładności (rozdzielczość 3 000 e). Szczegółowe wymagania dotyczące błędów wag w kontekście zmian przyspieszenia ziemskiego zawiera publikacja WELMEC 2, pkt. 3.3. *Gravity zones*.

3. Wzorzec użyty podczas skalowania wagi musi być dokładny, tzn. jego odchyłka od masy nominalnej powinna być jak najmniejsza. Jest to istotne dla wag, których dokładność ustala się wzorcem zewnętrznym. Wiadomo, że z upływem czasu charakterystyka wzorca może się zmieniać (zależnie od sposobu eksploatacji). Po ponownym wzorcowaniu należy sprawdzić błąd wzorca. Nie powinien on być większy niż działka odczytowa wagi.

4.4. Model fizyczny procesu ważenia

Podczas pomiaru masy zachodzą dwa zjawiska fizyczne. Pierwsze wynika z siły grawitacji [F_G] - mierzymy siłę, z jaką masa próbki jest przyciągana przez Ziemię. Drugie jest efektem działania siły wyporu [F_W], która ma kierunek przeciwny do siły grawitacji. Można zatem powiedzieć, że pomiar dotyczy pewnej siły wypadkowej. Ta siła jest przetwarzana na sygnał elektryczny poprzez układy przetwornika i pokazywana jako wynik pomiaru. Przetwornik jako element pomiarowy posiada własną charakterystykę pod względem stabilności w czasie, odporności na zmiany temperatury itp. Zestawiając wszystkie czynniki związane z ważeniem, można uzyskać dość skomplikowaną zależność, która jest prezentowana w wielu publikacjach.

$$R_D = \underbrace{F_{CAL}[f(1+CZT)(1+\Delta m_{cz}t)]}_A \underbrace{g}_B \underbrace{(1-\rho_a/\rho)}_C \underbrace{m}_D + \underbrace{\delta_D + \delta_R + \delta_L + \delta_{ECC}}_E + \underbrace{F_{ZERO}T + CZ_{ZERO}t}_F$$

gdzie:

R_D - wskazany wynik ważenia

Sekcja A*:

- F_{CAL} - współczynnik kalibracji wagi
- f - współczynnik przetwornika siły na wielkość elektryczną
- CZ - temperaturowy współczynnik czułości przetwornika siły
- T - zmiana temperatury od ostatniej adiustacji czułości
- Δm_{cz} - wskaźnik dryftu czułości przetwornika siły w funkcji czasu
- t - przedział czasu od ostatniej adjustacji czułości

* Sekcja A ma wartość stałą, wynika z konstrukcji wagi.

Sekcja B: g - grawitacja w miejscu ważenia (wartość stała)

Sekcja C:

- ρ_a - gęstość powietrza w miejscu ważenia
- ρ - gęstość ważonego ładunku

Wpływ wyporu powietrza na wynik pomiaru jest praktycznie bardzo mały. Jednakże wagi o dużych rozdzielczościach posiadają funkcję korekcyjną masy względem gęstości powietrza oraz gęstości próbki. Ten problem został opisany w dalszej części opracowania.

Sekcja D: m - masa ważonego ładunku (cecha specyficzna próbki, zazwyczaj stała)

Sekcja E:

- δ_D - składowa dokładności odczytu (wartość stała)
- δ_R - składowa powtarzalności wagi (wartość zależna od próbki i środowiska)
- δ_L - składowa nieliniowości wagi (wartość stała)
- δ_{ECC} - składowa niecentryczności (wartość stała)

Sekcja F:

- F_{ZERO} - współczynnik punktu zerowego przetwornika siły
- CZ_{ZERO} - współczynnik dryftu punktu zerowego przetwornika siły w funkcji czasu

Przyjmując założenie, że przed pomiarami wskazanie wagi jest zerowane przez operatora, to parametry związane z punktem zerowym wagi są nieistotne. Zupełnie innym zagadnieniem jest zachowanie się punktu zerowego wagi podczas dynamicznych zmian wilgotności i temperatury. Ten problem przybliżono w dalszej części publikacji.

Naturalną rzeczą jest dążenie do upraszczania pewnych zagadnień, poprzez co uzyskuje się przejrzystość. W przypadku fizycznego modelu ważenia najczęściej sprawdza się on do poniższej zależności:

$$R_D = mg + \delta_{R,L} \quad (5)$$

Wynik ważenia jest zależny od masy próbki (m), siły grawitacyjnej (g) w miejscu ważenia oraz zdolności pomiarowej wagi w kontekście powtarzalności oraz liniowości). Błąd centryczności można pominąć – ładunek umieszczamy zawsze centralnie w środku szalki. Wpływ dryftu zera eliminuje się poprzez zerowanie wskazania przed ważeniem.

Innym rozwiązaniem dotyczącym okresowych zmian „wskazania zerowego” wagi jest wyłączenie tzw. układu podtrzymującego autozero. Widoczne są wówczas wszelkie dryfty wskazania zerowego, wystarczy skorygować wynik ważenia o widoczną zmianę „zera”.

Takie rozwiązanie jest wręcz wymagane dla procesów powolnego nasypywania próbki, czy obserwacji procesów pochłaniania lub parowania. Działający wówczas układ podtrzymania „zera” może fałszować wynik pomiaru. W tych procesach ubytki (przyrosty) masy powinny być na tyle duże, żeby waga mogła je zarejestrować - dobór wagi jest więc istotnym elementem metodyki całego procesu. Istotna jest również dynamika zmian badanego procesu $\Delta m/\Delta t$.

Co do czułości przetwornika siły - to jego poprawna praca jest gwarantowana przez automatyczne układy korekcji czułości. Potocznie nazwane one są kalibracją wagi (poprawniej adiustacją). Układy te działają, rejestrując nawet niewielkie zmiany temperatury oraz upływ czasu. Pomimo tego, do zasad dobrej praktyki laboratoryjnej należy również wykonywanie ręcznego procesu adiustacji. Naciśnięcie odpowiedniego przycisku na elewacji wagi jest wystarczające.

4.5. Kiedy pomiar jest dokładny?

Odpowiedź na tak postawione pytanie wydaje się dość prosta: wówczas, gdy otrzymany wynik mieści się w naszym kryterium akceptacji. Praktycznie więc wtedy, gdy błąd pomiaru jest mniejszy od wymagań co do dokładności, jakie są wymagane dla realizowanego ważenia. Takie wymagania mogą być zawarte w stosowanych dokumentach normatywnych lub własnych zapisach związanych z systemem jakości.

Pozorna prostota tych stwierdzeń kryje w sobie dość skomplikowane zagadnienie, które obejmuje kilka obszarów: charakterystykę wagi, stabilność parametrów w czasie, wzorce pomiarowe, warunki środowiskowe testu, specyfikę próbki, metodę pomiarową, umiejętności operatora oraz niepewność pomiaru. Rozpatrując ten problem, należy przypomnieć, że dokładność w danym punkcie pomiarowym możemy określić tylko za pomocą wzorca masy (porównanie wskazania z wartością wzorca). Kilkakrotne ważenie tej samej próbki da nam odpowiedź, w kwestii precyzji naszego pomiaru. Pozostaje jeszcze ocena niepewności wyznaczenia masy próbki. Dąży się do uzyskania wyniku dokładnego, precyzyjnego, którego niepewność wyznaczenia jest mała.

Na dokładność pomiaru składa się wielu czynników. Jedne wynikają z możliwości pomiarowych wagi, a inne np. z charakterystyki środowiska czy też aktualnego stanu próbki. Niektóre z nich zostały omówione w dalszej części opracowania.



Rys. 17. Czynniki wpływające na błąd pomiaru.

Wydaje się, że pewnym problemem dla użytkowników może być określenie tego, jak dokładnie potrzebują ważyć. Przeważa opinia: tak dokładnie jak pokazuje waga. Oczywiście, nie jest to możliwe do zrealizowania, co pokazano w następnych rozdziałach.

4.6. Dobór wagi do wymaganego zastosowania

Dobierając wagę do własnego procesu pomiarowego, często posługujemy się wytycznymi z norm lub zaleceń. W wielu przypadkach opis aparatury (wagi) ogranicza się do stwierdzenia:

„waga analityczna umożliwiająca ważenie z dokładnością 0,1 mg”.

Taki zapis jest przez większość użytkowników interpretowany jako: waga, której działka elementarna $d=0,1$ mg”. Niestety jest to błąd, ponieważ działka elementarna nie decyduje o dokładności pomiarowej wagi. Wynika to głównie z samej istoty pomiaru – nigdy nie jest on dokładny. Każdy proces pomiarowy jest obciążony błędem, na który składają się:

- niedoskonałość aparatury pomiarowej, wagi,
- metoda wykonywania pomiaru,
- specyficzne uwarunkowania związane z próbką.

Sprostanie wymaganiom w kwestii dokładności wymaga innego spojrzenia na wagę jako przyrząd pomiarowy. To, jak dokładnie można wyznaczyć masę, zależy głównie od dwóch parametrów wagi:

- powtarzalności wskazań oraz
- liniowości.

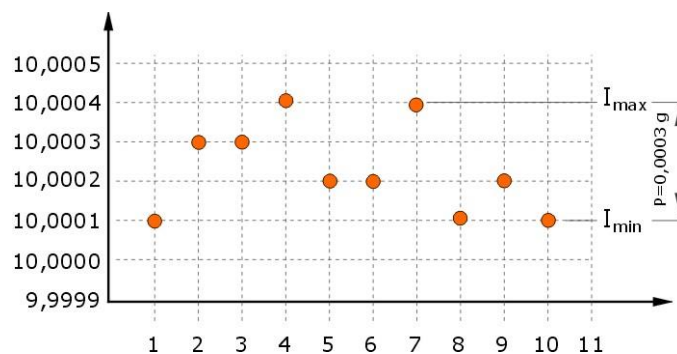
Parametry te są zdefiniowane przez producenta. Przykład takich parametrów dla wagi XA 52.4Y pokazuje poniższa tabela:

	XA 52.4Y
Obciążenie maksymalne	52 g
Obciążenie minimalne	1 mg
Dokładność odczytu	0,01 mg
Zakres tary	-52 g
Powtarzalność	0,01 mg
Liniowość	$\pm 0,03$ mg
Niecentryczność	0,03 mg
Min. naważka (USP)	20 mg
Min. naważka ($U = 1\%$, $k = 2$)	4 mg
Wymiar szalki	$\varnothing 85$ mm
Czas stabilizacji	4 s
Dryft czułości	1ppm/°C w temperaturze +15 ° - +35 °C
Temperatura pracy	+10 ° - +40 °C
Wilgotność względna powietrza	40% ÷ 80%
Zasilanie	13,5 ÷ 16 V DC / 2,1 A
Adiustacja	wewnętrzna (automatyczna)

4.6.1. Powtarzalność wskazań

Jest definiowana jako precyzja pomiaru w warunkach powtarzalności pomiaru. Praktycznie więc można mówić o bardzo dobrej powtarzalności, gdy kilkukrotne ważenie tej samej próbki daje taki sam wynik lub różnice pomiędzy wynikami są niewielkie np. kilka dziesiątek elementarnych. Wynik będzie obiektywny przy założeniu, że masa próbki jest stała, czyli nie zachodzą zjawiska absorpcji lub parowania. Powtarzalność można wyrażać jako:

- maksymalny rozstęp pomiędzy pomiarami lub
- ilościowo jako odchylenie standardowe z serii.



Rys. 18. Powtarzalność wskazań jako rozstęp.

Badanie tego parametru jako maksymalnego rozstępu pomiędzy pomiarami z serii 10 powtórzeń jest zgodne z PN-EN 45501, czyli:

$$P = I_{MAX} - I_{MIN} \leq Mpe \quad (6)$$

gdzie: I_{MAX} – maksymalne wskazanie
 I_{MIN} – minimalne wskazanie
 Mpe – błąd graniczny dopuszczalny dla danego obciążenia

Ten sposób definiowania powtarzalności wykorzystuje się podczas oceny błędów wagi w czasie legalizacji. Można go adaptować do własnych procedur badania parametrów wag. Jego zaletą jest prostota.

Powtarzalność jako ODCHYLENIE STANDARDOWE z serii pomiarów określane jest zgodnie z poniższą zależnością:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (7)$$

gdzie: s – odchylenie standardowe
 x_i – kolejny pomiar
 \bar{x} – średnia arytmetyczna z serii pomiarów
 n – liczba powtórzeń w serii pomiarów

Odchylenie standardowe daje nam informację o tym, jak szeroko wartości pomiaru masy (serii pomiarów) są rozrzucone wokół wartości średniej. Im mniejsza wartość odchylenia, tym lepsze skupienie wokół średniej (tym lepsza precyzja). Można zatem powiedzieć, że odchylenie standardowe pokazuje, jakie jest rozproszenie pomiarów względem siebie. Z serii pomiarów pokazanych na rysunku powtarzalność jako odchylenie standardowe wynosi 0,00012 g. Jest więc około 3-krotnie mniejsze niż rozstęp definiowany jako $I_{MAX} - I_{MIN}$.

4.6.2. Powtarzalność – półautomatyczna metoda badania

W przypadku wag zaawansowanych technologicznie np. wagi z panelem dotykowym serii 3Y lub 4Y produkcji RADWAG, odchylenie standardowe z serii można wyznaczyć w sposób automatyczny. Nie musimy tym samym korzystać z zewnętrznych aplikacji, żeby wyznaczyć ten parametr.

Przykład:

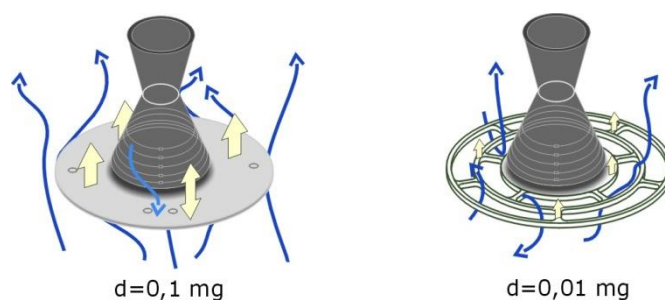
Określenie powtarzalności wskazań wagi XA 82/220.3Y podczas ważenia tabletki. Parametry techniczne wagi: Max 82/220 g, $d=0,01 / 0,1$ mg. Powtarzalność wagi jako odchylenie standardowe wynosi 0,01 mg. Tę wartość uzyskano poprzez badanie wzorcem masy. Odchylenie standardowe dla próbki typu tabletki wyznaczono z serii 10 powtórzeń, wykorzystując moduł SQS wagi.



Widok wagi XA 82/220.3Y (4Y)

Waga XA 82/220.3Y w standardzie wyposażona jest w dwie szalki. Pierwsza z nich jest szalką „pełną” i jest zalecana podczas wykonywania pomiarów z $d=0,1$ mg. Gdy pomiar odbywa się z $d=0,01$ mg, zaleca się stosować szalkę ażurowaną. Dzięki niej znacznie ogranicza się wpływ ruchu powietrza na wskazania wagi. Wymiana powietrza w komorze wagi jest zjawiskiem fizycznym, które może znacząco pogarszać powtarzalność wagi. Nie jest to regułą w każdym przypadku. Z pewnością taki wpływ można obserwować tam, gdzie występują systemy klimatyzacji – istnieje wymuszony ruch powietrza.

Charakter zjawiska pokazuje rysunek.



Rys. 19. Oddziaływanie powietrza na płaszczyznę szalki.

Podczas testu wykorzystano szalkę ażurowaną. Wymiana szalki „pełnej” na ażurowaną nie wymaga jakichkolwiek korekt w zakresie dokładności wagi.



Pomiar masy

N	10	ilość pomiarów
SUM	11,1113 g	suma mas
X	1,11113	wartość średnia
MIN	1,11111 g	wartość minimalna
MAX	1,11115 g	wartość maksymalna
D	0,00004 g	rozstęp
SDV	0,0000118 g	odchylenie standardowe

Dane statystyczne.

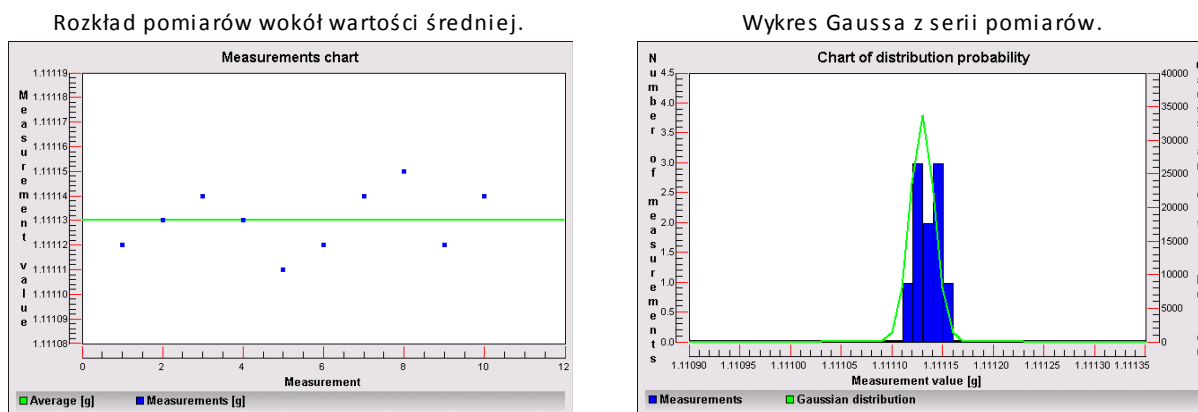
Uzyskane dane pomiarowe pokazują, że powtarzalność wskazań wagi wynosi odpowiednio:

- 0,04 mg (rozstęp)
- 0,012 mg (odchylenie standardowe)

Można zatem stwierdzić, że:

- specyfika próbki (kształt, ścieralność, absorpcja) nie wpływa na dokładność pomiarową wagi,
- błąd względny wyznaczania masy próbki wynosi 0,0018%. (Patrz: Podstawowe pojęcia metrologiczne w laboratorium – obciążenie minimalne).

Serię wykonanych pomiarów można analizować również w postaci graficznej bezpośrednio na wyświetlaczu wagi.



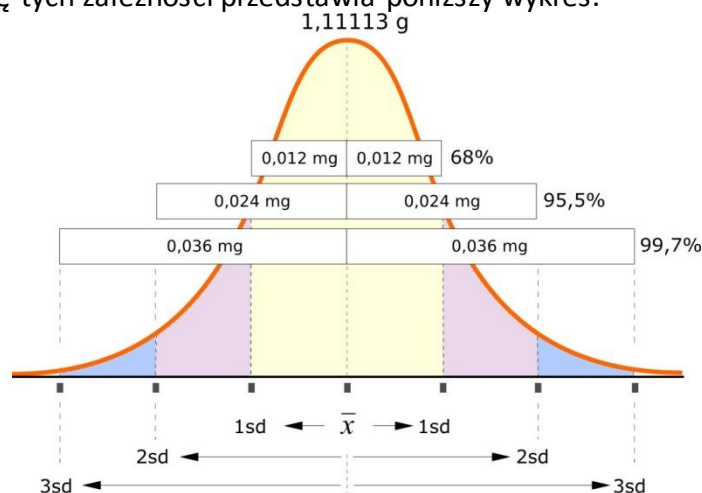
Rys. 20. Powtarzalność jako odchylenie standardowe – seria pomiarów.

Wartość wyznaczonego odchylenia standardowego jest tym samym błędem pomiaru, jaki może zaistnieć podczas ważenia tabletek o podobnej masie. Zakłada się, że przy tym warunki wykonywania testu są stałe i nie wpływają na parametry wagi (dryft). Wpływ na pomiar czynników takich, jak nieliniowość, centryczność jest pomijalny. Jest to założenie uzasadnione, ponieważ dla tak małych obciążeń błąd liniowości praktycznie nie występuje, obiekt ma zbyt małą masę.

Znając wyliczoną wartość odchylenia standardowego, można określić z pewnym prawdopodobieństwem, gdzie znajduje się masa tabletki. Ma tu zastosowanie tzw. prawo trzech sigm, które sprawdza się do poniższych zależności:

- 68,3 % wartości cechy leży w odległości $\leq 1\sigma$ od wartości oczekiwanej
- 95,5 % wartości cechy leży w odległości $\leq 2\sigma$ od wartości oczekiwanej
- 99,7 % wartości cechy leży w odległości $\leq 3\sigma$ od wartości oczekiwanej.

Graficzną interpretację tych zależności przedstawia poniższy wykres.



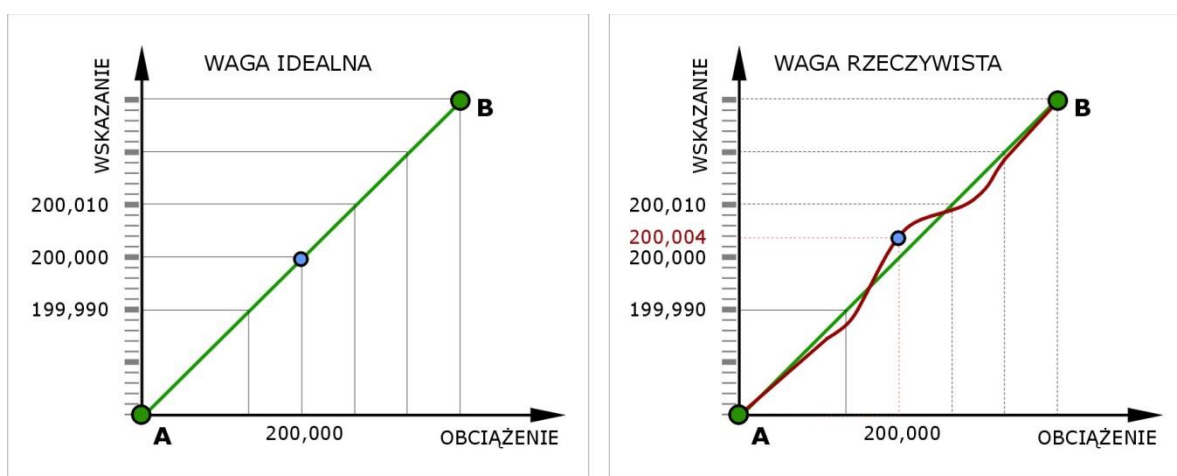
Rys. 21. Powtarzalność – prawo trzech sigm.

W naszym przypadku możemy więc z prawdopodobieństwem 99,7% stwierdzić, że masa tabletki zawiera się w granicach $1,11113 \text{ g} \pm 0,000036 \text{ g}$

4.6.3. Liniowość

Liniowość jako parametr opisujący stan techniczny wagi NIE JEST definiowany w systemie nadzoru państwa nad przyrządem pomiarowym (VIM również go nie podaje). Tu postępujemy się pojęciem błąd wskazania, nie precyzując, co on zawiera.

Producenci wag definiują liniowość jako odchyłkę rzeczywistej charakterystyki wagi od linii prostej, łączącej dwa punkty A-B, która opisuje równanie wagi idealnej. W praktyce nie ma wag idealnych, toteż nigdy charakterystyka wagi nie jest linią prostą. Raczej dąży się do uzyskania takiej charakterystyki. Praktycznie jest to dość trudne, ponieważ sam proces adiustowania wagi jest obciążony błędem pochodzącym od wzorców mas oraz zdolności pomiarowej wagi – głównie powtarzalności. Są to dwa zasadnicze czynniki decydujące o liniowości wagi.



Rys. 22. Liniowość wag elektronicznych.

Detekcja nieliniowości w wadze jest dość skomplikowanym zagadnieniem, ponieważ często ten parametr „pokrywa się” z powtarzalnością. Duże znaczenie mają również wzorce masy (ich błędy i niepewności) stosowane podczas badania oraz zastosowana metoda badania.

Generalnie można stwierdzić, że dla wag o niezbyt dużych rozdzielczościach, które mają dość dużą wartość działki elementarnej [d], wystarczy bezpośrednio porównanie wyniku ważenia z masą wzorca. Taką procedurę można zastosować np. dla wagi precyzyjnej PS 1500.3Y ($d=0,01$ g) lub AS 220/C/2 ($d=0,1$ mg). Dla wag o działkach $d < 0,1$ mg należy zastosować inną metodę badania. Niezależnie od wybranego sposobu badania, warunkiem powodzenia jest oczywiście zastosowanie wzorców masy odpowiedniej klasy dokładności, uwzględniając błąd wzorca oraz jego niepewność.

4.6.4. Parametry wzorca podczas badań liniowości

Przygotowując się do badania jakiegoś parametru metrologicznego wagi, należy przygotować odpowiedni zestaw wzorców. Dobierając je, należy uwzględnić dwa aspekty, a mianowicie:

- błąd wzorca (czyli jego odchyłkę od wartości nominalnej),
- niepewność wzorca.

W kwestii błędu wzorca to oczywiście masę nominalną należy skorygować o podaną wartość.

Przykład:

- masa nominalna wzorca: 50 g
- masa wyznaczona: 50 g + 0,031 mg → 50,0000[31] g



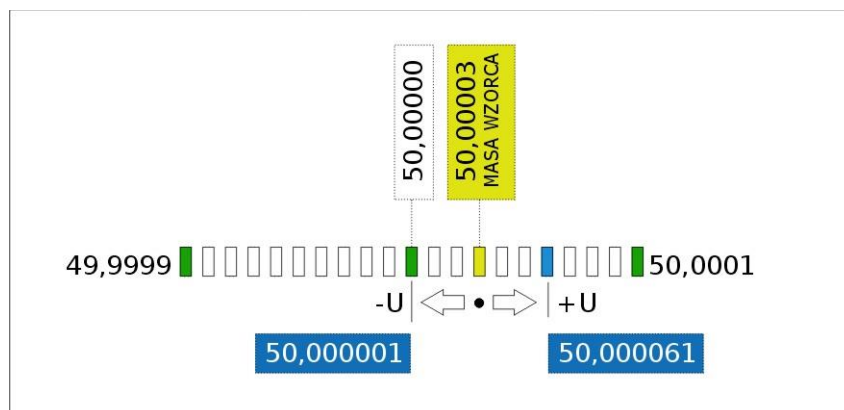
Przy założeniu poprawnego adiustowania wagi, błąd wzorca będzie widoczny wówczas, gdy działka elementarna wagi będzie wynosić przynajmniej 0,01 mg (tak, jak na zdjęciu – seria wag analitycznych AS produkcji RADWAG).

Dla wag z $d > 0,01$ mg wynik ważenia tego wzorca powinien wynosić 50,0000 g (nie uwzględniając błędów powtarzalności wskazań).

Gdy stosujemy różne zestawy wzorców, należy odpowiednio sumować ich błędy. Oczywiście zupełnie niezasadne jest stosowanie wzorców masy, dla których określono błąd ze zbyt małą dokładnością. Całe zagadnienie sprowadza się więc do operacji matematycznych.

W kwestii niepewności wyznaczenia masy wzorca, to informuje ona o tym, gdzie znajduje się z prawdopodobieństwem 95,5 % jego masa ($k=2$). Masa naszego wzorca 50 g została wyznaczona z niepewnością 0,030 mg. Niepewność wyznaczenia zgodnie z prawem tzw. „trzech sigm” rozkłada się plus-minus, tak więc masa wzorca może zawierać się w granicach:

- $50,000031 - 0,030 \text{ mg} = 50,000001 \text{ g}$
- $50,000031 + 0,030 \text{ mg} = 50,000060 \text{ g}$



Rys. 23. Niepewność masy wzorca.

Najlepszym rozwiązaniem byłoby takie, w którym niepewność wyznaczenia masy wzorca jest bardzo mała (nie większa niż 1/3 działki elementarnej wagi). Standardem światowym jest zależność $u \leq 1/3 \text{ MPE}$ dla danej klasy. Dla wag z działką elementarną $d = 0,01 \text{ mg}$ (klasa dokładności I) mamy $\text{MPE}_{200 \text{ g}} = 1,5 \text{ mg}$, więc $u_{200} \leq 0,5 \text{ mg}$. To 50 działek elementarnych wagi – wartość znacząca.

Małe wartości niepewności wzorców masy są efektem zdolności pomiarowej Laboratorium Wzorcującego, a dokładniej mówiąc zależą od:

- wzorca odniesienia, jaki jest wykorzystywany;
- stosowanych komparatorów (powtarzalność, działka elementarna).

Jeżeli przyjmie się założenie, że wzorzec odniesienia jest odpowiedniej klasy, to pozostaje doskonalić i rozwijać komparatory masy w kierunku uzyskiwania lepszych powtarzalności i stabilności. Jak już wcześniej powiedziano, wartość niepewności nie może służyć do korygowania wskazania wagi podczas badania. W tym przypadku posłużono się nią do oszacowania przydatności wzorca w procesie wagowym.

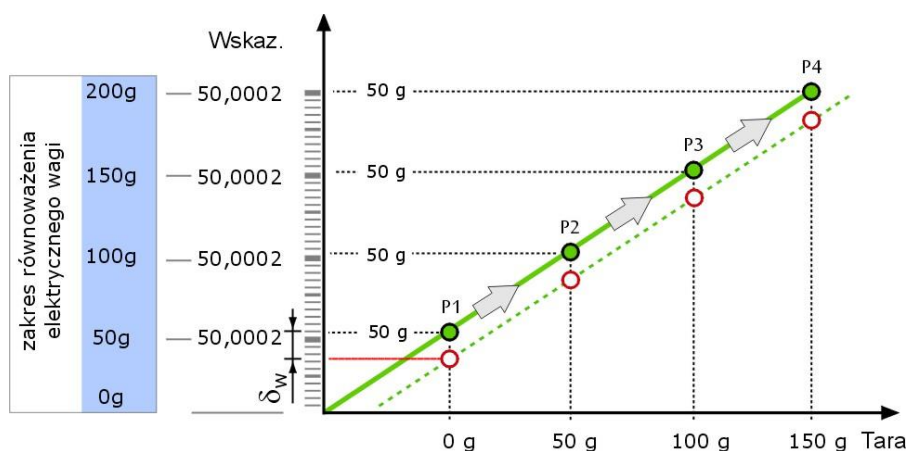
Badanie liniowości z użyciem balastu

Możliwości pomiarowe Laboratorium, które wzorcuje wzorce masy, w pewnym stopniu determinuje metodę, jaką można zastosować podczas kontroli wag. Dla wag posiadających dość dużą działkę elementarną stosujemy zazwyczaj porównanie bezpośrednie wyniku z masą wzorca. Problem zaczyna się pojawiać wtedy, gdy działka elementarna wagi jest bardzo mała ($0,01 \text{ mg} \div 0,0001 \text{ mg}$). W tych przypadkach masa wzorca jest kluczowa dla uzyskania poprawnej liniowości. Problem dodatkowo komplikuje się, ponieważ musimy sprawdzić cały zakres pomiarowy wagi, co wymaga użycia wzorców o znacznych masach. Dla nich niepewność wyznaczenia masy może być dość duża.

Rozwiązaniem problemu może być metoda, w której wykorzystuje się tylko jeden wzorzec, a obciążenie zwiększa się, stosując dodatkowe obciążenia balastowe. Zakłada się przy tym, że:

- masa wzorca jest dokładnie wyznaczona;
- niepewność jej wyznaczenia jest mała.

Zasadę takiego badania pokazuje poniższy rysunek:



Rys. 24. Badanie liniowości z użyciem balastu.

W punkcie P1 należy wagę obciążyć wzorcem o masie 50 g, uzyskujemy wskazanie jako np. 50,0002. Następnie zdejmujemy wzorec, a w jego miejsce stawiamy odważnik balastowy o masie 50 g. Po ustabilizowaniu się wskazania zerujemy je, uzyskując ponownie stan zera, czyli 0,0000 g. Do odważnika balastowego dostawiamy nasz wzorec masy. Uzyskujemy ponownie wskazanie wagi jako 50,0002. Zdejmujemy wzorec i dokładamy drugi odważnik balastowy. Uzyskane wskazanie zerujemy. Następnie ponownie stawiamy wzorec masy itd. W tej procedurze można zerować wskazania dla odważników balastowych lub je rejestrować. Wówczas wynik ważenia wzorca należy skorygować o wynik, jaki mamy dla odważnika balastowego.

Tym sposobem można zbadać (adiustować) cały zakres ważenia, rejestrując (wprowadzając) odpowiednie korekty. Zastosowanie wzorca o mniejszej masie np. 20 g pozwala sprawdzić liniowość w większej ilości punktów.

Komentarz:

- W całej procedurze należy uwzględnić wpływ powtarzalności wskazań w tym obszarze, który jest sprawdzany.
- Czas badania powinien być możliwie krótki. Utrzymywanie dość dużego obciążenia na szalce wagi może powodować niewielkie jego zmiany (dryfty), które można interpretować jako błąd wskazania w badanym punkcie.
- Praktycznie nie jest możliwe uzyskanie liniowości mniejszej niż błąd powtarzalności w danym punkcie zakresu ważenia.

Przykład realizacji procedury

Badanie liniowości wykonano dla wagi XA 210.3Y, $d = 0,01$ mg. Test wykonano z interwałem 20 g. Specyfikacja metrologiczna wagi:

- Max 210 g
- $d=0,01$ mg
- Zakres tary -210 g
- Liniowość $\pm 0,1$ mg
- Powtarzalność 0,01 mg

Widok wagi podczas badania liniowości w całym zakresie pomiarowym.



Pomiar w punkcie 20 g.



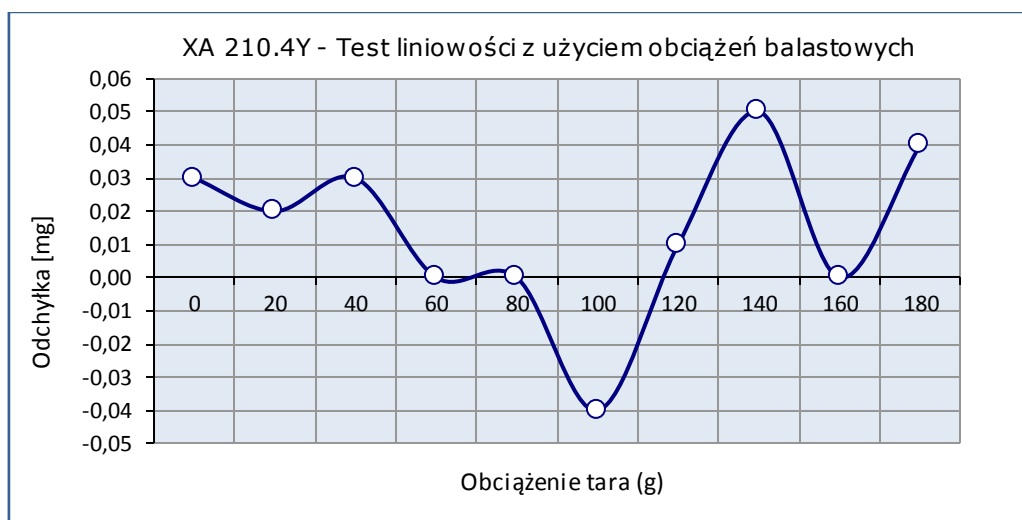
Pomiar w punkcie 40g (T=20g).

Wyniki z badania wagi XA 4Y (d=0,01 mg)

No.	Balast	Masa wzorca	l_i	NL		Deklaracja producenta
	[g]			$l_{[i]} - m_{wz}$	[g]	
						δ_{MAX}
1	0	20,00001	20,00004	0,00003	0,03	0,10 mg
2	20		20,00003	0,00002	0,02	
3	40		20,00004	0,00003	0,03	
4	60		20,00001	0,00000	0,00	
5	80		20,00001	0,00000	0,00	
6	100		19,99997	- 0,00004	- 0,04	
7	120		20,00002	0,00001	0,01	
8	140		20,00004	0,00003	0,03	
9	160		20,00001	0,00000	0,00	
10	180		20,00005	0,00004	0,04	

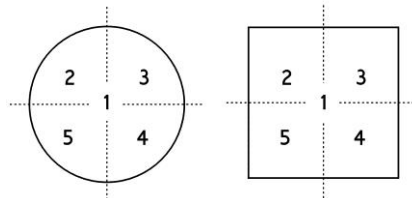
$$E_{NL} = NL_{MAX} = \boxed{0,04 \text{ mg}}$$

Podczas testu uzyskano maksymalną odchyłkę nieliniowości jako 0,04 mg. Jest ona zgodna ze specyfikacją techniczną. Metodyka badania liniowości wagi z użyciem odważników balastowych pozwala wyeliminować potencjalny wpływ błędów kolejnych wzorców na wskazanie wagi. Wykorzystuje się tylko jeden „dokładny” wzorec o masie 20 g.



4.6.5. Centryczność w pomiarach masy

Ocena tego, czy dany parametr jest znaczący, wymaga jego zdefiniowania. Czym zatem jest błąd centryczności? Jest to odchylenie wskazania, gdy ładunek NIE ZNAJDUJE się w centralnym punkcie szalki. Praktycznie wykazuje się różnicę pomiędzy wskazaniem, gdy wzorzec jest postawiony w centralnym punkcie szalki, a wskazaniem, gdy ten sam wzorzec jest postawiony innym miejscu. Schemat badania pokazuje poniższy rysunek.



Rys. 25. Punkty badania centryczności wagi wg. EURAMET.

Miejsce ustawienia wzorca definiuje norma PN-EN 450501 w punkcie 3.6.2 oraz A.4.7. *Próby przy niecentrycznym obciążeniu* oraz EURAMET/cg-18 pkt.5.3. *Eccentricity test*.

Uwaga: norma EN 45501 definiuje tylko 4 punkty pomiarowe (nie ma pomiaru na środku szalki).

Wpływ centryczności na wykonywane pomiary można w zasadzie uznać za nieistotny. Jest to wynikiem starań producenta, który nadzoruje ten parametr na etapie produkcji, jak i praktyk laboratoryjnych (umieszczamy ładunek na środku szalki). Większość wag elektronicznych nie wymaga specjalnych zabiegów celem wyregulowania błędu centryczności. W przypadku RADWAG korekta taka odbywa się na etapie produkcji i jest niewielka (kilka działek elementarnych). Jest to efektem przyjętej idei „**Jakość jest wbudowana w produkt**”. Oczywiście podczas kontroli końcowej sprawdzana jest odchyłka dla centryczności, jej wartość jest podana w raporcie końcowym.

Komentarz:

Warto tu zaznaczyć, że podczas kontroli sprawdza się ten parametr wzorcem o masie ok. 1/3 Maksymalnego obciążenia. Tym samym im mniejsza masa próbki, tym błąd pochodzący od centryczności mniejszy. Praktycznie badanie centryczności wagi jest więc zasadne tylko w przypadku, gdy ważymy próbki o dużych masach (powyżej 1/2 Max), które umieszczają się poza środkiem szalki. Dla małych mas ten parametr jest niemierzalny (wpływ powtarzalności jest dominujący). Czy zatem ten parametr należy kontrolować?

Z pewnością ten parametr należy sprawdzić po zainstalowaniu wagi w miejscu użytkowania. Wynik sprawdzenia da nam odpowiedź, czy transport do miejsca użytkowania nie spowodował zmian charakterystyki wagi. W czasie eksploatacji ten parametr ma wartość stałą, więc kontrola powinna być okresowa (z dużym interwałem np. co kilka miesięcy).

Przykład wyliczenia błędu centryczności:

Formuła: $E = R_{(i)} - R_{(1)}$

gdzie: E - błąd różnicowy centryczności

$R_{(i)}$ - wskazanie dla kolejnego punktu

$R_{(1)}$ - wskazanie dla położenia centralnego

$$R_{(1)} = 70,0003$$

$$R_{(2)} = 70,0002 \quad E_{(2)} = 70,0002 - 70,0003 = -0,0001$$

$$R_{(3)} = 70,0006 \quad E_{(3)} = 70,0006 - 70,0003 = 0,0003$$

$$R_{(4)} = 70,0007 \quad E_{(4)} = 70,0007 - 70,0003 = 0,0004$$

$$R_{(5)} = 70,0002 \quad E_{(5)} = 70,0002 - 70,0003 = -0,0001$$

W tym przypadku maksymalny różnicowy błąd centryczności wynosi 0,0004 g.

Badanie błędu centryczności dla wagi XA 220/2X

Podczas badania przyjęto masę wzorca jako 100 g. Zasadne jest stosowanie zwartej masy, w przypadku badań producenta zazwyczaj sprawdza się parametr z bardziej rygorystycznymi wymaganiami niż użytkownik.

Widok badanej wagi:



Punkt pomiarowy nr 2.



Punkt pomiarowy nr 3.

Nr	Obciążenie	Masa wzorca	Niepewność	Numer świadectwa wzorcowania				
1	100 g	100,000053	0,05mg	6536/1735/12				
Punkt pomiarowy								
				1	2	3	4	5
		Wskazanie $I_{(i)}$ [g]		100,0001	100,0001	100,0001	100,0002	100,0001
		$I_{\text{SOKYG}} = I_{(i)} - \text{masa wz.}$		0,000047	0,000047	0,000047	0,000147	0,000047
		Odchyłka = $I_{\text{SKOR}(2-5)} - I_{\text{SKOR}(1)}$		0,0000	0,0000	0,0001	0,0000	0,0000
		MPE wg. PN-EN 45501		0,0010 g				
		Specyfikacja producenta		0,0002 g				
		Zgodność ze specyfikacją producenta		TAK				

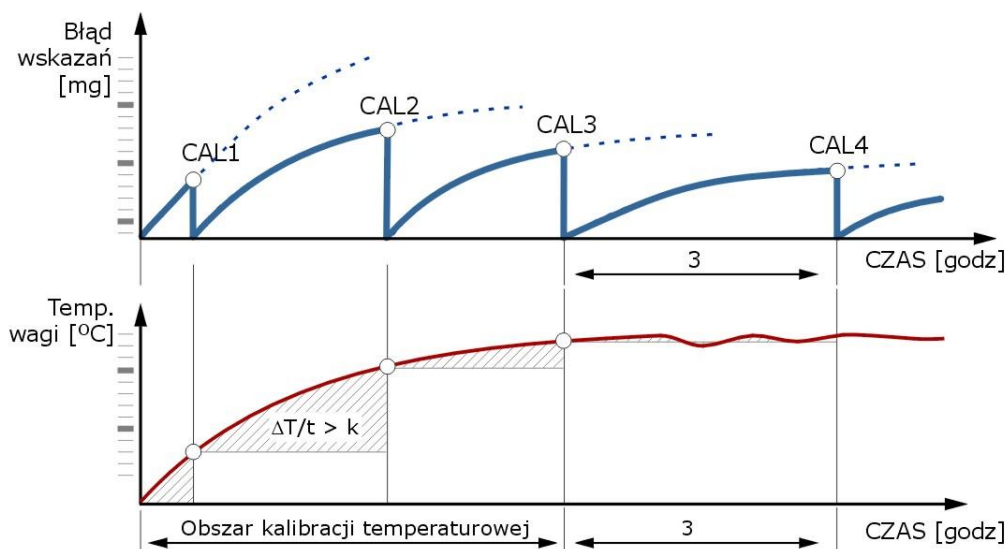
4.6.6. Stabilność czułości w czasie

Rzeczą oczywistą dla każdego użytkownika wagi jest to, że ważąc jakąkolwiek próbkę, uzyskujemy wynik prawdziwy. Taka ocena wynika głównie z tego, co obserwujemy wokół nas. Nikt nie zastanawia się, czy odczyt na zegarku jest dokładny czy nie. Tak samo dla temperatury otoczenia czy wilgotności. Czemu więc nie zastosować takiego podejścia również do wag elektronicznych – przecież to podobny odczyt. Tu jednak pojawia się pewien problem związany z rozdzielczością. Najlepiej to pokazać poprzez porównanie do innych wielkości.

Typowa waga używana w Laboratorium ma obciążenie maksymalne 220 g i działkę elementarną 0,1 mg. To daje rozdzielczość dość znaczną, bo 2 200 000 (220g/0,0001g). Błąd wyznaczania masy próbki podczas ważenia zazwyczaj nie jest większy niż około 3 działki elementarne. Odnosząc ten błąd do pomiaru długości, to tak, jakby zmierzyć odległość 2 km, nie popełniając błędu większego niż 3 mm. W jaki sposób zatem waga elektroniczna zapewnia taki poziom dokładności?

Odpowiedź zawarta jest w konstrukcji wagi. Zawiera ona wysoko stabilne układy elektroniczne, których dryfty w czasie są niewielkie. Dodatkowo, w czasie produkcji jest sprawdzana i kompensowana ich zależność względem zmiennych warunków zewnętrznych. Dzięki temu uzyskuje się stabilność i dokładność wskazań. Cały zakres pomiarowy wagi jest sprawdzany wzorcami masy. Wprowadza się odpowiednie korekty, uzyskując liniową zależność wskazania względem obciążenia.

Pozostaje ustalenie dokładności, którą uzyskuje się poprzez porównanie wyniku ważenia wewnętrznego wzorca masy z jego wartością referencyjną. Ten proces powinno się poprawnie nazywać adiustacją (czyli regulowaniem), choć bardziej popularna jest nazwa kalibracja. Jak działa ten mechanizm pokazuje poniższy rysunek.



Rys. 26. Zasada działania adiustacji (kalibracji) automatycznej.

Wykres górny pokazuje, jak może kształtować się błąd wskazań wagi po załączeniu do sieci. Wykres dolny to dynamika zmian temperatury wewnętrznej wagi. Tak więc, po załączeniu wagi do sieci możemy oczekiwać dynamicznej zmiany temperatury. Ponieważ układy elektroniczne również wymagają stabilności, występuje niewielki błąd wskazań. Z tego powodu wagi posiadają tzw. kalibrację startową, którą pokazuje punkt oznaczony CAL 1.

Zauważmy, że po kalibracji błąd wskazań maleje praktycznie do zera. Na bieżąco rejestrowana jest temperatura wagi, więc łatwo diagnozować jej dynamikę.

Ten parametr jest wykorzystany do inicjacji kolejnej kalibracji – tzw. kalibracji temperaturowej [CAL 2]. Jest ona konieczna, żeby wyeliminować błąd wskazań, który jest efektem zmian temperatury wewnętrznej wagi. Taki sam mechanizm wykorzystuje się podczas obserwacji dalszych zmian temperatury. Współczynnik k jest wartością dobieraną doświadczalnie, charakterystyczną dla danej serii wag.

Z chwilą, gdy osiągniemy stabilność termiczną wagi tzn. $\Delta T/t < k$, załącza się mechanizm kalibracji z uwzględnieniem upływu czasu [CAL 4]. Jego zadaniem jest eliminacja błędów będących efektem niewielkich dryftów układów pomiarowych wagi. Przedstawione rozwiązanie działa w pełni automatycznie, gwarantując praktycznie dokładność wskazań w każdym momencie.

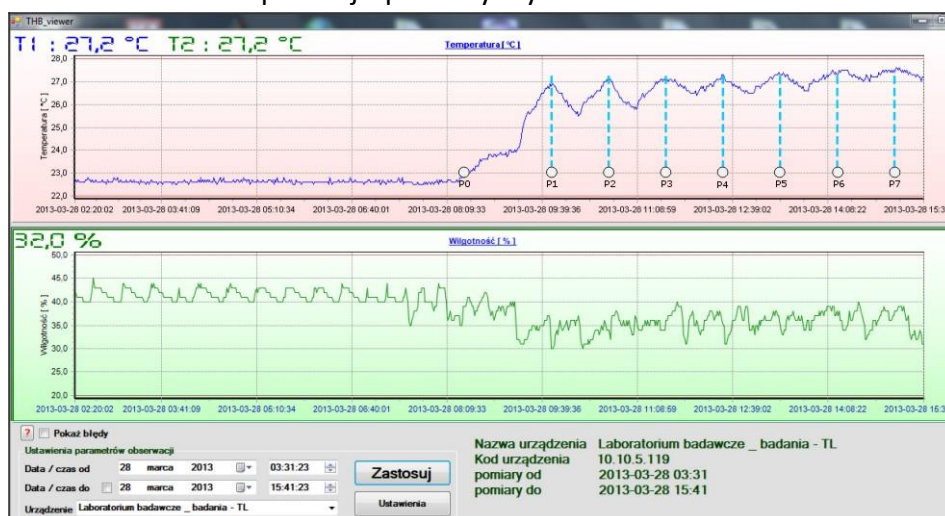
Podczas przygotowania do pomiarów, zaleca się wykonanie adiustacji w sposób półautomatyczny poprzez naciśnięcie przycisku. W kwestii warunków zewnętrznych, to pamiętać należy, że istotna jest dynamika zmian temperatury ($\Delta T/t$). Ten stan dla jednych wag będzie być może powodem znacznego błędu, ale dla innych zupełnie nieistotny. Pomocna jest tu wskazówka:

Im mniejsza wartość działki elementarnej [d], tym większa podatność wagi ma zmiany temperatury oraz wilgotności.

Komentarz:

Pokazany mechanizm tzw. „błędu dynamicznego” występuje w każdej wadze. Jednakże dopiero konstrukcje o znacznej rozdzielczości (mikrowagi) pozwalają obserwować to zjawisko. Stąd można wyciągnąć dość oczywisty wniosek, że problem nie dotyczy wag o mniejszych rozdzielczościach ($d = 1 \text{ mg}$, $d = 10 \text{ mg}$ itd.). Oczywiście użytkowanie wagi w zmiennych warunkach środowiskowych nie zawsze musi prowadzić do znacznych błędów wskazań. To, czy one wystąpią, zależy od odporności wagi na te czynniki. RADWAG dla swoich kluczowych produktów realizuje cykl badań z zakresu odporności na dynamiczne zmiany temperatury. Otrzymane informacje służą nam do doskonalenia wyrobów.

Wagi umieszcza się w komorze temperaturowej, sprawdza się ich powtarzalność referencyjną [P0]. Następnie zmienia się temperaturę, badając okresowo powtarzalność wskazań każdej wagi [P1..P7]. Zmienność środowiska pokazuje poniższy wykres.



Rys. 27. Monitoring warunków środowiskowych – moduł THB prod. RADWAG.

5. Analiza systemu pomiarowego (MSA)

Uzyskiwanie optymalnych wyników w czasie pomiarów wymaga dokładnego poznania możliwości wagi jako urządzenia pomiarowego. Nie mierzymy tu do dogłębnego badania wszystkiego, co można zbadać, ale do wskazania pewnych istotnych obszarów. W związku z tym nasze działania powinny być wstępnie przeanalizowane (co sugeruje tytuł), a następnie zaplanowane.

Na początku pojawić się może powszechny problem z określeniem wymagań, jakie stawiamy wadze. Najłatwiejsza droga to stwierdzenie, że ma być dokładnie tak, jak podaje specyfikacja. Warto tu zauważyć, że sprostanie tym wymogom nie musi być tak łatwe, jak się wydaje. Każde miejsce cechuje się innymi warunkami, dynamiką zmian, posiadamy różne umiejętności, inaczej interpretujemy zachowania wagi. Warto więc czasami zastanowić się, jaka jest optymalna dokładność ważenia dla naszych próbek. Z badań własnych i dostępnych informacji wiemy, że pomiar masy jest obarczony błędem powtarzalności i liniowości. Podstawowe informacje zatem na początek mamy.

5.1. MSA dla pomiarów masy

Określenie masy ważonego obiektu jest jedną z prostszych czynności. Kładziemy próbkę na szalkę, waga pokazuje wynik, który jest przyjmowany intuicyjnie jako wartość prawdziwa. Czego zatem powinna dotyczyć analiza takiego procesu? W zasadzie powinniśmy zacząć od początku, czyli od walidacji. Czym zatem ona jest?

Walidację można sprecyzować jako działanie mające na celu potwierdzenie w sposób udokumentowany i zgodny z zasadami Dobrej Praktyki Wytwarzania, że procedury, procesy, urządzenia, materiały, czynności i systemy rzeczywiście prowadzą do zaplanowanych wyników. Co zatem uzyskujemy po przeprowadzeniu walidacji wagi?

Uzyskujemy obiektywną ocenę, że błędy pomiaru będą się mieścić w określonych kryteriach. Sprawdzać można również wymagania w zakresie funkcjonalności, ergonomiczności, szybkości, jeżeli takie były przedstawione. W strukturze walidacji wyróżnia się pewne procesy zwane Kwalifikacjami; takie jak:

- kwalifikacja projektu (DQ)
- kwalifikacja instalacyjna (IQ)
- kwalifikacja operacyjna (OQ)
- kwalifikacja procesu (PQ)

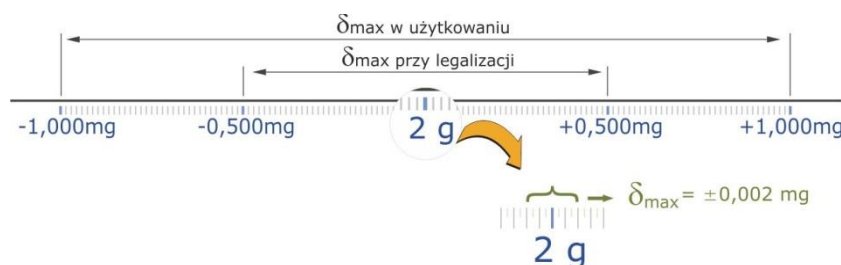
Proces walidacji jest dość dokładnie sprecyzowany poprzez Politykę Walidacji, Dokumentację oraz proces Kwalifikacji. Podstawowe wymagania w tym zakresie zawiera Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 1 października 2008r, *W sprawie wymagań Dobrej Praktyki Wytwarzania* – Dz. U. z dn. 17.10.2008r.

Naszą analizę systemu pomiarowego można rozłożyć na pewne elementy składowe. Załóżmy, że dwa pierwsze etapy mamy poza sobą. Dokonano wyboru typu wagi (DQ) zgodnie z projektem oraz zainstalowano ją w miejscu pracy (IQ). Mamy więc obiekt prawie gotowy do użytkowania. W tym momencie mamy do wyboru dwie drogi. Ta dłuższa to analiza, kontrola wszystkich parametrów wagi, niezależnie od zakresu prac, jakie przewiduje się do tego stanowiska. Taka analiza zazwyczaj zawiera sprawdzenie dokładności dla mas netto oraz mas brutto, powtarzalności oraz liniowości. Te parametry zostały omówione wcześniej.

Drugie podejście to analiza tylko tych parametrów, które są istotne. Takim przypadkiem jest zdecydowanie ważenie małych mas, np. pomiar masy filtra przy pomiarze zapylenia. Tu kontroli może podlegać tylko powtarzalność wskazań wagi jako parametr decydujący o dokładności. Inne parametry wagi są mało istotne.

Niezależnie od ilości analizowanych parametrów, należy określić metodę sprawdzenia oraz kryteria akceptacji. Większość procedur wykorzystuje dość dobrze znane wymagania przepisów prawnych (PN-EN 45501, OIML R 76-1). Ich zaletą jest powszechność oraz to, że względem nich oceniane są wagi podczas legalizacji (oceny zgodności). O ile można zaadaptować metodę badania, to wielkości błędów chyba raczej nie. Wynika to głównie z „rozpiętości” tych błędów. W użytkowaniu mogą być dwukrotnie większe niż podczas legalizacji (oceny zgodności). Specyfikację tych błędów zawiera rozdział *Kryteria akceptacji*.

Trudno sobie wyobrazić sytuację, że dla próbki o masie 2 g, ważonej na wadze z działką elementarną $d=0,1$ mg, akceptujemy błąd wskazań w wielkości 1 mg. Tu widać zderzenie systemu prawnego (nadzór państwa) i wymagań w procesach laboratoryjnych. Ma to wymiar nie tylko jakościowy, ale też ekonomiczny (cena próbki wykorzystywanej w badaniach). Opisana rozbieżność jest szczególnie widoczna dla mikrowag, w których mamy działkę elementarną $d=1$ μ g.



Rys. 28. Błędy wag elektronicznych według przepisów prawnych.

Dla tych wag uregulowania prawne dopuszczają max błąd w wielkości 1 mg, a praktycznie możemy oczekiwać błędu na poziomie 0,002 mg. Z tego też powodu warto wykorzystywać metody badania, ale zakres błędów ustalać względem własnych wymagań.

5.2. MSA dla pomiarów wilgotności

Podstawą do wyznaczenia wilgotności jest co najmniej dwukrotny pomiar masy. Pierwszy stan to masa początkowa próbki, drugi to masa końcowa. To, co dzieje się pomiędzy tymi dwoma stanami, jest w zasadzie nieistotne. Próbkę można ogrzewać na różne sposoby. W przypadku wagosuszarki mamy ciągły pomiar masy próbki w czasie, gdy jest ona ogrzewana. Nie mierzymy tu do definiowania samego procesu, ale do metody sprawdzenia tego, czy wagosuszarka jest sprawna.

Analiza systemu pomiarowego w przypadku wagosuszek powinna obejmować dwa obszary. Pierwszy z nich to pomiar masy, tu sytuacja jest dość prosta i sprowadza się do wyznaczenia takich parametrów wagi jak:

- powtarzalność
- liniowość
- centryczność

Oczywiście, podczas tych testów posługujemy się wzorcami masy, których błędy są znane. Analiza wyników da nam informacje o maksymalnych błędach wagi podczas ważenia próbek. Z doświadczenia można stwierdzić, że to co otrzymamy jest w zasadzie nieistotne dla pomiarów wilgotności. To stwierdzenie jest w zupełności zasadne. Dlaczego?

Wagosuszarki mają niezbyt dużą rozdzielczość, toteż można przyjąć, że ich charakterystyka w zakresie liniowości jest prawie idealna. Jedyny błąd pomiaru masy próbki będzie efektem powtarzalności. Tu można spodziewać się rozrzutu kilku działek odczytowych (2 – 3d). To, czy wyznaczamy wilgotność z masą początkową 2,997 g czy 2,995 g, nie ma praktycznie żadnego znaczenia. Czy zatem parametry te warto sprawdzać?

Odpowiedź na to pytanie jest zależna od stopnia wykorzystania wagosuszarki. Pamiętajmy, że jest to urządzenie służące również do pomiaru masy, choć zakres jego wykorzystania jest ograniczony (wielkość komory, szczelność, itp.).



Dokładność wagosuszarki po wykonaniu adiustacji wzorcem zewnętrznym.



Błąd pomiaru masy w początkowym zakresie ważenia (wzorec o masie jak dla typowych próbek).

W kwestii stabilności układu wagowego w czasie należy:

- uwzględnić fakt, że wagosuszarka ma adiustację wzorcem zewnętrznym;
- wszystkie pomiary powinny być wykonywane po wykonaniu adiustacji - eliminuje się tym samym błąd wynikający z dryftów.

W kwestii pomiarów wilgotności problem MSA jest trochę bardziej skomplikowany, ponieważ mamy kilka obszarów, w których należy:

- Określić stabilność temperatury suszenia.

Wymagany jest tu test z wykorzystaniem zewnętrznego termometru kontrolnego, który powinien mieć świadectwo wzorcowania. Badanie polega na wyznaczeniu różnicy pomiędzy temperaturą zadaną a temperaturą kontrolną po okresie stabilizacji. W wagosuszarkach serii MA 3Y oraz MAC/MAX (produkcja od 06/2013) ten test można dokumentować poprzez wydruk. Przykład takiego wydruku zamieszczony jest poniżej.

```
----- Test komory suszenia -----
Użytkownik           Service
Czas rozpoczęcia     2013.06.04 12:09:16
Typ wagi             MA 3Y.NP
ID wagi              392675
Nr zestawu kalibracyjnego pt-105

Temperatura zadana   120 °C
Temperatura końcowa 120 °C
Temperatura zmierzona 121 °C
Dopuszczalny błąd   +/- 3 °C

Status               OK
-----
```



Tu powstaje pytanie: jak zmienność temperatury wpływa na wynik wilgotności próbki? Pytanie dość istotne, ale odpowiedzi prostej nie ma. Przyjmuje się ogólnie, że wahanie temperatury suszenia ok. 2°C nie wpływa na wynik wilgotności.

- Określić dokładność pomiaru wilgotności wagosuszarki.

Ten etap w ogólnym ujęciu polega na badaniu wilgotności takiej próbki, której parametry są powtarzalne. Najprostszą metodą stosowaną również przez narodowe instytuty metrologiczne (Białoruś, Ukraina, Rosja) jest suszenie wody destylowanej z piaskiem kwarcowym o stałej gramaturze. Dobierając odpowiednie proporcje piasku i wody, można otrzymać wilgotności z zakresu kilku do kilkudziesięciu procent. Procedura pracochłonna, więc deklaracja producenta w tej materii powinna być wystarczająca.

Innym rozwiązaniem są próbki o „znanej wilgotności” tzw. zeolity. Test polega na suszeniu takiej próbki w określonej temperaturze, a otrzymany wynik należy korygować o pewną wartość, która jest zależna od wilgotności i temperatury otoczenia. Wilgotność próbki referencyjnej nie jest „dokładna” i zawiera się w tolerancji od 1 % do 1,5 %. Z tego też powodu trudno mówić w przypadku tej metody o tym, że gwarantuje ona określenie tego, jak dokładne wskazania wilgotności są możliwe do uzyskania. Jest to raczej test dla pokazania tego, że wszystkie mechanizmy wagosuszarki działają sprawnie.

- Określić dokładność pomiaru wilgotności dla własnych próbek.

Tu należy działać dwuetapowo. Po pierwsze wykonujemy pomiar wilgotności próbki, wykorzystując metodę referencyjną. Następnie, znając wynik z metody referencyjnej, optymalizujemy parametry wagosuszarki, tzn. dobieramy temperaturę suszenia, wielkość próbki, tryb zakończenia tak, żeby osiągnąć podobny wynik. Różnica pomiędzy wynikiem referencyjnym a wynikiem z wagosuszarki będzie dokładnością pomiaru wilgotności. Tu warto zauważyć, że niektóre próbki wykazują pewien rozrzut wyników wilgotności, nawet podczas testów w metodzie referencyjnej.

- Określić zmienność wskazań.

Po zakończeniu optymalizacji wykonujemy serię badań wilgotności kilku próbek pobranych z tego samego miejsca. Otrzymamy pewien rozrzut wskazań wokół tzw. wartości prawdziwej (referencyjnej). Ten parametr można powiązać z etapem poprzednim.

Pozostaje jeszcze pytanie jak przedstawia się stabilność próbki w czasie. Przy założeniu, że przeciętna wilgotność powietrza waha się w granicach 30 % - 50%, możemy spodziewać się procesów absorpcji wilgoci przez próbkę. Kluczowym elementem jest zatem sposób przygotowania, przechowywania, stabilizacji próbek. Otrzymany wynik wilgotności może być obarczony dodatkowymi błędami, wynikającymi ze sposobu realizacji całego procesu.

Komentarz:

Zrealizowana ocena systemu pomiarowego wagosuszarki jest pierwszym, najważniejszym etapem podczas walidacji metod suszenia. Powszechność wagosuszarek powinna wręcz zachęcać do takich działań, zwłaszcza że mają one wsparcie producenta; przynajmniej w przypadku RADWAG.

Warto wspomnieć, że idea walidacji została stworzona również po to, żeby nie hamować postępu technicznego. Ten postęp to nie tylko budowa, konstrukcja, ale również metoda. Jeżeli można z ich pomocą uzyskać zbieżne wyniki z metodą referencyjną, warto je stosować.

6. Wzorce masy a odważniki

Podczas okresowej kontroli wag nikt się nie zastawia, czy posługuje się odważnikiem, czy też wzorcem masy. Znacznie ważniejsze jest to, jaka jest masa wzorca (odważnika) oraz jakie jest wskazanie wagi, wynik pokazuje jej dokładność dla danego obciążenia. Takie podejście prezentuje najprostszy mechanizm wykorzystania metod i przyrządów celem ustalenia stanu technicznego urządzenia (wagi).

Pomiędzy odważnikami a wzorcami masy istnieją dwie podstawowe różnice.

1. Masa odważników jest ustalona z pewną tolerancją, a masa wzorców masy może być dowolna. Praktycznie więc każdy element, który cechuje stałość masy, może być wzorcem masy.
2. Kształt odważników jest dokładnie zdefiniowany, a kształt wzorca masy może być dowolny. Jest on dobierany do przewidywanego zastosowania. Tak jest w przypadku wag elektronicznych. Wewnętrzna masa adiustacyjna ma kształt dopasowany do konstrukcji wagi. Przykład takiego rozwiązania widać poniżej.



Odważniki jako wzorce masy.



Określanie masy wzorca wag AS (produkowanych do 2015r.)



Wzorec masy wag serii PS zainstalowany w konstrukcji wagi (produkowanych do 2015r.)

Jak widać z powyższych opisów, każdy odważnik może być wzorcem masy, ale nie każdy wzorec masy jest odważnikiem. Wzorec masy może mieć dowolną masę np. 95,7654 g. Dla tej masy nie jest podawany maksymalny błąd, ale niepewność, z jaką ta masa była wyznaczona.

Ocena przydatności wagi do pracy wymaga niewątpliwie wykorzystania odważników (wzorców masy). Dla innych procesów, takich jak porównywanie, określanie odchyłki, zastosowanie mają elementy wzorcowe (idealne). Ich masa stanowi punkt odniesienia względem wszystkich kolejnych elementów. Tu widać, że pojęcie wzorca jest wykorzystywane nie tylko w aspekcie metrologicznym, ale również przemysłowym.

W niektórych aplikacjach wzorec nie zawsze jest materialnym obiektem, czasami ma wymiar czysto teoretyczny. Jest wówczas taką masą obiektu jaka powinna być osiągnięta w realizowanym procesie produkcyjnym.

Adiustacja czy też badanie niektórych parametrów wagi wymaga odpowiednich odważników (wzorców masy). W odniesieniu do nich stosuje się pojęcie maksymalnego dopuszczalnego błędu, oznaczonego jako δm (np. 20 g \pm 0,8 mg). Wymagania w kwestii odważników zawierają też niektóre dokumenty normatywne, np.:

PN-EN 45501, pkt. 3.7.1. Odważniki:

Błąd wzorca masy (odważnika), stosowanego przy legalizacji nie powinien być większy niż 1/3 błędów granicznych dopuszczalnych dla danego obciążenia.

OIML R 111-1, pkt. 5.2. Niepewność rozszerzona:

Dla każdego odważnika niepewność rozszerzona U dla $k=2$ masy konwencjonalnej powinna być mniejsza lub równa 1/3 Max. błędu.

$$U \leq 1/3 \delta m \quad (8)$$

Poniżej podano zestawienie wymagań dla kilku odważników w klasach dokładności wg OIML R111-1. Warto tu zaznaczyć, że o przynależności do klasy decyduje nie tylko maksymalny błąd odważnika, ale również niepewność wyznaczenia jego masy.

Nominał	E 1	E 2	F 1	F 2
	Max. dopuszczalny błąd δm			
200 mg	$\pm 0,006$ mg	$\pm 0,02$ mg	$\pm 0,06$ mg	$\pm 0,2$ mg
2 g	$\pm 0,012$ mg	$\pm 0,04$ mg	$\pm 0,12$ mg	$\pm 0,4$ mg
20 g	$\pm 0,025$ mg	$\pm 0,08$ mg	$\pm 0,25$ mg	$\pm 0,8$ mg
200 g	$\pm 0,1$ mg	$\pm 0,3$ mg	± 1 mg	± 3 mg

[d] wagi	Zakres stosowania wzorców			
0,001 mg	o			
0,01 mg	o	o		
0,1 mg	o	o	o	
1 mg	o	o	o	o

Możliwości zastosowania odważników do różnych typów wag.

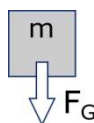
7. Gęstość powietrza w pomiarach masy

Gdy mówimy na temat siły wyporu, to zazwyczaj pierwsze skojarzenie, jakie się pojawia, to oddziaływanie, jakie zachodzi w wodzie. Jest to jak najbardziej naturalne, przecież każdy takie zjawisko widział, czy wręcz był obiektem tego działania. Otaczające nas powietrze ma gęstość wielokrotnie mniejszą niż woda, więc oddziaływania siły wyporu nie odczuwamy. Ma ona jednak pewien niewielki udział podczas ważenia próbek o różnych gęstościach. W dalszej części opracowania pokazane zostaną możliwości kompensowania wpływu siły wyporu poprzez zastosowanie dwóch metod. Pierwsza wykorzystuje wzorce masy, druga wykorzystuje czujniki elektroniczne.

Należy pamiętać o tym, że pomiar masy z wykorzystaniem wag elektronicznych polega na określeniu siły, z jaką ważony obiekt jest przyciągany przez Ziemię. Tę zależność można wyrazić jako:

$$F_G = m g \quad (9)$$

gdzie: F_G – siła grawitacyjna [N]
 m – masa ciała [g]
 g – przyspieszenie ziemskie [ok. $9,81 \text{ m/s}^2$]



Rys. 29. Siła grawitacyjna w procesie ważenia.

To, jak otrzymuje się wynik ważenia, w skrócie przedstawiono podczas omawiania systemów pomiarowych (pkt. 4.1.)

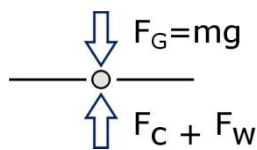
7.1. Siła wyporu

Siła wyporu jest to siła działająca na ciało zanurzone w płynie, czyli w cieczy lub gazie w obecności ciężaru. Jest skierowana pionowo do góry, przeciwnie do ciężaru. Wartość siły wyporu jest równa ciężarowi płynu wypartego przez to ciało.

$$F_w = \rho g V \quad (10)$$

gdzie: ρ – gęstość ośrodka, w którym znajduje się ciało (cieczy lub gazu)
 g – przyspieszenie ziemskie
 V – objętość wypieranego płynu równa objętości części ciała zanurzonego w płynie

W przypadku wag elektronicznych mamy więc następujący układ sił biorących udział w procesie ważenia:



Rys. 30. Układ sił w procesie ważenia

gdzie: F_G – siła grawitacyjna

F_C – siła równoważąca siłę grawitacyjną

F_W – siła wyporu

Analizując ten układ sił można stwierdzić, że siła grawitacyjna jest wartością stałą w danym miejscu pracy. Siła równoważąca jest odpowiedzią wagi na siłę grawitacyjną, więc również jest wartością stałą. Jediną zmienną, która powinna być kalkulowana praktycznie w trybie ciągłym dla wag o dużych rozdzielczościach, jest siła wyporu.

Taki wymóg jest wynikiem tego, że siła wyporu jest zależna od gęstości powietrza atmosferycznego w miejscu pracy. Gęstość jest natomiast zależna od ciśnienia, temperatury oraz wilgotności

Korygując uzyskany wynik ważenia o siłę wyporu, uzyskujemy prawdziwą masę próbki, podobnie jak podczas ważenia w próżni. Można wówczas analizować dryfty masy próbki w czasie, np. ważenie różnicowe, eliminując błąd pochodzący od zmiennej siły wyporu. Jest to ważne, gdy pomiar odbywa się z dużą rozdzielczością np. $200 \text{ g} \times 10 \mu\text{g} \div 2 \text{ g} \times 0,1 \mu\text{g}$.

Oczywiście zakłada się, że proces wagowy jest realizowany poprawnie tzn. im mniejsza masa próbki, tym większa dokładność wagi. Praktycznie taką procedurę stosuje się do wzorcowania państwowych wzorców pomiarowych masy oraz najwyższej klasy wzorców pomiarowych masy.

7.2. Ocena błędów pochodzących od siły wyporu

Zmienna siła wyporu podczas pomiarów masy może wpływać na błąd wskazań. Wielkość tego błędu zależy nie tylko od siły wyporu ale również od gęstości ważonej próbki oraz jej masy. Tu warto wiedzieć, że wagi są adiustowane fabrycznie za pomocą wzorców stalowych o gęstości około 8000 kg/m^3 w związku z tym:

- pomiar masy próbek o gęstościach zbliżonych do gęstości stali będzie prawie zawsze poprawny,
- dla próbek o małych gęstościach rzędu $500 - 4000 \text{ kg/m}^3$ błąd wynikający ze zmian gęstości powietrza może być znaczny.

Żeby skorygować wpływ siły wyporu na proces ważenia, należy wyznaczyć dwie wartości. Pierwsza z nich to gęstość powietrza, druga to gęstość badanej próbki.

Formuła dla wyliczenia gęstości powietrza przedstawiona jest poniżej [1]:

$$\rho_a = \frac{p}{R \cdot t} \cdot \left(1 - \frac{h}{100} \right) \quad (11)$$

- gdzie: ρ_a – gęstość powietrza [kg/m^3]
 p – ciśnienie atmosferyczne ($600 \text{ hPa} \leq p \leq 1100 \text{ hPa}$)
 h – wilgotność powietrza ($20\% \leq h \leq 80\%$)
 t – temperatura powietrza ($15^\circ\text{C} \leq t \leq 27^\circ\text{C}$)

Celem wyliczenia poprawnej masy (skorygowanej o siłę wyporu) należy otrzymany wynik ważenia pomnożyć przez współczynnik według zależności:

$$m_c = m \cdot \frac{1 - \frac{\rho_0}{\rho}}{1 - \frac{\rho_0}{\rho_c}} \quad (12)$$

- gdzie: m_c – masa próbki
 ρ_0 – gęstość powietrza [kg/m^3]
 ρ – gęstość wzorca, którym była adjustowana waga [$8000\text{kg}/\text{m}^3$]
 ρ_c – gęstość próbki, która jest ważona [kg/m^3]
 m – wynik ważenia pokazany przez wagę

Przykład:

Ciśnienie powietrza 996 hPa, wilgotność 45 %, temperatura 25 °C, próbka typu skóra o gęstości 860 kg/m^3 i masie $m_1=80$ g.

Wyliczenie gęstości powietrza:

$$\rho_a = \frac{0,348444 \cdot 996 - 45 \cdot (0,00252 \cdot 25 - 0,020582)}{273,15 + 25} = 1,1576 \text{ kg}/\text{m}^3$$

Wyliczenie rzeczywistej masy m_2 próbki:

$$m_2 = \frac{1,1576 \text{ kg}/\text{m}^3 \cdot 80 \text{ g}}{1,1576 \text{ kg}/\text{m}^3 - 8000 \text{ kg}/\text{m}^3} = 80,072 \text{ g}$$

Rzeczywista masa próbki (po skorygowaniu o gęstość powietrza) wynosi 80,096238g, co w praktyce oznacza, że udział siły wyporu w tym procesie ważenia wynosi:

$$m_2 - m_1 = 80,096238 \text{ g} - 80 \text{ g} = 0,096238 \text{ g}$$

Pomiar masy próbek w próżni jest dość rzadko wykonywany w praktyce laboratoryjnej, ze względu na brak wyposażenia. Zasadne wydaje się więc zastosowanie współczynnika kompensującego wpływ siły wyporu – jest to rozwiązanie znacznie prostsze.

W wagach serii 3Y produkcji RADWAG wszystkie przeliczenia są wykonywane automatycznie, w zasadzie jedyną wymaganą informacją, którą należy wpisać w odpowiednim menu, jest gęstość próbki.

7.3. Praktyczne aspekty korekty wpływu siły wyporu na wynik pomiaru

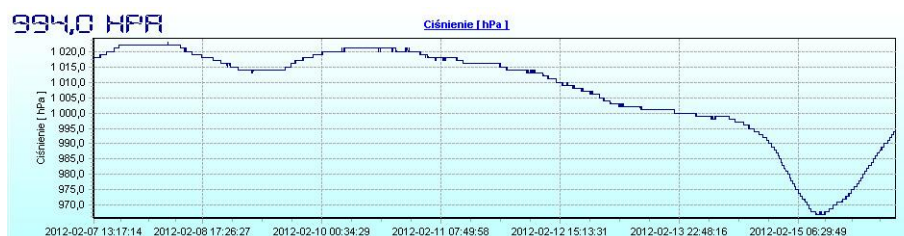
Współczynnik korygujący wpływ siły wyporu na pomiar masy jest konieczny wówczas, gdy:

- wymagana jest informacja o rzeczywistej masie próbki. Może to mieć dość istotne znaczenie wtedy, gdy ta sama próbka jest wielokrotnie ważona w dużych odstępach czasu;
- obserwowana jest zmiana masy próbki w długim okresie czasu.

Wpływ zmiennej gęstości powietrza na wynik pomiaru może być wówczas znaczący. Żeby tego uniknąć, musimy wiedzieć, jak zmienna gęstość powietrza wpływa na pomiar. Wielkość błędu, jaki może powstać, gdy tę samą próbkę ważymy w pewnych odstępach czasu, jest zależna od:

- zmian gęstości powietrza w czasie;
- różnicy, jaka występuje pomiędzy gęstością wzorca (8000kg/m^3), którym adiustowana jest waga a gęstością próbki.

Przy założeniu, że typowa zmiana ciśnienia powietrza wynosi ok. 30 hPa, a w pomieszczeniu wagowym temperatura i wilgotność są wielkościami stałymi, możliwe jest oszacowanie zmienności masy praktycznie każdej próbki. Takie działania są zasadne wtedy, gdy rejestrujemy masę próbki z odpowiednią dokładnością. Poniżej są przedstawione wykresy, pokazujące dryft ciśnienia w krótszym i dłuższym okresie czasu.



Rys. 31. Rejestracja zmian ciśnienia atmosferycznego w okresie 07/02 do 16/02/2012.

Całkowita zmiana ciśnienia w tym okresie wyniosła 55 hPa, a w okresie od 13 do 15 lutego ciśnienie zmieniło się o 35 hPa.



Rys. 32. Rejestracja zmian ciśnienia atmosferycznego w okresie 01/01 do 16/02/2012.

Rejestracja zmian ciśnienia w dłuższym okresie czasu (47 dni) pokazuje, że ten czynnik cechuje się dość dużą zmiennością. Należy to uwzględnić wówczas, gdy prowadzi się długotrwałą obserwację masy tej samej próbki.

7.4. Wartość siły wyporu podczas ważenia materiałów o różnych gęstościach

Wielkość błędu, jaki wnosi do wyniku ważenia siła wyporu, można ocenić, zakładając stałość wszystkich parametrów w warunkach odniesienia. Różnica pomiędzy masą wskazaną przez wagę, a masą skorygowaną (o siłę wyporu) będzie zależna od objętości ładunku (jego masy). Przyjmując, że ciśnienie wynosi 1013 hPa, temperatura = 20°C, wilgotność = 40%, uzyskujemy następujące wartości dla przykładowych materiałów.

Masa próbki	Drewno 800 kg/m ³	Woda 1000 kg/m ³	Guma 1600 kg/m ³	Kreda 2000 kg/m ³	Tantal 16600 kg/m ³
Odchylenie od wartości prawdziwej [mg]					
0,001 g	0,001	0,001	0,000	0,000	0,000
0,01 g	0,013	0,010	0,006	0,003	0,000
0,1 g	0,135	0,105	0,060	0,033	- 0,008
1 g	1,352	1,051	0,600	0,330	- 0,078
10 g	13,520	10,513	6,005	3,302	- 0,777
20 g	27,041	21,025	12,009	6,603	- 1,554
40 g	54,081	42,051	24,018	13,206	- 3,109
60 g	81,122	63,076	36,027	19,810	- 4,663
80 g	108,163	84,101	48,036	26,413	- 6,217
100 g	135,203	105,127	60,045	33,016	- 7,772

Z danych tabelarycznych wynikają zależności, które można opisać następująco:

- im mniejsza gęstość próbki, tym większe odchylenie od wartości prawdziwej;
- im mniejsza masa próbki przy danej gęstości, tym mniejsze odchylenie od wartości prawdziwej.

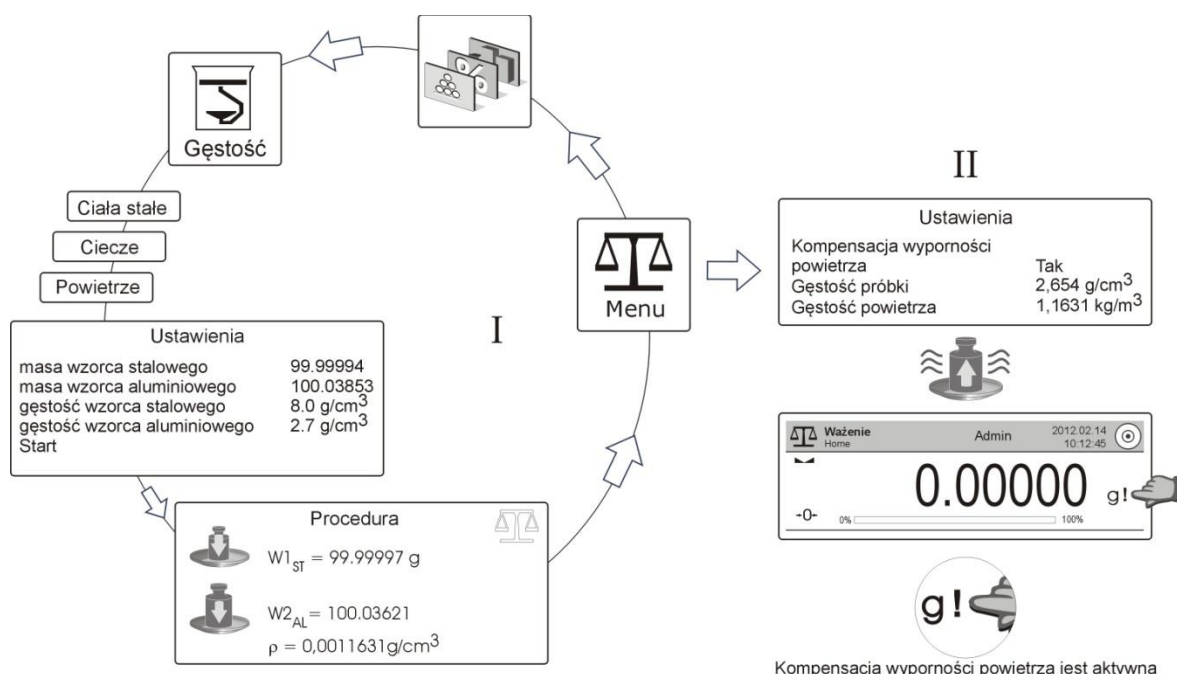
Przez wartość prawdziwą należy w tym przypadku rozumieć pomiar, na który nie wpływa siła wyporu, czyli pomiar w próżni.

7.5. Sposoby korekcji siły wyporu wykorzystywane w wagach RADWAG

Funkcja korygująca siłę wyporu wymaga informacji o aktualnej gęstości powietrza oraz o gęstości ważonej próbki. Na podstawie tych danych wyznaczany jest współczynnik korygujący. Podczas pomiaru mamy zatem udział tylko siły grawitacyjnej. W wagach produkcji RADWAG serii 3Y wykorzystywane są dwie metody korekcji siły wyporu. Poniżej omówiona jest ich zasada działania oraz zależności, jakie pomiędzy nimi zachodzą.

7.5.1. Metoda półautomatyczna z zastosowaniem wzorców masy

Jest metodą dwuetapową, w której należy wyznaczyć gęstość powietrza poprzez ważenie dwóch wzorców (stalowego i aluminiowego) o takiej samej masie, ale o różnej gęstości. Następnie obliczoną wartość należy wykorzystać w funkcji korekcji wyporności. Schemat postępowania pokazuje poniższy rysunek.



Rys. 33. Kolejność postępowania w Metodzie 1.

Ta metoda składa się z trzech zasadniczych elementów, w których można poszukiwać ewentualnych przyczyn niedokładności. Pierwszy to informacje dotyczące gęstości wzorców oraz ich mas. Zarówno gęstość, jak i masę wzorców, znajdziemy w świadectwie wzorcowania. Dla szczegółowych analiz można szacować wpływ niepewności wyznaczenia tych wartości na końcowy wynik pomiaru.



Zestaw wzorców do wyznaczania gęstości powietrza:
 (1) – wzorzec aluminiowy, (2) – wzorzec stalowy.

Drugi obszar to pomiar masy dwóch wzorców. Przy założeniu, że czułość wagi jest poprawna, jedyne znaczenie ma powtarzalności wskazań wagi. Gęstość powietrza wyliczana jest z zależności:

$$\rho_a = \frac{\frac{m_{AL} \cdot W_{ST} - m_{ST} \cdot W_{AL}}{m_{AL} \cdot W_{ST} - m_{ST} \cdot W_{AL}}}{\frac{\rho_{AL}}{\rho_{ST}}} \quad (13)$$

gdzie: m_{AL} – skorygowana masa wzorca aluminiowego
 m_{ST} – skorygowana masa wzorca stalowego
 W_{ST} – wynik ważenia wzorca stalowego
 W_{AL} – wynik ważenia wzorca aluminiowego
 ρ_{AL} – gęstość wzorca aluminiowego (2.7 g/cm³)
 ρ_{ST} – gęstość wzorca stalowego (8.0 g/cm³)

Masę skorygowaną wzorca aluminiowego oraz stalowego wyznacza się, wykorzystując poniższe zależności:

$$m_{ST} = M_{ST} \cdot \frac{1 - \frac{1,2 \text{ kg/m}^3}{8000 \text{ kg/m}^3}}{1 - \frac{1,2 \text{ kg/m}^3}{\rho_{ST}}} \quad m_{AL} = M_{AL} \cdot \frac{1 - \frac{1,2 \text{ kg/m}^3}{8000 \text{ kg/m}^3}}{1 - \frac{1,2 \text{ kg/m}^3}{\rho_{AL}}}$$

gdzie: M_{ST} – wynik ważenia stalowej masy referencyjnej
 M_{AL} – wynik ważenia aluminiowej masy referencyjnej

Można przyjąć, że w idealnych warunkach wynik ważenia masy referencyjnej jest równy masie referencyjnej.

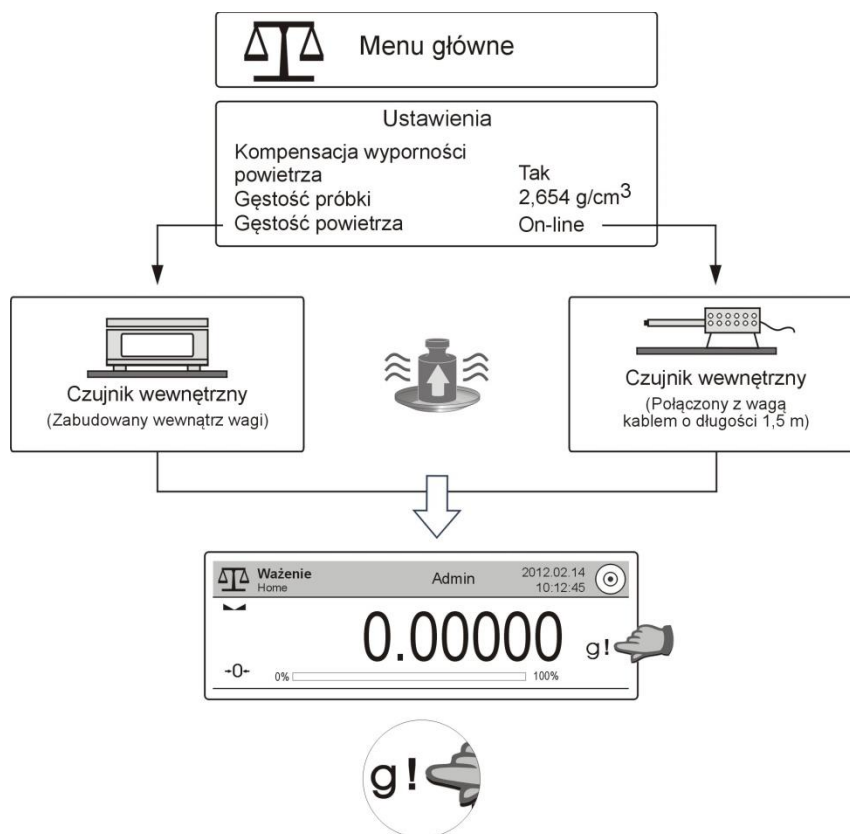
Trzeci obszar to wykorzystanie wyznaczonej gęstości powietrza w funkcji korekcji wyporu. Tu w zasadzie następuje tylko przeliczenie wartości, więc potencjalny błąd można wykluczyć. Analiza metody wyznaczania gęstości nasuwa wniosek, że najważniejszym elementem jest proces ważenia, które decyduje o dokładności tej metody.

7.5.2. Metoda 2 automatyczna z wykorzystaniem czujników

Rozwiązanie techniczne wykorzystane w tej metodzie jest nowością, działaniem innowacyjnym w konstrukcji wag laboratoryjnych. RADWAG jako pierwszy z producentów wag zastosował elektroniczny pomiar ciśnienia poprzez czujniki zintegrowane z wagą. W tej metodzie jedyną informacją, jaką należy podać, jest gęstość próbki. Wszystkie inne informacje związane z warunkami środowiskowymi pobierane są automatycznie w trybie online. Informacja o temperaturze, wilgotności, ciśnieniu oraz gęstości powietrza może być:

- przesłana z czujników zainstalowanych wewnątrz wagi lub
- pobrana z modułu zewnętrznego THB, moduł zewnętrzny jest mobilnym układem pomiarowym, który podłączamy do portu wagi.

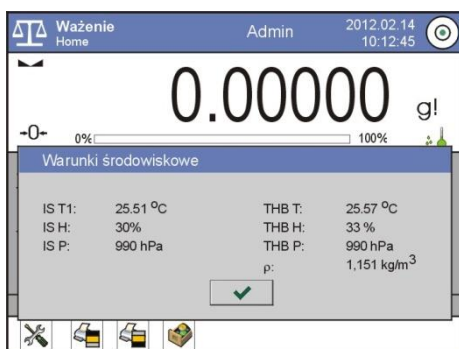
Schemat postępowania pokazuje poniższy rysunek:



Rys. 34. Kolejność postępowania w Metodzie nr 2.

Moduł środowiskowy wagi może obsługiwać zarówno czujniki wewnętrzne, jak i czujniki zewnętrzne. Można go zatem wykorzystać do pomiaru temperatury i wilgotności w innej części Laboratorium. Długość kabla łączącego moduł ze wnątrzną z wagą wynosi 1,5 m. Dodatkową zaletą zewnętrznego modułu THB jest możliwość podłączenia go do programu komputerowego.

Widok wyświetlacza wagi z aktywnymi czujnikami wewnętrznymi oraz podłączonym zewnętrznym modułem środowiskowym pokazuje poniższy rysunek:



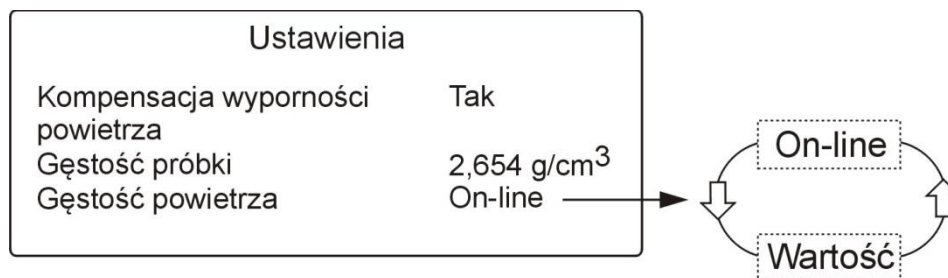
Rys. 35. Wyświetlacz wagi z aktywnym panelem warunków środowiskowych.

Czujniki wewnętrzne oznaczone są symbolami IS, natomiast czujniki zewnętrzne symbolami THB. Dodatkową informacją jest aktualna gęstość powietrza, oznaczona symbolem ρ . Jest ona wyliczana przy wykorzystaniu informacji z modułu zewnętrznego. W przypadku, gdy nie jest on aktywny, to ta sama informacja jest wyliczana przy wykorzystaniu wskazań czujników wewnętrznych.

Brak połączeń, przewodów, dodatkowych elementów powoduje, że zalecane jest rozwiązanie wykorzystujące tylko czujniki wewnętrzne. Pewnym ograniczeniem jest to, że pomiar odbywa się wewnątrz wagi. Biorąc pod uwagę mobilność, możliwość wykorzystywania z różnymi wagami serii 3Y, pomiar parametrów w otoczeniu wagi, to zewnętrzny moduł środowiskowy wydaje się lepszym rozwiązaniem. Jak widać, wybór rozwiązania jest zależny od wymagań użytkownika.

Użytkownik może wyznaczyć współczynnik korygujący wpływ siły wyporu po aktywacji funkcji w następujący sposób:

1. Należy podać gęstość próbki, która jest ważona, a program wagi, znając gęstość powietrza, wyliczy poprawkę na wypór powietrza
2. Należy podać gęstość próbki, która jest ważona oraz podać gęstość powietrza, program wagi wyliczy poprawkę na wypór powietrza. W tym przypadku informacja o gęstości powietrza może być pobrana z innych źródeł (przrządy, informacje ze stacji meteorologicznych itp.)



Rys. 36. Źródło danych dla odczytu warunków środowiskowych.

7.5.3. Wagi z zintegrowanymi czujnikami warunków środowiskowych

Wewnętrzne zintegrowane czujniki temperatury, wilgotności oraz ciśnienia posiadają wagi serii 3Y z działką elementarną 0,1 mg i mniejszą. Odczyt z zewnętrznych czujników ciśnienia wymaga podłączenia do wagi modułu środowiskowego THB-2. Jest on wyposażeniem dodatkowym wag laboratoryjnych.

Mikrowaga MYA .3Y (4Y)



Parametry techniczne

Max 2 g ÷ 21 g
d = 0,1 µg ÷ 1 µg
e = 1 mg
Interfejs:
2×USB, 2×RS 232, Ethernet, 2wejścia/2wyjścia

Waga analityczna XA .3Y (4Y)



Parametry techniczne

Max 52 g ÷ 310 g
d = 0,01 mg ÷ 0,1 mg
e = 1 mg ÷ 10 mg
Interfejs:
2×USB, RS 232, Ethernet, 2 wejścia / 2wyjścia

Waga analityczna AS.3Y



Parametry techniczne

Max 110 g ÷ 510 g
d = 0,1 mg
e = 10 mg
Interfejs:
2×USB, RS 232, Ethernet, 2 wejścia / 2 wyjścia
Możliwość podłączenia tylko czujnika zewnętrznego

7.5.4. Porównanie metod

Zasadnicza różnica pomiędzy metodami polega na sposobie wyznaczania gęstości powietrza. Metoda nr 1 wykorzystuje dwa wzorce, które należy zważyć. W tym przypadku pewien wpływ na końcowy wynik gęstości powietrza ma powtarzalność wskazań wagi – mamy podwójne ważenie masy.

Metoda nr 2 wykorzystuje czujniki ciśnienia, zainstalowane wewnątrz wagi lub w modułach zewnętrznych. Informacja o ciśnieniu jest więc efektem pomiaru elektronicznego, który następnie jest przetwarzany. W efekcie otrzymujemy gęstość powietrza. To, jak dokładny jest ten pomiar, zależy od klasy zainstalowanego czujnika ciśnienia. Oczywiście metoda nr 2 jest szybsza i mniej kłopotliwa. Zestawienie tabelaryczne pokazuje bardziej szczegółowe porównanie.

Metoda nr 1	Metoda nr 2
Wykorzystuje wzorce masy do wyznaczenia gęstości powietrza.	Wykorzystuje czujniki wewnętrzne lub zewnętrzne do wyznaczenia gęstości powietrza.
Procedura dwuetapowa: ważenie wzorców, a następnie aktywacja funkcji kompensacji wyporu.	Procedura jednoetapowa: Aktywacja funkcji kompensacji wyporu.
Konieczność wielokrotnego wyznaczenia gęstości powietrza.	Praca online (weryfikacja gęstości odbywa się z interwałem min. 1 minuta).
Konieczność posiadania wzorców masy (stalowy oraz aluminiowy).	Nie dotyczy.
Wpływ powtarzalności wskazań na pomiar podczas ważenia.	Nie dotyczy.
Szybkość (konieczność wykorzystania funkcji pośrednich – gęstość powietrza).	Szybkość (natychmiastowe korzystanie z funkcji).

Z porównania metod jednoznacznie wynika, że właśnie metoda 2 jest tym rozwiązaniem, które powinno być stosowane. Jest nowatorskim rozwiązaniem, dzięki któremu w znacznym stopniu można skrócić i uprościć wszystkie czynności związane z określaniem poprawnej masy. Jest mniej narażona na błędy operatora, związane z procesem ważenia. Eliminuje potencjalny błąd wzorców, który może wystąpić w metodzie nr 1.

8. Wyznaczanie gęstości próbek metodą grawimetryczną

Gęstość jest wielkością, za pomocą której porównuje się ciężary różnych materiałów. Powszechnie wiadomo, że im większa gęstość, tym większy ciężar danego materiału. Ważąc próbki o takich samych kształtach np. sześciiany o boku 1 m, otrzymamy dla stali wynik 8000 kg, dla powietrza 1,3 kg, a dla wody – 1000 kg. Stąd tym samym wynika definicja gęstości.

Gęstość jest definiowana jako stosunek masy ciała do zajmowanej przez nie objętości w określonej temperaturze. Tym samym gęstość ciała charakteryzuje upakowanie materii w danym ciele. Jednostką gęstości jest kg/m^3 lub g/cm^3

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (14)$$

gdzie: ρ – gęstość
 m – masa (potocznie rozumiana jako miara ilości materii obiektu fizycznego)
 V – objętość (jest miarą przestrzeni, którą zajmuje dane ciało)

Dla skali makro ma to praktyczny aspekt, wykorzystywany podczas transportu oraz składowania: im większa gęstość, tym większa masa, im mniejsza gęstość, tym większa objętość. W skali mikro gęstość to jeden z parametrów charakteryzujących próbkę. W zasadzie każdy płynny lub półpłynny produkt jest mieszaniną kilku składników o różnych gęstościach, których połączenie w odpowiednich proporcjach daje zakładany efekt. Stąd wynika potrzeba badania i kontroli gęstości wielu materiałów, niezależnie od ich stanu skupienia.

8.1. Zjawiska fizyczne występujące w pomiarach gęstości

W pomiarach gęstości wykorzystuje się zależności wynikające z prawa Archimedesesa: *Na każde ciało zanurzone w cieczy działa siła wyporu skierowana przeciwnie do siły ciężkości, równa co do wartości ciężarowi wypartej przez ciało cieczy.* Wyznaczenie gęstości próbki metodą grawimetryczną sprowadza się do zważenia próbki w powietrzu, a następnie w cieczy o znanej gęstości (zazwyczaj jest to woda destylowana). Pomiar masy ciała w powietrzu określa zależność:

$$F_G = m_1 \cdot g \quad (15)$$

gdzie: F – siła działająca na ciało
 m_1 – masa ciała
 g – przyspieszenie ziemskie

Podczas pomiaru masy ciała w wodzie poza siłą grawitacyjną występuje również siła wyporu, toteż zależność opisująca ten proces ma postać:

$$F = F_G - F_W \quad (16)$$

gdzie: F_G – siła grawitacyjna
 F_W – siła wyporu

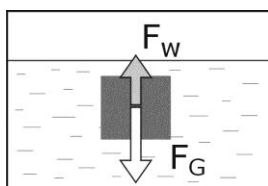
$$F_G = m_1 \cdot g \rightarrow \rho_c \cdot V \cdot g \quad (17)$$

gdzie: ρ_c – gęstość ciała
 V – objętość ciała
 g – przyspieszenie ziemskie

$$F_W = \rho_w \cdot V \cdot g \quad (18)$$

gdzie: ρ_w – gęstość cieczy
 V – objętość wypieranego płynu równa objętości części ciała zanurzonego w płynie.
 g – przyspieszenie ziemskie

Graficznie ten układ sił można przedstawić następująco:



Rys. 37. Pomiar ciała w cieczy.

Gęstość ciała stałego wyliczamy z poniższej zależności:

$$\rho_c = \frac{m_1 \cdot \rho_w}{(m_1 - m_2)} \quad (19)$$

gdzie: ρ_c – gęstość ciała
 m_1 – masa ciała podczas ważenia w powietrzu
 m_2 – masa ciała podczas ważenia w cieczy
 ρ_w – gęstość cieczy

Gęstość cieczy opisuje poniższa zależność:

$$\rho_w = \frac{(m_1 - m_2)}{V} \quad (20)$$

gdzie: V – objętość ciała

8.2. Metody pomiarowe wykorzystywane podczas pomiarów gęstości ciał

Podczas pomiarów gęstości ciał stałych i cieczy wykorzystuje się różne metody pomiarowe, zależnie od oczekiwanej dokładności pomiarowej oraz rodzaju i wielkości badanej próbki. Najczęściej stosowane metody to:

- metoda piknometryczna,
- metoda areometryczna,
- metoda oscylacyjna,
- metoda hydrostatyczna.

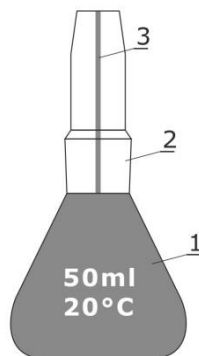
Poniżej omówione są kolejno te metody, pokazano też dla każdej z nich zasadę stosowania oraz jej zalety i ograniczenia, jakie jej dotyczą.

8.2.1. Metoda piknometryczna

Pozwala na określenia gęstości cieczy na podstawie porównania masy badanej cieczy z masą takiej samej objętości wody o takiej samej temperaturze. Ta sama metoda pozwala również na określenie gęstości oraz objętości ciał stałych. Powszechnie wykorzystywane są piknometry szklane oraz metalowe.

Piknometry szklane

Konstrukcja takiego piknometru składa się naczynia szklanego o znanej objętości [1], które jest zamykane szklanym szlifowanym korkiem [2]. W korku znajduje się zatopiona rurka kapilarna [3]



Rys. 38. Piknometr szklany.

Piknometr lekko przepelnia się badaną cieczą, następnie zamyka go szczelnie korkiem i termostatuje. Nadmiar cieczy, który wydostaje się przez rurkę kapilarną [3] usuwa się bibułą. Następnie umieszcza piknometr na szalce wagi i mierzy jego masę. W czasie pomiaru występuje zjawisko kurczenia się objętości cieczy (jej poziom spada w kapilarze). Jeżeli warunki temperaturowe są zachowane, a piknometr był cały wypełniony cieczą, to zjawisko nie ma znaczenia. Efekt parowania cieczy jest minimalizowany dzięki małej średnicy kapilary.

Wyznaczanie gęstości cieczy

Aby wyznaczyć gęstość substancji ciekłej, należy zważyć suchy piknometr z korkiem. Następnie napełnić badaną cieczą i po ustaleniu się równowagi termicznej pomiędzy cieczą w piknometrze a otoczeniem, zważyć piknometr z zawartością. Następnie opróżnić piknometr, wysuszyć go i wypełnić wodą destylowaną. Znając gęstość cieczy wzorcowej w danej temperaturze oraz jej masę, można ustalić jej objętość, a tym samym objętość piknometru.

$$V_P = \frac{m_W}{\rho_W} \quad (21)$$

gdzie: V_P – objętość piknometru
 m_W – masa wody destylowanej
 ρ_W – gęstość wody destylowanej

Gęstość badanej cieczy wyznaczamy za pomocą wyrażenia:

$$\rho_C = \rho_W \cdot \frac{m_{PC} - m_P}{m_{PW} - m_P} \quad (22)$$

$$\rho_C = \frac{m_C}{V_P} = \rho_W \cdot \frac{m_C}{m_W} \quad (23)$$

gdzie: m_P – masa pustego i suchego piknometru
 m_C – masa cieczy badanej
 m_{PW} – masa cieczy wzorcowej wypełniającej piknometr
 m_{PC} – masa badanej cieczy umieszczonej w piknometrze

$$m_C = m_{PC} - m_P$$

$$m_W = m_{PW} - m_P$$

Wyznaczanie gęstości i objętości ciała stałego

Aby wyznaczyć gęstość substancji stałej oraz jej objętość, należy dodatkowo wyznaczyć masę ciała stałego oraz masę piknometru z wodą i zanurzonym w niej ciałem stałym. Objętość ciała stałego V_S można wyrazić zależnością:

$$V_S = \frac{m_S - m_{PWS} + m_{PW}}{\rho_W} \quad (24)$$

gdzie: m_S – masa badanej substancji
 m_{PWS} – masa piknometru z badaną substancją
 m_{PW} – masa cieczy wzorcowej wypełniającej piknometr
 ρ_W – gęstość wody destylowanej

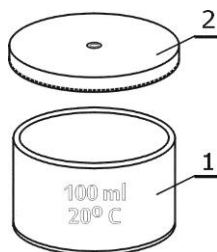
Gęstość badanej substancji wyznaczamy z zależności:

$$\rho_s = \frac{m_s}{V_s} = \rho_w \cdot \frac{m_s}{m_s - m_{pws} + m_{pw}} \quad (25)$$

Niewątpliwą zaletą metody piknometrycznej jest możliwość badania gęstości substancji sypkich. Do wad należy zaliczyć nieco skomplikowaną procedurę, możliwość badania próbek o małych gabarytach, wyznaczanie gęstości pozornej.

Piknometry metalowe

Ten typ piknometrów znajduje szerokie zastosowanie przy produkcji farb i lakierów, kosmetyków, żywności do określania gęstości materiałów w szczególności cieczy o niskiej i średniej lepkości. Konstrukcja piknometru składa się z dwóch części: pojemnik [1] o określonej pojemności oraz pokrywka [2] z otworem do usuwania nadmiaru badanej substancji.



Rys. 39. Piknometr metalowy.

Wyznaczanie gęstości sprowadza się do wykonania poniższych czynności:

- zważyć pusty i czysty przyrząd oraz zanotować jego masę [m_1],
- przyrząd i badaną substancję termostatować w temperaturze $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$,
- napełnić piknometr badaną substancją,
- nałożyć pokrywę, wpasowując ją gładko w korpus piknometru,
- usunąć nadmiar substancji,
- zważyć napełniony przyrząd [m_2],
- obliczyć gęstość z zależności:

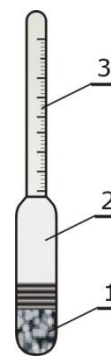
$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (26)$$

gdzie: ρ – gęstość ciała
 m_1 – masa czystego piknometru
 m_2 – masa piknometru z badaną substancją

Taka metodyka jest dostępna jako aplikacja wagowa w wagach serii 4Y.

8.2.2. Metoda areometryczna

Ta metoda wykorzystuje do wyznaczania gęstości cieczy przyrząd zwany areometrem, którym zazwyczaj jest pusta rurka szklana, której górna część [3] posiada skalę. Dolna część areometru [2] ma kształt bańki wypełnionej materiałem o dużej gęstości [1]. Taka konstrukcja pozwala na zachowanie pionowej pozycji areometru podczas badania – gdy jest on zanurzony w cieczy. W zależności od wielkości mierzonej rozróżnia się następujące rodzaje areometrów:



Rys. 40. Areometr.

1. Densymetry do pomiaru gęstości, w tym:

- dowolnej cieczy – uniwersalne;
- cieczy o określonych wartościach lub zakresach wartości napięcia powierzchniowego;
- określonych cieczy lub roztworów, w szczególności densymetry do alkoholu, przeznaczone do pomiaru gęstości mieszaniny alkoholu etylowego i wody.

2. Areometry do pomiaru wielkości fizycznych jednoznacznie związanych z gęstością, w tym:

- ułamka masowego, w szczególności: alkoholomierze przeznaczone do pomiaru zawartości alkoholu wyrażonej jako ułamek masowy, cukromierze przeznaczone do pomiaru ułamka masowego sacharozy w roztworach wodnych;
- ułamka objętościowego, w szczególności alkoholomierze przeznaczone do pomiaru zawartości alkoholu wyrażonej jako ułamek objętościowy;
- stężenia masowego.

Areometry najczęściej kalibrowane są dla temperatury 20°C, dlatego badany płyn powinien mieć taką właśnie temperaturę. Głębokość, na jaką zanurza się dolna część areometru, wynika z różnicy między ciężarem areometru, a ciężarem wypartej przez areometr cieczy.

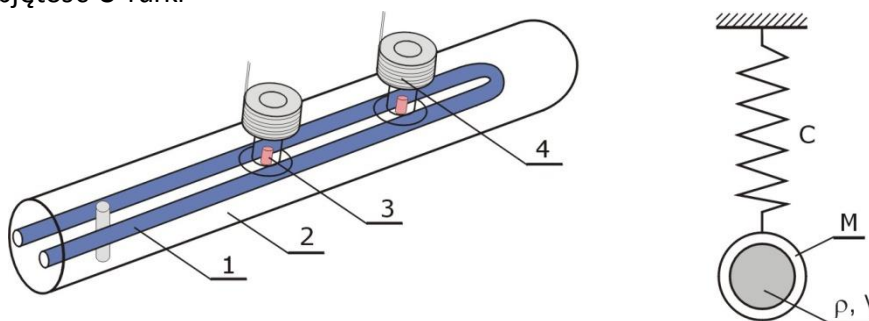
Dokonując pomiaru gęstości cieczy przy pomocy areometru, należy wlać do wąskiej menzurki pomiarowej badany płyn w ilości pozwalającej na swobodne zanurzenie przyrządu. Następnie wkładamy areometr i na jego skali odczytujemy wynik. Zalety tej metody to szybkość i prostota, odczyt gęstości bezpośrednio ze skali, duża różnorodność przyrządów. Wadą jest częsta potrzeba stosowania korekcji temperaturowej (pomiar w temperaturze innej niż 20°C oraz wymagana duża objętość badanej próbki).

8.2.3. Metoda oscylacyjna

Podczas pomiarów stosuje się tzw. U-rurkę, mierząc częstotliwość jej drgań, która jest zależna od gęstości badanej cieczy. Układ pomiarowy można zdefiniować jako naczynie o masie [m] i objętości [V], które wypełnia się badaną cieczą. Całość jest zawieszona na sprężynie, więc okres drgań wahadła jest opisany zależnością:

$$T = 2\pi\sqrt{\frac{m}{c}} = 2\pi\sqrt{\frac{M + \rho V}{c}} \quad (27)$$

gdzie: T – okres drgań wahadła
m – masa całkowita
c – współczynnik sprężystości
 ρ – gęstość cieczy
M – masa pustej U-rurki
V – objętość U-rurki



Rys. 41. Metoda oscylacyjna - zasada pomiaru.

- 1 – U-rurka
- 2 – szklany cylinder
- 3 – magnes
- 4 – cewka

Gęstość badanej cieczy wyznacza się z zależności:

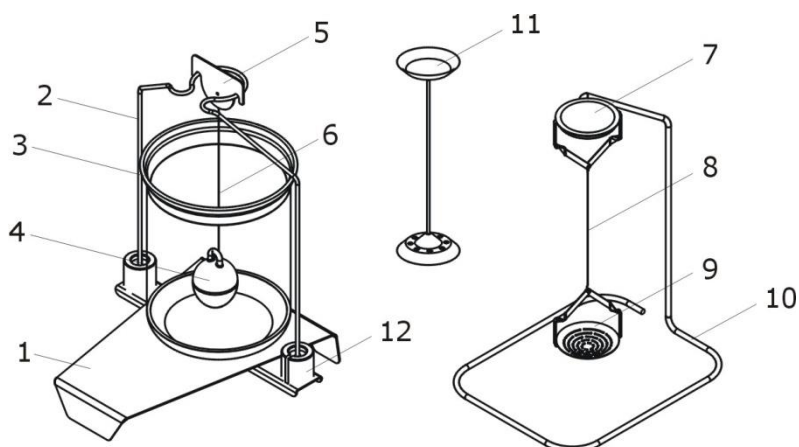
$$\rho = A \cdot T^2 - B \quad (28)$$

gdzie: A, B – stałe aparatu

Stałe aparatu wynikają z kalibracji, jaką wykonuje się dla dwóch wzorców o znanej gęstości. Zalety tej metody to mała objętość próbki (ok.1 ml), szybki pomiar, bardzo dobra dokładność i powtarzalność, pomiar rzeczywistej gęstości. Metoda oscylacyjna ma zastosowanie do wyznaczania gęstości cieczy jednorodnych.

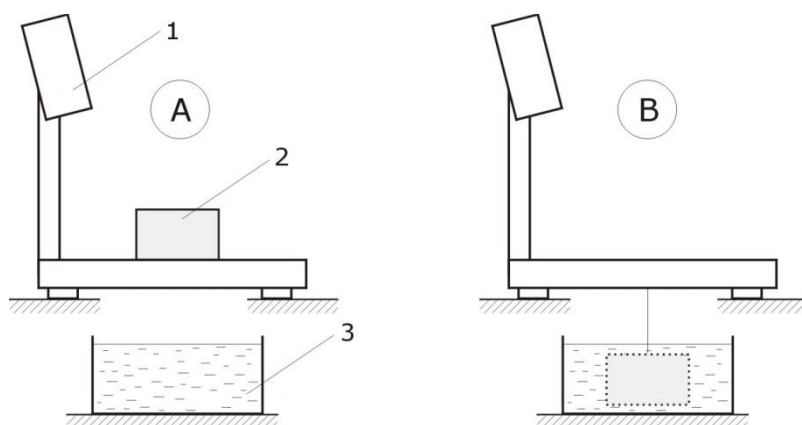
8.2.4. Metoda hydrostatyczna

Metoda hydrostatyczna polega na zważeniu próbki w powietrzu, a następnie w cieczy o znanej gęstości, najczęściej wodzie destylowanej. Taka procedura została zaadoptowana do współczesnych wag elektronicznych i obecnie stanowi jeden z ich podstawowych elementów programowych. Oczywiście realizacja tej metody wymaga zastosowania innego układu szalki wagi. Dla zastosowań laboratoryjnych jest to zazwyczaj konstrukcja umieszczana w miejsce standardowej szalki, dla zastosowań przemysłowych wykorzystuje się możliwość ważenia ładunków pod wagą. Obydwa rozwiązania pokazują poniższe rysunki.



Rys. 42. Zestaw do badania gęstości, rozwiązanie laboratoryjne prod. RADWAG.

- | | |
|---------------------|-------------------------------------|
| 1 – podstawa zlewki | 7 – górna szalka |
| 2 – wieszak szalek | 8 – ciężno |
| 3 – zlewka | 9 – dolna szalka |
| 4 – nurnik | 10 – wieszak |
| 5 – haczyk | 11 – dodatkowy zestaw szalek |
| 6 – ciężno | 12 – dodatkowe obciążenie balastowe |

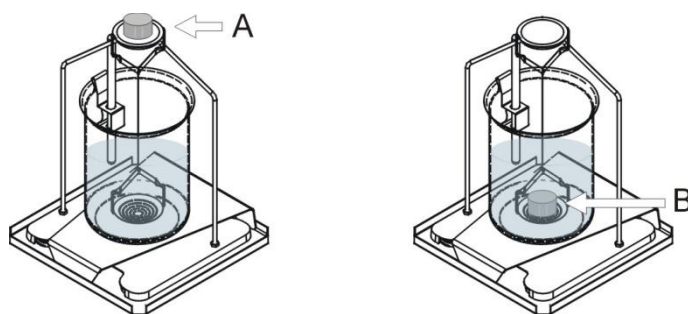


Rys. 43. Zestaw do gęstości, rozwiązanie dla próbek o znacznych gabarytach.

- | |
|-----------------------|
| 1 – waga |
| 2 – próbka |
| 3 – naczynie z cieczą |

Pomiar gęstości ciała stałego

Podczas pomiarów laboratoryjnych wyznaczamy masę badanego ciała w powietrzu na górnej szalce [A] zestawu, a następnie w cieczy na dolnej szalce [B]. Informacją niezbędną dla wyznaczenia gęstości ciała jest gęstość cieczy, w której jest ono ważone. Praktycznie odczytuje się z termometru temperaturę cieczy i wpisuje ją do programu wagi. Znając zależność gęstości cieczy w funkcji temperatury, program wagi przywołuje z tabeli odpowiednią gęstość cieczy. Takie rozwiązanie jest stosowane dla wody destylowanej oraz alkoholu etylowego. Tablice gęstości wody destylowanej w funkcji temperatury zawiera załącznik B.



Rys. 44. Pomiar gęstości ciała stałego.

Niezależnie od stosowanego rozwiązania w zakresie ważenia, gęstość ciał stałych jest wyliczana według poniższego wzoru:

$$\rho = \frac{A}{A - B} \cdot \rho_c \quad (29)$$

gdzie: ρ – gęstość próbki
A – masa próbki w powietrzu
B – masa próbki w cieczy
 ρ_c – gęstość cieczy

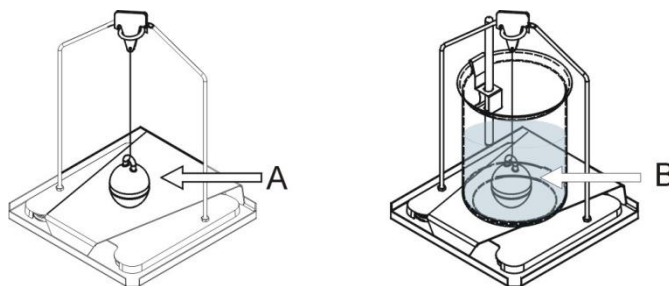
Jeżeli podczas analizy należy uwzględnić wypór powietrza, gęstość próbki jest opisana równaniem:

$$\rho = \frac{A}{A - B} (\rho_c - \rho_p) + \rho_p \quad (30)$$

gdzie: ρ – gęstość ciała stałego
A – masa nurnika w powietrzu
B – masa nurnika w wodzie
 ρ_c – gęstość cieczy
 ρ_p – gęstość powietrza

Pomiar gęstości cieczy

Podczas pomiarów gęstości wykorzystujemy nurnik [4] o znanej objętości. Należy wyznaczyć jego masę w powietrzu [A] oraz w badanej cieczy [B].



Rys. 45. Pomiar gęstości cieczy.

Gęstość cieczy obliczamy wg poniższego wzoru:

$$\rho = \frac{A - B}{V} \quad (31)$$

gdzie: ρ – gęstość cieczy
A – ciężar nurnika w powietrzu
B – ciężar nurnika w wodzie
V – objętość nurnika

Uwzględniając wypór powietrza, korzystamy ze wzoru:

$$\rho = \frac{A - B}{V} + \rho_p \quad (32)$$

gdzie: ρ – gęstość cieczy
A – ciężar nurnika w powietrzu
B – ciężar nurnika w wodzie
V – objętość nurnika
 ρ_p – gęstość powietrza

Podczas wyznaczania gęstości metodą hydrostatyczną istotne znaczenie ma wiele czynników, które wpływają na to, jak dokładny otrzymamy wynik. Do tych czynników należy zaliczyć:

- dokładność pomiaru masy, wynikająca z powtarzalności wskazań,
- stabilność temperatury cieczy,
- porowatość badanego ciała,
- pęcherze powietrza na powierzchni badanej próbki,
- wielkość badanej próbki.

Wpływ tych czynników na proces wyznaczania gęstości ciała jest omówiony w dalszej części opracowania.

8.3. Metodyka w pomiarach hydrostatycznych wyznaczania gęstości

Podczas wyznaczania gęstości wyróżniamy dwa główne procesy: przygotowanie próbki oraz ważenie. Dość istotne znaczenie dla końcowego wyniku ma budowa próbki, jej wielkość oraz stan powierzchni. Poniżej znajduje się kilka uwag związanych z przygotowaniem próbki do badań:

- Powierzchnia próbki powinna być odtłuszczona, gdyż do tłustych powierzchni łatwiej przywierają pęcherzyki powietrza, które wprowadzają błąd pomiaru.
- Wielkość próbki powinna uwzględniać gabaryty zestawu do wyznaczania gęstości (swobodne wykonanie pomiarów).
- Jeżeli ta sama próbka jest wielokrotnie ważona, to należy ją dokładnie osuszać przed kolejnymi pomiarami.
- W przypadku ciał porowatych za pomocą zestawu można tylko w przybliżeniu wyznaczyć gęstość ze względu na strukturę takiej próbki.
- W przypadku ciał o gęstości poniżej 1 g/cm^3 należy zastosować dodatkowy zestaw szalek.
- Gdy do badania wykorzystujemy etanol jako ciecz wzorcową, należy sprawdzić, czy nie rozpuści on badanej próbki.

Specyfika pomiarów masy podczas wyznaczenia gęstości.

Dokładność wyznaczenia masy próbki jest zależna w zasadzie od powtarzalności wskazań wagi. Wynika to z tego, że dla niewielkiej masy próbki inne parametry wagi, takie jak centryczność czy liniowość nie mają większego znaczenia. Parametr powtarzalności, który jest podawany w kartach katalogowych, został wyznaczony podczas ważenia wzorca stalowego. Takie ważenie zazwyczaj cechuje się szybkością, gdy wykonywane jest w warunkach stabilnych.

Ważenie w cieczy ma nieco inny charakter, ponieważ dodatkowo działa siła wyporu. Z tego względu podczas ważenia w cieczy powinny być aktywne inne kryteria dotyczące stabilności wskazań. Tym samym powtarzalność wskazań wagi podczas ważenia wzorca będzie nieco inna niż podczas ważenia badanej próbki w cieczy. Podobne zależności występują podczas pomiarów masy nurnika.

8.3.1. Wykorzystanie wagi XA 82/220/2X w pomiarach gęstości

Zastosowanie podczas badań rozwiązań automatycznych lub półautomatycznych jest obecnie czymś oczywistym. W zakresie pomiarów gęstości taką funkcjonalność oferują wszystkie wagi laboratoryjne produkcji RADWAG; np. waga XA 220.4Y. Podstawową charakterystykę tej wagi przedstawia poniższa tabela:

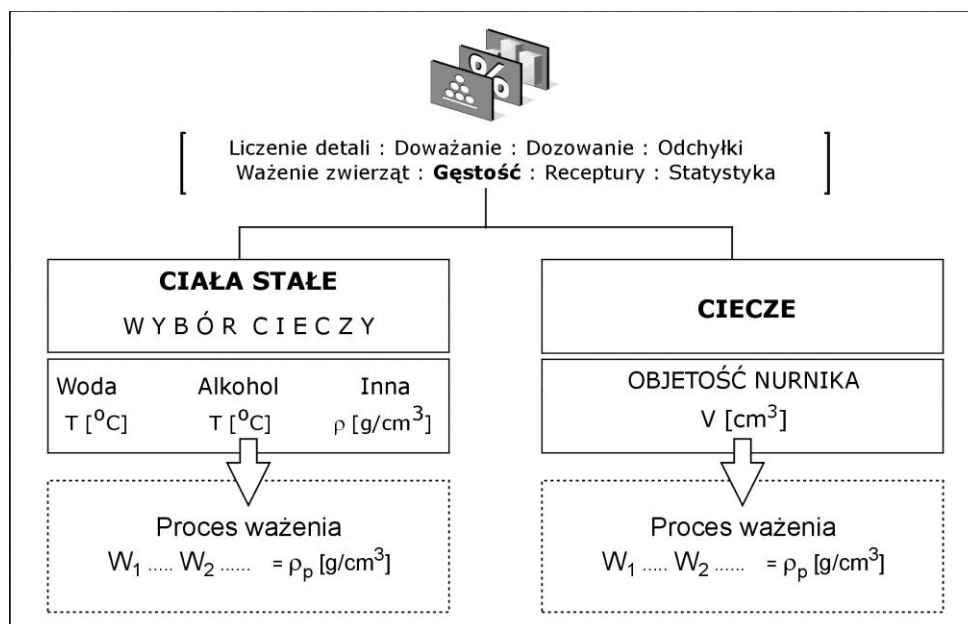
XA 220.4Y

- Obciążenie maksymalne: 220 g
- Obciążenie minimalne: 10 mg
- Dokładność odczytu: 0,1 mg
- Zakres tary: -220 g
- Wymiar szalki: \varnothing 100 mm
- Interfejs: RS 232, USB, Ethernet



Funkcja gęstości jest funkcją trzystopniową, tzn. umożliwiającą wyznaczenie gęstości ciał stałych, cieczy oraz powietrza. Dla wyznaczenia gęstości ciał stałych i cieczy wymagany jest dodatkowy zestaw tzw. KIT 85. Jego budowę przedstawiono wcześniej, opisując metodę hydrostatyczną.

Uproszczona procedura pomiarowa przebiega według schematu



Dla określenia gęstości ciała stałego należy:

- wybrać rodzaj cieczy,
- odczytać z termometru temperaturę cieczy i wpisać ją do wagi,
- gdy wybrana cieczą jest „Inna”, należy podać jej gęstość,
- wykonać ważenie w powietrzu [W1] i ważenie w cieczy [W2],
- wyświetlacz pokaże gęstość badanej próbki.

Dla określenia gęstości cieczy należy:

- wpisać do menu wagi objętość nurnika (informacja na haczyku),
- wykonać ważenie w powietrzu [W1] i w badanej cieczy [W2],
- wyświetlacz pokaże gęstość próbki.



*Pomiar gęstości ciała stałego
(ważenie ciała stałego w powietrzu).*



*Pomiar gęstości cieczy
(ważenie nurnika w powietrzu).*

8.4. Grawimetryczne wyznaczanie gęstości ciał porowatych

Porowatość jest to właściwość ciała stałego, określająca wielkość pustych przestrzeni wewnątrz materiału. Porowatość określa się liczbowo jako stosunek sumarycznej objętości tych pustych przestrzeni V_p (porów) do objętości całego ciała V .

$$P = \frac{V_p}{V} \quad (33)$$

Ze względu na specyficzną budowę, ciała porowate posiadają pory otwarte, do których może wnikać ciecz oraz zamknięte, które wypełnia najczęściej gaz. W przypadku tych ciał można mówić o gęstości pozornej oraz rzeczywistej.

W przypadku ciał porowatych całkowita objętość ciała łącznie z porami stanowi tzw. objętość pozorną. Wyznaczenie objętości pozornej jest proste, gdy próbka ma postać regularnych kształtów. Gęstość pozorna jest to stosunek masy suchego materiału do jego objętości pozornej. W przypadku próbek o nieregularnym kształcie gęstość pozorną wyznaczamy metodą hydrostatyczną.

Gęstość względna jest to stosunek gęstości pozornej do gęstości rzeczywistej (bezwzględnej), wyrażona w procentach. Gęstość rzeczywista materiału definiowana jest jako stosunek masy próbki do jej objętości bez porów.

Proces badania gęstości ciał porowatych wymaga nieco innej procedury pomiarowej, która przebiega następująco:

- określić masę próbki w powietrzu [m_1];
Ze względu na pory, jakie występują w materiale, próbkę przed ważeniem należy wysuszyć do stałej masy. Po suszeniu stabilizujemy ją do temperatury otoczenia i ważymy.
- nasycić próbkę cieczą (zazwyczaj woda destylowana);
Proces może polegać na ogrzewaniu próbki w naczyniu, w wyniku czego następuje wypełnienie wszystkich porów cieczą.
- stabilizacja próbki;
Ciepła próbka jest przenoszona do naczynia wypełnionego odpowietrzoną wodą destylowaną, tu jest stabilizowana do temperatury otoczenia.
- ważenie próbki w cieczy [m_2];
Po stabilizacji wyjmujemy próbkę z naczynia i ważymy w cieczy (na dolnej szalce zestawu).
- ważenie próbki nasyconej [m_3];
Wyjmujemy próbkę z cieczy, usuwamy wodę z powierzchni próbki i wykonujemy ważenie, otrzymujemy masę próbki nasyconej (woda wypełnia pory próbki).

Gęstość rzeczywista (objętościowa) próbki jest określana według zależności:

$$\rho_o = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_{fl} \quad (34)$$

gdzie: m_1 – masa suchej próbki (ważenie w powietrzu)
 m_2 – masa próbki nasyconej cieczą (pomiar w cieczy)
 m_3 – masa próbki nasyconej cieczą
 ρ_{fl} – gęstość cieczy

Znając informację o masach próbki można wyznaczyć porowatość otwartą, wyrażoną w procentach objętościowych π_a oraz porowatość widoczną π_t .

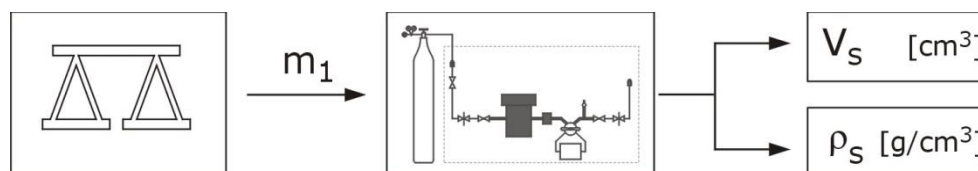
$$\pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad (35)$$

$$\pi_t = \frac{\rho_t - \rho_o}{\rho_t} \cdot 100 \quad (36)$$

8.5. Wyznaczanie gęstości ciał porowatych metodą piknometryczną

Sposób wyznaczania gęstości ciał stałych z wykorzystaniem piknomtru cieczowego przedstawiono w punkcie 8.2.1. Oczywiście wielkość badanego ciała determinuje wielkość piknomtru – nie może ono być zbyt duże. Pewnym problemem dla ciał porowatych może być to, że woda nie wyprze powietrza ze wszystkich porów próbki, toteż wyznaczona gęstość może być obarczona błędem. Z tego też powodu zastosowanie tej metody wydaje się problematyczne.

Piknometry gazowe są urządzeniami do określania **rzeczywistej objętości próbek**. Znając masę próbki, (poprzez pomiar na wadze) można wyznaczyć jej gęstość. Wartość masy badanej próbki wprowadza się do piknomtru jako informację przed rozpoczęciem analizy. Tym samym wyznaczanie gęstości próbki jest procesem dwuetapowym.



Rys. 46. Piknometr gazowy – ogólna zasada pomiaru.

Podczas pomiaru objętości próbki za pomocą piknomietru gazowego wykorzystuje się prawo Archimedes'a oraz równanie gazu doskonałego. Ogólnie proces pomiaru polega na wyznaczeniu ciśnienia gazu w komorze pomiarowej wówczas, gdy jest ona pusta oraz wtedy, gdy wewnątrz umieścimy badaną próbkę. Stan pustej komory wypełnionej gazem opisuje równanie:

$$p_a \cdot V_c = n \cdot R \cdot T_a \quad (37)$$

gdzie: p_a – ciśnienie w komorze pomiarowej, równe ciśnieniu atmosferycznemu

V_c – objętość komory pomiarowej

n – ilość moli gazu znajdujących się w komorze przy objętości V_c

T_a – temperatura gazu

Stan komory z umieszczoną wewnątrz próbką opisuje równanie:

$$p_a \cdot (V_c - V_p) = n_1 \cdot R \cdot T_a \quad (38)$$

gdzie: V_p – objętość próbki

n_1 – ilość moli gazu znajdujących się w komorze przy objętości V_c , po umieszczeniu próbki

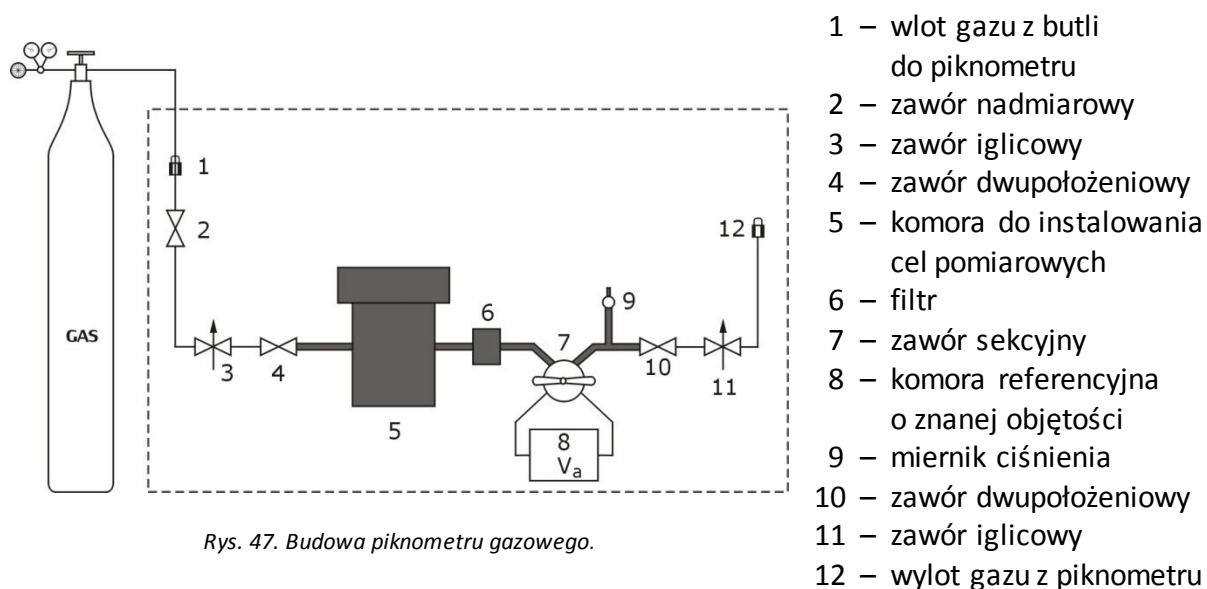
Następnie następuje proces sprężania gazu w komorze do stanu p_2 , a po połączeniu komory, w której jest próbka z komorą referencyjną do stanu p_3 .

Objętość badanej próbki wyznaczamy z zależności:

$$V_p = V_c + \frac{V_a}{1 - \frac{p_2}{p_3}} \quad (39)$$

gdzie: V_a – objętość komory referencyjnej

Schemat poglądowy piknomietru gazowego przedstawia poniższy rysunek:



Rys. 47. Budowa piknomietru gazowego.

Wnioski:

Największą zaletą piknometru gazowego w porównaniu z piknometrem cieczowym jest szybkość pomiaru oraz fakt, że wyeliminowano wpływ warunków otoczenia na dokładność pomiaru. Pomimo tego, że urządzenia te osiągają dokładność pomiaru objętości nawet $0,0001 \text{ cm}^3$, to rzeczywista dokładność wyznaczenia gęstości próbki jest zależna od tego, jak dokładnie (z jakim błędem) zostanie wyznaczona jej masa.

8.6. Pomiar gęstości ciał „pływających”

Grawimetryczne oznaczenie gęstości większości ciał nie stanowi większego problemu. Wystarczający jest pomiar w powietrzu oraz w cieczy, otrzymujemy dwie masy jako:

$$m_{\text{powietrze}} > m_{\text{ciecz}}$$

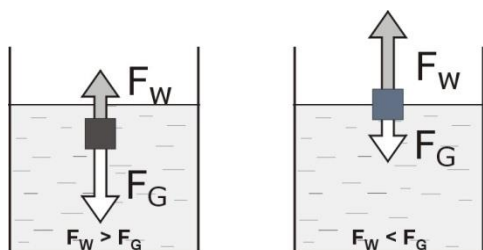
Pewnym problemem jest natomiast badanie gęstości ciał, których gęstość jest mniejsza od gęstości badanej cieczy.

$$\rho_{\text{cieczy}} > \rho_{\text{próbki}}$$

W takim przypadku ciało pływa na powierzchni cieczy, toteż należy wykorzystać inny zestaw szalek oraz dociążyć cały układ balastem (jak taka potrzeba zachodzi). Wynika to z zależności, jakie występują pomiędzy siłą ciężkości ciała a siłą wyporu: ciało będzie pływać po powierzchni cieczy, gdy siła wyporu będzie większa niż siła ciężkości.

$$F_W > F_G$$

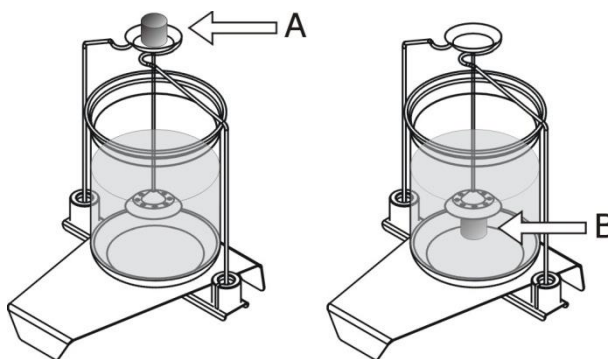
Graficzną interpretację tych zjawisk pokazują poniższe rysunki:



gdzie: F_G - siła ciężkości
 F_W - siła wyporu

Rys. 48. Zależność pomiędzy siłami podczas pomiaru w cieczy.

Dla rozwiązań laboratoryjnych (zestaw KIT 85, KIT 128) w czasie pomiaru należy zastosować dodatkowy zestaw szalek. Podczas pomiaru w cieczy umieszczamy badaną próbkę pod dolną szalką zestawu [B].



Rys. 49. Pomiar gęstości ciała „pływającego”.

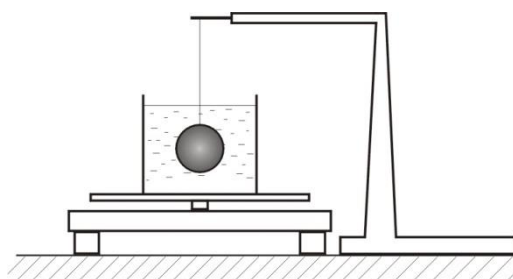
8.7. Pomiar gęstości cieczy o dużej lepkości

Lepkość to zjawisko występowania sił stycznych przeciwstawiających się przemieszczeniu jednych części ciała względem innych jego części. Wskutek tarcia występującego między cząsteczkami cieczy lub gazu, poruszająca się cząsteczka pociąga za sobą cząsteczki sąsiadujące z nią z prędkością tym bardziej zbliżoną do prędkości własnej, im ciecz lub gaz są bardziej lepkie.

Podczas ważenia szklanego nurnika w cieczy siła ciężkości jest częściowo niwelowana poprzez siłę wyporu. W efekcie wynik ważenia w cieczy jest mniejszy niż wynik ważenia w powietrzu. Dzięki temu możliwe jest wyznaczenie gęstości cieczy przy wykorzystaniu prawa Archimedesesa.

$$\text{masa nurnika}_{\text{powietrze}} > \text{masa nurnika}_{\text{ciecz}}$$

Gdy pomiar dotyczy cieczy o znacznej lepkości, to siły oddziaływujące pomiędzy cieczą a nurnikiem są znaczne. Na tyle duże, że pojawia się problem z umieszczeniem go w badanym ośrodku. Wynika to z tego, że nurnik jest zawieszony na cienkim cięgnie, a jego gęstość jest stosunkowo mała ($2,4 - 2,8 \text{ kg/m}^3$). Rozwiązaniem tego problemu jest zastosowanie innej konstrukcji nurnika, o znacznie większej gęstości. Zazwyczaj jest to stalowa kula zwana „sferą gamma”, którą wykonuje się badanie – schemat pokazuje poniższy rysunek:



Rys. 50. Sfera gamma podczas pomiaru gęstości cieczy.

Zlewkę z badaną cieczą umieszcza się na wadze i taruje wskazanie wagi. Następnie zanurzamy stalowy nurnik. Waga pokaże masę wypartej cieczy. Znając objętość nurnika, wyznaczamy gęstość cieczy z zależności:

$$\rho_c = \frac{m_c}{V_s} \quad (40)$$

gdzie: ρ_c – gęstość cieczy
 m_c – masa cieczy
 V_s – objętość nurnika

Badając gęstość ciał o dużej lepkości (zawiesiny) należy zwracać uwagę na to, żeby nie spowodować rozdzielenia faz, nurnik powinien być umieszczony w badanej substancji w miarę szybko.

8.8. Dokładność pomiarowa podczas wyznaczania gęstości ciał stałych z wykorzystaniem metody hydrostatycznej

Każda metoda pomiarowa jest obarczona pewnymi błędami, które wynikają częściowo z warunków jej realizacji, a częściowo ze stosowanych urządzeń. Przy założeniu, że warunki, w jakich wykonujemy badanie gęstości są stabilne, to ewentualne błędy są wynikiem zastosowanych rozwiązań konstrukcyjnych.

W metodzie hydrostatycznej odnosi się to do takich elementów i zjawisk, jak:

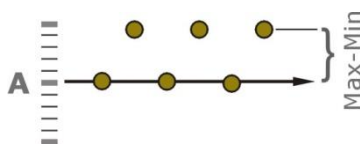
- powtarzalność wskazań wagi podczas ważenia próbki,
- siła wyporu związana z występowaniem pęcherzyków powietrza,
- wpływ średnicy cięgna na wypór cieczy,
- dokładność odczytu temperatury cieczy,
- dokładność wyznaczenia objętości nurnika,
- napięcie powierzchniowe cieczy.

8.8.1. Powtarzalność wskazań

Wyznaczając gęstość ciała stałego bądź cieczy, należy wykonać pomiar w powietrzu, a następnie w wodzie. W związku z tym powtarzalność wagi należałoby zbadać podczas ważenia ciała (nurnika) w powietrzu oraz ważenia ciała (nurnika) w cieczy. Najlepiej zbadać to masą zbliżoną do masy badanej próbki. Konstrukcja górnej szalki do wyznaczania gęstości ciał stałych wymusza centryczne ustawianie próbki, co korzystnie wpływa na wynik powtarzalności. Przy braku innych czynników wpływających można przyjąć, że wyznaczona powtarzalność będzie taka sama jak w przypadku, gdy wyznaczamy ją wzorcem na typowej szalce. Podczas pomiarów masy próbki (nurnika) w wodzie obowiązuje podobne zależności.

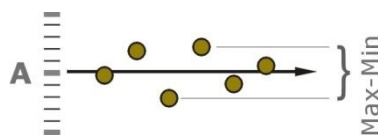
Analiza danych prowadzi do poniższych wniosków:

- Błąd wyznaczenia gęstości wynikający z rozrzutu wskazań może wynieść maksymalnie 0,04 g/cm³, gdy powtarzalność wskazań będzie miała charakter pokazany jak niżej.



Rys. 51. Powtarzalność wskazań – rozwiązanie ekstremalne.

- W rzeczywistości błąd ten może być znacznie mniejszy, zazwyczaj dla danych pomiarowych zachodzi przypadek jak niżej.



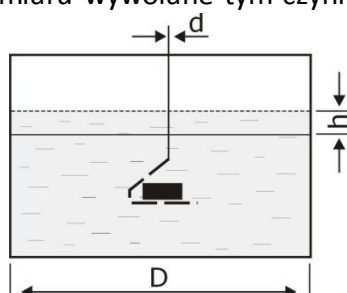
Rys. 52. Typowy rozrzut wskazań wagi.

8.8.2. Siła wyporu pęcherzyków powietrza

Podczas wyznaczania gęstości na błąd pomiaru wpływa siła wyporu pochodząca od pęcherzyków powietrza. Pęcherzyki powietrza najczęściej przyczepiają się do powierzchni zatłuszczonych. Pewne znaczenie ma również hydrofobowość badanego materiału. Przyjmuje się, że siła, jaka działa na pojedynczy pęcherzyk powietrza o średnicy 1mm, wynosi ok. 0,5mg.

8.8.3. Opór, jaki stawia cięgno

Podczas pomiaru gęstości ciał stałych część cieczy zostaje wyparta przez zanurzone ciało na wysokość h . Wypierana ciecz napotyka na opór, jaki stawia cięgno łączące szalki. Cięgno łączące szalkę górną z szalką dolną wykonane jest z cienkiego nierdzewnego drutu. Dla bardzo dokładnych analiz można wpływ tego zjawiska wyeliminować poprzez współczynnik korekcyjny. Zazwyczaj przyjmuje się, że zniekształcenie pomiaru wywołane tym czynnikiem jest pomijalne.



Rys. 53. Siły działające na cięgno podczas ważenia w cieczy.

Dla przykładowych ważeń ciała o masie ok. 30 g pokazano, jaki jest udział drutu w procesie wyznaczania gęstości próbki:

ważenie w powietrzu: $A = 27,79062$ [g]
ważenie w cieczy: $B = 17,47962$ [g]
gęstość cieczy: $\rho_c = 0,999823$ [g/cm³]

Gęstość badanej próbki
wyznaczona **bez** współczynnika korygującego

2,694763 [g/cm³]

Gęstość badanej próbki
wyznaczona **ze** współczynnikiem
korygującym

2,694782 [g/cm³]

Różnica: **0,000019** [g/cm³]

Wnioski:

1. Wpływ cięgna, jakie łączy szalki zestawu, na pomiar gęstość jest bardzo mały, powoduje błąd wskazań w wielkości 0,000019 g/cm³.
2. Wielkość błędu jest tak niewielka, że może być zaniedbana podczas rutynowych pomiarów, jakie są wykonywane w laboratoriach.

8.8.4. Temperatura cieczy

Stabilność temperaturowa cieczy jest wymagana zarówno podczas wyznaczania gęstości ciał stałych, jak i gęstości cieczy. W pierwszym przypadku brak stabilności temperaturowej cieczy lub nieprawidłowy odczyt spowoduje błąd w oznaczeniu gęstości próbki. W przypadku drugim otrzymamy pewien rozrzut wskazań gęstości, zmieniający się wraz z temperaturą badanej cieczy.

Ponieważ proces wyznaczania gęstości odbywa się zazwyczaj w stabilnych warunkach laboratoryjnych, to element niestabilności cieczy (wody destylowanej) raczej nie występuje. Pozostaje problem prawidłowego odczytu temperatury, tu asekuracyjnie można założyć błąd w wielkości 1°C . Ma to racjonalne przesłanki, ponieważ działka elementarna stosowanego termometru wynosi 1°C , więc istnieje realne niebezpieczeństwo takiej pomyłki. Może ona wynikać również z zaokrąglenia obserwowanego wskazania. Błąd odczytu temperatury cieczy o 1°C względem rzeczywistej wartości wpływa nieznacznie na gęstość próbki. Powoduje błąd $0,000056 \text{ [g/cm}^3\text{]}$.

8.8.5. Objętość nurnika

Nurnik jest szklanym elementem, którego objętość została wyznaczona poprzez ważenie. Jak każda wartość będąca wynikiem pomiarów, jest ona obarczona błędem, którego wielkość wynosi $0,001 \text{ g/cm}^3$. Uwzględniając tę wartość podczas obliczeń, uzyskujemy maksymalne odchylenie w gęstości badanej cieczy jako $0,00009 \text{ g/cm}^3$.

8.8.6. Napięcie powierzchniowe cieczy

Napięcie powierzchniowe to zjawisko fizyczne występujące na styku powierzchni cieczy z ciałem stałym, gazowym lub inną cieczą, dzięki któremu powierzchnia ta zachowuje się jak sprężysta błona. Takie zjawisko wynika z sił spójności, jakie występują pomiędzy molekułami cieczy. Napięcie powierzchniowe na granicy dwóch faz może być zmniejszone poprzez dodanie do nich substancji powierzchniowo czynnych, tzw. surfaktantów.

Na styku dwóch faz występują również inne siły działające na cząstki cieczy niż te znajdujące się wewnątrz. Z tego też powodu powierzchnia cieczy tworzy menisk wklęsły. Te zjawiska występują w skali mikro, ich wpływ podczas wyznaczania gęstości próbek jest nieistotny.

8.8.7. Niepewność pomiarowa

Określona gęstość ciała czy cieczy bez podania niepewności wyznaczenia jest ogólnie ujmując niepełna – nie wiadomo, w jakich granicach się zawiera.

Budżet niepewności związany z pomiarem gęstości ciała stałego zawiera wszystkie wykazane błędy, niezależnie od tego, czy one w praktyce występują.

$$u = \sqrt{(Sp_1)^2 + (Sp_2)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{pp}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{c_{sz}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{t_c}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (41)$$

gdzie: sp_1 – powtarzalność wskazań podczas ważenia w powietrzu
 sp_2 – powtarzalność wskazań podczas ważenia w cieczy
 d – działka elementarna wagi
 pp – błąd pochodzący od pęcherza powietrza
 c_{sz} – błąd pochodzący od siły wyporu cięzna
 t_c – błąd związany z odczytem temperatury

Budżet niepewności związany z pomiarem gęstości cieczy zawiera dodatkowo czynnik związany z objętością numnika.

$$u = \sqrt{(Sp_1)^2 + (Sp_2)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{pp}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{c_{sz}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{t_c}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{V}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (42)$$

gdzie: sp_1 – powtarzalność wskazań podczas ważenia w powietrzu
 sp_2 – powtarzalność wskazań podczas ważenia w cieczy
 d – działka elementarna wagi
 pp – błąd pochodzący od pęcherza powietrza
 c_{sz} – błąd pochodzący od siły wyporu cięzna
 t_c – błąd związany z odczytem temperatury
 V – błąd pochodzący od objętości numnika

8.9. Pomiar gęstości w praktyce – wagi serii .3Y / 4Y

Wagi serii Y zostały zaprojektowane w sposób nowoczesny oraz funkcjonalny przy wykorzystaniu najnowszych technologii. Zaimplementowano wiele systemów, które ułatwiają pracę operatorom, służą do gromadzenia znacznej ilości danych i umożliwiają łatwą komunikację z otoczeniem w celu ich wymiany. Powyższe stwierdzenia dotyczą również funkcji służącej do wyznaczania gęstości.

Pomiar gęstości ciał stałych wykonuje się zazwyczaj w wodzie destylowanej, rzadziej w alkoholu czy w innej cieczy o znanej gęstości. Metodyka postępowania przebiega według poniższego schematu:

1. Przygotowanie próbki do analizy:

Patrz: punkt *Metodyka w pomiarach hydrostatycznych wyznaczania gęstości ciał stałych i cieczy.*

2. Przygotowanie wagi do pomiarów:

Waga powinna być stabilna pod względem temperatury (czas nagrzewania własnego), wykonać adiustację wagi, zdjąć szalkę wagi, a w jej miejsce zainstalować zestaw do wyznaczania gęstości, po instalacji wskazanie wagi należy wyzerować.



3. Pomiar gęstości ciał stałych:

- temperatura cieczy, w której ciało będzie badane, powinna być stabilna,
- wybrać funkcję gęstości, następnie gęstość ciał stałych,
- wybrać rodzaj cieczy (woda destylowana, alkohol, inna),
- odczytać temperaturę cieczy i wpisać ją do pola dialogowego w programie wagi,
- nacisnąć przycisk START,
- położyć próbkę na górnej szalce i zatwierdzić stabilny pomiar,
- położyć próbkę na dolnej szalce (w cieczy) i zatwierdzić stabilny pomiar,
- wyświetlacz wagi pokaże gęstość próbki.

4. Pomiar gęstości cieczy:

- wybrać funkcję gęstości cieczy,
- odczytać z haczyka objętość nurnika i wpisać tę wartość do menu wagi,
- nacisnąć przycisk START,
- zawiesić nurnik na wieszaku i zatwierdzić stabilny pomiar,
- zawiesić nurnik w badanej cieczy i zatwierdzić stabilny pomiar,
- wyświetlacz wagi pokaże gęstość badanej cieczy.



Dokumentowanie wykonanych pomiarów odbywa się automatycznie poprzez zapis do Bazy Danych. Każda zakończona procedura wyznaczania gęstości zawiera w Bazie Danych, takie informacje jak:

- identyfikacja próbki,
- data, czas rozpoczęcia procedury,
- data, czas zakończenia procedury,
- gęstość badanej próbki,
- objętość badanej próbki,
- nazwa wykonanej procedury(ciała stałe, ciecze),
- nazwa użytkownika, który wykonał badanie,
- nazwa badanej próbki (jeżeli jest ona zapisana w bazie produktów),
- użyta ciecz wzorcowa (badanie gęstości ciał stałych),
- gęstość cieczy wzorcowej,
- temperatura cieczy,
- ważenie 1 – pomiar w powietrzu,
- ważenie 2 – pomiar w cieczy.

Dla każdego rekordu można wykonać operację wydruku lub eksportu do pamięci zewnętrznej USB.

8.10. Podsumowanie

Metoda pomiaru gęstości metodą grawimetryczną przy użyciu wagi elektronicznej znacznie upraszcza procedurę wyznaczania gęstości ciał stałych i cieczy. Prostota i niezawodność tego rozwiązania sprawia, że jest ono powszechnie wykorzystywane, wtedy gdy wymagana jest szybkość i dokładność. Metoda pomiaru gęstości za pomocą piknometru umożliwia badanie cieczy i ciał stałych, w tym substancji sypkich. Ponieważ ta metoda wykorzystuje pomiar masy, to o dokładności oznaczenia gęstości decyduje to, jak dokładnie wykonamy ważenie. Istotną tym samym jest dokładność i precyzja pomiaru masy. Wadą tej metody w przypadku piknometrów cieczowych jest skomplikowana i dość powolna procedura.

Oznaczenie gęstości ciał metodą oscylacyjną wymaga odpowiedniego oprzyrządowania oraz dość rygorystycznych warunków użytkowania. Wymagana jest stabilność temperaturowa celi pomiarowej $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$, dla sprawdzenia kalibracji urządzenia należy posiadać dwie ciecze wzorcowe. Po badaniu należy zazwyczaj oczyścić wnętrze U-rurki. Wszystkie te zagadnienia składają się na dość złożoną metodykę postępowania.

Gęstość ciał porowatych można wyznaczać różnymi metodami zależnie od tego, jaką gęstość chcemy wyznaczyć (pozorną czy rzeczywistą). Do szybkiego i dokładnego zbadania próbki, posiadającej małe pory, których wypełnienie cieczą może być utrudnione, należy użyć piknometru gazowego. Takimi materiałami są na przykład wszelkiego rodzaju pianki. Metoda hydrostatyczna wymaga użycia nieco dłuższej procedury związanej z nasycaniem próbki wodą. Innym rozwiązaniem znacznie krótszym jest wykorzystanie tzw. kąpieli olejowej.

Dla ciał o gęstościach $\rho < 1\text{g/cm}^3$ zachodzi zjawisko pływalności. Wyznaczanie gęstości tych ciał metodą hydrostatyczną wymaga innego układu szalek oraz zazwyczaj dociążenia całego układu. Gęstość substancji półpłynnych o dużych lepkościach można oznaczyć, wykorzystując nurnik ze stali nierdzewnej – tzw. „sfera gamma”. Metodyka postępowania jest wówczas nieco inna. Sam proces jest dość szybki i nie wymaga specjalistycznego oprzyrządowania.

9. Metody wyznaczania wilgotności próbek

Powszechnie wiadomo, że zawartość wilgoci ma wpływ na różnorakie własności fizyczne substancji. Stąd wynika potrzeba oznaczania zawartości wilgoci na różnych etapach produkcji, czy też kontroli produktu. Poprzez ocenę tego parametru można wnioskować o takich właściwościach próbki, jak:

- możliwość zbrylania się,
- trwałość mikrobiologiczna,
- zawartość suchej pozostałości,
- stałość stężeń innych substancji w materiale, czystość materiału,
- jakość produktu,
- wartość odżywcza.

Oczywiście w odniesieniu do uregulowań prawnych można również uzyskać potwierdzenie zgodności z wymaganiami.

Zazwyczaj proces, w którym określamy wilgotność czy też masę suchą, musi być szybki i w miarę pewny. Oczekiwane są zatem urządzenia i metody, które spełniają takie wymagania. Kiedy mamy więcej czasu, sięgamy po tzw. metody normatywne. W sytuacjach, w których wymagana jest szybka reakcja, stosujemy zazwyczaj wagosuszarki. Są to urządzenia dwufunkcyjne, tzn. realizują proces ważenia oraz suszenia. Mamy więc do dyspozycji wagę do dokładnych pomiarów masy oraz suszarkę do pomiarów wilgotności. Konstrukcję zatem tworzy moduł wagowy oraz komora suszenia. Przykład tego rozwiązania znajduje się poniżej:

Wagosuszarka MA 60.3Y



Istota działania wagosuszarki sprowadza się do precyzyjnego ważenia badanej próbki przed suszeniem oraz w trakcie procesu suszenia bez konieczności jej wyjmowania. Uzyskuje się wilgotność próbki [%M], zawartość masy suchej [%D] lub stosunek wilgotności do masy suchej [%R].

$$[\%M] = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \cdot 100\% \quad (43)$$

gdzie: M_1 – masa początkowa;
 M_2 – masa końcowa

$$[\% D] = \frac{M_2}{M_1} \cdot 100\% \quad (44)$$

$$[\% R] = \frac{(M_1 - M_2)}{M_2} \cdot 100\% \quad (45)$$

Proces suszenia kończony jest automatycznie, a uzyskany wynik jest rejestrowany, archiwizowany lub przekazywany do innych urządzeń. Możliwości w tym zakresie są dość znaczne (USB, RS 232, Ethernet).

9.1. Co to jest wilgotność materiałów?

W metodach termogravimetrii (również wagosuszarka) wszystkie składniki ulatniają się podczas ogrzewania próbki. Należą do nich woda, tłuszcze, substancje aromatyczne, rozpuszczalniki organiczne, dodatki chemiczne oraz inne składniki, które mogą powstać w wyniku rozkładu termicznego (tzn. produkty spalania). Tak więc wilgotność materiałów jest to **zbiór wszystkich składników** występujących w próbce, które wyparowują podczas jej ogrzewania.

W zasadzie nie ma możliwości selekcjonowania ubytku czystej wody od ubytku innych składników. Należy przy tym zaznaczyć, że decydujące znaczenie ma w tym przypadku temperatura suszenia. Zbyt wysoka powoduje spalanie próbki, a tym samym niezamierzony ubytek innych składników.

W procesach suszenia powszechnie stosowany jest termin „woda wolna”, czyli taka, która usuwana jest z próbki w temperaturze 105°C. Mając na uwadze powyższe stwierdzenia, zasadne jest posługiwanie się w niektórych przypadkach terminem „zawartość masy suchej w próbce”.

9.2. Wymagania prawne

Jak już wcześniej wspomniano, nadzór państwa nad przyrządem pomiarowym, takim jak waga, ogranicza się do wskaźnika masy. Niezależnie więc od tego, co ona pokazuje (wartość %, ilość detali, wilgotność próbki), podczas kontroli oceniany jest zawsze wynik ważenia w gramach (kilogramach). Inne wartości są efektem przeliczeń wykonanych na wskazaniu podstawowym. Podejście zasadne dla wag, gdzie mamy wskazania typu [%], [pcs], ale zupełnie pozbawione sensu dla wagosuszarek. Wynik wilgotności jest zależny nie tylko od wskazań masy, ale również od wielkości próbki, temperatury suszenia itp. Ponieważ nie ma ogólnie dostępnych wzorców wilgotności, to ocena tego parametru jest niemożliwa. Jest to sytuacja patowa, ponieważ dzięki uniwersalności, wagosuszarki są stosowane nawet tam, gdzie sięga nadzór państwa np. ochrona środowiska. Co zatem jest rozwiązaniem tego problemu?

Żeby być zgodnym z literą prawa, należałoby stosować wagosuszarki z certyfikatem zatwierdzenia typu. Wiemy jednak, że ocena podczas certyfikacji, a później legalizacji dotyczy pomiaru w gramach. Uzyskany wynik nic nam nie powie o dokładności wyznaczania wilgotności próbki. To wygląda na działanie pozbawione sensu, czyli tzw. sztuka dla sztuki. Rozwiązaniem może być walidacja procedur suszenia. Jak wiemy, jest to szereg działań zmierzających do udowodnienia, że stosowane urządzenie spełnia wymagania, jakie mu są stawiane.

Powinny to być wymagania odnośnie pomiaru masy, stabilności temperatury suszenia, dokładności oznaczenia wilgotności itp. Na tym przykładzie wyraźnie widać, że rozwiązania techniczne zdecydowanie wyprzedają prawo. Zyskujący coraz większe znaczenie system dobrowolny (akredytacja) pozwala patrzeć optymistycznie na ten problem. Być może rozwiązaniem jest wzorcowanie wskaźnika masy oraz temperatury komory suszenia. Akty prawne dotyczące przyrządów pomiarowych, podlegających prawnej kontroli metrologicznej, nie wymieniają przyrządów do pomiaru wilgotności, a takim jest wagosuszarka.

(Rozporządzenie Ministra Gospodarki (Dz.U. 2008 nr 3 poz. 13 oraz Dz. U. 2010 nr 110, poz. 727).

9.3. Zjawiska w procesach suszenia

Podczas ogrzewania próbki występują jednocześnie zjawiska promieniowania oraz konwekcji. Promieniowanie to nic innego, jak przekazywanie ciepła z jednego ciała do drugiego, przy czym ilość przekazanego ciepła zależy od:

- różnicy temperatur pomiędzy emitерem (nadawcą) a odbiorcą (próbka),
- środowiska,
- długości fali emitowanej.

Promieniowanie pochłaniane jest głównie przez cząsteczki pary wodnej. Jest to związane z tym, że energia drgań wewnątrzcząsteczkowych jest tego samego rzędu, co energia kwantów promieniowania podczerwonego. Obecność tego zjawiska jest uwarunkowana występowaniem promieniowania o odpowiedniej długości fali.

Zjawisko konwekcji wykorzystuje transmisję ciepła na zasadzie ruchu cząsteczek powietrza, które krążą w komorze wagosuszarki. Ciepłe powietrze jako radsze unosi się ku górze, a chłodniejsze przemieszcza się w dół. Taka cyrkulacja pozwala przenosić energię za pomocą ośrodka.



Próbka, absorbując energię, podnosi własną temperaturę, co może prowadzić do kilku niezamierzonych efektów. Pierwszym jest powierzchniowe spalanie się próbki. Poznaje się je zazwyczaj po zmienionym kolorze. Działanie korygujące jest proste, należy obniżyć temperaturę suszenia. Drugim jest tworzenie się nieprzepuszczalnej warstwy na powierzchni próbki, pomiary będą miały zbyt niską wartość. Tu pomaga przykrywanie próbki filtrem, umieszczanie próbki pomiędzy filtrami itp. Dla cieczy o dużym napięciu powierzchniowym należy dążyć do zwiększenia czynnej powierzchni parowania. Mają tu zastosowania piaski kwarcowe, filtry, bibuły.

Innym zagadnieniem jest emisja ciepła z komory suszenia do elementów konstrukcyjnych (obudowa, osłony, uchwyty). Jest to sfera działań konstrukcyjnych mających na celu uzyskanie wyrobu bezpiecznego. Stąd pojawiają się naklejki informacyjne oraz zalecenia odnośnie stosowania.

9.4. Przygotowanie próbek do suszenia

Przygotowanie próbki do analizy obejmuje dwie czynności. Pierwsza z nich to pobranie próbki, druga to przechowywanie. Źródło, z którego próbka jest pobierana, odgrywa bardzo ważną rolę w wiarygodności i odtwarzalności wyników, próbka powinna reprezentować analizowany produkt w całości.

9.4.1. Pobieranie i przygotowanie różnych rodzajów próbek

Na tym etapie należy zastanowić się, w jaki sposób można uzyskać próbkę jednorodną, która będzie odzwierciedlała stan całości. Produkt może być przygotowywany przez miksowanie lub mieszanie przed pobraniem właściwej próbki. Powszechne jest również pobieranie kilkunastu próbek z różnych obszarów produktu lub zdefiniowanych przedziałów oraz obliczanie średniej z uzyskanych wartości. Innym sposobem na to, aby być pewnym, że próbka odzwierciedla produkt, jest wymieszanie kilkunastu próbek pobranych z różnych obszarów produktu. Niektóre produkty należy rozdrobnić, uzyskuje się wówczas lepszą powtarzalność.

Podczas tej czynności może generować się ciepło, tak więc należy zwracać uwagę na ewentualną utratę wilgotności. Praktyka pokazuje, że dla typowych próbek o wilgotnościach rzędu kilkunastu procent, problem ten nie ma większego wpływu na końcowy wynik analizy. Oczywiście, na każdym etapie należy chronić próbki przed warunkami zewnętrznymi, przechowując je w szczelnych opakowaniach, naczyniach.



Materiały półpłynne typu jogurty, serki homogenizowane powinny być wymieszane, gdyż zazwyczaj stanowią zbiór kilku składników o różnych gęstościach. Te o większych gęstościach osiadają na dnie opakowania, tak więc zupełnie inna będzie zawartość masy suchej dla próbki pobranej z wierzchu próbki, a inna, gdy pobierzemy ją ze spodniej części. Próbki w postaci płynów również należy wymieszać, zwłaszcza gdy mają one znaczne gęstości. Wprowadzie zakłada się, że gęstość medium jest jednakowa w całej objętości, ale dopiero „przemieszanie” jest gwarancją tego stanu.

9.4.2. Przechowywanie próbek

Kiedy próbka jest przygotowywana, ważne jest, żeby nie straciła wilgoci w rezultacie wpływu warunków zewnętrznych. Dla niektórych substancji wilgoć może kondensować się na ścianach opakowania. Przed analizowaniem takiej próbki, wilgoć skondensowana musi być z powrotem wmieszana do próbki. Wymiary opakowania muszą być odpowiednie do ilości próbki.

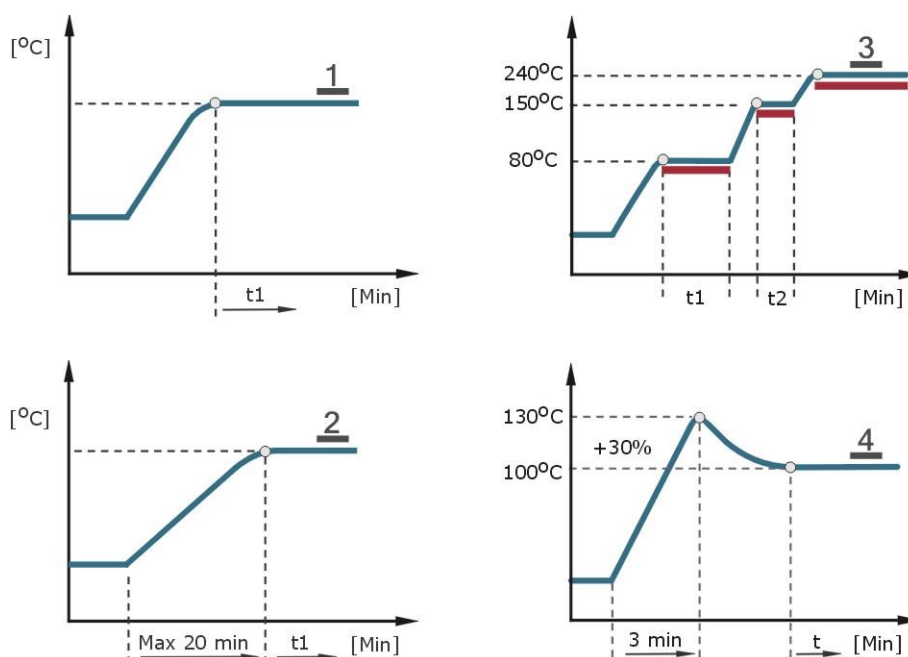
9.5. Parametry suszenia

Uzyskiwanie poprawnych wyników w czasie suszenia jest zależne głównie od temperatury suszenia. Nie bez znaczenia jest masa próbki oraz przyjęte kryterium zakończenia. Jeżeli dołożymy do tego jakieś elementy dodatkowe np. filtry, to mamy zespół elementów, które tworzą metodykę suszenia. Szczegółowe omawianie każdego z elementów nie jest wymagane, ponieważ są one omówione w publikacjach dostępnych w serwisie www.radwag.pl.

Temperatura suszenia

Powszechnie panuje przekonanie, że temperatura suszenia próbki powinna być taka sama, jak temperatura podawana w dokumentach normatywnych. Tym samym stosuje się temperaturę 105°C jako pewnik, niezależnie od uzyskiwanych wyników. Podejście niezbyt poprawne. Zapomina się, że optymalne wykorzystanie wagosuszarki wymaga walidacji metody. Oznacza to nic innego, jak poszukiwanie takich ustawień urządzenia, przy których osiąga się wyniki „zbieżne” z wynikiem referencyjnym. Ewentualna rozbieżność w temperaturach suszenia wynika głównie z innej metody suszenia (promieniowanie, konwekcja), konstrukcji komory suszenia, krótkiego czasu analizy itp.

Sterowanie temperaturą suszenia jest zasadniczym elementem, więc poza deklarowaniem wartości mamy wybór dynamiki jej narastania. Pokazują to poniższe rysunki.



Rys. 54. Profile suszenia.

1 – Profil standardowy

Temperatura narasta dość szybko, osiągając wartość zadaną po około 2 minutach suszenia. Jest to najczęściej wykorzystywany profil suszenia.

2 – Profil łagodny

Stosowany dla próbek wrażliwych na wzrost temperatury. Stosowany wówczas, gdy zbyt szybki wzrost temperatury może powodować usuwanie z próbki innych składników niż woda.

3 – Profil schodkowy

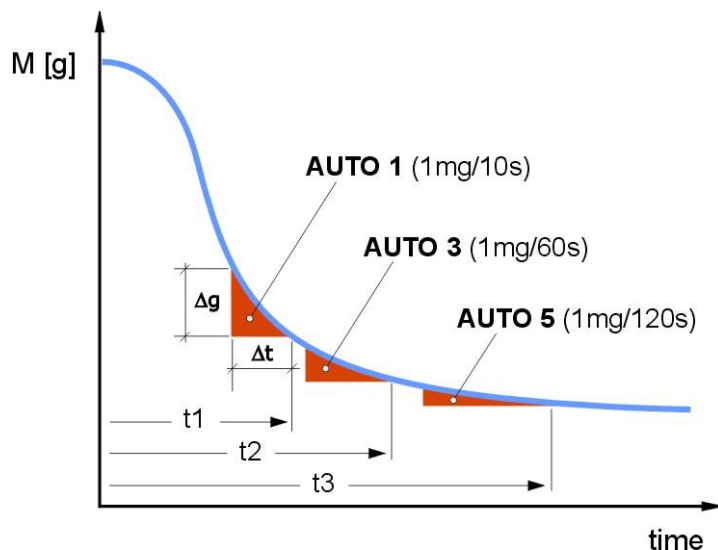
Zastosowanie suszenia wielodrogowego pozwala na wyznaczenie wilgotności powierzchniowej oraz tej związanej chemicznie.

4 – Profil szybki

Stosowany dla próbek o znacznych wilgotnościach celem wyeliminowania spadku temperatury wywołanego ciepłem parowania.

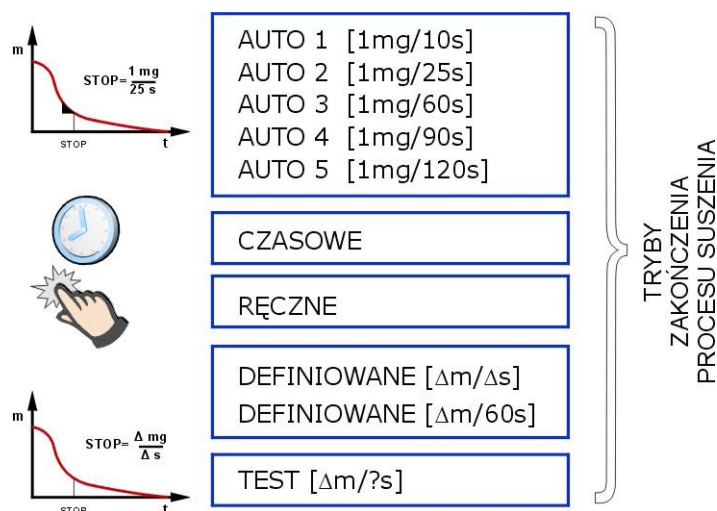
Zakończenie procesu suszenia

Ten parametr decyduje w pewnym stopniu o wyniku wilgotności. O ile w metodach referencyjnych mamy ustalony czas suszenia, to w wagosuszarce musimy go wybrać, praktycznie dopasować. Na czym polega to dopasowanie objaśnia poniższy rysunek.



Rys. 55. Zakończenie procesu suszenia w trybie AUTO.

Istota mechanizmu zakończenia procesu suszenia w trybie AUTO sprowadza się do obserwacji zmiany masy 1 mg w założonym czasie. Mamy zatem możliwość wybrania momentu, w którym się zakończy nasz proces. Jeżeli temperatura jest optymalna dla usunięcia wilgoci z próbki, to pozostaje „doprecyzować” moment zakończenia procesu. Wprowadzić wartość kontrolowanej masy jest stała (1 mg), ale zmienność czasu pozwala tak ustalić ten parametr, tak żeby wynik końcowy był zbliżony z wynikiem referencyjnym.

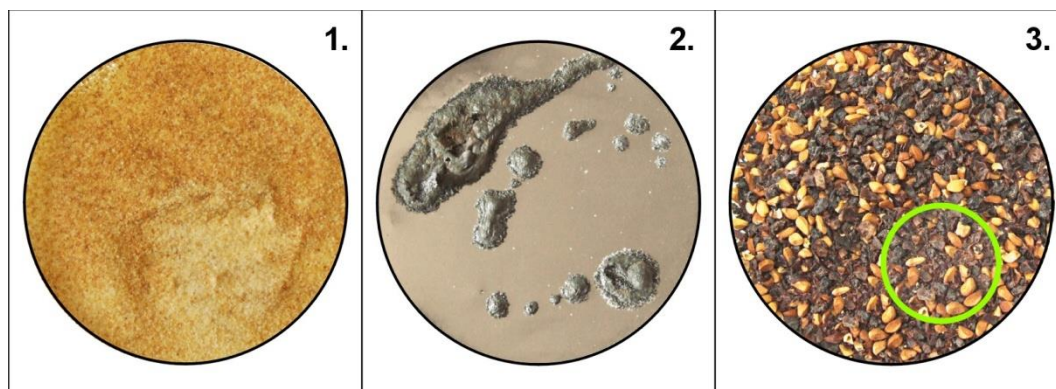


Rys. 56. Zakończenie procesu suszenia – możliwości programowe.

Możliwości w zakresie zakończenia procesu suszenia jest znacznie więcej. To, które wybrać zależy od uzyskiwanych wyników oraz dokładności, jaką chcemy osiągnąć.

9.6. Błędy w pomiarach wilgotności

Proces suszenia, jak każdy inny proces pomiarowy, jest obarczony błędem. Źródła tego błędu znajdują się w dwóch obszarach. **Pierwszy** z nich to próbka, jej niejednorodność, zdolność do absorpcji i parowania wówczas, gdy jest przygotowywana, możliwość zasklepienia się w czasie analizy.



Próbka nr 1 - to zbyt duża temperatura, toteż widoczne jest powierzchniowe spalanie. Kolorystyka próbki jest zmieniona. Czas suszenia jest dość długi.

Próbka nr 2 - pokazuje efekt zasklepienia się. Mamy tzw. „skorupę” na powierzchni próbki. Wewnątrz pozostała jeszcze spora ilość wilgoci. Takie rozmieszczenie próbki jest nieprawidłowe i należy dążyć do zwiększenia czynnej powierzchni parowania. Tu sprawdzają się filtry z włókna szklanego.

Próbka nr 3 - wykazuje niejednorodność. Mamy tu większe frakcje oraz bardzo małe elementy. Podczas wzrostu temperatury drobna frakcja zostanie częściowo spalona, więc osiągniemy wyniki ze znacznym rozrzutem.

Drugi obszar to wagosuszarka, w odniesieniu do której należy mówić o powtarzalności wskazań, dryfcie czułości i zera na skutek zmian temperatury, poprawności wskazań temperatury komory suszenia. Dopiero zestawienie wszystkich czynników pozwala obiektywnie ocenić przydatność wagosuszarki w danej analizie. Takie podejście jest koniecznością dla materiałów o niskich wilgotnościach np. ABS (Acrylonitrile-Butadiene-Styrene) czy też PA (Polyamide) oraz takich, które po zakończeniu analizy mają bardzo małą zawartość masy suchej (płyny).

9.7. Walidacja metody

Cykl postępowania jest w zasadzie znany: oznacz wilgotność próbki metodą znormalizowaną, a następnie tak dobierz parametry suszenia wagosuszarki. Optymalizacja powinna dotyczyć temperatury, wielkości próbki, sposobu zakończenia, przygotowania próbki. Musisz określić, jaka jest tolerancja wyznaczenia wilgotności. Należy pamiętać o tym, że wagosuszarki są uzupełnieniem metod znormalizowanych, a nie odwrotnie.

10. Pipety tłokowe, kontrola objętości (metoda grawimetryczna)

W zastosowaniach laboratoryjnych poza aspektem czysto materiałowym (próbka) istnieje również drugi, związany z przyrządami. Konieczny jest nadzór, sprawdzanie, wzorcowanie, czyli upewnienie się, że taki przyrząd działa poprawnie. Dla wag posługujemy się wzorcami masy. W przypadku przyrządów służących do pomiaru objętości takich, jak pipety tłokowe, posługujemy się wagami. Upraszczając powyższe, ciecz z pipety jest wydalana do naczynia wagowego, które jest ważone. Znając gęstość cieczy oraz masę wydalonej wody, wyliczamy objętość próbki. Jest ona przypisywana do objętości pipety. Konwersja wyniku ważenia na objętość jest ilorazem masy próbki i jej gęstości.

$$V = m / \rho \quad (46)$$

Ze względu na wpływ temperatury i ciśnienia, konieczne jest zastosowanie współczynnika Z [$\mu\text{l}/\text{mg}$] korygującego gęstość.

$$V = m \cdot Z \quad (47)$$

Współczynnik Z jest liczony z poniższej zależności:

$$Z = \frac{1}{\rho_b} \cdot \frac{\rho_b - \rho_a}{\rho_w - \rho_a} \quad (48)$$

gdzie: ρ_w – gęstość wody
 ρ_a – gęstość powietrza
 ρ_b – gęstość wzorca masy użytego do wzorcowania wagi, (8000 kg/m³)

Procedura pomiarowa wymaga 10 serii ważeń dla każdej badanej objętości. Następnie wyliczenie średniej według zależności:

$$\bar{V} = \frac{1}{10} \cdot \sum_{i=1}^{10} V_i \quad (49)$$

Normatywna temperatura badania pipety wynosi 20°C. Gdy jest ona inna, to powinno się zastosować współczynnik korygujący rozszerzalność cieplną pipety [Y]. Mamy wówczas poniższą zależność.

$$V = m \cdot Z \cdot Y \quad (50)$$

$$Y = 1 - \alpha_c (t_d - t_{d20})$$

gdzie: α_c – współczynnik rozszerzalności objętościowej wyrażony w °C⁻¹
 t_d – temperatura wyrażona w °C
 t_{d20} – stała temperatura 20 °C

Pipety tłokowe mają swoje regulacje normatywne. Międzynarodowym standardem jest PN-EN ISO 8655-2:2003 *Tłokowe naczynia do pomiaru objętości – Część 2: Pipety tłokowe*. Norma zawiera wymagania konstrukcyjne oraz błędy graniczne dopuszczalne, które można wykorzystać do tworzenia własnych wymagań w kwestii dokładności.

Dla pipet tłokowych określone są dwa rodzaje błędów: błąd systematyczny **es** oraz błąd przypadkowy **CV**. W celu wyznaczenia wspomnianych wyżej błędów pipet tłokowych stosuje się metodę wagową, której opis postępowania, jak również sposób obliczenia błędów jest określony w normie PN-EN ISO 8655-6:2003 *Tłokowe naczynia do pomiaru objętości, Część 6: Grawimetryczne metody określania błędu pomiaru* (dalej w treści ISO 8655-6).

10.1. Błąd systematyczny

Jako błąd bezwzględny może być wyrażony w mikrolitrach [μ l] lub jako błąd względny – w procentach [%]. Obliczamy go zgodnie z niżej podaną zależnością:

$$e_s = \bar{V} - V_s \quad (51)$$

$$e_s = \frac{\bar{V} - V_s}{V_s} \cdot 100 \text{ [%]} \quad (52)$$

gdzie: V_s – wartość badanej objętości, dla pipet o stałej objętości należy ją zastąpić wartością nominalną V_0

10.2. Błąd przypadkowy

Norma PN-EN ISO 8655-1:2003 definiuje ten błąd jako rozrzut wyniku pomiaru objętości wokół wartości średniej objętości. Błąd przypadkowy jest wyrażony w mikrolitrach [μ l] i procentach [%]. Oznacza się go symbolem CV. Miarą tego błędu jest odchylenie standardowe.

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \quad (53)$$

$$CV = \frac{s_r}{\bar{V}} \cdot 100\% \quad (54)$$

10.3. Wymagania dla wag

Istota pomiaru poprzez wielokrotne ważenie tej samej próbki wskazuje, że najważniejszym parametrem wagi zastosowanej do kontroli pipet jest powtarzalność wskazań. Norma ISO 8655-6 zawiera konkretne wymagania, które pokazane są w tabeli:

Badana Objętość pipety V	Działka elementarna wagi d [mg]	Powtarzalność i liniowość [mg]	Standardowa niepewność pomiaru [mg]
$1 \mu\text{l} < V \leq 10 \mu\text{l}$	0,001	0,002	0,002
$10 \mu\text{l} < V \leq 100 \mu\text{l}$	0,01	0,02	0,02
$100 \mu\text{l} < V \leq 1000 \mu\text{l}$	0,1	0,2	0,2
$1 \text{ ml} < V \leq 10 \text{ ml}$	0,1	0,2	0,2
$10 \text{ ml} < V \leq 200 \text{ ml}$	1	2	2

Wymagania, jakie wynikają z normy, można sprawdzić poprzez własne pomiary w miejscu pracy. Może to mieć znaczenie, gdy nasze warunki pracy odbiegają od przyjętych standardów. Można się również opierać na deklaracjach producenta. Norma wskazuje dwa parametry. Pierwszy to powtarzalność, jej ocena jest dość prosta. Można wykorzystać informacje zawarte w punkcie 4.5. Taki test nie wymaga specjalnych wzorców, badamy zdolność wagi do pokazywania tych samych wyników.

Z drugim parametrem nie jest tak łatwo, ponieważ wymaga wzorców o znanych błędach. Im mniejsza działka d wagi, tym potrzebujemy dokładniejszych wzorców. Oczywiście rodzi to kłopoty ekonomiczne oraz proceduralne. Tu zatem należy raczej przyjąć deklarację producenta. W przypadku, kiedy znana jest niepewność standardowa (świadczenie wzorcowania wagi), wówczas można jej użyć jako kryterium akceptacji zamiast powtarzalności i liniowości.

10.4. Kurtyna parowa

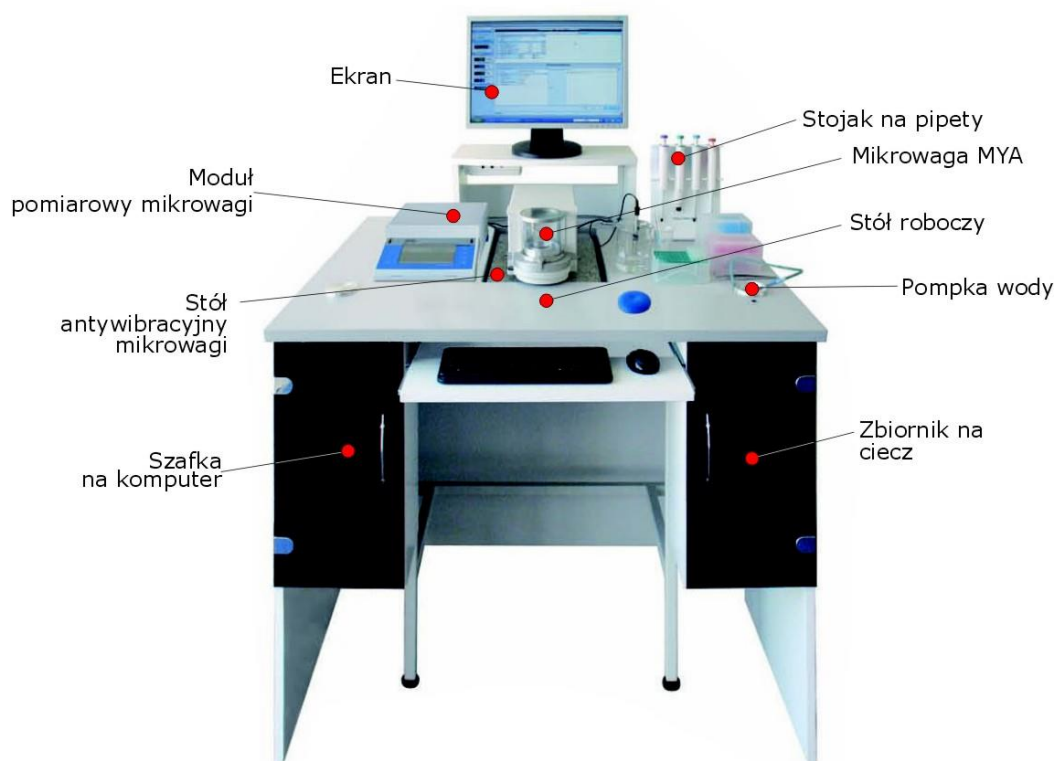
Specyfika realizowanego procesu wymaga nietypowych rozwiązań w zakresie pomiarów masy – dąży się do wyeliminowania efektu parowania ważonej cieczy. Rozwiązaniem są tzw. „kurtyny parowe”, czyli specjalne naczynia wypełnione cieczą, dzięki którym możliwe jest uzyskanie wysokiej wilgotności w komorze wagowej. Przykład kurtyny dla mikrowag serii MYA pokazuje poniższe zdjęcie:



Przed badaniem kurtyna parowa jest napełniana cieczą, po okresie stabilizacji osiągamy wilgotność wnętrza kurtyny około 90%. Ponieważ otwór naczynia wagowego znajduje się wewnątrz kurtyny, to zwiększona wilgotność zapobiega efektowi parowania. Przed dozowaniem porcji cieczy odsuwa się otwór w górnej osłonie szafki, a po dozowaniu natychmiast go zasłania. Porcja cieczy jest dokładnie ważona.

10.5. Półautomatyczna metoda w badaniach objętości

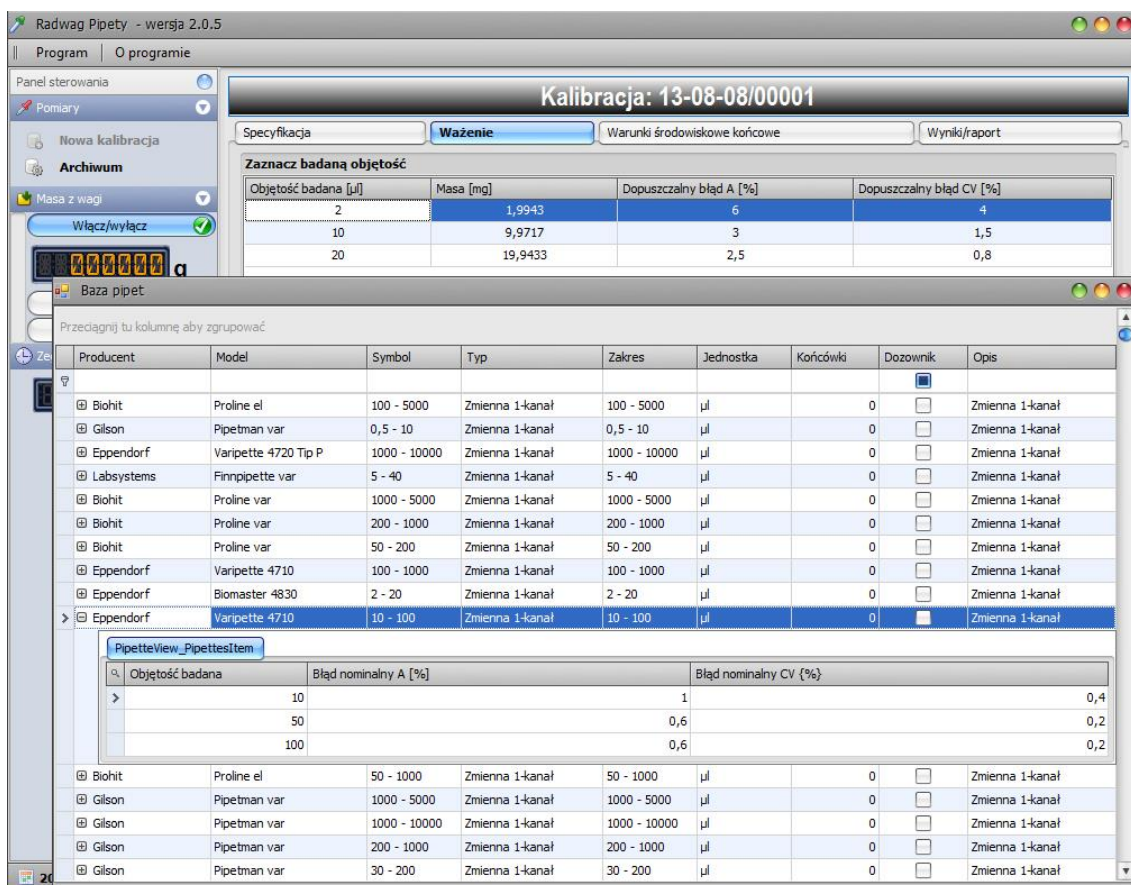
Zakwalifikowanie pipety jako sprawnej wymaga sporo informacji, zwłaszcza tych z pomiarów. Przy założeniu, że sprawdzamy nie jedną, ale kilka pipet (o zmiennej objętości), zaczyna się pojawiać potrzeba zintegrowanego stanowiska wagowego. Najlepiej takiego, które dokona analizy otrzymanych wyników, wygeneruje raport końcowy, dokona archiwizacji. Wszystkie te cechy ma stanowisko, które oferuje RADWAG. Jego widok z wykazem głównych elementów pokazany jest poniżej.



Najważniejszym elementem takiego stanowiska jest mikrowaga serii MYA. Posiada ona magnetoelektryczny system pomiarowy, poprzez co uzyskuje się bardzo dobre parametry metrologiczne. Zmodyfikowana komora wagowa wyposażona jest w kurtynę parową. Unikalnym rozwiązaniem jest zespół szalki, który można stosować wymiennie. Po zdemontowaniu kurtyny parowej i założeniu typowej szalki mamy do dyspozycji wagę z działką elementarna $d=1\mu\text{g}$ oraz zakres pomiarowy 21 g.

Możliwości funkcjonalne programu komputerowego, wspomagającego proces kontroli pipet:

- obliczanie wyników na podstawie:
 - średniej objętości pipety (kanału);
 - błędu systematycznego e (błąd dokładności A);
 - błędu przypadkowego CV (błąd powtarzalności P);
- kalibracja pipet o stałej (1 kanałowe) i zmiennej objętości (1, 8 i 12-kanałowe);
- zautomatyzowane procedury pomiarowe w zależności od typu badanej pipety;
- informacje o pipetach, przechowywane w bazie danych (możliwość definiowania własnych);
- gromadzenie wyników kalibracji w bazach danych (MS Access);
- tworzenie kopii bezpieczeństwa baz danych, z wynikami kalibracji;
- wydruki protokołów z kalibracji pipet;
- eksport raportów z badań do formatów m.in. PDF, MS Word, Excel i inne;
- planowanie daty wykonania następnej kalibracji;
- filtrowanie zaplanowanych kalibracji pipet: w bieżącym tygodniu lub miesiącu;
- współpraca z wagą podłączoną do portu RS-232 komputera, wszystkie modele firmy RADWAG, możliwość podłączenia wag innych producentów;
- możliwość ręcznego wprowadzania wartości ważeń.



Widok okna programu Pipety z Bazą Pipet.

10.6. Niepewność pomiaru

Specyfika procesu sprawdzania, czy wzorcowania pipet tłokowych powoduje to, że mamy dwa główne źródła niepewności:

- niepewność związana z pipetą,
- niepewność związana z wagą (metodą grawimetryczną).

Oczywiście, dwa te czynniki należy poddać analizie, dążąc do uzyskanie niepewności złożonej. W normie ISO 8655-6 możemy doszukać się stwierdzenia, że udział niepewności wynikający z serii pomiarów wykonanych metodą grawimetryczną przy użyciu wyposażenia pomiarowego jest mały w porównaniu do wyników procesu pomiarowego, przy założeniu, że przyrządy użyte do wykonania procedury (waga, barometr, termometr itp.) są użyte zgodnie ze specyfikacją określoną w normie.

Dlatego stanowi to przesłankę do pominięcia tego udziału w ocenie niepewności, co pozwala uwzględniać wyłącznie systematyczne i przypadkowe błędy pomiaru, wynikające z serii dziesięciu powtórzeń pomiaru badanej objętości, zapisane dla badanego urządzenia.

Należy podkreślić, że systematyczny błąd pomiaru nie wpływa na ocenę niepewności metody grawimetrycznej. Jest to wynik pomiaru, z uwzględnionym błędem przypadkowym, który charakteryzuje badane pojemności. Przyjmując powyższe założenia, norma ISO 8655-6 podaje uproszczone równanie niepewności, które może być wykorzystane dla oszacowania niepewności pomiaru kalibracji pipet tłokowych przy 95% poziomie ufności:

$$u = |e_s| + 2 \cdot s_r \quad (55)$$

Szacowanie niepewności pomiaru powinno być odpowiednie do oczekiwanej dokładności. Tym samym, nie wszystkie składowe mogą mieć wpływ na wartość wyniku pomiaru. Dlatego dla bardzo niewielkich pojemności lub bardziej wnikliwej analizy uproszczona zależność nie powinna być stosowana.

Szczegółowa procedura szacowania niepewności metody grawimetrycznej jest opisana w dokumencie ISO/TR 20461.

11. Niepewność pomiaru masy

Powszechnie wiadomo, że nie ma dokładnych pomiarów, możemy jedynie wyznaczyć przedział, w którym wartość wyniku pomiaru z określonym prawdopodobieństwem może się znajdować. Podając wyniki pomiarów wielkości fizycznych, należy podać również informację ilościową o dokładności danych pomiarów. Jest to niezbędne dla każdego, kto wykorzystuje dane pomiary w swojej pracy, aby oszacować ich wiarygodność. Bez takiej informacji wyniki pomiarów nie mogą być porównywane ze sobą, ani z wartościami odniesienia podawanymi w specyfikacjach lub normach.

Czym jest niepewność pomiaru?

Według polskiego wydania *Międzynarodowego Słownika Podstawowych i Ogólnych Terminów Metrologii* niepewność pomiaru (*uncertainty of measurement*) jest to *nieujemny parametr charakteryzujący rozproszenie wartości wielkości, przyporządkowany do menzurandu obliczany na podstawie uzyskanej informacji*, gdzie menzurand jest to wielkość, która ma być zmierzona.

Od roku 1993 powszechnie obowiązujący sposób wyznaczania niepewności pomiaru został przedstawiony w *Przewodniku wyrażania niepewności pomiaru – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (pierwsze polskie wydanie w roku 1999). Przewodnik klasyfikuje niepewności na dwa typy: typ A i typ B.

11.1. Niepewność typu A

Metoda typu A obliczania niepewności pomiarowej polega na analizie statystycznej serii obserwacji. Niepewność w tym przypadku to odchylenie standardowe, więc wymaga odpowiednio dużej liczby powtórzeń. Stosuje się ją wtedy, gdy istnieje możliwość przeprowadzenia wielu powtórzeń pomiaru tej samej wielkości w identycznych warunkach pomiarowych. Przykładem może być pomiar powtarzalności wagi elektronicznej. Po wykonaniu pomiarów możemy obliczyć odchylenie standardowe według zależności:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (56)$$

gdzie: n – liczba powtórzeń (pomiarów)

x_i – wynik i tego pomiaru

\bar{x} – wartość średnia arytmetyczna wyniku pomiarów dla n powtórzeń, obliczona według zależności:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (57)$$

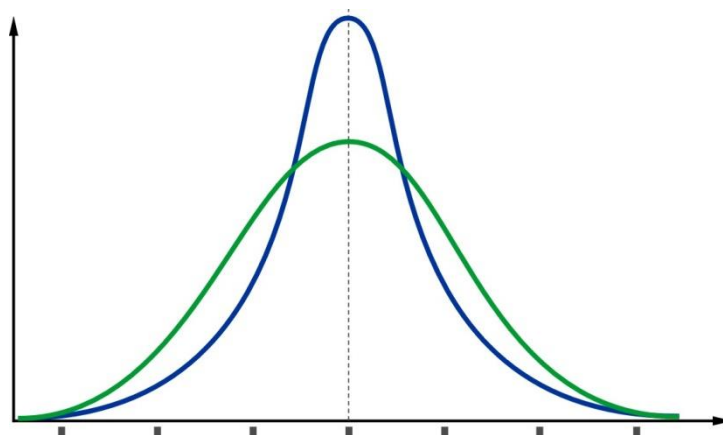
Obie zależności są znane z matematyki i powszechnie stosowane w analizach pomiarów. Najlepszym miernikiem wartości średniej arytmetycznej jest dodatni pierwiastek kwadratowy, zwany odchyleniem eksperymentalnym średniej.

$$s^2(\bar{x}) = \frac{s^2(x)}{n} \quad (58)$$

Niepewność standardowa w tym przypadku jest określona równaniem:

$$u(\bar{x}) = \frac{s(\bar{x})}{\sqrt{n}} \quad (59)$$

Dla niepewności typu A przyjmuje się rozkład normalny, który graficznie przedstawia się za pomocą krzywej Gaussa.



Rys. 57. Graficzna interpretacja rozkładu normalnego.

11.2. Niepewność typu B

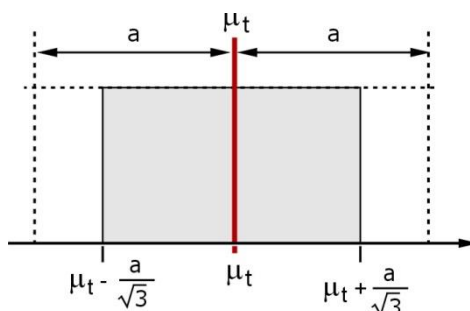
Niepewność typu B wyznaczana jest za pomocą analizy naukowej, opartej na wszystkich dostępnych informacjach na temat zmienności wielkości wejściowej. Tymi informacjami mogą być dane uzyskane z wcześniej przeprowadzonych pomiarów, posiadane doświadczenie, właściwości odpowiednich materiałów oraz przyrządów pomiarowych.

Wykorzystuje się też informacje pochodzące ze specyfikacji producenta oraz niepewności związane z danymi odniesienia, uzyskane z podręczników, publikacji naukowych lub też innych źródeł. Ważną informacją są oczywiście także dane uzyskane ze świadectw wzorcowania przyrządów pomiarowych, wzorców wielkości fizycznych lub też z innych certyfikatów.

Dla wagi elektronicznej możemy określić składowe niepewności typu B, związane z:

- wartością działki elementarnej d ;
- powtarzalnością wagi, której miarą jest odchylenie standardowe, wyznaczone przez operatora lub podczas wzorcowania;
- błędem wskazania wagi, wyznaczonym podczas wzorcowania i określonym w świadectwie wzorcowania;
- niepewnością wyznaczenia błędu wskazania przy określonym współczynniku rozszerzenia k (dane zawarte w świadectwie wzorcowania).

W przypadku analizy niepewności typu B najczęściej przyjmuje się rozkład prostokątny.



Rys. 58. Graficzna interpretacja rozkładu prostokątnego.

W związku z tym, aby obliczyć wartość niepewności, dane wielkości wejściowych należy podzielić przez $\sqrt{3}$:

$$u_{typB} = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (60)$$

W przypadku rozdzielczości przyrządu, gdzie można jedynie oszacować górną oraz dolną granicę wartości wielkości wejściowej, niepewność obliczamy, dzieląc wartość działki elementarnej przez $2\sqrt{3}$:

$$u_{typB} = \frac{d}{2\sqrt{3}} \quad (61)$$

Ze względu na to, że niepewność wyznaczenia błędów wskazania podawana przez świadectwo wzorcowania jest niepewnością rozszerzoną, to niepewność standardową wyznaczamy, dzieląc niepewność rozszerzoną (podaną w świadectwie wzorcowania) przez współczynnik rozszerzenia k , również podany w świadectwie wzorcowania:

$$u = \frac{U}{k} \quad (62)$$

11.3. Niepewność złożona

Kolejnym etapem jest wyznaczenie niepewności złożonej. Niepewność złożona, najprościej mówiąc, to połączona niepewność typu A i typu B. Praktycznie występują niepewności złożone, są jednak pewne przypadki, w których cała analiza niepewności sprowadza się do niepewności typu B.

$$u = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \quad (63)$$

Jednym z parametrów w analizie niepewności jest tzw. współczynnik wrażliwości, związany z wielkością wejściową. Jest to pochodna cząstkowa, opisująca, jak estymata wielkości wyjściowej zmienia się wraz ze zmianami wartości estymat wejściowych. Parametr ten opisuje zależność:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} = \frac{\partial f}{\partial X_i} \Big|_{X_1=x_1 \dots X_N=x_N} \quad (64)$$

gdzie: c_i – współczynnik wrażliwości
 x_i – estymata wielkości wejściowej
 X_i – wartość wielkości wejściowej

Udział w złożonej niepewności standardowej określony jest zależnością:

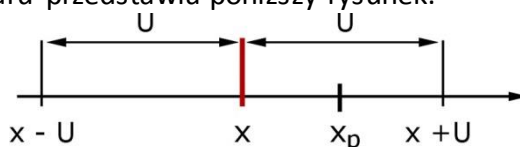
$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) \quad (65)$$

gdzie: $u_i(y)$ – udział w złożonej niepewności standardowej
 c_i – współczynnik wrażliwości
 $u(x_i)$ – niepewność standardowa

11.4. Niepewność rozszerzona

To wielkość definiuje przedział wartości wokół wyniku pomiaru, który zgodnie z oczekiwaniami może obejmować dużą część rozkładu wartości, które w sposób uzasadniony przypisywane są wielkości mierzonej.

Zgodnie z *Międzynarodowym Przewodnikiem Wyrażania Niepewności Pomiaru*, do oznaczania niepewności przyjęto literę **u**, natomiast do oznaczania niepewności rozszerzonej przyjęto literę **U**. Graficznie niepewność pomiaru przedstawia poniższy rysunek:



Rys. 59. Niepewność pomiaru

gdzie: x – wynik pomiaru
 x_p – wartość mierzona

W wyniku pomiaru wielkości x_p otrzymano wynik x . Jak widać, wynik pomiaru nie jest równy wartości mierzonej – w przyrodzie nie ma dokładnych wyników pomiarów. Można jedynie mówić o przedziale, w którym wartość mierzona się znajduje. W zależności od dokładności pomiaru oraz od niepewności z tym pomiarem związanej, przedział ten może mieć większy lub mniejszy zakres. Jest to zależne między innymi od zastosowanego wyposażenia pomiarowego, warunków środowiskowych podczas pomiarów, operatora, ale i również od poprawnej analizy niepewności pomiaru.

Współczynnik rozszerzenia k jest to liczbowy współczynnik, zastosowany jako mnożnik złożonej niepewności standardowej, w celu otrzymania niepewności rozszerzonej. Niepewność rozszerzoną opisuje więc zależność:

$$U = k \cdot u(x) \quad (66)$$

gdzie: U – niepewność rozszerzona
 k – współczynnik rozszerzenia
 $u(x)$ – niepewność złożona

Najczęściej stosuje się współczynnik rozszerzenia $k = 2$. Taka przypisana rozszerzona niepewność pomiaru odpowiada poziomowi ufności, wynoszącemu około 95 %. Warunki te są spełnione w większości przypadków występujących przy wzorcowaniu, dlatego międzynarodowe organizacje postanowiły, że laboratoria będą podawać niepewność rozszerzoną pomiaru U , uzyskaną z pomnożenia niepewności standardowej przez współczynnik rozszerzenia $k = 2$.

11.5. Niepewność - równanie pomiaru masy

Pierwszym etapem analizy procesu pomiarowego jest przedstawienie wszystkich składowych związanych z procesem pomiarowym. Przykładowe równie pomiaru masy możemy zapisać w postaci:

$$m = m_0 + \delta m_1 + \delta m_2 + \delta m_3 + \delta m_4 \quad (67)$$

gdzie: m – nieznaną masę
 m_0 – zważona masa (wynik pomiaru przedstawiony na wyświetlaczu wagi)
 δm_1 – poprawka związana z parametrem powtarzalności wagi
 δm_2 – poprawka związana z działką elementarną d wagi
 δm_3 – poprawka związana z błędem wskazania wagi
 δm_4 – poprawka związana z niepewnością wyznaczenia błędu wskazań

Po poprawnym zapisaniu równania pomiaru należy zapisać równanie niepewności pomiaru, w którym obliczamy niepewności wszystkich składowych z równania:

$$u^2(m) = u^2(\delta m_1) + u^2(\delta m_2) + u^2(\delta m_3) + u^2(\delta m_4) \quad (68)$$

Współczynnik wrażliwości jest w tym przypadku równy 1 dla wszystkich składowych niepewności:

$$c_i = 1$$

Poniżej przedstawiono najprostszy przykład oszacowania niepewności pomiaru przy odważaniu naważki o masie 5 gram, za pomocą wagi elektronicznej o działce elementarnej $d=0,1$ mg. Według procedur szacowania niepewności pomiaru, pierwszym punktem jest określenie równania pomiaru, które będzie zawierało wszelkie elementy na niego wpływające oraz równanie niepewności pomiaru.

Kolejnym punktem jest obliczenie niepewności poszczególnych składowych wielkości wejściowych:

Zważona masa – m_0

Po umieszczeniu próbki na wadze wskazała ona wartość 5000 mg (dla uproszczenia wszystkie wyniki będą podawane w mg).

Rozrzut wskazań wagi – δm_1

Na podstawie kilku serii pomiarów wyznaczono odchylenie standardowe z 5 powtórzeń $s = 0,2$ mg.

Niepewność będzie obliczona wg równania:

$$u(m_1) = u(s) = \frac{0,2 \text{ mg}}{\sqrt{5}} = \frac{0,2 \text{ mg}}{2,24} = 0,09 \text{ mg} \approx 0,1 \text{ mg} \quad (69)$$

Działka elementarna wagi – δm_2

Działka elementarna zastosowanej wagi analitycznej wynosi 0,1 mg, w związku z tym niepewność pochodząca od rozdzielczości przyrządu będzie wynosić:

$$u(m_2) = \frac{0,1 \text{ mg}}{2\sqrt{3}} = 0,029 \text{ mg} \quad (70)$$

błąd wskazania wagi – δm_3

Świadectwo wzorcowania użytej wagi dla punktu 5 g podaje błąd wskazania + 0,1 mg, przy niepewności pomiaru $U = 0,02$ mg i współczynniku rozszerzenia $k = 2$. Niepewności obliczamy:

$$u(m_3) = \frac{0,1 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0,058 \text{ mg} \quad (71)$$

Niepewność wyznaczenia błędu wskazań wynosi 0,2 mg, ale jest to niepewność rozszerzona. Dla obliczeń potrzebujemy niepewność złożoną, więc wartość 0,2 mg należy podzielić przez współczynnik k (zazwyczaj $k=2$).

$$u(m_4) = \frac{0,2 \text{ mg}}{2} = 0,1 \text{ mg} \quad (72)$$

Kolejnym krokiem jest zebranie wszystkich wyników i opracowanie budżetu niepewności, dzięki któremu możemy zaobserwować, która składowa ma największy wkład w całą niepewność. Wartość niepewności jest określona jako pierwiastek sumy kwadratów wszystkich niepewności składowych (udziałów w złożonej niepewności). Budżet niepewności przedstawiono poniżej:

Symbol wielkości	Estymata wielkości	Niepewność standardowa	Rozkład prawdopodobieństwa	Współczynnik wrażliwości	Udział w złożonej niepewności
m_0	5000 mg	-	-	-	-
δm_1	0 mg	0,1 mg	normalny	1	0,1 mg
δm_2	0 mg	0,029 mg	prostokątny	1	0,029 mg
δm_3	0 mg	0,058 mg	prostokątny	1	0,058 mg
δm_4	0 mg	0,1 mg	normalny	1	0,1 mg
m	5000 mg			Niepewność	0,16 mg

Niepewność standardową obliczono według równania:

$$u(m) = \sqrt{(0,1)^2 + (0,029)^2 + (0,058)^2 + (0,1)^2} = 0,16 \quad (73)$$

Zgodnie z procedurą, kolejnym krokiem jest obliczenie niepewności rozszerzonej U . Przyjęto w przykładzie współczynnik rozszerzenia $k = 2$. Stosując zależność opisującą niepewność rozszerzoną, omówioną wcześniej, wartość niepewności rozszerzonej obliczamy wg zależności:

$$U = k \cdot u(m) = 2 \cdot 0,16 \text{ mg} = 0,32 \text{ mg} \quad (74)$$

Ostateczny wynik pomiaru, czyli wskazanie wagi przy odważaniu masy 5 gram, wynosi:

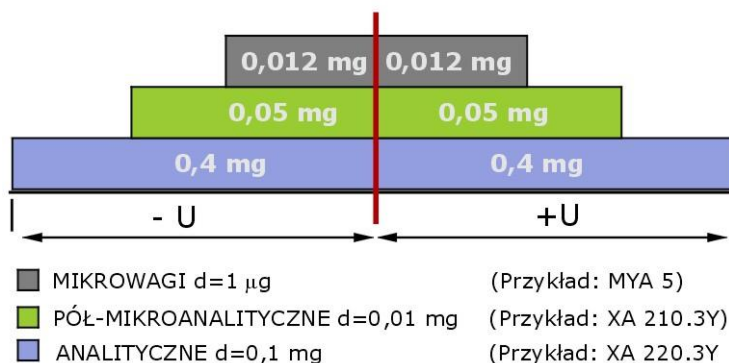
$$m = (5000,00 \pm 0,32) \text{ mg} \quad (75)$$

Niepewność pomiaru możemy zaokrąglić do wartości działki elementarnej d wagi, przyjmując zasadę, że niepewność pomiaru należy zaokrąglić zawsze w górę.

$$m = (5000,0 \pm 0,4) \text{ mg} \quad (76)$$

A zatem wynik naszego pomiaru z prawdopodobieństwem około 95% znajduje się w przedziale od 4,9996 g do 5,0004 g.

Poniższy rysunek pokazuje, jak wartość działki elementarnej wagi wpływa na niepewność pomiaru. Możemy zastosować wagę z działką elementarną mniejszą niż 0,1 mg, np. $d=0,001$ mg, zmniejszając tym samym niepewność pomiaru.



Rys. 60. Niepewność pomiaru zależnie od działki elementarnej wagi.

W praktyce możemy zidentyfikować wiele możliwych źródeł niepewności, którymi są m.in.:

- różnorodność próbki, która nie jest reprezentatywna;
- wpływu warunków środowiskowych na procedurę pomiarową lub niedoskonały pomiar parametrów charakteryzujących te warunki;
- subiektywne błędy w odczytywaniu wskazań przyrządów analogowych;
- niedokładnie znane wartości przypisane wzorcom i materiałom odniesienia;
- upraszczające przybliżenia i założenia stosowane w metodach i procedurach pomiarowych;
- rozrzut wartości wielkości mierzonej uzyskanych podczas obserwacji powtarzanych w warunkach pozornie identycznych.

Powodzenie w szacowaniu niepewności pomiaru zależy od wnikliwej i poprawnej analizy całego procesu pomiarowego. Ważnym jest, aby szacowanie niepewności pomiaru było odpowiednie do jego dokładności, ponieważ nie zawsze wszystkie składowe mogą mieć wpływ na wartość wyniku pomiaru.

11.6. Niepewność dla pomiarów masy – zestawienie

Dla wagi elektronicznej budżet niepewności zazwyczaj składa się poniższych czynników:

- powtarzalność wagi $[S_d]$ *odchylenie standardowe z serii*
- rozdzielczość wskazań wagi $\left[d = \frac{d}{2\sqrt{3}} \right]$ *d – działka elementarna wagi*
- błąd wskazań wagi $\left[\frac{E}{\sqrt{3}} \right]$ *E – błąd wskazań ze świadectwa wzorcowania*
- niepewność wyznaczenia błędu wskazań $\left[\frac{U}{k} \right]$ *zazwyczaj $k=2$
U – niepewność rozszerzona ze świadectwa wzorcowania*

Niepewność zatem wynosi:

$$u = \sqrt{(Sd)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{E}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{U}{2}\right)^2} \quad (77)$$

Niepewność rozszerzona wynosi:

$$U = u \cdot k$$

gdzie: u – niepewność

k – współczynnik rozszerzenia (2)

11.7. Niepewność pomiaru masy przy określaniu wilgotności.

Niepewność wyznaczania wilgotności próbki powinna uwzględniać to, że ten pomiar jest pomiarem różnicowym. Żeby otrzymać wynik końcowy, należy zmierzyć masę próbki przed suszeniem oraz po jego zakończeniu. Tym samym na taki budżet składają się poniższe czynniki.:

- powtarzalność wagi (odchylenie standardowe) [Sd] *odchylenie standardowe z serii*
- rozdzielczość wskazań wagi [$d = \frac{d}{2\sqrt{3}}$] *d – działka elementarna wagi*
- błąd czułości (dryft wskazania) [$\frac{s}{\sqrt{3}}$] *s – dryft wskazania*
- niepewność wyznaczenia błędów wskazań [$\frac{U}{k}$] *zazwyczaj k=2
U – niepewność rozszerzona ze świadectwa wzorcowania*

Niepewność zatem wynosi:

$$u = \sqrt{(Sd_1)^2 + (Sd_2)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{s}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (78)$$

gdzie: Sd_1 – powtarzalność dla masy początkowej $Sd_1 = 0,3 \text{ mg}$

Sd_2 – powtarzalność dla masy końcowej $Sd_2 = 0,3 \text{ mg}$

d – działka elementarna dla wskaźnika masy $d = 0,1 \text{ mg}$

s – dryft (błąd podstawowy urządzenia) $s = 0,5 \text{ mg}$

$$u = \sqrt{(0,3)^2 + (0,3)^2 + \left(\frac{0,1}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,1}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,5}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (79)$$

Niepewność rozszerzona wynosi:

$$U = u \cdot k$$

gdzie: u – niepewność

k – współczynnik rozszerzenia (2)

Otrzymana niepewność dotyczy oczywiście pomiarów masy. Tym samym należy ją odnieść do masy początkowej oraz końcowej próbki. Niedokładność wyznaczenia tych mas decyduje o końcowym wyniku wilgotności. Takie podejście nie zawiera w sobie niepewności związanej z próbką, jej pobieraniem, przechowywaniem, niedokładnością pomiaru temperatury itp. Jak widać, problem jest bardzo złożony.

Testy praktyczne pokazują, że największe błędy pochodzą od niejednorodności próbki oraz jej reakcji na temperaturę (tworzenie się skorupy, spalanie, niedosuszenie). Trzeba tu wyraźnie stwierdzić, że pomiar wilgotności za pomocą wagosuszarki jest uzupełnieniem metod referencyjnych. Nie dąży się do ich zastąpienia.

12. Pomiar małych mas – minimalna naważka

Pomiar małych wielkości jest zawsze problemem nie tylko dla pomiarów masy. Wynika to głównie z dokładności urządzenia, jakie wykorzystujemy. Jak wiemy, dla wag elektronicznych na dokładność pomiarową składa się kilka czynników, o których wspomniano wcześniej. Nie wszystkie są istotne. Na początku warto postawić pytanie, czym jest mała masa? Każda odpowiedź jest poprawna, zwłaszcza że definicji normatywnej nie ma. Dla naszych potrzeb można przyjąć, że jest to masa próbki mniejsza niż 10% obciążenia maksymalnego. Oczywiście, w niektórych przypadkach ważymy coś rzędu kilkunastu miligramów, a w innym kilkunastu gramów.

Dociekając, jak dokładnie możemy taką masę wyznaczyć, należy określić, od czego zależy jest dokładność wagi w początkowym zakresie. Dla takich pomiarów jedynym istotnym parametrem jest powtarzalność wskazań. Jest ona definiowana jako odchylenie standardowe lub tzw. rozstęp. Zostało to omówione w punkcie 4.6.1. Dla wag z większą działką elementarną d może zdarzyć się taki przypadek, że uzyskamy wszystkie takie same pomiary. Różnica pomiędzy Max – Min wynosi wówczas zero. Ale co z odchyleniem standardowym, czy też ma wartość zero?. Matematycznie tak, ale ze względu na zaokrąglenie pomiarów należy przyjąć, że wartość $sd = 0,41d$. Przykład seria pomiarów dla wagi AS 220.3Y, (Max 220 g $d=0,1$ mg):

1. 99,9998
2. 99,9998
3. 99,9998
4. 99,9998
5. 99,9998
6. 99,9998
7. 99,9998
8. 99,9998
9. 99,9998
10. 99,9998



Powtarzalność jako rozstęp (Max – Min), $R = 0,0000$ g. Odchylenie standardowe $sd = 0,41 \times 0,1$ mg = 0,041 mg.

Problemy z ważeniem małych mas są szczególnie istotne w obszarach związanych z bezpieczeństwem oraz zdrowiem człowieka. Farmacja jest tu dobrym przykładem, zwłaszcza wymagania obowiązujące na rynku amerykańskim. Zawiera je Pharmacopea, a konkretnie rozdział USP 41 (Balances) oraz USP 1251 (Weighing on an analytical balance). Rozdział 41 zawiera wymagania obowiązkowe i określa wymagania dla wag stosowanych do materiałów, które muszą być dokładnie ważone. Ważenie przeprowadza się za pomocą wagi, która jest kalibrowana w całym zakresie roboczym i spełnia wymagania określone dla powtarzalności i dokładności. Dla wag stosowanych do innych aplikacji, powtarzalność i dokładność wagi powinna być współmierna do wymogów jej stosowania.

Wymagania dla powtarzalności przedstawione są w postaci:

Powtarzalność jest zadowalająca, jeśli spełniony jest warunek: dwa razy odchylenie standardowe ważonej wartości, podzielonej przez wartość nominalną masy wzorca, nie przekracza 0,10%. Jeśli odchylenie standardowe uzyskane jest mniejsze niż 0.41d (d - działka elementarna wagi), należy je zastąpić wartością 0.41d. W tym przypadku, powtarzalność jest zadowalająca, gdy dwa razy 0.41d, podzielone przez wartość nominalną wykorzystywanej masy nie przekracza 0,10%. Podczas testu należy wykonać co najmniej 10 powtórzeń w serii.

$$\frac{2 \cdot sd}{m} \leq 0,10\% \quad (80)$$

Wymagania dla dokładności wagi:

Dokładność wagi jest poprawna, jeżeli wskazanie dla masy użytej podczas testu nie wykazuje większej odchyłki względem wartości użytego wzorca niż 0,10%. Test wykonuje się w zakresie między 5% a 100% obciążenia wagi. Błąd graniczny dopuszczalny ciężar testowego (MPE) lub alternatywnie jego niepewność kalibracji, nie powinny być większe niż jedna trzecia stosowanej granicy testu dokładności.

Jak widać, pojęcie tzw. **MASY MINIMALNEJ** nie jest zawarte w obowiązkowym rozdziale 41, natomiast można je znaleźć w rozdziale 1251. Rozdział ten zawiera wiele informacji dotyczących ważenia, warunków pracy, ewentualnych zakłóceń w procesie itd. W kontekście Masy Minimalnej występują tam zapisy:

- a. masa minimalna jest określona poprzez równanie:

$$M_{\min} = k \times s / \text{wymagana tolerancja ważenia},$$

gdzie:

- k – współczynnik rozszerzenia (zazwyczaj 2 lub więcej)
s – odchylenie standardowe (z co najmniej 10 powtórzeń).

Masa minimalna określa dolny limit w zakresie pomiarowym wagi, poniżej którego nie spełnione są warunki wymagane dla dokładnego ważenia.

- b. dla materiałów, które muszą być dokładnie ważone, rozdział 41 stanowi, że powtarzalność jest zadowalająca, jeżeli tak więc równanie dotyczące masy minimalnej upraszcza się do postaci:

$$M_{\min} = 2000 \times s$$

Określenie tzw. Masy Minimalnej sprowadza się do wykonania testu powtarzalności. Oczywiście, sprawdzeniu podlega również warunek obowiązkowy, jaki narzuca rozdział 41. Znacznym wsparciem podczas takich testów jest tzw. optymalizacja parametrów wagi, którą wykonuje zazwyczaj producent wagi (tak, jak robi to RADWAG).

12.1 Dobór wagi do zastosowania

Poszukując wagi dla własnych zastosowań, można określić maksymalną powtarzalność, jaką może mieć waga. Jeżeli próbka, która jest ważona, ma masę 80 mg, to powtarzalność wagi, którą użytkownik chce stosować, wyznaczy z zależności:

$$s = \frac{A_{REQ}}{k} \cdot m_{\min} \quad (82)$$

gdzie: A_{REQ} – wymagana dokładność ważenia = 0,10% → 0,0010 (wg. USP 41)

Obliczenie:

$$s = \frac{0,0010}{2} \cdot 80mg = \frac{0,08mg}{2} = 0,04mg$$

Prawdopodobnie waga z powtarzalnością 0,04 mg będzie spełniać wymagania, ale należy to potwierdzić w miejscu użytkowania. Jeżeli ma to być waga dedykowana do tego zastosowania, można wybrać np. wagę XA 52.3Y (4Y). Gdy będą ważone różne próbki (również o większych masach), zasadne będzie zastosowanie wagi XA 82/220.3Y (4Y).

Wyznaczanie wartości minimalnej masy leży raczej w gestii producenta wag. Jest to jeden z ważniejszych parametrów metrologicznych. Użytkownik na ten problem patrzy raczej z drugiej strony: jaką wagę mam wybrać, żeby spełniała wymagania dla próbek, które ważę. Jak to zrobić, pokazano powyżej. Wielkości minimalnej naważki dla różnych modeli wag zawiera poniższa tabela 2.

Mikrowagi	UYA 2.4Y	MYA 2.4Y	MYA 5.4Y
Obciążenie maksymalne	2 g	2 g	5 g
Działka elementarna	0,0001 mg	0,001 mg	0,001 mg
Min. naważka (USP)	0,8 mg	2 mg	2 mg

Mikrowagi	MYA 11.4Y	MYA 21.4Y
Obciążenie maksymalne	11 g	21 g
Działka elementarna	0,001 mg	0,001 mg
Min. naważka (USP)	3 mg	3 mg

Wagi analityczne	XA 52.3Y	XA 110.3Y	XA 210.3Y
	XA 52/2X	XA 110/2X	-
Obciążenie maksymalne	52 g	110 g	210 g
Działka elementarna	0,01 mg	0,01 mg	0,01 mg
Min. naważka (USP)	20 mg	25 mg	30 mg

Wagi analityczne	XA 82/220.4Y	XA 110 – 310.4Y
Obciążenie maksymalne	220 g	110 - 310 g
Działka elementarna	0,01/0,1 mg	0,1 mg
Min. naważka (USP)	20 mg	160 mg

Wagi analityczne	AS 82/220.4Y	AS 110 – 310.3Y (4Y)
	AS 82/220.X2	AS 110 – 310.X2
	AS 82/220.R2	AS 110 – 310.R2
Obciążenie maksymalne	82/220 g	110 - 310 g
Działka elementarna	0,01/0,1 mg	0,1 mg
Min. naważka (USP)	30 mg	200 mg

PODSUMOWANIE

Praktycznie nie zdarza się, by określać masę próbki jako wartość netto, korzystamy z pojemników, kolb, opakowań itp. Wiadomo, że inne warunki niezbędne są dla ważenia małych mas, a inne dla dużych (naprężenia mechaniczne, zakres pracy układów elektronicznych itp.) Wielkość tary może mieć więc dość istotne znaczenie przy określaniu wartości progowej dla masy minimalnej. Można założyć, że dla tary bliskiej obciążeniu maksymalnemu wagi, próg dla ważenia masy minimalnej należy zwiększyć o ok. 50%. Jest to zarazem wskazówka: wielkość pojemnika należy optymalizować względem ważonej próbki. Znacznym wsparciem podczas stosowania omówionych wymagań jest aplikacja programowa MSW, którą zawiera każda waga serii 3Y/ 4Y. Widok pokazany jest poniżej.



- 1 – stabilny pomiar
- 2 – wskaźnik progowy dla Masy Minimalnej, wartość ważona jest powyżej progu (OK.)
- 3 – wskaźnik poziomu wagi (OK.)
- 4 – wskaźnik warunków środowiskowych, wilgotność / temperatura (OK.)
- 5 – wartość netto
- 6 – wartość użytej tary
- 7 – nazwa ważonej próbki
- 8 – wartość progowa masy minimalnej (wyznaczona podczas testu)

13. Czynniki zewnętrzne procesach ważenia

Każdy przyrząd pomiarowy we własnej specyfikacji ma określone warunki poprawnego użytkowania. Wagi elektroniczne nie są tu wyjątkiem, mają podany zakres temperatury, wilgotności, niektóre dynamikę zmian itp. To, czy te wartości są respektowane, to już inna sprawa, co bardziej wnikliwi audytorzy czasami wykazują tu niezgodności. Dla użytkownika, niezależnie od tego, co napisano, ważne jest to, czy pomimo pewnych zmian warunków nadal zachowuje on dokładność pomiaru. Dokładna analiza tego problemu wymagałaby odrębnej publikacji ze względu na różnorodność wag i czynników.

Stabilność warunków, w jakich pracuje waga jest pojęciem teoretycznym. Należy raczej mówić o dynamice zmian w jednostce czasu np. $0,5^{\circ}\text{C}$ na godzinę. To, czy takie zmiany są istotne, zależy od ich wielkości, dynamiki oraz wagi (jej działki elementarnej).

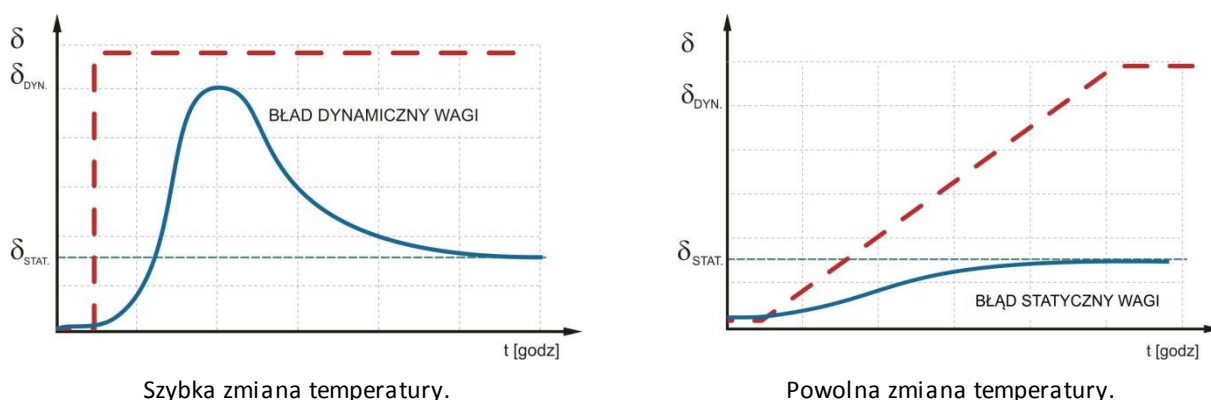
13.1. Temperatura

Temperatura jest miarą stanu cieplnego danego ciała. Jeśli dwa ciała mają tę samą temperaturę, to w bezpośrednim kontakcie nie przekazują sobie ciepła, gdy zaś temperatura obu ciał jest różna, to następuje przekazywanie ciepła z ciała o wyższej temperaturze do ciała o niższej – aż do wyrównania się temperatury obu ciał. Jak to się ma do wag elektronicznych?

Szybki i dynamiczny wzrost temperatury powoduje pogorszenie się parametrów metrologicznych. Ma to związek z rozszerzalnością elementów konstrukcyjnych wagi oraz współczynnikami temperaturowymi przetwornika magnetoelektrycznego. Dla wag o różnych działkach elementarnych możemy oczekiwać różnych reakcji wagi. Prawdziwa jest ogólnie znana zasada, że:

Im mniejsza działka d wagi tym większe wymagania dla stabilności temperatury.

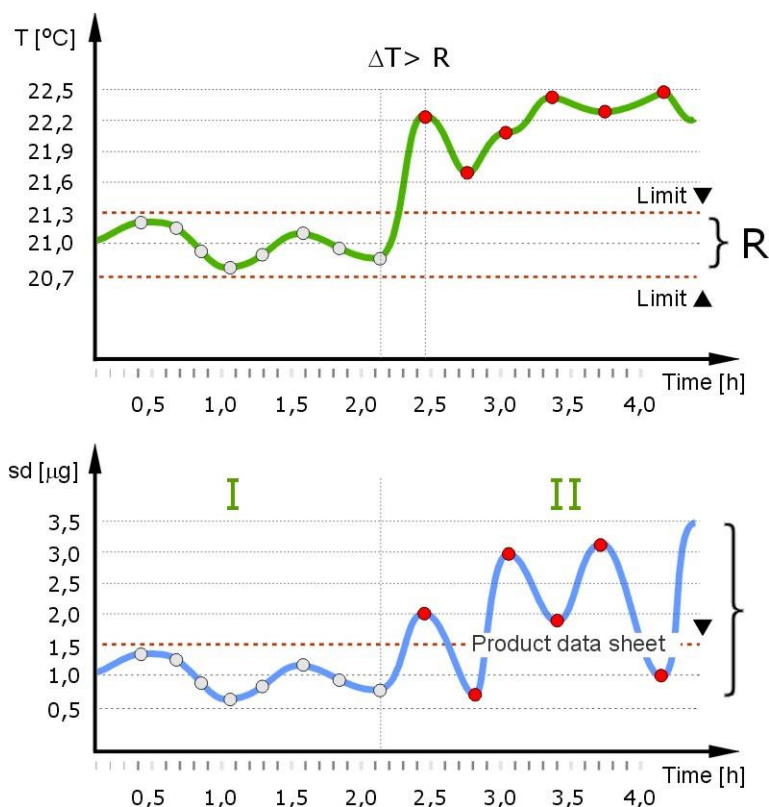
Hipoteczne zachowanie się wagi pokazuje poniższy rysunek:



Rys. 61. Dokładność wag przy zmianach temperatury.

Wykres po lewej stronie pokazuje powolne nagrzewanie się otoczenia (linia przerywana). Nie powoduje to żadnej reakcji wagi, ponieważ błąd układu wagowego jest kompensowany. Wykres po prawej stronie to szybka zmiana temperatury, która z zasady powoduje pewien błąd dynamiczny. Szybkość zmian jest zbyt duża, żeby poprawnie skompensować błąd układu wagowego.

Dla wag o dość dużych rozdzielczościach (rzędu 10–20 mln) dynamiczne zmiany temperatury będą odpowiedzialne za pogorszenie się powtarzalności. Wynik badania tego parametru może odbiegać od wartości, jaką deklaruje producent czy od tej, którą uzyskuje się w stabilnych warunkach.



Rys. 62. Powtarzalność wagi w stanach dynamicznych.

Gdy temperatura jest stabilna w pewnym zakresie, osiągamy dobrą powtarzalność, zgodną z deklaracją producenta.

Jak sobie radzić z tym problemem?

Wbrew pozorom dość prosto – poprzez częstszą adiustację wagi. Należy ją wykonać tuż przed pomiarami. Czas ważenia jest na tyle krótki, że nawet dość duży dryft wagi nie jest w stanie zakłócić pomiaru. Skuteczność naszych działań zależy od dokładności, jaką chcemy osiągnąć. Problem zmian temperatury zawsze należy rozpatrywać w kontekście rozdzielczości wag, jakie posiadamy oraz ich odporności. Zazwyczaj temperatura pracy wag laboratoryjnych jest stała, więc opisany problem nie jest istotny. Może się on pojawiać tam, gdzie nie ma automatycznej regulacji temperatury i występują znaczne różnice temperatury pomiędzy dniem a nocą.

Co może zrobić producent?

W firmie RADWAG badamy wszystkie wagi z przetwornikiem magnetoelektrycznym w zakresie temperatur stosowania. Efektem tego są mechanizmy kompensujące wpływ temperatury na dokładność wskazań wag. Drugim aspektem są elementy elektroniczne o bardzo dobrych parametrach, ich stosowanie jest koniecznością dla wysokich rozdzielczości, jakie oferujemy, np. mikrowaga MYA 21 (21 000 000 działek).

13.2. Wilgotność

Utrzymywanie wilgotności na stabilnym poziomie np. $50\% \pm 5\%$ wymaga zastosowania układów nawilżania, jak i osuszania powietrza. Powinny one być ze sobą sprzężone, ale i tak pozostaje problem przeregulowania względem wartości nominalnej. System taki jest zapewne dość skomplikowany i musi być adaptowany do wielkości pomieszczenia, intensywności jego użytkowania, systemu wentylacji itp. Praktycznie więc w zakresie wilgotności stosowane są głównie nawilżacze powietrza, bez osuszaczy. Tak więc, w wyniku zmiany parametrów powietrza atmosferycznego, następuje wzrost wilgotności w Laboratorium. Czy jest to istotne dla pomiarów masy?

Wariant odpowiedzi zależy od tego:

- jaka waga jest użytkowana ?
- jakie próbki są ważone ?
- jak dokładnie należy wyznaczyć masę próbki?

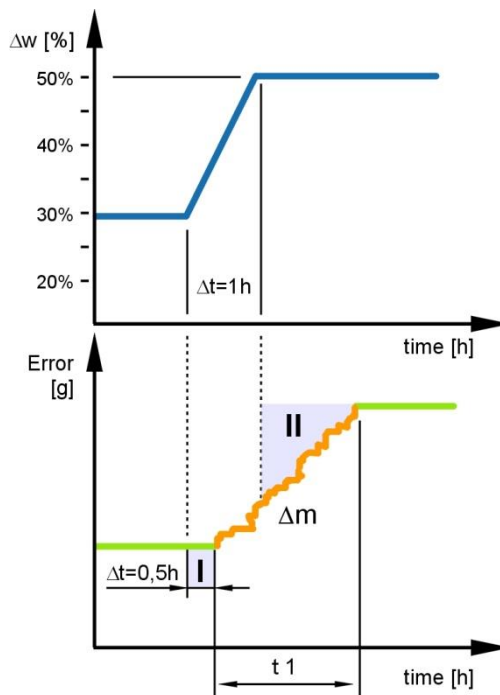
Waga, jak każdy obiekt, pochłania wilgoć, która osiada na jej elementach konstrukcyjnych. Tym samym powoduje to wytrącenie jej ze stanu ustalonego. Absorpcja wilgoci jest procesem dość subtelnym, toteż efekt jej działania nie będzie widoczny dla każdej wagi. To zjawisko jest zauważalne w przypadku wag z działką elementarną $10\ \mu\text{g}$, $1\ \mu\text{g}$ oraz $0,1\ \mu\text{g}$. Obserwujemy głównie dryft wskazania zerowego (gdy szalka jest nieobciążona). Hipoteczne zachowanie się wagi przy zmianie wilgotności pokazuje poniższy rysunek:

Powietrze jest dość szybkim ośrodkiem, dlatego też zmiana wilgotności o 20% następuje dość szybko, natomiast waga jako obiekt przyswaja tę zmianę w znacznie dłuższym okresie czasu.

Praktycznie objawia się to w postaci dryftu wskazania zerowego, który będzie w konsekwencji pogarszać powtarzalność wagi.

Widać, że w pierwszym okresie występuje pewne opóźnienie w reakcji wagi [I]. Wynika ono z tego, że zmiana wilgotności musi pokonać jej bariery konstrukcyjne.

Obszar oznaczony jako [II] to okres, gdy powietrze w pomieszczeniu osiągnęło już stan stabilny, waga natomiast wykazuje nadal dryft wskazania, ciągle zachodzi proces absorpcji. Najlepszym rozwiązaniem jest utrzymywanie wilgotności na stałym poziomie.



Rys. 63. Wpływ zmian wilgotności na pomiar masy.

Jeżeli użytkowane są wagi, których działka elementarna jest większa niż 0,01 mg, to zapewne poziom wilgotności w Laboratorium może być dynamicznie zmienny. Zmiana wilgotności o ok. 20% w pewnym czasie nie powinna wpływać na parametry metrologiczne wagi. W przypadkach, gdy masa próbki nie musi być „dokładnie” wyznaczona, wystarczy tylko oszacowanie lub wyznaczenie z mniejszą dokładnością, wszelkie zmienności czynników są raczej mało znaczące.

Powszechna opinia, że niska wilgotność zawsze prowadzi do powstawania elektrostatyczności nie potwierdza się w praktyce. To, czy takie zjawisko będzie miało miejsce, zależy głównie od typu próbek, które są ważone. Ten problem należy ująć w metodyce pomiarów, wskazując działania korygujące. Są nimi zazwyczaj zalecenia jonizacji celem usunięcia niepożądanych ładunków z próbki.

13.2.1. Wpływ wilgotności na pomiar masy próbki

Oddziaływanie wilgotności na próbkę należy rozpatrywać w dwóch aspektach. Masa próbki może być zmienna w wyniku procesów absorpcji lub desorpcji. W każdym z przypadków operator wagi ma pewien dyskomfort związany z tym, co obserwuje. Oczekuje bowiem stabilnego wyniku, a wynik ważenia wykazuje dryft. Określenie masy próbki jest niemożliwe. W celu określenia źródła takiej niestabilności należy na szalce wagi postawić obiekt o stałej masie, np. wzorzec masy. Gdy wynik jest stabilny, to z pewnością niestabilność pomiaru jest efektem procesów zachodzących w próbce.

Główne zalecenia:

1. Próbki przed ważeniem powinny być aklimatyzowane do temperatury otoczenia, do tego celu wykorzystuje się eksykatory.
2. Jeżeli wykonywany jest pomiar brutto, to wielkość opakowań powinna być dobrana do wielkości próbki.
3. Przed ważeniem próbka powinna być wymieszana celem uzyskania jednorodności, powierzchniowe warstwy mogą zawierać więcej wilgoci.

Przykładowe procesy, w których występują problemy z niestabilnością masy próbki:

a. Różnicowy pomiar masy filtrów celulozowych, pomiar zapylenia.

ZALECENIA:

Stosować filtry z włókna szklanego, kwarcowego lub teflonu (PTFE), ponieważ nie chłoną one wilgoci. Tym samym pomiar masy będzie rzeczywistym pomiarem medium, jakie zawiera filtr po absorpcji. Przy stosowaniu filtrów PTFE może pojawić się zjawisko elektrostatyki. W takim przypadku zalecana jest jonizacja ładunkami +/-.

b. Określenie masy próbki po jej uprzednim procesie termicznym (ogrzewanie, wygrzewanie, spalanie), gdy próbka nie jest aklimatyzowana.

ZALECENIA:

Ustabilizować masę próbki w eksykatorze do stałej temperatury i wilgotności. Jeżeli próbka musi być zważona w stanie „ciepłym”, pomiar powinien być szybki (optymalizacja), wynik ważenia prawdopodobnie będzie zmniejszał się. Jest to efekt powstawania prądów konwekcyjnych gorącego powietrza w komorze ważenia.

c. Ważenie suchych proszków w warunkach wysokiej wilgotności.

ZALECENIA:

Próbkę przechowywać w zamkniętym pojemniku, przed ważeniem wymieszać próbkę, optymalizować czas ważenia (możliwie krótki czas pomiaru), przyjąć do analizy pierwszy stabilny wynik (kolejny pomiary będą rosły – proces absorpcji).

d. Określenie masy próbki typu tektura, pochłanianie wilgoci.

Próbki zawierające celulozę w swoim składzie są higroskopijne, więc ich masa jest zmienna w czasie. Wzrost masy próbki jest zależny od poziomu wilgoci w pomieszczeniu oraz powierzchni próbki. Znaczenie ma również wielkość działki elementarnej wagi (możliwość detekcji zmian).

ZALECENIA:

Izolacja próbki od otoczenia (ważenie w opakowaniu), aklimatyzacja próbki do warunków panujących w pomieszczeniu.

Problem zmian wilgotności dotyczy nie tylko wag elektronicznych ale również odważników. Zalecenia OIML R 111-1 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃” wskazują, jakie warunki klimatyczne powinny być spełnione dla odważników podczas wzorcowania i przechowywania. Można zatem stwierdzić, że warunki stosowania w laboratorium powinny być takie same. Zalecenia tej normy przedstawia poniższa tabela:

Klasa wzorca	Zmiana temperatury podczas wzorcowania
E ₁	± 0,3°C w ciągu 1 godz. (max. zmiana ± 0,5°C/12 godzin)
E ₂	± 0,7°C w ciągu 1 godz. (max. zmiana ± 1°C/12 godzin)
F ₁	± 1,5°C w ciągu 1 godz. (max. zmiana ± 2°C/12 godzin)
F ₂	± 2°C w ciągu 1 godz. (max. zmiana ± 3,5°C/12 godzin)
M ₁	± 3°C w ciągu 1 godz. (max. zmiana ± 5°C/12 godzin)

Klasa wzorca	Zakres wilgotności względnej powietrza
E ₁	40% do 60% (max. zmiana ± 5% / godzinę)
E ₂	40% do 60% (max. zmiana ± 10% / godzinę)
F	40% do 60% (max. zmiana ± 15% / godzinę)

PODSUMOWANIE

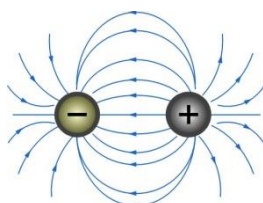
Zjawiska związane z oddziaływaniem wilgoci są zjawiskami fizycznymi i dotyczą wszystkich wag. Możliwość ich obserwacji jest zależna od skali zjawiska, rozdzielczości wagi oraz podatności próbki. W przypadkach, gdy wymagana jest bardzo niska wilgotność otoczenia, pojawiać się może zjawisko elektrostatyki. Może ono być eliminowane częściowo przez konstrukcję wagi, np. szyby antystatyczne tak, jak w przypadku mikrowag serii MYA lub wag XA 4Y

13.3. Elektrostatyka

Elektrostatyka jest dziedziną fizyki zajmującą się oddziaływaniami pomiędzy nieruchomymi ładunkami elektrycznymi. Oddziaływania te zwane są elektrostatycznymi. Zjawisko to opisuje prawo Coulomba:

$$F = k \cdot \frac{q_1 \cdot q_2}{r^2} \quad (83)$$

Siła wzajemnego oddziaływania dwóch punktowych ładunków elektrycznych jest wprost proporcjonalna do iloczynu tych ładunków i odwrotnie proporcjonalna do kwadratu odległości między nimi.



Rys. 64. Rozkład sił pola elektrostatycznego.

Sytuacja powyższa, w której źródłem pola jest ładunek skupiony w jednym punkcie jest w zasadzie niemożliwa. Jest to teoretyczny opis zjawiska. W odniesieniu do wag zjawisko elektrostatyki to oddziaływanie ładunku, jaki znajduje się na elementach ważonych z ładunkami, które posiadają elementy komory ważenia; takimi jak np. szyby. W takim przypadku można mówić o natężeniu pola elektrostatycznego pomiędzy dwoma obszarami. Ze względu na to, że obszary te mogą być diametralnie różne, pewnym przybliżeniem jest oddziaływanie, jakie zachodzi pomiędzy dwoma płytami.

Wartość tego natężenia opisuje równanie:

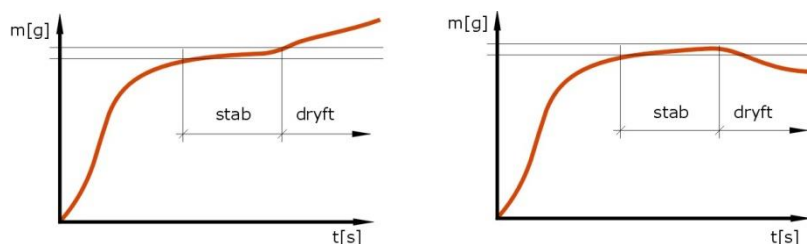
$$E = \frac{U}{d} \quad (84)$$

gdzie: U – różnica potencjałów pomiędzy płytami

d – odległość pomiędzy płytami

Zależnie od rodzaju ładunków oraz obszarów, które ze sobą oddziałują, możemy otrzymać reakcję wagi w postaci:

- rosnącego dryftu wskazania, gdy ładunki będą miały przeciwne znaki, ładunki się przyciągają;
- malejącego dryftu wskazania, gdy ładunki będą posiadały takie same znaki, ładunki się odpychają.



Rys. 65. Dryft wskazania wynikający z oddziaływań elektrostatycznych.

Oddziaływania elektrostatyczne nie są zbyt częstym zjawiskiem w środowisku pracy. Ich występowanie jest zazwyczaj efektem właściwości próbki oraz niskiej wilgotności. Żeby skutecznie przeciwdziałać, należy wiedzieć, że:

- Jeżeli ciało naelektryzowane ujemnie zetkniemy z ciałem elektrycznie obojętnym, to nadmiar elektronów rozdzieli się na dwa ciała. W efekcie oba ciała są naelektryzowane ładunkiem tego samego znaku.
- Jeżeli ciało naelektryzowane dodatnio zetkniemy z ciałem nienaelektryzowanym, to część elektronów z ciała obojętnego elektrycznie przemieści się na ciało naelektryzowane i ładunek dodatni zostanie na nim zmniejszony. Jednocześnie ciało obojętne w wyniku utraty części elektronów naelektryzuje się dodatnio.

W zjawisku elektryzowania przez dotyk ciała elektryzują się jednoimiennie. Nie można zatem uzyskać ciała obojętnego.

Ładunki elektrostatyczne mogą powstawać w wyniku:

- przejmowania nieskompensowanego ładunku z powietrza;
- poprzez potarcie dwóch nieprzewodzących materiałów o siebie;
- dotknięcia ręką.

Ocena zjawisk związanych z elektrostatyką jest dość kłopotliwa, ponieważ widoczny jest efekt występowania zjawiska, a nie ono samo. Ponieważ niemożliwe jest usunięcie przyczyny, stosuje się działania eliminujące lub kompensujące niepożądane ładunki elektrostatyczne..

Rozwiązaniem oferowanym przez RADWAG jest jonizator, który jest tzw. neutralizatorem ładunków elektrostatycznych. Urządzenie to generuje jony, których ładunek elektryczny jest przeciwnego znaku względem ładunku, który chcemy usunąć. Działanie jonizatora polega na kompensacji ładunków znajdujących się na ręku operatora oraz wewnątrz komory ważenia podczas otwierania szafki. W warunkach równowagi tempo jonizacji jest równe tempu rekombinacji, co powoduje utrzymywanie się stałego stopnia jonizacji danego ośrodka.



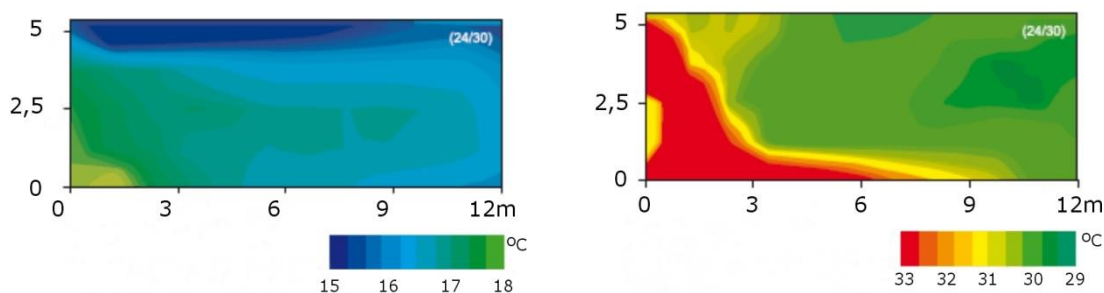
Waga XA 60/220.3Y z ramką jonizującą.

13.4. Ruch powietrza

Na temat ruchu powietrza w Laboratorium powstało zapewne sporo opracowań, które wskazują ergonomiczne rozwiązania. Są to uwarunkowania o charakterze ogólnym, tym samym nie uwzględniają specyficznych wymagań dla wag elektronicznych.

Oddziaływanie powietrza na proces ważenia ocenia się w zasadzie dla dość dokładnych wag, czyli takich, których działka $d \leq 0,1$ mg. Dla innych konstrukcji problem praktycznie nie istnieje. Nie analizujemy tu sytuacji, w której stanowisko wagowe jest tuż przy linii produkcyjnej.

Ogólnie można powiedzieć, że problem oddziaływania powietrza na proces pomiaru masy sprowadza się do dwóch podstawowych obszarów. Pierwszy to przestrzeń Laboratorium, w której mamy naturalny ruch powietrza, czasami wymuszony (klimatyzacja). Ruch powietrza oraz jego temperaturę w przestrzeni w przypadku klimatyzacji pokazują poniższe schematy.



Rys. 66. Rozkład temperatury i ruch powietrza dla typowej klimatyzacji.

Zróznicowany rozkład temperatury wymusza określony ruch powietrza. Typowa klimatyzacja, jak widać, nie jest najlepszym rozwiązaniem, zwłaszcza dla mikrowag, w których mamy $d=1 \mu\text{g}$.

Drugi obszar to konstrukcja wagi. Mamy tu moduł wagowy, komorę ważenia, szalkę wagi. Poziom szczelności i konstrukcja tych elementów powinna ograniczać ruch powietrza, jego wpływ na wynik ważenia. Stosuje się więc tzw. szalki ażurowane dla wag z działką elementarną $d \leq 0,1 \text{ mg}$. Innym rozwiązaniem są szklane osłony nakładane na konstrukcję wagi. W tym przypadku na mikrowagę UMYA 2.



Szalka ażurowana, osłona zewnętrzna mikrowagi.

Widocznym efektem działania powietrza na szalkę wagi jest niestabilność wskazań. Czas pomiaru wydłuża się, możliwa jest oscylacja wokół wyniku stabilnego. Zjawisko jest dość proste w ocenie. Prawdziwa jest zależność: wraz ze wzrostem wielkości szalki zjawisko się nasila. Szalka zachowuje się, jak żagiel zbierający podmuchy. Zjawisko ma charakter fizyczny i obowiązuje wszystkie wagi. Ponieważ to zakłócenie zdecydowanie pogarsza powtarzalność wskazań, więc stosuje się zależność konstrukcyjną:

Im mniejsza działka elementarna [d], wagi tym mniejsza średnica szalki.

Nie znajdziemy zatem wagi z działką $d=0,001 \text{ mg}$ i szalką np. $\phi 80 \text{ mm}$. Wprawdzie możliwa jest do wykonania, ale dokładności pomiaru nie gwarantuje. Wyjątkiem w tej materii są wagi do ważenia

filtrów, ale w ich przypadku pojęcie „szalka” wymaga innej oceny. Szalki tego typu to zazwyczaj otwarty układ 6-ramienny.



Szalka mikrowagi MYA 0.8/3.3Y.



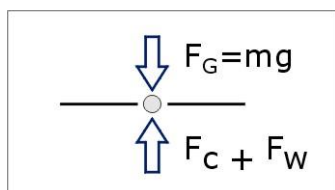
Ostona szalki w komparatorze masy.

Dla pewnych procesów pomiarowych stosuje się specjalne rozwiązania w zakresie ostony szalki. Tak jest w przypadku komparatorów masy, tu ważniejsza jest dokładność niż swobodny dostęp do szalki czy szybkość pomiaru.

Niekorzystne warunki pracy nie oznaczają utraty dokładności ważenia. O tym decyduje odporność wagi, czyli zdolność do wskazywania poprawnych wyników przy działającym zakłóceniu.

13.5. Wibracje podłoża

O teorii drgań napisano wiele opracowań, toteż nie ma potrzeby ich powtarzania. Nie zmierzamy do opisu samego zjawiska, ale do określenia tego, co ono oznacza dla wag elektronicznych. Wiemy, że pomiar masy to nic innego, jak określenie siły, z jaką jest ona przyciągana przez Ziemię. Podczas pomiaru waga generuje siłę F_C równoważącą siłę grawitacyjną F_G , więc układ pomiarowy znajduje się w stanie równowagi. Siłę wyporu F_W w tym przypadku zaniedbujemy.



Rys. 67. Proces ważenia – układ sił.

Występujące zakłócenie w postaci drgań powoduje wytrącenie układu z położenia równowagi, co obserwujemy jako niestabilność wskazań. Tak ogólnie można opisać charakter zjawiska. Nie analizujemy tu całej sfery filtrowania sygnału pomiarowego, ma on również wpływ na to, co widzimy. Drgania powstają w efekcie działalności człowieka (maszyny, urządzenia, transport), ale są też rezultatem działań natury (wstrząsy sejsmiczne). Powstaje zatem pytanie, jak się zabezpieczać przed tym zakłóceniem?

Z jednej strony poprzez odpowiednie konstrukcje wagowe, z drugiej – poprzez tzw. stoły antywibracyjne. Te konstrukcje posiadają specjalne wibroizolatory. Dzięki nim można skutecznie wytłumić drgania podłoża. Przykład takich konstrukcji to stół SAL/STONE z dużą granitową płytą lub konsola betonowa typu SAL/C – zastosowanie dla mikrowag.

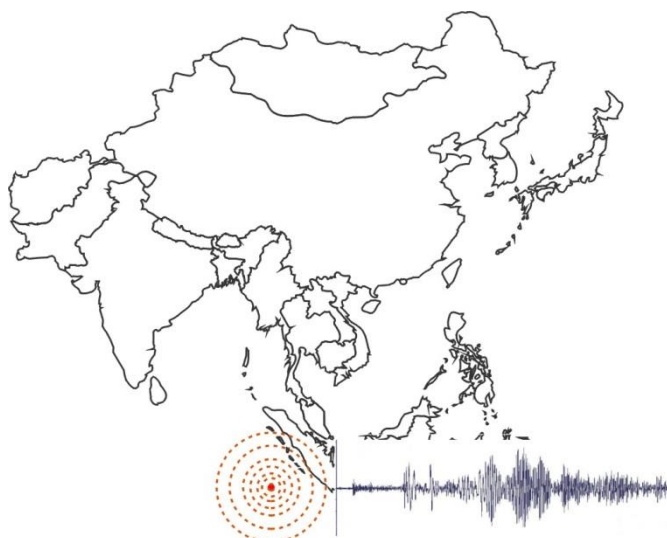


Elementy tłumiące drgania są instalowane również w typowych stołach laboratoryjnych. Stalowa konstrukcja stołu antywibracyjnego z dwoma kamiennymi blatami zamknięta została w eleganckiej osłonie, wykonanej z płyty MDF. Stanowisko wyposażone zostało w dwie zamykane szafki, umożliwiające zainstalowanie komputera i zasilacza UPS lub listwy zasilającej oraz wysuwaną półkę na klawiaturę i mysz. Podwyższenie w tylnej części blatu umożliwia ergonomiczne ustawienia monitora LCD.



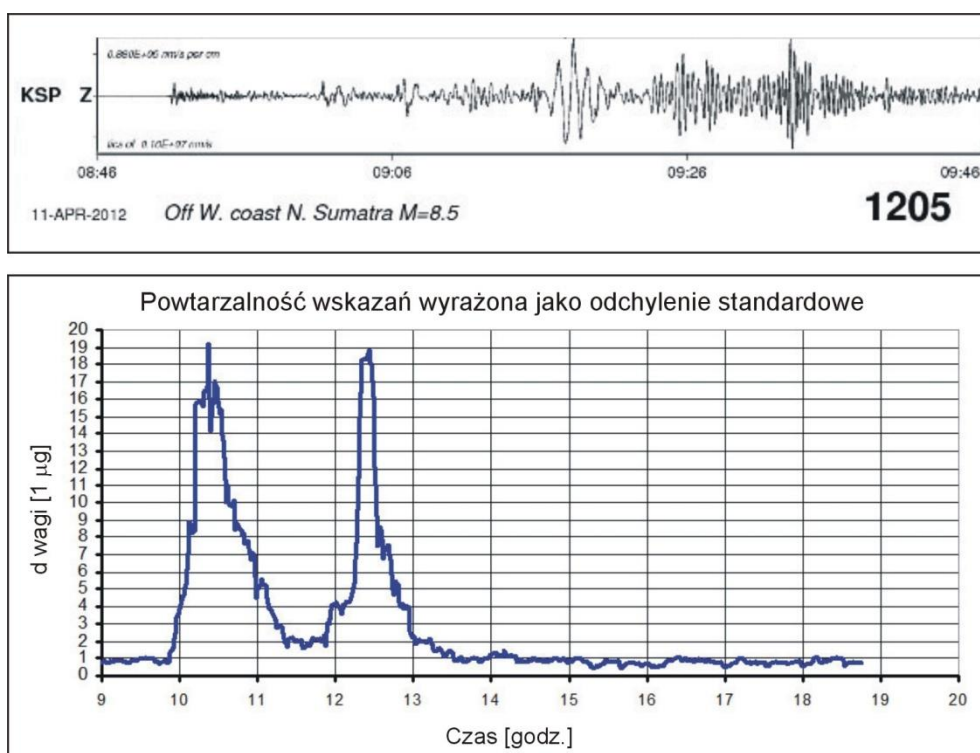
Jak wcześniej wspomniano, drgania mogą być efektem wstrząsów sejsmicznych. Ich charakter oraz zniekształcenia (rozchodzenie się w skorupie ziemskiej) są bardzo różne. Tym samym stosowane zabezpieczenia przed wstrząsami mogą być nieskuteczne.

Taki zarejestrowany przypadek to wstrząsy sejsmiczne W dniu 11 kwietnia 2012 r. o 08:38 czasu UTC wystąpiło duże trzęsienie ziemi na Oceanie Indyjskim, ok. 600 km na zachód od północnej części Sumatry.



Rys. 68. Lokalizacja wstrząsów sejsmicznych – Sumatra.

Jaki to miało wpływ na powtarzalność wskazań mikrowagi, pokazują wykresy:

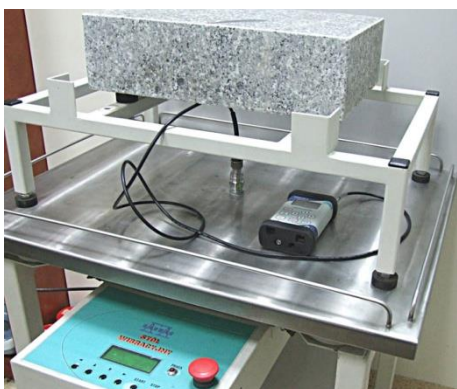


Rys. 69. Wpływ wstrząsów na powtarzalność mikrowagi.

Pierwszy wykres pokazuje odczyt z sejsmografu znajdującego się w południowej Polsce, który pierwsze wstrząsy zarejestrował około godziny 08:50. Największe wartości osiągają one pomiędzy godziną 9 a godziną 10 czasu UTC. Należy pamiętać, że okresie od marca do października czas lokalny w Polsce różni się względem czasu UTC o + 2 godz.

Wykres drugi pokazuje powtarzalność wskazań wagi. Przed wstrząsami jest na poziomie 1sd, w trakcie wstrząsów ma wartość prawie 20sd. Wyeliminowanie programowe takich zjawisk jest praktycznie niemożliwe ze względu na charakter zjawiska (drgania wolnozmiennie zniekształcone przez skorupę ziemską). Zdarzenia tego typu mogą być problemem w miejscach o znacznej aktywności sejsmicznej.

Drgania pochodzące z innych źródeł można eliminować dość skutecznie poprzez odpowiednie konstrukcje mechaniczne oraz programowe. Zastosowane przez RADWAG rozwiązania w zakresie tłumienia drgań są efektem wielu badań. Sprawdzamy nie tylko stopień tłumienia konstrukcji, ale również zachowania się wag podczas wibracji. Przykład takich testów pokazano poniżej. Na specjalnej konstrukcji posadowiono granitową płytę. Do amortyzacji płyty wykorzystano takie same elementy, jak w typowym stole antywibracyjnym SAL/M. Taką konstrukcję umieszczono na stole wibracyjnym. Następnie rejestrowano wskazania miernika drgań na płaszczyźnie stołu wibracyjnego oraz na granitowej płycie.



Pomiar drgań stołu wibracyjnego.



Pomiar drgań płyty granitowej.

Podczas badań stwierdzono, że dla amplitudy o wartości $\frac{1}{2}$ Max skuteczność tłumienia drgań przez stół antywibracyjny zawiera się w granicach 65% ÷ 92% (zależnie od częstotliwości).

13.6. Zakłócenia elektromagnetyczne

Każde pracujące urządzenie elektryczne jest źródłem zaburzeń elektromagnetycznych. Można zatem stwierdzić, że środowisko pracy jest środowiskiem elektromagnetycznym, w którym:

- wszelkie urządzenia narażone są na zaburzenia elektromagnetyczne emitowane przez inne urządzenia;
- same emitują zaburzenia elektromagnetyczne do tego środowiska.

Mówi się zatem o kompatybilności elektromagnetycznej. Oznacza ona zdolność wag i innych urządzeń elektrycznych (elektronicznych) do prawidłowego działania w środowisku elektromagnetycznym. Praktycznie oznacza to, że waga:

- emituje zaburzenia elektromagnetyczne w stopniu niezakłócającym pracy innych urządzeń;
- jest odporna na zaburzenia wywoływane przez inne urządzenia.

Zaburzenie elektromagnetyczne

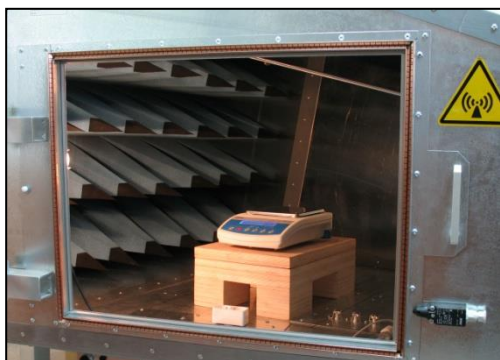
To każde zjawisko elektromagnetyczne, które może wpłynąć na pogorszenie parametrów użytkowych wagi. Tym zaburzeniem może być sygnał pochodzący od innego systemu działającego w tym samym środowisku, szum elektromagnetyczny, stany nieustalone w obwodach elektrycznych itp.

Takie zaburzenia mogą powodować w wagach elektronicznych:

- stany niestabilne;
- wyłączenie się lub restart programów wewnętrznych;
- zamrożenie stanów wyświetlacza;
- wprowadzanie błędów systematycznego do wyniku pomiaru;
- trwałe uszkodzenie.

W zakresie kompatybilności elektromagnetycznej deklarowanie zgodności tylko i wyłącznie z normą PN-EN 45501 jest niewystarczające. Norma ta obejmuje tylko badanie odporności wag. Nie obejmuje badania emisji.

W związku z tym należy wykonywać dodatkowe badania potwierdzające w pełni, że waga jest kompatybilna np. zgodnie z normą PN-EN 61326-1. Wówczas istnieje podstawa prawna dla oznaczenia wagi znakiem CE oraz M dla wag legalizowanych. Takie badania wykonuje Laboratorium Elektryczne RADWAG.

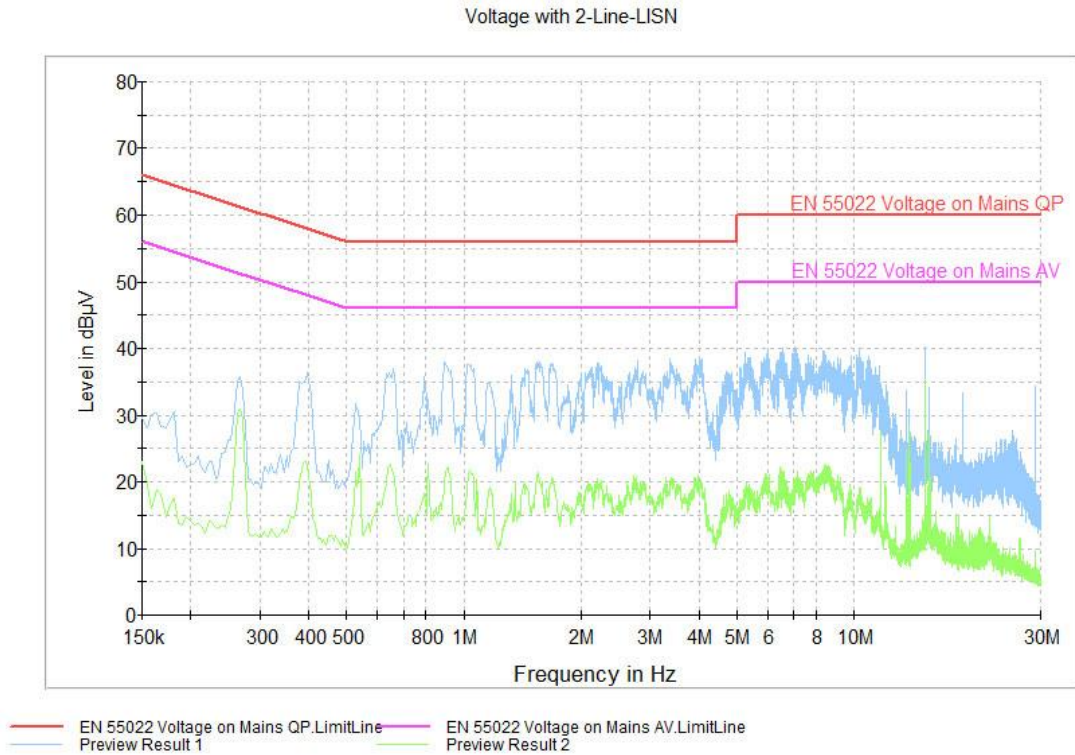


Badanie odporności wagi w komorze GTEM.

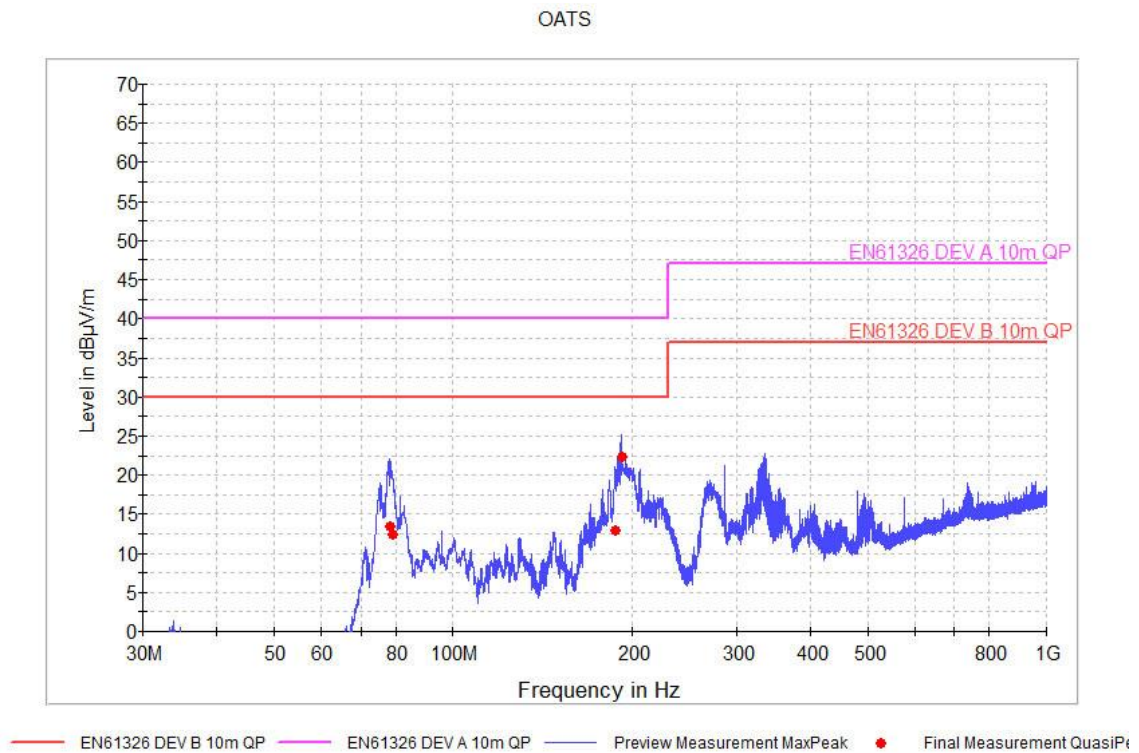


Badanie odporności wagi na zakłócenia.

Badanie emisji przewodzonej dla wagi AS 310/C/2:



Badanie emisji promieniowania wagi AS 310/C/2:



Mając wyposażenie oraz wykwalifikowany personel, RADWAG bada również ten parametr w wagach swojej produkcji. Otrzymane wyniki są wykorzystywane również dla doskonalenia konstrukcji elektronicznej wag.

14. Półautomatyczne procedury kontroli wag

Pozyskiwanie danych pomiarowych w przypadku wag elektronicznych wymaga ingerencji operatora. Systemy automatyczne nie są powszechne, zapewne ze względu na stopień skomplikowania, koszty, metodę pobierania próbki itp. Podobnie jest w przypadku badania wagi: musimy coś zaplanować, przygotować wzorce. O ile w przypadku próbek jesteśmy w sytuacji patowej, to dla kontroli wag mamy pewną alternatywę. Możemy wykorzystać mechanizm wewnętrznej adiustacji wagi w celach kontrolnych. Takie rozwiązanie programowe ma większość wag produkcji RADWAG.

14.1. GLP Report

Zadaniem tej funkcji jest automatyczne określenie powtarzalności wskazań wagi w rzeczywistych warunkach użytkowania. Powtarzalność jest wyznaczana z serii 10 powtórzeń ważenia wewnętrznej masy adiustacyjnej.

W trakcie tej procedury uzyskujemy dodatkowo informację, jaka jest odchyłka masy maksymalnej od wartości oczekiwanej (prawdziwej). Jest to tym samym maksymalny błąd wskazania dla tej masy. Powtarzalność liczymy według zależności:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (85)$$

gdzie: s – odchylenie standardowe
 x_i – kolejny pomiar
 \bar{x} – średnia arytmetyczna z serii pomiarów
 n – liczba powtórzeń w serii pomiarów

Zadaniem operatora jest uruchomienie funkcji, która dalej przebiega w całości automatycznie. Wynik końcowy jest eksponowany na wyświetlaczu wagi z możliwością wydruku (raport) lub exportu do pamięci zewnętrznej poprzez port USB.

Przykład raportu dla wagi AS 220 3.Y (4Y) pokazany jest w dalszej części opracowania. W raporcie można wyróżnić trzy obszary:

- pierwszy to dane identyfikacyjne wagi oraz czas wykonania testu. Informacją jednoznacznie identyfikującą wagę jest jej numer fabryczny
- drugi obszar zawiera informacje dotyczące warunków środowiskowych wykonywania testu oraz istotnych parametrów wagi
- trzeci pokazuje wyniki z wykonanego testu, analiza tych danych umożliwi ocenę stabilności wagi w czasie (poprzez obserwację zmian powtarzalności) oraz jej odchyłkę wskazań od wartości maksymalnej.

----- Autotest GLP Report -----	
Typ wagi	MYA 3Y
ID wagi	432134
Użytkownik	Admin
Wersja aplikacji	L1.4.15 K
Data	2015.07.30
Czas	13:42:13

Liczba pomiarów	10
Działka wagi	0.000001 g
Masa odważnika wewnętrznego	17.673852 g
Filtr	Wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Temperatura: Start	23.99 °C
Temperatura: Stop	23.96 °C
Wilgotność: Start	58 %
Wilgotność: Stop	58 %

Odchyłka dla Max	0.000004 g
Powtarzalność	0.0000017 g

Przykład raportu GLP dla mikrowagi

Wszystkie wykonane testy są przechowywane w pamięci wagi. Ich wyniki można porównywać między sobą obserwując stabilność powtarzalności w czasie. Jest to jeden z ważniejszych parametrów każdej wagi.

14.2. Autotest Filtr

Większość współczesnych wag posiada całą gamę filtrów i innych pomocniczych ustawień, pozwalających optymalizować działanie wagi względem warunków użytkowania. Efektywne wykorzystanie tych możliwości wymaga jednakże pewnej wiedzy i sporej ilości testów praktycznych. Z tego też powodu znaczna część użytkowników nie jest w stanie zastosować tych mechanizmów w praktyce. Pomocne w tym przypadku jest wsparcie techniczne ze strony producenta. Efektem tych działań jest funkcja diagnostyczna Autotest Filtr, która jest dostępna w wagach serii „Y”.

Zasada działania tej funkcji polega na **automatycznym** badaniu powtarzalności wskazań oraz określeniu czasu pomiaru dla wszystkich możliwych kombinacji ustawień: *filtr* → *zatwierdzenie wyniku*. Użytkownik ma do dyspozycji 5 poziomów filtrowania oraz 3 poziomy dla zatwierdzenia wyniku. Jak widać, założenie, że całe badanie można wykonać ręcznie, jest raczej błędne, choćby ze względu na czasochłonność. W czasie badania posługujemy się mechanizmem automatycznego nakładania wewnętrznej masy adiustacyjnej.

Czas ważenia liczony jest jako wartość średnia z 10 pomiarów ważenia wewnętrznej masy. Ten parametr jest pewnym przybliżeniem czasu rzeczywistego, ponieważ algorytm liczenia czasu jako początek pomiaru przyjmuje moment wygenerowania komendy „położ odważnik”. Koniec pomiaru jest to stan stabilny, osiągany zgodnie z ustawionymi kryteriami (menu użytkownika).

Wyznaczony czas pomiaru jest pewnym przybliżeniem tego, jak szybko pomiar może być wykonany ze względu na to, że:

- pomiary wykonywane są automatycznie masą zabudowaną wewnątrz wagi, toteż warunki nakładania są praktycznie 100% powtarzalne, w rzeczywistości taką zgodność trudno uzyskać – mogą występować udary na pomost wagowy;
- w praktyce pomiar masy dotyczy obiektów takich, jak kolby, zlewki, naczynia wagowe itp. o różnych wielkościach, więc możliwy jest wpływ czynników zewnętrznych.

Analizując wyniki z raportu, można wybrać optymalne ustawienie dla danego środowiska pracy wagi, uwzględniając czas trwania pomiaru lub wyznaczoną powtarzalność.

Po zakończeniu procedury na wyświetlaczu pokazane jest zestawienie, zawierające wyniki dla wszystkich testowanych ustawień. Znaczniki pokazują te ustawienia, które cechuje:



a. najkrótszy czas pomiaru



b. najlepsza powtarzalność



c. optymalne ustawienie dla czasu i powtarzalności

Autotest Filtr		
8	Szybki Szybko	0.00007 g 1.688 s
9	Szybki Szybko i dokładnie	0.00007 g 2.255 s
10	Szybki Dokładnie	0.00007 g 2.760 s
11	Średni Szybko	0.00007 g 1.894 s
12	Średni Szybko i dokładnie	0.00004 g 2.423 s
13	Średni Dokładnie	0.00005 g 2.752 s
14	Wolny Szybko	0.00006 g 2.533 s

Autotest Filtr		
1	Filtr	Średni
2	Zatwierdzenie	Szybko i dokładnie
3	Powtarzalność	0.00004 g
4	Czas	2.423 s
5	Aktywuj	2015.07.30 15:04:57

Wybierając dowolną pozycję, można wyświetlić dokładne informacje dotyczące testowanego ustawienia. Opcja „aktywuj” pozwala zastosować wybrane ustawienie dla pomiarów. Będzie ono ustawieniem domyślnym. Wyniki z całego testu można wydrukować (przesłać) celem archiwizacji lub monitoringu parametrów wagi w czasie. Raport z wykonanego badania jest dość obszerny, więc w publikacji pokazano tylko jego fragment.

----- Autotest FILTR Raport -----

Typ wagi	XA 4Y
ID wagi	876573
Użytkownik	Admin
Wersja aplikacji	L1.4.15 K
Data	2015.07.30
Czas	15:04:57

Działka wagi	0.0001 g
Masa odważnika wewnętrz.	209.65432 g
Temperatura: Start	24.27 °C
Temperatura: Stop	24.39 °C
Wilgotność: Start	63 %
Wilgotność: Stop	64 %

Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.00007 g
Czas stabilizacji	1.688 s

Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.00007 g
Czas stabilizacji	2.255 s

Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.00007 g
Czas stabilizacji	2.760 s

Filtr	Średni
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.00007 g
Czas stabilizacji	1.894 s

Filtr	Średni
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.00004 g
Czas stabilizacji	2.423 s

Filtr	Wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.00006 g
Czas stabilizacji	2.533 s

.....

Przykład raportu z funkcji Autotest Filtr (waga XA 4Y, d= 0,1 mg)

15. Ważenie różnicowe w praktyce

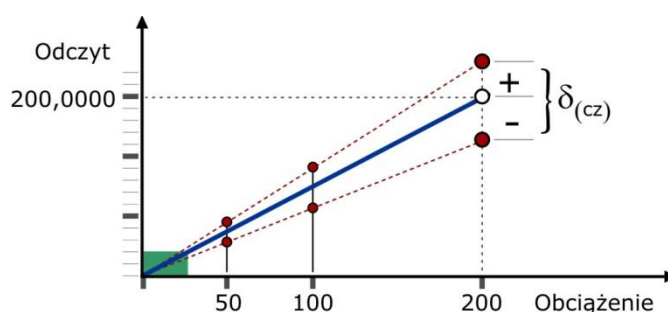
Idea ważenia różnicowego jest znana od szeregu lat. Potocznie temat ujmując, sprowadza się ona do określenia masy tego samego obiektu przynajmniej dwukrotnie. Podczas takiej kontroli badana jest stabilność próbki w czasie lub zmienność jej masy po zalecanych procesach. Może to być ogrzewanie, spalanie, absorpcja zanieczyszczeń itp. Opisując taki proces w kontekście zagadnień metrologicznych, należy zastanowić się, co wpływa na dokładność pomiaru. Procesy, jakim podlega próbka, są zupełnie innym zagadnieniem i nie będą tu rozpatrywane.

Odpowiedź na pytanie, jakie czynniki wpływają na dokładność podczas ważenia różnicowego ma kilka wariantów. Wynikają one głównie z wielkości analizowanych próbek. Żeby nie komplikować tematu, ograniczymy się do dwóch wielkości: próbka o bardzo małej masie oraz próbka o bardzo dużej masie (względem obciążenia maksymalnego wagi oczywiście).

15.1. Ważenie różnicowe małych mas

Wiemy z poprzednich rozdziałów, że podczas pomiaru małych mas jedynym istotnym parametrem wagi jest powtarzalność wskazań. Jest to wynikiem tego, że wykorzystujemy początek zakresu pomiarowego. To, jak dokładnie możemy określić masę, będzie efektem tylko powtarzalności wskazań – im lepsza, tym dokładniej.

Zazwyczaj, gdy coś zważymy, a następnie zdejmujemy z szalki, to waga wskazuje stan zera [0.0000]. Kolejny pomiar rozpoczyna się od tzw. „dokładnego zera” i można oczekiwać wyniku obarczonego tylko błędem powtarzalności (określonej dla małych mas). Nie jest tajemnicą dla metrologów, że o dokładności wagi decyduje również czułość wagi. Jak zostanie położony „dokładny” wzorzec masy np. 5 g to, wskazanie wagi również powinno wynosić 5,00000 g. Oczywiście, czułość jest regulowana poprzez adiustację wewnętrzną wagi – zazwyczaj w obszarze około 50 % - 75 % obciążenia maksymalnego wagi. Ponieważ jest to zależność liniowa, to niewielkie odchylenia w górnym zakresie ważenia nie mają znaczenia, wówczas gdy masa próbki jest bardzo mała (pole zielone). Pokazuje to poniższy schemat.



Rys. 70. Odchyłka czułości dla próbek o małych masach.

Komentarz:

Kontrola czułości wagi poprzez postawienie wzorca masy zbliżonego do masy badanej próbki nie jest pozbawiona sensu. Wszystko zależy od tego, jak dokładnie należy zważyć próbkę. Pomimo systemów automatycznej adiustacji, waga może wykazywać pewne niewielkie zmiany czułości. Kontrola wzorcem pozwala je wychwycić. Pamiętać należy o tym, że podczas ważenia wzorca masy występuje również błąd pochodzący od rozrzut wskazań. Należy go uwzględnić.

Czynnikiem, który może wpływać negatywnie na dokładność pomiaru, może być dryft wskazania zerowego. Zazwyczaj wynika on z nieprawidłowych warunków użytkowania wagi (zmienna temperatura, wilgotność, ruch powietrza). Może on być również efektem oddziaływań, jakim poddano próbkę. Tam, gdzie bada się odporność na ścieranie, pocieramy ze sobą dwa ciała (metoda Schoppera-Schlobacha, Taber-Abraser), więc problem z elektrostatycznością próbki jest nieunikniony.

Czasami elementy wykorzystywane w procesie ważenia posiadają niezrównoważony ładunek statyczny. Objawia się to znacznym rozrzutem wskazań. Oznaczenie ubytku (przyrostu) masy w zasadzie nie ma sensu. Przykładem ważenia różnicowego małych mas jest oznaczenie frakcji PM 10 pyłu zawieszonego, badanie ścieralności, procesy utleniania powierzchni itp.

15.2. Ważenie różnicowe dużych mas

Określenie dokładności takiego procesu wymaga nieco więcej pracy, ponieważ interesuje nas praktycznie cały zakres pomiarowy wagi. Potrzebna jest nam wiedza na temat powtarzalności wskazań, liniowości oraz stabilności czułości w czasie (ważymy próbkę w pewnych odstępach czasu). Jak sprawdzać powtarzalność czy liniowość, wspomniano wcześniej. W kwestii stabilności czułości wiadomo, że wszelkie dryfty są eliminowane przez adiustację wagi. Możemy zatem przyjąć poniższy przebieg czynności

- przed pierwszym ważeniem próbki wykonujemy adiustację;
- po adiustacji sprawdzamy wskazanie wagi wzorcem zbliżonym do masy próbki;
- ważymy próbkę;
- wykonujemy wszystkie czynności związane z próbką;
- stabilizujemy próbkę do temperatury otoczenia (jeżeli ma inną temperaturę);
- przed kolejnym ważeniem wykonujemy adiustację wagi i po adiustacji sprawdzamy wzorcem zbliżonym do masy próbki, jakie jest wskazanie wagi;
- ważymy próbkę.

Takie postępowanie gwarantuje, że każdy kolejny pomiar analizowanej próbki nie będzie obciążony błędem wynikającym ze zmian czułości wagi. Jest to zasadne przy założeniu, że masa próbki jest dość znaczna (zawiera się pomiędzy $\frac{1}{2}$ Max i Max wagi).

15.3. Ważenie różnicowe – rejestracja masy próbki

Dla przypadków jednostkowych najprostszym i zarazem skutecznym rozwiązaniem jest ręczny zapis wyniku ważenia. W zasadzie nie ma możliwości pomyłki czy zamiany próbek. Dla wielokrotnych pomiarów masy tej samej próbki rejestracja wyników jest dość istotnym zagadnieniem. Gdy proces dotyczy wielu próbek zgrupowanych w serie, pobieranych codziennie, zaczyna się problem. Dotyczy on zarówno czasu ważenia, jak i identyfikacji. Co do czasu ważenia, to można mówić o optymalizacji konstrukcji wagi do pewnych zastosowań oraz dopasowaniu jej parametrów. Identyfikacja próbki to już konkretne rozwiązania programowe, takie jakie oferują wagi serii .3Y (4Y). Użytkownik ma możliwość:

- zdefiniować serię, z których każda może zawierać wiele próbek;
- zdefiniować próbkę poprzez nazwę alfanumeryczną;
- wybrać metodę stosowaną przy ważeniu różnicowym (netto/brutto);
- dla każdej z próbek wyznaczyć tarę, masę początkową oraz wykonać do pięciu kolejnych ważeń dla masy końcowej;
- wydrukować lub eksportować do pamięci zewnętrznej dane dotyczące serii.

W pierwszej kolejności należy wprowadzić serię do bazy danych programu, następnie zdefiniować próbki w serii, a następnie przywołać daną serię do realizacji. Tworzenie serii jest możliwe z poziomu baz danych.

Struktura programowa funkcji „ważenie różnicowe” wykorzystuje bazy danych, gdzie definiuje się zarówno serie, jak i kolejne próbki. Przed ważeniem należy tylko przywołać konkretną serię oraz próbkę i wykonać ważenie. Przed drugim pomiarem wybieramy ponownie serię i próbkę. Po jej zważeniu otrzymamy wynik różnicowy. Zostanie on automatycznie zarejestrowany w bazie danych.

BAZA DANYCH - DEFINIOWANIE SERIE / PRÓBKI	
APLIKACJA - WAŻENIE RÓŻNICOWE WYBÓR: SERII / PRÓBKI	
.....	
METODA: Netto / Brutto	
.....	
Określenie masy początkowej	
	Masa tary Masa próbki [A]
.....	
PROCESY ZWIĄZANE Z PRÓBKĄ: M1 - M5	
.....	
Określenie masy końcowej	
WYBÓR	
Serii - Próbki	
Masa próbki [B] 	
ARCHIWIZACJA: Export / Wydruk	

Rys. 71. Struktura aplikacji ważenie różnicowe.

Wydruk informacji związanych z ważeniem różnicowym może być dość rozbudowany. To, jakie pola będzie zawierał, wybiera się, deklarując zawartość dla wydruku standardowego, związanego z tą funkcją. Wydruk dla próbki może zawierać pola: nazwa próbki, numer próbki, status, tara, temperatura, wilgotność, ciśnienie, wydruk niestandardowy. Ważenie A zawiera pola takie, jak: data, czas, status dla poziomowania, magazyn, towar, opakowanie, zmienna uniwersalna 1...5, netto, tara, wydruk niestandardowy. Ważenie B może zawierać takie same pola, jak dla ważenia A oraz dodatkowo: interwał, różnica [BA], różnica [%], reszta [%]. Przykład wydruku dla różnych faz procesu pokazano poniżej.

----- Seria: filtry 25 -----		A
Liczba próbek	5	
Próbka	F-1	B
Status	Ważenie A	
Ważenie A		
Data	2013.08.13	
Czas	12:22:25	
Netto	0.0543 g	
Próbka	F-4	C
Status	Tara	
Próbka	F-5	D
Status	Ważenie B	
Ważenie A		
Data	2013.08.13	
Czas	14:13:41	
Netto	0.19648 g	
Ważenie B: 1/1		
Data	2013.08.13	
Czas	14:15:32	
Netto	0.26732 g	
Interwał	0 d/ 1 h/12 m	
Różnica	0.07084 g	
Różnica %	36.05456 %	
Reszta %	136.0546 %	
Podpis		E

- Sekcja A nazwa serii (zawiera 5 próbek);
 Sekcja B przykład próbki, dla której wykonano tylko ważenia A, określono masę początkową;
 Sekcja C próbka, dla której nie wykonano dotychczas żadnych pomiarów;
 Sekcja D próbka, dla której wykonano cykl ważenia różnicowego, ważenia [A] oraz [B] (podano czas pomiędzy ważeniami oraz obliczono różnicę oraz resztę);
 Sekcja E miejsce na podpis operatora.

16. Zgodność z wymaganiami

Obszary, w jakich stosujemy wagi, są zróżnicowane pod względem geograficznym, jak i branżowym (farmacja, petrochemia, ochrona środowiska itp.). W każdym z tych obszarów obowiązują pewne wymagania, które z jednej strony determinują konstrukcję wag, a z drugiej określają graniczne wartości dla jej parametrów metrologicznych.

16.1. Metrologia prawna w praktyce

Wymagania prawne, jakie wynikają z przepisów, zaleceń OIML oraz grup roboczych WELMEC, są powszechne, głównie dzięki temu, że organizacja ta ma zasięg globalny. Metody oraz procedury, jakie promuje, są więc znane dla większości użytkowników, którzy wykorzystują je podczas swoich testów. Konsekwencją metod i pomiarów jest konieczność zdefiniowania wartości granicznych (MPE) dla wykonanych pomiarów. Wartości progowe odnoszą się zawsze do działki legalizacyjnej e , uwzględniając stosowane obciążenie m . Przykład dla wag klasy dokładności I:

MPE	Obciążenie
▪ 0,5 e	$0 e \leq m \leq 50\,000 e$
▪ 1 e	$50\,000 e < m \leq 200\,000 e$
▪ 1,5e	$200\,000 e < m$

Stwierdzenie, że waga spełnia wymagania prawne jest jednoznaczne z tym, że jej błędy pomiaru podczas kontroli nie były większe niż wartości graniczne. Bardzo ogólne stwierdzenie, które w zasadzie niewiele wnosi do oceny dokładności jakiegokolwiek systemu pomiarowego. Mając na uwadze, że najmniejsza możliwa działka legalizacyjna wynosi 1 mg, a działki odczytowe wag oraz wartości graniczne MPE mają wartości jak niżej:

- | | |
|-----------------|---------------------------------|
| ▪ $d=0,1$ mg | MPE = 5 d |
| ▪ $d=0,01$ mg | MPE = 50 d |
| ▪ $d=0,001$ mg | MPE = 500 d (mikrowaga) |
| ▪ $d=0,0001$ mg | MPE = 5 000 d (ultra-mikrowaga) |

to stwierdzenie, że odchylenie wskazania wagi nie jest większe niż MPE jest mało znaczącą informacją. Z tego też powodu większość użytkowników, którzy muszą użytkować wagi zgodnie z wymaganiami prawnymi, wykonuje procedurę wzorcowania. Wówczas dopiero mają wiedzę, jakie błędy cechują wagę. Można zatem powiedzieć, że wymagania metrologii prawnej nie mają zastosowania dla wag o znacznych rozdzielczościach. Wykorzystuje się natomiast metodykę testów, jakie zawiera metrologia prawna.

16.2. GMP - metrologia przemysłowa

W zakresie metodyki metrologia przemysłowa wykorzystuje te schematy, jakimi posługuje się metrologia prawna. Istotna różnica względem metrologii prawnej polega na zdefiniowaniu wymaganej dokładności pomiaru, a następnie na sprawdzeniu, czy to wymaganie jest spełnione. Widoczne są tu dwa problemy.

Pierwszy – z określeniem tego, jak dokładnie pomiar ma być wykonany, czyli jaka może być największa odchyłka względem wartości rzeczywistej. Warto przypomnieć, że ten parametr w pewnych przypadkach można wyznaczyć tylko poprzez badanie wzorcem masy. Test dotyczący centryczności lub powtarzalności można wykonać praktycznie dowolnym obiektem, którego masa jest stała w czasie.

Drugi problem dotyczy metodyki testów, czyli opracowania takiego zestawu, który:

- jest adekwatny do zakresu wykonywanych ważeń, czyli zawiera tylko te testy, które są konieczne. Na tę kwestię zwracają uwagę dokumenty dotyczące Analizy Ryzyka - poziom wysiłku, formalności i dokumentacji procesu QRM powinien być współmierny do poziomu ryzyka i oparty na naukowej wiedzy,
- jest szybki i prosty, sprawdzenie wagi nie powinno zakłócać cyklu pracy,
- zawiera kluczowe informacje, na podstawie których można podjąć decyzję o dalszym wykorzystaniu wagi, jej regulacji lub wykluczeniu.

Znaczną pomocą w interpretacji wyników testów jest wyznaczenie tzw. Limitów Ostrzegawczych i Limitów Krytycznych.

16.3. Farmacja

Specyficzne wymagania tego obszaru wynikają głównie z tego, że urządzenia pomiarowe, w tym wagi, są jednym z elementów wykorzystywanych w procesie produkcji leków. Tym samym mogą mieć wpływ na jakość leku, a co za tym idzie – na zdrowie pacjenta. Poza przepisami prawnymi obowiązującymi na danym obszarze, farmacja stosuje zalecenia zawarte w tzw. farmakopeach. Są to dokumenty o zasięgu kontynentalnym np. farmakopea amerykańska, japońska, europejska, rosyjska itp. Największe znaczenie ma farmakopea amerykańska.

Wymagania dotyczące wag zawarte są w dwóch rozdziałach, <General Chapters, Apparatus for Tests and Assays <41 *BALANCES*> oraz <General Information, <1251 *WEIGHING ON AN ANALYTICAL BALANCE*. Przy czym rozdział 41 zawiera wymagania dla powtarzalności oraz dokładności wag w postaci:

Repeatability is satisfactory if two times the standard deviation of the weighed value, divided by the nominal value of the weight used, does not exceed 0.10%. If the standard deviation obtained is less than $0.41d$, where d is the scale interval, replace this standard deviation with $0.41d$

The accuracy of a balance is satisfactory if its weighing value, when tested with a suitable weight(s), is within 0.10% of the test weight value. A test weight is suitable if it has a mass between 5% and 100% of the balance's capacity

Rozdział 1251 nie jest obligatoryjny, zawiera wyjaśnienia i definicje tych terminów, które są istotne dla wag elektronicznych:

- czułość,
- dokładność,
- liniowość,
- centryczność.

Wykazanie zgodności z wymaganiami farmacji oznacza więc KONIECZNOŚĆ spełnienia wymagań zawartych w rozdziale 41 – głównie w zakresie powtarzalności wskazań. Jak wiadomo, jest to najważniejszy z parametrów wagi, decydujący o dokładności pomiarowej. W kontekście mikrowag ten parametr (powtarzalność) jest wykorzystywany do wyznaczenia MSW.

JAK WYZNACZYĆ WARTOŚĆ MASY MINIMALNEJ ?

Jeżeli wartość tzw. masy minimalnej ma być wyznaczona, należy:

- a. Wykonać serię 10 powtórzeń za pomocą wzorca masy.
- b. Masa wzorca, którym test będzie wykonany, powinna być znacznie większa niż oczekiwana wartość MSW (USP 1251).
- c. Z otrzymanych wyników należy wyliczyć odchylenie standardowe.
- d. Wartość MSW wyliczamy, mnożąc odchylenie standardowe przez stałą wartość 2000.

$$\text{MSW} = 2000 \text{ sd}$$

- e. Wartość MSW jest zależna tylko od powtarzalności wskazań, natomiast wartość powtarzalności jest zależna od ustawień wagi (optymalizacja) oraz warunków wykonywania testu.



KOMENTARZ

Z powyższych punktów jasno wynika, że osiągnięcie jak najmniejszej wartości MSW wymaga zapewnienia dobrych warunków pracy. Im większa rozdzielczość wagi, tym większe wymagania co do stabilności środowiska pracy.

Poza aspektem metrologicznym są jeszcze wymagania funkcjonalne, związane z użytkowaniem i bezpieczeństwem wag. Te zagadnienia obejmują np.:

- kilkupoziomowy system uprawnień,
- mechanizm logowania się użytkowników,
- rejestr zmian w ustawieniach itp.

Szczegółowe wymagania zawierają dokumenty np. 21 CFR Parts 11.

16.4. Ochrona środowiska

Użytkowanie wag w procesach związanych z ochroną środowiska wymaga zgodności z wymaganiami prawnymi, jakie obowiązują na danym obszarze oraz wymaganiami normatywnymi. Jak wcześniej pokazano, wymagania prawne zawierają dość duże wartości MPE, więc metrologicznie większość wag spełnia je z dużym zapasem. Konsekwencją proceduralną tego jest niestety konieczność okresowej weryfikacji wag przez podmiot do tego celu uprawniony.

Wymagania normatywne, jakie obowiązują w ochronie środowiska, zawsze określają wagę poprzez podanie jej działki elementarnej. W zasadzie innych wymagań nie ma. Ocena tego, jak bardzo parametry metrologiczne wagi wpływają na wynik ważenia próbki, powinna być wykonana przez użytkownika.

17. Cechy użytkowe współczesnych wag elektronicznych

Współczesne urządzenia pomiarowe, poza dobrymi parametrami metrologicznymi, muszą dysponować odpowiednimi rozwiązaniami ergonomicznymi oraz programowymi. Zakres i kierunek tych rozwiązań zawsze wynika z potrzeb rynku. Uwagi i wymagania świadomych użytkowników stanowią duży wkład w rozwój współczesnych wag wysokiej rozdzielczości.

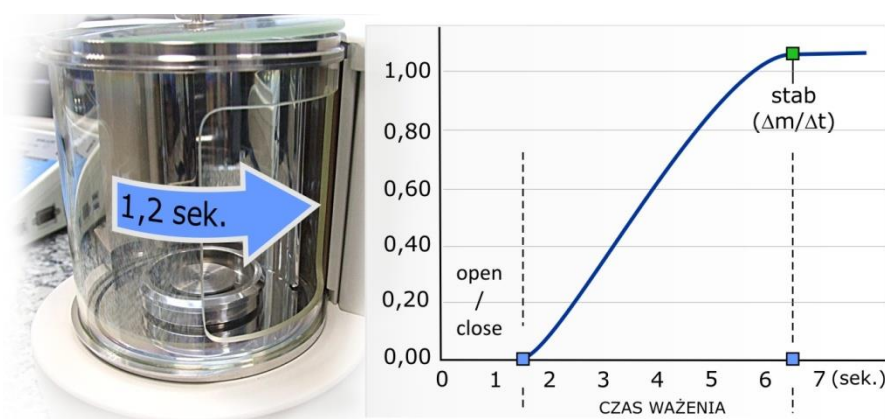
17.1. Szybkość

Szybkość, jako parametr wag elektronicznych, dotyczy zazwyczaj czasu pomiaru, czyli czasu, w jakim masa próbki może być wyznaczona. Tu istnieje dość spore pole do różnorodnych interpretacji tego parametru. Pojawiają się również takie definicje:

Czas pomiaru jest to czas, po jakim wynik ważenia próbki znajduje się w założonej tolerancji ważenia.

Oczywiście ten czas jest bardzo krótki, np. 2 – 3 sekundy, ale rzeczywisty czas ważenia, czyli uzyskania wyniku stabilnego, to zazwyczaj 6 – 7 sekund. Analizując dane katalogowe wag, należy zdecydowanie odróżniać treści marketingowe od rzeczywistych możliwości technicznych urządzenia.

W przypadku ultra-mikrowag, mikrowag oraz wag z automatycznie otwieranymi szybami na czas pomiaru składają się dwa cykle. Pierwszy to dostęp do komory ważenia, drugi to ważenie. Czas otwarcia i zamknięcia komory ważenia wynosi około 1,2 sekundy. Operacje umieszczenia ładunku na szalce są trudne do oszacowania, więc nie będą oceniane. Rzeczywisty czas ważenia nie jest zależny od masy próbki i wynosi około 5 sekund.



Rys. 72. Czas ważenia dla typowej próbki.



KOMENTARZ

Pomiar lub odmierzenie pewnej części próbki z rozdzielczością co najmniej 20 milionów powinno się raczej rozpatrywać w kontekście wymaganej dokładności np. 3/20 mln niż szybkości pomiaru. Ta kwestia jest czytelna dla większości świadomych użytkowników.

W procesach, w których wymagana jest bardzo dobra dokładność, czasami świadomie wydłuża się czas pomiaru.

17.2. Praca bezdotykowa

Specyfika miejsca pracy lub wymagana metodyka badania może ograniczać zdolności manualne operatora (skafandry, rękawice itp.). W tych przypadkach doskonale sprawdzają się czujniki podczerwieni, w jakie wyposażone są mikrowagi i ultra-mikrowagi produkcji RADWAG. Za pomocą tych sensorów można realizować wydruk, tarowanie, otwieranie i zamykanie komory ważenia, wybór nazwy próbki do ważenia itp. Regulowana moc działania czujników pozwala optymalizować obszar ich aktywności.



Rys. 73. Czujniki zbliżeniowe mikrowagi.

17.3. Praca bezprzewodowa

W większości wag o modułowej budowie stosuje się połączenia kablowe pomiędzy elementami konstrukcyjnymi. Jest to najprostsze rozwiązanie, które nie zawsze jest zadowalające. W pewnych przypadkach wymagany jest dostęp do komory ważenia z dwóch stron, co wymaga oddalenia miernika. Niezmienna odległość tych elementów jest dużym ograniczeniem. W wagach RADWAG wykorzystano połączenie Bluetooth pomiędzy miernikiem a modułem wagowym, teraz można umieszczać miernik w dowolnej odległości (nawet 10 m). Jest to wygodne rozwiązanie, gdy umieszcza się wagę w dygestorium lub komorze typu Glove Box. Akumulatory wewnętrzne zainstalowane w panelu wystarczają na 8 godzin ciągłej pracy.

17.4. Bezpieczeństwo

Zazwyczaj podczas walidacji następuje proces optymalizacji parametrów wagi, czyli dobór takich ustawień, dla których uzyskuje się odpowiednią dokładność ważenia. Te parametry powinny być stosowane przez cały czas użytkowania wagi. Ich zabezpieczenie przed nieokreśloną zmianą jest realizowane poprzez kilkupoziomowy system dostępu. Każdy z operatorów ma przydzielone pewne możliwości w zakresie obsługi wagi, tzn. możliwości ważenia, drukowania, zapisywania informacji itp. Każdy przed rozpoczęciem pracy powinien zalogować się własnym hasłem, a po zakończeniu pracy wylogować się. Trzeba pamiętać o tym, że wszystkie pomiary są rejestrowane w tzw. pamięci ALIBI z jednoczesnym zapisem daty, czasu nazwy operatora itp. Bezpieczeństwo oparte na 4-poziomym systemie haseł to:

- a. Ergonomia (wykonujemy tylko te czynności, które są wymagane, oszczędność czasu).
- b. Stabilność parametrów wagi, decydujących o jej dokładności (gwarancja dokładności, niezależnie od tego, kto wykonuje ważenie).

17.5. Personalizacja

Personalizacja to nic innego jak dopasowanie sposobu działania wagi do własnych potrzeb. Zakres tej modyfikacji jest zależny od możliwości programowych wagi. Mikrowagi oraz inne wagi, jakie produkuje RADWAG, mają szereg możliwości - idea personalizacji koncentruje się na użytkowniku poprzez takie elementy, jak:

- a. Hasło dostępu.
- b. Poziom uprawnień.
- c. Wybór wersji językowej interfejsu wagi.
- d. Numer karty RIF.
- e. Możliwość tworzenia własnego środowiska pracy.

Należy stworzyć własny profil związany z aplikacją, która jest wykorzystywana.

Zaprogramowane mogą być:

- parametry związane ze stabilnością wyniku - menu „odczyt”,
- informacje, jakie są wyświetlane w polu INFO,
- przyciski SZYBKIEGO dostępu,
- domyślny profil, który będzie zawsze uruchamiany po zalogowaniu się,
- typ wydruku, jaki jest wymagany.

17.6. Wielofunkcyjne środowisko pracy

Moduł wagowy każdej wagi musi zapewniać dokładność w zakresie pomiarów masy. Jest to gwarantowane poprzez wewnętrzne układy adiustacyjne, tak jak w mikrowagach produkcji RADWAG. Realizowany pomiar można nadzorować poprzez tzw. aplikacje wagowe. Można je podzielić na dwie główne grupy. Pierwsza zawiera te, które są związane z realizacją ważenia, czyli:

- a. Dozowanie.
- b. Doważanie.
- c. Liczenie detali.
- d. Kontrola % masy próbki.
- e. Receptury.
- f. Wyznaczanie gęstości.

Druga grupa to aplikacje, takie jak Statystyka, SQC, Bazy danych, których zadaniem jest przetwarzanie już zebranych informacji. Możliwość jednoczesnej pracy kilku aplikacji tworzy multifunkcjonalne środowisko, w którym można realizować nawet dość skomplikowane projekty.

17.7. Wsparcie techniczne – moduł media

Interfejs użytkownika, wykorzystujący panel dotykowy, wydaje się prosty i czytelny. Dopiero wówczas, gdy zagłębiamy się w szczegóły aplikacji, zaczynają się pewne problemy ze zrozumieniem ideologii działania mechanizmów programowych. Sięganie po instrukcje obsługi zapewne rozwiązałoby szereg wątpliwości, ale jest prostsza metoda. RADWAG w swoich wagach udostępnił tzw. moduł MEDIA. Zawiera on filmy instruktażowe dotyczące różnych obszarów stosowania wagi.

18. SOP dla pomiarów masy

Okresowe testy metrologiczne dla wag elektronicznych wymagają znajomości choćby w stopniu podstawowym zagadnień dotyczących **WAGI** (możliwości funkcjonalne w zakresie ustawień mających wpływ na obserwowany wynik ważenia), **WZORCÓW MASY** (wymagania odnośnie dokładności oraz zakresu wykorzystania podczas badań metrologicznych), **METODYKI** (zasady wykonywania testów), **WYMAGAŃ** (jakie są tolerancje dla testów metrologicznych, z czego one wynikają) oraz **WARUNKÓW ŚRODOWISKOWYCH** (wpływ warunków sprawdzania na wynik pomiaru).

18.1. Waga

Każdy typ wagi ma własne ustawienia w zakresie tzw. filtrów, które w pewnym stopniu decydują o tym, jaki wynik otrzymamy. Fabrycznie wartości filtrów są tak dobrane, żeby otrzymywać dokładne wyniki w typowych warunkach laboratoryjnych. Podczas testów zazwyczaj nie ma potrzeby zmienić nastaw fabrycznych. Wyjątkiem jest sytuacja, gdy warunki zewnętrzne nie są optymalne. Wówczas, zmieniając nastawy, poszukuje się najlepszej dokładności lub szybkości działania.

- a. Stabilność termiczna wagi – wymagana jest, gdy sprawdzamy wagi z przetwornikiem magnetoelektrycznym. W skrócie: temperatura wagi powinna być taka sama jak temperatura pomieszczenia, w którym waga jest sprawdzana. Taki stan uzyskuje się po pewnym czasie, zwanym czasem aklimatyzacji lub czasem nagrzewania własnego wagi.
- b. Czas aklimatyzacji – jeżeli temperatura wagi jest znacząco różna od temperatury otoczenia, należy wagę załączyć do sieci i odczekać określony czas. Ile wynosi czas aklimatyzacji?
 - zależy od tego, jak duża jest różnica temperatur,
 - zależy od konstrukcji wagi (od wielkość działki elementarnej).W praktyce po załączeniu wagi do sieci testy metrologiczne wykonuje się następnego dnia.

18.2. Wzorce masy

Istnieją pewne zasady posługiwania się wzorcami masy, które w skrócie można przedstawić poniżej.

- Podczas testów należy stosować zewnętrzne wzorce masy, które posiadają aktualne świadectwo wzorcowania. Jest to konieczne dla zachowania spójności pomiarowej.
- Wzorce masy należy zawsze delikatnie ustawiać na szalce, a po użyciu natychmiast umieszczać w miejscu przechowywania.
- Wzorce masy powinny być przechowywane w tym samym pomieszczeniu, w którym będą wykonywane testy. Różnice temperatury pomiędzy wzorcami masy i otoczeniem wagi prowadzą do błędów pomiarowych.
- Wzorce masy, których NIE PRZECHOWYWANO w tej samej temperaturze, wymagają aklimatyzacji, która może trwać kilkanaście godzin (zasadne dla wag z $d < 0,01$ mg).

- Wzorce masy powinny być przenoszone za pomocą odpowiednich narzędzi, takich jak szczypczyki, widełki, uchwyty lub rękawice.

Dokładność wzorców, jakimi waga ma być sprawdzana, powinna uwzględniać wielkość działki odczytowej wagi. Praktycznie:

- Dokładnymi wzorcami można sprawdzić każdą wagę.
- Wzorcami o większych błędach nie można oceniać wag o dużych rozdzielczościach.

Zupełnie inną kwestią jest utrzymanie wzorców. Wiadomo, że podczas intensywnego użytkowania wzorec po prostu ściera się. Tym samym zmiana ulega jego odchyłka. Jeżeli początkowo była ujemna, to z biegiem czasu taki wzorec może stracić swoją klasę, np.

20g (E2) = δ = - 0,06 mg data: 06.2014

20g (E2) = δ = - 0,09 mg data: 06.2015

Błąd po okresie użytkowania jest poza granicami klasy E2. Z tego też powodu warto podczas kontroli używać takich wzorców, jakie są potrzebne, niekoniecznie tych najdokładniejszych.

18.3. Metodyka testów

Podczas testów odbiorczych czy weryfikacji wagi ocenie podlega tylko kilka parametrów. Należy do nich zaliczyć test dokładności (liniowości), rozrzut wskazań oraz centryczności. W odniesieniu do tych trzech testów zostanie dokładnie określona ich specyfika w zakresie:

- a. Czym jest parametr ?
- b. O czym mówi jego wartość w praktyce ?
- c. Jak się go wyznacza ?
- d. Jak definiują go dokumenty normatywne ?
- e. Jakie są możliwości regulacji jego wartości ?

Dokładność wskazań

Pojęcie dokładności wskazań jest dość szerokie i łączy w sobie wszystkie czynniki, które mają wpływ na wynik ważenia. Do tych czynników należy zaliczyć błąd pochodzący od zmian czułości wagi, liniowości, powtarzalności, centryczności. Suma tych elementów może powodować, że wskazanie wagi nie jest dokładne. Mówiąc więc o dokładności wskazań wagi, należy zdefiniować pojęcie czułości, choć ten parametr nie jest zazwyczaj specyfikowany w testach odbiorczych.

18.3.1. Czułość

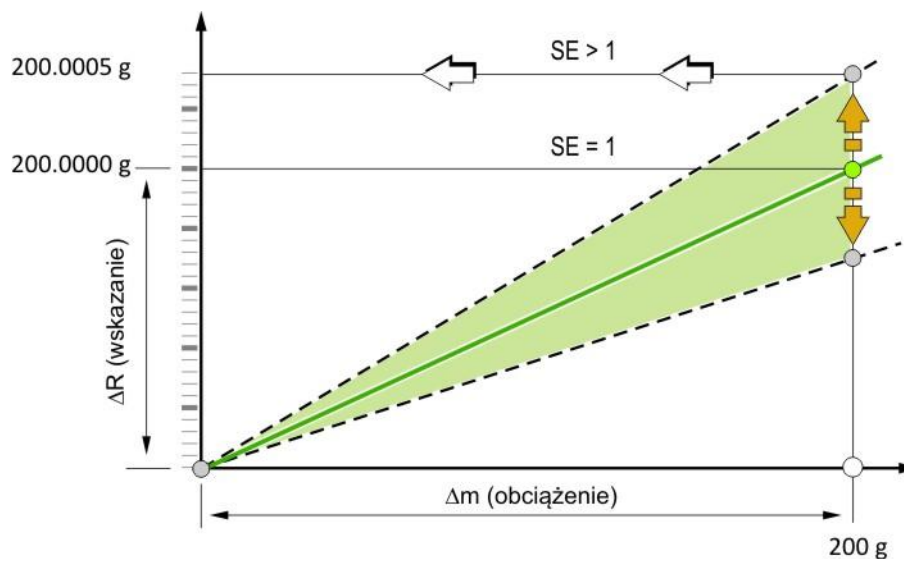
a. CZYM JEST PARAMETR

Czułość jest jednym z najważniejszych parametrów wagi, które decydują o tym, jak dokładnie można wykonać pomiar. W praktyce można ten parametr kojarzyć z operacją skalowania, czyli uczenia wagi tego, jak wskazywać dokładnie.

Definicja czułości

Czułość jest to iloraz zmiany wskazania układu pomiarowego (ΔR) i odpowiadającej jej zmiany wartości wielkości mierzonej (Δm).

$$SE = \frac{\Delta R}{\Delta m}$$



Rys. 74. Czułość – interpretacja graficzna.

Z oceny wykresu wynika, że badanie zmian czułości jest zasadne tylko dla dużych obciążeń, a błąd jest proporcjonalny do masy próbki. Stąd praktyczny wniosek:

Zmiany czułości nie mają ISTOTNEGO wpływu, gdy ważymy małe próbki.

b. PRAKTYCZNE ZNACZENIE CZUŁOŚCI

Wiadomo, że poprawne skalowanie czułości jest pierwszym krokiem do tego, żeby pomiar masy próbki był dokładny. Skalowanie odbywa się zawsze poprzez procedurę adiustacji. W większości wag ten proces odbywa się przy pomocy wbudowanej masy wewnętrznej, czasami – masy zewnętrznej. Po zakończeniu procesu adiustacji otrzymujemy prawie idealną zależność wskazania względem obciążenia. Przykład:

- Testowy wzorzec masy = 200,0007 g (po uwzględnieniu błędu wzorca).
- Wskazanie wagi po postawieniu wzorca = 200,0007 g.
- Czułość wagi jest poprawna.

Należy wyraźnie zaznaczyć, że dla wag laboratoryjnych czułość nie jest stała. W wyniku zmian warunków zewnętrznych oraz upływu czasu, parametr ten wykazuje pewną zmienność. W efekcie tego pomiar masy może być obciążony błędem. Przy założeniu, że nie jest znana dynamika zmian warunków zewnętrznych, to 100 % pewność co do czułości wagi uzyskuje się dopiero po wykonaniu adiustacji.

Tu powstaje pytanie, jak często muszę adiustować wagę?

Odpowiedź jest zależna od kilku czynników, ale po uproszczeniu można ją przedstawić następująco:

WYBÓR Z UWZGLĘDNIENIEM ROZDZIELCZOŚCI

- Jeżeli użytkujesz wagę o małej rozdzielczości, mniejszej niż 2 mln działek (np. wszystkie wagi serii PS), adiustację można wykonać na początku pracy. Waga samoczynnie, okresowo (zapewne z upływem czasu) wykona kolejne adiustacje.
- Jeżeli użytkujesz wagi o większych rozdzielczościach (więcej niż 2 mln działek), adiustacja powinna być wykonana przed pomiarami.

WYBÓR Z UWZGLĘDNIENIEM WYMAGANEJ DOKŁADNOŚCI

- Jeżeli pomiar masy nie musi być dokładny, wystarczająca jest adiustacja przed rozpoczęciem pracy (np. rano).
- Jeżeli pomiar wymaga dokładności i precyzji, adiustacja powinna być wykonana też przed pomiarem, próbka powinna być postawiona na środku szalki.

WYBÓR Z UWZGLĘDNIENIEM ZAKRESU WAŻENIA

- Jeżeli pomiar dotyczy próbek o małych masach, mniejszych niż 10 % obciążenia maksymalnego, to udział błędu czułości jest bardzo mały, zasadnicze znaczenie ma powtarzalność wskazań.
- Jeżeli pomiar dotyczy próbek o znacznych masach, to udział błędu czułości może być znaczący.

Niezależnie od powyższych zapisów, adiustacja jest czynnością, która koryguje (poprawia) dokładność wagi. W ramach GLP zaleca się ją wykonywać okresowo, również przed pomiarami.

c. CZUŁOŚĆ – METODA WYZNACZANIA

Czułość wyznacza się, ważąc wzorzec masy i porównując wskazanie wagi z wartością oczekiwaną. Test należy wykonać oczywiście tuż po zakończeniu adiustacji. Zaleca się podczas testu zastosować wzorzec o masie bliskiej obciążeniu maksymalnemu wagi.

W związku z tym, że badanie wykorzystuje pojedynczy pomiar masy, to:

- Wynik obarczony jest błędem powtarzalności wskazań, cecha specyficzna dla danego typoszeregu wag.
- Wynik obarczony jest błędem centryczności wskazań, dlatego też wzorzec stawiać należy zawsze w centralnym punkcie szalki.
- Wynik obarczony jest błędem powtarzalności adiustacji, jest to specyfika konstrukcji wagi, ten parametr zazwyczaj jest mniejszy niż działka elementarna wagi.

Badanie czułości wymaga zastosowania wzorca masy z ważnym świadectwem wzorcowania. Musi być pewność, że wykazana w świadectwie odchyłka jest prawdziwa – zachowano spójność pomiarową.

d. CZUŁOŚĆ W DOKUMENTACH NORMATYWNYCH

Definicja czułości jest podana w OIML R 76-1, EN 45501 oraz NTEP, jako jedna z właściwości metrologicznej wagi. Nie podlega ona ocenie w czasie badań certyfikacyjnych.

e. CZUŁOŚĆ - MOŻLIWOŚĆ REGULACJI

Czułość wagi jest okresowo regulowana poprzez adiustację wewnętrzną. W zasadzie nie ma potrzeby regulacji czułości poprzez inne działania. Zupełnie inną kwestią jest fabryczna regulacja czułości, która uwzględnia wszystkie zależności, jakie dotyczą tego procesu.

18.3.2. Liniowość

a. CZYM JEST PARAMETR

Idealnym rozwiązaniem jest waga, która waży „dokładnie”, tzn. gdy stawiamy wzorzec o masie 100 g, wyświetlacz wagi pokazuje 100,00000 g. Dla wzorca 50 g otrzymujemy wskazanie 50,00000 g, a dla 200 g wskazanie wynosi 200,00000 g. Taka waga jest „dokładna czyli idealnie liniowa” w całym zakresie pomiarowym.

Dla wag o dużych rozdzielczościach powyższa koncepcja jest prawdziwa tylko w teorii, ze względu na to, że:

- wzorce masy, którymi waga jest skalowana, fabrycznie posiadają pewne odchyłki,
- dokładność wagi zależy również od powtarzalności wskazań (stawianie tego samego wzorca raz za razem daje różne wyniki).

Na wstępie mamy więc co najmniej dwa czynniki, które mogą powodować to, że waga przestaje być „dokładna”. Liniowość wagi to zatem odchyłka, jaką ona posiada względem wartości poprawnej (idealnej). W danych katalogowych zazwyczaj podaje się jedną maksymalną wartość odchyłki np. liniowość +/- 0,3 mg.

b. PRAKTYCZNE ZNACZENIE LINIOWOŚCI

Jak zauważono, istnieją pewne czynniki, które zakłócają liniowość. Ponieważ nie jest znana skala tych czynników, tym samym nie wiemy, jaka jest rzeczywista liniowość wagi. Sprawdzając cały zakres pomiarowy wagi, możemy określić odchyłki, jakie ona wykazuje. Przykładowo: dla idealnego wzorca masy wynik ważenia powinien wynosić np. 100,0000 g, a otrzymujemy 100,0007 g, tak więc odchyłka wynosi 0,0007 g. Przekładając to na praktykę: próbka o masie około 100 g będzie również ważona z takim błędem jak wzorzec masy, czyli 0,0007 g.

Liniowość określa zatem, z jakim błędem można wyznaczyć masę próbki. Zakłada się przy tym, że podczas ważenia próbki nie zachodzą zjawiska zewnętrzne zakłócające pomiar.

c. JAK SIĘ WYZNACZA LINIOWOŚĆ

Liniowość wyznacza się, ważąc wzorce masy i odczytując wskazania wagi. O tym wspomniano wcześniej. Przed pomiarami waga powinna być adiustowana masą wewnętrzną lub zewnętrzną. Przed właściwymi pomiarami zaleca się wstępnie obciążyć wagę obciążeniem bliskim obciążeniu maksymalnemu. Wystarczający jest test dwukrotnego ważenia wzorca masy. Po zdjęciu wzorca waga powinna być wyzerowana. W tym stanie jest gotowa do badania. Test wykonuje się kilkoma wzorcami masy w całym zakresie pomiarowym wagi.

Gdy badanie ma być zgodne z EN 45501 lub NTEP, to punkty pomiarowe muszą zawierać miejsca, w których zmieniają się błędy graniczne. Dla wag o małych działkach elementarnych należy uwzględnić odchyłki, jakie posiadają wzorce masy. Z tego wynika jednoznacznie, że chcąc poprawnie wyznaczyć LINIOWOŚĆ wagi należy stosować wzorce, które posiadają AKTUALNE ŚWIADECTWO WZORCOWANIA.

Waga o obciążeniu Max 220 g, $d = 0,1$ mg (metoda bezpośrednia)

WZORZEC MASY	TARA	MASA WZORCA	WSKAZANIE WAGI	ODCHYLEŃKA DOKŁADNOŚCI
[a]	[b]	[c]	[d]	[d - c]
20 g	0	20,0000	20,0001	0,0001
50 g	0	50,0000	50,0002	0,0002
100 g	0	100,0000	99,9998	-0,0002
150 g	0	150,0000	149,9998	-0,0002
200 g	0	200,0000	200,0003	0,0003

Bezpośrednie porównanie wyniku ważenia z masą wzorca.

Waga o obciążeniu Max 52 g, $d = 0,01$ mg (metoda odważników balastowych)

WZORZEC MASY	TARA (g)	MASA WZORCA	WSKAZANIE WAGI	ODCHYLEŃKA DOKŁADNOŚCI
[a]	[b]	[c]	[d] = (c+b _i)	[d - c]
10 g	0	10,00005	10,00007	+ 0,00002
10 g	10		10,00001	- 0,00004
10 g	20		9,99999	- 0,00006
10 g	30		9,99998	- 0,00007
10 g	40		10,00002	- 0,00003

Zastosowanie jednego wzorca o masie 10,00005 g, odważniki balastowe są tarowane, umożliwiając badanie liniowości wagi w całym zakresie.

Waga o obciążeniu, Max 5 g, $d = 0,001$ mg (metoda odważników balastowych)

WZORZEC MASY	TARA (g)	MASA WZORCA	WSKAZANIE WAGI	ODCHYLEŃKA DOKŁADNOŚCI
[a]	[b]	[c]	[d] = (c+b _i)	[d - c]
1 g	0	1,000002	1,000003	+ 0,000001
1 g	1		1,000005	+ 0,000003
1 g	2		0,999999	- 0,000003
1 g	3		1,000004	+ 0,000002
1 g	4		1,000000	- 0,000002

Zastosowanie jednego wzorca o masie 1,000002 g, odważniki balastowe są tarowane, umożliwiając badanie liniowości wagi w całym zakresie.

*Uwaga: powyższe przykłady **nie są** rzeczywistymi wynikami sprawdzeń wag, ale służą tylko do wyjaśnienia metodyki testu.*

Metoda z wykorzystaniem odważników balastowych przyjmuje założenie, że:

jeżeli waga jest idealnie liniowa w całym zakresie pomiarowym, to badanie każdego dowolnego punktu jej charakterystyki za pomocą tego samego wzorca powinno dawać takie same wyniki, niezależnie od zastosowanego obciążenia balastowego.

Z tego też względu odważniki balastowe nie muszą mieć dokładnie określonej masy. Jak można zauważyć, w metodzie z odważnikami balastowymi można stosować różne interwały do testu (niekoniecznie będące wielokrotnością odważnika nr 1). Jest to zależne od masy użytego wzorca oraz Max wagi, np. :

- $\text{Max} = 5 \text{ g} / 1 \text{ g} = 5$ punktów pomiarowych, ale:
- $\text{Max} = 5 \text{ g} / 0,5 \text{ g} = 10$ punktów pomiarowych

W badaniach odbiorczych nie stosuje się zbyt dużo punktów pomiarowych ze względu na czas testu. Ponadto długotrwałe obciążenie szalki wagi znaczną masą odważników balastowych może powodować zmiany wskazania (tzw. „pełzanie wskazania pod obciążeniem”), a tym samym jej liniowości.

PODSUMOWANIE:

Liniowość wagi można badać, stosując obciążenia rosnące i malejące (metoda wg OIML R 76-1, NTEP). W praktyce podczas ważenia masa próbki prawie zawsze jest określana jako dodatnia zmiana wskazania wagi (czyli rosnąco). Jednakże niektóre aplikacje użytkowe wymagają określenia masy próbki jako ubytku pewnej jej części.

d. JAK DEFINIUJĄ LINIOWOŚĆ DOKUMENTY NORMATYWNE

Liniowość jako parametr metrologiczny wagi nie jest zdefiniowany poprzez dokumenty normatywne. Dokumenty takie, jak OIML R 76-1, EN 45501 oraz NTEP, posługują się terminem „dokładność”. Praktycznie w każdym przypadku metoda jest taka sama. Należy porównywać wskazanie wagi z masą odważnika podczas obciążania i odciążania szalki wagi. Nie stosuje się odważników balastowych, wymagane jest, żeby błąd odważnika, którym waga jest sprawdzana, był nie większy niż $1/3$ MPE (błąd graniczny dopuszczalny) dla danego obciążenia. Sprawdzenie musi obejmować punkty, w których zmieniają się wartości błędów granicznych dopuszczalnych. Przywołane dokumenty precyzują również klasy dokładności wag oraz wymagania odnośnie MPE. Jest to element nadzoru państwa nad przyrządem pomiarowym, jakim jest waga.

e. JAKIE SĄ MOŻLIWOŚĆ REGULACJI LINIOWOŚCI

Liniowość wagi pokazuje, jaka jest zależność między masą wzorca a wynikiem jego ważenia. Czynniki, które decydują o tym, jak dokładnie można wyregulować liniowość, są powtarzalność wskazań, centryczność oraz dokładność adiustacji. Upraszczając ten problem:

- przy założeniu, że błąd centryczności jest niewielki, a ważenia zawsze odbywa się na środku szalki i
- dokładność adiustacji jest zachowana, to

LINIOWOŚĆ wagi zależy tylko od powtarzalności wagi. Wprawdzie problem sprowadzony został się tylko do jednego parametru, ale niestety, powtarzalność jest zależna od:

- warunków oraz miejsca pracy,
- ustawień wewnętrznych wagi,
- w niektórych modelach jest ona zależna od obciążenia testowego.

PODSUMOWUJĄC:

Można zatem postawić 6 razy wzorzec masy, określić różnicę pomiędzy wskazaniem Max i Min, otrzymany wynik jest najmniejszym błędem liniowości, jaki można uzyskać. Przykład:

1. 50,00001
2. 50,00003
3. 49,99999
4. 50,00000
5. 50,00001
6. 49,99998

RÓŻNICA: $50,00003 - 49,99998 = 0,00005$ g.

Liniowość wskazań dla masy 50 g wynosi przynajmniej 0,00005 g, przy założeniu, że wzorce masy, jakimi się posługujemy są „dokładne”.

DOKŁADNOŚĆ WSKAZAŃ CZY LINIOWOŚĆ

Dwa terminy opisujące praktycznie ten sam parametr wagi. Termin dokładność zawiera w sobie również błędy pochodzące od centryczności wagi, powtarzalności, istnieje wymóg dla błędu masy odważnika (musi być mniejszy niż $1/3$ MPE), wynik odnoszony jest zawsze do kryterium MPE (OIML R 76-1). Liniowość nie zawiera w sobie błędów od centryczności, wykorzystuje znaną masę wzorca. Obarczona jest błędem powtarzalności wskazań oraz błędami wzorców. Wynik odnoszony jest do wymagań producenta.

18.3.3. Rozrzut wskazań

a. CZYM JEST PARAMETR

Rozrzut wskazań można porównać do konkursu strzelania do tarczy. Pomimo starań kolejnych uczestników, prawie nigdy nie uzyskują oni trafień w środek tarczy. Mają wyniki: 6, 7, 8, 9, 4, 10, 8 itd. Tak więc rozrzut trafień wynosi od 4 do 10 czyli 6. Taka sama zależność zachodzi w przypadku wagi elektronicznej. Wprawdzie nie strzelamy z łuku, ale kilkakrotne stawianie tego samego ładunku w ten sam sposób daje różne wyniki. W każdym przypadku uzyskuje się pewną rozbieżność wyników. Rozrzut wskazań, jak sama nazwa mówi, jest parametrem, który pokazuje, jaka jest największa różnica w serii ważeń tego samego ładunku.

b. O CZYM MÓWI JEGO WARTOŚĆ

Pewna wartość dla rozrzutu wskazań np. $R = 0,006$ g oznacza w praktyce to, że podczas ważenia próbki można oczekiwać również takiej odchyłki. Jeżeli masa próbki wynosi np. 68,762 g, to ważąc tę próbkę, można uzyskać maksymalny wynik 68,768 g. Tak więc powtarzalność wyznacza się po to, żeby mieć informację, jaki może być maksymalny błąd ważenia próbki. Zakłada się jednocześnie, że zachowane są wszystkie wymagania związane z praktyką GLP.

Rozrzut wskazań można podawać alternatywnie jako odchylenie standardowe z serii pomiarów. W tym przypadku zaleca się wykonać 6 – 10 powtórzeń ważenia tego samego obiektu. Przyjmuje się, że odchylenie standardowe jest ok. 3-krotnie mniejsze niż Rozrzut wskazań. Mamy więc zależność $R = 3 \times sd$ lub $sd = R/3$.

Odchylenie standardowe informuje, o tym jak daleko od wartości średniej znajduje się wynik ważenia. Przykład z serii ważeń.

1	2	3	4	5	6	7
100,0003	100,0005	100,0001	99,9999	100,0006	100,0002	100,0000
$R = 100,0006 - 99,9999 = 0,0007 \text{ g}$						
Wartość średnia z serii = 100,00023 g						
Odchylenie standardowe (σ) = 0,000256 g						

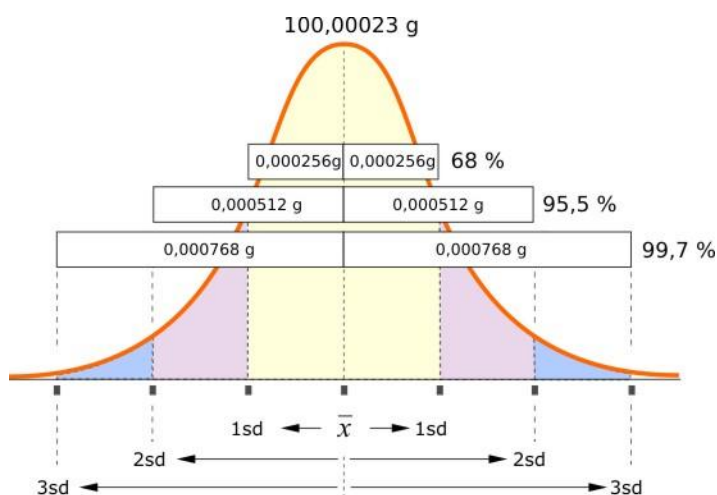
Masa tej próbki zawiera się zatem w zakresie:

100,00023 g	+ 0,000256 g - 0,000256 g	Z prawdopodobieństwem 68 % (1sd)
100,00023 g	+ 0,000512 g - 0,000512 g	Z prawdopodobieństwem 95,5 % (2sd)
100,00023 g	+ 0,000768 g - 0,000768 g	Z prawdopodobieństwem 99,7 % (3sd)

Z powyższych zależności wynika, że nie możemy jednoznacznie określić masy próbki, ponieważ nasza ocena jest obarczona błędem rozrzutu wskazań. Znając wartość odchylenia standardowego, można określić z pewnym prawdopodobieństwem, gdzie znajduje się masa próbki. Ma tu zastosowanie tzw. prawo trzech sigm, które sprowadza się do poniższych zależności:

- 68% wartości cechy leży w odległości $\leq 1\sigma$ od wartości oczekiwanej,
- 95,5% wartości cechy leży w odległości $\leq 2\sigma$ od wartości oczekiwanej,
- 99,7% wartości cechy leży w odległości $\leq 3\sigma$ od wartości oczekiwanej.

Graficzną interpretację tych zależności przedstawia poniższy wykres.



Rys. 75. Odchylenie standardowe - wykres

W tym przypadku możemy więc z prawdopodobieństwem 99,7% stwierdzić, że masa próbki zawiera się w granicach $100,00023 \pm 0,000768 \text{ g}$.

c. SPOSOBY WYZNACZANIA POWTARZALNOŚCI WSKAZAŃ

Wykonuje się serię ważen tego samego wzorca masy, stawiając go zawsze w ten sam sposób, w tym samym miejscu (na środku szalki). W tym badaniu nie jest istotna dokładność wzorca, ponieważ bada się różnicę pomiędzy pomiarami lub odchylenie standardowe. W przypadku wag laboratoryjnych wykonuje się serię 6 – 10 powtórzeń. Przed testem należy wykonać kilka ważen wstępnych, adiestacja nie jest obligatoryjna. Z serii pomiarów należy wyliczyć Rozrzut, czyli Max – Min lub odchylenie standardowe. Można je oszacować poprzez $Sd = \text{Rozrzut}/3$. Dokładniejsza wartość, o ile jest potrzebna, powinna być wyliczona zgodnie z poniższą zależnością:

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

gdzie: sd – odchylenie standardowe

x_i – kolejny pomiar

\bar{x} – średnia arytmetyczna z serii pomiarów

n – liczba powtórzeń w serii pomiarów

Typowo powtarzalność sprawdza się masą z zakresu $\frac{1}{2}$ Max – Max wagi, jednakże można stosować również inne obciążenia, np. równe 5% obciążenia maksymalnego.

d. POWTARZALNOŚĆ - DOKUMENTY NORMATYWNE

Metodę badania powtarzalności zawierają wszystkie dokumenty normatywne (OIML R-76-1, EN 45501, NTEP, USP itp.). Oczywiście, EN 45501 oraz NTEP odnosi się do błędów granicznych dopuszczalnych dla obciążenia, jakim jest waga sprawdzana. Producenci wag określają własne kryteria dla powtarzalności. W tym przypadku badanie określa zgodność z deklaracją producenta. Dokonując oceny powtarzalności, trzeba pamiętać, że dominujący wpływ na wynik końcowy mogą mieć warunki sprawdzania.

e. JAKIE SĄ MOŻLIWOŚĆ REGULACJI JEGO WARTOŚCI

Powtarzalność jest cechą charakterystyczną danej wagi, typoszeregu wag. Nie ma możliwości regulacji tego parametru. Jak wcześniej zauważono, na wynik powtarzalności wpływ mają warunki sprawdzania oraz ustawienia wagi.

18.3.4 Centryczność

a. CZYM JEST PARAMETR

Logika, a zarazem Dobra Praktyka Laboratoryjna, nakazują podczas ważenia kłaść ładunek zawsze na środku szalki. Pozornie prosty wymóg jest trudny do uzyskania w praktyce, zwłaszcza że niektóre obiekty przeznaczone do ważenia mogą być niesymetryczne. Centryczność, a właściwie odchyłka centryczności, jest różnicą wskazania, która występuje pomiędzy wynikiem, jaki uzyskuje się, ważąc ładunek na środku szalki, a wynikiem, jaki uzyska się, ważąc ten sam ładunek poza jej środkiem.

b. CZYM MÓWI JEGO WARTOŚĆ

Praktyczne znaczenie odchyłki centryczności można sprowadzić do stwierdzenia: jeżeli położysz ładunek poza środkiem szalki, to wynik ważenia próbki może być obarczony błędem, którego wielkość NIE BĘDZIE większa niż odchyłka centryczności. Przykładowo:

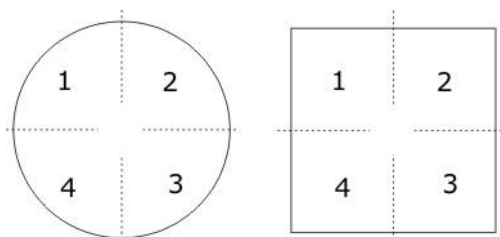
- Odchyłka centryczności wynosi 0,0005 g.
- Masa próbki podczas centralnego ważenia wynosi 123,7654 g.
- Gdy ta próbka będzie położona poza środkiem szalki, to otrzymamy wynik 123,7659 g.

Warto już tu zaznaczyć, że wielkość odchyłki centryczności jest silnie zależna od obciążenia wagi. Praktycznie: im większa wartość obciążenia testowego, tym większa odchyłka centryczności.

Z tego też względu istnieją pewne standardy, które stosuje się podczas wyznaczania tej odchyłki. Konsekwencją powyższych stwierdzeń jest to, że tzw. błąd centryczności praktycznie nie występuje podczas ważenia małych mas. Umownie są to masy nie większe niż 20 % obciążenia maksymalnego wagi.

c. JAK SIĘ WYZNACZA ODCHYŁKĘ CENTRYCZNOŚCI

Odchyłka centryczności jest wyznaczana poprzez badanie wzorcami masy lub dowolnym obiektem o stałej masie. Jak wspomniano, istnieją określone standardy, które zawierają dokumenty normatywne: OIML R 76-1, EN 45501 oraz NTEP. Według nich centryczność sprawdza się masą równą $1/3$ maksymalnego obciążenia, stawiając to obciążenie w odpowiednich miejscach na $1/2$ powierzchni szalki. Schemat graficzny badania pokazuje poniższy rysunek.



Rys. 76. Punkty badania centryczności wagi OIML R-76-1.

Wynik ważenia wzorca w punktach 1 - 4 nie powinien przekraczać błędów, jakie wynikają z dokumentów normatywnych lub deklaracji producenta. Nieco w inny sposób sprawdza się tzw. różnicowy błąd centryczności, o czym wspomniano wcześniej.

d. **JAK DEFINIUJĄ CENTRYCZNOŚĆ DOKUMENTY NORMATYWNE**

Metodę badania centryczności zawiera dokument OIML R 76-1, EN 45501 oraz NTEP. Należy porównywać odchyłkę wskazania wagi, jaką uzyskuje się w punktach 2 – 4 z dopuszczalną tolerancją.

e. **CENTRYCZNOŚĆ - MOŻLIWOŚĆ REGULACJI**

Ten parametr reguluje się na etapie produkcji oraz czasami po dłuższym transporcie wagi. Opis i zakres czynności zawiera stosowna instrukcja. Dokładność regulacji centryczności nie może być lepsza niż powtarzalność wskazań, jaką uzyskuje się podczas ważenia danego obciążenia.

18.3.5 Ogólne wytyczne dla testów

Testy metrologiczne zawsze powinny być wykonywane w stabilnych warunkach zewnętrznych. Praktycznie oznacza to pewną niewielką zmianę czynnika np. temperatury lub wilgotności w czasie (nie ma warunków idealnie stabilnych). Podłoże, na którym waga jest postawiona, powinna być stabilne, czyli bez wyczuwalnych drgań czy wibracji. Przed testami waga powinna być stabilna termicznie (o czym wspomniano wcześniej). Poziomowanie wagi należy sprawdzić przed testem.

Podczas testów posługujemy się wzorcami masy, więc nie ma żadnych oddziaływań związanych z elektrostatyką próbek. Wzorec masy, jako dość mały obiekt, nie jest podatny na zakłócenia pochodzące od ruchu powietrza. W tym kontekście (ruchu powietrza) większych problemów można oczekiwać w przypadku wag o dużych szalkach.

Procedury badawcze, jakie stosuje się podczas testów są znane, często wymuszane przez aplikacje nadrzędne. Przed właściwymi testami warto wykonać kilka ważeń różnymi obciążeniami, obserwując stabilność wskazań i powrót do wskazania zerowego.

Oczywiście, waga podczas testów powinna być kompletna pod względem wyposażenia. Pewne znaczenie może mieć umiejętność ważenia, umieszczanie ładunków bez uderzeń. Ocena jakości wagi powinna być obiektywna. Jeżeli zachodzą wątpliwości, co do uzyskanych wyników, test należy powtórzyć lub wyniki skonsultować z autoryzowanym serwisem producenta. Testy należy wykonywać okresowo, w takim zakresie, w jakim są wymagane. Zawsze należy pamiętać o tym, że waga służy do określania masy próbek, a sprawdzenie jest tylko czynnością kontrolną.

19. Moduły wagowe - uniwersalne rozwiązania wagowe

Typowy pomiar masy w skali laboratoryjnej zawsze jest kojarzony z konkretnym wyglądem wagi. Nic w tym dziwnego, taki schemat formy wagi funkcjonuje w naszej świadomości od przeszło kilkudziesięciu lat. Wprawdzie wygląd wag zmienia się w sposób istotny, ale niezmiennie pozostają charakterystyczne, stałe elementy jej konstrukcji (obudowa, szalka, osłona itp.). Ten stan rzeczy trwałby pewnie jeszcze dość długo, ale technika nie toleruje stagnacji. Jej ciągły rozwój i potrzeby w zakresie badań oraz automatyki wymuszają zmienność konstrukcji również w przypadku wag elektronicznych. W efekcie tego coraz częściej odchodzi się od typowych kształtów, oferując w zamian uniwersalne stanowiska wagowe, które można zabudować praktycznie w dowolnej konstrukcji mechanicznej. Dzięki temu można uzyskać dedykowane dla własnych celów stanowiska pomiarowe, pracujące w cyklach automatycznych, półautomatycznych, z możliwością tzw. feedbacku.

Zasadnicza różnica pomiędzy wagą a modułem widoczna jest na pierwszy rzut oka. Moduł zazwyczaj nie posiada takich elementów, jak szafka przeciwpodmuchowa oraz wyświetlacz masy. Te ogromne różnice mogą budzić obawy, ale są one nieuzasadnione – dokładność pomiarowa modułu jest co najmniej taka sama jak typowej wagi. Porównanie takich wykonań znajduje się poniżej.



Typowa waga PS 6000.R2
Max 6 kg , d=0,01 g, IP 32

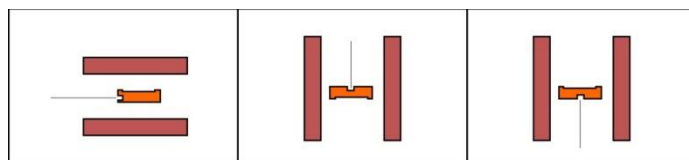


Moduł MPSH 6000
Max 6 kg , d=0,01 g, IP 67

Moduły wagowe wykorzystywane są w wielu aplikacjach, stanowiąc jeden z elementów większej całości. Prawie zawsze zabudowane są w specjalnej konstrukcji, tak więc użytkownik nie ma możliwości ich obserwacji. Raczej widoczny jest efekt ich działania w postaci pomiaru, przeliczenia lub graficznej interpretacji zachodzących zmian całego układu. Poniżej znajduje się opis kilku obszarów, w których wykorzystywane są moduły wagowe.

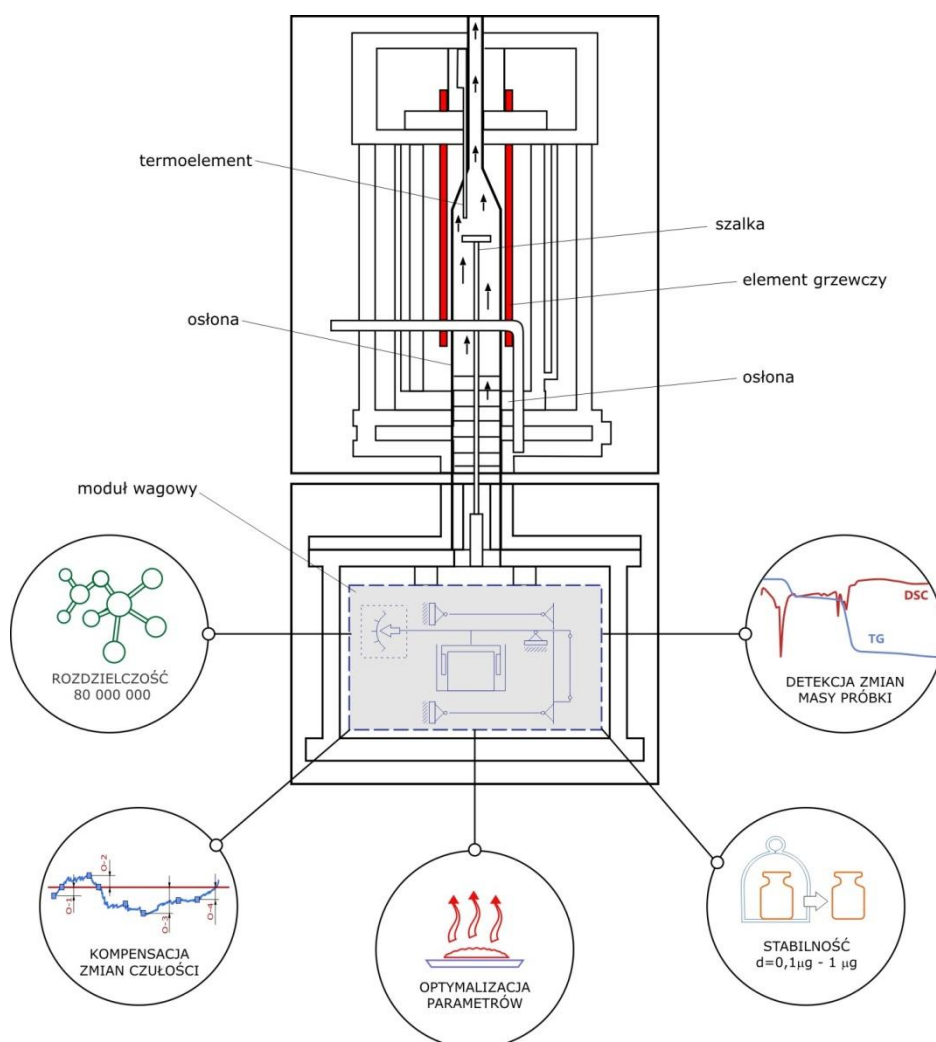
19.1. Termograwimetria

Termograwimetria jest techniką, w której za pomocą komory wagowej lub wagi termograwimetrycznej (termowaga) mierzy się zmianę masy danej substancji w zależności od zmian temperatur lub upływu czasu. Metoda jest dość prosta - próbkę w naczynku (z platyny lub trójtlenku glinu) umieszcza się w piecyku, który jest połączony z termowagą. Próbkę ogrzewa się do określonej, sięgającej nawet 1600 °C, temperatury. Z oczywistych względów, infrastruktura techniczna musi być izolowana od tak gorącego ośrodka. Uzyskuje się to poprzez specjalne konstrukcje z materiałów ognioodpornych. Temperatura wewnętrzna jest w sposób ciągły analizowana poprzez termoparę umieszczoną w pobliżu próbki. W praktyce można spotkać wiele różnych konfiguracji tzw. termowag, zarówno w układzie pionowych, jak i poziomym.



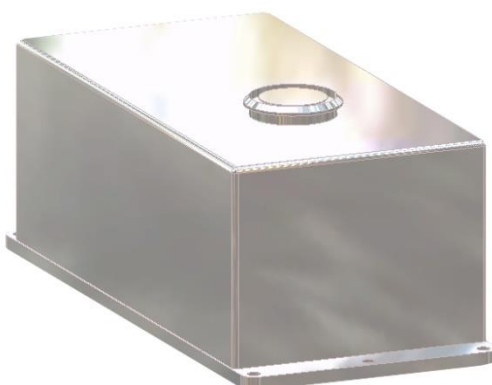
Rys. 77. Konfiguracje układów termowag

Pomiar masy próbki w tym procesie wymaga zastosowania modułu pomiarowego o odpowiedniej rozdzielczości i wielkości działki elementarnej. Takie konstrukcje wagowe RADWAG instaluje w mikrowagach ($d=1$ mg) oraz ultra-mikrowagach ($d=0,1$ mg). Składają się one z selektywnie wybranych elementów mechanicznych, przetwornika magnetoelektrycznego o optymalnych parametrach oraz układu elektronicznego znacznych rozdzielczości (80 mln. działek). Przetwornik masy takiego układu posiada rozbudowane mechanizmy cyfrowej optymalizacji toru pomiarowego. Dzięki temu możliwa jest adaptacja układu pomiarowego do każdego warunków i infrastruktury techniczno – informatycznej innych urządzeń. Znacznym wsparciem w tej materii jest doświadczenie producenta, jakim jest RADWAG.



Rys. 78. Uproszczony schemat aparatu TGA z modulem wagowym

Specyfikacja techniczna modułu MYA (d=1 µg)

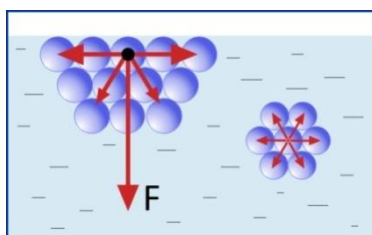


Obciążenie maksymalne	2 g ÷ 52 g
Dokładność odczytu [d]	0,1 µg ÷ 10 µg
Zakres tary	2 g ÷ 52 g
Powtarzalność	0,4 µg ÷ 1,0 µg
MSW (USP 41)	3 mg
Wymiary komory ważenia	ø 90 × 90 mm
Czas stabilizacji	5 s
Wymiar szalki	ø 26 mm lub inna dopasowana do konstrukcji
Temperatura pracy	+10 ÷ +40 °C
Zasilanie	13,5 ÷ 16 V DC
Adiustacja	wewnętrzna
Wyświetlacz (opcja)	5,7" (panel dotykowy)
Interfejs	2 × USB, 2 × RS 232, Ethernet, Wi-Fi, 4 wejścia / 4 wyjścia
Pobór prądu	700mA (bezprzewodowy terminal - 1A)

Konfiguracja i parametry metrologiczne modułu mogą być dopasowane do konstrukcji innych urządzeń.

19.2. Badanie napięcia powierzchniowego cieczy i roztworów metodą tensjometryczną

Praktycznie w każdej cieczy zachodzi zjawisko asymetrycznego oddziaływania pomiędzy siłami międzycząsteczkowymi. W efekcie tego zjawiska cząsteczki będące na powierzchni cieczy są przyciągane do wnętrza fazy siłą skierowaną prostopadłe w głąb cieczy. Tym samym wywierają one na wnętrze fazy pewne ciśnienie, które nosi nazwę ciśnienia powierzchniowego. Dodatkowo, w wyniku zjawiska kohezji (które dotyczy cząsteczek cieczy) w warstwie powierzchniowej cieczy występuje dodatkowa siła styczna (napięcie powierzchniowe). Jest ona definiowana jako siła styczna, przypadająca na jednostkę długości lub praca potrzebna do zwiększenia powierzchni o jednostkę. Jednostką napięcia powierzchniowego w układzie SI jest N/m lub J/m².



Rys. 79. Oddziaływanie pomiędzy cząsteczkami w cieczy

Z bardzo wielu metod pomiaru napięcia powierzchniowego najczęściej stosowane są cztery: metoda kapilarnego wzniesienia, metoda ważenia kropli (stalagmometryczna), metoda odrywania pierścienia lub płytki (tensjometryczna) oraz metoda maksymalnego ciśnienia w pęcherzyku powietrza. Do pomiaru napięcia powierzchniowego metodą odrywania używa się płytek metalowych. Pomiar polega na wyznaczeniu siły F potrzebnej do oderwania płytki, o znanym obwodzie od powierzchni cieczy. Napięcie powierzchniowe w metodzie płytkowej jest obliczane według następującego wzoru:

$$F = F_n + Q$$

gdzie :

$$F_n = 2\sigma(l + d) \cos \gamma$$

$$\sigma = \frac{F_n - Q}{2(l + d)} = \frac{F_n - Q}{2l}$$

Q – ciężar płytki

F_n – siła pochodząca od napięcia powierzchniowego

σ – napięcie powierzchniowe,

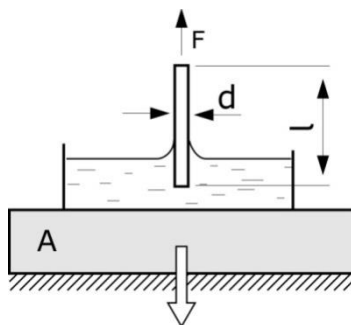
l – długość zanurzonej części płytki

d – grubość płytki,

γ – kąt między powierzchnią płytki i płaszczyzną styczną do powierzchni cieczy

Jeżeli grubość płytki d jest mała w porównaniu z długością krawędzi l , to grubość płytki można pominąć.

Schemat pomiaru pokazuje poniższy rysunek



Rys. 80. Układ parametrów w metodzie tensjometrycznej

W tej metodzie elementem pomiarowym jest precyzyjny moduł wagowy, którego działka elementarna nie powinna być większa niż $d=0,1$ mg. Istotna jest czułość modułu, czyli zdolność do detekcji nawet bardzo małych zmian wielkości mierzonej. Oczywiście większość modułów pomiarowych ma dość duże zdolności adaptacyjne, szeroko rozumiane jako optymalizacja działania. W przypadku produktów RADWAG zastosowany jest system dwupoziomowy, co gwarantuje praktycznie 100 % dopasowanie modułu do wymaganej metodyki pomiaru. Zalecanym typem modułu dla tej metody jest moduł serii MAS. Zawiera on przetwornik o rozdzielczości kilkudziesięciu milionów działek oraz wysokostabilne układy elektroniczne. Dzięki temu pomiar jest szybki, ale również dokładny. Oczywiście wymagana jest pewna adaptacja modułu do istniejącego stanowiska badawczego. Konstrukcyjnie nie jest to skomplikowany proces. Parametry metrologiczne modułu MAS:



Seria MAS z panelem operatora

Obciążenie maksymalne	220 g
Dokładność odczytu	0,1 mg
Zakres tary	-220 g
Obciążenie wstępne	22 g
Powtarzalność	0,1 mg
Liniowość	$\pm 0,2$ mg
Czas stabilizacji	3,5 s
Wymiar szalki	$\varnothing 42$ mm
Adiustacja	wewnętrzna
Temperatura pracy	+10 ° - +40 °C
Stopień ochrony	IP 32
Zasilanie	12 ÷ 16 V DC
Obudowa	aluminium

Podczas pomiaru tensjometry mogą wykorzystywać oprogramowanie komputerowe z automatyczną rejestracją zmian masy. Podobne rozwiązanie można uzyskać, gromadząc wyniki w pamięci modułu wagowego. Spotykane są również rozwiązania, w których zastosowana jest typowa waga. Ruch płytki jest w tym przypadku zapewniony poprzez urządzenie zewnętrzne.

19.3. Praca w cyklach automatycznych

Automatyzacja procesów pomiaru masy wymaga takich aplikacji wagowych, które cechuje przede wszystkim szybkość pomiaru. To, jakie wymagania są konieczne dla urządzenia pomiarowego, wynika zawsze z metodyki pomiaru. Duża ilość próbek do analizy wymaga szybkości. Często w tego typu pomiarach określa się to, czy masa próbki znajduje się w polu tolerancji. Pomiar wykonywany okresowo dla pewnej niezbyt dużej liczności mogą wymagać znacznie większej dokładności. Zawsze istnieje kompromis pomiędzy szybkością a dokładnością pomiaru, o czym zapewne wiedzą metrology, projektujący własne stanowiska wagowe. Wybór odpowiedniego rozwiązania nie musi być łatwy i prosty, wiedza producenta może być odpowiednim wsparciem na tym etapie rozważań.

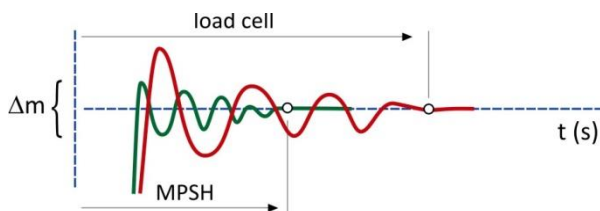
19.3.1. Moduły wagowe w wagach automatycznych

Specyfika pewnych obszarów przemysłu, zwłaszcza kosmetycznego czy farmaceutycznego, wymaga dość dokładnej kontroli wszystkich produktów, jakie są wytwarzane. Z jednej strony wynika to z bezpieczeństwa, a z drugiej – ze względów ekonomicznych. Dla produktów o znacznej masie rzędu kilku kilogramów problem ma rozwiązanie w postaci tzw. automatycznych wag kontrolnych, które wykorzystują przetwornik tensometryczny. Problem się znacznie komplikuje, gdy do zmiernienia jest próbka o bardzo małej masie lub wymagana jest duża dokładność pomiaru. Rozwiązaniem tego problemu są tzw. moduły wagowe wysokiej rozdzielczości – takie, które produkuje RADWAG.

Technologia ich wytwarzania jest znacznie bardziej skomplikowana niż w przypadku wag z przetwornikiem tensometrycznym. Tu potrzebna jest wiedza i wieloletnie doświadczenie w branży wagarskiej. Podstawowa różnica pomiędzy modułem wagowym a konstrukcją wykorzystującą przetwornik tensometryczny to rozdzielczość pomiarowa. Przetworniki tensometryczne oferują rozdzielczość od 3 000 do 6 000 działek elementarnych. W systemach pomiarowych można zwiększać ją do maksymalnie do 10 000 działek przy zachowaniu odpowiedniej metodyki pomiaru. Jednakże większość użytkowników wymaga urządzeń certyfikowanych, więc ograniczeniem dla tych konstrukcji jest rozdzielczość 3 000 działek. Taką posiada większość przetworników tensometrycznych. Schemat działania takiego układu jest powszechnie znany z publikacji. Ogólnie polega on na pomiarze zmian rezystancji, jakie zachodzą w układzie w wyniku odkształcenia sprężystego przetwornika (patrz: Rozdział 4).

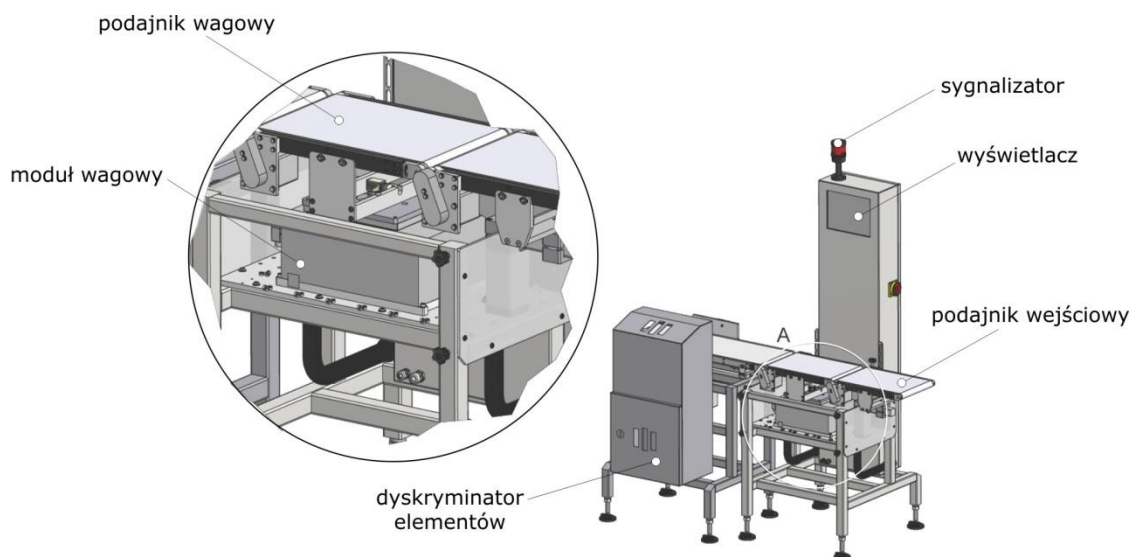
Natomiast typowy moduł wagowy z przetwornikiem magnetoelektrycznym oferuje rozdzielczość co najmniej o rząd wielkości lepszą. Na starcie mamy więc do dyspozycji od 60 000 do 2 000 000 działek elementarnych. Osiąganie wyników powtarzalnych wymaga ograniczenia tej rozdzielczości (choćby ze względu na metodę pomiaru), ale i tak pozostaje do dyspozycji znaczna rozdzielczość. Taka zależność jest wykorzystywana w konstrukcjach wag mierzących bardzo małe masy z odpowiednio dużą dokładnością. Jest to cechą charakterystyczną modułów serii MAS lub MPSH.

Drugim aspektem jest czas odpowiedzi na zadany sygnał, czyli jak szybko można otrzymać wynik mieszczący się w określonej tolerancji. Jest to istotne wówczas, gdy należy skontrolować dużą ilość próbek w dość krótkim czasie.



Rys. 81. Szybkość stabilizacji dla modułu wagowego

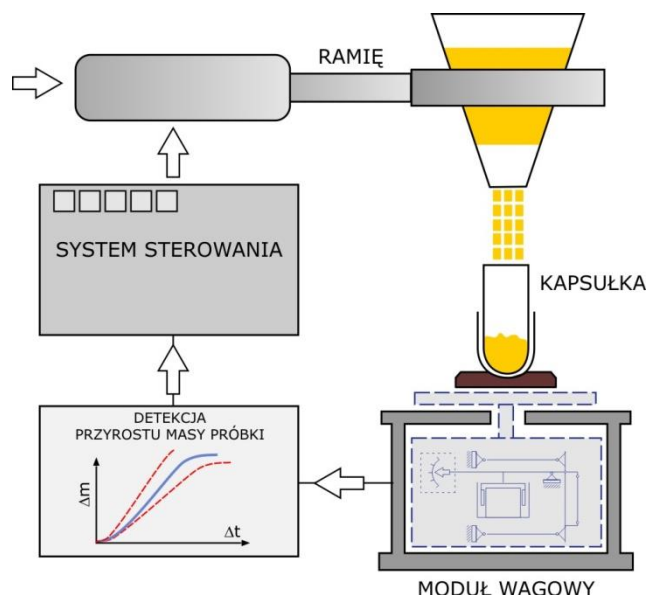
Nie bez znaczenia są oczywiście układy selekcji czy separacji. Dla próbek o znacznych masach zastosowanie mają np. moduły serii MWMH o stopniu ochrony IP 67. Obciążenie maksymalne nawet do 30 kg ($d=0,1$ g) to doskonałe rozwiązanie do zabudowy w liniach technologicznych.



Rys. 82. Waga dynamiczna z modułem wagowym.

19.3.2. Automatyczne dozowanie proszku

Dokładne odmierzenie pewnej ilości substancji jest obligatoryjnym wymogiem dla wielu procesów, dotyczy to między innymi prac badawczych. Są one podstawą rozwoju takich obszarów jak farmacja, kosmetyka, przemysł petrochemiczny. Metoda ręczna nie jest szczególnie przydatna w tym przypadku ze względu na wymaganą dokładność jak i powtarzalność ważenia. Rozwiązaniem dla takich procesów jest automatyzacja cyklu dozowania. Zazwyczaj dotyczy ona pewnej ilości np. kapsułek, które są umieszczone w specjalnych gniazdach. Każda z nich jest ważona netto oraz po dozowaniu. Kluczowym elementem w tym procesie jest pomiar masy. Oczekuje się szybkiej reakcji modułu wagowego odpowiednich parametrów metrologicznych.



Rys. 83. Moduł wagowy w układzie dozowania proszku

Wybór odpowiedniego modułu wagowego do tego rodzaju aplikacji powinien uwzględniać wielkość dozy, masę brutto oraz powtarzalność wskazań. Większość potrzebnych informacji zawierają zazwyczaj karty katalogowe modułów. Poniżej znajduje się ich skrócona specyfikacja.

	SERIA MYA	SERIA MAS
Obciążenie maksymalne	2 g ÷ 52 g	220 g
Dokładność odczytu	0,1 µg ÷ 10 µg	100 µg
Zakres tary	2 g ÷ 52 g	220 g
Powtarzalność	0,4 µg ÷ 1,0 µg	100 µg
Czas stabilizacji	5 s	3,5
Temperatura pracy	+10 ÷ +40 °C	
Interfejs	2 × RS 232, 2 × USB, , Ethernet, Wi-Fi, 4 wejścia / 4wyjścia	

Dodatek

Kierunki rozwoju metrologii naukowej i przemysłowej

dr Wojciech T. Chyla

Centrum Metrologii im. Zdzisława Rauszera

Horizontalny charakter metrologii

Jako nauka o pomiarach i ich zastosowaniach, metrologia integruje praktycznie wszystkie nauki doświadczalne. Odgrywa ona także ważną rolę we wszystkich gałęziach przemysłu, a w szczególności w sektorze wysokich technologii. Metrologia ma zastosowania w handlu detalicznym, a jeszcze większą rolę odgrywa w handlu hurtowym i międzynarodowym. Nieustannie rośnie zakres dziedzin, w których pomiary podlegają rygorom metrologii: medycyna, farmacja, rolnictwo, ochrona środowiska i bezpieczeństwo to tylko kilka najlepiej znanych przykładów. Ponieważ zastosowania metrologii dotyczą wielu wzajemnie powiązanych ze sobą dziedzin życia społecznego, kwestie metrologiczne są często regulowane prawem. Kluczowa rola metrologii w tak wielu zróżnicowanych, złożonych i wzajemnie powiązanych ze sobą dziedzinach wymaga stałego dostosowywania tej dyscypliny wiedzy do zachodzących przemian. Wielkie przyspieszenie rozwoju nauki, technologii, przemysłu i handlu oraz wzrost oczekiwań społecznych implikują coraz szybsze zmiany w metrologii, która musi sprostać nowym wyzwaniom. Zakończeniem tego rozdziału są rozważania dotyczące wiodących kierunków rozwoju współczesnej metrologii.

Rola metrologii w znoszeniu barier technicznych i administracyjnych w handlu

Bardzo poważnym problemem dla gospodarki światowej były i są nadal bariery administracyjne i techniczne w handlu. Problem ten polega na konieczności dostosowywania się producentów i handlowców do regulacji prawnych obowiązujących w poszczególnych państwach. Wiele takich przeszkód zostało już usuniętych (np. zastępowanie wymagań prawnych deklaracjami zgodności wydawanymi przez producentów), ale ciągle pojawiają się nowe utrudnienia, ponieważ stwarzanie takich barier jest jednym z mechanizmów obrony gospodarki krajowej przed tanim importem z innych państw.

Praktyka pokazuje jednak, że stwarzanie barier administracyjnych i technicznych ma charakter selekcji negatywnej, bowiem uderza przede wszystkim w państwa i firmy przestrzegające uznanych zasad w produkcji i handlu. Ten mechanizm obrony swych partykularnych interesów jest jednak mało skuteczny w stosunku do organizacji, które przestrzeganie takich zasad traktują jedynie deklaratorywnie. Efektywna kontrola rynku wewnętrznego jest warunkiem koniecznym sprawnego funkcjonowania gospodarki otwartej, ale jest to problem, z którym nawet wysoko uprzemysłowione państwa demokratyczne do dziś nie mogą się uporać.

Konieczność powtarzania tych samych badań metrologicznych była poważnym problemem jeszcze kilkanaście lat temu; producenci i handlowcy ponosili związane z tym koszty (pokrywane przez nabywców towarów i usług) oraz tracili czas na wykonywanie takich samych badań i uzyskanie analogicznych dokumentów w wielu krajach. Problem ten został rozwiązany z inicjatywy dyrektorów BIPM oraz CIPM, którzy byli w stanie wynegocjować wzajemne uznawanie certyfikatów i świadectw wzorcowania w państwach, które przystąpiły do Układu o Wzajemnym Uznawaniu CIPM (MRA lub CIPM MRA), podpisanego w Paryżu w 1999 r.

Układ ten nie ma charakteru traktatu międzynarodowego, ale jest to porozumienie dyrektorów NMI państw członkowskich. Układ ten jest przestrzegany, choć nie ma formalnych sankcji za jego naruszenie, ponieważ poważne naruszenie tego układu przez jedno z państw-sygnatariuszy podważyłoby zaufanie do takiego partnera, a zaufanie jest warunkiem *sine qua non* uczestnictwa w gospodarce globalnej. Poza tym, uznawanie dokumentów wydawanych przez NMI państw-sygnatariuszy CIPM MRA nie jest automatyczne; każdy NMI musi wykazać swe zdolności pomiarowe w danej dziedzinie, uczestnicząc z pozytywnym wynikiem w porównaniach kluczowych, uzupełniających i innych porównaniach międzynarodowych, co jest rejestrowane w bazie danych (KCDB) utrzymywanej przez BIPM. Układ CIPM MRA jest okresowo modyfikowany, by dostosować zawarte w nim ustalenia do zmieniających się okoliczności oraz nowych trendów w nauce i gospodarce.

Współpraca międzynarodowa w metrologii

Podporządkowanie coraz większej liczby dziedzin nauki i gospodarki rygorom metrologii powoduje konieczność rozbudowy infrastruktury metrologicznej. Tylko największe i najbogatsze kraje są w stanie sprostać wszystkim wymaganiom, jakie stawia rozwój metrologii, a w szczególności prowadzić badania naukowe we wszystkich dziedzinach pomiarowych. Problem ten jest bardzo dobrze widoczny w Europie, gdzie struktura metrologiczna jest wysoce rozdrobniona.

Mechanizmy koordynacji prac badawczych wypracowuje się latami. Współpraca państw europejskich w dziedzinie badań naukowych w metrologii była z sukcesem wypróbowana w kolejnych międzynarodowych programach badawczych, takich jak MERA, iMERA, iMeraPlus, a ostatnio EMRP. W najbliższych latach program skoordynowanych badań w metrologii będzie kontynuowany w kolejnym przedsięwzięciu o nazwie Europejski Program Metrologii dla Innowacji i Badań (European Metrology Programme for Innovation and Research, EMPIR). Program ten, o przewidywanym budżecie 600 mln €, będzie dofinansowany w połowie z budżetu UE. Jest to wielka szansa dla mniejszych i uboższych państw europejskich, ponieważ mogą one brać udział w konsorcjach badawczych podejmujących projekty naukowe, których same nie byłyby w stanie wykonać ze względu na niedostatki kadrowe, aparaturowe i finansowe.

Współpraca międzynarodowa w dziedzinie metrologii ma na razie wymiar przede wszystkim europejski, regionalny. Są już jednak pierwsze programy międzynarodowe, które integrują NMI z różnych kontynentów; przykładem może być projekt International Avogadro Coordination, poświęcony bardzo dokładnemu pomiarowi stałej Avogadro, w którym biorą udział NMI z Europy, Ameryki, Azji i Australii. Współpraca międzykontynentalna jest już od dawna standardem w naukowych badaniach akademickich; metrologia upodabnia się do innych dyscyplin akademickich również pod tym względem.

Reforma międzynarodowego układu jednostek miar

Aż do połowy XX wieku definicje wielkości fizycznych i ich jednostek miały charakter operacyjny, tzn. podawały one sposób pomiaru danej wielkości. W sposób oczywisty dotyczy to definicji jednostek masy i długości przyjętych na 1 konferencji CGPM w 1889 r.: pomiar polega na wykonaniu bezpośredniego lub pośredniego porównania z definicyjnym wzorcem pierwotnym. Wzorce kilograma i metra w postaci platynowo-irydowych artefaktów mają jednak rozliczne wady: były wybrane arbitralnie, podlegają drobnym, ale istotnym zmianom w czasie (dryft), nie są dostępne powszechnie, a w przypadku ich zniszczenia lub uszkodzenia nie można byłoby ich dokładnie odtworzyć.

Definiowanie jednostek fizycznych za pomocą właściwości atomów, postulowane przez Maxwella jeszcze przed podpisaniem Konwencji Metrycznej, również ma charakter operacyjny. Pomiar polega na porównaniu wielkości mierzonej z odpowiadającą jej wielkością atomową, np. długością emitowanej fali, częstotliwością lub masą. Idea definicyjnych wzorców atomowych została zrealizowana dopiero w roku 1960, gdy metr zdefiniowano jako wielokrotność długości fali jednej z linii widmowych atomu kadmu. Naturalną konsekwencją takiej definicji była realizacja metra metodą interferencyjną. Warto dodać, iż atomowy wzorec metra i pomiar długości tą metodą opracował Michelson już w latach 1892/1893. Jednostka czasu również została zdefiniowana za pomocą wzorca atomowego. W latach 1967/1968 CGPM podjął rezolucję, by sekundę związać z częstotliwością promieniowania emitowanego przez atomy cezu. Definityjny wzorec cezowy jest do dziś pierwotną realizacją jednostki czasu.

W roku 1980 nastąpił przełom w podejściu do definiowania jednostek podstawowych międzynarodowego układu jednostek miar, wynikający ze spostrzeżenia, że jednostka może być jednoznacznie określona przez ustalenie wartości liczbowej stałej fizycznej. Pierwszą jednostką zdefiniowaną w ten sposób był metr, związany z wartością liczbową szybkości światła w próżni c , której nadano wartość $c = 299\,792\,458$ m/s (dokładnie): skoro c jest wielkością stałą, to ustalając wartość liczbową tej wielkości, tzn. $\{c\} = 299\,792\,458$, ustalamy jednoznacznie wartość jednostki $[c] = \text{m/s}$; ponieważ sekunda była już wcześniej zdefiniowana, to tym samym jednoznacznie określona jest też jednostka długości – metr.

Zastosowanie tego samego sposobu rozumowania do innych jednostek podstawowych układu SI leży u podstaw nadchodzącej reformy międzynarodowego układu jednostek miar, określanego najczęściej jako Nowy SI. I tak np. ustalając wartość liczbową stałej Plancka $h = 6.626\,069\,57$ kg m² s⁻¹, jednoznacznie definiujemy masę kilograma: skoro $h = \{h\}$ $[h]$ jest wielkością stałą, to ustalając wartość liczbową $\{h\}$, jednoznacznie ustalamy wartość jednostki $[h] = \text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$; ponieważ metr i sekunda zostały już wcześniej zdefiniowane, to ustalenie wartości h jednoznacznie określa wartość kilograma. Takie podejście można rozszerzyć na pozostałe jednostki podstawowe SI. W Nowym SI będą zredefiniowane 4 jednostki podstawowe SI: (1) jednostka masy – kilogram będzie zdefiniowany przez ustalenie wartości stałej Plancka h ; (2) jednostka temperatury termodynamicznej – kelwin będzie zdefiniowana przez ustalenie wartości liczbowej stałej Boltzmanna, k_B ; (3) jednostka liczebności materii – mol będzie zdefiniowana przez ustalenie wartości liczbowej stałej Avogadro N_A ; (4) jednostka natężenia prądu elektrycznego – amper będzie zdefiniowana przez ustalenie wartości liczbowej ładunku elementarnego e .

Pozostałe 3 jednostki podstawowe układu SI będą jedynie przeformułowane, tak by struktura wszystkich siedmiu definicji była taka sama. Definiowanie jednostek miar poprzez ustalenie wartości liczbowych stałych fizycznych ma charakter wybitnie abstrakcyjny i wymaga podania konkretnego sposobu realizacji (*mise en pratique*) tych jednostek. Oczywiście, może być więcej niż jedna taka metoda; już dziś realizacja sekundy dopuszcza wykorzystanie kilku linii widmowych, a nie tylko przejście nadsubtelne w atomie cezu.

Reforma układu jednostek miar, znana jako Nowy SI (New SI), była już dwukrotnie odkładana; główną przeszkodą w szybkim wprowadzeniu tej reformy są względy techniczne, takie jak konieczność uzyskania zakładanej dokładności pierwotnej realizacji jednostki (np. $\sim 2 \times 10^{-8}$ w przypadku kilograma), zgodność pomiarów uzyskanych różnymi metodami (np. zgodność wyników projektu Avogadro, IAC, z wynikami projektu wagi Watta w przypadku redefinicji kilograma) oraz możliwość pierwotnej realizacji jednostki z zakładaną dokładnością w różnych ośrodkach badawczych, tak aby możliwa była niezależna weryfikacja pomiarów (w przypadku realizacji kilograma za pomocą wagi Watta, na razie tylko NIST legitymuje się zadowalającymi wynikami).

Zakończenie

Niezbędnym warunkiem wzrostu gospodarczego jest wysoki poziom metrologii; wszędzie tam, gdzie produkcja wymaga zachowania reżimu technologicznego lub wyroby muszą spełniać wymagania prawne, metrologia odgrywa kluczową rolę. Brak zdolności pomiarowych w jakiejś dziedzinie może mieć decydujące znaczenie dla firm produkcyjnych, których wyroby nie będą mogły być wprowadzone na rynek w planowanym terminie i trybie.

Świadomość zależności nowoczesnej gospodarki od metrologii istniała już w momencie powstawania pierwszych krajowych instytutów metrologicznych (NMI) na przełomie XIX i XX wieku. PTB, NPL i NIST były to pierwsze w historii instytuty naukowe finansowane przez państwo, a powstały przecież w krajach o wybitnie wolnorynkowej gospodarce. Wzmacnianie rodzimego przemysłu i handlu przez dofinansowanie badań w metrologii jest do dziś jedną z niewielu uznanych (tzn. legalnych) metod wspomagania gospodarki krajowej; większość innych metod dotowania gospodarki jest niedozwolona na mocy umów międzynarodowych, ponieważ naruszałyby one zasadę wolnego rynku. Konkurencyjność naszej gospodarki wymaga, by i w naszym budżecie państwowym znaczenie metrologii zostało docenione.

Powiązanie metrologii z gospodarką ma też inny aspekt; chodzi mianowicie o styk nauki z przemysłem, o podejmowanie przez naukę trudnych problemów praktycznych, jakie napotyka przemysł. Ludziom nauki zwykle zarzuca się, iż zamykają się „w wieży z kości słoniowej”, gdzie w warunkach *splendid isolation* zajmują się nauką czystą, bez związku z praktyką gospodarczą. Z kolei środowiskom przemysłowym zarzuca się niską innowacyjność i niezdolność do szybkiej absorpcji osiągnięć nauki. Oba zarzuty mają w sobie ziarno prawdy i od dylematów tego rodzaju nie są wolne również kraje najwyżej rozwinięte technologicznie.

W USA rozpoznano ten problem już kilkadziesiąt lat temu i podjęto środki zaradcze, polegające m.in. na tworzeniu (tzn. finansowaniu) konsorcjów badawczych, grupujących laboratoria państwowe (w tym NIST), instytucje akademickie i firmy przemysłowe. Natomiast największe koncerny działające w przemyśle komputerowym (IBM), telekomunikacji (ATT), energetyce (GE), aeronautyce (Boeing), przemyśle chemicznym (Du Pont) i innych gałęziach przemysłu high-tech mają swe własne laboratoria na poziomie na ogół wyższym niż laboratoria akademickie.

Dzięki globalnej konkurencji w sektorze wysokich technologii, różnice między badaniami fundamentalnymi a zastosowaniami szybko zanikają. Dzieje to się jednak inaczej, niż wyobrażali to sobie politycy gospodarczy minionej epoki: to nie naukowcy porzucili badania fundamentalne i zaczęli pracować na rzecz fabryk z dymiącymi kominami, ale wręcz odwrotnie: to przemysł wysokich technologii zbliżył się tak bardzo do sfery badań podstawowych, że granice między nauką, technologią i przemysłem wytwórczym stały się umowne. W krajach najwyżej rozwiniętych gospodarczo przejście z akademii do instytutu resortowego czy biura konstrukcyjnego w przemyśle wysokich technologii nie stanowi już dramatycznej zmiany zawodowej. Praca w laboratoriach przemysłowych przynosi nie tylko znaczny awans finansowy, ale daje również wysoki prestiż naukowy. Zacieranie się granic między nauką czystą i przemysłem high-tech jest trendem niezależnym od regionu geograficznego.

Załącznik A - Leksykon terminów metrologicznych

Idea leksykonu związanego z tą publikacją sprowadza się do wyjaśnienia, czym są poszczególne terminy metrologiczne. Przywoływanie definicji słownikowych czy też normatywnych jest niezasadne, można je znaleźć w stosownych publikacjach. Ważniejsze jest zrozumienie, co dany termin oznacza w sensie praktycznym.

A Adiustacja

Szereg czynności, w wyniku których doprowadza się przyrząd pomiarowy do działania odpowiadającego jego przeznaczeniu. W odniesieniu do wag elektronicznych sprowadza się to do skorygowania czułości wagi poprzez porównanie wyniku ważenia wzorca (zazwyczaj zabudowanego wewnątrz wagi) z jego wartością referencyjną. Takie porównania wykonywane są w cyklach automatycznych (sterowanych zmianami temperatury i czasu) lub półautomatycznych (poprzez operatora).

Analiza ryzyka

Szereg czynności, w wyniku których wskazuje się te elementy związane z procesem pomiaru masy, które generują największe błędy. Można analizować własne kompetencje w zakresie np. przygotowania próbki, umiejętności ważenia, optymalnego wykorzystania wagi. Drugi aspekt to ocena parametrów wagi. Tu, zależnie od wielkości ważonych mas, można mówić o wpływie powtarzalności (małe masy) oraz liniowości na wynik pomiaru.

B Błąd graniczny dopuszczalny (MPE)

Maksymalna dopuszczona przez przepisy dodatnia lub ujemna różnica pomiędzy wskazaniem a wartością prawdziwą; termin pochodzi z wymagań prawnych dla wag (PN-EN 45501) a jego mechanizm (zależność błędu od obciążenia) został wykorzystany do tworzenia własnych wymagań.

Błąd pomiaru

Różnicę pomiędzy wynikiem pomiaru, a rzeczywistą wartością mierzonej wielkości, nazywamy potocznie błędem pomiaru.

Błąd pomiaru przypadkowy

Błąd przypadkowy jest to składnik błędu pomiaru, który w powtarzalnych pomiarach zmienia się w sposób nieprzewidywalny. Wynika z różnych przypadkowych czynników (np. wahania temperatury, ruch powietrza, w pobliżu przyrządu pomiarowego). Niepowtarzalność wyników pomiaru tej samej wielkości jest efektem błędu przypadkowego (badanie powtarzalności wskazań wagi).

Błąd pomiaru systematyczny

Składnik błędu pomiaru, który przy powtarzaniu pomiarów pozostaje stały lub zmienia się w przewidywalny sposób. Wynika on z niedoskonałości przyrządów i metod pomiarowych. Błędy systematyczne należy uwzględniać, wprowadzając korektę do wyniku. Może nią być poprawka, mnożnik lub wartość z tablicy. Przykładem błędu systematycznego jest błąd wzorca, który znajduje się w świadectwie wzorcowania.

Błąd pomiaru w punkcie kontrolnym

Jest to błąd pomiaru przyrządu pomiarowego lub układu pomiarowego przy określonej wartości wielkości mierzonej. Przykładem takich błędów jest wzorcowanie wagi w wybranych punktach kontrolnych. W codziennym użytkowaniu sprawdza się okresowo wagę (zazwyczaj po adiustacji) jakimś wzorcem. To również jest określanie błędu w punkcie kontrolnym. Dobrze byłoby, żeby ten punkt kontrolny pokrywał się z masami ważonych próbek.

Budżet niepewności

Zbiór wszystkich możliwych czynników, które mają wpływ na proces ważenia. Analizuje się najczęściej parametry wagi, ale ocena może dotyczyć również innych obszarów, o ile zawierają one istotne informacje. Należy tu zaznaczyć, że nie należy dążyć do pokazania wszystkich elementów, ale raczej skupić się na tych kluczowych; tzn. takich, których wkład do budżetu jest istotny.

C Certyfikacja

Proces badania parametrów technicznych wag, podczas którego sprawdza się ich wskazania, porównując je z wartościami granicznymi (PN-EN 45501). Testy uznaje się za poprawne, gdy wszystkie testy dają wynik pozytywny. Jest to podstawą do wydania certyfikatu (zatwierdzenia typu) dla producenta badanej wagi (typoszeregu).

Czas nagrzewania własnego

Jest to czas liczony od momentu załączenia wagi do sieci do momentu, gdy jej błędy są mniejsze niż błędy graniczne dopuszczalne (norma), praktycznie nie wyłączamy wagi z sieci, toteż zjawisko nagrzewania własnego występuje podczas pierwszego uruchomienia wagi.

Czas próbkowania

Interwał lub odcinek czasu, w jakim wskazanie wagi jest analizowane w kontekście wagi, żeby otrzymać wynik pomiaru przetwornik w sposób praktycznie ciągły bada (próbkuje) sygnał pomiarowy, który następnie jest przetwarzany przez układy filtrujące; w kontekście wagosuszarki czas próbkowania masy to także obserwacja stabilności masy suszonej próbki w pewnym odcinku czasu, np. w czasie 25 sekund.

Czułość

Jest to iloraz zmiany wskazania układu pomiarowego (ΔR) i odpowiadającej jej zmiany wartości wielkości mierzonej (Δm).

$$SE = \frac{\Delta R}{\Delta m}$$

D Deklaracja zgodności

Deklaracja zgodności jest pisemnym oświadczeniem sporządzonym przez producenta, stwierdzającym, że wagi których dotyczy, są zgodne z zatwierdzonym typem oraz spełniają wymagania wszystkich dyrektyw, które ich dotyczą.

Dokładność odczytu

Jest to zbieżność zachodząca pomiędzy wartością wielkości zmierzoną a wartością wielkości prawdziwą mierzandru (wielkości, która ma być zmierzona) - VIM 2010. Uogólniając, można stwierdzić, że pomiar jest dokładny wówczas, gdy różnica pomiędzy wartością zmierzoną a wartością prawdziwą jest bardzo mała.

Dokładność pomiaru

Jest to zbieżność zachodząca pomiędzy wartością wielkości zmierzoną a wartością wielkości prawdziwą mierzandru (wielkości, która ma być zmierzona). Uogólniając, można stwierdzić, że pomiar jest dokładny wówczas, gdy różnica pomiędzy wartością zmierzoną a wartością prawdziwą jest bardzo mała. Ten parametr jest zależny od powtarzalności wskazań oraz liniowości wagi. Pewien niewielki wkład może mieć dryft czułości. Dla obiektów stawianych na środku szalki wpływ centryczności można pominąć.

Dryft

Potocznie zmiana wskazania przyrządu pomiarowego. W kontekście wag elektronicznych to pojęcie oznacza bardzo małe zmiany wskazania; zarówno w momencie, gdy szalka jest nieobciążona, jak i podczas ważenia próbki. Zjawisko dotyczy również czułości wagi, dlatego też wagi posiadają automatyczne układy adiustacji wewnętrznej.

Dryft czułości

Niewielkie zmiany wskazań układu pomiarowego w czasie, które wynikają z charakterystyk układów elektronicznych oraz zmian układu mechanicznego wagi. Te odchylenia są eliminowane przez układy adiustacyjne wagi.

Działka elementarna [d]

Wyrażona w jednostkach masy, wartość różnicy między wartościami odpowiadającymi dwóm sąsiednim wskazaniem podziałki przy wskazaniu analogowym lub różnicy między wartościami dwóch kolejnych wskazań przy wskazaniu cyfrowym.

Działka legalizacyjna [e]

Wartość wyrażona w jednostkach masy, stosowana do klasyfikacji i legalizacji wag. Szczegółowe wymagania odnośnie wartości tego zagadnienia zawiera norma PN-EN 45501. Ogólnie można stwierdzić, że dla wag klasy dokładności III $d=e$, a dla wag innych klas możliwe i stosowane jest rozwiązanie $d \neq e$.

G Globalne podejście

Zgodnie z filozofią tego podejścia w prawie - Dyrektywach Nowego / Globalnego Podejścia - są określone wymagania dla wyrobów projektowanych i wytwarzanych oraz procedury oceny zgodności, za pomocą których Wytwórca jest odpowiedzialny za zidentyfikowanie i spełnienie wymagań dotyczących projektowania i wytwarzania wyrobu. Producent, dowodząc zgodności z wymaganiami prawa, korzysta z podanych w dyrektywie procedur oceny zgodności, dokonując wyboru odpowiednio do wymagań. Gdy stosuje normy zharmonizowane, procedura jest prostsza i wytwórca korzysta z przywileju domniemania zgodności z prawem. Oznakowanie CE jest potwierdzeniem spełnienia wymagań wszystkich, mających zastosowanie, dyrektyw. Poprzez umieszczenie tego oznakowania na wyrobie producent wskazuje, że produkt spełnia mające zastosowanie wymagania określone we wspólnotowym prawodawstwie harmonizacyjnym, przewidującym jego umieszczenie.

GLP - Dobra Praktyka Laboratoryjna (*ang. Good Laboratory Practice*)

W Polsce wprowadza ją Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 4 czerwca 2003 r. w sprawie kryteriów, które powinny spełniać jednostki organizacyjne wykonujące badania substancji i preparatów chemicznych oraz kontroli spełnienia tych kryteriów (*Dz. U. z 2003 r. Nr 116, poz. 1103*).

Jest to system zapewnienia jakości badań, określający zasady organizacji jednostek badawczych wykonujących niekliniczne badania z zakresu bezpieczeństwa i zdrowia człowieka i środowiska, w szczególności badania substancji i preparatów chemicznych wymagane ustawą i warunki, w jakich te badania są planowane, przeprowadzane i monitorowane, a ich wyniki są zapisywane, przechowywane i podawane w sprawozdaniu.

Celem zasad GLP jest promowanie jakości i wiarygodności uzyskiwanych wyników badań, od momentu ich planowania, aż po właściwe przechowywanie danych źródłowych i sprawozdań, tak by możliwe było prześledzenie toku badania lub jego całkowite odtworzenie. Tym samym, waga jest tylko jednym z elementów GLP, która umożliwia rejestrację pomiaru masy (wydruk, export, pamięć Alibi) z podaniem daty, czasu oraz innych niezbędnych informacji (własne wymagania). Zespół tych cech wagi jest zazwyczaj zgrupowany w tzw. menu GLP.

GMP - Dobra Praktyka Produkcyjna (*ang. Good Manufacturing Practice*)

Oznacza zestaw standardów stosowanych w produkcji przemysłowej, które zapewniają wysoką jakość, czystość użytych surowców i komponentów gotowego produktu. Zapewniają również pełną kontrolę nad jakością i pochodzeniem surowców. Standardy GMP opracowano pierwotnie dla przemysłu farmaceutycznego. Obecnie stosowane bywają przez niektóre firmy kosmetyczne, producentów suplementów odżywczych itp.

Grawimetryczna metoda wzorcowania pipet

Metoda badania objętości pipet tłokowych za pomocą wag elektronicznych. Metodyka badania: ciecz z pipety jest wydalana do naczynia wagowego, które jest ważone, znając gęstość cieczy oraz masę wydalonej wody wyliczamy objętość próbki, jest ona przypisywana do objętości pipety, konwersja wynik ważenia na objętość jest ilorazem masy próbki i jej gęstości.

$$V = \frac{m}{\rho}$$

J Jednostka notyfikowana

Organizacja wyznaczona przez odpowiednie władze każdego z państw członkowskich Unii Europejskiej do wykonywania zadań wynikających z postanowień poszczególnych Dyrektyw Nowego Podejścia.

K Kalibracja

Inaczej wzorcowanie, zbiór operacji ustalających w określonych warunkach relacje między wartościami wielkości mierzonej, wskazywanymi przez przyrząd pomiarowy lub układ pomiarowy albo wartościami reprezentowanymi przez wzorzec miary lub przez materiał odniesienia a odpowiednimi wartościami wielkości realizowanymi przez wzorce jednostki miary.

Klasa dokładności

Umowny podział wag, uwzględniający ilość działek elementarnych wag oraz precyzujący wielkość granicznych błędów dopuszczalnych. Wyróżnia się 4 klasy dokładności:

- specjalna,
- wysoka,
- średnia,
- zwykła.

Wielkość błędów zależy od klasy dokładności wagi oraz stosowanego obciążenia (PN-EN 45501). Te zależności są wykorzystywane podczas testów związanych np. z legalizacją ponowną wag. Podział wag na klasy dokładności, a co za tym idzie określone wielkości błędów, jest często wykorzystywany do tworzenia własnych kryteriów akceptacji.

Kryterium akceptacji wyposażenia pomiarowego

Zespół wymagań prawnych (własnych), które stanowią podstawę do stwierdzenia, że waga spełnia określone kryteria. Zazwyczaj dotyczą one dokładności pomiaru, ale czasami również funkcjonalności i czasu ważenia.

Kwalifikacja (wyposażenia pomiarowego)

Jeden z elementów procesu walidacji. Zależnie, od tego czego dotyczy, można mówić o:

- Kwalifikacji Projektu (DQ)
Dla wag sprowadza się ona do stwierdzenia czy waga, która ma być użytkowana, będzie spełniać wymagania w zakresie funkcjonalności i dokładności pomiaru.
- Kwalifikacji Instalacyjnej (IQ)
Należy sprawdzić, czy ten typ wagi, który został zakwalifikowany do wdrożenia, został dostarczony. Sprawdzamy dokumentację, opisy, parametry itp.
- Kwalifikacji Operacyjnej (OQ)
Na tym etapie należy potwierdzić poprzez sprawdzenie, czy parametry funkcjonalne i dokładność wagi są rzeczywiście poprawne, tzn. zawierają się w wymaganiach opisanych podczas DQ.
- Kwalifikacji Procesu (działania) (PQ)

Udokumentowane sprawdzenie i potwierdzenie, że urządzenia i instalacje pomocnicze, połączone w jedną funkcjonalną całość, mogą pracować efektywnie i powtarzalnie, zgodnie z zatwierdzoną metodą prowadzenia procesu i specyfikacjami. Ten etap jest realizowany dla wag współpracujących z innymi urządzeniami w ramach wymiany, gromadzenia lub przetwarzania informacji.

L Legalizacja jednoetapowa i dwuetapowa

- Legalizacja jednoetapowa dotyczy wag, które posiadają mechanizmy korygujące wpływ zmian siły grawitacji na wynik pomiaru. Są to wagi posiadające wewnętrzne automatyczne układy adiustacyjne.
- Legalizacja dwuetapowa dotyczy wag, które nie posiadają takich mechanizmów. Aby uzyskać poprawność ich działania, należy w nowym miejscu użytkowania ponownie ustalić czułość wagi:

$$SE = \frac{\Delta R}{\Delta m}$$

Wynika to z zasady pracy wag elektronicznych: mierzymy siłę z jaką ładunek jest przyciągany przez Ziemię : $F = mg$. Gdy zmienia się wartość „g”, należy ponownie wyskalować wagę. Proces ponownego skalowania wagi wymaga postawienia w procesie adiustacji odważnika o określonej przez producenta masie.

Legalizacja pierwotna

Procedura wykonywana do 1 maja 2004, obecnie nie jest stosowana. Dokonywana przez urzędników Urzędu Miar na podstawie badań odbiorczych danego egzemplarza wagi, przed jego wprowadzeniem na rynek.

Legalizacja ponowna

Procedura dotycząca wag będących w użytkowaniu, podczas której sprawdza się podstawowe parametry wag, porównując je z wartościami granicznymi dopuszczalnymi. Wielkości błędów zawiera norma PN-EN 45501. Legalizacja ponowna jest wykonywana okresowo, zgodnie z aktualnie obowiązującym prawem. Obowiązek zgłoszenia wagi do ponownej legalizacji spoczywa na użytkowniku. Istotną informacją jest to, że podczas legalizacji ponownej błędy wagi odnosi się do błędów granicznych dopuszczalnych (MPE). Tym samym, przed ponowną legalizacją warto sprawdzić, czy błędy wskazań wagi są mniejsze niż MPE. Mamy wówczas gwarancję, że ta procedura zakończy się sukcesem. Podczas użytkowania wagę uznaje się za sprawną wówczas, gdy jej błędy wskazań nie są większe niż 2xMPE.

Legalizacja WE

Procedura, w ramach której Jednostka Notyfikowana sprawdza i potwierdza, że dane wagi są zgodne z typem opisanym w Certyfikacie Zatwierdzenia Typu EC (WE) i spełniają wymagania Dyrektywy NAWI. Europejskie określenie "EC" i polskie "WE" jest tożsame i oznacza Wspólnotę Europejską.

Liniowość

Jest to odchyłka rzeczywistej charakterystyki wagi od linii prostej, łączącej dwa punkty A-B, która opisuje równanie wagi idealnej, w praktyce nie ma wag idealnych, toteż nigdy charakterystyka wagi nie jest linią prostą, raczej dąży się do uzyskania takiej charakterystyki.

Ł Łańcuch spójności pomiarowej

Właściwość wyniku pomiaru lub wzorca jednostki miary polegająca na tym, że można je powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miary za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.

M Metoda referencyjna

Metoda badań obejmująca takie elementy, jak: pobranie próbki, przygotowanie próbki, pomiar, analiza danych, kryteria akceptacji. Założenia jest metodą, dzięki której uzyskuje się dokładne i powtarzalne pomiary dla analizowanego medium, wynik z tej metody stanowi punkt odniesienia dla optymalizacji np. parametrów suszenia (wagosuszarki).

Metoda typu A wyznaczania niepewności pomiaru

Metoda typu A obliczania niepewności pomiarowej polega na analizie statystycznej serii obserwacji. Niepewność w tym przypadku to odchylenie standardowe, więc wymaga odpowiednio dużej liczby powtórzeń. Stosuje się ją wtedy, gdy istnieje możliwość przeprowadzenia wielu powtórzeń pomiaru tej samej wielkości w identycznych warunkach pomiarowych.

Metoda typu B wyznaczania niepewności pomiaru

Niepewność typu B wyznaczana jest za pomocą analizy naukowej opartej na wszystkich dostępnych informacjach na temat zmienności wielkości wejściowej. Tymi informacjami mogą być dane uzyskane z wcześniej przeprowadzonych pomiarów, posiadane doświadczenie, właściwości odpowiednich materiałów oraz przyrządów pomiarowych.

Metrologia

Metrologia to nauka dotycząca sposobów dokonywania pomiarów oraz zasad interpretacji uzyskanych wyników. Ogólnie można ją podzielić na metrologię przemysłową, naukową oraz prawną (dotyczącą uregulowań prawnych). Nazwa pochodzi od połączenia dwóch słów: *Metros* – mierzyć oraz *Logos* – nauka.

Metrologia naukowa

Dział metrologii, zajmujący się utrzymywaniem i rozwojem wzorów miar oraz wielkości z nimi związanych.

Metrologia przemysłowa

Dział metrologii, zajmujący się pomiarami w różnych dziedzinach nauki i przemysłu, z wyłączeniem obszaru regulowanego (metrologii prawnej).

Metrologia prawna

Dział metrologii, odnoszący się do działań, które wynikają z wymagań ustawowych i dotyczą pomiarów, jednostek miar, przyrządów pomiarowych i metod pomiarowych, które są przeprowadzane przez odpowiednie organy państwowe.

MID (*ang. Measuring Instruments Directive*)

Decyzją Parlamentu Europejskiego i Rady Unii Europejskiej w dniu 31 marca 2004 r. została ustanowiona dyrektywa o przyrządach pomiarowych, zwana potocznie MID (skrót pochodzi od angielskiej nazwy – Measuring Instruments Directive). Dyrektywa ta obejmuje w zakresie urządzeń do pomiaru masy wagi takie, jak:

- wagi automatyczne dla pojedynczych ładunków;
- wagi automatyczne porcjujące;
- wagi automatyczne odważające;
- wagi automatyczne przenośnikowe;
- wagi automatyczne wagonowe.

MID należy do grupy dyrektyw Nowego Podejścia, wdrażających system oceny zgodności, zastępujący – w przypadku przyrządów pomiarowych – dotychczasowy system prawnej kontroli metrologicznej w zakresie zatwierdzenia typu i legalizacji pierwotnej. Dyrektywa określa wymagania w zakresie konstrukcji, badań oraz błędów granicznych dopuszczalnych.

N NAWI dyrektywa (*ang. Non-Automatic Weighing Instruments*)

Dyrektywa dla Nieautomatycznych Urządzeń Ważących. Akt prawa Unii Europejskiej, którego mocą prawodawcy państw członkowskich Unii zostają zobowiązani do wprowadzenia (implementacji) określonych regulacji prawnych, służących osiągnięciu wskazanego w dyrektywie, pożądanego stanu rzeczy. Dyrektywa określa wymagania dla wag nieautomatycznych w zakresie konstrukcji, badań oraz błędów granicznych dopuszczalnych.

Niepewność pomiaru

Jest to *nieujemny parametr charakteryzujący rozproszenie wartości wielkości, przyporządkowany do menzurandu obliczany na podstawie uzyskanej informacji*, gdzie menzurand jest to wielkość, która ma być zmierzona.

Niepewność pomiaru rozszerzona

Ta wielkość definiuje przedział wartości wokół wyniku pomiaru, który zgodnie z oczekiwaniami może obejmować dużą część rozkładu wartości, które w sposób uzasadniony przypisywane są wielkości mierzonej. Zgodnie z Międzynarodowym Przewodnikiem Wyrażania Niepewności Pomiaru do oznaczania niepewności rozszerzonej przyjęto literę U.

Niepewność pomiaru standardowa,

Niepewność wyniku pomiaru, wyrażona w formie odchylenia standardowego (bądź estymaty odchylenia standardowego), oznaczana zwykle jako $u(y)$. Niepewność standardowa może być związana nie tylko z wynikiem pomiaru, ale także z każdą estymatą parametru prawdopodobieństwa zmiennej losowej. Ogólnie niepewność standardowa to niepewność typu A oraz niepewność typu B.

O Obciążenie maksymalne (Max)

Jest to maksymalna zdolność ważenia bez uwzględnienia granicy zakresu dodającego urządzenia tarującego, praktycznie więc jest to maksymalna masa, jaką można zważyć, wprawdzie pozostaje jeszcze tzw. wybieg ponad obciążenia Max, ale jego wartość jest bardzo mała (9e).

Obciążenie minimalne

Wartość obciążenia, poniżej którego wyniki ważenia mogą być obarczone nadmiernym błędem względnym (PN-EN 45501). Jak wynika z definicji, ważenie poniżej obciążenia minimalnego nie jest zabronione, chociaż zakres ważenia wg EN 45501 jest definiowany od obciążenia minimalnego do obciążenia maksymalnego.

Ocena zgodności

Proces poprzedzający wprowadzenie wyrobu na rynek, przeprowadzany przez producenta w odniesieniu do norm jakościowych i aprobat technicznych, którego celem jest weryfikacja zgodności wyrobu z przepisami prawa w zakresie narzuconym przez dyrektywy UE.

Odchylenie

Potocznie jest to różnica między wartością wskazywaną przez wagę (wagosuszarke), a wartością odniesienia (referencyjną), odchylenie można odnosić do procesów kontroli wag (wskazanie → wzorzec) lub do próbki (masa → wartość progowa).

Odchylenie standardowe

Jest miarą zmienności, która mówi o tym, jak szeroko są rozrzucone wyniki pomiarów wokół wartości średniej – im mniejsza wartość odchylenia, tym większe skupienie wyników wokół średniej, czyli lepsza powtarzalność wagi. Ciekawym przypadkiem jest uzyskanie wszystkich takich samych wyników w serii, odchylenie wówczas wynosi zero, ale ze względu na zaokrąglenia wyniku pomiaru, przyjmuje się je jako 0,4 x działka elementarna wagi.

Odtwarzalność

Odtwarzalność jest to stopień zgodności wyników pomiarów tej samej wielkości mierzonej, wykonywanych w zmienionych warunkach pomiarowych. Warunki pomiaru, które mogą być zmienne, to:

- zasada pomiaru (naukowa podstawa pomiaru);
- metoda pomiaru rozumiana jako logiczny ciąg wykonywanych podczas pomiaru operacji;
- obserwator;
- przyrząd pomiarowy;
- wzorzec odniesienia;
- miejsce wykonywania pomiarów;
- warunki stosowania (temperatura, wilgotność, podmuchy, drgania itp.);
- czas.

Odtwarzalność można wyrażać ilościowo za pomocą charakterystyk rozrzutu wyników.

Odważnik

Przedmiot o ściśle określonej masie, kształcie oraz tolerancji, wykorzystywany do skalowania i sprawdzania wag. Wymagania dla odważników zawiera dokument R111 OIML. Określone są klasy dokładności, materiał, kształt, identyfikacja oraz ochrona. Często odważnik wykorzystany jest jako wzorzec masy.

Odważnik adiustacyjny

Odważnik wykorzystywany w procesie ustalania dokładności wskazań wagi, w konkretnym zastosowaniu istotna jest klasa odważnika oraz jego błąd (odchyłka od wartości nominalnej).

OIML (ang. *International Organization of Legal Metrology*)

Międzynarodowa Organizacja Metrologii Prawnej, zajmująca się metrologią prawną.

P Pipeta tłokowa

Przyrząd pomiarowy przeznaczony do odmierzenia określonych objętości cieczy, stosowany powszechnie w wielu gałęziach przemysłu, ze względu na konstrukcję wyróżniamy pipety jednokanałowe lub wielokanałowe, uwzględniając objętość mamy pipety o stałej lub zmiennej objętości.

Powtarzalność pomiaru

Jest definiowana jako precyzja pomiaru w warunkach powtarzalności pomiaru. Praktycznie więc można mówić o bardzo dobrej powtarzalności, gdy kilkukrotne ważenie tej samej próbki daje taki sam wynik lub różnice pomiędzy wynikami są niewielkie np. kilka działek elementarnych.

Precyzja pomiaru

Jest to zbieżność zachodząca pomiędzy wskazaniami lub wartościami wielkości zmierzonymi otrzymanymi przy powtarzalności pomiarów na tym samym lub podobnych obiektach w określonych warunkach wg VIM 2010. Dużą precyzję otrzymujemy wówczas, gdy wartości zmierzone są położone blisko siebie.

Profil suszenia

W przypadku wagosuszarek jest to sposób sterowania dynamiką temperatury suszenia, jaka panuje w komorze suszenia od momentu startu do momentu automatycznego lub ręcznego zakończenia całego procesu.

Przetwornik elektromagnetyczny

Układ przetwarzania, którego zasadniczą częścią jest cewka umieszczona w polu magnetycznym siłownika. Szalka jest połączona z układem prostowodu, jej obciążenie nie powoduje odkształceń sprężystych, lecz pewne niewielkie wychylenie elementu prostowodu. To wychylenie jest rejestrowane przez czujnik położenia i kompensowane przez siłę pochodząca od cewki umieszczonej w polu magnetycznym

Przetwornik tensometryczny

Przetwornik, który w swojej zasadzie działania wykorzystuje pomiar odkształcenia elementu pomiarowego (tensometru), zmiana rezystancji ΔR tensometru jest proporcjonalna do naprężenia mechanicznego.

Przyrząd pomiarowy

Urządzenie przeznaczone do wykonywania pomiarów, samodzielnie lub w połączeniu z jednym lub wieloma urządzeniami dodatkowymi.

R Raport z adiustacji

Procedura, podczas której waga drukuje, archiwizuje, eksportuje wynik z procesu adiustacji; może to być krótka forma lub dość zaawansowana; w procesach nadzoru nad przyrządem pomiarowym może być wykorzystywana do oceny sprawności wagi.

Rozdzielczość

Najmniejsza różnica wskazania urządzenia wskazującego, która może być zauważona w wyraźny sposób, dla wagi elektronicznej przedstawia się zależnością Max / d , czyli np. $220 \text{ g} / 0,1 \text{ mg} = 2\,200\,000$ działek (oczywiście rozdzielczość wewnętrzna przetwornika wagi jest znacznie większa).

S Spójność pomiarowa

Właściwość pomiaru lub wzorca jednostki miary, polegająca na tym, że można go powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miary, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.

Sprawdzanie wyposażenia pomiarowego

Procedura, podczas której ocenia się przyrząd pomiarowy pod względem ewentualnych błędów oraz całkowitej sprawności, efektem takiej kontroli jest zakwalifikowanie przyrządu do dalszej eksploatacji, warunkowe jego dopuszczenie do eksploatacji lub całkowite jego wycofanie z użytkowania; procedury sprawdzania tworzy się indywidualnie, uwzględniając zakres prac wykonywanych z użyciem danej wagi.

Ś Świadectwo wzorcowania

Ang. Calibration Certificate, dokument wydawany zwykle przez narodowe instytuty metrologiczne, organy administracji miar, kręgowe urzędy, akredytowane lub nieakredytowane laboratoria pomiarowe (wzorcujące), zawierający wyniki wzorcowania przyrządu pomiarowego i poświadczający, że wzorcowany przyrząd spełnia określone wymagania metrologiczne. Świadectwo wzorcowania jest jednym z podstawowych dokumentów umożliwiających zachowanie spójności pomiarowej.

Średnia wartość pomiaru

Wartość średnia to iloraz sumy n liczb i n (gdzie n to liczba sumowanych liczb), tak więc jest to iloraz sumy wszystkich wyników ważenia danej próbki i ilości ważeń; parametr wykorzystywany podczas badania powtarzalności wskazań.

T Temperatura pracy

Zakres temperatury wskazywany przez dolną wartość oraz wartość górną, w którym waga działa zgodnie z charakterystyką deklarowaną przez producenta, tzn. jej dokładność jest poprawna, istotna jest dynamika zmian temperatury.

Temperatura suszenia

Jest to temperatura, w której bada się zmiany masy próbki w czasie, dla metod referencyjnych jest to zazwyczaj 105°C, dla wagosuszarek ta temperatura jest zależna od specyfiki badanej próbki.

Termograwimetria

Proces określania ubytku masy, który występuje podczas ogrzewania substancji. Podczas tego procesu próbka ważona jest przed i po ogrzewaniu, a następnie wylicza się różnicę pomiędzy tymi dwoma określonymi ciężarami. Termin pochodzi z łacińskiej nazwy trójczłonowej: *Thermo* – ciepło, *Gravi* – ciężar, *Metry* – metoda.

W Waga automatyczna

Waga w pełni automatyczna, które realizuje proces ważenia kolejnych ładunków bez ingerencji operatora, najczęściej są to wagi do ważeń dynamicznych – pomiar masy przemieszczającego się ładunku, wagi taśmowe, dozowniki automatyczne.

Waga nieautomatyczna

Jest to waga wymagająca udziału operatora w procesie ważenia, np. umieszczania ładunków na szalce, tarowania, zerowania itp.

Walidacja

Walidację można sprecyzować jako działanie mające na celu potwierdzenie - w sposób udokumentowany i zgodny z zasadami Dobrej Praktyki Wytwarzania - że procedury, procesy, urządzenia, materiały, czynności i systemy rzeczywiście prowadzą do zaplanowanych wyników.

Współczynnik rozszerzenia

Jest to współczynnik liczbowy, przez który należy pomnożyć złożoną niepewność standardową pomiaru $u_c(y)$ dla określenia szerokości przedziału wokół poprawionego wyniku pomiaru obejmującego mierzoną wartość z zadaniem prawdopodobieństwem. Współczynnik rozszerzenia oznaczamy małą literą k .

Wzorcowanie

Zbiór operacji ustalających (w określonych warunkach) relację pomiędzy wartościami wielkości mierzonej (wskazywanymi przez przyrząd lub układ pomiarowy) albo wartościami reprezentowanymi przez wzorzec miary lub materiał odniesienia, a odpowiednimi wartościami wielkości realizowanymi przez wzorce jednostki miary.

Z Zakres pomiarowy

Zbiór wartości wielkości mierzonej (pomiaru), dla których przyjmuje się, że błąd przyrządu pomiarowego (wagi) jest zawarty w określonych granicach.

Zakres ważenia

Jest to przedział zawierający się pomiędzy obciążeniem minimalnym a obciążeniem maksymalnym wagi (norma), praktycznie próg ważenia małych mas może być większy – decydują o tym wymagania związane z dokładnością ważenia (MinWeight).

Zakres wzorcowania

Jest to przedział, w którym określa się błąd wskazania dla konkretnych punktów pomiarowych, można zatem mieć zakres wzorcowania od 20 g do 150 g w kilku określonych punktach, wartości punktów, w których wzorcujemy wagę, zazwyczaj pokrywają się z masami próbek, jakie ważymy.

Zatwierdzenie typu

Procedurą, podczas której odpowiednia jednostka notyfikowana sprawdza, poprzez badania, i poświadcza, poprzez wydanie Certyfikatu Zatwierdzenia Typu EC (WE), że waga reprezentująca produkcję spełnia dotyczące jej wymagania dyrektywy. Decyzja zatwierdzenia typu powinna zawierać odpowiednią ilość informacji, umożliwiającą identyfikację przyrządu.

Znak CE

Symbolizuje zgodność wyrobu z regulacjami Unii Europejskiej, które mają do tego wyrobu zastosowanie, umieszczenie oznaczenia CE na wyrobie stanowi deklarację osoby za to odpowiedzialnej, że dany wyrób jest zgodny z ogólnymi przepisami bezpieczeństwa, określonymi w dyrektywach oznakowania CE.

Znak EX

Znak Ex jest oznaczeniem specjalnym dla produktów przeznaczonych do pracy w strefie zagrożonej wybuchem, znak ten jest stosowany w celu pokazania, że wyrób spełnia wymagania norm europejskich, dostosowanych do Dyrektywy 94/9/EC (Dyrektywa ATEX, nazwana odpowiednio od francuskiego sformułowania „ATmosphere EXplosible”).

Znak M

Oznaczenie znakiem metrologii - zielony kwadrat z literą M jest dodatkowym oznaczeniem potwierdzającym, że wagi nieautomatyczne, których zastosowanie tego wymaga, spełniają wymagania zasadnicze dyrektywy *Nieautomatyczne urządzenia wagowe* - 90/384/EEC.

Załącznik B - Gęstość wody destylowanej

	0 °C	10 °C	20 °C	30 °C
0 °C	0,99984	0,99970	0,99820	0,99565
+ 1 °C	0,99990	0,99961	0,99799	0,99934
+ 2 °C	0,99994	0,99949	0,99777	0,99503
+ 3 °C	0,99996	0,99938	0,99754	0,99470
+ 4 °C	0,99997	0,99924	0,99730	0,99437
+ 5 °C	0,99996	0,99910	0,99704	0,99403
+ 6 °C	0,99994	0,99894	0,99678	0,99368
+ 7 °C	0,99990	0,99877	0,99651	0,99333
+ 8 °C	0,99985	0,99860	0,99623	0,99297
+ 9 °C	0,99978	0,99841	0,99594	0,99259

Skorowidz

A

adiustacja · 24, 26, 28, 30, 44, 45, 48, 129, 134, 170, 171, 174, 179
akredytacja · 90
analiza ryzyka · 169

B

błąd graniczny dopuszczalny · 33, 169
błąd pomiaru · 17, 23, 24, 31, 48, 74, 83, 96, 100, 169, 170
błąd pomiaru w punkcie kontrolnym · 24, 170
błąd przypadkowy · 96
błąd systematyczny · 96
brutto · 47, 135
budżet niepewności · 108, 170

C

certyfikacja · 170
certyfikacja · 89
czas nagrzewania · 86, 170
czas próbkowania · 170
czułość · 20, 29, 30, 32, 44, 59, 94, 109, 134, 169, 170, 171, 174

D

deklaracja zgodności · 16, 171
dokładność odczytu · 29, 82, 171
dokładność pomiaru · 31, 49, 73, 80, 115, 133, 134, 171
dryft · 30, 36, 56, 109, 116, 117, 134, 166, 171
dryft czułości · 171
działka elementarna · 16, 26, 32, 37, 38, 39, 45, 84, 85, 102, 103, 106, 107, 108, 109, 115, 122, 171, 177

E

Euramet · 11

J

jednostka miary · 19, 20, 173, 175, 179, 181
jednostka notyfikowana · 173, 181

K

kalibracja · 20, 29, 44, 45, 70, 87, 99, 100, 173
klasa dokładności · 39, 173

kontrola · 13, 42, 47, 95, 164
kryterium akceptacji · 31, 97, 173
kwalifikacja · 46, 173

L

legalizacja · 173, 174
legalizacja pierwotna · 174
legalizacja ponowna · 174
liniowość · 21, 24, 30, 32, 36, 37, 38, 39, 40, 46, 47, 48, 74, 97, 134, 169, 171, 174

M

masa · 9, 17, 18, 24, 25, 26, 29, 33, 36, 38, 39, 42, 43, 48, 51, 53, 54, 55, 56, 57, 59, 64, 65, 67, 68, 70, 72, 73, 78, 80, 81, 88, 91, 105, 106, 111, 152
materiał odniesienia · 20, 173, 181
metoda referencyjna · 175
metoda typu A · 175
metoda typu B · 175
metoda wzorcowania · 172
metrologia · 9, 10, 11, 12, 164, 165, 167, 175, 181
metrologia naukowa · 175
metrologia prawna · 10, 11, 12, 175
metrologia przemysłowa · 175

N

netto · 47, 114, 135, 136
niepewność pomiaru · 19, 31, 100, 101, 104, 105, 106, 107, 108, 175, 176

O

obciążenie maksymalne · 44, 177
obciążenie minimalne · 35
ocena zgodności · 12, 177
odchylenie · 22, 33, 34, 35, 36, 42, 57, 84, 96, 101, 102, 106, 108, 109, 111, 129, 175, 177
odchylenie standardowe · 33, 34, 35, 36, 96, 101, 102, 106, 108, 109, 111, 129, 175, 177
odtworzalność · 177
odważnik · 40, 51, 130, 178
OIML · 11, 47, 52, 119, 178, 185
oznaczenie CE · 181
oznaczenie M · 181

P

pipeta tłokowa · 178

pomiar · 9, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 26, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 36, 42, 44, 46, 47, 48, 49, 53, 54, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 63, 65, 66, 69, 70, 73, 74, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 86, 87, 89, 90, 95, 96, 97, 100, 101, 104, 105, 106, 107, 108, 109, 110, 111, 115, 116, 117, 122, 123, 127, 129, 130, 131, 133, 134, 166, 169, 170, 171, 172, 173, 174, 175, 176, 177, 178, 179, 180, 181

powtarzalność pomiaru · 33, 178

precyzja pomiaru · 33, 87, 178

profil suszenia · 92, 178

przetwornik elektromagnetyczny · 178

przetwornik tensometryczny · 21, 179

przyrząd pomiarowy · 20, 32, 115, 169, 173, 177, 179

R

raport · 98, 129, 179

raport z adiacji · 179

rozdzielczości · 21, 22, 28, 44, 48, 108, 109, 179

rozdzielczość · 21, 22, 28, 44, 48, 103, 106, 108, 109, 116, 179

S

spójność pomiarowa · 12, 15, 19, 175, 179

sprawdzanie · 95, 179

system oceny zgodności · 176

Ś

średnia wartość pomiaru · 180

świadectwo wzorcowania · 18, 20, 49, 97, 103, 106, 179

T

tara · 136

temperatura pracy · 180

temperatura suszenia · 89, 92, 180

termograwimetria · 180

W

waga · 12, 16, 22, 25, 26, 27, 28, 30, 31, 32, 44, 46, 55, 56, 71, 75, 86, 89, 100, 113, 115, 117, 123, 126, 127, 133, 134, 172, 173, 179, 180, 181

waga automatyczna · 180

waga nieautomatyczna · 180

walidacja · 46, 50, 89, 92, 173, 180

wilgotność · 30, 44, 45, 48, 49, 50, 54, 55, 56, 57, 60, 62, 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 97, 98, 109, 110, 115, 117, 118, 119, 121, 134, 136, 177, 185

współczynnik rozszerzenia · 103, 105, 107, 109, 110, 180

wynik pomiaru · 9, 19, 22, 29, 30, 56, 58, 96, 100, 101, 104, 105, 107, 108, 127, 169, 170, 174, 175, 176, 177, 180

wyniku pomiaru · 9, 22, 29, 30, 56, 58, 100, 104, 105, 107, 169, 170, 174

wzorcowanie · 20, 24, 90, 95, 170, 173, 181

wzorzec odniesienia · 39, 177

Z

zakres ważenia · 17, 24, 40, 177, 181

zakres wzorcowania · 181

za twierdzenie typu · 181

zgodność · 131, 167, 181

znak M · 12

Bibliografia

1. EURAMET/cg-18v.02, *Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments*.
2. OIML D-28, *Conventional value of the result of weighing In air*.
3. OIML R 111-1, *Weights of classes E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} and M_3 – Part 1: Metrological and technical requirements*.
4. Praca zbiorowa, *Nowe spojrzenie na jakość wag laboratoryjnych, Radwag 2011*.
5. Norma PN-EN 45501 *Zagadnienia metrologiczne wag nieautomatycznych*.
6. WELMEC 2., *Gravity zones 3.3*.
7. PN-EN 61326, *Wyposażenie elektryczne do pomiarów, sterowania i użytku w laboratoriach. Wymagania dotyczące kompatybilności elektromagnetycznej (EMC)*.
8. PN-EN ISO/IEC 17025 : 2001, *Ogólne wymagania dotyczące laboratoriów badawczych i wzorcujących*.
9. S. Janas, *Analiza Ryzyka w Farmacji dla Pomiarów Masy*, Radwag 2010.
10. S. Janas, *Wagosuszarki w pomiarach wilgotności*, Radwag 2010.
11. S. Janas, K. Stosur, *Pomiar gęstości ciał stałych i cieczy - analiza stosowanych metod i rozwiązań konstrukcyjnych*, Radwag 2012.
12. A. Hantz, *Wyznaczanie błędów pipet tłokowych metodą grawimetryczną*.
13. S. Janas, *Wpływ zjawisk sejsmicznych na dokładność pomiarową wag elektronicznych*, Radwag 2012.
14. A. Hantz, *Wzorce masy i odważniki*, Radwag 2010.
15. S. Janas, *Optymalizacja warunków środowiskowych podczas komparacji wzorców masy*, Radwag 2011.
16. S. Janas, S. Karpisz, *Korekcja siły wyporu w pomiarach masy*, Radwag 2012.
17. S. Janas, *Przepisy metrologiczne*, Radwag 2014.
18. S. Janas, *Badania metrologiczne*, Radwag 2014.
19. S. Janas, *Pomiary w skali mikro*, Radwag 2015.



RADWAG Wagi Elektroniczne

ul. Bracka 28, 26-600 Radom

tel. (48) 384 88 00

fax: (48) 385 00 10

e-mail: radom@radwag.pl

www.radwag.pl