

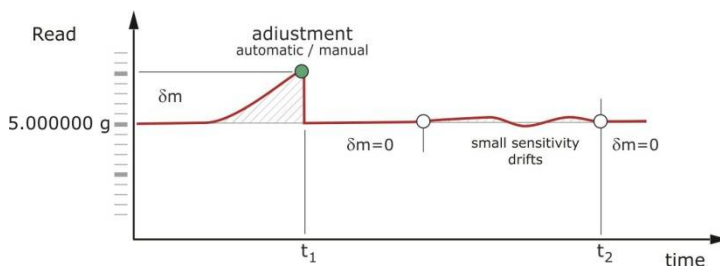
Leksykon podstawowych terminów metrologicznych

SPIS TREŚCI

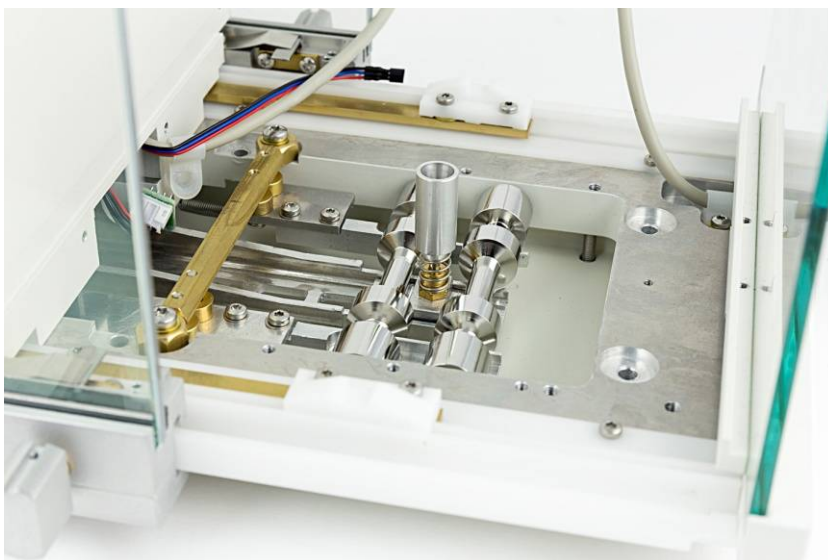
1.	Adiustacja.....	5
2.	Aklimatyzacja	6
3.	Błąd Pomiaru	7
4.	Błąd Graniczny Dopuszczalny	7
5.	Błąd Systematyczny	8
6.	Błąd Przypadkowy.....	8
7.	Budżet Niepewności	8
8.	Ciężar	9
9.	Czas Ważenia.....	10
10.	Czułość Wagi	11
11.	Dokładność.....	12
12.	Digital Weighing Auditor	13
13.	Dryft.....	14
14.	Działka Legalizacyjna Wagi	15
15.	Gmp - Dobra Praktyka Produkcyjna	16
16.	Jednostka Notyfikowana	17
17.	Kalibracja.....	17
18.	Kilogram.....	18
19.	Liniowość	19
20.	Masa	20
21.	Masa Minimalna	21
22.	Moduł Środowiskowy Wagi.....	22
23.	Monitoring Jakości Ważenia	23
24.	Niepewność Pomiaru	24
25.	Obciążenie Minimalne	25
26.	Odchyłka Centryczności	26
27.	Odważnik	27
28.	Personel	28
29.	Pobudliwość Wagi	29
30.	Precyzja Pomiaru	30
31.	Rozdzielczość Wagi.....	31
32.	Siła Wyporu	32
33.	Spójność Pomiarowa.....	33
34.	Termograwimetria.....	34
35.	Waga.....	35
36.	Wagosuszarka	36
37.	Walidacja	37
38.	Warunki Pracy Wagi.....	38
39.	Wilgotność Materiału	39
40.	Wzorcowanie.....	40
41.	Wzorzec Masy	41
42.	Zakres Ważenia.....	42
43.	Zaokrąglenie Wyniku Ważenia	42

ADIUSTACJA

Zbiór czynności w wyniku których doprowadza się przyrząd pomiarowy do działania odpowiadającego jego przeznaczeniu. W przypadku wag elektronicznych następuje korekcja czułości wagi poprzez porównanie wyniku ważenia wewnętrznego wzorca adiustacyjnego z jego wartością referencyjną. Takie porównania wykonywane są w cyklach automatycznych, sterowanych zmianami temperatury i czasu, lub półautomatycznych, sterowanych poprzez operatora.



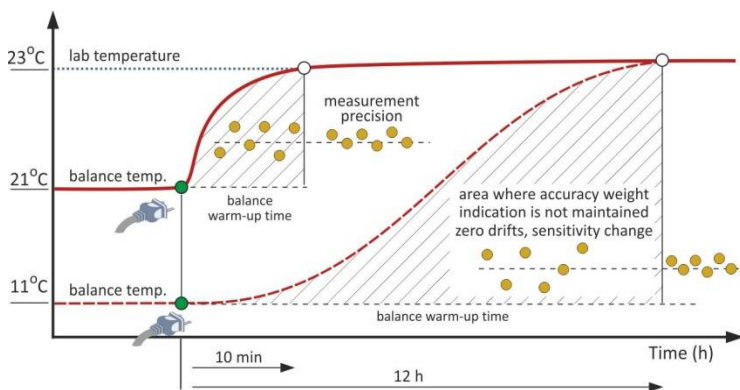
Rysunek 1. Zasada działania adiustacji



Rysunek 2. Układ automatycznej adiustacji wag serii XA

AKLIMATYZACJA

Proces stabilizacji wagi elektronicznej po jej załączeniu do sieci gdy występuje znaczna różnica temperatur lub wilgotności między wagą a środowiskiem w którym ma ona być użytkowana. Okres aklimatyzacji jest zależny od rozdzielczości wagi oraz różnicy temperatur między wagą a środowiskiem pracy. Praktycznie czas aklimatyzacji wagi wynosi około 12 godzin. Możliwe jest użytkowanie wagi w czasie jej stabilizacji, ale należy uwzględnić jej potencjalną zmienność w czasie aklimatyzacji.



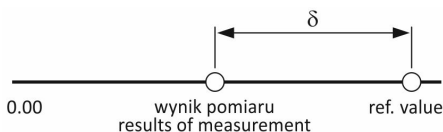
Rysunek 3. Proces aklimatyzacji wagi



Rysunek 4. Kontrola warunków środowiskowych – mikrowaga MYA 5.5Y

BŁĄD POMIARU

Błąd pomiaru jest to różnica między wynikiem pomiaru, a rzeczywistą wartością mierzonej wielkości.



Rysunek 5. Wyznaczanie błędu dla pomiaru masy

BŁĄD GRANICZNY DOPUSZCZALNY

Maksymalna dopuszczalna dodatnia lub ujemna różnica między wskazaniem wagi a odpowiadającą mu wartością poprawną, określoną przez wzorce odniesienia jednostki masy (ref. value) lub wymagania producenta. Każda waga laboratoryjna podlega inspekcji działu QC, który porównuje wskazania wagi z limitami jakie obowiązują w firmie Radwag.



Rysunek 6. Waga analityczna XA 82/220.5Y – dokumentacja metrologiczna

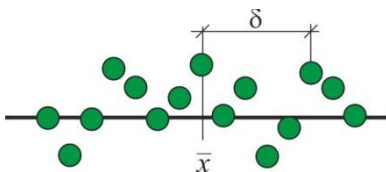
BŁĄD SYSTEMATYCZNY

Błąd systematyczny to składowa błędności pomiaru, która w powtórzonych pomiarach pozostaje stała lub zmienia się w przewidywalny sposób. Wartością referencyjną dla systematycznego błędności pomiaru jest wielkość rzeczywista wzorca miary o pomijalnej niepewności pomiaru lub wielkość umowna. Korekta wyniku pomiaru może być zastosowana w celu skompensowania znanego systematycznego błędności pomiaru.

Źródło: International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM). 2007

BŁĄD PRZYPADKOWY

Błąd przypadkowy to składowa błędności pomiaru, która w powtarzalnych pomiarach zmienia się w nieprzewidywalny sposób. Dla pojedynczego pomiaru jest to różnica między wynikiem pomiaru a średnią z nieskończonej liczby wyników pomiarów tej samej wielkości mierzonej, wykonanych w warunkach powtarzalności.



Rysunek 7. Błąd przypadkowy pomiaru

Źródło: International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM). 2007

BUDŻET NIEPEWNOŚCI

Zbiór wszystkich czynników, które mają wpływ na dokładność procesu ważenia. Uwzględniane są parametry wagi takie jak działka elementarna, powtarzalność wskazań itd., ale ocena może dotyczyć również innych obszarów, o ile zawierają one istotne informacje. Budżet niepewności powinien zawierać tylko te składowe które mają istotny wpływ na pomiar masy.

CIĘŻAR

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

Każda waga elektroniczna mierzy siłę grawitacyjną z jaką ważona próbka jest przyciągana przez Ziemię. Siła grawitacyjna jest zmienna zależnie od szerokości geograficznej oraz od wysokości nad poziomem morza, stąd wynika konieczność adiustacji wag po ich przemieszczeniu do miejsca użytkowania.

$$F = m \cdot g$$



Rysunek 8. Komparacja wzorców masy w trybie automatycznym

KOMENTARZ

Ze względu na różnice w gęstości jakie zachodzą między wzorcami masy (ok. 8g/cm^3) a próbkami rzeczywistymi, masa próbek rzeczywistych jest tzw. masą umowną. Znając gęstość ważonej próbki można wyznaczyć jej prawdziwą masę wykorzystując aplikację wag serii 5Y.

CZAS WAŻENIA

Czas ważenia to czas jaki jest potrzebny do zrealizowania pewnego cyklu pomiarowego który obejmuje takie czynności jak otwarcie komory ważenia, umieszczenie ładunku na szalce wagi, zamknięcie komory ważenia, akceptacja wyniku ważenia, otwarcie komory ważenia i usunięcie ładunku z szalki wagi.

Czas stabilizacji to czas po którym wynik ważenia próbki znajduje się w obszarze akceptacji. Obszar akceptacji wyznacza maksymalna odchyłka wyniku ważenia która może być przyjęta uwzględniając wymagania jakościowe jakie związane są z pomiarem masy.



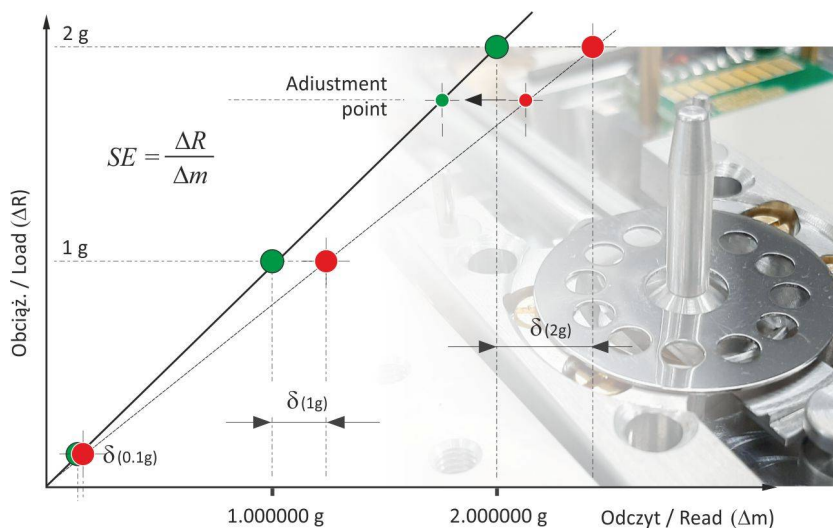
Rysunek 9. Waga AS 220.X2 – pomiar masy cieczy

KOMENTARZ

Operacje umieszczenia ładunku na szalce są trudne do oszacowania ze względu na indywidualne cechy i możliwości operatorów. Rzeczywisty czas stabilizacji próbki nie jest istotnie zależny od wielkości jej masy. Poprzez modyfikację parametrów wagi takich jak np. profil ważenia można uzyskać krótsze czasy stabilizacji, ale należy pamiętać o tym że zazwyczaj zwiększenie szybkości stabilizacji prowadzi do zmniejszenia precyzji ważenia.

CZUŁOŚĆ WAGI

Czułość wagi elektronicznej to iloraz zmiany wskazania układu pomiarowego (ΔR) i odpowiadającej jej zmianie wartości wielkości mierzonej (Δm).



Rysunek 10. Regulacja czułości z wykorzystaniem adiacji wagi – widok wewnętrznego wzorca adiacyjnego mikrowagi serii MYA 5Y

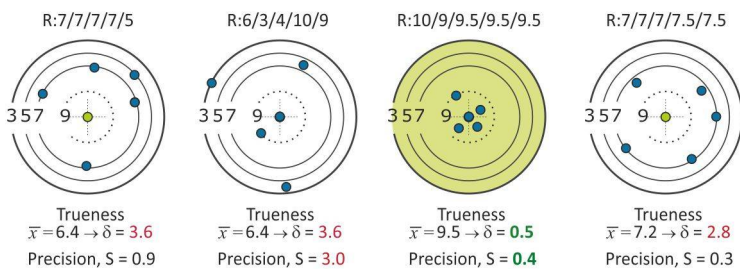
Ze względu na niedoskonałość metod i przyrządów pomiarowych czułość wagi oscyluje wokół wartości docelowej. Regulację czułości wykonuje podczas adiacji wagi, automatycznie lub półautomatycznie.



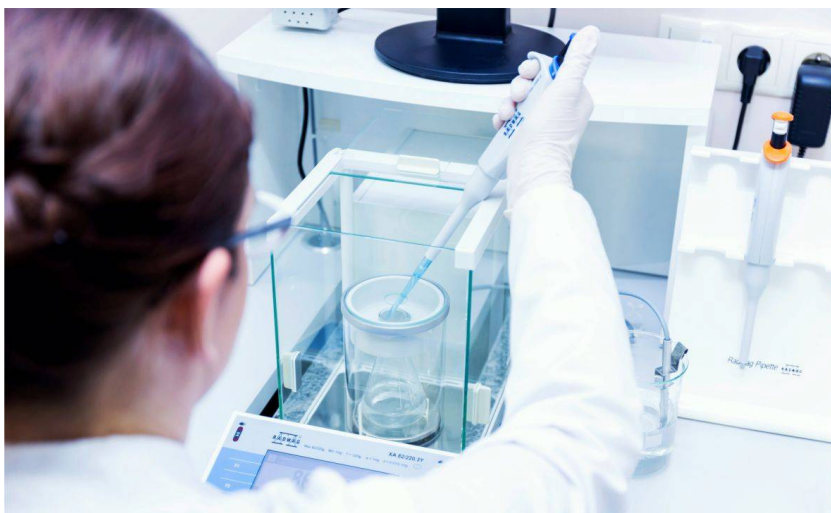
Rysunek 11. Kontrola czułości wagi wzorcami masy – QC Radwag

DOKŁADNOŚĆ

Dokładność to stopień zgodności między wynikiem badania a przyjętą wartością odniesienia. Dokładność jest pojęciem jakościowym a nie ilościowym, nie może być wyrażana liczbowo. O pomiarze można powiedzieć że jest dokładny wtedy gdy błąd systematyczny i losowy związany z pomiarem ma wartość akceptowalną – mieści się w zdefiniowanych limitach.



Rysunek 12. Błąd systematyczny (trueness) oraz losowy (precision) serii pomiarów



Rysunek 13. Kontrola objętości pipet tłokowych – ocena błęd systematycznego i losowego

Digital Weighing Auditor

Przygotowanie wagi do pracy jest pierwszym krokiem dla uzyskania dokładnego pomiaru masy. Digital Weighing Auditor to zaawansowana aplikacja wagowa która on-line kontroluje stan wagi informując o konieczności wykonania adiustacji, poziomowania, nadmiernych zmianach temperatury i wilgotności w środowisku pracy. Wszelkie informacje są rejestrowane w bazie danych z możliwością ich odtworzenia (Audit trail).



Rysunek 14. AP 12.5Y - kontrola objętości pipet tłokowych w trybie automatycznym

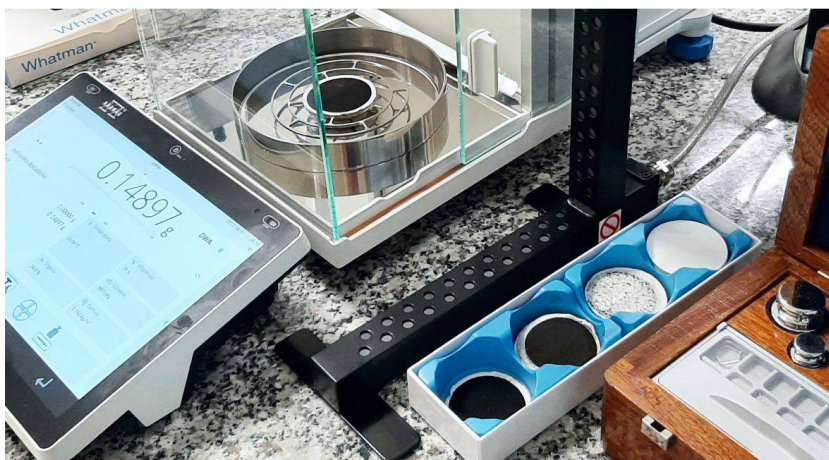
Nadzór nad działaniem wagi jest konieczny nie tylko podczas tradycyjnych pomiarów, ale także w każdym innym procesie który wykorzystuje pomiar masy np. weryfikacja objętości pipet tłokowych, kontrola odchyłek procentowych względem wzorca, wyznaczenie gęstości próbek itd.

KOMENTARZ

Funkcja DWA jest jednym z elementów tzw. Audit trail, która gwarantuje bezpieczeństwo i wiarygodność danych. To rozwiązanie pozwala odtworzyć przebieg zdarzeń w procesie pomiaru masy, wprowadzania danych, raportowania oraz wprowadzania istotnych zmian w ustawieniach wagi. Jest to wymagane przez farmację zgodnie z zapisami FDA (21 CFR Part 11), ale może być użytkowane w każdym systemie zarządzania jakością.

DRYFT

Zmienność wskazań wagi w czasie jej użytkowania, dryft wskazania zerowego wagi można obserwować w czasie jej aklimatyzacji. Proces ten zanika po osiągnięciu stabilizacji termicznej. Dryft wyniku ważenia to zmienność wskazań wagi wówczas gdy szalka wagi jest obciążona ładunkiem, źródła niestabilności: procesy sorpcji wilgoci przez próbkę, występowanie nie zrównoważonych ładunków elektrostatycznych na powierzchniach ważonych próbek, nadmierny ruch powietrza, wibracja podłoża.



Rysunek 15. Elektryczność statyczna w pomiarze masy filtrów – Jonizator DJ-04

KOMENTARZ

Zmienność wskazania wagi (dryft) dla typowego ważenia jest zjawiskiem niekorzystnym, które należy minimalizować. W niektórych przypadkach dynamika, czyli dryft takich procesów jak sorpcja, desorpcja może być badana wykorzystując możliwość automatycznego przesyłania wyniku ważenia. Detekcja nawet bardzo małych zmian masy jest możliwa przy zastosowaniu profesjonalnych wag analitycznych serii XA.5Y.

DZIAŁKA LEGALIZACYJNA WAGI

Działka legalizacyjna wagi (e) – umowna wartość wykorzystywana do oceny i klasyfikacji wag. Termin pochodzi z metrologii prawnej OIML. Najmniejsza wartość działki legalizacyjnej wynosi 1 mg (10^{-3} g) i jest to tym samym najmniejsza masa odważnika jaki można wykonać (OIML R111-1).



Rysunek 16. Fragment wyświetlacza mikrowag MYA 5.5Y

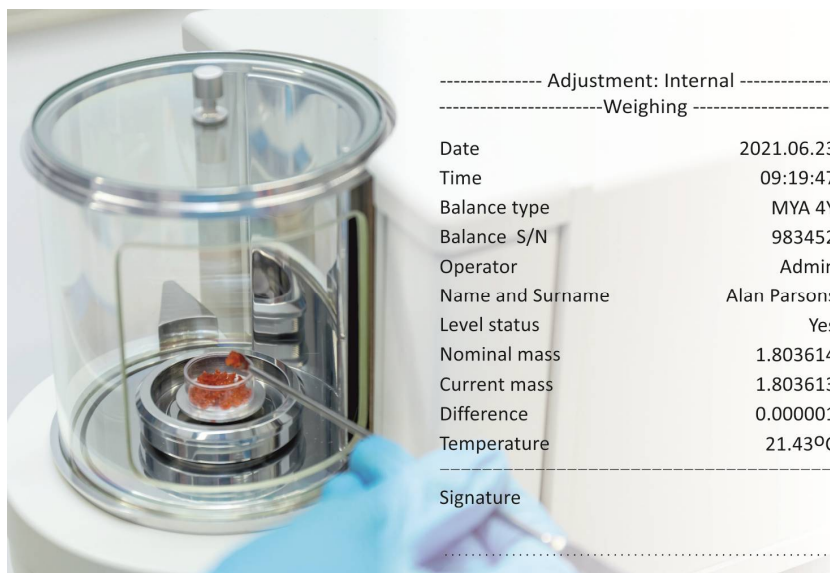
Wartość działki elementarnej (d) wag laboratoryjnych może się zawierać w zakresie $10^{-4} \div 10^{-7}$ i jest znacząco mniejsza od wartości działki legalizacyjnej. Taka zależność wymusza zastosowanie innych metod podczas sprawdzania dokładności wskazań wagi. Jest to widoczne szczególnie w przypadku mikrowag i ultra-mikrowag – błędy wzorców masy oraz niepewność ich wyznaczenia mogą być zbyt duże.



Rysunek 17. Działka legalizacyjna (e) i odczytowa (d) mikrowag serii MYA

GMP - DOBRA PRAKTYKA PRODUKCYJNA

GMP - ang. Good Manufacturing Practice, zestaw standardów stosowanych w produkcji przemysłowej, które gwarantują wysoką jakość gotowego produktu. Zapewniają także kontrolę nad jakością i pochodzeniem surowców. Standardy GMP opracowano pierwotnie dla przemysłu farmaceutycznego, ale obecnie są wykorzystywane także przez firmy kosmetyczne, producentów suplementów odżywczych itp.



Rysunek 18. Przykład raportu z adiustacji wagi

Komentarz

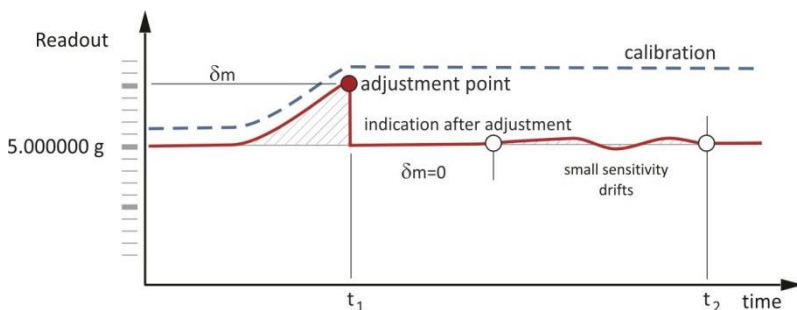
Dla pomiarów masy GMP oznacza weryfikowalność wszystkich procesów związanych z ważeniem takich jak logowanie, wykonanie pomiaru, wydruk, transfer danych, raport. Każdy element procesu jest powiązany z konkretnym operatorem oraz czasem w jakim dany proces został rozpoczęty i zakończony.

JEDNOSTKA NOTYFIKOWANA

Organizacja wyznaczona przez odpowiednie władze każdego z państw członkowskich Unii Europejskiej do wykonywania zadań wynikających z postanowień poszczególnych Dyrektyw Nowego Podejścia. Jednostka notyfikowana na zlecenie producenta bada zgodność wag z wymaganiami prawnymi. Wydaje certyfikaty zatwierdzenia typu dla wag oraz tzw. Test Certyfikaty z badań przyrządów pomiarowych (mierniki), które mogą być użyte do budowy wag i systemów wagowych. Europejskie jednostki notyfikowane to NMI (Holandia), PTB (Niemcy), LNE (Francja), CMI (Czechy), GUM (Polska) itd.

KALIBRACJA

Kalibracja, termin historycznie utożsamiany z procesem adiustacji wagi (patrz adiustacja). Prawdopodobnie ma swoje źródło w angielskim słowie **Calibration**, które oznacza wzorcowanie czyli wyznaczanie odchyłek jakie posiada przyrząd pomiarowy. Zazwyczaj podczas wzorcowania wag elektronicznych nie wprowadza się korekt do czułości wagi, więc de facto nie reguluje się wskazań wagi.



Rysunek 19. Różnica między adiustacją (kalibracją) a wzorcowaniem

KILOGRAM

Dawniej to masa walca irydowo – platynowego o średnicy równej wysokości, który był przechowywany w Sèvres koło Paryża. Niestety z upływem lat rejestrowano istotną zmienność masy wzorca co skłoniło naukowców do opracowania nowej formuły opisującej masę 1 kg. Obecnie definicja 1 kg wykorzystuje stałą Plancka a technicznie jest realizowana za pomocą tzw. wagi Watta.

Kilogram definicja – jednostka masy, oznaczenie kg, jest zdefiniowana poprzez przyjęcie ustalonej wartości liczbowej stałej Plancka h , wynoszącej $6,626\ 070\ 15 \times 10^{-34}$, wyrażonej w jednostce Js, która jest równa $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$, przy czym metr i sekunda zdefiniowane są za pomocą c i $\Delta\nu_{\text{Cs}}$.

$$m = \frac{UI}{gv}$$

gdzie: U – napięcie; I – prąd; g – przyspieszenie ziemskie
 v – prędkość przemieszczania się cewki

KOMENTARZ

Celem odtworzenia jednostki miary 1 kg wykonywane są dwa eksperymenty, pierwszy z obciążeniem, gdy poprzez nieruchomą cewkę płynie prąd I . Siła elektrodynamiczna jaka występuje pomiędzy dwoma cewkami z nawiniętym drutem jest mierzona a następnie wykorzystywana do obliczenia natężenia prądu. Mierzony jest prąd płynący w cewkach jaki jest potrzebny do utrzymania wagi w położeniu równowagi, gdy waga jest obciążona masą. W ten sposób wzorec masy może być odwzorowany za pomocą siły pola magnetycznego.

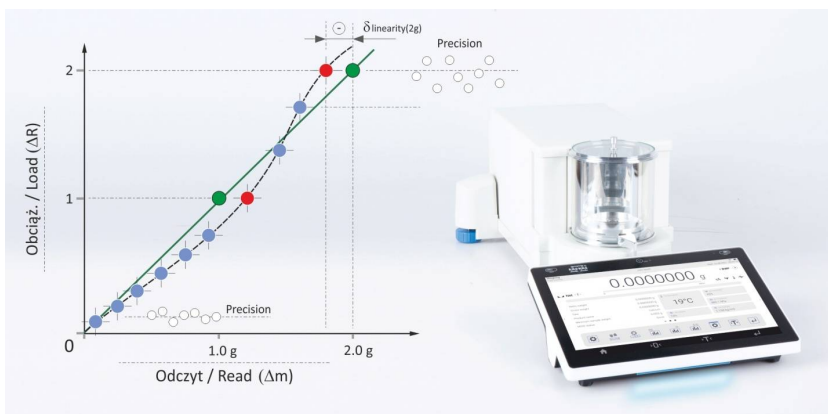
$$w = m \cdot g = B \cdot L \cdot I$$

Eksperyment dynamiczny, bez obciążenia - ta sama cewka porusza się w tym samym polu magnetycznym ze znaną prędkością v , przy czym prąd przez cewkę nie płynie. Gdy zwoj drutu cewki przemieszcza się z znaną prędkością v w polu magnetycznym w , to zgodnie z prawem indukcji elektromagnetycznej Faradaya, generowane jest napięcie U na końcach drutu.

$$U = B \cdot L \cdot v$$

LINIOWOŚĆ

Odchyłka rzeczywistej charakterystyki liniowości wagi od linii prostej która opisuje równanie wagi idealnej. W praktyce nie ma wag idealnych, dlatego charakterystyka wagi nigdy nie jest linią prostą. W procesie produkcji dąży się do uzyskania takiej charakterystyki.



Rysunek 20. Hipotetyczna krzywa liniowość mikrowagi

Komentarz

Błąd liniowości podawany w danych technicznych wagi jest największym odchyleniem jakie zarejestrowano dla całego zakresu pomiarowego. Liniowość wyznacza się certyfikowanymi wzorcami masy – tego parametru nie można określić próbką rzeczywistą. Istnieje kilka metod badania liniowości, które są możliwe do zastosowania w zależności od tego jaka jest rozdzielczość wagi.

MASA

Miara bezwładności, czyli tendencji ciała do pozostawania w stanie spoczynku lub ruchu o danej prędkości. Potocznie rozumiana jest jako ilość materii i energii zgromadzonej w obiekcie fizycznym - **ma wartość stałą** i nie jest zależna od miejsca położenia. Masa w procesie ważenia może wykazywać pewną zmienność w efekcie sorpcji wilgoci np. ważenie proszków. Gdy występuje zjawisko elektryczności statycznej masa ważonej próbki wykazuje rosnący lub malejący dryft wskazania → patrz dryft.



Rysunek 21. Komparator serii WAX – określanie masy odważnika

KOMENTARZ

Mimo powszechnego mniemania, masa nie jest wyrażeniem ilości materii, która według Międzynarodowego Układu Jednostek Miar jest wyznaczana w molach.

MASA MINIMALNA

Masa Minimalna Próbkki tzw. MSW – to wartość która wyznacza początek zakresu ważenia każdej wagi. Pomiar wykonany poniżej tego progu uważa się za niedokładny. Dla wyznaczenia MSW stosuje się zależność:

$$MSW = 2000 \cdot S$$

gdzie:

S – odchylenie standardowe z serii 10 pomiarów

Warunek opisujący MSW wynika bezpośrednio z wymagań USP 41 „Weighing on the analytical balances” oraz Ph. Eur. 1.2.7. gdzie podano warunek dla dokładności odważania małych mas.

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

KOMENTARZ

Najmniejsze możliwe odchylenie standardowe z serii pomiarów wynosi 0.41d, tak więc najmniejsza wartość dla MSW zależnie od działki elementarnej wagi (d) może wynieść:

- $d = 0.01 \text{ mg} \rightarrow MSW = 0.41 \cdot 0,01\text{mg} \cdot 2000 = 8,2 \text{ mg}$
- $d = 0.001 \text{ mg} \rightarrow MSW = 0.41 \cdot 0,001\text{mg} \cdot 2000 = 0,82 \text{ mg}$
- $d = 0.0001 \text{ mg} \rightarrow MSW = 0.41 \cdot 0,0001\text{mg} \cdot 2000 = 0,082 \text{ mg}$



Rysunek 22. Funkcja MSW w wagach serii 5Y

MODUŁ ŚRODOWISKOWY WAGI

Kontrola podstawowych parametrów środowiska (temperatura, wilgotność, ciśnienie, drgania podłoża) jest realizowana automatycznie poprzez czujniki wewnętrzne wagi. Ustalenie wartości granicznych oraz dynamiki zmian tych wielkości z jednoczesną wizualizacją to ergonomiczne i wydajne narzędzie pracy.



Rysunek 23. Waga XA 82/220.5Y z dodatkowym czujnikiem warunków środowiskowych

Możliwe jest podłączenie do menu wagi także czujników zewnętrznych, które informują o warunkach środowiskowych w laboratorium dokładnie w miejscu pracy.

MONITORING JAKOŚCI WAŻENIA

Zasada działania każdej wagi polega na mierzeniu siły z jaką Ziemia przyciąga ważony ładunek. Dodatkowe udary pochodzące od niewłaściwego umieszczania ładunku na szalce wagi mogą istotnie wpływać na dokładność pomiaru. Jest to szczególnie ważne przy odważaniu małych porcji substancji. Najnowsze rozwiązania oferowane w wagach serii 5Y monitorują dynamikę nakładania ładunków informując użytkownika o jakości tego procesu. Ikona w kolorze czerwonym informuje o tym że udar przy nakładaniu próbki był zbyt duży.



Rysunek 24. Automatyca ocena jakości procesu ważenia

KOMENTARZ

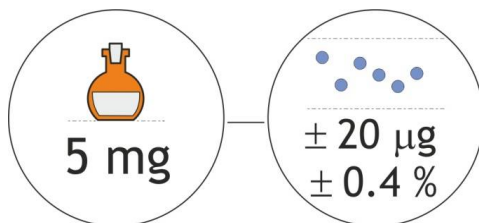
Sygnalizacja udaru nie jest jednoznaczna z wystąpieniem błędu pomiaru, ale jest informacją o konieczności zwiększenia umiejętności nakładania próbek na szalkę wagi lub zweryfikowania metody jaka jest stosowana w laboratorium, np. wprowadzenie automatyzacji

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

Niepewność pomiaru to nieujemny parametr charakteryzujący rozproszenie wartości wielkości, przyporządkowany do wielkości mierzonej obliczany na podstawie uzyskanej informacji*). Niepewność pomiaru typu A jest definiowana poprzez odchylenie standardowe z serii pomiarów i jest wykorzystywana dla oceny dokładności ważenia próbek o małych masach.

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

Niepewność typu B jest szacowana z uwzględnieniem wszystkich istotnych informacji dotyczących procesu pomiaru masy, takich jak błąd liniowości, błąd centryczności, błąd w punkcie pomiarowym itd. Każdy wynik pomiaru masy próbki powinien być podawany wraz z niepewnością jego wyznaczenia.



Rysunek 25. Niepewność pomiaru

*) - International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM), 3rd Edition.

OBCIĄŻENIE MINIMALNE

Według przepisów OIML R 76, obciążenie minimalne to wartość obciążenia poniżej którego wyniki ważenia mogą być obciążone nadmiernym błędem względnym. Zakres ważenia każdej wagi zawiera się od obciążenia Min do obciążenia Max. Według metrologii prawnej wartość masy minimalnej określona jest zależnością związaną z działką elementarną wagi, zależnie od klasy dokładności wagi:

- Min = 100d (klas dokładności I)
- Min = 50d lub 20d (klasa dokładności II)



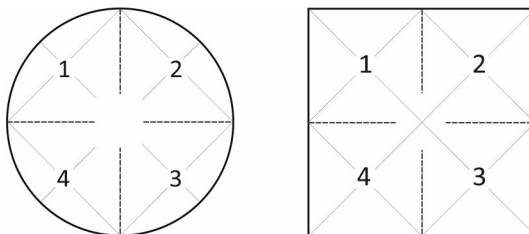
Rysunek 26. Obciążenie minimalne wag

KOMENTARZ

PN-EN 45501:2015 „Zagadnienia metrologiczne wag nieautomatycznych” jest normą opisującą wszystkie wymagania związane z konstrukcją, działaniem oraz oznaczaniem wag, które mogą być wykorzystywane w zakresie metrologii prawnej.

ODCHYLEKA CENTRYCZNOŚCI

Odchyłkę centryczności wg. OIML R76 wyznacza się stawiając wzorec o masie $\frac{1}{3}$ maksymalnego obciążenia wagi w środku każdego z 4 segmentów szalki wagi. Błąd ważenia wzorca masy powinien być mniejszy od maksymalnego błędów dopuszczalnych dla zastosowanego obciążenia.



Rysunek 27. Punkty kontrolne dla badania centryczności

Różnicowa odchyłka centryczności^{*)} to różnica jaka występuje między wskazaniami gdy wzorec jest stawiany poza środkiem szalki wagi a wskazaniem gdy ten sam wzorec jest ustawiony dokładnie w centralnym punkcie szalki.



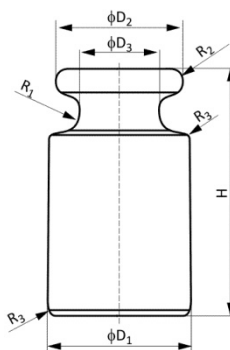
Rysunek 28. Test centryczności wagi XA 220.5Y

+*) I-CAL-GUI-018/v4.0/2015-10-01

ODWAŻNIK

Odważniki są to przyrządy pomiarowe, będące wzorcami miary. Ich specyfikację określają takie dokumenty jak OIML R111 „Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃. Part 1: Metrological and technical requirements”, ASTM E617-18 „Standard Specification for Laboratory Weights and Precision Mass Standards”.

OIML - Międzynarodowa Organizacja Metrologii Prawnej zdefiniowała wymagania metrologiczne dla odważników w obszarze obowiązkowej legalizacji na całym świecie. Wymagania są określone odnośnie klas dokładności, materiału, kształtu, identyfikacji, gęstości, magnetyzmu itd. Odważniki są stosowane w obszarze metrologii prawnej i jako przyrządy pomiarowe wymagają legalizacji ponownej.



Rysunek 29. Odważnik wg. OIML
wymiary gabarytowe

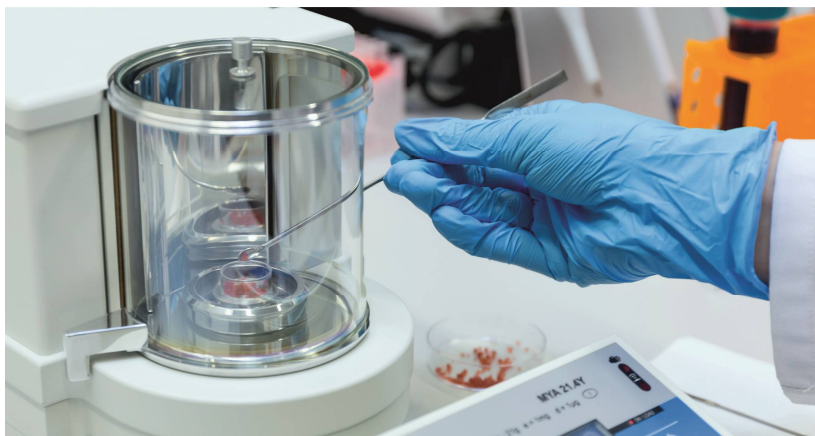
Praktycznie w ocenie działania wag wykorzystuje się wzorce masy, które posiadają wszystkie takie same cechy fizyczne jak odważniki. Wzorce masy mają określoną masę wraz z niepewnością jej wyznaczenia, nie podlegają metrologii prawnej.



Rysunek 30. Komplet wzorców masy

PERSONEL

Najlepsze efekty uzyskuje się wtedy gdy personel jest świadomy istotności wykonywanych działań znając jednocześnie możliwości pomiarowe oraz ograniczenia jakie wynikają z wykorzystywanej metody pomiarowej oraz urządzeń jakimi się posługuje. W przypadku pomiarów masy istotna jest technika ważenia oraz umiejętność prawidłowej oceny wyniku pomiaru. Wagi analityczne i mikrowagi produkcji Radwag umożliwiają pomiar masy próbek kilku miligramowych (mg) z dokładnością kilku mikrogramów (μg). Pozornie prosty proces może być zakłócany przez wiele czynników zewnętrznych.



Rysunek 31. Personel – dobra praktyka ważenia

Nabywanie odpowiednich zdolności w zakresie realizowania poprawnie pomiarów masy odbywa się tylko poprzez testy praktyczne, wiedza jest zupełnie czymś innym od umiejętności. Mając to na uwadze Radwag oferuje możliwość udziału w cyklicznych szkoleniach teoretycznych i praktycznych.

POBUDLIWOŚĆ WAGI

Zdolność wagi do reagowania na małe zmiany obciążenia. Próg pobudliwości stanowi wartość najmniejszego dodatkowego obciążenia, które łagodnie położone na nośni lub zdjęte z niej, powoduje zauważalną zmianę wskazania. Pobudliwość wagi może mieć istotne znaczenie podczas dozowania bardzo małych ilości substancji lub w procesach gdzie obserwuje się zmienność wskazań wagi gdy próbka jest ciągle umieszczona na jej nośni.



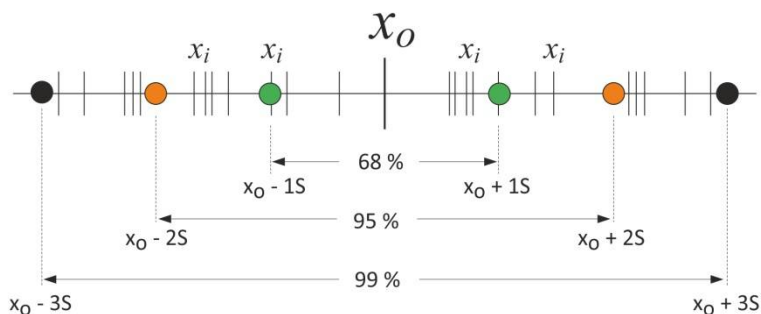
Rysunek 32. Dozowanie skalników podczas produkcji farb

KOMENTARZ

Za małą pobudliwość wagi może być przyczyną nadmiernych błędów względnych. Podczas typowych procesów ważenia, gdy masa próbki jest znaczna pobudliwość nie jest istotnym czynnikiem metrologicznym.

PRECYZJA POMIARU

Precyzja pomiaru to zbieżność, zachodząca pomiędzy wskazaniami lub wartościami wielkości zmierzonych otrzymanych na tym samym lub podobnych obiektach w określonych warunkach. Miarą precyzji pomiaru jest odchylenie standardowe S z serii pomiarów. Wykorzystując wartość S można stwierdzić z pewnym prawdopodobieństwem gdzie znajduje się wartość mierzona.



Rysunek 33. Precyzja pomiaru - reguła 3 sigm

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. Precyzja pomiaru jest zależna od

- warunków wykonywania testu (temperatura, wilgotność, drgania),
- wielkości i kształtu ważonego obiektu
- umiejętności ważenia (brak uderzeń),
- stabilności termicznej wagi oraz w niewielkim stopniu
- błędów centryczności

ROZDZIELCZOŚĆ WAGI

W przypadku wag elektronicznych rozdzielczość jest to różnica wskazań odpowiadająca zmianie o jednostkę najmniej znaczącej cyfry. Typowe rozdzielczości wag laboratoryjnych zawierają się w zakresie od 10^{-2} do 10^{-7} g.



Rysunek 34. Kontrola objętości pipet tłokowych

KOMENTARZ

Termin rozdzielczość nie powinien być utożsamiany z pojęciem dokładności wskazań wagi, która jest zależna od wielu czynników. Niektóre procesy wymagają zastosowania wagi o określonej rozdzielczości, np. kontrola objętości pipet tłokowych.

SIŁA WYPORU

Siła wyporu jest to siła działająca na ciało zanurzone w cieczy lub gazie w obecności siły ciężenia. Siła wyporu jest skierowana pionowo do góry, przeciwnie do siły grawitacyjnej. Wartość siły wyporu jest równa ciężarowi płynu wypartego przez to ciało, zgodnie z zależnością:

$$F_w = \rho \cdot g \cdot V$$

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

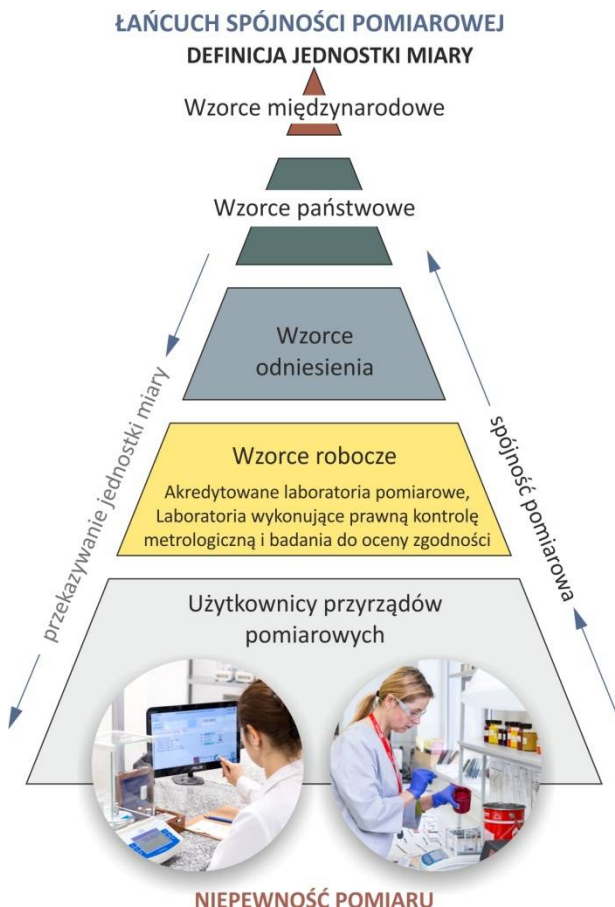
Konsekwencją występowania siły wyporu w pomiarach masy jest rozróżnienie masy umownej ciała (masa konwencjonalna) oraz masy fizycznej, która jest ilością materii jaką posiada dane ciało. Jeżeli masa fizyczna ciała jest znana to wartość masy umownej (konwencjonalnej) można wyliczyć zgodnie z wytycznymi OIML D 28 „Conventional value of the result of weighing in air” z poniżej zależności:

$$m_c = \frac{(1 - \rho_0)/\rho}{(1 - \rho_0)/\rho_c}$$

gdzie: m_c – masa umowna (konwencjonalna)
 ρ – gęstość ważonego ciała
 ρ_0 – gęstość powietrza
 ρ_c – referencyjna gęstość wzorca, 8000 kg/m³

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

Właściwość pomiaru lub wzorca jednostki miary polegająca na tym że można go (je) powiązać z odniesieniami, którymi na ogół są wzorce państwowe lub międzynarodowymi jednostkami miary, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.



Rysunek 35. Spójność pomiarowa w pomiarach masy

TERMOGRAWIMETRIA

Technika określania ubytku masy próbki występującego podczas jej kontrolowanego ogrzewania. Podczas tego procesu wyliczany jest ubytek masy próbki, zawartość masy suchej, wilgotność oraz kreślona jest krzywa suszenia. Termograwimetria jako proces fizyczny jest podstawą działania wagosuszarek, które wykorzystuje się do szybkich oznaczeń zawartości wody lub masy suchej różnych produktów.



Rysunek 36. Termograwimetria - wagosuszarka mikrofalowa PMV 50.5Y

KOMENTARZ

Badanie zawartości wody z wykorzystaniem wagosuszarek wymaga przeprowadzenia walidacji. Jest to niezbędny element dzięki któremu uzyskuje się pewność że zastosowana metoda jest dokładna i może być stosowana zamiennie z metodami referencyjnymi.

WAGA

Przyrząd pomiarowy służący do wyznaczania masy ciała przez wykorzystanie działania siły grawitacji na to ciało. Termin „masa” stosuje się w znaczeniu "umownej masy" lub "umownej wartości wyniku ważenia w powietrzu" według OIML R111 lub D28. Waga może być także stosowana do wyznaczania innych wielkości, ilości, parametrów lub właściwości zależnych od masy.



Rysunek 37. Waga nieautomatyczna PS 1000.X2 z wzorcami masy

Może pracować w trybie ręcznym (waga nieautomatyczna) lub automatycznym w linii produkcyjnej, wtedy jest wyposażona w dodatkowe urządzenia do oznakowania i selekcji kontrolowanych produktów.



Rysunek 38. Waga automatyczna z podajnikiem i układem sortującym

WAGOSUSZARKA

Urządzenie pomiarowe w którym realizowane są jednocześnie funkcja ważenia oraz ogrzewania próbki. Na podstawie ubytku masy wyznaczana jest zawartość wody lub masy suchej w badanym produkcie. Metoda wykorzystująca wagosuszarkę wymaga przeprowadzenia walidacji, czyli wykazania korelacji wyniku zawartości wody z wynikiem zawartości wody jakie uzyskiwany jest za pomocą uznanych (znormalizowanych) metod.



Rysunek 39. Wagosuszarka – pomiar zawartości wody

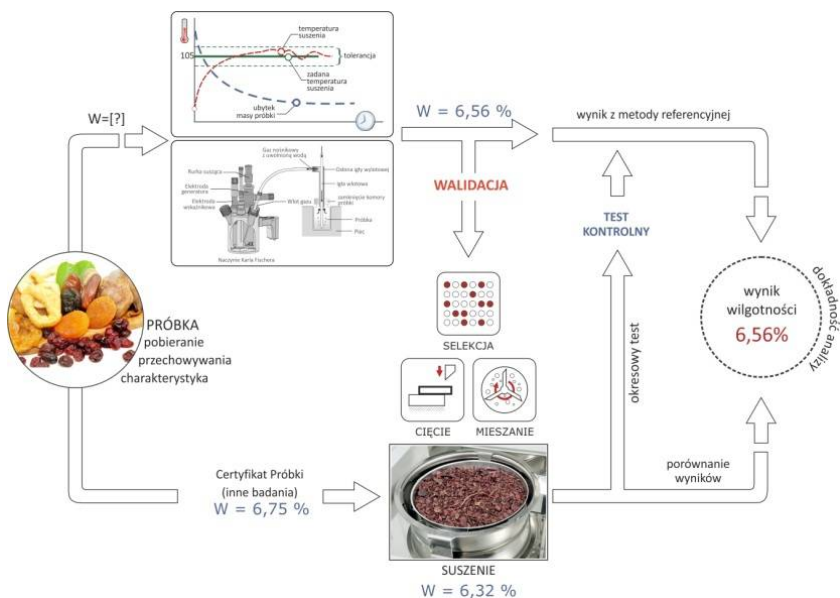
KOMENTARZ

Dokładność wskazań pomiarów masy zapewnia adiustacja wewnętrzną lub adiustacja zewnętrzna (wzorcem masy). Proces adiustacji dla badania zawartości wody nie jest obligatoryjny ponieważ zasada działania wagosuszarki polega na różnicowym pomiarze masy próbki (mokrej / suchej). Temperatura suszenia jest adiustowana fabrycznie i nie wymaga okresowej korekty.

WALIDACJA

Jest to działanie mające na celu potwierdzenie w sposób udokumentowany i zgodny z zasadami Dobrej Praktyki Wytwarzania, że procedury, procesy, urządzenia, materiały, czynności i systemy rzeczywiście prowadzą do zaplanowanych wyników. Dla wag walidacja obejmuje obiektywną kontrolę jej parametrów metrologicznych a wynik kontroli jest porównywany do limitów – wymagań użytkownika.

Dla procesów suszenia walidacja to optymalizacja parametrów suszenia mająca na celu osiągnięcie założonej precyzji i dokładności analizy. W tym procesie musi być znana wartość referencyjna wilgotności próbki.

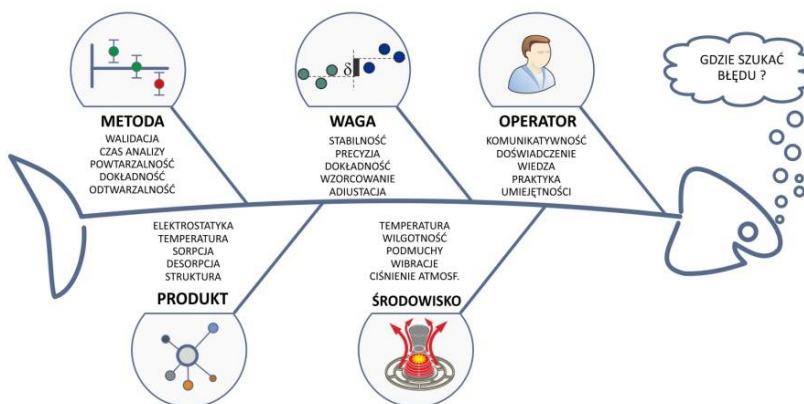


Rysunek 40. Walidacja dla pomiarów zawartości wody

WARUNKI PRACY WAGI

Dla wag elektronicznych o znacznej rozdzielczości istotna jest stabilność temperatury oraz wilgotności w środowisku pracy. Są to dwa kluczowe czynniki mające istotny wpływ na dokładność pomiaru masy. Istnieją poza tym inne obszary związane bezpośrednio i pośrednio ze środowiskiem pracy, które mogą wpływać negatywnie na jakość prowadzonego procesu.

Zależnie od typu badanej próbki można rozpatrywać wpływ takich czynników jak: drgania podłoża, sorpcja wilgoci przez strukturę próbki, występowanie niezrównoważonych ładunków statycznych, magnetyzm, nadmierny ruch powietrza, zmienność masy w efekcie desorpcji wilgoci itd.



Rysunek 41. Czynniki wpływające na proces pomiaru masy.

Istotne znaczenie dla dokładności ważenia ma zazwyczaj jeden czynnik związany z procesem pomiaru masy lub przygotowania próbki do analizy.

WILGOTNOŚĆ MATERIAŁU

Wilgotność względna materiału (próbki) jest to stosunek masy wody zawartej w materiale do masy materiału wilgotnego. Automatycznie określenie wilgotności względnej wymaga zastosowania wagosuszarki, która wyznacza masą próbki wilgotnej oraz masą próbki po jej wysuszeniu w określonej temperaturze.

$$w_{REL} = \frac{m_w - m_d}{m_w} \times 100 \%$$



Rysunek 42. Przygotowanie próbki do suszenia

Wilgotność bezwzględna to stosunek masy wody zawartej w materiale do masy materiału całkowicie suchego.

$$w_{ABS} = \frac{m_w - m_d}{m_d} \times 100 \%$$

KOMENTARZ

Podczas ogrzewania próbek za pomocą wagosuszarki ze struktury próbki usuwane są wszystkie składniki lotne. Wilgotność materiału jest więc sumą wszystkich składników które można usunąć w zadanej temperaturze suszenia.

WZORCOWANIE

Zbiór czynności ustalających relację między wartościami wielkości mierzonej wskazanymi przez wagę a odpowiednimi wartościami wielkości fizycznych, reprezentowanymi przez wzorzec miary. Cechy wzorcowania to błąd pomiaru, niepewność pomiaru oraz spójność pomiarowa.

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.		
		
<h1>CALIBRATION CERTIFICATE</h1>		
Date of issue: 17 June 2021	Certificate No: 6076/2252/21	Page: 1 / 2
OBJECT OF CALIBRATION	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	
APPLICANT	RADWAG Wagi Elektroniczne ul. Toruńska 5, 26-600 Radom	
USER		
PLACE OF CALIBRATION	RADWAG Wagi Elektroniczne Laboratorium Pomiarowe ul. Starowiejska 17A, 26-600 Radom	
CALIBRATION METHOD	Calibration Procedure: PW 01 rev. XIII of 28 February 2018	
ENVIRONMENTAL CONDITIONS	Air temperature:	(22,59 ÷ 22,94) ± 0,20 °C
	Relative humidity:	(54,3 ÷ 56,3) ± 1,1 %
DATE OF CALIBRATION	17 June 2021	
TRACEABILITY	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)	
CALIBRATION RESULTS	The results have been presented on page 2 of this certificate including uncertainty of measurement.	
UNCERTAINTY OF MEASUREMENT	Uncertainty of measurement has been evaluated in compliance with EA-4/02:2013 The expanded uncertainty assigned corresponds to a coverage probability of 95 % and the coverage factor $k = 2$.	
		
This certificate may be presented or copied as whole document only		

Rysunek 43. Przykład świadectwa wzorcowania

WZORZEC MASY

Wzorzec masy to przyrząd pomiarowy przeznaczony do zdefiniowania, zrealizowania, zachowania lub odtwarzania jednostki miary. Kształt wzorca masy może być dowolny, jednakże materiał wzorca musi gwarantować stałość jego masy w czasie, musi posiadać identyfikację, świadectwo wzorcowania wraz z informacją o zachowaniu spójności pomiarowej i oszacowanej niepewności pomiaru. Wzorce masy nie mogą być stosowane, jako odważniki w rozumieniu metrologii prawnej. Dla wzorców masy podstawową klasyfikacją jest niepewność pomiaru oszacowana podczas ich wzorcowania.



Rysunek 44. Badanie wzorców masy w cyklu automatycznym

KOMENTARZ

Okresowo wzorce masy powinny podlegać weryfikacji poprzez ponowne wzorcowanie celem ustalenia ich rzeczywistej masy względem wzorca odniesienia.

ZAKRES WAŻENIA

Przedział pomiędzy obciążeniem minimalnym (Min) i obciążeniem maksymalnym (Max) wagi. W praktyce próg ważenia małych mas może być większy gdyż decydują o tym wymagania związane z wymaganą dokładnością ważenia → patrz Masa Minimalna.

ZAOKRĄGLENIE WYNIKU WAŻENIA

Każda waga elektroniczna dokonuje pomiaru masy próbki ze znacznie większą rozdzielczością niż jest to prezentowane na wyświetlaczu wagi. Tym samym każdy wynik jest zaokrąglany do wartości działki elementarnej (d) wagi.



Rysunek 45. Waga serii XA – zaokrąglenie wyniku.

KOMENTARZ

Uzyskanie „dokładniejszego” pomiaru masy próbki wymaga zastosowania wagi z mniejszą wartością działki elementarnej. Musi przy tym być zachowana zasada że precyzja pomiaru wzrasta, gdy wartość działki elementarnej maleje.



RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE



www.radwag.com