



# Pomiary w skali mikro

Praktyczne wskazówki dla użytkowników mikrowag serii MYA / XA – wyd. II/2022

dr Sławomir Janas

Centrum Metrologii Badań i Certyfikacji, Radwag Wagi Elektroniczne, Polska

e-mail: radom@radwag.pl; <http://radwag.com>, tel. +48 48 386 60 00

---

## STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono podstawowe zagadnienia dotyczące instalacji oraz użytkowania mikrowag produkcji Radwag Wagi Elektroniczne. W pierwszej części opracowania zwrócono uwagę na miejsce instalacji oraz warunki środowiskowe celem wskazania potencjalnych zagrożeń, które mogą negatywnie wpływać na proces pomiaru masy. W dalszej części pokazano podstawowe procedury stosowane podczas metrologicznej oceny mikrowag, takie jak test powtarzalności, dokładności oraz wbudowane narzędzia diagnostyczne, które mogą być zastosowane podczas takich testów. Omówiono także najczęściej występujące procesy w pomiarach masy ze wskazaniem na istotne ze względów jakościowych czynniki związane z mikrowagą oraz środowiskiem. W ostatniej części odniesiono się do problemu zgodności z wymaganiami prawnymi oraz tymi jakie obowiązują w ramach GMP, GLP.

Słowa kluczowe: pomiar masy, masa, mikrowaga, farmacja, adiustacja, analiza wagowa, dokładność, precyzja pomiaru, walidacja, ważenie, GMP, GLP.

---



© Copyright by RADWAG Wagi Elektroniczne

Radom 2022

Wydanie II

RADWAG Wagi Elektroniczne  
26-600 Radom, ul. Toruńska 5  
Tel. 48 3848800, fax 48 3850010  
e-mail: radom@radwag.pl  
<http://www.radwag.pl>  
NIP: 796-000-03-27

## SPIS TREŚCI

<b>1. Wstęp</b> .....	<b>6</b>
<b>2. Instalacja w miejscu użytkowania</b> .....	<b>6</b>
2.1. Stanowisko wagowe .....	7
2.2. Aklimatyzacja wagi .....	8
<b>3. Warunki użytkowania wag</b> .....	<b>9</b>
<b>4. Zdolność pomiarowa wagi elektronicznej</b> .....	<b>10</b>
<b>5. Wpływ środowiska na wynik pomiaru</b> .....	<b>16</b>
5.1. Lokalizacja stanowiska wagowego .....	16
5.2. Personel .....	17
5.3. Temperatura w miejscu pracy.....	17
5.3.1. Czas nagrzewania własnego .....	20
5.3.2. Systemy regulacji temperatury.....	21
5.3.3. Dokładność wagi w zmiennych temperaturach.....	22
5.4. Wilgotność w procesie ważenia .....	23
5.4.1. Pomiary w warunkach zaburzonej wilgotności .....	24
5.4.2. Wpływ wilgotności na pomiar masy próbki .....	25
5.5. Ruch powietrza.....	26
5.6. Niezrównoważone ładunki elektrostatyczne .....	27
5.7. Wibracje i drgania podłoża .....	29
<b>6. Optymalizacja pracy wagi</b> .....	<b>31</b>
6.1. Optymalizacja – wpływ na własności metrologiczne .....	31
6.2. Optymalizacja dla szybkości.....	35
<b>7. SOP - kontrola parametrów metrologicznych</b> .....	<b>36</b>
7.1. Powtarzalność wskazań .....	37
7.2. Centryczność .....	39
7.3. Liniowość .....	41
<b>8. Narzędzia diagnostyczne</b> .....	<b>44</b>
8.1. Adiustacja.....	44
8.2. Autotest GLP .....	46
8.3. Autotest FILTR .....	47
8.4. Moduł środowiskowy wagi .....	49
8.5. Monitoring jakości ważenia .....	50
<b>9. APLIKACJE WAGOWE</b> .....	<b>51</b>
9.1. Pomiar masy filtrów .....	52
9.2. Pomiar netto małych wielkości .....	53
9.3. Kontrola i odmierzanie płynów .....	54
9.4. Ważenia porównawcze – komparacja .....	55
9.5. Pomiar próbek o znacznych masach .....	56
<b>10. Zgodność z wymaganiami</b> .....	<b>58</b>
10.1. Metrologia prawna.....	59
10.2. GMP - metrologia przemysłowa.....	60
10.3. Farmacja – USP 41, 1251, Ph. Eur. 1.2.7. ....	61
10.4. Ochrona środowiska .....	64
<b>11. Cechy użytkowe mikrowag</b> .....	<b>67</b>

11.1. Szybkość pomiaru.....	67
11.2. Praca bezdotykowa (touchless operation) .....	68
11.3. Praca bezprzewodowa (wireless work) .....	68
11.4. Bezpieczeństwo.....	68
11.5. Personalizacja.....	69
11.6. Wielofunkcyjne środowisko pracy.....	69
11.7. Wsparcie techniczne – moduł media .....	70
<b>12. Wykaz tabel .....</b>	<b>70</b>
<b>13. Wykaz rysunków.....</b>	<b>71</b>

## Od autora

Współcześnie wiele urządzeń używa się w sposób intuicyjny, bez potrzeby wnikliwej analizy tego jak one działają. Jest to oczywiste i nawet potrzebne w dobie tak dynamicznego rozwoju technologicznego. Nowe wynalazki oraz aplikacje programowe cechują się ergonomią oraz prostotą pod którą kryje się zaawansowana myśl techniczna tworzona przez zespoły konstruktorów. Podobnie jest z określaniem masy próbki, które wymaga wag o dużych rozdzielczościach. Waga wydaje się niezbyt skomplikowanym urządzeniem pomiarowym, jednakże wewnątrz niej znajduje się super precyzyjny przetwornik pomiarowy, który jest efektem prac działań badawczo-rozwojowych. Dość prosty manualnie proces ważenia jest zależny od wielu czynników, które mogą mieć dominujący wpływ na wynik pomiaru. Wiedza o tych procesach i zależnościach jakie pomiędzy nimi zachodzą nie jest powszechna, więc w tym dokumencie zawarto kilka wskazówek, być może okażą się one pomocne.

dr Sławomir Janas  
Kierownik Laboratorium Badawczego  
CMBC RADWAG Wagi Elektroniczne

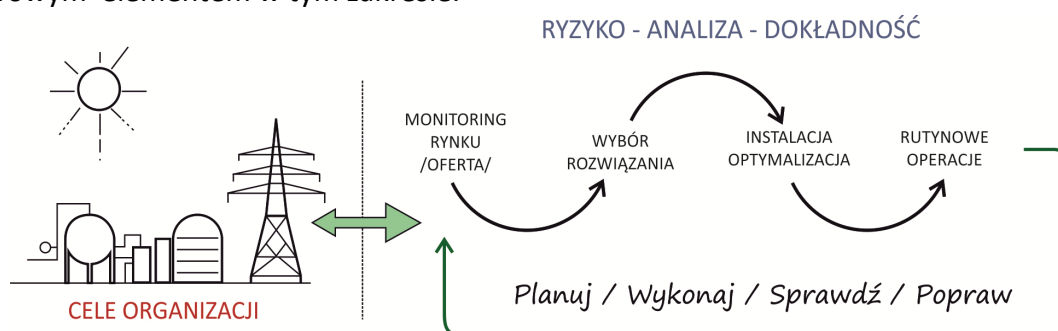
## 1. Wstęp

Pomiar z zasady nie jest dokładny ze względu na niedoskonałość stosowanych urządzeń pomiarowych oraz metod jakimi się posługujemy. Dotyczy to również wag elektronicznych, niezależnie od konstrukcji jaką posiadają czy oferowanej rozdzielczości. Osiągnięcie satysfakcjonujących wyników jest uzależnione nie tylko od konstrukcji wagi, ale również od warunków w jakich jest ona stosowana oraz wykorzystywanych metod. Praktycznie nie dostrzega się problemów podczas użytkowania wag o małych rozdzielczościach ( $< 2\ 000\ 000\ d$ ). Natomiast dla pomiarów wykonywanych z większą rozdzielczością czasami następuje zderzenie oczekiwań użytkownika z rzeczywistą zdolnością pomiarową jaka jest możliwa do osiągnięcia w konkretnych warunkach. Zrozumienie mechanizmów i procesów jakie zachodzą podczas wykonywania pomiarów jest kluczem do budowania i analizowania takich systemów i metod wagowych, które będą spełniać nawet wygórowane wymagania.

## 2. Instalacja w miejscu użytkowania

Instalacja wagi jest procesem w trakcie którego następuje optymalizacja parametrów pracy wagi oraz środowiska pracy celem, osiągnięcia zadowalających wyników czyli takich które mieszczą się w tolerancji. Ten limit powinien być ustalony względem rzeczywistych wymagań jakie wynikają z analizy zmian masy próbki, dokładności procesów technologicznych itp. W takim przypadku działka elementarna wagi jest zazwyczaj o rząd wielkości mniejsza niż wymagana dokładność pomiarowa. Jest to koniecznością ze względu na błędy powtarzalności, liniowości wagi oraz te, który wynikają z zastosowanej metody.

Gdy takie wymagania nie są zdefiniowane, to zazwyczaj sprawdzana jest zgodność wagi z parametrami jakie deklaruje producent. Oczekiwanie że osiągnie się takie same wyniki jest podejściem dość optymistycznym. O wyniku testu decydują w znacznej mierze warunki w miejscu pracy a te z pewnością są różne. Świadomość takiej zależności jest punktem wyjścia do dyskusji na temat optymalizacji pracy wag, środowiska, modyfikacji metod – wszystko celem uzyskania jak najbardziej dokładnych wyników. Wzajemna wymiana informacji i wsparcie producenta jest podstawowym elementem w tym zakresie.

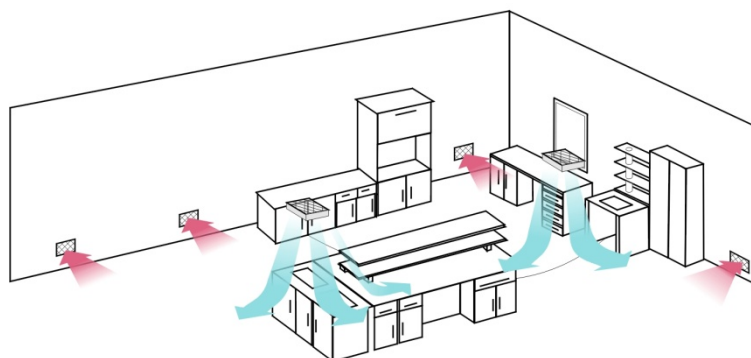


Rysunek 1. Proces adaptacji wagi do wymagań procesu ważenia

## 2.1. Stanowisko wagowe

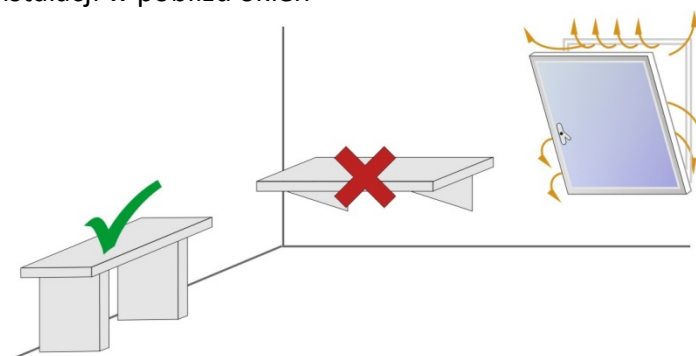
Lokalizacja stanowiska wagowego prawie zawsze jest znana, rzadko instalator ma komfort zdecydowania i wybrania innego miejsca. Jeżeli tak potrzeba zachodzi to raczej dąży się do ograniczenia czynników mogących mieć wpływ na proces ważenia poprzez zastosowanie dodatkowych osłon niż przeniesienia wagi w inne miejsce. Decydując się na lokalizację dla wagi a zwłaszcza mikrowagi należy uwzględnić kilka zależności:

- stanowisko nie powinno stać pod lub obok urządzeń klimatyzacyjnych, które wytwarzają ruch powietrza, pewnym rozwiązaniem jest rozproszenie strugi powietrza poprzez zwielokrotnienie ilości kanałów wylotowych,



Rysunek 2. Laboratorium – system rozproszonej wymiany powietrza

- miejsce postawienia wagi powinno być stabilne, raczej wsparte na podłożu a nie mocowane do ścian
- nie powinno być zlokalizowane blisko ciągów komunikacyjnych,
- nie zaleca się instalacji w pobliżu okien

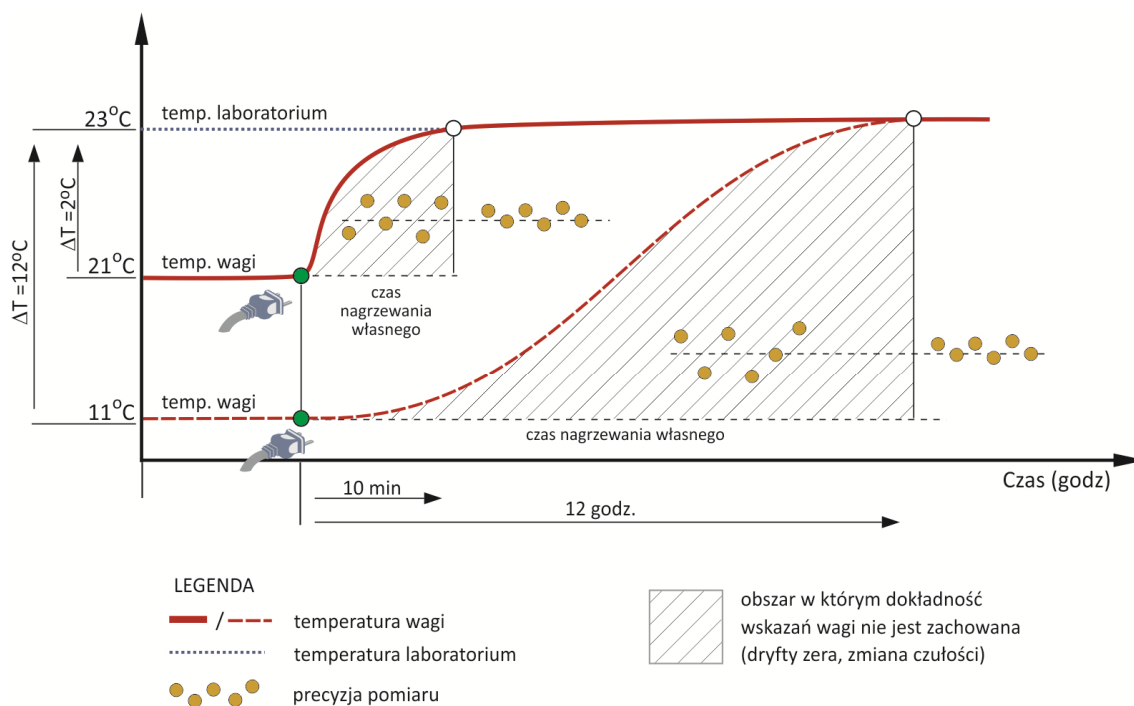


Rysunek 3. Lokalizacja stanowiska wagowego

- Wielkość pomieszczenia powinna uwzględniać ilość osób oraz natężenia prac tam realizowanych
- lepszym miejscem jest niska lokalizacja (parter).

## 2.2. Aklimatyzacja wagi

Podczas instalacji obserwowane są wskazania wagi oraz warunki zewnętrzne w jakich ona pracuje. Jednym z ważniejszych zagadnień w tym procesie jest czas aklimatyzacji. Jest to czas po którym temperatura wewnętrzna wagi osiągnie stan stabilny. Im większa różnica temperatur wagi względem temperatury otoczenia, tym wymagany jest dłuższy czas aklimatyzacji. W rzeczywistości wynosi on co najmniej kilkanaście godzin, więc DOKŁADNE testy ważenia można wykonać następnego dnia. Poniższy schemat pokazuje zmiany temperatury wagi w kontekście precyzji pomiaru.



Rysunek 4. Czas aklimatyzacji wagi w laboratorium

Poprawne działanie wagi wymaga stabilizacji termicznej całej jej konstrukcji. Osiąga się to w długim okresie czasu, dla mikrowag nawet kilkanaście godzin. Oczywiście możliwe jest użytkowanie wag podczas gdy dążą one do stabilizacji termicznej, ale wówczas ich parametry metrologiczne mogą być znacząco różne od tego co deklaruje producent.

W czasie aklimatyzacji można oczekiwać pewnej niestabilności wskazania, zwłaszcza w początkowym okresie, gdy temperatura wewnętrzna wagi jest istotnie różna od temperatury otoczenia. Po zdjęciu obciążenia z szalki wagi jej wskazania nie zawsze będą równe zero. Pracując w tym okresie, częściej należy korzystać z przycisku zerowania. Wymagana jest również częstsza adjustacja ze względu na możliwą zmianę czułości wagi (proces nagrzewania wewnętrznego).

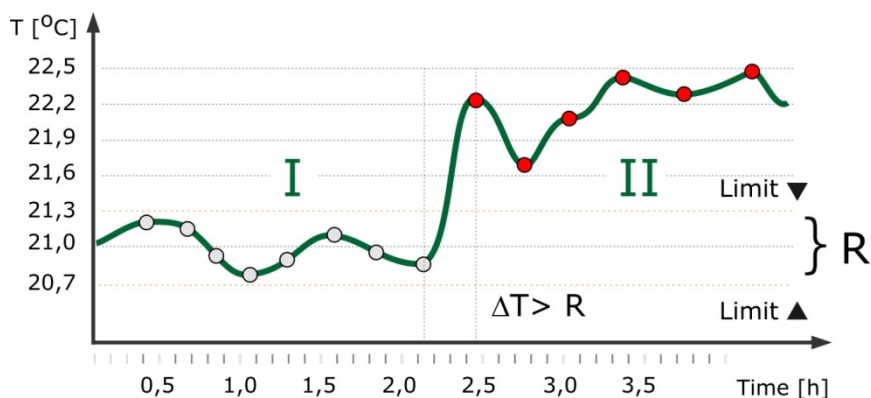


### 3. Warunki użytkowania wag

Warunki w jakich pracują wagi elektroniczne mogą mieć istotny wpływ na dokładność prowadzonej analizy. Stabilność środowiska pracy należy rozpatrywać głównie w kontekście jego zmienności, która dotyczy:

- zmian temperatury,
- zmian wilgotności,
- szybkości przemieszczania się powietrza,
- możliwości występowania wibracji,
- występowania niezrównoważonych ładunki elektrostatyczne.

W niektórych dokumentacjach technicznych znajdują się informacje dotyczące powyższych czynników, ale praktycznie niewielu użytkowników ma możliwość rejestrowania dynamiki ich zmian. Dla większości wyposażenia pomiarowego tak dokładna kontrola (sterowanie) nie jest wymagane. Stąd zapewne takie a nie inne podejście do tego tematu.



Rysunek 5. Dynamika zmian temperatury (I- okres stabilności, II – okres zmian dynamicznych)

Zawsze dąży się do uzyskania takich warunków pracy w jakich można osiągnąć najlepszą dokładność. Ocena tego jaki wpływ na wynik pomiaru ma dynamika zmian warunków środowiskowych jest trudna. Najprostsze sprawdzenie wagi dotyczy głównie powtarzalności wskazań wagi poprzez wyznaczenie odchylenia standardowego z serii pomiarów. Mając ten wynik można się zastanawiać czy możliwe jest uzyskanie jeszcze mniejszej wartości. Warto tu zauważyć, że otrzymane odchylenie standardowe jest zmienną losową, więc kilka serii pomiarowych dałoby nam więcej informacji na temat tego parametru. Z praktyki wiadomo, że idealizowanie miejsca pracy jest tylko teorią, a większość użytkowników nie myśli nawet takimi kategoriami. Z tego też względu warto zapoznać się z rozdziałem „Wpływ środowiska na wynik pomiaru” żeby mieć choćby podstawową wiedzę na temat tego jaki wpływ na wynik pomiaru mogą mieć czynniki środowiskowe. Należy zauważyć, że uzyskanie poprawnych warunków pracy mikrowag jest wynikiem zastosowanych rozwiązań konstrukcyjnych (klimatyzacja, stoły wagowe), które tworzą infrastrukturę pomieszczenia wagowego. Jego wielkość ma dość istotne znaczenie.

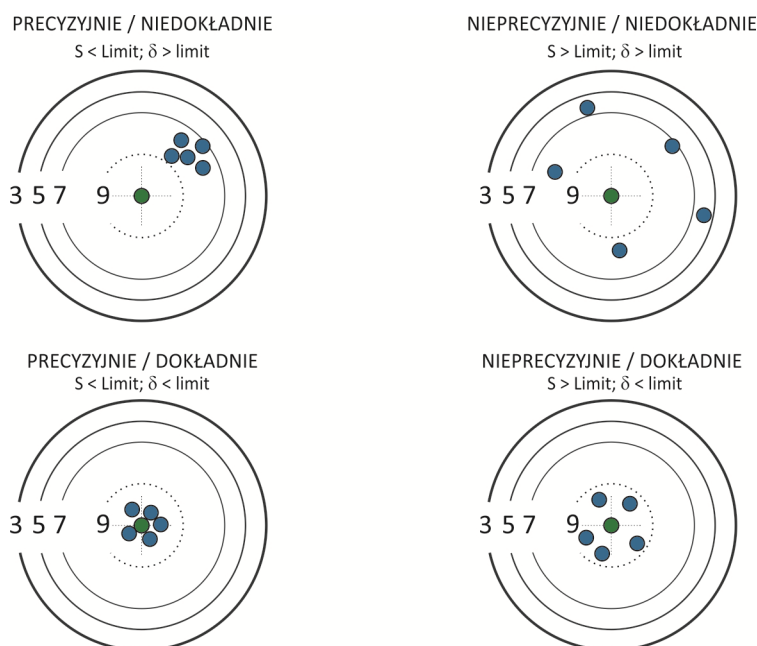
## 4. Zdolność pomiarowa wagi elektronicznej

Zdolność pomiarowa jest wskaźnikiem za pomocą którego można oceniać jakość metrologiczną wagi tym samym to, czy może ona być stosowana w procesie pomiaru masy. Miarą zdolności pomiarowej jest niepewność rozszerzona odniesiona do wartości granicznej np. do maksymalnego błędu jaki może zaistnieć w procesie pomiaru masy (limit krytyczny).

$$Q_{MS} = \frac{U_{MS}}{E_{MAX}} \cdot 100 \% \quad (1)$$

gdzie:  $U_{MS}$  – niepewność rozszerzona ( $k=2$ )  
 $E_{MAX}$  – wartość błędu dopuszczalnego (limit)

Pozornie prosty temat może być dla niektórych trochę zawiły, głównie z powodu konieczności wyliczenia niepewności rozszerzonej. Jak wiadomo w tym procesie należy uwzględnić wszystkie istotne czynniki, w tym te związane z dokładnością i precyzją wagi.



Rysunek 6. Dokładność i precyzja pomiarów

Określając masę próbki przyjmuje się założenie, że otrzymany wynik ważenia próbki jest **dokładny**. Potwierdzenie tego faktu wymaga sprawdzenia wskazań wagi za pomocą wzorców masy. Procedura jest dość prosta. Należy wykonać adiustację wagi a następnie postawić na szalce wagi wzorzec masy, którego masa jest w zakresie ważenia rzeczywistej masy próbki. Jeżeli waga wskazuje poprawną masę wzorca (z uwzględnieniem jego błędu) to masa próbki będzie również wyznaczona poprawnie.

Nawet znaczna odchyłka od wartości oczekiwanej jaką wykazuje waga podczas ważenia wzorca może być wykorzystana dla określania rzeczywistej masy próbki. Tę odchyłkę należy uwzględnić jako tzw. błąd systematyczny.

W przypadku sprawdzania dokładności wskazań wagi, głównym problemem jest konieczność posiadania wzorca odpowiedniej klasy dokładności o odpowiedniej masie (zbliżonej do masy próbki). Jest to problem natury ekonomicznej ze względu na koszty zakupu i utrzymania wzorca. Przyjmuje się, że w wyniku skalowania fabrycznego, charakterystyka wagi ma zależność liniową, tym samym wystarczający jest test jednym wzorcem. Jego masa może być dowolna w zakresie od  $\frac{1}{2} \text{Max} \div \text{Max}$  wagi.

Powyższe rozwiązanie jest stosowane dość często podczas codziennych, bardzo prostych sprawdzeń wag. Pomimo teoretycznie liniowej zależności wskazania wagi względem zastosowanego obciążenia, zaleca się sprawdzać dokładność wskazań wag wzorcami o takich masach jakie będą miały ważone próbki. Poprzez to można wykazać, że dokładność wagi jest rzeczywiście poprawna w tym zakresie w jakim jest użytkowana.

Ocena precyzji pomiaru jest dużo prostsza, ponieważ miarą tej wartości jest zazwyczaj odchylenie standardowe z serii pomiarów. Pomiar jest precyzyjny, gdy podczas testu osiągamy takie same wyniki lub niewiele różniące się względem siebie. Ten test wykonuje się wzorcami masy, ale może być wykonywany dowolnym obiektem, którego masa jest stała w czasie. Jest to dobre rozwiązanie dla tych, którzy chcą określić powtarzalność wskazań dla opakowania, kolby szklanej, masy początkowej próbki (ważenie różnicowe), czystego filtra (ważenie referencyjne) itp. Zazwyczaj wykonuje się 6 ÷ 10 pomiarów obliczając wartość średnią oraz odchylenie standardowe.

Wartość średnia

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i \quad (2)$$

Estymator odchylenia standardowego

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (3)$$

Estymator odchylenia standardowego średniej

$$S_{\bar{x}} = \frac{S_x}{\sqrt{n}} \quad (4)$$

gdzie:  $x_i$  – kolejny pomiar

$\bar{x}$  – średnia arytmetyczna z serii pomiarów

$n$  – liczba powtórzeń w serii pomiarów

Podczas testu może zaistnieć przypadek szczególny gdy wszystkie wyniki pomiarów będą miały takie same wartości. Matematycznie otrzymuje się wówczas wartość odchylenia standardowego równą zero. Niestety ta wartość nie może być wykorzystana, ponieważ nie uwzględnia zjawiska zaokrąglenia wyniku pomiarów urządzeń ze wskazaniem cyfrowym. Idea zaokrąglenia została pokazana na rysunku 7.



Rysunek 7. Zaokrąglenie wyniku pomiaru urządzeń ze wskazaniem cyfrowym

Gdy uzyskane wyniki pomiarów mają takie same wartości lub tylko nieznacznie różnią się między sobą, to wartość odchylenia standardowego wyznacza się z zależności:

$$S = 0.41 \cdot d \quad (5)$$

gdzie:

d - wartość działki elementarnej wagi.

Precyzja pomiaru (powtarzalność wskazań) zależna jest od takich czynników jak:

- warunki klimatyczne w jakich wykonywany jest test
- zdolność operatora (wiedza, umiejętności, ważenie bez uderzeń)
- czas trwania badania,
- metoda sprawdzenia - nie zawsze pomiar jest wykonywany na szalce wagi, czasami poprzez podwieszenie ładunku,

Ogólnie przyjmuję się że powtarzalność wskazań każdej wagi jest wartością stałą, która wynika z konstrukcji wagi. W testach własnych producent wyznacza tę wartość w warunkach zbliżonych do idealnych. W warunkach rzeczywistych powtarzalność wskazań jest zaburzana przez czynniki zewnętrzne (wspomniane powyżej). Rozsądne jest zatem takie dobieranie wag do procedur, żeby wymagania odnośnie precyzji i dokładności ważenia były spełnione z pewnym zapasem.

#### 4.1. Analiza zdolności pomiarowej wag

Ocena zdolności pomiarowej wagi wymaga wyliczenia niepewności rozszerzonej oraz określenia największego dopuszczalnego błędu jakim może być obarczony pomiar. Niepewność pomiarową można obliczać metodą A, gdzie wykorzystywana jest wartość powtarzalności wskazań wagi lub tzw. metodą B, gdzie uwzględnia się wszystkie informacje dotyczące procesu ważenia. Dla wagi elektronicznej składowe niepewności typu B to:

- wartość działki elementarnej  $d$ ,
- powtarzalność wskazań wagi (odchylenie standardowe),
- błąd wskazania wagi (max odchylenie, lub w punkcie kontrolnym),
- niepewność wyznaczenia błędu wskazania przy określonym współczynniku rozszerzenia  $k$

Niepewność rozszerzoną uzyskuje się mnożąc wartość niepewności standardowej przez współczynnik rozszerzenia  $k$ , ( $k = 2$ , 95 %)

Niepewność standardowa typu A

$$u(x) = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (6)$$

Niepewność rozszerzona

$$U = k \cdot u(x) \quad (7)$$

Informacja dotycząca powtarzalności wskazań jest zawarta w dokumentacji producenta, a jako wartość największego dopuszczalnego błędu wagi można przyjąć wartość tzw. błędu liniowości wagi. Na podstawie tych dwóch wartości można oszacować zdolność pomiarową wagi, jednakże uwzględniając to że w warunkach rzeczywistego użytkowania można uzyskać nieco większy wynik testu. Wpływ potencjalnego błędu centryczności wagi można zaniedbać, wzorec masy należy umieszczać zawsze na środku szalki. Zakłada się przy tym, że występujący błąd centryczności jest niewielki, rzędu kilku działek elementarnych wagi. Odchylenia będące efektem nieokreślonych dryftów wskazania zerowego można zminimalizować poprzez zerowanie przed każdym pomiarem. Wpływ zmienności wyniku ważenia pochodzący od dryftów czułości można uznać za mało znaczący wówczas, gdy czas pomiaru jest krótki, ok. 6 – 15 sekund, a waga jest okresowo adiustowana.

Tabela 1. Dane techniczne wag

Nazwa	Odchylenie standardowe (S)	Błąd liniowości ( $E_{max}$ )
Mikrowaga MYA 5.4Y.A PLUS	0.0006 mg	0.005 mg
XA 82/220.4Y.A PLUS	0.005 mg	0.06 mg

Zdolność pomiarową wag  $Q$  wyliczono zgodnie z równaniem 1, a wartość niepewności rozszerzonej  $U$ , według równania 7.



Rysunek 8. Mikrowaga MYA 5.4Y.A PLUS

### Mikrowaga MYA 5.4Y PLUS

– Obciążenie Maksymalne	5 g
– Działka elementarna	0.001 mg
– Powtarzalność (S)	0.0006 mg
– Liniowość ( $E_{MAX}$ )	0.06 mg
– Niepewność rozszerzona $U$	0.0012 mg
– Zdolność pomiarowa $Q$	0.02 mg (2 %)

---



Rysunek 9. Waga analityczna XA 52 4Y.A PLUS

### XA 82/220.4Y.A PLUS

– Obciążenie Maksymalne	220 g
– Działka elementarna	0.01/0.1 mg
– Powtarzalność (S)	0.005 mg
– Liniowość ( $E_{MAX}$ )	0.06 mg
– Niepewność rozszerzona $U$	0.01 mg (typu A)
– Zdolność pomiarowa $Q$	0.16 mg (16 %)

---

Zdolność pomiarowa w takim ujęciu jest największą niepewnością pomiaru jaką można związać z wagą. Parametr ten można wykorzystywać do oceny porównywalnych systemów wagowych, czyli takich, które oferują pomiar przy takiej samej działce elementarnej wagi. Obliczenia zdolności pomiarowej wag wykonano wykorzystując tylko dane producenta – stąd wybór metody typu A. Dysponując pełną wiedzą dotyczącą wagi oraz jej błędów (świadcstwo wzorcowania) można zastosować także metodę wyznaczenia niepewności metodą typu B.

Praktycznie limit wymaganej dokładności  $E_{MAX}$  jest znacznie większy niż tzw. błąd liniowości podane przez producenta. Jak wspomniano wcześniej limit ten powinien być związany z wymaganą dokładnością pomiaru masy w danym procesie rzeczywistym.

Dokładność pomiaru masy próbki ocenia się poprzez porównanie wyniku ważenia wzorca o znanej masie z wartością pokazaną na wyświetlaczu wagi. Jest to istotna informacja dla tych, którzy muszą odmierzyć, wyznaczyć masę próbki dokładnie. Dla procesów w których istotna jest zmiana masy próbki w efekcie sorpcji, desorpcji, absorpcji, suszenia itp. ważniejszym parametrem jest powtarzalność wskazań wagi. Tu należy szczególną uwagę zwracać na czynniki zakłócające pomiar takie jak niestabilność termiczna próbki, zjawisko elektrostatyki.

Niezależnie od typu prowadzonych procesów należy pamiętać o tym że podawanie wyniku pomiaru masy bez niepewności pomiarowej jest niewłaściwe – niepełne. Odchylenia w dokładności pomiarów nie należy mylić z niepewnością wyznaczania tych wartości.

## 5. Wpływ środowiska na wynik pomiaru

Większość użytkowników mikrowagi uważa, że miejsce w którym zamierza zlokalizować swoje stanowisko wagowe jest do tego celu wystarczające. Z czasem gdy zaczynają się pojawiać pewne problemy podczas pomiarów pierwszą myślą jest „waga działa niepoprawnie – pewnie jest uszkodzona”. Ocena tego gdzie znajduje się źródło błędów może być dość trudna, głównie ze względu na to, że problem może dotyczyć:

- wagi (uszkodzenie),
- środowiska (duża zmienność warunków) lub
- próbki (np. absorpcja, elektrostatyka).

Poprzez obserwację zjawiska, oraz analizę procesu ważenia można wnioskować o przyczynie takich problemów. Dalsza część tego rozdziału nieco przybliży zasadnicze problemy, jednakże nie jest w stanie wyczerpać wszystkich możliwości.

### 5.1. Lokalizacja stanowiska wagowego

Wielkość pomieszczenia w którym zamierzamy użytkować mikrowagę powinna być optymalna względem ilości osób tam przebywających oraz zakresu prac jakie są przewidywane. Teoretycznie prosta i czytelna zależność, może być dość trudna do interpretacji, zwłaszcza że wymagane jest połączenie informacji na temat miejsca pracy z własną wiedzą dotyczącą pomiarów masy i przeniesienie tych zależności na dokładność analizy wagowej. Można zastosować zatem pewne uproszczenie w postaci:

- a. małe pomieszczenie = mała ilość osób
- b. małe pomieszczenie = problemy ze stabilnością warunków, gdy działa klimatyzacja w trybie automatycznym (ruch powietrza, przeregulowania itp.)

Oczywiście te zależności zawsze podlegają weryfikacji w czasie instalacji mikrowagi. Dopiero wówczas można ocenić to czy wielkość pomieszczenia ma znaczący wpływ na wyniki pomiarów czy też nie. Warto zatem przed instalacją mikrowagi zgromadzić jak najwięcej informacji o miejscu użytkowania wagi oraz o oczekiwaniach użytkownika odnośnie wydajności, szybkości i dokładności procesu pomiaru masy. Na ich podstawie można przygotować kilka wskazówek dla użytkownika w zakresie obsługi oraz wyposażenia dodatkowego, które powinno mieć zastosowanie (dodatkowa osłona mikrowagi, stół antywibracyjny, monitoring warunków zewnętrznych poprzez moduł THB-R). O ile to możliwe należy dążyć do takiej lokalizacji wagi w pomieszczeniu, żeby nie była ona narażona na naturalny ruch powietrza pochodzący np. z nawiewów, okien, będący wynikiem przemieszczania się personelu.



## 5.2. Personel

Obsługa mikrowagi niczym specjalnym nie wyróżnia się od obsługi innych wag. Zasadniczą różnicę zawiera konstrukcja mikrowagi, która zawiera delikatniejsze elementy sprężyste, co pozwala dokonywać pomiaru masy próbek kilku miligramowych (mg) z dokładnością kilku mikrogramów ( $\mu\text{g}$ ).



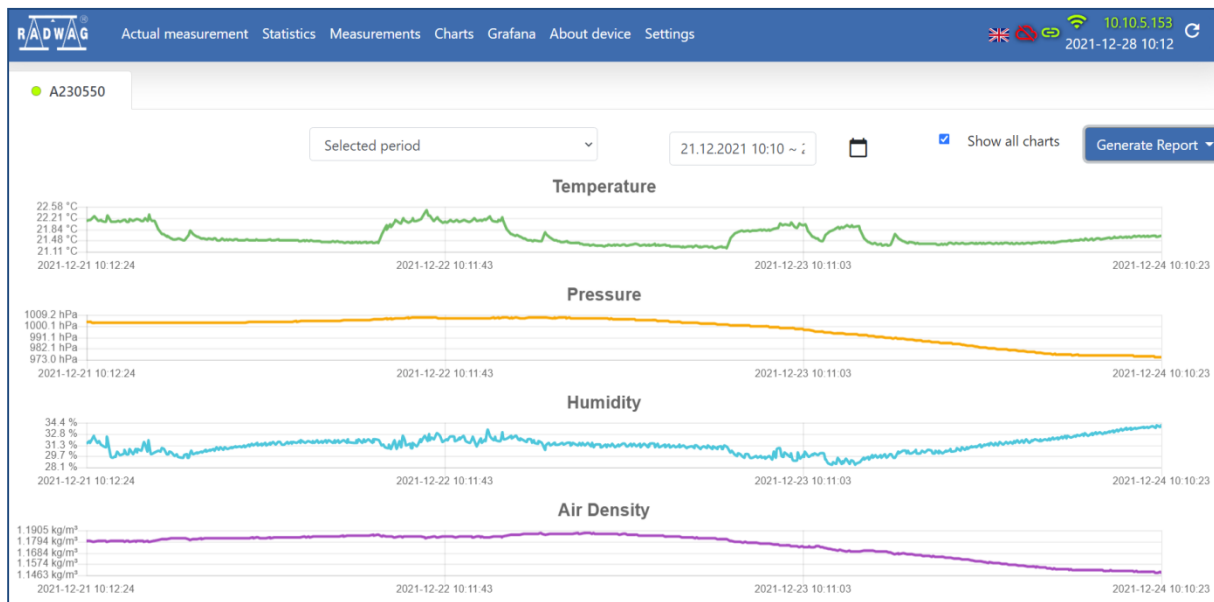
Rysunek 10. Mikrowaga – ważenie proszków

Wszelkie udary dynamiczne jakie będą wywierane na szalkę wagi mogą być przyczyną powstawania błędów w pomiarach masy - technika ważenia jest tu ważnym elementem. Nabywanie odpowiednich zdolności w tym zakresie odbywa się tylko poprzez testy praktyczne, wiedza jest zupełnie czymś innym od umiejętności. Przydatna jest też świadomość tego jak inne czynniki związane ze środowiskiem, próbką wpływają na proces pomiaru masy, zwłaszcza w przypadku wag o dużych rozdzielczościach.

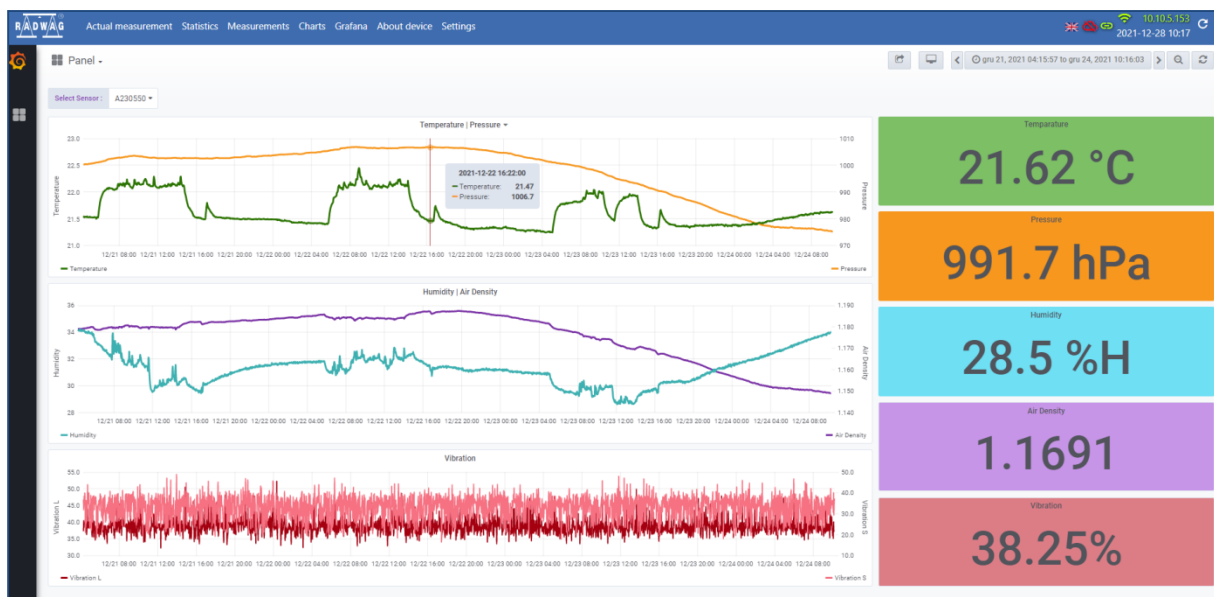
## 5.3. Temperatura w miejscu pracy

Zagadnienie związane z temperaturą należy podzielić na dwa obszary. Pierwszy dotyczy pomieszczenia oraz jego temperatury a raczej dynamiki zmian jakie zachodzą w trakcie cyklu dobowego. Tu najlepszym rozwiązaniem jest automatyzacja pomiarów tak jak pokazano to na rysunkach 11, 12. Taki system monitoringu (THBR 2.0) jest stosowany przez Radwag dla Laboratorium i wydziałów produkcji oraz kontroli.

Drugi obszar związany jest z konstrukcją wagi a dokładniej z jej temperaturą wewnętrzną. Jej stabilność jest zależna oczywiście od zmian jakie zachodzą w całej objętości Laboratorium.



Rysunek 11. Wykres zmian warunków środowiskowych od okresie 21-24.12.2021

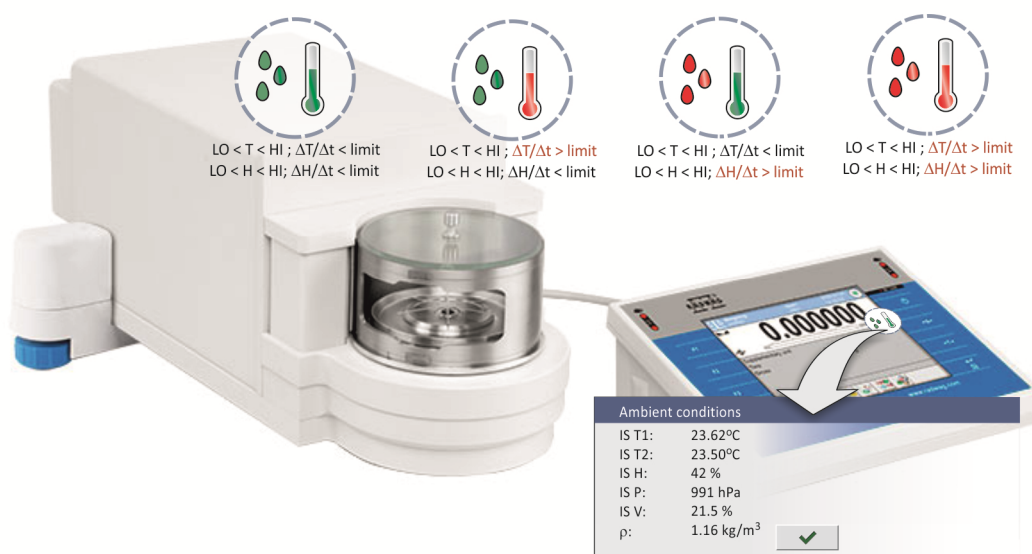


Rysunek 12. Szczegółowa analiza danych środowiskowych za wybrany okres

Optymalnym rozwiązaniem jest takie w którym temperatura pomieszczenia wagowego (niezależnie od jego wielkości jest stała). Pojęcie stabilizacji należy tu raczej rozumieć jako pewne niewielkie oscylacje temperatury wokół wartości ustalonej. Tu powstaje dość istotne pytanie o wielkość tych oscylacji. Zmierając do odpowiedzi należy wiedzieć, że:

- migracja ciepła z otoczenia do modułu wagowego mikrowagi jest znacznie spowolniona, jest to wynikiem zastosowania wewnętrznych i zewnętrznych osłon konstrukcyjnych,
- znaczna zmiana temperatury powoduje zazwyczaj niewielki dryft wskazania wagi, który może się przejawiać jako np. brak powrotu do wskazania zerowego po zdjęciu obciążenia,
- czas ważenia próbki jest dość krótki, wynosi około 5 – 12 sekund, więc udział dryftu wskazania w wyniku zmiany temperatury może być mało istotny.

Mając na uwadze powyższe informacje należy stwierdzić, że dynamika zmian temperatury powietrza w Laboratorium w wielkości  $1 \div 2^{\circ}\text{C}$  / godzinę nie ma istotnego wpływu na pomiar masy. Jak wspomniano wcześniej migracja ciepła z otoczenia do wnętrza modułu wagowego jest ograniczana poprzez konstrukcję osłon zewnętrznych mikrowag oraz wag analitycznych. Dynamika zmian temperatury wewnątrz wagi jest także kontrolowana przez czujniki zainstalowane wewnątrz wagi, a zarejestrowane wartości są wykorzystywane do inicjacji adiustacji wewnętrznej oraz dla wizualizacji warunków pracy. Monitoring taki został zaprezentowany na rysunku 13.



Rysunek 13. Moduł warunków środowiskowych ultra-mikrowag i mikrowag

Pomimo zabezpieczeń mechanicznych w postaci osłon termicznych modułu wagowego oraz mierzenia on-line dynamiki zmian temperatury i wilgotności dla najdokładniejszych analiz zaleca się utrzymywanie wysokiej stabilności warunków środowiskowych. Takie wymagania dotyczą ultra mikrowag serii UYA i są podane w danych technicznych (tabela 2).

Tabela 2. Dane techniczne ultra-mikrowagi UYA 2.4Y.A PLUS

Obciążenie maksymalne	2.1 g
Dokładność odczytu	0.1 μg
Powtarzalność standardowa *)	0.15 μg
Powtarzalność standardowa **)	0.35 μg
<b>Warunki środowiskowe</b>	
Temperatura pracy	+10 ÷ + 40 °C
Szybkość zmian temperatury pracy	± 0.3 °C / 1 h (±1 °C / 8 h)
Wilgotność względna powietrza	40% — 80%
Szybkość zmian wilgotności względnej powietrza	± 1 % / h (± 4 % / 8 h)

\*) - powtarzalność dla obciążenia 5% Max

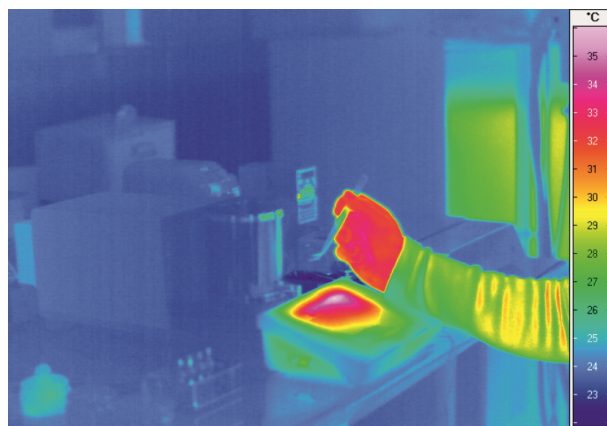
\*\*\*) - powtarzalność dla obciążenia Max

### 5.3.1. Czas nagrzewania własnego

Stabilność temperaturowa mikrowagi jest efektem działania nie tylko temperatury zewnętrznej ale również nagrzewania własnego – patrz punkt 2.2. Ten proces jest wynikiem pracy układów elektronicznych umieszczonych wewnątrz konstrukcji wagi. Praktycznie każda mikrowaga składa się z dwóch głównych elementów. Jeden to moduł wagowy z przetwornikiem magnetoelektrycznym, drugi to wyświetlacz, który zawiera interfejs komunikacyjny. Ten podział wynika z konieczności utrzymania stałej temperatury modułu wagowego.



Rysunek 14. Termowizja - waga analityczna XA



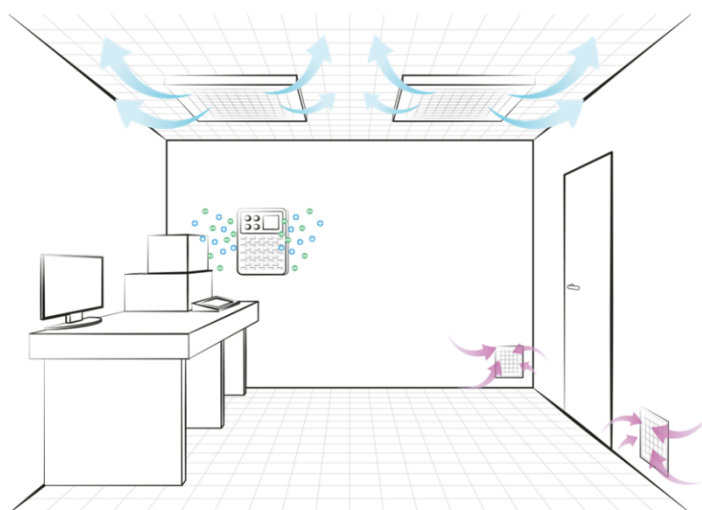
Rysunek 15. Termowizja – mikrowaga MYA

Po załączeniu wagi do sieci występuje naturalna różnica temperatur pomiędzy temperaturą otoczenia a temperaturą modułu wagowego, zwłaszcza wówczas, gdy mikrowaga została przetransportowana z miejsca o innej temperaturze. Chcąc mieć powtarzalne pomiary należy odczekać pewien czas, do momentu w którym temperatura modułu wagowego osiągnie stabilność. Nasuwa się tu istotne pytanie – jak długi jest ten czas? Na to pytanie są dwie odpowiedzi:

1. jeżeli chcesz mieć pewność, że masz całkowicie stabilne urządzenie załącz wagę do sieci i wykonaj testy następnego dnia (przy założeniu stabilnej temperatury w Laboratorium)
2. możesz odczekać 3 – 4 godzin i zacząć korzystać z mikrowagi, wówczas częściej będziesz korzystać z przycisku zerowania, adjustacja automatyczna będzie się wykonywać częściej, w tym okresie czasu powtarzalność wskazań może odbiegać od tego co zawiera deklaracja producenta.

### 5.3.2. Systemy regulacji temperatury

Niektóre normy podają zakres temperatury jaka powinna być utrzymywana w Laboratorium np.  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  wg. EN 12341 „Jakość powietrza. Oznaczenie frakcji PM 10 pyłu zawieszonego”. Sposób realizacji tego wymagania w zasadzie jest dowolny, należy jednakże pamiętać o tym żeby kosztem stabilizacji temperatury nie wprowadzić do objętości Laboratorium nadmiernego ruchu powietrza. Jest to dość trudne zadanie. Istniejące ograniczenia lokalowe oraz ekonomiczne (cena) powodują, że wykorzystywane są zazwyczaj najprostsze rozwiązania w zakresie klimatyzacji. Niestety prawie zawsze generują one znaczny ruch powietrza, który uniemożliwia wykonanie poprawnego pomiaru. Wówczas należy zastosować dodatkową osłonę mikrowagi, która stanowi bufor ograniczający ruch powietrza w pobliżu komory ważenia. Takie rozwiązania są powszechnie stosowane nie tylko w przypadku mikrowag. Docelowe rozwiązanie w zakresie klimatyzacji laminarnej pokazano na rysunku 16. Jest to rozwiązanie opracowane i zweryfikowane przez firmę Radwag, dedykowane dla tych procesów w których wymagana jest bardzo wysoka dokładność ważenia, mikrowagi i ultra-mikrowagi produkcji Radwag.



Rysunek 16. Przykład klimatyzacji rozproszonej.

#### KOMENTARZ

Stabilność temperaturową można osiągnąć również poprzez naturalną cyrkulację powietrza w pomieszczeniu. Uzyskanie stabilności temperatury na dowolnym poziomie np.  $25^{\circ}\text{C}$  jest wystarczająca dla wykonywania dokładnych pomiarów.

### 5.3.3. Dokładność wagi w zmiennych temperaturach

Stabilność termiczna miejsca pracy jak i wagi jest jak najbardziej pożądana. Nie zawsze jednak można ją osiągnąć, choćby ze względu na uwarunkowanie zewnętrzne. Czego zatem można oczekiwać wykonując pomiary wówczas, gdy wahania temperatury są znaczące?

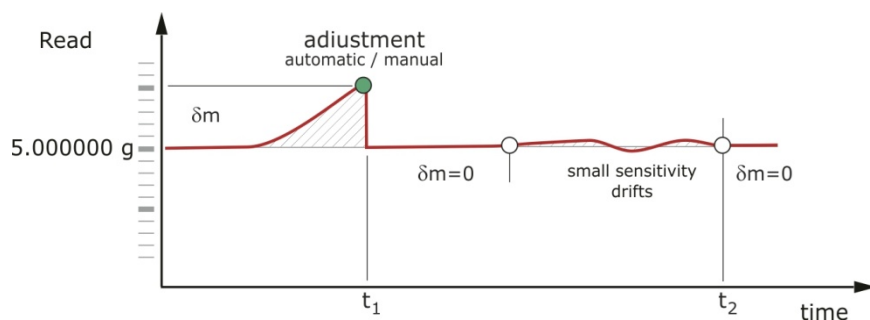
Warto przypomnieć, że każda waga to pewien układ elementów mechanicznych. Zgodnie z prawami fizyki elementy wydłużają się lub kurczą zgodnie ze zmianami temperatury. Efektem tych procesów może być:

- dryft wskazania wagi

Jest to pewna dynamika zmian układu pomiarowego widoczna jako przemieszczanie się wskazania wagi, gdy szalka jest nieobciążona w jednym z kierunków (na plus lub minus), Oczywiście każda zmiana ze stanu np. 0.000 do stanu  $-0.003$  jest zerowana przed ważeniem, więc zaczynamy ważyć od tzw. „dokładnego” zera. Ponieważ to zjawisko dotyczy również wyniku ważenia próbki, więc uzyskany wynik może być obarczony błędem pochodzącym od tych dryftów. To tłumaczy dlaczego w niestabilnych warunkach uzyskuje się znacznie gorszą powtarzalność wskazań niż w warunkach stabilnych.

- Zmiana dokładności wagi

Jak pokazuje wykres (rys.17), odpowiednią dokładność uzyskuje się po wykonaniu adiustacji wagi. Pomiedzy adiustacjami mogą występować niewielkie dryfty w dokładności, ich detekcja może być trudna, ponieważ zazwyczaj są one ukryte w szumie powtarzalności wagi. Wyraźne odchylenia w dokładności będące efektem dynamicznych zmian środowiska eliminuje adiustacja automatyczna (kolor zielony).



Rysunek 17. Korekcja dokładności wskazań poprzez adiustację automatyczną

#### KOMENTARZ

Zmiana temperatury poza zmianami wymiarów geometrycznych modułu wagowego może powodować zmianę charakterystyk przetwornika magnetoelektrycznego oraz układów elektronicznych. W efekcie tych zjawisk, waga może tracić swoją dokładność, próbka może być ważona z większym błędem. Z tego też powodu w większości wag stosuje się automatyczną adiustację, która eliminuje ten błąd. To rozwiązanie jest standardem we wszystkich wagach laboratoryjnych Radwag.

## 5.4. Wilgotność w procesie ważenia

Ilość wilgoci jaka znajduje się w laboratorium można regulować poprzez zastosowanie nawilzaczy powietrza oraz osuszaczy. O ile nawilżanie nawet znacznych objętości jest dość szybkie i proste, to osuszanie jest znacznie wolniejszym procesem. Z powszechnie znanej literatury wiadomo, że niska wilgotność sprzyja powstawaniu ładunków elektrostatycznych. Mogą one powodować zakłócenia w procesie ważenia. Stąd też wynikają zalecenia producentów wag odnośnie warunków pracy: wilgotność od 40 % ÷ 85 % (warunki nie kondensujące).

Dla wag o dużych rozdzielczościach, mikrowagi, ultra-mikrowagi zaleca się utrzymywać wilgotność na stałym poziomie. Taki wymóg to w znacznej mierze efekt konstrukcji oraz zasady pracy wag. Początkowy stan ustalony czyli 0.000000 g jest wynikiem ważenia elementów konstrukcyjnych wagi takich jak np. szalka, dźwignie, cewka itp. Jeżeli ich masa jest stała w czasie to prawie zawsze wskazanie wagi, gdy szalka jest nieobciążona będzie wynosić 0.000000 g. Przy wzroście wilgotności pojawi się zjawisko adsorpcji wilgoci w odniesieniu do elementów konstrukcyjnych, tzn. ich masa zacznie się zmieniać. Początkowy stan ustalony zostanie zaburzony, będziemy więc obserwować niewielki dryft wskazania. Jest to proces dość powolny, ale mający wpływ na wynik ważenia (zwłaszcza dla wag z  $d=0.1 \mu\text{g}$ ). Skala powyższego zjawiska jest tak mała, że dla typowych wag analitycznych z działką elementarną  $d=0.1 \text{ mg}$  praktycznie niedostrzegalna.



Rysunek 18. Mikrowaga MYA 2.4Y.F.A PLUS – pomiar masy filtra, XA 82/220.4Y – ważenie proszków

To samo zjawisko dotyczy także próbek typu proszki, filtry celulozowe. Podczas ważenia tego typu obiektów, ich masa dość szybko rośnie, co niedoświadczony operator wagi może odebrać jako uszkodzenie wagi. Detekcja źródła tych problemów jest dość prosta, należy dokonać ważenia dowolnego obiektu o stałej masie. Jeżeli w efekcie testu obserwuje się poprawną stabilizację wyniku ważenia, to jednoznacznie wskazuje że problem dotyczy struktury próbki. Możliwe są dwa zjawiska, sorpcja/desorpcja wilgoci lub występowanie niezrównoważonych ładunków statycznych. Pierwszy defekt można zminimalizować poprzez ważenie próbki w pojemniku lub jej aklimatyzację. Wyrównanie potencjału elektrostatycznego wymaga zastosowania jonizatora np. DJ-04, produkcji Radwag.

### 5.4.1. Pomiary w warunkach zaburzonej wilgotności

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 mamy wzrost wilgotności w Laboratorium. Czy jest to istotne dla pomiarów masy?

Wariant odpowiedzi zależy od tego:

- jaką wagę użytkujesz ?
- jakie próbki ważysz ?
- jak dokładnie potrzebujesz wyznaczyć masę próbki ?

Jeżeli użytkujesz wagi, których działka elementarna jest nie mniejsza 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. Użytkowanie wag, których działka elementarna jest mniejsza niż 0.01 mg w warunkach zmieniającej się dynamicznie wilgotności będzie prowadzić do pogorszenia się parametrów metrologicznych. Można oczekiwać nieco zwiększonej wartości dla powtarzalności wskazań. To zjawisko można zaobserwować tylko podczas badania za pomocą wzorca masy. Trzeba pamiętać o tym, że wzrost wilgotności ma również wpływ na rzeczywistą masę próbki. 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.

#### KOMENTARZ

Ocena tego jak zmienna wilgotność wpływa na pomiar masy zawsze powinna uwzględniać wielkość działki elementarnej wagi, dokładność pomiarową jakiej wymaga proces ważenia oraz typ próbek. Efektem negatywnym jaki możemy obserwować w wyniku dynamicznych zmian wilgotności jest:

- dryft wskazania wagi (adsorpcja wilgoci przez elementy konstrukcyjne wag),
- pochłanianie wilgoci przez próbki, zmienność masy,
- zjawisko elektrostatyki, gdy poziom wilgoci jest dość niski.



## 5.4.2. 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 stabilnego wyniku a wynik ważenia wykazuje dryft. Określenie masy próbki jest niemożliwe. Celem 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.

Przykładowe procesy w których występują problemy z niestabilnością masy próbki:

**a. różnicowy pomiar masy filtrów celulozowych, pomiar zapylenia**

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. Dla 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**

Ustabilizować masę próbki w eksykatorze do stałej temperatury i wilgotności. Jeżeli próbka musi być zważona w stanie „ciepłym” pomiar powinien być szybki, 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**

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

### PODSUMOWANIE

Zjawiska związane z oddziaływaniem wilgoci są zjawiskami fizycznymi i dotyczą wszystkich wag. Możliwość obserwacji wpływu tych zjawisk 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 szyby antystatyczne tak jak w przypadku mikrowag serii MYA, jonizatory np. DJ-04.

## 5.5. Ruch powietrza

Przemieszczanie się mas powietrza w pobliżu wagi zawsze zakłóca pomiar masy. Zjawisko ma charakter fizyczny - szalka jest unoszona do góry lub dociskana do dołu zależnie od kierunku przepływu powietrza. Szybkość przemieszczania się mas powietrza oraz wielkość powierzchni szalki decydują o tym czy widoczne są skutki działania tego czynnika. Nadmierny ruch powietrza jest prawie zawsze wynikiem stosowania urządzeń służących do regulacji temperatury. Stabilność wymaga wymieszania mas powietrza, które niestety w pewnych przypadkach jest niepożądane.

Działania zapobiegawcze w tym zakresie są możliwe w dwóch obszarach. Rozwiązania konstrukcyjne wag muszą uwzględniać to, że wagi mogą pracować w skrajnie różnych warunkach. Jest to zakres działań producenta, jego doświadczeń, badań oraz uwag użytkowników. W tym zakresie RADWAG opracował i wdrożył szereg zmian konstrukcyjnych dla wag analitycznych i mikrowag. Drugi obszar to działania korygujące użytkownika, które mogą sprowadzać się do:

- izolowania wagi poprzez dodatkowe osłony (rys. 19),
- zmiany miejsca lokalizacji stanowiska wagowego.



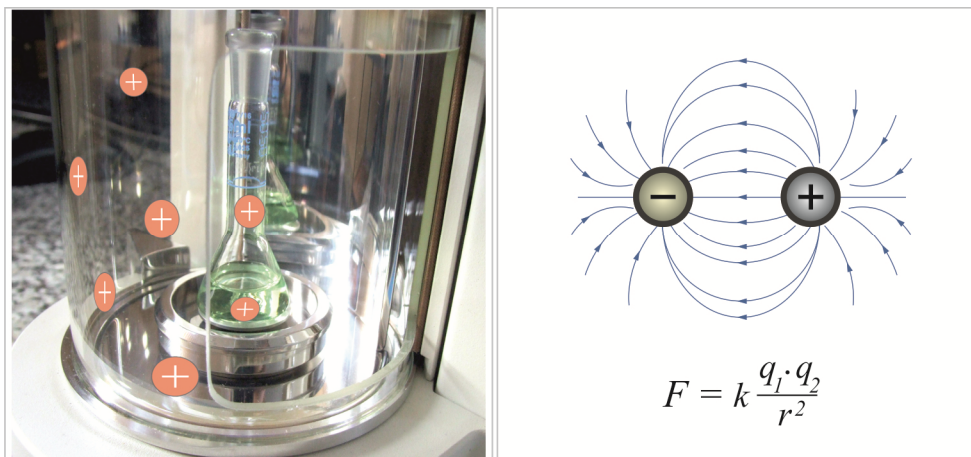
Rysunek 19. Osłona przeciwpodmuchowa ultra-mikrowag UYA oraz mikrowag MYA

Dla pomiarów masy efekt ruchu powietrza powoduje zwiększony rozrzut wskazań oraz okresową niestabilność wskazań. Większość działań korygujących jest wystarczająca do uzyskania poprawnych wyników.

## 5.6. Niezrównoważone ładunki elektrostatyczne

Pomiar masy próbki to nic innego jak określenie siły z jaką jest ona przyciągana przez Ziemię. W normalnych warunkach pracy, powietrze, waga oraz próbka posiadają tyle samo ładunków dodatnich jak i ujemnych. Proces ważenia odbywa się więc bez zakłóceń. Zmiana tego stanu obojętnego może być wynikiem jonizacji powietrza ale najczęściej jest efektem:

- przenoszenia ładunków z operatora na próbkę
- elektryzowania próbki w wyniku pocierania



W konsekwencji proces ważenia (siła z jaką Ziemia przyciąga próbkę) jest zniekształcany. Wartość siły grawitacyjnej  $F_G$  jest zwiększana lub zmniejszana zależnie od tego jaki typ ładunku jest dominujący. Wielkość oddziaływania zależy od wartości zgromadzonych ładunków, ośrodka w jakim zachodzi oddziaływanie i odległości między nimi. Zjawisko ma więc charakter losowy. Jeżeli tak jest to, powstaje pytanie jak można go rozpoznać?

Widocznym efektem pojawienia się tego zjawiska jest dryft wskazania. Podobne symptomy występują również podczas absorpcji wilgoci. Istotna jest zatem poprawna ocena zjawiska.

Działania kontrolne powinny przebiegać w poniższej kolejności:

- a. wykonaj ważenie kontrolne dla wzorca masy
  - jeżeli wynik jest stabilny, to problem dotyczy próbki
  - jeżeli wynik jest niestabilny, to problem dotyczy wagi
- b. wykonaj ważenie próbki
  - jeżeli próbka jest proszkiem a wskazanie wagi rośnie, to zapewne następuje absorpcja wilgoci przez próbkę
  - jeżeli próbka jest proszkiem a wskazanie wagi maleje, to być może temperatura próbki jest znacząco różna od temperatury otoczenia
  - na pomiar może mieć również wpływ opakowanie próbki, elementy plastikowe mogą się elektryzować, umieść opakowanie próbki w metalowym kontenerze.

- c. podczas ważenia filtrów wykonanych z teflonu PTFE możliwe jest gromadzenie się ładunków na ich powierzchniach, zaleca się wówczas przed ważeniem dejonizację (np. jonizator DJ-04)
- d. pewnym rozwiązaniem problemu elektrostatyki może być ważenie próbki w opakowaniu, instalowanie szyb antystatycznych (jak w mikrowagach MYA), ponieważ oddziaływanie elektrostatyczne dotyczy obszaru: powierzchnia próbki – powierzchnia elementu stałego wagi.

Oddziaływania elektrostatyczne nie są zbyt częste w środowisku pracy. Ich występowanie jest zazwyczaj efektem właściwości próbki oraz niskiej wilgotności{ XE "wilgotność" }. Żeby skutecznie im 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.

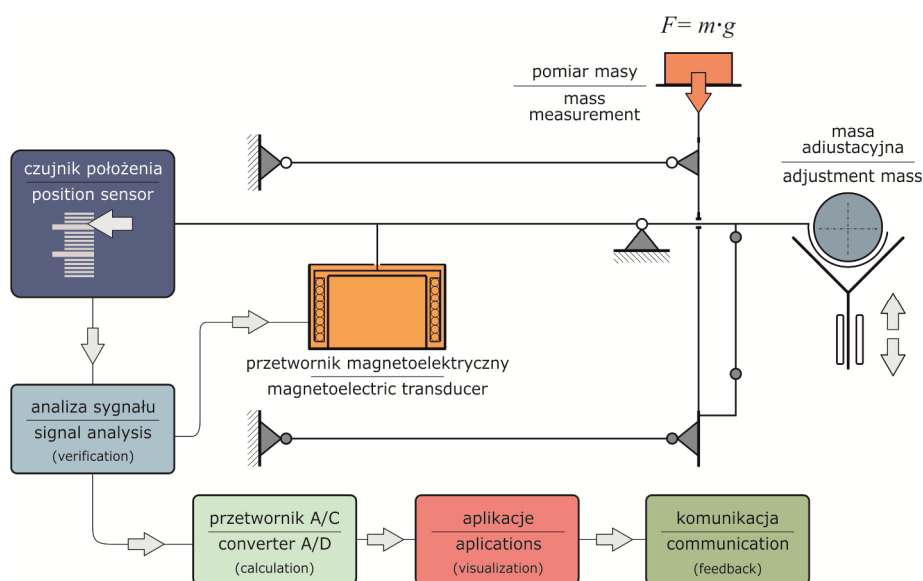
W zjawisku elektryzowania przez dotyk ciała elektryzują się jednoimiennie. Nie można zatem uzyskać ciała obojętnego. Ocena zjawisk związanych z elektrostatyką jest dość kłopotliwa, ponieważ widoczny jest tylko efekt występowania zjawiska, a nie ono samo. Ponieważ niemożliwe jest usunięcie przyczyny, stosuje się działania eliminujące lub kompensujące niepożądane ładunki elektrostatyczne. Rozwiązaniem oferowanym przez RADWAG jest jonizator, który jest tzw. neutralizatorem ładunków elektrostatycznych.



Rysunek 21. Jonizator DJ-04

## 5.7. Wibracje i drgania podłoża

Historycznie pierwsze wagi były zapewne dźwigniami równoramiennymi, w których następowało porównanie ładunków umieszczonych na skrajach dźwigni. Większość współczesnych wag o przetwarzaniu magnetoelektrycznym posiada podobną budowę. Z jednej strony znajduje się szalka na której umieszczony jest ładunek a po drugiej stronie jest cewka zawieszona w polu magnetycznym (przetwornik magnetoelektryczny). Zadaniem przetwornika jest kompensacja siły ciężarnej jakiej podlega ładunek. Odbywa się to poprzez obserwację zmian czujnika położenia oraz wygenerowaniu siły kompensującej oddziaływanie grawitacyjne jakie działa na ładunek.



Rysunek 22. Schemat funkcjonalny wagi o przetwarzaniu magnetoelektrycznym

Konsekwencją takiej budowy jest podatność układu pomiarowego na wstrząsy i wibracje. Nie jest to jednoznaczne, że wszelkie wibracje podłoża są czynnikiem zakłócającym pomiar. To czy tak jest w istocie, zależy od konstrukcji wagi, wielkości i zmienności drgań oraz wielkości próbki. Dla pomiarów masy głównym objawem znacznych wibracji jest niestabilność wskazań. Obserwowany wynik osiąga tylko chwilowe stany stabilne, więc określenie masy próbki jest niemożliwe. Jakie działania korygujące można zatem zrealizować w takich przypadkach?

- Gdy drgania pochodzą od maszyn i urządzeń, możliwe jest ograniczenie czasu ich działania,
- Nie wszystkie miejsca w jednakowym stopniu przenoszą drgania i wibracje podłoża, być może inna lokalizacja wagi zminimalizuje to oddziaływanie,
- Konstrukcja stanowiska wagowego powinna zawierać elementy tłumiące drgania, tak jak w przypadku stołów antywibracyjnych produkcji firmy Radwag.



Rysunek 23. Konstrukcje stołów antywibracyjnych typu SAL/C

- d. Stanowiska wagowe zlokalizowane w górnych częściach budynku są bardziej podatne na drgania podłoża, zwłaszcza gdy źródło drgań jest naturalne (wstrząsy sejsmiczne).
- e. W skrajnych przypadkach jedynym rozwiązaniem jest optymalizacja elektroniczna modułu wagowego, ale zakres tej optymalizacji jest ograniczony. Typowa waga posiada pewne ustawienia definiujące zależność sygnału pomiarowego względem czasu. Gdy występują znaczne zakłócenia należy zastosować inne kryteria dotyczące tłumienia i weryfikacji sygnału pomiarowego. Taką czynność można wykonać dopiero po analizie zjawisk zachodzących w miejscu pracy. RADWAG posiada opracowaną automatyczną metodę badań tego jaka jest zależność parametrów metrologicznych wagi w rzeczywistych warunkach pracy tzw. Autotest Serwisowy.

Drgania podłoża są rejestrowane także przez wewnętrzne lub zewnętrzne czujniki mikrowagi. W normalnych warunkach pracy ikona drgań ma kolor zielony, wykrycie drgań większych od dopuszczalnego limitu powoduje zmianę koloru ikony – kolor czerwony. Wartość drgań jest prezentowana również w polu info warunków środowiskowych.



Rysunek 24. Rejestracja drgań podłoża – czujnik warunków środowiskowych

## 6. Optymalizacja pracy wagi

Optymalizacja jest procesem w czasie którego weryfikacji podlegają czynniki decydujące o środowisku pracy takie jak temperatura, wilgotność, natężenie pracy (ilość operatorów w danej chwili) oraz nastawy wewnętrzne wagi. Działania prowadzone są w obydwu obszarach i mają na celu takie wzajemne dopasowanie, żeby osiągnąć jak najmniejszy błąd pomiaru. Doświadczenie pokazuje, że większość zmian dotyczy ustawień wagi.

Celem korekt jakie dotyczą wagi jest osiągnięcie lepszych parametrów metrologicznych, głównie powtarzalności. W innym aspekcie można dążyć do zwiększenia szybkości ważenia. Skuteczne działanie w tych obszarach wymagają fachowej wiedzy, której większość użytkowników nie posiada. Wsparcia w tym zakresie należy szukać u dystrybutora lub producenta.

### 6.1. Optymalizacja – wpływ na własności metrologiczne

Ustawienia jakie posiada waga są odpowiednie dla wykonywania pomiarów w stabilnych warunkach zewnętrznych. Są to warunki w których temperatura posiada niewielką oscylację wokół wartości ustalonej, wilgotność ma stałą wartość, ruch powietrza jest rozproszony do postaci laminarnej. Po instalacji w miejscu użytkowania występują pewne odstępstwa od tych warunków, czasami nawet znaczne. Mogą one być jedną z przyczyn rozbieżności w pomiarach. Zakres działań korygujących jakie można zrealizować w wadze jest zależny od zjawiska jakie występuje oraz możliwości jakie są dostępne w wadze.

#### Jaki jest zatem zakres regulacji ?

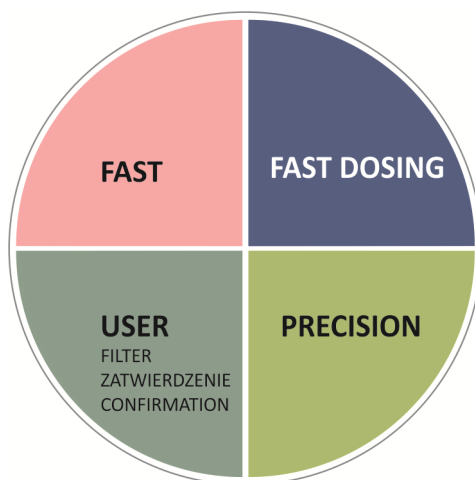
Menu użytkownika zawiera trzy elementy, których zmiana wpływa na proces ważenia. Ich krótki opis jest poniżej:

#### PROFIL WAŻENIA

Opisuje wszystkie parametry związane z procesem ważenia takie jak, zastosowany aktualnie filtr, sposób definiowania pomiaru stabilnego, typ środowiska pracy, pobudliwość wagi, szybkość narastania sygnału pomiarowego itp. Dostępne są 4 profile ważenia:

- **Fast**, profil umożliwiający szybkie ważenie dowolnych mas, wynik pomiaru jest osiągnięty jak najszybciej,
- **Fast dosing**, profil dedykowany jest dla dozowania, wysoka pobudliwość wagi
- **Precision**, profil dedykowany dla uzyskiwania wyników o jak najlepszej precyzji,
- **User**, profil podstawowy, dla którego ustawienia filtrów są tak dobrane, aby ważenie było w miarę szybkie i precyzyjne.

Tylko po wybraniu profilu USER możliwa jest zmiana wartości filtra oraz rodzaju zatwierdzenia wyniku. Dla innych profili ważenia opcje filtr i zatwierdzenie wyniku nie są dostępne.



Rysunek 25. Profile ważenia

## FILTR

Decyduje o ilości informacji, która jest analizowana. Im większa wartość filtra tym więcej danych jest analizowanych. Jeżeli wystąpi zakłócenie jednostkowe to jego wpływ na wynik pomiaru będzie mniejszy, gdy analiza dotyczy większej ilości informacji. Wybór zawiera się w zakresie:

- filtr bardzo szybki
- filtr szybki
- filtr średni
- filtr wolny (\* - wartość zalecana)
- filtr bardzo wolny

## ZATWIERDZENIE WYNIKU

Opisuje warunki jakie musi spełnić pomiar, żeby został uznany za pomiar stabilny. Określa się to poprzez podanie zmienności wskazania w pewnym czasie. Takie parametry są dostępne w menu fabrycznym wagi. Dla użytkownika zastosowano łatwiejszą formułę w postaci:

- zatwierdzenie szybko
- zatwierdzenie szybko + dokładnie (\* - wartość zalecana)
- zatwierdzenie dokładnie

## ŚRODOWISKO

Opisuje w sposób ogólny warunki w jakich pracuje waga. Środowisko stabilne oznacza bardzo dobre warunki pracy, więc waga automatycznie stosuje mniejsze tłumienie wyniku podczas ważenia. Pomiar odbywa się nieco szybciej. Wybór Środowisko Niestabilne oznacza zastosowanie większego tłumienia sygnału pomiarowego, celem zminimalizowania wpływu środowiska. Czas ważenia może być nieznacznie dłuższy. Właściwy dobór tego parametru wymaga krótkiego testu



za pomocą dowolnego obiektu o stałej masie. Poniżej podano kilka wskazówek dla typowych sytuacji.

**a. wskazanie wagi oscyluje wokół wyniku stabilnego**

**DZIAŁANIA**

Zmień wartość filtra o jeden poziom (np. z wartości średni → wolny; wolny → bardzo wolny), Zatwierdzenie wyniku powinno mieć wartość Szybko + Dokładnie.

 **KOMENTARZ**

Gdy odchylenia są nieznaczne (kilka działek elementarnych) można je wyeliminować poprzez zastosowanie innych parametrów wagi. Dla znacznie większych oscylacji należy ograniczyć źródło zakłóceń, które powoduje ich powstanie a następnie skorygować parametry wagi.

**b. wynik stabilny zmienia się rosnąco o kilka jednostek z jednego stanu do drugiego**

**DZIAŁANIA**

Zmień wartość zatwierdzenia wyniku o jeden poziom od wartości Szybko do wartości Szybko + Dokładnie lub od Szybko + Dokładnie do wartości Dokładnie

 **KOMENTARZ**

Podobny efekt będzie widoczny wówczas, gdy występuje proces absorpcji wilgoci przez próbkę. W tym przypadku można obserwować ciągły wzrost masy próbki – działania korygujące mogą być nieskuteczne.

Jeżeli zmienność wyniku jest efektem absorpcji wilgoci, należy w pierwszej kolejności aklimatyzować próbkę do warunków otoczenia lub przyjąć do analizy pierwszy początkowy pomiar stabilny. Wszystkie kolejne odzwierciedlają szybkość absorpcji wilgoci. Pewnym rzadko stosowanym rozwiązaniem jest ważenie próbki w szczelnym opakowaniu, masa próbki powinna być skorygowana o masę opakowania.

**c. wynik ważenia zmienia się ciągle w jednym kierunku**

**DZIAŁANIA**

Zmiana parametrów pracy wagi w tym przypadku jest nieskuteczna.

Dla próbek higroskopijnych możliwe są działania: stabilizacja w środowisku pracy, zmniejszenie powierzchni próbki lub ważenie w szczelnym opakowaniu. Pewnym rozwiązaniem jest zmniejszenie wilgotności w miejscu pracy, ale jak wiadomo nie jest to proces łatwy, zwłaszcza w kontekście utrzymania jego stabilności.

Występowanie ładunków elektrostatycznych można ograniczyć przez zastosowanie objętościowej jonizacji próbki. Można wówczas uzyskać znaczną poprawę w zakresie stabilności pomiaru. Skutecznym narzędziem jest Jonizator DJ-04 lub DJ-05 (rys. 21).

#### **KOMENTARZ**

Stan w którym obserwujemy ciągłą zmianę wyniku w jednym kierunku wynikać może z dwóch zjawisk. Pierwsze z nich to absorpcja wilgoci przez próbkę. Takie zjawisko dotyczy wszystkich higroskopijnych próbek, które mogą pobierać wilgoć z otoczenia (wzrost masy) lub wilgoć może parować z ich powierzchni (spadek masy). Takimi próbkami są bibuły, sączi celulozowe, proszki, elementy z tektury i te zawierające celulozę oraz materiały włókniste. Drugim zjawiskiem jest występowanie niezrównoważonych ładunków elektrostatycznych. Zależnie od ich rodzaju, natężenia oraz odległości pomiędzy nimi będąc występować wskazania rosnący lub malejący.

#### **d. rozrzut wskazań podczas ważenia tej samej próbki jest znaczny**

##### **DZIAŁANIA**

Powinny być adekwatne do obserwacji. Jeżeli wynik wykazuje zmienność kilka działek elementarnych przy wyświetlonym znaku stabilności, zmień wartość zatwierdzenia wyniku o jeden poziom:

- od wartości Szybko do wartości Szybko + Dokładnie,
- od Szybko + Dokładnie do wartości Dokładnie.

Sprawdź jaka jest wartość dla parametru Środowisko – zalecane ustawienie ŚRODOWISKO NIESTABILNE. Jeżeli masz wątpliwości, wykonaj pomiary wykorzystując wzorzec masy.

#### **KOMENTARZ**

Przed podjęciem działań należy pamiętać, że powtarzalność wskazań dość mocno zależy od warunków w jakich jest wykonywana. W pierwszej kolejności zatem należy przeprowadzić diagnozę środowiska pracy oraz wagi pod kątem jej stabilności temperaturowej. Rozbieżności w wynikach mogą być również efektem zjawisk zachodzących w próbce (parowanie, absorpcja, elektrostatyka).

#### **e. po zdjęciu obciążenia wskazanie wagi nie wraca do zera.**

##### **DZIAŁANIA**

Próbki zdejmuj z szalki nie powodując uderzeń, przy ręcznym zamykaniu szafki wagi delikatnie przesuwaj szyby komory ważenia, sprawdź opcję zatwierdzenie wyniku – aktywna wartość SZYBKO może powodować wyświetlanie chwilowych wyników stabilnych. Jeżeli korzystasz z profilu wżenia SZYBK lub DOZOWANIE, to waga jest skonfigurowana automatycznie do detekcji bardzo małych zmian masy. Może to być powodem niewielkich niestabilności wskazania.

## KOMENTARZ

Po zdjęciu obciążenia z szalki wagi następuje stabilizacja warunków wewnątrz komory ważenia. Może ona być zakłócana poprzez ruch powietrza (klimatyzacja), drgania podłoża, brak aklimatyzacji wagi. Dla pomiaru masy gdy szalka jest nieobciążona stosuje się takie same kryteria jak podczas pomiaru masy próbki.

## 6.2. Optymalizacja dla szybkości

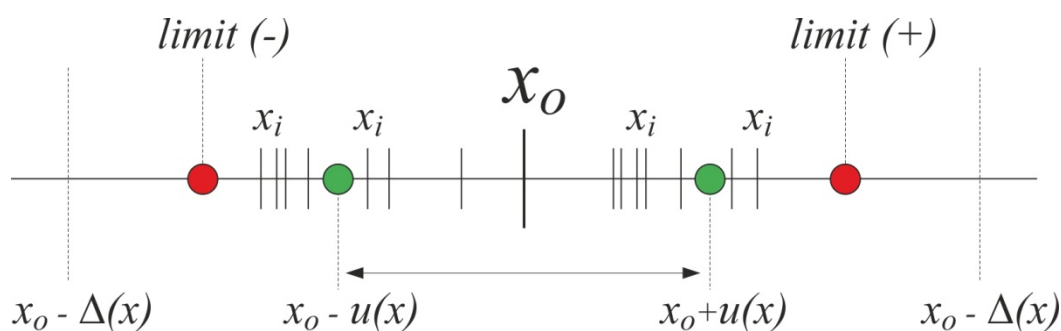
Korekcja ustawień wagi może być realizowana celem zwiększenia szybkości ważenia. Prawdziwe jest tu stwierdzenie, że zwiększając szybkość ważenia pogarsza się parametry metrologiczne takie jak powtarzalność wskazań. Należy tu zauważyć że dla oceny szybkości ważenia kluczowe jest zdefiniowanie terminu **czas ważenia**. W dostępnej literaturze można znaleźć następujące określenia:

- CZAS WAŻENIA, czas liczony od momentu położenia ładunku na szalce wagi do momentu uzyskania wyniku stabilnego,
- CZAS WAŻENIA, czas liczony od momentu położenia ładunku na szalce wagi do momentu uzyskania wyniku mieszczącego się w założonym limicie,
- CZAS WAŻENIA, czas potrzebny do realizacji wszystkich operacji związanych z procesem ważenia, tj. otwarcie komory ważenia, umieszczenie ładunku na szalce, uzyskanie wyniku stabilnego oraz zdjęcia ładunku z szalki.

Brak jednej normatywnej definicji dla czasu ważenia skutkuje tym że w dokumentacji technicznej producentów wag można znaleźć różne wartości dla tego parametru. Krótszy czas ważenia można uzyskać poprzez zmianę dwóch ustawień. Należy zastosować mniejszy poziom filtrów np. filtr jako BARDZO SZYBKI oraz wybrać Zatwierdzenie wyniku jako SZYBKO. Czas pomiaru skróci się wówczas o około 25 – 30 % względem ustawień standardowych. Nawet przy tak szybkim pomiarze można uzyskiwać stabilne wyniki oraz dość dobrą powtarzalność, ale tylko wtedy gdy warunki badania są stabilne.

## 7. SOP - kontrola parametrów metrologicznych

W większości przypadków informację o parametrach metrologicznych mikrowagi otrzymuje się poprzez procedurę wzorcowania. Jest ona wykonywana okresowo, rocznie lub w okresach dwuletnich. Pomiedzy okresami wzorcowania parametry wagi powinny być kontrolowane w takim zakresie w jakim jest to wymagane.



Rysunek 26. Limity ważenia z wykorzystaniem niepewności pomiaru

Dodatkowym parametrem który może być pomocny podczas oceny jakości wag elektronicznych jest niepewność pomiaru. Jak wiadomo każdy pomiar cechuje się pewną niedokładnością, która wynika z możliwości pomiarowych wag oraz zastosowanych metod badawczych. Te czynniki składają się na tzw. błąd pomiaru. Warto tu zauważyć że wynik pomiaru jest zmienną losową – praktycznie można uzyskać pewne różnice podczas ważenia tego samego ładunku. Rozrzut wyników ważenia tej samej próbki charakteryzuje odchylenie standardowe. W pewnych przypadkach jest ono używane dla oszacowania niepewności standardowej, czyli parametru, który opisuje gdzie może znajdować pomiar z pewnym prawdopodobieństwem.

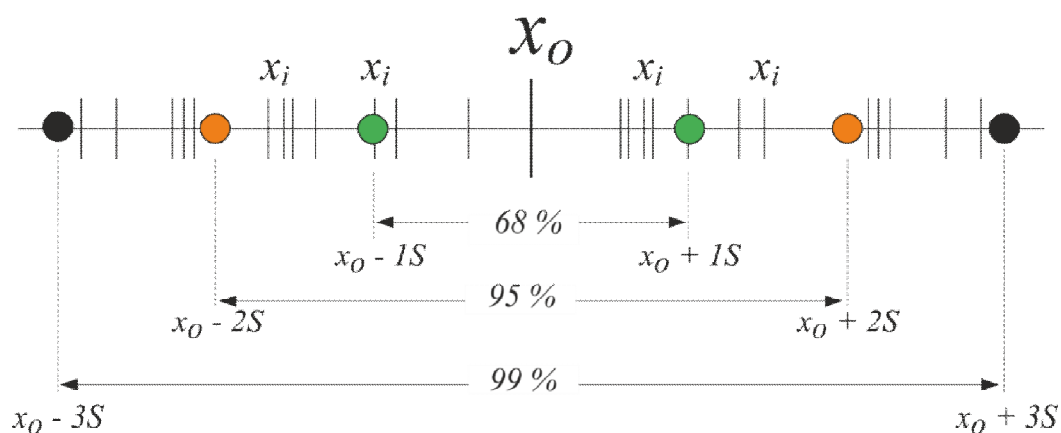
## 7.1. Powtarzalność wskazań

Sprawdza się poprzez wielokrotne ważenie tej samej masy i wyliczenie różnicy Max – Min lub odchylenia standardowego z serii pomiarów. Wykonuje się 6 – 10 pomiarów zależnie od przyjętych lub obowiązujących wymagań. Metodyka testu jest przejrzysta, więc nie będzie tu opisywana. Warto jednakże przypomnieć, że na wynik powtarzalności znaczący wpływ mogą mieć warunki w jakich jest on wykonywany.

Powtarzalność można sprawdzać dla całego zakresu pomiarowego np. 5% Max, 50% Max, 100% Max lub tylko w tym zakresie w jakim waga jest wykorzystywana. Dla pewnych zastosowań branżowych (farmacja - USP 1251), na podstawie wyniku powtarzalności wyznacza się wartość MASY MINIMALNEJ tzw. MSW.

### Interpretacja odchylenia standardowego

Pomiar nigdy nie jest dokładny, możemy tylko z pewnym prawdopodobieństwem stwierdzić gdzie znajduje się mierzona wartość. Wyznaczając wartość średnią z serii pomiarów a następnie wartość odchylenia standardowego można stwierdzić z pewnym prawdopodobieństwem (68 % lub 95 % lub 99 %) gdzie znajduje się wartość mierzona, pokazano to na rysunku poniżej.



Rysunek 27. Interpretacja odchylenia standardowego

Gdzie  $x_0$  – wartość średnia  
 $x_i$  – wynik pomiaru  
 $S$  – odchylenie standardowe

Im mniejsza wartość odchylenia standardowego ( $S$ ) tym lepsza precyzja pomiaru, lepsze skupienie wyników wokół wartości średniej. Precyzji pomiaru nie należy mylić z dokładnością pomiaru. Dokładność to odchyłka wartości zmierzonej względem wartości oczekiwanej (wartość wzorca masy).

## Przykład sprawdzenia powtarzalności wskazań mikrowagi MYA 5.4Y PLUS

Parametry metrologiczne:

- Obciążenie maksymalne Max = 5 g
- działka elementarna  $d = 1 \mu\text{g}$
- powtarzalność standardowa dla zakresu ok. 5 % maksymalnego obciążenia  $0.6 \mu\text{g}$
- powtarzalność dopuszczalna dla zakresu ok. 5 % maksymalnego obciążenia  $1.2 \mu\text{g}$
- powtarzalność standardowa dla obciążenia maksymalnego  $1.6 \mu\text{g}$
- powtarzalność standardowa dla obciążenia maksymalnego  $2.4 \mu\text{g}$

Tabela 3. Powtarzalność wskazań mikrowagi MYA 5.4Y PLUS

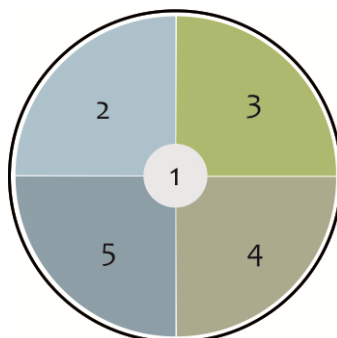
No.	0.5 g	2 g	5 g
1	0.000501	1.999997	5.000009
3	0.000501	1.999998	5.000008
4	0.000500	1.999998	5.000010
5	0.000499	1.999996	5.000009
6	0.000500	1.999997	5.000009
7	0.000501	1.999999	5.000010
8	0.000501	1.999997	5.000008
9	0.000501	1.999998	5.000007
10	0.000500	1.999997	5.000011
S	0.73 $\mu\text{g}$	0.88 $\mu\text{g}$	1.22 $\mu\text{g}$
Max - Min (R 76)	2 $\mu\text{g}$	3 $\mu\text{g}$	4 $\mu\text{g}$

### KOMENTARZ

Powtarzalność wskazań określona poprzez odchylenie standardowe ( $S$ ) dla masy 0.5 g zmieściła się w zakresie między wartością standardową a dopuszczalną. Dla obciążenia 2 g oraz 5 g precyzja pomiarów była mniejsza niż wartość powtarzalności standardowej – waga spełnia wymagania metrologiczne.

## 7.2. Centryczność

Centryczność zazwyczaj bada się masą równą około  $\frac{1}{3}$  maksymalnego obciążenia, która jest stawiana poza środkiem szalki. Punkty kontrolne są zdefiniowane przez dokumenty np. EN 45501 lub EURAMET, ich widok znajduje się poniżej. Inne rozwiązania w zakresie tego badania nie są stosowane.



Rysunek 28. Szalka mikrowag serii MYA – punktu kontrolne dla badania centryczności

Różnicowy błąd centryczności jest odchyleniem jakie zachodzi pomiędzy wynikiem ważenia wzorca kolejno w punktach 2 ÷ 5 a wynikiem jaki uzyskuje się ważąc ten sam wzorec w pozycji środkowej 1.

$$\delta_{(i)} = m_{(i)} - m_1 \quad (8)$$

gdzie  $m_{(i)}$  – wskazanie dla wzorca ważonego w pozycji 2 ÷ 5

$m_{(1)}$  – wskazanie dla wzorca ważonego w pozycji 1

Określenie odchyłek centryczności odbywa się zazwyczaj podczas procesu walidacji mikrowagi. Ich wartości nie powinny być większe niż kilka działek elementarnych wagi. Centryczność ma wartość stałą, więc nie ma potrzeby zbyt częstego jej kontrolowania. W niektórych przypadkach wynik tego testu nie ma żadnego znaczenia np. gdy próbka ma bardzo małą masę, pomiar różnicowy filtra.

### KOMENTARZ

Sprawdzanie centryczności wg. EN 45010 (prawna kontrola metrologiczna) jest w zasadzie mało logiczne ze względu na maksymalny błąd dopuszczalny (MPE) jaki wynika z tych zaleceń. Wynosi on 0.5 działki legalizacyjnej  $e$ , której wartość jest równa 1 mg. Tak więc graniczny błąd dopuszczalny wynosi 0.000500 g.

Adiustacja przed wykonaniem różnicowego testu centryczności nie jest wymagana. Badanie centryczności należy wykonać wzorcem masy, przy czym zaleca się stosować masy zwarte. Lepiej zastosować jeden wzorec o nominale nieco większym niż wartość  $\frac{1}{3}$  maksymalnego obciążenia wagi niż kilka wzorców. Przykład:

#### MYA 5.4Y PLUS

Obciążenie maksymalne Max = 5 g

$\frac{1}{3}$  Max = 1.6 g (wymagane wzorce: 1 g, 500 mg, 100 mg)

Zastosuj wzorec testowy o masie = 2 g

#### MYA 21.4Y PLUS

Obciążenie maksymalne Max = 21 g

$\frac{1}{3}$  Max = 7 g (wymagane wzorce: 5 g, 2 g)

Zastosuj wzorec testowy o masie = 10 g



Rysunek 29. Mikrowaga MYA 5.4Y PLUS

#### Ocena odchyłki centryczności

$$m_1 = 2.000008 \text{ g}$$

$$m_2 = 2.000006 \text{ g}$$

$$m_3 = 2.000005 \text{ g}$$

$$m_4 = 2.000009 \text{ g}$$

$$m_5 = 2.000010 \text{ g}$$

$$\delta_2 = 2.000006 \text{ g} - 2.000008 \text{ g} = -0.000002 \text{ g}$$

$$\delta_3 = 2.000005 \text{ g} - 2.000008 \text{ g} = -0.000003 \text{ g}$$

$$\delta_4 = 2.000009 \text{ g} - 2.000008 \text{ g} = 0.000001 \text{ g}$$

$$\delta_5 = 2.000010 \text{ g} - 2.000008 \text{ g} = 0.000002 \text{ g}$$



### 7.3. Liniowość

Ten parametr określa jaka jest różnica pomiędzy wynikiem ważenia a wartością referencyjną jaką reprezentuje wzorzec masy. Ocena dotyczy całego zakresu pomiarowego mikrowagi, czasami może być ograniczona tylko do jego części. Takim przykładem jest np. pomiar masy filtrów, ich masa zawiera się w przedziale 50 mg - 500 mg. Gdy wykorzystujemy mikrowagę o obciążeniu 5 g, liniowość w górnym zakresie jest nieistotna. Kolosalne znaczenie ma natomiast koszt wzorców jakimi wykonuje się to badanie. O ile centryczność i powtarzalność nie wymaga „dokładnych” wzorców masy to podczas badania liniowości, odchyłki wzorców oraz ich niepewność powinny być jak najmniejsze (klasa OIML).

W przypadku mikrowag i ultra-mikrowag podczas badania nie wykorzystuje się całego zestawu wzorców, ale jeden wzorzec oraz komplet odważników balastowych. Jeżeli liniowość wagi jest poprawnie zdefiniowana to niezależnie od obciążenia (wielkości balastu), ważenie tego samego wzorca powinno dawać takie same wyniki.

#### PROCEDURA

- a. Potrzebna jest pewna ilość odważników balastowych. Im większa ilość tym dokładniej można zbadać zakres pomiarowy wagi. Odważniki muszą zachowywać stałą masę podczas testu, znajomość dokładnej wartości ich masy nie jest wymagana.
- b. Przed testem wagę należy adiustować. Następnie postawić na szalce wagi wzorzec referencyjny ( $m_{REF}$ ) o znanej masie i wykonać odczyt. Zdejmujemy wzorzec i stawiamy pierwszy odważnik balastowy ( $m_{t1}$ ). Po stabilizacji tarujemy wskazanie, stawiamy ponownie referencyjny wzorzec masy i rejestrujemy wskazanie. Zdejmujemy wzorzec ( $m_{REF}$ ) i dokładamy na szalkę wagi drugi odważnik balastowy ( $m_{t2}$ ), tarujemy wskazanie wagi. Następnie stawiamy ponownie referencyjny wzorzec masy i rejestrujemy wskazanie. Taki cykl powtarzamy w całym zakresie pomiarowym wagi.



Rysunek 30. Liniowość wagi - 1 punkt liniowości

tylko wzorzec masy 500 mg, (odważnik balastowy leży na spodzie komory ważenia



Rysunek 31. Liniowość wagi - 2 punkt liniowości

odważnik balastowy 500 mg (B) oraz wzorzec masy 500 mg

- c. Metoda badania liniowości z wykorzystaniem odważników balastowych nie ma praktycznie ograniczeń co do ilości punktów pomiarowych. Oczywiście dla kilkuset pomiarów metoda ręczna jest raczej nie zalecana. Niewątpliwą zaletą tej metody jest to, że nie wymaga stosowania zestawu bardzo dokładnych wzorców masy (aspekt ekonomiczny). Warunkiem koniecznym jest natomiast stabilizacja wagi (czasowa, termiczna) oraz stałość warunków zewnętrznych,
- d. Jeżeli waga jest wykorzystywana tylko w pewnym zakresie ważenia, to test liniowości można ograniczyć, czyli mniejszy zakres badania,
- e. Powtarzalność wpływa na każdy pomiar, również na proces badania liniowości. Częściowe ograniczenie tego wpływu można uzyskać poprzez uśrednianie wyników w badanych punktach. Na wynik badania mają również wpływ zmiany czułości w czasie, tym samym test liniowości należy wykonać w sposób szybki. Praktycznie trwa on maksymalnie kilka minut.



#### KOMENTARZ

Częste sprawdzanie liniowości wagi w pełnym zakresie ważenia nie jest wymagane. Ten parametr ma wartość stałą, więc można go wyznaczyć jednokrotnie, zazwyczaj podczas walidacji systemu pomiarowego. Każdy wynik ważenia próbki zawiera w sobie pewną część błędu wynikającego z powtarzalności, liniowości oraz czułości wagi. Te wszystkie elementy składają się na tzw. dokładność pomiaru. Celem wyspecyfikowania tylko odchyłki liniowości należy znać lub wyznaczyć precyzję wagi w danym punkcie pomiarowym (odchylenie standardowe  $S$ ) a następnie uwzględnić je przy analizie liniowości wagi. Pomiar należy wykonać tuż po adjustacji wagi, dzięki czemu wyeliminujemy wszelkie odchylenia związane z czułością wagi.

Warto zauważyć, że w większości informacji technicznych, odchyłka liniowości jest trochę większa od odchylenia standardowego. Nie można wyskalować wagi dokładniej niż na to pozwala rozrzut wskazań.

Przykład badania liniowości mikrowagi z wykorzystaniem metody odważników balastowych pokazano poniżej. Przyjęto następujące założenie:

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.

## Parametry techniczne mikrowagi

- Typ MYA 11.4Y PLUS
- obciążenie maksymalne 11 g
- działka elementarna  $d = 1\mu\text{g}$

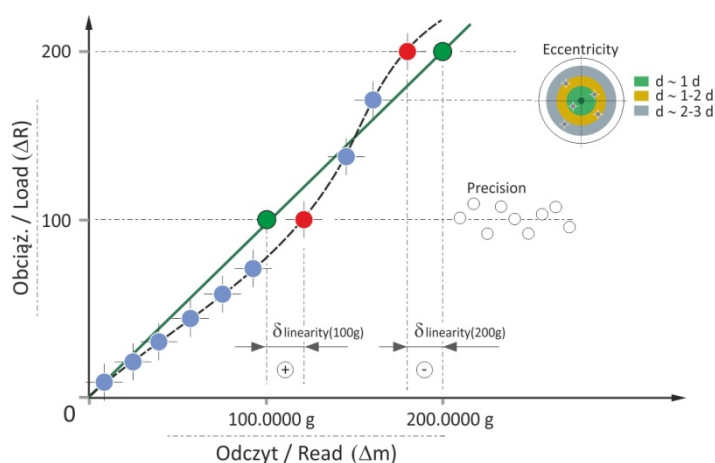
Tabela 4. Badanie liniowości mikrowagi – metoda odważników balastowych

Masa nominalna wzorca	Tara	Masa wzorca	Wskazanie	Liniowość
(N)	(T)	( $m_{\text{ref}}$ )	$I_{(i)}$	$I_{(i)} - m_{\text{ref}}$
1 g	0 g	1.000005 g	1.000007	+ 0.000002
1 g	2 g		1.000003	- 0.000002
1 g	4 g		1.000009	+ 0.000004
1 g	6 g		1.000008	+ 0.000003
1 g	8 g		1.000004	- 0.000001
1 g	10 g		1.000001	- 0.000004



## KOMENTARZ

Domyślnie zakłada się że odchyłka liniowości pokazuje jak dokładnie można odmierzyć pewną ilość substancji. Należy jednak pamiętać o tym że na wartość odchyłki liniowości wpływ ma precyzja ważenia wzorca masy oraz dokładność wyznaczenia jego masa. Jak wspomniano wcześniej precyzja pomiaru jest zależna od warunków wykonywania testu (temperatura / wilgotność / drgania), umiejętności ważenia (brak uderzeń), stabilności termicznej wagi (dryfty wskazania) oraz w niewielkim stopniu od błędu centryczności. Dokładność wyznaczania masy wzorca jest podana w świadectwie wzorcowania wraz z niepewnością wyznaczenia tej wartości. Kolejnym czynnikiem mającym istotny wpływ na podczas wyznaczania odchyłki liniowości to adiustacja wagi. Tu również mamy wpływ dwóch czynników, precyzji ważenia wewnętrznej masy adiustacyjnej oraz dokładności jej wyznaczenia. Czynnikiem istotnych jest więc dość dużo, dlatego też na proces wyznaczania liniowości mikrowagi należy patrzeć trochę szerzej niż w przypadku badania liniowości wag o znacznie mniejszej rozdzielczości (gdy  $d \geq 0.1 \text{ mg}$ )



Rysunek 32. Przykładowa liniowość wagi

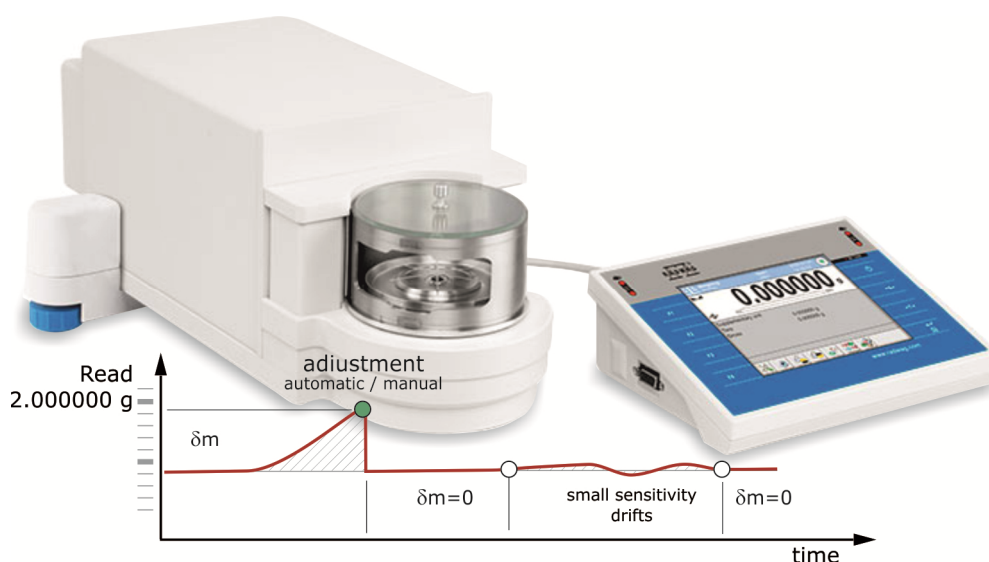
## 8. Narzędzia diagnostyczne

Diagnostyka to nic innego jak okresowe sprawdzanie wagi celem określenia błędów jakie ona posiada. Test ten przez większość użytkowników kojarzony jest tylko z procedurą manualnego stawiania wzorców. W rzeczywistości nie zawsze tak musi być. W diagnostyce parametrów wag można wykorzystywać również wewnętrzną masę adjustacyjną, dzięki czemu uzyskuje się obiektywną metodę niewrażliwą na czynnik ludzki. Specyficznym przykładem jest adjustacja automatyczna, która okresowo kontroluje i modyfikuje czułość wagi.

### 8.1. Adjustacja

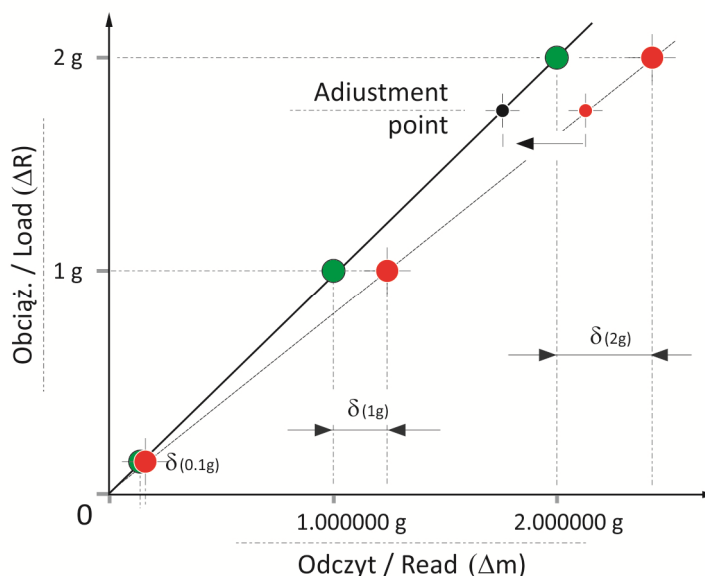
Zadaniem adjustacji jest korekta wskazań wagi, którą uzyskuje się w wyniku porównania wyniku ważenia wzorca (tzw. masy adjustacyjnej) z jej wartością. Praktycznie po tym procesie czułość wagi jest poprawna, czyli postawienie na szalce wagi idealnego wzorca o masie 200 g spowoduje wyświetlenie wyniku 200.0000 g. Metrologicznie założenie jest poprawne pod warunkiem, że wpływ powtarzalności wskazań wagi nie jest zbyt duży.

Wiele stosowanych wag analitycznych ( $d=0.1$  mg) posiada możliwość adjustacji wzorcem zewnętrznym, popularność tych wag wynika głównie z ich ceny. W wagach o mniejszej działce elementarnej ( $d = 0.01 \div 0.0001$ ), w tym również mikrowadze, zawsze stosuje się adjustację masą wewnętrzną. Regułą jest, że mechanizm ten śledzi zmiany temperatury i upływ czasu, tak więc proces adjustacji będzie się odbywał w sposób automatyczny. Taki mechanizm jest stosowany w każdej mikrowadze, ultra-mikrowadze produkcji RADWAG. Poniżej pokazano zasadę działania adjustacji.



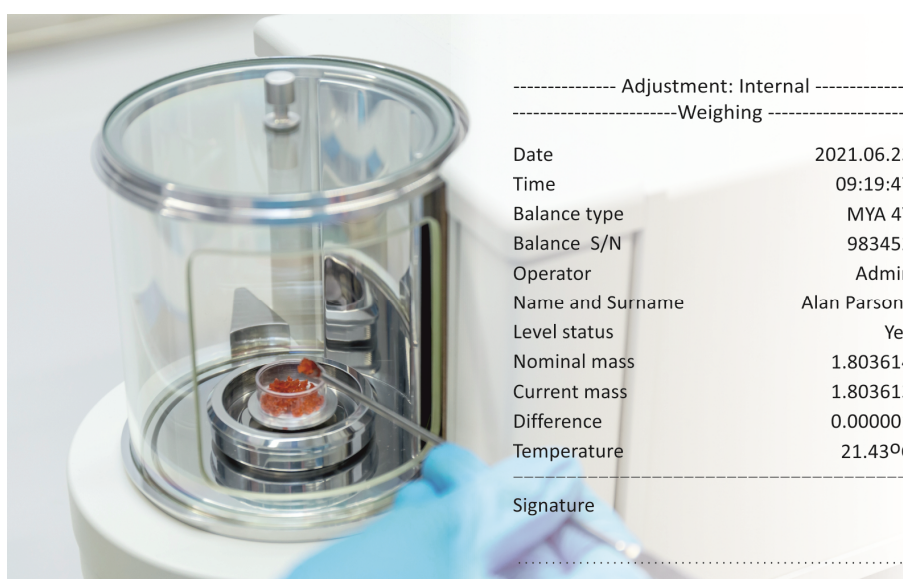
Rysunek 33. Zasada działania adjustacji

Metodyka procesu pomiaru masy powinna zapewniać z jak największym prawdopodobieństwem, że waga będzie wskazywać poprawnie. Zakłada się że w stałych warunkach środowiskowych oraz dla wagi stabilnej termicznie dokładność wskazań wagi po wykonaniu adiustacji jest utrzymana w długim okresie czasu. Jednakże dla procesów w których masa produktu musi być rygorystycznie nadzorowana zaleca się wykonać adiustację przed pomiarami lub przynajmniej dokonać sprawdzenia dokładności wskazań wagi wzorcem masy.



Rysunek 34. Adiustacja jako korekcja czułości dla mikrowagi

Z rysunku 33 wynika, że ewentualny problem dokładności ważenia jest ważny wówczas gdy masa próbki zawiera się w przedziale  $\frac{1}{2} \text{ max} \div \text{Max}$ . Dla próbek o mniejszych masach ważniejszym parametrem jest powtarzalność wskazań, która decyduje o dokładności pomiaru. Po wykonaniu każdej adiustacji generowany jest raport jako procedura GLP.



Rysunek 35. Raport z adiustacji

## 8.2. Autotest GLP

Bez wątpienia najważniejszym parametrem metrologicznym wagi jest powtarzalność wskazań. Sprawdzenie tego parametru wymaga wykonania pewnej ilości ważeń obiektu o stałej masie. Tym obiektem może być wewnętrzna masa adiustacyjna, która będzie ważona automatycznie, powtarzalnie przy zachowaniu tych samych warunków

Test wykonywany jest dla aktualnie wybranych parametrów Filtr i Zatwierdzenie wyniku. Możliwe jest zatem uzyskiwanie pewnej zmienności wyników zależnie od konfiguracji tych parametrów. Raport końcowy z Autotestu GLP zawiera szereg informacji, ale najważniejszą z nich jest odchylenie standardowe.



Rysunek 36. Mikrowaga XA 6/21.4Y.M.A PLUS

Wartość masy adiustacyjnej prawie zawsze zawiera się w przedziale  $\frac{3}{4} \text{ Max} \div \text{Max}$ . Wynik powtarzalności dotyczy więc zawsze górnego zakresu pomiarowego. Powstaje zatem pytanie, czy i jaki sposób tę wartość można odnieść do ważenia w dolnym zakresie wagi?



### KOMENTARZ

Na początku zakresu pomiarowego powtarzalność ma wartość stałą. Ten początkowy punkt definiowany jest jako obciążenie około 1000 d - zmniejszenie obciążenia nie spowoduje poprawy powtarzalności wskazań. Natomiast wraz ze wzrostem obciążenia następuje niewielkie zwiększenie się wartości tego parametru. Mając wyznaczoną wartość odchylenia standardowego poprzez Autotest GLP, można oczekiwać, że podczas ważenia próbek o mniejszych masach uzyska się nieco lepszą powtarzalność. Na rozrzut wskazań niewielki wpływ ma metoda badania (ręczna jest gorsza) oraz właściwości próbki.

### 8.3. Autotest FILTR

Większość współczesnych wag posiada całą gamę filtrów i innych pomocniczych ustawień, pozwalających optymalizować działanie wagi do 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 - funkcja diagnostyczna Autotest Filtr. Zasada działania tej funkcji polega na **automatycznym** badaniu powtarzalności wskazań oraz określeniu czasu pomiaru { XE "pomiar" } 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 { XE "pomiar" } przyjmuje moment wygenerowania komendy „połóż odważnik { XE "odważnik" }”. Koniec pomiaru jest to stan stabilny, osiągnąony zgodnie z ustawionymi kryteriami (menu użytkownika).





Po zakończeniu procedury na wyświetlaczu pokazane jest zestawienie, zawierające wyniki dla wszystkich testowanych ustawień. Znacznikiem oznaczono tę sekwencję filtrów, która była wybrana jako aktywna. Analizując wyniki z raportu, można wybrać optymalne ustawienie dla danego środowiska pracy wagi, uwzględniając czas trwania pomiaru { XE "pomiar" } lub wyznaczoną powtarzalność.



Rysunek 37. Raport funkcji Autotest

Pierwsza część raportu zawiera dane informacyjne wagi oraz parametry środowiska pracy. Druga część zawiera wyniki jakie uzyskano w czasie testu. Aktualnie obowiązujące ustawienia wagi oznaczone są znacznikiem. Zastosowanie innych ustawień dokonuje się poprzez naciśnięcie odpowiedniego pola.

----- Autotest FILTR Report -----	
Balance type	XA 4Y
Balance ID	876573
Operator	Admin
Application revision	LL 1.S
Date	2021.05.27
Time	10:14:23
-----	
Reading unit	0.0001 g
Internal weight mass	209.65432 g
Temperature: Start	24.27 °C
Temperature: Stop	24.39 °C
Humidity: Start	51 %
Humidity: Stop	53 %

----- Autotest FILTR Report -----		
	Filter	Fast
	Value release	Fast
	Repeatability	0.00007 g
	Stabilization time	1.688 s
	Filter	Fast
	Value release	Fast and reliable
	Repeatability	0.00007 g
	Stabilization time	2.255 s
	Filter	Fast
	Value release	Reliable
	Repeatability	0.00007 g
	Stabilization time	2.760 s
	Filter	Normal
	Value release	Fast
	Repeatability	0.00007 g
	Stabilization time	1.894 s
	Filter	Normal
	Value release	Fast and reliable
	Repeatability	0.00004 g
	Stabilization time	2.423 s
	Filter	Slow
	Value release	Fast
	Repeatability	0.00006 g
	Stabilization time	2.533 s

Rysunek 38. Raport z funkcji Autotest GLP

Legenda:



- najkrótszy czas ważenia



- aktualne ustawienia wagi w zakresie filtrów



- najlepsza precyzja pomiarów

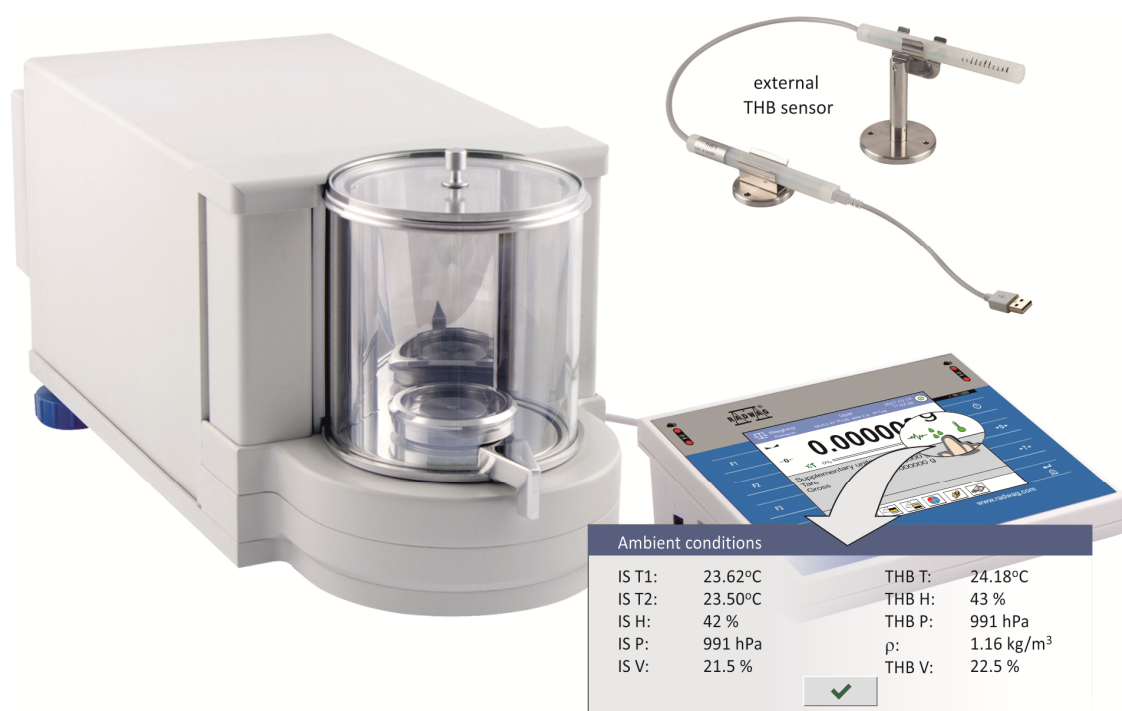


- optymalne rozwiązanie dla czasu i precyzji pomiarów



## 8.4. Moduł środowiskowy wagi

Kontrola podstawowych parametrów środowiska (temperatura, wilgotność) może być realizowana automatycznie poprzez mechanizmy zaimplementowane w mikrowadze. Ustalenie wartości granicznych oraz dynamiki zmian tych wielkości z jednoczesną wizualizacją to ergonomiczne i wydajne narzędzie pracy. Każda mikrowaga kontroluje wilgotność, temperaturę oraz ciśnienie atmosferyczne za pomocą czujników wewnętrznych oraz opcjonalnie zewnętrznych.



Rysunek 39. Moduł środowiskowy mikrowagi

Mikrowaga posiada 2 wewnętrzne czujniki temperatury (T1, T2), czujnik wilgotności, ciśnienia oraz drgań podłoża. Wszystkie te czujniki są zabudowane wewnątrz mikrowagi. Dodatkowo można do portu USB mikrowagi podłączyć zewnętrzny czujnik THB, który będzie rejestrował zmienność warunków środowiskowych w pobliżu wagi. Po naciśnięciu przycisku (rys. 39) widoczne są parametry środowiskowe wagi i stanowiska pracy.

Każda zmiana warunków środowiskowych poza wyznaczone limity powoduje zmianę kolorystyki ikon z koloru zielonego na kolor czerwony. Poprawność wskazań wszystkich czujników może być potwierdzona poprzez świadectwo wzorcowania (Laboratorium Akredytowane).

## 8.5. Monitoring jakości ważenia

W normalnych warunkach pracy dokładność i precyzja pomiaru masy ma wartość stałą. Niestety zazwyczaj warunki środowiskowe wykazują pewną oscylację lub też dryft, metoda ważenia nie jest idealna a wiedza i możliwości operatora mogą być limitowane. Suma tych czynników decyduje o dokładności z jaką można odważyć substancję. Jak wspomniano wcześniej możliwy jest monitoring warunków środowiskowych oraz modyfikacja metody ważenia, co pozwala na ograniczyć wpływ tych czynników na proces pomiaru masy. Pozostaje zatem tylko czynnik ludzki jako potencjalne źródło błędów. Należy tu jednak jednoznacznie odróżnić wiedzę od umiejętności, to że wiem nie oznacza że potrafię.

Zasada działania każdej wagi polega na mierzeniu siły z jaką Ziemia przyciąga ważony ładunek, tym samym nie powinno się generować zbyt dużych ударów podczas umieszczania ładunku na szalce wagi. Nadmierny uderzenie jest przenoszony na układ mechaniczny wagi co wprowadza do analizy sygnału kompensującego pewne zakłócenie. W konsekwencji tego wynik pomiaru może być obciążony niewielkim błędem. Mając to na uwadze w mikrowagach produkcji Radwag wprowadzono kontrolę jakości procesu ważenia. Jest to realizowane poprzez obserwację dynamiki jaka występuje podczas umieszczania ładunku na szalce. Gdy proces odbywa się poprawnie, ikona ma kolor zielony. (rys. 40).



Rysunek 40. Kontrola jakości procesu ważenia.

Kolor czerwony ikony oznacza że ładunek umieszczono na szalce ze zbyt dużą dynamiką co może skutkować nieco dłuższym czasem pomiaru a precyzja i dokładność pomiaru może być zaburzona. Analiza i wizualizacja sposobu umieszczania ładunku na szalce ma również charakter edukacyjny ponieważ pozwala doskonalić manualne umiejętności operatora. Jest to istotny parametr każdej metody wagowej.

## 9. APLIKACJE WAGOWE

Waga jako urządzenie uniwersalne może być stosowana do wyznaczania masy różnych obiektów. Uzyskiwanie dokładnych pomiarów, poza funkcją mierzenia wymaga zastosowania odpowiedniej metodyki. W większości przypadków to ona decyduje o wyniku pomiaru. Żeby zatem dokładnie zważyć potrzebna jest wiedza o tym jak działa waga, jak zbudowana jest próbka, co może powodować zakłócenia, jakie ustawienia wagi można modyfikować. Przed wszelkimi działaniami warto zadać sobie pytanie, które powinno być postawione na samym początku: jaka jest wymagana dokładność pomiaru?.

Poniżej jest kilka uwag dotyczących ważenia, które w niewielkiej części przybliżają problematykę dotyczącą stosowanych metod. Informacje o warunkach w jakich wykonuje się pomiary zawarto we wcześniejszych rozdziałach. W rzeczywistości mogą występować różne kombinacje czynników metrologicznych jak i środowiskowych, których nie można przewidzieć.

## 9.1. Pomiar masy filtrów

Prawie zawsze określanie masy filtra jest związane z pomiarem różnicowym tzn. takim w którym wymagany jest co najmniej dwukrotny pomiar masy. Jest to pierwsza dość istotna informacja. Masa filtra czystego czy też po absorpcji jest dość niewielka, rzędu kilkudziesięciu lub kilkuset miligramów. Tak więc pomiar dotyczy dolnego zakresu pomiarowego wagi. Jest to druga ważna informacja. Wielkość typowego filtra może być zróżnicowana od  $\phi$  20 mm do  $\phi$  100 mm. Konstrukcja wagi powinna to uwzględniać. Na co zatem należy zwracać uwagę podczas tych pomiarów?

### a. powtarzalność pomiaru

O dokładności pomiaru zawsze decyduje to jak powtarzalnie można zważyć próbkę. Ponieważ mamy co najmniej dwa pomiary, więc wpływ tego parametru jest co najmniej dwukrotny. O wyniku powtarzalności decydują różne czynniki, te związane ze środowiskiem, próbką o których informowano wcześniej.

### b. stabilność próbek

Próbką w ważeniach różnicowych jest to co pozostanie w strukturze filtra po realizowanym procesie. Może to być pył, wtrącenia stałe, osad itp. Niezależnie od ilości tej substancji, realne jest oddziaływanie wilgotności na masę próbki. Wymagana jest więc aklimatyzacja próbki jak i filtra, co powinno być zawarte w każdej metodyce. Problemem może być również utrata pewnej części próbki podczas transportu, przenoszenia czy ważenia.

### c. stabilność masy filtra w czasie

Konstrukcja i materiał z jakiego wykonany jest filtr musi gwarantować stabilność jego masy w czasie. W trakcie badań jest to kontrolowane poprzez tzw. ślepe próby (próby zerowe). Mamy wówczas pewność lub obiektywną informację o tym jak zmiana masy filtra wpływa na wynik ważenia próbki. Należy unikać stosowania filtrów z włókien celulozowych ze względu na chłonięcie wilgoci. Podczas tego zjawiska obserwujemy dryft wskazania wagi, co może prowadzić do błędnych wniosków na temat jakości wag oraz mas próbek.

Celem uniknięcia tych problemów należy stosować filtry z włókien szklanych lub kwarcowych.

W niektórych normach zaleca się stosować filtry z teflonu (PTFE) z uwagą na temat możliwości występowania niezrównoważonych ładunków elektrostatycznych. Te ładunki powinny być eliminowane poprzez zastosowanie jonizacji. Pomocny w tym zakresie jest jonizator DJ-04 produkcji Radwag. Próbka jest jonizowana przed położeniem na szalce wagi.

## 9.2. Pomiar netto małych wielkości

O małej masie próbki można mówić wówczas, gdy jej masa nie jest większa niż 10 % obciążenia maksymalnego wagi. W praktyce waży się próbki o masie nawet 0.02 % obciążenia maksymalnego lub mniejsze. Co zatem jest ważne podczas wykonywania tych pomiarów?

- a. stabilność wskazania wagi . Jej brak może być efektem wpływu np. wilgoci na masę próbki lub nieprawidłowym działaniem wagi
- b. stabilność wagi w stanie nieobciążonym.  
W większości wag występuje tzw. wskaźnik zera, który jest pokazywany wówczas, gdy odchylenie od zera jest nie większe niż wartość 0.25 działki legalizacyjnej e. Wprawdzie obserwator widzi na wyświetlaczu stan 0.000000 g, ale rzeczywista wartość może być zmienna w niewielkim zakresie.
- c. dla stabilnych warunków pracy, dokładność pomiaru będzie zależna od powtarzalności wskazań wagi. Tu można mówić o pewnej optymalizacji ustawień wagi czyli takim doborze parametrów przy którym uzyskuje się najlepszą powtarzalność wskazań.
- d. Umiejętność ważenia, czyli zdolność umieszczania ładunków na szalce wagi bez uderów
- e. stabilność próbki – niehigroskopijność (proszki o niskiej wilgotności), brak wpływu ładunków elektrostatycznych (próbki z tworzyw sztucznych, filtry PTFE), temperatura próbki zbliżona do temperatury otoczenia (kondycjonowanie próbki)
- f. metodyka wykonywania pomiarów.

### 9.3. Kontrola i odmierzanie płynów

Procedura ważenia płynów powinna uwzględniać kilka zagadnień dotyczących ważonego medium jaki i samego procesu. Zjawiska parowania powinny być zminimalizowane poprzez aklimatyzację próbki jak i stosowanie odpowiednich naczyń wagowych. Cały proces ważenia, tarowania, napełniania powinien być optymalnie krótki.



Rysunek 41. Ważenie cieczy z wykorzystaniem naczynia o zwężającym się wlocie, ograniczenie parowania cieczy w trakcie ważenia



Rysunek 42. Ważenie cieczy z wykorzystaniem tzw. pułapki parowej, aplikacja dla sprawdzania pipet tłokowych metodą wagową

Pomiar masy substancji lotnych powinno się wykonywać w naczyniach o zwężonych wlotach lub przy zastosowaniu tzw. pułapki parowej. Jej zadaniem jest minimalizacja procesu parowania poprzez zwiększenie wilgotności / stężenia substancji ponad mikro kolbą, zlewką. Takie rozwiązanie jest wykorzystywane podczas kontroli objętości pipet tłokowych metodą wagową.

W procesach ważenia cieczy czasami wykorzystuje się funkcję dozowania do pewnej wartości z założoną tolerancją lub doważania czyli odmierzenia pewnej ilości, która powinna zmieścić się pomiędzy progami. Bardzo powolny wzrost masy próbki może wymagać zastosowania innego układu filtrowania sygnału pomiarowego. Takie rozwiązanie jest automatycznie realizowane w funkcji dozowania w wagach RADWAG. Podczas wykorzystywania tej aplikacji należy zwracać uwagę na stabilność warunków zewnętrznych. Układ filtrowania sygnału jest bardziej podatny na wszelkie zmiany masy, po to żeby wykryć nawet najmniejsze jej przyrosty lub ubytki. Z drugiej strony wzrasta również podatność układu pomiarowego na zakłócenia zewnętrzne.

## 9.4. Ważenia porównawcze – komparacja

Ten typ aplikacji to wykazywanie różnic jakie występują pomiędzy dwoma obiektami z których jeden jest wzorcem. Powszechnie, komparacja kojarzona jest ze wzorcami masy oraz metodami ABA lub ABBA. Porównywanie jednakże można realizować w odniesieniu do każdego obiektu przy czym:

- a. powinno się ono odbywać w krótkim okresie czasu,
- b. powinno się kontrolować czułość wagi, gdy odstępstwa pomiędzy ważeniami są dłuższe,
- c. powinno się zwracać uwagę na stabilność próbki (aklimatyzacja)

Różnorodność procesów jakim może być poddawana próbka: ogrzewanie, ścieranie, napylenie warstw, stapianie, sorpcja, spalanie, spopielenie itp. wymaga zastosowania odpowiedniej metodyki. W metrologii prawnej proces komparacji to porównywanie ze sobą odważników, wzorców masy celem ustalenia odchyłki obiektu względem wzorca. Mają tu zastosowanie dwie metody pomiarowe: ABA, ABBA. Cykl może przebiegać półautomatycznie (komparatory manualne) lub automatycznie. Ze względu na wymagania odnośnie dokładności, komparatory wymagają odpowiednich warunków pracy (dynamika zmian w czasie).

Przykład raportu z komparacji – komparator UYA 4Y.KO

----- Komparator -----

Użytkownik      Radwag  
Data rozpoczęcia    2021.09.06 11:15:45  
Data zakończenia   2021.09.06 11:23:12

---

n	A	B	A	D
1	0.1000674	0.0999239	0.1000681	-0.00014385
2	0.1000684	0.0999239	0.1000696	-0.0001451
3	0.1000685	0.0999238	0.1000688	-0.00014485
4	0.1000690	0.0999242	0.1000690	-0.0001448
5	0.1000695	0.0999243	0.1000693	-0.0001451
6	0.1000693	0.0999248	0.1000691	-0.0001444

---

Średnia różnica      -0.000144683333 g  
Odchylenie standardowe   0.000000482355 g  
Liczba cykli                      6  
Metoda                              ABA

---



Cykl komparacji może być nadzorowany poprzez system komputerowy RMCS. Moduł obliczeniowy współpracuje z komparatorami oraz rejestratorami warunków środowiskowych. Program zarządza całym procesem wzorcowania od momentu przyjęcia zlecenia, poprzez wzorcowanie, kończąc na wydaniu świadectwa wzorcowania.

## 9.5. Pomiar próbek o znacznych masach

Próbka o znacznej masie to próbka której masa zawiera się w przedziale od  $\frac{3}{4}$  obciążenia maksymalnego ÷ maksymalnego obciążenia (Max). Dokładność takich pomiarów jest zależna od kilku czynników, które krótko omówiono poniżej.

### a. Zmiany czułości wagi w czasie

Każda waga jest skalowana poprzez porównanie wyniku ważenia z masą wzorca – jest to jeden z elementów cyklu produkcyjnego. W czasie użytkowania następuje okresowa kontrola i weryfikacja poprawności wskazań wagi w czasie adjustacji. Interwał tego procesu jest zależny od czasu i zmian temperatury. Adjustacja działa w sposób automatyczny, więc tuż po jej zakończeniu wskazanie wagi jest optymalne. Jednakże wraz z upływem czasu mogą występować nieokreślone dryfty w wyniku np. nagłych zmian warunków zewnętrznych. Są one przyczyną niedokładności pomiarów. Celem ich wyeliminowania, tuż przed pomiarami zaleca się wykonać adjustację poprzez naciśnięcie przycisku.

### b. Powtarzalność wskazań

Jeden z najważniejszych parametrów metrologicznych wagi. Jego wartość jest zależna od warunków w jakich jest wykonywany test. W typowej praktyce laboratoryjnej wykonuje się pojedyncze ważenie próbki, więc nie można określić wpływu powtarzalności na wynik pomiaru. Tę zależność wyznacza się w trakcie badań własnych (walidacja) lub przyjmuje się to co zawiera deklaracja producenta. Ważąc próbki o znacznych masach należy:

- minimalizować wpływ środowiska
- optymalizować parametry wagi,

Jeżeli jest potrzebna dokładna analiza procesu wagowego, powtarzalność wskazań należy wyznaczać także obiektami jakie są wykorzystywane w czasie ważenia.

### c. Liniowość wagi

Teoretycznie charakterystyka wagi jest zależnością liniową obciążenia względem wskazania jakie obserwujemy. Praktycznie podczas skalowania fabrycznego wag obserwuje się pewne odchylenia od tej zależności. Wynikają one z metody pomiaru oraz charakterystyki wzorców jakie są wykorzystywane. Tym samym odchyłka liniowości ma wartość stałą, która może być uwzględniana (karta katalogowa). Bardziej szczegółową informację można uzyskać w procesie wzorcowania. Można przyjąć że dla idealnych warunków pracy pomiar masy próbki będzie obarczony błędem nie mniejszym niż odchyłka liniowości wagi.



#### d. Oddziaływanie środowiska pracy

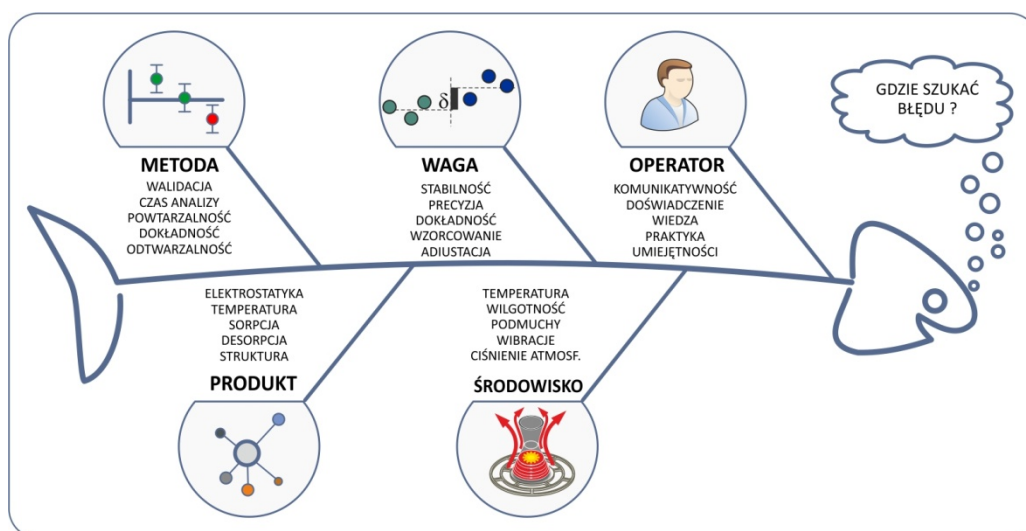
Większa masa prawie zawsze wiąże się ze zwiększoną objętością. Tak jest nawet podczas odmierzania niewielkich ilości płynu, który jest dozowany do naczynia o znacznej objętości np. kolby. Podczas ważenia próbek w „dobrych” warunkach ta zwiększona objętość nie będzie miała istotnego wpływu na proces ważenia. W gorszych warunkach pracy zakłócenia będące efektem np. ruchu powietrza mogą zniekształcać wynik pomiaru. W takim przypadku należy zastosować dodatkową osłonę wagi.

Im większa powierzchnia próbki (opakowania, kontenera) tym większe oddziaływanie elektrostatyczne. Jeżeli taki problem istnieje to rozwiązaniem jest zastosowanie jonizatora celem zrównoważenia ładunków jakie posiada powierzchnia.

Duża powierzchnia próbki to także zwiększone zjawisko absorpcji lub parowania. Wymagana jest aklimatyzacja próbki przed ważeniem. O ile istnieją pewne podobieństwa w zakresie występujących zjawisk, to każde z nich powinno być diagnozowane w kontekście wymaganej dokładności ważenia oraz możliwości jakie posiada waga.

#### PODSUMOWANIE

Na dokładność pomiaru masy może mieć wpływ wiele czynników których suma może prowadzić do istotnych błędów pomiaru. Zazwyczaj istotny jest tylko jeden z obszarów oraz jeden z czynników. Ograniczenie wpływu tego negatywnego czynnika na proces pomiaru masy jest zazwyczaj wystarczające.



Rysunek 43. Diagram Ishikawy – źródła błędów w pomiarach masy

## 10. Zgodność z wymaganiami

Obszary w jakich wagi są użytkowane są zróżnicowane, pod względem obszarów geograficznych jak i branż (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.



Rysunek 44. Mikrowaga serii MYA z wzorcami masy

Można powiedzieć że bazą dla większości procedur kontrolnych jest metodyka podana w dokumentach OIML R76. Zawiera ona wykaz testów metrologicznych, klasyfikację wag oraz wartości błędów granicznych dopuszczalnych. Należy jednakże zwrócić uwagę że tylko niektóre z wag podlegają wymaganiom metrologii prawnej. Wielu użytkowników, którzy nie podlegają metrologii prawnej stosuje własne wymagania dla dokładności ważenia, ale nadal korzysta z procedur opisanych przez OIML wzbogacając je lub też ograniczając do tych testów, które są istotne. Odrębnym zagadnieniem jest niepewność pomiaru, która jest koniecznym uzupełnieniem procesu pomiaru masy.

## 10.1. Metrologia prawna

Wymagania prawne jakie wynikają z przepisów, zaleceń OIML oraz grup roboczych WELMEC są powszechne, głównie dzięki temu, że organizacje te mają zasięg globalny. Metody oraz procedury jakie promują 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:

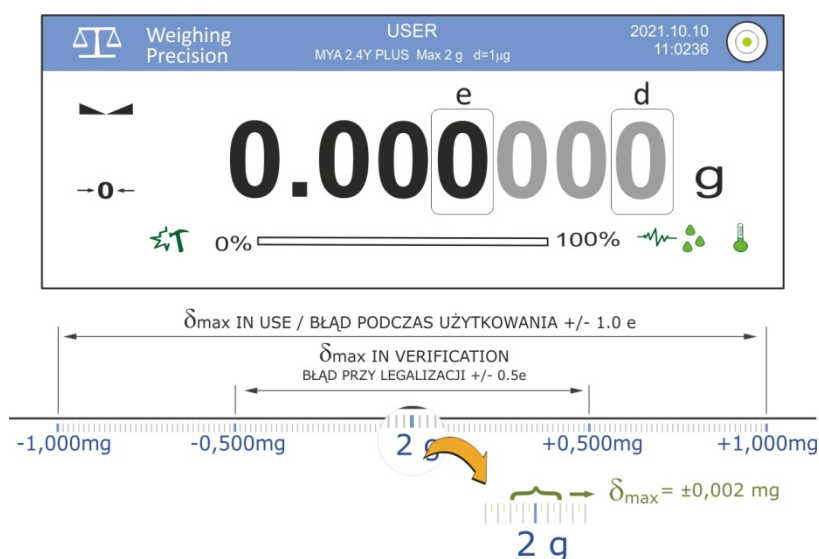
Tabela 5. Błędy graniczne dopuszczalne dla wag klasy dokładności I

Obciążenie	$0 e \leq m \leq 50\,000 e$	$50\,000 e < m \leq 200\,000 e$	$200\,000 e < m$
MPE	0.5 e	1 e	1.5 e

Stwierdzenie, że waga spełnia wymagania prawne jest jednoznaczne z tym, że jej błędy pomiaru podczas kontroli nie były większe niż wartości graniczne. Mając na uwadze, że WARTOŚĆ DZIAŁKI LEGALIZACYJNEJ = 1 mg, a działki odczytowe wag oraz wartości graniczne MPE mają wartości jak niżej:

- d = 0.1 mg                      MPE = 5 d                      np. AS 220.R2 PLUS
- d = 0.01 mg                    MPE = 50 d                    np. XA 82/220.4Y PLUS
- d = 0.001 mg                  MPE = 500 d (mikrowaga)    np. MYA 5.4Y PLUS
- d = 0.0001 mg                MPE = 5 000 d (ultra-mikrowaga) np. UYA 2.4Y PLUS

to stwierdzenie, że błędy wskazań wagi nie są większe niż wartość MPE jest mało znaczącą informacją. Z tego też powodu większość użytkowników, którzy muszą użytkować wagi zgodne z wymaganiami prawnymi wykonuje dodatkowo procedurę wzorcowania. Można zatem powiedzieć, że wymagania metrologii prawnej nie mają praktycznego zastosowania dla wag o znacznych rozdzielczościach. Wykorzystuje się natomiast metodykę testów jakie zawiera metrologia prawna.



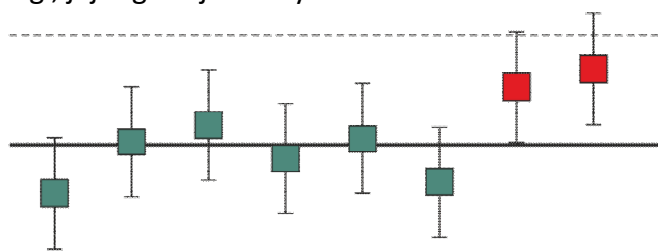
Rysunek 45. Mikrowagi – metrologia prawna

## 10.2. GMP - metrologia przemysłowa

W zakresie metodyki, metrologia przemysłowa wykorzystuje metody 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 podczas odważania substancji 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 niezbędne, na ten temat 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



Rysunek 46. Limity w procesie ważenia

Znaczną pomocą w interpretacji wyników testów jest wyznaczenie tzw. Limitów Ostrzegawczych i Limitów Krytycznych.

### 10.3. Farmacja – USP 41, 1251, Ph. Eur. 1.2.7.

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. Wymagania dotyczące wag zawarte są w dwóch rozdziałach USP, <General Chapters, Apparatus for Tests and Assays <41 „BALANCES”> oraz <General Information, <1251 „WEIGHING ON AN ANALYTICAL BALANCE”>. Takie same wymagania przedstawiono farmakopei europejskiej, rozdział 1.2.7. Rozdział USP 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*

$$R = \frac{2 \cdot S}{m} \leq 0.10\% \rightarrow \frac{2 \cdot S}{m} \leq 0.001 \quad (9)$$

gdzie:  $S$  – wartość odchylenia standardowego z serii 10 powtórzeń  
 $m$  – masa wzorca jakim waga była testowana

Przy założeniu że powtarzalność wskazań wagi dla niewielkich obciążeń ma wartość stałą, to znając wartość odchylenia standardowego ( $S$ ) można wskazać wartość graniczną przy której spełniony jest warunek wymagany przez USP 41 oraz Ph Eur 1.27. (równanie 9).

Tabela 6. MYA 5.4Y PLUS – kryteria oceny USP 41

(mg)	masa (mg)	USP 41
$S = 0,0006$	0.1	0.0120
Limit = 0,001	0.2	0.0060
	0.5	0.0024
	1	0.0012
	1.2	0.0010
	1.4	0.0009
	1.6	0.0008
	1.8	0.0007
	2	0.0006

Warunek dla powtarzalności wskazań wagi, precyzji ważenia próbki jest spełniony wówczas, gdy masa próbki jest większa / równa 1.2 mg.

Warunek opisujący wymagania dla dokładności pomiaru według USP 41, Ph Eur 1.2.7 ma postać:

*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.*

Zgodnie z powyższym zapisem test dokładności wskazań mikrowagi MYA 5.4Y PLYS należy wykonać w zakresie od:

- 0.25 g (10 % Max) do
- 5 g (Max – obciążenie wagi).

Błąd pomiaru masy wzorca w każdym badanym punkcie nie może być większy niż 0.10 % jego masy. Oczywiście masa wzorca przed wykonaniem badania powinna być znana, jej wartość jest podana w świadectwie wzorcowania.

Rozdział USP 1251 nie jest obligatoryjny, zawiera wyjaśnienia i definicje terminów, które są istotne dla wag elektronicznych: czułość, dokładność, liniowość, centryczność oraz tzw. masa minimalna. Wartość masy minimalnej wyznacza początek zakresu ważenia dla wagi. Wartość masy minimalnej wyznaczana jest z zależności (10), która jest transformacją zależności (9):

$$MSW = 2000 \cdot S \quad (10)$$

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.

#### **JAK WYZNACZYĆ WARTOŚĆ MASY MINIMALNEJ?**

- wykonać serię 10 powtórzeń za pomocą wzorca masy
- masa wzorca, którym test będzie wykonany powinna być znacznie większa niż oczekiwana wartość MSW (zalecenia USP 1251, Ph Eur 1.2.7)
- z otrzymanych wyników należy wyliczyć odchylenie standardowe
- wyliczyć wartość MSW zgodnie z równaniem (10)



#### **KOMENTARZ**

Z powyższych punktów jasno wynika to, że osiągnięcie jak najmniejszej wartości MSW wymaga zapewnienia dobrych warunków pracy. Im większa rozdzielczość wagi tym większe wymagania co do stabilności środowiska pracy.

Dla wag o mniejszej rozdzielczości podczas badania powtarzalności możliwe jest uzyskanie wszystkich takich samych wyników, co powoduje że matematycznie wartość odchylenia standardowego wyniosła by zero. W takim przypadku należy zastosować zlecenie USP 41 i wyliczyć wartość odchylenia standardowego z zależności:

$$S = 0.41 \cdot d \quad (11)$$

gdzie: d – wartość działki elementarnej wagi

Przy założeniu, że wartość odchylenia standardowego jest mniejsza niż 0.41d można określić zależność tzw. Masy Minimalnej względem działki elementarnej wagi (tabela 7). Pokazane wartości w tabeli 7 są najmniejszymi możliwymi wartościami MSW jakie są potencjalnie możliwe.

$$MSW = 2000 \cdot 0.41 \cdot d = 820 \cdot d \quad (12)$$

Tabela 7. Wartość MSW w zależności od działki elementarnej wagi

Wart. działki elementarnej wagi d (mg)	Przykładowy typ wagi prod. Radwag	Odchylenie standardowe S (mg)	Wartość masy minimalnej MSW (mg)
10	PS 6000.R2 PLUS	4.1	8200
1	PS 1000.X2	0.41	820
0.1	AS 220.X2 PLUS	0.041	82
0.01	XA 82/220.4Y PLUS	0.0041	8.2
0.001	MYA 5.4Y PLUS	0.00041	0.82
0.0001	UYA 2.4Y PLUS	0.000041	0.082

Poza aspektem metrologicznym istotne są także wymagania funkcjonalne dotyczące użytkowania i bezpieczeństwa wag. Te zagadnienia obejmują np.:

- kilku poziomowy system uprawnień
- mechanizm logowania się użytkowników
- rejestr zmian w ustawieniach itp.

Szczegółowe wymagania zawierają dokumenty np. 21 CFR Parts 11.

### Podsumowanie

Od stycznia 2022 roku wymagania dotyczące wag elektronicznych są takie same w farmakopei amerykańskiej (USP) oraz europejskiej (Ph. Eur). Jest to jeden z elementów ujednolicania wymagań jakościowych dla globalnego rynku wytwarzania leków.

## 10.4. 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. Metrologia prawna wymaga okresowej weryfikacji wag przez podmiot do tego celu uprawniony, co nie zawsze jest sensowne z punktu widzenia metrologii, przykład mikrowagi. Z tego powodu większość użytkowników mikrowag decyduje się na przeprowadzenie procedury wzorcowania, poprzez co uzyskują oni pewną informację o potencjalnych błędach ważenia.

Przykład świadectwa wzorcowania przedstawiono w dalszej części opracowania.



**RADWAG Wagi Elektroniczne Witold Lewandowski**

26-600 Radom, ul. Toruńska 5

**CENTRUM METROLOGII, BADAŃ I CERTYFIKACJI - LABORATORIUM POMIAROWE**

26-600 Radom, ul. Starowiejska 17A  
tel. /38/ 386 64 70; fax /48/ 385 00 11



Calibration laboratory accredited by  
Polish Centre for Accreditation, a signatory to EA MLA and ILAC MRA  
that include recognition of calibration certificates.  
Accreditation No AP 069.



AP 069



# CALIBRATION CERTIFICATE

Date of issue: 17 June 2021

Certificate No: 6076/2252/21

Page: 1 / 2

<b>OBJECT OF CALIBRATION</b>	Non-automatic electronic weighing instrument - single range	
	Manufacturer	RADWAG Wagi Elektroniczne
	Type / symbol	MYA 5.4Y
	Serial No	702517
	Capacity <i>Max</i>	5,1 g
	Scale interval <i>d</i>	1 mg
<b>APPLICANT</b>	RADWAG Wagi Elektroniczne ul. Toruńska 5, 26-600 Radom	
<b>USER</b>		
<b>PLACE OF CALIBRATION</b>	RADWAG Wagi Elektroniczne Laboratorium Pomiarowe ul. Starowiejska 17A, 26-600 Radom	
<b>CALIBRATION METHOD</b>	Calibration Procedure: PW 01 rev. XIII of 28 February 2018	
<b>ENVIRONMENTAL CONDITIONS</b>	Air temperature:	( 22,59 ÷ 22,94 ) ± 0,20 °C
	Relative humidity:	( 54,3 ÷ 56,3 ) ± 1,1 %
<b>DATE OF CALIBRATION</b>	17 June 2021	
<b>TRACEABILITY</b>	This certificate is issued under the agreement EA MLA in the field of calibration and provides traceability of measurement results to the International System of Units (SI)	
<b>CALIBRATION RESULTS</b>	The results have been presented on page 2 of this certificate including uncertainty of measurement.	
<b>UNCERTAINTY OF MEASUREMENT</b>	Uncertainty of measurement has been evaluated in compliance with EA-4/02 M:2013 The expanded uncertainty assigned corresponds to a coverage probability of 95 % and the coverage factor $k = 2$ .	



Kierownik ds. technicznych  
Laboratorium Pomiarowego  
mgr inż. Tomasz Kasprzak

This certificate may be presented or copied as whole document only

Rysunek 47. Przykład świadectwa wzorcowania – dane identyfikacyjne

CALIBRATION CERTIFICATE issued by ACCREDITED LABORATORY No AP 069

Date of issue: 17 June 2021

Certificate No: 6076/2252/21

Page: 2 / 2

**CALIBRATION RESULTS**      The results presented below refer only to the calibration object described on the first page of this certificate

Adjustment device:            internal

Adjustment weight:          internal

**MEASUREMENT ERROR AND REPEATABILITY**

Load <i>L</i> g	Load TARE <i>L<sub>T</sub></i> g	Mass reference <i>m<sub>ref</sub></i> g	Indication of instrument <i>I</i> g	Measurement error <i>E(I)</i> g	Standard deviation <i>s</i> g	Uncertainty of measurement <i>U(E)</i> g
0,001		0,0010011	0,001001	0,000000	0,0000009	0,000001
0,5		0,5000014	0,500002	0,000000	0,0000013	0,000005
1		0,999997	0,999998	0,000001	0,0000008	0,000005
2		2,000003	2,000003	0,000000	0,0000012	0,000007
5		4,999988	4,999988	0,000000	0,0000013	0,000009

Authorized by:            Tomasz Kasprzak



.....

Rysunek 48. Przykład świadectwa wzorcowania- wyniki

## 11. Cechy użytkowe mikrowag

Współczesne urządzenia pomiarowe poza dobrymi parametrami metrologicznymi muszą posiadać odpowiednie rozwiązania ergonomiczne oraz programowe. Zakres i kierunek tych rozwiązań zawsze wynika z potrzeb rynku. Uwagi i wymagania świadomych użytkowników stanowią duży wkład w rozwój współczesnych wag wysokiej rozdzielczości.

### 11.1. Szybkość pomiaru

Szybkość ważenia jako parametr wag elektronicznych dotyczy zazwyczaj czasu pomiaru czyli czasu w jakim masa próbki może być wyznaczona. Analizując dane katalogowe wag należy zdecydowanie odróżniać treści marketingowe od rzeczywistych możliwości technicznych urządzenia. W przypadku ultra-mikrowag oraz mikrowag 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 ze względu na indywidualne cechy i możliwości operatorów. Rzeczywisty czas ważenia próbki nie jest zależny istotnie od jej masy i wynosi około 6 sekund. Jest to czas potrzebny dla uzyskania jednoznacznie stabilnego pomiaru. Oczywiście poprzez modyfikację parametrów wagi takich jak np. profil ważenia można uzyskać krótsze czasy ważenia próbek, ale należy pamiętać o tym że zazwyczaj zwiększenie szybkości pomiaru to zmniejszenie precyzji ważenia. W tabeli 8 podano przykładowe czasy ważenia dla wag o różnych działkach elementarnych.

Tabela 8. Przykładowe czasy pomiaru masy zależnie od wybranego profilu ważenia

Nazwa wagi	XA 6.4Y PLUS	XA 210.4Y PLUS	AS 220.X2	PS 4500.X2
Masa próbki / działka wagi	0.5g / 0.001 mg	20 g / 0.01 mg	10 g / 0.1 mg	500 g / 10 mg
Profil Fast	6 sek.	3 sek.	3 sek.	2 sek.
Profil Fast dosing	9 sek.	7 sek.	3 sek.	2 sek.
Profil User	8 sek.	7 sek.	3 sek.	3 sek.
Profil Precision	15 sek.	14 sek.	6 sek.	4 sek.

Z danych zaprezentowanych w tabeli 8 wynika że im większa działka elementarna wagi tym mniejsze różnice w czasach pomiaru masy niezależnie od wybranego profilu. Najkrótszy czas ważenia można uzyskać po wybraniu profilu Fast a najdłuższy przy zastosowaniu profilu Precision. Profil Fast Dosing to metoda szybkiego ważenia, ale przy bardzo wysokiej pobudliwości wagi (detekcja bardzo małych zmian masy). Z tego względu czas pomiaru w tym profilu jest zazwyczaj dłuższy niż dla profilu Fast.



#### 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.

## 11.2. Praca bezdotykowa (touchless operation)

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.



Rysunek 49. Czujniki zbliżeniowe mikrowagi

## 11.3. Praca bezprzewodowa (wireless work)

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 Bluetouch pomiędzy miernikiem a modułem wagowym, teraz można umieszczać miernik w dowolnej odległości (nawet 10 m). Jest to wygodne rozwiązanie, gdy umieszczasz wagę w dygestorium lub komorze typu Glove Box.

## 11.4. 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 kilku poziomowy system dostępu. Każdy z operatorów ma przydzielone pewne możliwości w zakresie obsługi wagi tzn. możliwości ważenia, drukowania, zapisywania informacji itp. Bezpieczeństwo oparte na 4 poziomowym systemie haseł to:

- ergonomia (wykonujemy tylko te czynności, które są wymagane, oszczędność czasu)
- stabilność parametrów wagi decydujących o jej dokładności (masz gwarantowaną dokładność, niezależnie od tego kto wykonuje ważenie)

## 11.5. Personalizacja

Personalizacja to nic innego jak dopasowanie sposobu działania wagi do własnych potrzeb. Zakres tych modyfikacji jest zależny od możliwości programowych wagi. Mikrowagi oraz inne wagi jakie produkuje Radwag posiadają szereg możliwości w tym zakresie. Ideologia 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

## 11.6. 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 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 multi funkcjonalne środowisko w którym można realizować nawet dość skomplikowane projekty.

## 11.7. 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 rozwiązało by szereg wątpliwości, ale jest prostsza metoda. Radwag w swoich wagach udostępnił tzw. moduł MEDIA. Zawiera on filmy instruktarzowe dotyczące różnych obszarów stosowania wagi.

## PODSUMOWANIE

Aplikacje wagowe to grupa programów użytkowych która rozwija się dość dynamicznie, głównie w efekcie uwag i potrzeb użytkowników. Trudno zatem mówić o potencjalnej stabilności tych aplikacji, raczej należy je postrzegać jako coś co innowacyjnie się zmienia podążając za trendami i potrzebami rynku.

## 12. Wykaz tabel

Tabela 1. Dane techniczne wag .....	13
Tabela 2. Dane techniczne ultra-mikrowagi UYA 2.4Y.A PLUS.....	19
Tabela 3. Powtarzalność wskazań mikrowagi MYA 5.4Y PLUS.....	38
Tabela 4. Badanie liniowości mikrowagi – metoda odważników balastowych.....	43
Tabela 5. Błędy graniczne dopuszczalne dla wag klasy dokładności I .....	59
Tabela 6. MYA 5.4Y PLUS – kryteria oceny USP 41.....	61
Tabela 7. Wartość MSW w zależności od działki elementarnej wagi .....	63
Tabela 8. Przykładowe czasy pomiaru masy zależnie od wybranego profilu ważenia .....	67

## 13. Wykaz rysunków

Rysunek 1. Proces adaptacji wagi do wymagań procesu ważenia .....	6
Rysunek 2. Laboratorium – system rozproszonej wymiany powietrza .....	7
Rysunek 3. Lokalizacja stanowiska wagowego.....	7
Rysunek 4. Czas aklimatyzacji wagi w laboratorium.....	8
Rysunek 5. Dynamika zmian temperatury (I- okres stabilności, II – okres zmian dynamicznych).....	9
Rysunek 6. Dokładność i precyzja pomiarów .....	10
Rysunek 7. Zaokrąglenie wyniku pomiaru urządzeń ze wskazaniem cyfrowym .....	12
Rysunek 8. Mikrowaga MYA 5.4Y.A PLUS .....	14
Rysunek 9. Waga analityczna XA 52 4Y.A PLUS.....	14
Rysunek 10. Mikrowaga – ważenie proszków.....	17
Rysunek 11. Wykres zmian warunków środowiskowych od okresie 21-24.12.2021 .....	18
Rysunek 12. Szczegółowa analiza danych środowiskowych za wybrany okres.....	18
Rysunek 13. Moduł warunków środowiskowych ultra-mikrowag i mikrowag.....	19
Rysunek 14. Termowizja - waga analityczna XA.....	20
Rysunek 15. Termowizja – mikrowaga MYA .....	20
Rysunek 16. Przykład klimatyzacji rozproszonej. ....	21
Rysunek 17. Korekcja dokładności wskazań poprzez adiustację automatyczną .....	22
Rysunek 18. Mikrowaga MYA 2.4Y.F.A PLUS – pomiar masy filtra, XA 82/220.4Y – ważenie proszków .....	23
Rysunek 19. Osłona przeciwpodmuchowa ultra-mikrowag UYA oraz mikrowag MYA .....	26
Rysunek 20. Niezrównoważone ładunki elektrostatyczne, prawo Coulomba .....	27
Rysunek 21. Jonizator DJ-04.....	28
Rysunek 22. Schemat funkcjonalny wagi o przetwarzaniu magnetoelektrycznym.....	29
Rysunek 23. Konstrukcje stołów antywibracyjnych typu SAL/C.....	30
Rysunek 24. Rejestracja drgań podłoża – czujnik warunków środowiskowych .....	30
Rysunek 25. Profile ważenia.....	32
Rysunek 26. Limity ważenia z wykorzystaniem niepewności pomiaru.....	36
Rysunek 27. Interpretacja odchylenia standardowego .....	37
Rysunek 28. Szalka mikrowag serii MYA – punktu kontrolne dla badania centryczności.....	39
Rysunek 29. Mikrowaga MYA 5.4Y PLUS.....	40
Rysunek 30. Liniowość wagi - 1 punkt liniowości .....	41
Rysunek 31. Liniowość wagi - 2 punkt liniowości .....	41
Rysunek 32. Przykładowa liniowość wagi .....	43
Rysunek 33. Zasada działania adiustacji .....	44
Rysunek 34. Adiustacja jako korekcja czułości dla mikrowagi .....	45
Rysunek 35. Raport z adiustacji .....	45
Rysunek 36. Mikrowaga XA 6/21.4Y.M.A PLUS.....	46
Rysunek 37. Raport funkcji Autotest .....	47
Rysunek 38. Raport z funkcji Autotest GLP .....	48
Rysunek 39. Moduł środowiskowy mikrowagi.....	49
Rysunek 40. Kontrola jakości procesu ważenia.....	50
Rysunek 41. Ważenie cieczy z wykorzystaniem naczynia o zwężającym się wlocie.....	54
Rysunek 42. Ważenie cieczy z wykorzystaniem tzw. pułapki parowej .....	54
Rysunek 43. Diagram Ishikawy – źródła błędów w pomiarach masy .....	57
Rysunek 44. Mikrowaga serii MYA z wzorcami masy .....	58
Rysunek 45. Mikrowagi – metrologia prawna.....	59
Rysunek 46. Limity w procesie ważenia.....	60
Rysunek 47. Przykład świadectwa wzorcowania – dane identyfikacyjne .....	65
Rysunek 48. Przykład świadectwa wzorcowania- wyniki.....	66
Rysunek 49. Czujniki zbliżeniowe mikrowagi .....	68



**CENTRUM METROLOGII BADAŃ I CERTYFIKACJI**  
**LABORATORIUM BADAWCZE**



26-600 RADOM, ul. Toruńska 5

---



tel.: +48 (48) 386 60 00, Fax: +48 (48) 385 00 10

---



[www.radwag.com](http://www.radwag.com)

---