



Pomiary w skali mikro

Sławomir Janas

POMIARY W SKALI MIKRO

Instalacja w miejscu użytkowania • Warunki stosowania

Najlepsza zdolność pomiarowa • Wpływ środowiska na wynik pomiaru

Optymalizacja jako proces zrównoważony • SOP - kontrola parametrów metrologicznych

Narzędzia diagnostyczne • Aplikacje wagowe • Zgodność z wymaganiami

© Copyright by RADWAG Wagi Elektroniczne

Radom 2014
Wydanie I

RADWAG Wagi Elektroniczne
26-600 Radom, ul. Bracka 28
NIP: 796-000-03-27

www.radwag.pl

Od autora

Współcześnie wielu 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 superprecyzyjny przetwornik pomiarowy, który jest efektem prac działów badawczo – rozwojowych.

Dość prosty manualnie proces ważenia jest zależny od wielu czynników, które mogą mieć dominujący wpływ na wynik ważenia. Wiedza o tych procesach i zależnościach, jakie pomiędzy nimi zachodzą nie jest powszechna, więc w tym dokumencie zawarto kilka wskazówek, które być może okażą się pomocne.

*Kierownik Laboratorium Badawczego
RADWAG Wagi Elektroniczne*

Sławomir Janas

SPIS TREŚCI

1. Wstęp	6
2. Instalacja w miejscu użytkowania	6
2.1. Stanowisko wagowe	7
2.2. Aklimatyzacja wagi	8
3. Warunki użytkowania	10
4. Dokładność pomiarowa	11
5. Wpływ środowiska na wynik pomiaru.....	15
5.1. Lokalizacja stanowiska wagowego	15
5.2. Personel.....	16
5.3. Temperatura w miejscu pracy.....	16
5.3.1. Czas nagrzewania własnego	17
5.3.2. Systemy regulacji temperatury	19
5.3.3. Dokładność wagi w zmiennych temperaturach	19
5.4. Wilgotność w procesie ważenia	20
5.4.1. Pomiary w warunkach zaburzonej wilgotności	21
5.4.2. Wpływ wilgotności na pomiar masy próbki	22
5.5. Ruch powietrza.....	23
5.6. Niezrównoważone ładunki elektrostatyczne	24
5.7. Wibracje i drgania podłoża.....	25
6. Optymalizacja jako proces zrównoważony	27
6.1. Optymalizacja – wpływ na własności metrologiczne	27
6.2. Optymalizacja dla szybkości	32
7. SOP - kontrola parametrów metrologicznych.....	33
7.1. Powtarzalność wskazań.....	33
7.2. Centryczność	34
7.3. Liniowość	35
8. Narzędzia diagnostyczne	37
8.1. Adiustacja	37
8.2. Autotest GLP.....	38
8.3. Autotest FILTR	40
8.4. Moduł środowiskowy wagi.....	42
9. Aplikacje wagowe	44
9.1. Pomiar masy filtrów	44
9.2. Pomiar netto małych wielkości	45
9.3. Kontrola i odmierzanie płynów	46
9.4. Ważenia porównawcze (komparacja)	47
9.5. Pomiar próbek o znacznych masach	48

10. Zgodność z wymaganiami.....	50
10.1. Metrologia prawna w praktyce	50
10.2. GMP - metrologia przemysłowa	51
10.3. Farmacja.....	51
10.4. Ochrona środowiska	52
11. Cechy użytkowe mikrowag.....	53
11.1. Szybkość.....	53
11.2. Praca bezdotykowa (touchless operation)	54
11.3. Praca bezprzewodowa (wireless work)	54
11.4. Bezpieczeństwo	55
11.5. Personalizacja	55
11.6. Wielofunkcyjne środowisko pracy	56
11.7. Wsparcie techniczne – moduł media.....	56

1. Wstęp

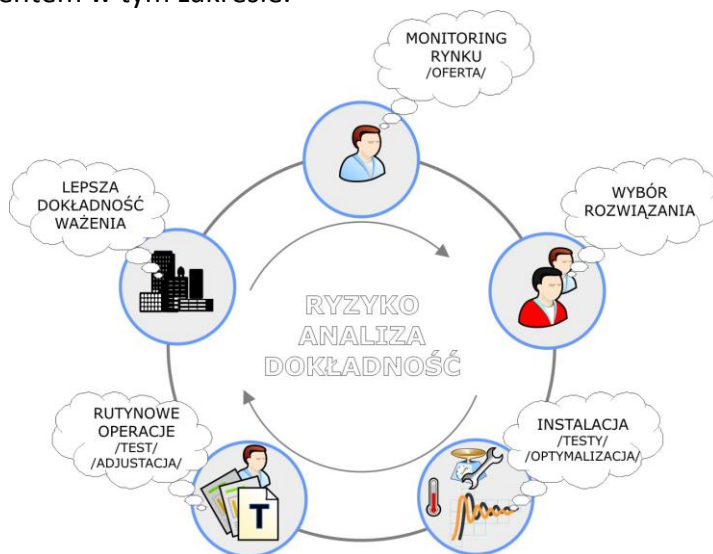
Pomiar z zasady nie jest dokładny ze względu na niedoskonałość stosowanych urządzeń pomiarowych oraz metod, jakimi się posługujemy. Dotyczy to również wag elektronicznych, niezależnie od ich konstrukcji czy oferowanej rozdzielczości.

Osiąganie 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 w przypadku pomiarów wykonywanych z większą rozdzielczością następuje czasami zderzenie oczekiwań użytkownika z rzeczywistą zdolnością pomiarową, jaka jest możliwa do osiągnięcia w konkretnych warunkach. Zrozumienie mechanizmów i procesów, jakie podczas tych pomiarów zachodzą, jest kluczem do budowania i analizowania takich systemów i metod wagowych, które będą spełniać nawet wygórowane wymagania.

2. Instalacja w miejscu użytkowania

Instalacja 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 w odniesieniu do 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 konieczność ze względu na błędy powtarzalności, liniowości wagi oraz te, który wynikają z zastosowanej metody.

Gdy takie wymagania nie są zdefiniowane, to zazwyczaj sprawdza się 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 wag, środowiska, modyfikacji metod – wszystko celem uzyskania jak najbardziej dokładnych wyników. Wzajemna wymiana informacji i wsparcie producenta jest podstawowym elementem w tym zakresie.

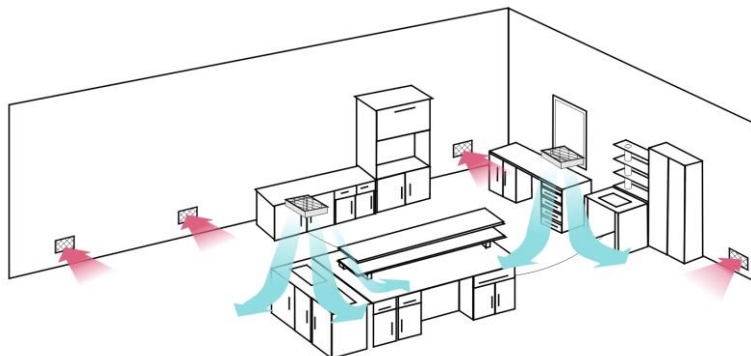


Rys. 1.

2.1. Stanowisko wagowe

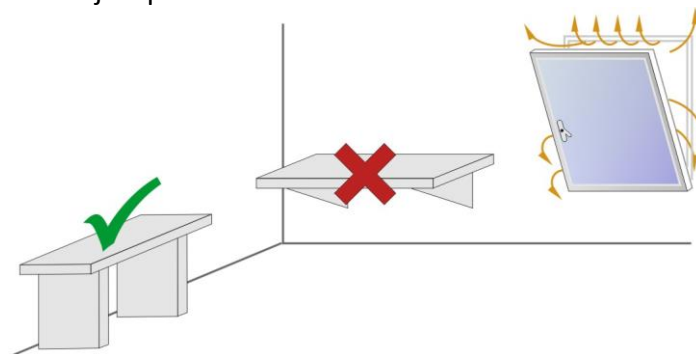
Lokalizacja stanowiska wagowego jest prawie zawsze wcześniej ustalona, rzadko instalator ma komfort zdecydowania i wybrania innego miejsca. Raczej dąży się do optymalizacji miejsca pracy poprzez zastosowanie osłon niż do przeniesienia wagi w inne miejsce. Decydując się na konkretną lokalizację dla wagi, 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.



Rys. 2. Laboratorium – system klimatyzacji

- 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.

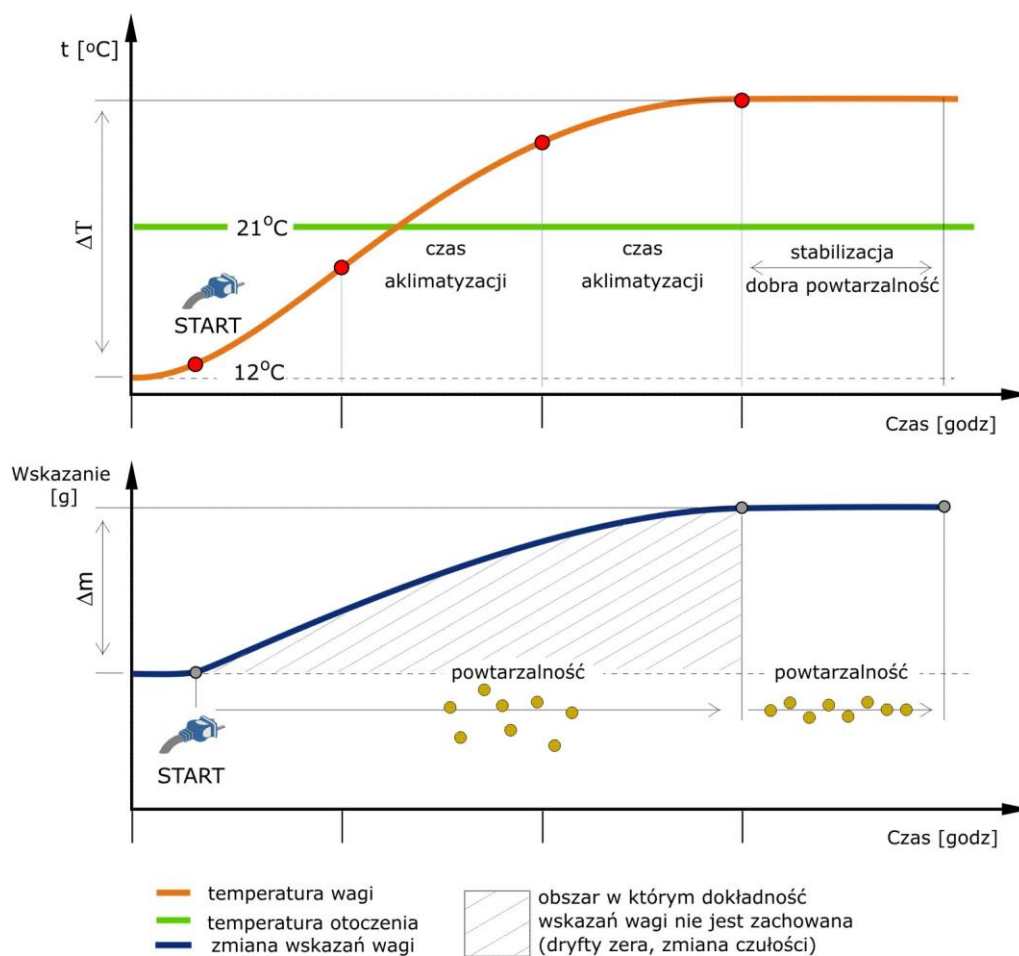


Rys. 3. Lokalizacja stanowiska wagowego

- Wielkość pomieszczenia powinna uwzględniać ilość osób oraz natężenia prac tam realizowanych.
- Najlepszym miejscem jest najniższa kondygnacja budynku

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, w jakim temperatura wagi osiągnie stan stabilny w danym miejscu pracy. Im większa różnica temperatur wagi względem temperatury otoczenia, tym ten czas dłuższy. W rzeczywistości wynosi on co najmniej kilka godzin, więc DOKŁADNE testy ważenia można wykonać następnego dnia. Schemat graficzny pokazuje zmiany temperatury wagi w kontekście powtarzalności wskazań wagi.



Rys. 4. Zmiany parametrów wagi w czasie aklimatyzacji

Poprawne działanie wagi wymaga stabilizacji termicznej całej konstrukcji. Osiąga się to w długim czasie, dla mikrowag nawet kilkanaście godzin. Oczywiście możliwe jest użytkowanie wag w czasie ich stabilizacji, ale wówczas ich parametry metrologiczne mogą być znacząco różne od tych, które deklaruje producent.

Po załączeniu wagi do sieci odbiorca zapewne będzie zainteresowany nie tylko wyglądem urządzenia, ale również jego pracą. Pierwsza ocena zazwyczaj dotyczy dwóch parametrów, a mianowicie:

- stabilności wskazania,
- skuteczności powrotu do zera.

W czasie aklimatyzacji obydwie te parametry mogą znajdować się poza akceptowalnymi granicami. Można oczekiwać pewnej niestabilności wskazania, którego wielkość będzie zależna od okresowych dryftów. Po zdjęciu obciążenia z szalki wagi jej wskazania nie zawsze będą równe zero. Obserwowane odchyłki nie są duże i wynoszą zazwyczaj kilka dziesiątek odczytowych wagi. 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).

Zakłada się, że w stabilnych warunkach proces aklimatyzacji powinien zakończyć się, gdy temperatura wagi będzie stabilna. A co otrzymamy, gdy warunki zewnętrzne są niestabilne, np. znaczna różnica temperatur pomiędzy dniem a nocą?

Zapewne temperatura wewnętrzna wagi będzie oscylować, wraz z temperaturą otoczenia, z pewnym opóźnieniem. Konstrukcja zewnętrzna mikrowagi izoluje jej moduł wagowy względem otoczenia, dlatego też nawet znaczne zmiany temperatury zewnętrznej mogą być nieistotne. Ze względu na możliwą różnorodność dynamiki tego zjawiska, oszacowanie jego wpływu na wynik pomiaru jest trudne. Z tego też względu zaleca się jednak utrzymywanie stabilnych warunków zewnętrznych.



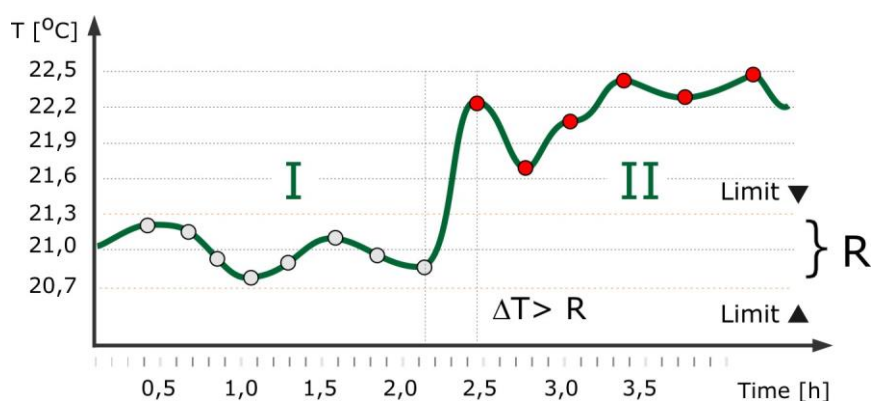
Rys. 5. Konstrukcja mikrowagi, osłona zewnętrzna (b) i wewnętrzna (a) modułu wagowego

3. Warunki użytkowania

Poprzez warunki stosowania należy rozumieć takie czynniki związane ze środowiskiem pracy:

- dynamika zmian temperatury,
- dynamika zmian wilgotności,
- szybkość i kierunek przemieszczania się powietrza,
- możliwość występowania wibracji,
- niezerównoważone ładunki elektrostatyczne w otoczeniu wagi i próbki.

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 wymagana. Stąd zapewne wpływa takie podejście do tej kwestii.



Rys. 6. Dynamika zmian temperatury (I – okres stabilności, II – okres zmian dynamicznych)

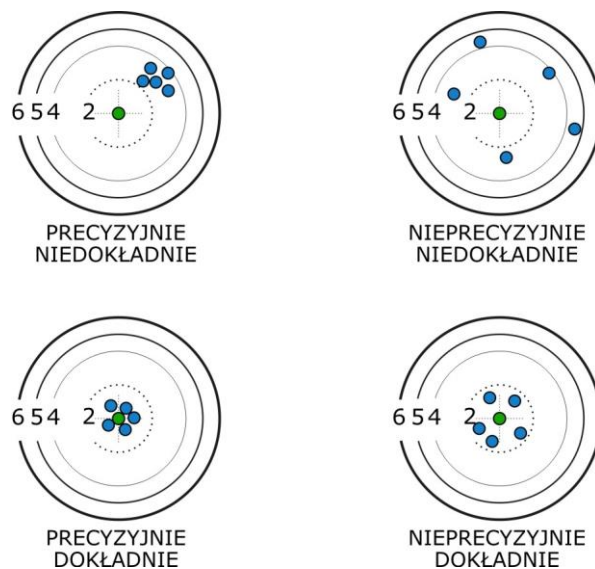
Zawsze dąży się do uzyskania takich warunków pracy, w jakich można osiągnąć najlepszą zdolność pomiarową. Ocena tego, jaki wpływ na wynik pomiaru ma dynamika zmian warunków środowiskowych, jest trudna. Najprostsze sprawdzenie wagi dotyczy głównie powtarzalności wskazań wagi poprzez wyznaczenie odchylenia standardowego z serii pomiarów. Mając ten wynik, można zastanawiać się, czy możliwe jest uzyskanie jeszcze mniejszej wartości. Warto tu zauważyć, że otrzymane odchylenie standardowe jest zmienną losową, więc kilka serii pomiarowych dałoby więcej informacji na temat tego parametru.

Z praktyki wiadomo, że idealizowanie miejsca pracy jest tylko teorią, a większość użytkowników może to zagadnienie postrzegać zupełnie inaczej.. 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. Dokładność pomiarowa

Pozornie prosty temat jest w rzeczywistości dość zawiły. Wynika to głównie z tego, że na dokładność pomiarową wagi składa się kilka czynników, o ile to zagadnienie rozumiemy jako „DOKŁADNY” i „PRECYZYJNY” pomiar.



Rys. 7. Dokładność i precyzja w metrologii

Określając masę próbki, przyjmuje się założenie, że otrzymany wynik ważenia próbki jest prawdziwy i 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 wzorec masy, którego masa znajduje się 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 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 $\frac{1}{2}Max \div Max$ wagi. Takie podejście nie uwzględnia wpływu liniowości – zakłada się, że jej wpływ jest marginalny.

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

Dla tych, którzy wykorzystują wagę w pełnym zakresie ważenia, pomocne mogą być dokumenty z Kontroli Jakości, choćby takie, jak dołącza do swoich produktów RADWAG.



ŚWIADECTWO KONTROLI

RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE

Bracka 28, 26-600 Radom, Polska
www.radwag.pl

Numer świadectwa

Data wydania

Informacje o produkcji

Model

Obciążenie maksymalne [Max]

Numer fabryczny

Działka elementarna [d]

Wersja programu

Działka legalizacyjna [e]

Kod produktu



Warunki podczas testu

Temperatura

Data testu

Wilgotność

Godzina

Ciśnienie

Nowy wzór dokumentu z kontroli wag

Ocena precyzji pomiaru jest dużo prostsza, ponieważ miarą tej wartości jest powtarzalność wskazań. Pomiar jest precyzyjny, gdy podczas testu osiągamy takie same wyniki lub niewiele różniące się względem siebie. Ten test standardowo 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, wyznaczając odchylenie standardowe z serii wg zależności.

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

gdzie: s – odchylenie standardowe

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 pomiary będą takie same. Wówczas odchylenie standardowe wyznaczamy z zależności:

$$Sd=0,41 d$$

d - wartość działki elementarnej wagi.

Precyzja pomiaru zależy od powtarzalności wskazań, a tym samym od:

- warunków, w jakich jest test wykonywany (dynamika zmian),
- zdolności operatora (wiedza, umiejętności, ważenie bez uderzeń),
- czasu trwania badania,
- używanego wyposażenia (nie zawsze pomiar jest wykonywany na szalce wagi, czasami poprzez podwieszenie ładunku).

Najlepszą dokładność pomiarową można zatem postrzegać:

- W kategoriach powtarzalności wskazań, zapewne wówczas, gdy nie interesuje nas „dokładna” masa próbki. Taki przypadek występuje podczas ważenia różnicowego – tu istotna jest różnica mas próbki (przed procesem oraz po jego zakończeniu).
- W innym przypadku, gdy należy odmierzyć zalecaną ilość próbki musimy mieć pomiar zarówno dokładny jak i precyzyjny.

Rozsądne jest zatem takie dobieranie wag do naszych procedur, żeby wymagania odnośnie dokładności ważenia były spełnione z pewnym zapasem. Uzyskuje się to poprzez ocenę parametrów technicznych, jakie zawierają karty produktów. Nawet przy takim podejściu rzeczywista dokładność pomiarowa wagi powinna być wyznaczana w miejscu pracy w takich warunkach, jakie tam występują.

4.1. Analiza dokładności pomiarowej wag

O dokładności pomiarowej wag decydują dwa parametry: powtarzalność wskazań oraz liniowość. Problem błędu centryczności można pominąć poprzez zastosowanie odpowiedniej metodyki testu – próbkę należy umieszczać zawsze na środku szalki. Zakłada się przy tym, że występujący błąd centryczności jest niewielki, rzędu kilku dziesiątek 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 adjustowana.

Waga półmikroanalitczna XA 52.3Y

- Obciążenie Maksymalne [Max] 52 g
- Dokładność odczytu [d] 0,01 mg
- Powtarzalność 0,01 mg
- Liniowość $\pm 0,03$ mg

Dla tej wagi masę próbki można wyznaczyć z dokładnością $\pm 0,03$ mg, ze względu na błąd liniowości, jakim charakteryzuje się waga. Tak więc, dla przykładowej próbki o masie 12,65446 wynik ważenia będzie zawierał się w przedziale:
 $12,65443 \text{ g} \div 12,65449 \text{ g}$.



Mikrowaga MYA 5.3Y

- Obciążenie maksymalne [Max] 5 g
- Dokładność odczytu [d] 1 μg
- Powtarzalność 1 μg
- Liniowość $\pm 5 \mu\text{g}$

Dla tej wagi masę próbki można wyznaczyć z dokładnością 10 μg , tzn. dla masy 12,654465 wynik ważenia będzie zawierał się w przedziale:
 $12,654460 \text{ g} \div 12,654470 \text{ g}$.



O dokładności wyznaczenia masy próbki w każdym przypadku decyduje liniowość wagi. Jest to ważna informacja dla tych, którzy muszą odmierzyć – wyznaczyć masę próbki dokładnie. Dla procesów, w których istotna jest zmiana masy, czyli takich w których ta sama próbka jest ważona wielokrotnie, ważniejszym parametrem jest powtarzalność wskazań. Odchylenia w dokładności pomiarów nie należy mylić z niepewnością wyznaczania tych wartości.

5. Wpływ środowiska na wynik pomiaru

Wielu użytkownikom mikrowagi wydaje się, że miejsce, w którym zamierzają ulokować swoje stanowisko wagowe jest optymalne lub w najgorszym razie wystarczające do jej użytkowania. Później, gdy podczas eksploatacji zaczyna dostrzegać problemy z ważeniem próbki, jako pierwsza przychodzi do głowy myśl, że posiadana waga działa niepoprawnie i być może jest uszkodzona. Ocena źródła błędów może być dla użytkownika trudna, głównie ze względu na to, że problem może dotyczyć:

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

Poprzez obserwację zjawiska oraz analizę procesu ważenia czy typu próbki, 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 mikrowagi, 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 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.).

Te zależności zawsze podlegają weryfikacji w czasie instalacji mikrowagi. Dopiero wówczas można ocenić, czy wielkość pomieszczenia ma znaczący wpływ na wyniki pomiarów, czy też nie. Warto przed instalacją zgromadzić jak najwięcej informacji o miejscu użytkowania wagi. Na ich podstawie należy przygotować kilka wskazówek dla użytkownika w zakresie obsługi oraz wyposażenia dodatkowego (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 różni się od obsługi innych wag. Zasadniczą różnicę zawiera konstrukcja mikrowagi, wprawdzie zakres ważenia (Max) jest mały, ale także bardzo mała jest wartość działki elementarnej ($d=1 \mu\text{g}$ lub $0,1 \mu\text{g}$). W związku z tym, wszelkie udary, jakie wywieramy na szalkę wagi, mogą być przyczyną powstawania błędów w pomiarach masy – technika ważenia jest ważnym elementem. Nabywanie odpowiednich zdolności w tym zakresie odbywa się tylko poprzez testy praktyczne, wiedza teoretyczna jest zupełnie czymś innym od rzeczywistych umiejętności. Przydatna jest też świadomość tego, jak inne czynniki związane ze środowiskiem czy 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. Drugi obszar związany jest z konstrukcją wagi, a dokładniej – z jej temperaturą wewnętrzną. Jej stabilność jest zależna oczywiście od zmian, jakie zachodzą w całym Laboratorium.



Rys. 8. Wykres zmian temperatury w cyklu dobowym, widoczny wzrost temperatury od godziny 6:00 jest spowodowany obecnością personelu

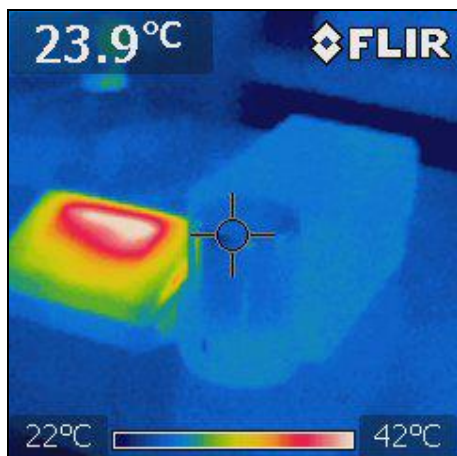
Optymalne rozwiązanie jest takie, w którym temperatura pomieszczenia wagowego (niezależnie od jego wielkości) jest stała. Pojęcie stabilizacji należy tu raczej rozumieć jako pewne niewielkie oscylacje temperatury wokół wartości ustalonej. Tu nasuwa się dość istotne pytanie o wielkość tych oscylacji. Próbuując udzielić na nie 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.

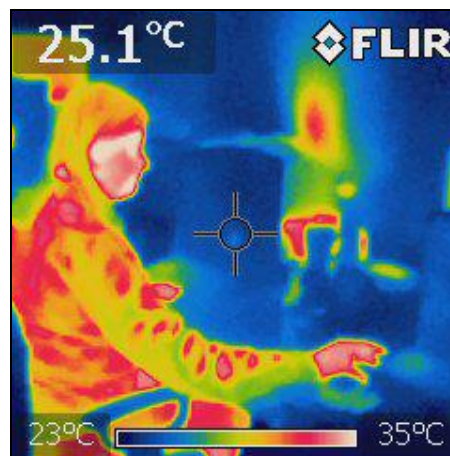
Mając na uwadze powyższe informacje, należy stwierdzić, że dynamika zmian temperatury powietrza w Laboratorium w wielkości $1 \div 2^{\circ}\text{C} / \text{godzinę}$ nie ma wpływu na pomiar masy.

5.3.1. Czas nagrzewania własnego

Stabilność temperaturowa mikrowagi jest efektem działania nie tylko temperatury zewnętrznej, ale również nagrzewania własnego. 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, ten wymóg nie dotyczy drugiej części, co pokazują zdjęcia termowizyjne.



Rys. 9. Widok mikrowagi



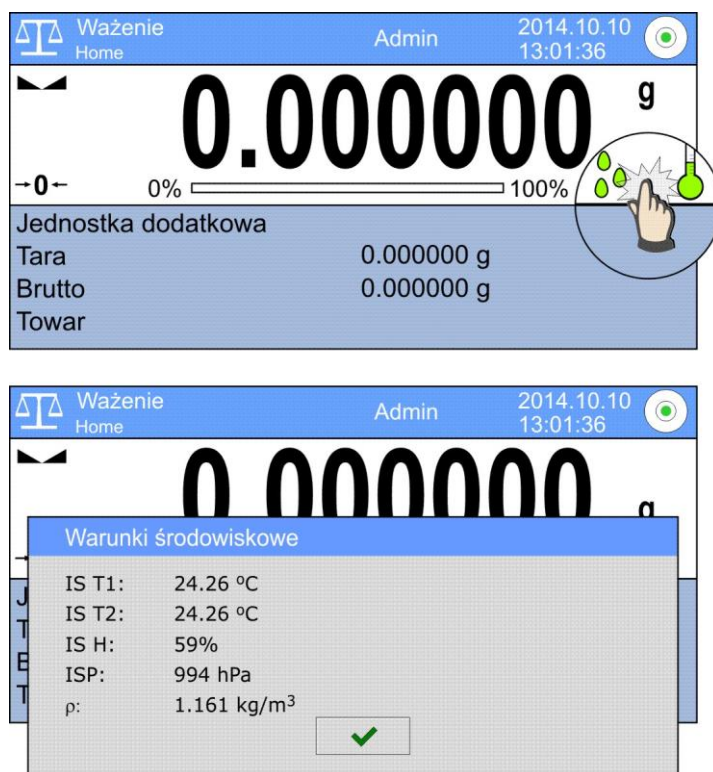
Rys. 10. Operator podczas kontroli wag

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 osiągnąć 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 chcemy mieć pewność, że urządzenie jest całkowicie stabilne, należy załączyć wagę do sieci i wykonać testy następnego dnia (przy założeniu, że temperatura w Laboratorium jest stabilna).
2. Można odczekać 3 – 4 godziny i zacząć korzystać z mikrowagi, wówczas częściej należy korzystać z przycisku zerowania, adjustacja automatyczna będzie się wykonywać częściej. W tym okresie czasu powtarzalność wskazań może odbiegać od tego, co zawiera deklaracja producenta.

KOMENTARZ

Do obserwacji tego, czy waga osiągnęła już stabilną temperaturę, można wykorzystać moduł warunków środowiskowych, w jaki wyposażone są mikrowagi serii .3Y. Po naciśnięciu ikony warunków środowiskowych pokazuje on bieżącą temperaturę, wilgotność, ciśnienie atmosferyczne oraz gęstość powietrza.



Rys. 11. Moduł środowiskowy mikrowagi

Poprzez kolorystykę ikon następuje sygnalizacja tego, czy:

- nie przekroczono wartości maksymalnej,
- dynamika zmian temperatury lub wilgotności nie jest większa niż wartość progowa.

H < 85 % T < 35°C	H > 85 % T < 35°C	H < 85 % T > 35°C	H > 85 % T > 35°C
$\Delta H < 10\%/godz.$ $\Delta T < 5^\circ C/godz.$	$\Delta H > 10\%/godz.$ $\Delta T < 5^\circ C/godz.$	$\Delta H < 10\%/godz.$ $\Delta T > 5^\circ C/godz.$	$\Delta H > 10\%/godz.$ $\Delta T > 5^\circ C/godz.$

Rys. 12. Kolorystyka ikon modułu środowiskowego

O czasie stabilizacji termicznej decyduje różnica temperatur, jaka występuje pomiędzy wagą a pomieszczeniem wagowym. Im większa – tym dłuższy czas potrzebny do stabilizacji.

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 wykorzystuje się zazwyczaj najprostsze rozwiązania w zakresie klimatyzacji. Niestety, prawie zawsze generują one znaczny ruch powietrza, który czasami uniemożliwia wykonanie poprawnego pomiaru. Wówczas należy zastosować dodatkową osłonę mikrowagi – stanowi ona bufor, ograniczający ruch powietrza w pobliżu komory ważenia. Takie rozwiązania są powszechnie stosowane nie tylko w przypadku mikrowag. To, co w niektórych przypadkach można zrobić, to przenieść stanowisko wagowe w inne miejsce – takie, w którym zakłócenia spowodowane ruchem powietrza są najmniejsze.

KOMENTARZ

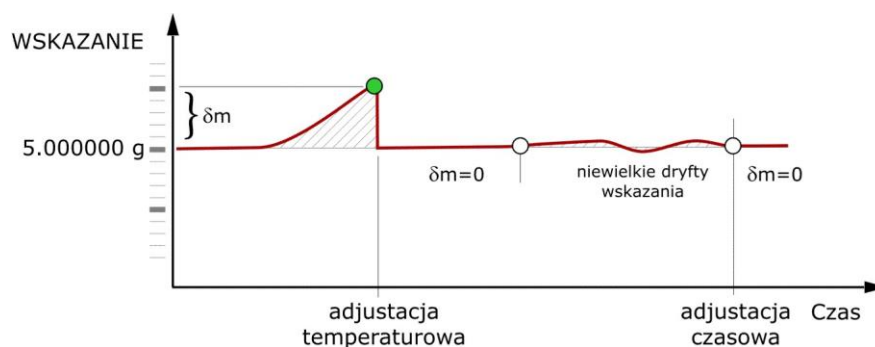
1. Stabilność temperaturową można osiągnąć również poprzez naturalną cyrkulację powietrza w pomieszczeniu. Dążymy do stabilnej temperatury otoczenia na dowolnym poziomie w zakresie temperatur $20^{\circ}\text{C} \div 35^{\circ}\text{C}$.

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. 13), odpowiednią dokładność uzyskuje się po wykonaniu adjustacji wagi. Pomiedzy adjustacjami 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 adjustacja automatyczna (kolor zielony).



Rys. 13. Korekcja dokładności wskazań poprzez adjustację automatyczną

KOMENTARZ

1. 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 adjustację, która eliminuje ten błąd. To rozwiązanie jest standardem we wszystkich wagach laboratoryjnych RADWAG.
2. Użytkowanie wagi w zmiennych temperaturach wymaga nieco innego podejścia do metodyki pomiarów masy. Adjustacja powinna być wykonywana częściej, najlepiej przed rozpoczęciem pomiarów.

5.4. Wilgotność w procesie ważenia

Ilość wilgoci, jaka znajduje się w Laboratorium, można regulować poprzez zastosowanie nawilżaczy powietrza oraz osuszaczy. O ile nawilżanie nawet znacznych objętości jest dość szybkie i proste, to osuszanie jest znacznie wolniejszym procesem. Łatwiej wygenerować pewną ilość wilgoci niż przefiltrować całą objętość powietrza celem jej usunięcia. 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 w kwestii warunków pracy: wilgotność od 40 % ÷ 85 % (warunki niekondensujące).

Dla wag o dużych rozdzielczościach, mikrowag, ultra-mikrowag zaleca się utrzymywanie wilgotności 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.

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.



Rys. 14. MYA 5.3Y/F - Filtr celulozowy o średnicy 90 mm

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

Wariant odpowiedzi zależy od tego:

- jaka waga jest użytkowana ?
- jakie próbki są ważone ?
- jak dokładnie wyznaczona masa próbki jest potrzebna?

Jeżeli użytkowane są 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

1. 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. Efektami negatywnymi, jakie możemy obserwować w wyniku dynamicznych zmian wilgotności, są:
 - 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 bowiem stabilnego wyniku, a wynik ważenia wykazuje dryft. Określenie masy próbki jest niemożliwe. W celu określenia źródła takiej niestabilności należy na szalce wagi postawić obiekt o stałej masie, np. wzorzec masy. Gdy wynik jest stabilny, to z pewnością niestabilność pomiaru jest efektem procesów zachodzących w próbce.

Główne zalecenia:

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

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

a. Różnicowy pomiar masy filtrów celulozowych, pomiar zapylenia.

ZALECENIA:

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

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

ZALECENIA:

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

c. Ważenie suchych proszków w warunkach wysokiej wilgotności.

ZALECENIA:

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

d. Określenie masy próbki typu tektura, pochłanianie wilgoci.

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

ZALECENIA:

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

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 konstrukcje wagi, np. szyby antystatyczne; tak, jak w przypadku mikrowag serii MYA.

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,
- zmiany miejsca lokalizacji stanowiska wagowego.



Rys. 15. Mikrowaga z osłoną przeciwpodmuchową

W pomiarach 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 każdej 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 nasuwa się pytanie, jak można je rozpoznać?

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



Rys. 16. Niezrównoważone ładunki elektrostatyczne

Działania kontrolne powinny przebiegać w poniższej kolejności:

- a. Wykonać ważenie kontrolne dla wzorca masy:
 - jeżeli wynik jest stabilny, to problem dotyczy próbki,
 - jeżeli wynik jest niestabilny, to problem dotyczy wagi.

- b. Wykonać 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, należy umieścić 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-02).

- d. Pewnym rozwiązaniem problemu może być ważenie próbki w opakowaniu, instalowanie szyb antystatycznych (jak w mikrowagach MYA), ponieważ oddziaływanie elektrostatyczne dotyczy obszaru: powierzchnia próbki – powierzchnia elementu stałego wagi.

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 cechuje podobna budowa. Z jednej strony jest szalka, na której umieszcza się ładunek, a po drugiej stronie jest cewka, zawieszona w polu magnetycznym. Oczywiście, zadaniem cewki jest kompensacja siły ciężenia, jakiej podlega ładunek. Konsekwencją takiej budowy jest podatność układu pomiarowego na wstrząsy i wibracje. Nie jest 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?

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



Rys. 17. Konstrukcje stołów antywibracyjnych

- d. Przy geologicznych wibracjach podłoża, stanowiska wagowe zlokalizowane w górnych częściach budynku są w niekorzystnej sytuacji. Tam drgania są znacznie większe.
- e. W skrajnych przypadkach jedynym rozwiązaniem jest optymalizacja elektroniczna modułu wagowego. Typowa waga ma 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 dysponuje opracowaną automatyczną metodą badań tego, jaka jest zależność parametrów metrologicznych wagi w rzeczywistych warunkach pracy tzw. Autotest Serwisowy.

6. Optymalizacja jako proces zrównoważony

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

6.1. Optymalizacja – wpływ na własności metrologiczne

Ustawienia, jakimi cechuje się waga są odpowiednie dla pomiarów wykonywanych w stabilnych warunkach zewnętrznych. Są to warunki, w których temperatura charakteryzuje się niewielką oscylacją 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 wagi.

Jaki jest zatem zakres regulacji ?

Istnieją dwa poziomy zawierające elementy regulacyjne. Pierwszy to menu fabryczne, drugi to menu użytkownika. Specyfikację zawartości menu fabrycznego można znaleźć w instrukcji serwisowej, więc nie będzie ono tu omawiane. Menu użytkownika zawiera trzy elementy, których zmiana wpływa na proces ważenia. Ich krótki opis znajduje się poniżej:

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.

Ścieżka dostępu w strukturze programu mikrowagi : SETUP/PROFIL/HOME/ODCZYT/

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.

Ścieżka dostępu w strukturze programu mikrowagi SETUP/PROFIL/HOME/ODCZYT/

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.

Ścieżka dostępu w strukturze programu mikrowagi: SETUP/PROFIL/HOME/ODCZYT/

Poniżej kilka wskazówek dla typowych sytuacji.

a. **Próbka jest ważona, wskazanie wagi oscyluje wokół wyniku stabilnego.**

KOMENTARZ

Oscylacja wyniku czyli zmiana na plus i minus względem wartości ustalonej może być efektem źle dobranych ustawień wagi. Gdy odchylenia są nieznaczne (kilka dziesiątek 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.

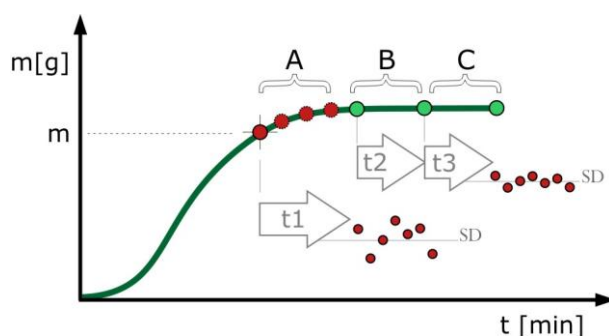
DZIAŁANIA

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

- b. **Próbka jest ważona, wynik stabilny zmienia się rosnąco o kilka jednostek z jednego stanu do drugiego.**

KOMENTARZ

Osiągnięcie pośrednich wyników stabilnych jest efektem niewłaściwie dobranych parametrów dla zatwierdzenia wyniku. 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.



Rys. 18. Stabilność wyniku w czasie

(A – wyniki niestabilne, duży rozrzut wskazań, B-C – wynik stabilny, mały rozrzut wskazań)

DZIAŁANIA

Zmień wartość zatwierdzenia wyniku o jeden poziom:

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

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. **Próbka jest ważona, wynik zmienia się ciągle w jednym kierunku.**

 **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, większość tworzyw sztucznych, 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 będą występować wskazania rosnące lub malejące.



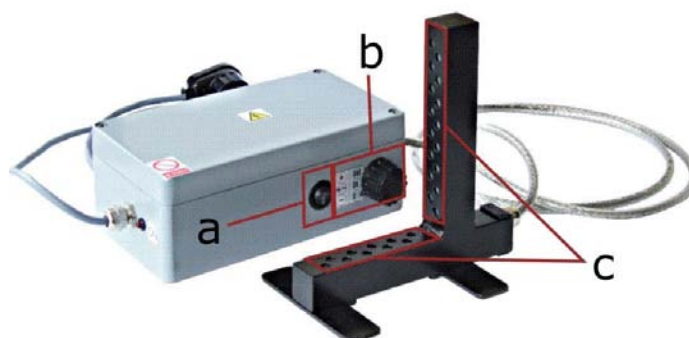
Rys. 19. *Próbki higroskopijne*

DZIAŁANIA

Zmiana parametrów pracy wagi w tym przypadku jest nieskuteczna.

Dla próbek higroskopijnych możliwe są dwa 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. Doświadczalnie dobiera się wielkość jonizacji oraz metodykę pomiaru. Skutecznym narzędziem jest Jonizator DJ-02 lub DJ-03.



Rys. 20. *Jonizator ładunków elektrostatycznych*

- a – wybór rodzaju ładunków (plus, minus, mieszane)
- b – ilość generowanych jonów (mała, średnia, duża)
- c – pola generujące ładunki

d. Rozrzut wskazań podczas ważenia tej samej próbki jest znaczny.

 **KOMENTARZ**

Przed podjęciem działań należy pamiętać, że powtarzalność wskazań znacząco 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).

DZIAŁANIA

Powinny być adekwatne do obserwacji. Jeżeli wynik „dopływa” kilka działek elementarnych, czyli wykazuje zmienność przy wyświetlonym znaku stabilności, należy zmienić wartość zatwierdzenia wyniku o jeden poziom:

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

Należy sprawdzić, jaka jest wartość dla parametru Środowisko – zalecane ustawienie ŚRODOWISKO NIESTABILNE. W przypadku wątpliwości, należy wykonać pomiary, wykorzystując wzorzec masy.

e. Po zdjęciu obciążenia wskazanie wagi nie wraca do zera.

 **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.

DZIAŁANIA

Próbki należy zdejmować z szalki, nie powodując udarów, przy ręcznym zamykaniu szafki wagi delikatnie przesuwać szyby komory ważenia, sprawdzić opcję zatwierdzenie wyniku – aktywna wartość SZYBKO może powodować wyświetlanie chwilowych wyników stabilnych.

6.2. Optymalizacja dla szybkości

Korekcja parametrów wagi może być realizowana w celu zwiększenia szybkości ważenia. Prawdziwe jest tu stwierdzenie, że zwiększając szybkość ważenia pogarsza się parametry metrologiczne, takie jak powtarzalność wskazań.

a. Metoda 1 – korekta parametrów.

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.

b. Metoda 2 – ograniczenie rozdzielczości.

Rozdzielczość każdej wagi wylicza się jako iloraz maksymalnego obciążenia oraz działki elementarnej. Dla przykładowej mikrowagi mamy więc rozdzielczość:

$$R = \text{Max}/d = 5 \text{ g} / 0,000001 \text{ g} = 5\,000\,000$$

Dla takiej rozdzielczości optymalizowane są wszystkie ustawienia wagi, dotyczące również szybkości ważenia. W menu każdej wagi jest dostępna opcja umożliwiająca elektroniczne ograniczenie rozdzielczości poprzez WYGASZENIE OSTATNIEJ CYFRY.

Dostępne są opcje, Ostatnia cyfra:

- zawsze,
- kiedy wynik stabilny,
- nigdy.

Po wybraniu opcji Ostatnia cyfra – nigdy, rozdzielczość wagi jest ograniczona do 500 000 działek. Automatycznie zmieniają kryteria dotyczące szybkości pomiaru.

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. Pomiędzy okresami wzorcowania parametry wagi powinny być kontrolowane w takim zakresie, w jakim jest to wymagane.

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.

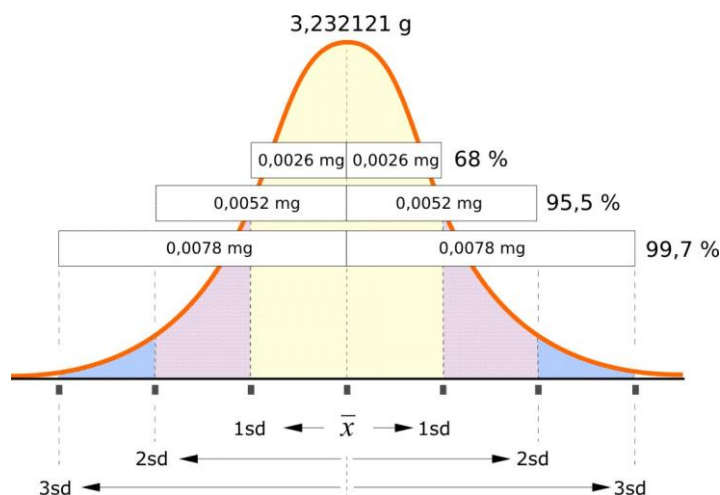
INTERPRETACJA ODCHYLENIA STANDARDOWEGO

Pomiar nigdy nie jest dokładny, możemy tylko z pewnym prawdopodobieństwem stwierdzić, gdzie znajduje się mierzona wartość. Wyznaczając wartość średnią z serii pomiarów, a następnie odchylenie standardowe, można stwierdzić, że mierzona wartość znajduje się w przedziale:

$$-3 \cdot sd \leq \bar{x} \leq +3 \cdot sd \text{ z prawdopodobieństwem } 99,7 \%$$

$$-2 \cdot sd \leq \bar{x} \leq +2 \cdot sd \text{ z prawdopodobieństwem } 95,5 \%$$

$$-1 \cdot sd \leq \bar{x} \leq +1 \cdot sd \text{ z prawdopodobieństwem } 68 \%$$

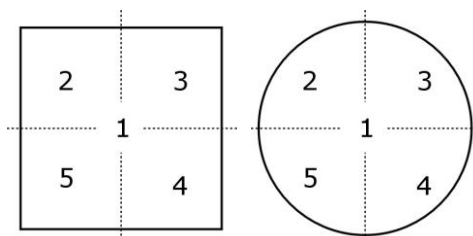


Rys. 21. Interpretacja odchylenia standardowego

Tym samym, im mniejsza wartość sd , tym bardziej precyzyjny pomiar (lepsze skupienie wyników wokół średniej). O tym, czy ten pomiar jest dokładny, decyduje odchyłka, jaką wykazuje waga podczas ważenia wzorca.

7.2. Centryczność

Centryczność zazwyczaj bada się masą równą około 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.



Rys. 22. Widok szalki – miejsca kontrolne dla centryczności
(EN 45501 wymaga testu w punktach 2-5, a EURAMET w punktach 1-5)

Różnicowy błąd centryczności – jest odchyleniem, jakie zachodzi pomiędzy wynikiem ważenia wzorca kolejno w punktach 2-5 a wynikiem, jaki uzyskuje się, ważąc ten sam wzorzec w pozycji środkowej 1. Reguła dla punktu nr 2 przedstawia się tak, jak poniżej:

$$E_{\text{ECC-2}} = I_2 - I_1$$

Określenie odchyłek w centryczności odbywa się zazwyczaj podczas walidacji mikrowagi. Ich wartości nie powinny być większe niż kilka działek elementarnych wagi. Centryczność ma wartość stałą, więc nie ma potrzeby zbyt częstego jej testowania. W niektórych przypadkach wynik tego testu nie ma żadnego znaczenia, np. gdy próbka ma bardzo małą masę (pomiarów różnicowe filtrów).

KOMENTARZ

Sprawdzanie centryczności wg EN 45010 (prawna kontrola metrologiczna) jest w zasadzie mało logiczne ze względu na MPE, jaki wynika z tych zaleceń. Wynosi on 0,5 działki legalizacyjnej e , której najmniejsza wartość jest równa 1 mg. Tak więc graniczny błąd dopuszczalny wynosi 0,000500 g. Test może być tylko formalnym potwierdzeniem zgodności z tymi wymaganiami.

Adjustacja przed testem nie jest wymagana, jeżeli dotyczy różnicowego błędu centryczności.

Formalnie test należy wykonać wzorcem, przy czym zaleca się stosować masy zwarte. Lepiej zastosować jeden wzorzec o nominale nieco większym niż wartość 1/3 Max. obciążenia niż kilka wzorców. Przykład:

Max = 5 g

1/3 Max = 1,6 g (wymagane wzorce: 1 g, 500 mg, 100 mg)

Wzorzec testowy = 2 g

Max 21 g

1/3 Max = 7 g (wymagane wzorce: 5 g, 2 g)

Wzorzec testowy = 10 g

7.3. Liniowość

Ten parametr określa, jaka jest różnica pomiędzy wynikiem ważenia a wartością odniesienia, 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 wymagają „dokładnych” wzorców masy, to podczas badania liniowości odchyłki wzorców oraz ich niepewność powinny być jak najmniejsze (klasa OIML).

W przypadku mikrowag i ultramikrowag 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.

METODA

- 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 adjustować. Następnie postawić na szalce wagi wzorzec (m_{REF}) o znanej masie i wykonać odczyt. Zdejmujemy wzorzec i stawiamy pierwszy odważnik balastowy (m_{t1}). Po stabilizacji tarujemy wskazanie, stawiamy ponownie wzorzec masy (m_{REF}) i wykonujemy odczyt dla masy wzorcowej. Zdejmujemy wzorzec (m_{REF}) i dokładamy na szalkę wagi drugi odważnik balastowy (m_{t2}), tarujemy wskazanie wagi. Następnie stawiamy ponownie wzorzec masy (m_{REF}) i wykonujemy odczyt. Taki cykl powtarzamy w całym zakresie pomiarowym wagi.



Rys. 23. Liniowość wagi- metoda badania
1 punkt liniowości

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



Rys. 24. Liniowość wagi- metoda badania
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 niezalecana. Niewątpliwą zaletą tej metody jest to, że nie wymaga stosowania zestawu bardzo dokładnych wzorców masy (ekonomia). 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 (mniejszy zakres, mniejszy interwał) do wykorzystywanego zakresu.
- 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 przy uruchomieniu wagi. Jest to zazwyczaj walidacja 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. Aby wyspecyfikować tylko odchyłkę liniowości, należy znać lub wyznaczyć precyzję wagi w danym punkcie pomiarowym (wyliczyć sd), a następnie uwzględnić je przy analizie liniowości wagi. Pomiar należy wykonać tuż po adiustacji wagi, dzięki czemu wyeliminujemy wszelkie odchylenia związane ze zmianami jej czułości.

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.

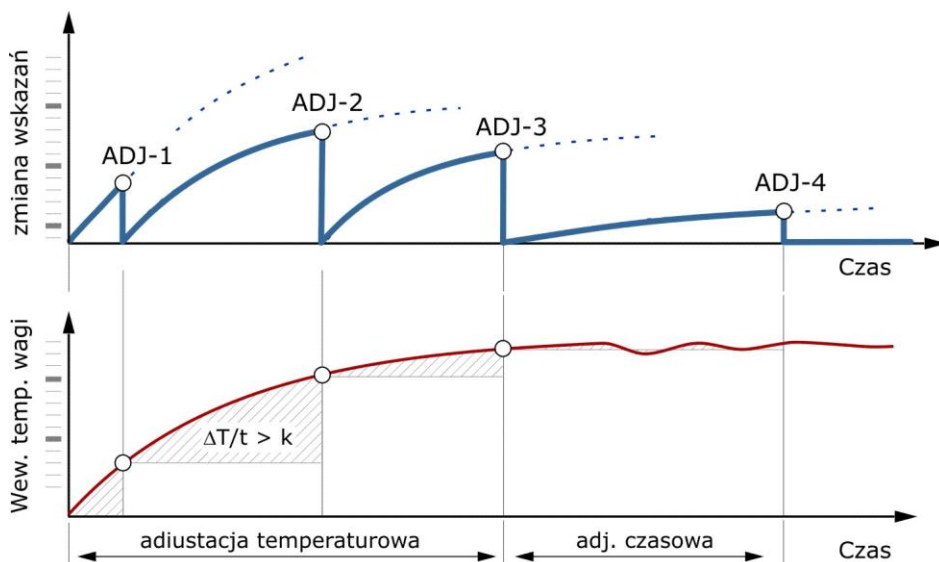
8. Narzędzia diagnostyczne

Diagnostyka to nic innego jak okresowe sprawdzanie wagi celem określenia cechujących ją błędów. 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) ma 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 mikrowagi) 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 i ultramikrowadze produkcji RADWAG. Poniżej pokazano zasadę działania adjustacji w momencie załączenia wagi do sieci.

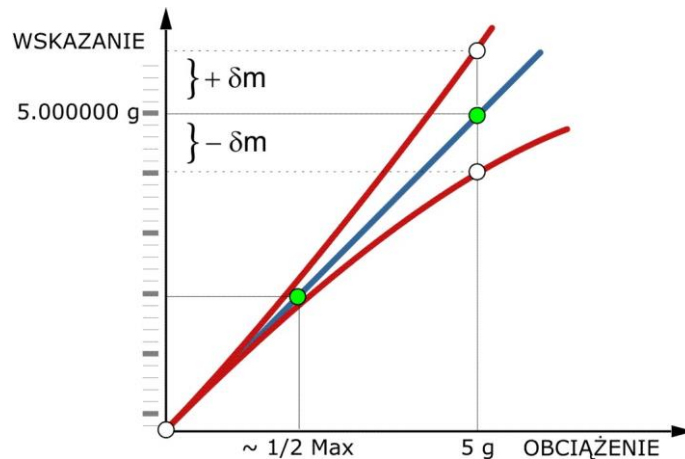


Rys. 25. Zasada działania adjustacji

Widoczne na górnym wykresie zmiany wskazań wagi są efektem jej nagrzewania własnego. Zmiany temperatury pokazuje linia czerwona. Zmiany dokładności wskazań wagi są okresowo korygowane, początkowo przez adjustację temperaturową, a następnie przez adjustację czasową. Korekta wykonywana jest automatycznie, zapewniając poprawność wskazań tuż po zakończeniu adjustacji.

Przy założeniu, że temperatura zewnętrzna jest stabilna, to kolejne adjustacje będą się odbywać tylko zgodnie z zaprogramowanym interwałem czasowym. Należy pamiętać, że w każdym momencie proces adjustacji można wykonać ręcznie (przyciskiem).

Metodyka procesu pomiaru masy próbki powinna zapewniać z jak największym prawdopodobieństwem, że waga będzie wskazywać poprawnie. Ponieważ zazwyczaj nie jest znana dokładność wagi pomiędzy adjustacjami czasowymi, przed pomiarami należy wykonać adjustację przyciskiem. Jest to jednoznaczne z wyznaczeniem poprawnej czułości wagi. Pokazuje to rysunek poniżej.



Rys. 26. Korekcja czułości dla mikrowagi o obciążeniu Max 5 g

Z wykresu jednoznacznie wynika, że ewentualny problem zmian czułości 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. Na wielkość zmian czułości wpływ ma dynamika zmian środowiska oraz konstrukcja mikrowagi. W specyfikacjach technicznych podaje się stabilność czułości, z uwzględnieniem zmian temperatury, zazwyczaj jako $1 \text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$.

KOMENTARZ

Śledzenie zmian czułości w czasie, w rzeczywistych warunkach pracy jest możliwe, lecz wymaga dużej ilości testów. Nie zawsze jest uzasadnione ekonomicznie.

8.2. Autotest GLP

Bez wątplenia 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 adjustacyjna, 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.

```
----- Autotest GLP: Report -----
Balance type           MYA 3Y
Balance ID             0
Operator               Admin
Application revision   L1.4.15 K
Date                   2014.09.30
Time                   13:42:13
-----
Number of measurements 10
Balance weighing interval 0.000001 g
Internal weight mass   17.673852 g
Filter                 Slow
Value release          Fast and reliable
Temperature: Start     23.99 °C
Temperature: Stop      23.96 °C
Humidity: Start        58 %
Humidity: Stop         58 %
-----
Deviation for Max      0.000004 g
Repeatability          0.0000017 g
```

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. Nasuwa się 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 – przykład mikrowagi MYA 11.3Y

- obciążenie do 0,2 g sd=1,5 µg
- obciążenie do 0,2 g do 5 g sd=2,0 µg
- obciążenie do 5 g do 11 g sd=2,5 µg

Jak widać, zwiększenie obciążenia do wartości 11 g powoduje zwiększenie powtarzalności wskazań tylko o 1 µg.

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 bardziej zawodna) oraz właściwości próbki.

Jednym z elementów procedury GLP jest adjustacja. Po jej wykonaniu możliwe jest wyliczenie odchyłki w dokładności dla masy maksymalnej. Analiza tego parametru powinna uwzględniać to, że tzw. błąd dokładności zawiera w sobie również odchylenie będące efektem powtarzalności wskazań.

Ścieżka dostępu w strukturze programu mikrowagi: SETUP/INNE/Autotest GLP

8.3. Autotest FILTR

Optymalny dobór zakresu filtrów oraz Zatwierdzenia wyniku może być procesem dość trudnym. Niektóre aplikacje wagowe wymagają dokładności, a inne szybkości. Co zatem ustawić i jak to ocenić? Pomocą w tych przypadkach jest Autotest FILTR. Nowa ergonomiczna aplikacja dostępna jest w każdej wadze laboratoryjnej produkcji RADWAG.

Zasada działania tej aplikacji polega na wyznaczeniu odchylenia standardowego oraz czasu ważenia dla wszystkich kombinacji ustawień Filtr/Zatwierdzenie wyniku. Po zakończeniu procedury waga pokazuje wyniki, można wówczas wybrać i zastosować to ustawienie, które daje optymalny wynik:

- najkrótszy czas ważenia,
- najlepsza powtarzalność.

----- Autotest Filtr: Raport -----

Typ wagi	MYA 3Y
ID wagi	876570
Użytkownik	Service
Wersja aplikacji	L1.4.15 K
Data	2014.09.30
Czas	15:04:57

Działka wagi	0.000001 g
Masa odważnika wewnętrznego	17.673852 g
Temperatura: Start	24.27 °C
Temperatura: Stop	24.39 °C
Wilgotność: Start	63 %
Wilgotność: Stop	64 %

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.



Rys. 27. Autotest FILTR - wyniki

----- Autotest Filtr: Raport -----

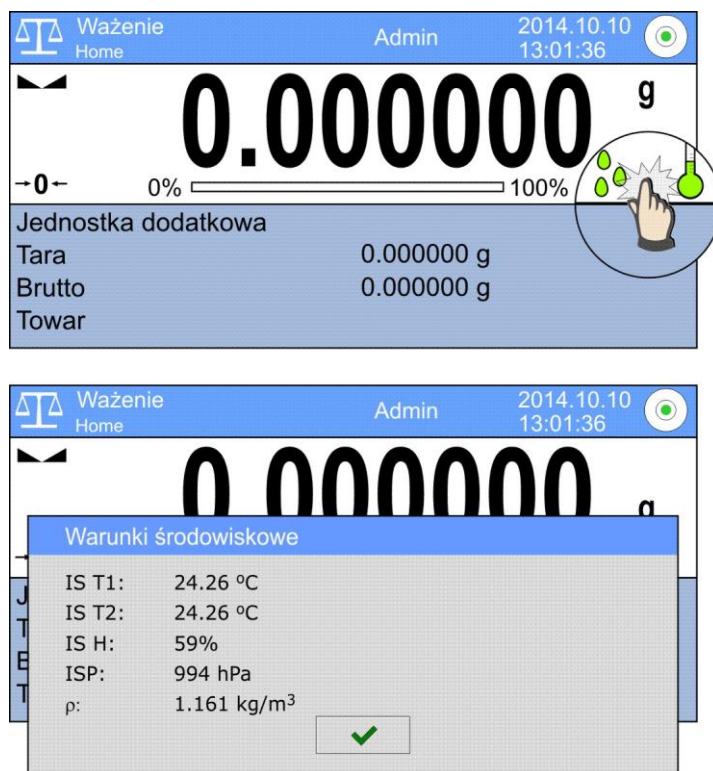
Filtr	Bardzo szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.0000023 g
Czas stabilizacji	8.851 s
Filtr	Bardzo szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.0000027 g
Czas stabilizacji	9.309 s
Filtr	Bardzo szybki
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.0000074 g
Czas stabilizacji	10.588 s
Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.0000024 g
Czas stabilizacji	10.049 s
Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.0000046 g
Czas stabilizacji	10.795 s
Filtr	Szybki
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.0000038 g
Czas stabilizacji	12.074 s
Filtr	Średni
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.0000056 g
Czas stabilizacji	9.922 s
Filtr	Średni
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.0000028 g
Czas stabilizacji	10.663 s

Filtr	Średni
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.0000019 g
Czas stabilizacji	13.233 s
Filtr	Wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.0000033 g
Czas stabilizacji	9.974 s
Filtr	Wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.0000016 g
Czas stabilizacji	11.096 s
Filtr	Wolny
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.0000052 g
Czas stabilizacji	13.253 s
Filtr	Bardzo wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko
Powtarzalność	0.0000034 g
Czas stabilizacji	10.067 s
Filtr	Bardzo wolny
Zatwierdzenie wyniku	Szybko i dokładnie
Powtarzalność	0.0000029 g
Czas stabilizacji	10.896 s
Filtr	Bardzo wolny
Zatwierdzenie wyniku	Dokładnie
Powtarzalność	0.0000066 g
Czas stabilizacji	13.818 s
Podpis	

Ścieżka dostępu w strukturze programu mikrowagi: SETUP/INNE/Autotest FILTR

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.



Rys. 28. Moduł środowiskowy mikrowagi

Mikrowaga wyposażona jest w 2 wewnętrzne czujniki temperatury (T1, T2), czujnik wilgotności oraz ciśnienia atmosferycznego. Kolorystyka ikon wilgotności oraz temperatury sygnalizuje, który z parametrów:

- przekroczył wartość graniczną lub
- dynamika jego zmian jest za duża.

Możliwe są poniższe kombinacje.

H < 85 % T < 35°C	H > 85 % T < 35°C	H < 85 % T > 35°C	H > 85 % T > 35°C
$\Delta H < 10\%/godz.$ $\Delta T < 5^\circ C/godz.$	$\Delta H > 10\%/godz.$ $\Delta T < 5^\circ C/godz.$	$\Delta H < 10\%/godz.$ $\Delta T > 5^\circ C/godz.$	$\Delta H > 10\%/godz.$ $\Delta T > 5^\circ C/godz.$

Te same wartości mogą być rejestrowane za pomocą czujników zewnętrznych. Czujnik jest instalowany na 1,5 m kablu – pomiar dotyczy więc obszaru stanowiska pracy, a nie parametrów panujących wewnątrz wagi.



Rys. 29. Mikrowaga z zewnętrznym czujnikiem THB

Poprawność wskazań wszystkich czujników może być potwierdzona poprzez świadectwo wzorcowania (Laboratorium Akredytowane).

9. Aplikacje wagowe

Waga jako urządzenie uniwersalne może by 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 rozpoczęciem jakichkolwiek działań warto zadać sobie pytanie: jaka jest wymagana dokładność pomiaru?

Poniżej wymieniono 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. Pomiar dotyczy zatem dolnego zakresu pomiarowego wagi. Jest to druga ważna informacja. Wielkość typowego filtra może być zróżnicowana od ϕ 20 mm do ϕ 100 mm, a nawet do 210 x 254 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 i próbką, o których informowano wcześniej.

b. Stabilność próbki

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 to 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 stosowanie filtrów 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-03 produkcji RADWAG. Widok tego urządzenia wraz z wagą pokazuje zdjęcie. Próbkę jest jonizowana przed położeniem na szalce wagi.



Rys. 30. Mikrowaga serii /F (do ważenie filtrów) z jonizatorem

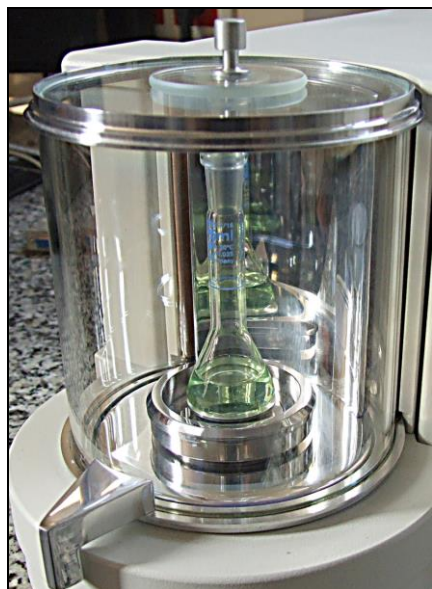
9.2. Pomiar netto małych wielkości

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. Po pierwsze stabilność wskazania. Jej brak może być efektem wpływu np. wilgoci na masę próbki lub nieprawidłowego działania wagi.
- b. Po drugie stabilność wagi w stanie nieobciążonym.
W większości wag występuje wskaźnik zera, który jest pokazywany wówczas, gdy odchylenie od zera jest nie większe niż 0,25e. Wprawdzie obserwator widzi na wyświetlaczu stan 0.000000 g, ale rzeczywista wartość, jaką ma waga, może zmieniać się w niewielkim zakresie. Dla takich wag możliwe jest wyłączenie tzw. autozera, przez co widoczne są wszelkie, nawet niewielkie, zmiany wskazania. Ścieżka dostępu do tej funkcji: SETUP/PROFILE/HOME/ODCZYT/AUTOZERO lub krótsza ścieżka z pominięciem przycisku Setup: SZARE POLE/PROFIL/ODCZYT/AUTOZERO
- c. Po trzecie, przy stabilnych warunkach pracy, dokładność pomiaru będzie zależna od powtarzalności wskazań. Tu można mówić o pewnej optymalizacji ustawień wagi, czyli takim doborze parametrów, przy którym uzyskuje się najlepszą powtarzalność wskazań.

9.3. Kontrola i odmierzanie płynów

Procedura ważenia płynów powinna uwzględniać kilka zagadnień dotyczących ważonego medium, jak 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.



Rys. 31. Ważenie cieczy z wykorzystaniem naczynia o zwężającym się wlocie, ograniczenie parowania cieczy w trakcie ważenia



Rys. 32. Ważenie cieczy z wykorzystaniem tzw. pułapki parowej, aplikacja dla sprawdzania pipet tłokowych metodą wagową

Zdjęcie nr 1 – MYA 11.3,

Zastosowane naczynie powinno uwzględniać ilość cieczy, jaka będzie ważona, kształt naczynia powinien ograniczać proces parowania cieczy. Proces ważenia składa się z tarowania oraz napełniania kolby. Czas pomiaru cieczy jest dość krótki, ok. 6 sek.

Zdjęcie 2 – MYA 21.3Y.P,

W tym rozwiązaniu zastosowano tzw. pułapkę parową, dzięki której minimalizuje się proces parowania wody destylowanej. Jest to jeden z parametrów, który znacząco wpływa na dokładność wyznaczania objętości pipety tłokowej. Do naczynia dozuje się kolejne porcje cieczy wydalanej z pipety, tarując wagę po każdym cyklu.

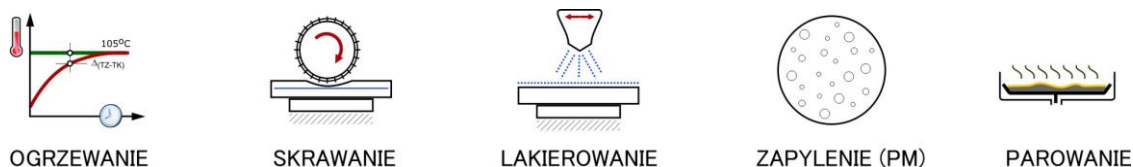
W procesach ważenia cieczy czasami wykorzystuje się funkcję dozowania do pewnej wartości z założoną tolerancją lub doważania, czyli odmierzenia pewnej ilości, która powinna zmieścić się pomiędzy progami. Bardzo powolny wzrost masy próbki może wymagać zastosowania innego układu filtrowania sygnału pomiarowego. 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 nic innego, jak 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:

- powinno się ono odbywać w krótkim czasie,
- powinno się kontrolować czułość wagi, gdy odstępy pomiędzy ważeniami są dłuższe,
- powinno się zwracać uwagę na stabilność próbki (aklimatyzacja).

Różnorodność procesów, jakim może być poddawana próbka: ogrzewanie, ścieranie, napylanie warstw, stapianie, sorpcja, spalanie, spoielenie itp. wymaga zastosowania odpowiedniej metodyki.



Rys. 33. Procesy technologiczne w procesach komparacji

KOMPARACJA WZORCÓW MASY

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 w kwestii dokładności, komparatory wymagają odpowiednich warunków pracy (dynamika zmian w czasie).

Przykład raportu z komparacji – komparator UYA 3Y.KO

----- Komparator -----

Użytkownik Radwag
Data rozpoczęcia 2014.07.03 15:15:13
Data zakończenia 2014.07.03 15:23:47

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.

Praca komparatorów w połączeniu z oprogramowaniem kontroli procesu wzorcowania przynosi większą wydajność, wiarygodnie wyniki pomiarów, kompleksową dokumentację wzorcowania, a także niższe koszty pracy.

9.5. Pomiar próbek o znacznych masach

Zdefiniowanie poprzez wskazanie konkretnej wartości tego, czym jest znaczna ilość, będzie zapewne dość zróżnicowane. Lepszym rozwiązaniem jest odniesienie się do zakresu pomiarowego wagi. Znaczną masą może być taka, która zawiera się w przedziale od $\frac{3}{4}$ obciążenia ÷ 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 takimi obiektami, jakie są wykorzystywane w czasie ważenia.

c. Liniowość wagi

Teoretycznie charakterystyka wagi jest zależnością liniową obciążenia, jakie stawiamy, 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. Bardziej szczegółową informację uzyskuje się podczas wzorcowania. W tym przypadku istotne znaczenie ma również klasa wzorców, jakimi się posługujemy.

d. Oddziaływanie środowiska pracy

Większa masa prawie zawsze wiąże się ze zwiększoną objętością. Tak jest nawet podczas odmierzenia 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 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 występują na powierzchni.

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 wagi.

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.

10.1. Metrologia prawna w praktyce

Wymagania prawne, jakie wynikają z przepisów, zaleceń OIML oraz grup roboczych WELMEC, są powszechne, głównie dzięki temu, że organizacja ta ma zasięg globalny. Metody oraz procedury, jakie promuje, są więc znane dla większości użytkowników, którzy wykorzystują je podczas swoich testów. Konsekwencją metod i pomiarów jest konieczność zdefiniowania wartości granicznych (MPE) dla wykonanych pomiarów. Wartości progowe odnoszą się zawsze do działki legalizacyjnej e , uwzględniając stosowane obciążenie m . Przykład dla wag klasy dokładności I:

MPE	Obciążenie
▪ 0,5 e	$0 e \leq m \leq 50\,000 e$
▪ 1 e	$50\,000 e < m \leq 200\,000 e$
▪ 1,5e	$200\,000 e < m$

Stwierdzenie, że waga spełnia wymagania prawne jest jednoznaczne z tym, że jej błędy pomiaru podczas kontroli nie były większe niż wartości graniczne. Bardzo ogólne stwierdzenie, które w zasadzie niewiele wnosi do oceny dokładności jakiegokolwiek systemu pomiarowego. Mając na uwadze, że najmniejsza możliwa działka legalizacyjna wynosi 1 mg, a działki odczytowe wag oraz wartości graniczne MPE mają wartości jak niżej:

▪ $d=0,1$ mg	MPE = 5 d
▪ $d=0,01$ mg	MPE = 50 d
▪ $d=0,001$ mg	MPE = 500 d (mikrowaga)
▪ $d=0,0001$ mg	MPE = 5 000 d (ultra-mikrowaga)

to stwierdzenie, że odchylenie wskazania wagi nie jest większe niż MPE jest mało znaczącą informacją. Z tego też powodu większość użytkowników, którzy muszą użytkować wagi zgodnie z wymaganiami prawnymi, wykonuje procedurę wzorcowania. Wówczas dopiero mają wiedzę, jakie błędy cechują wagę. Można zatem powiedzieć, że wymagania metrologii prawnej nie mają zastosowania dla wag o znacznych rozdzielczościach. Wykorzystuje się natomiast metodykę testów, jakie zawiera metrologia prawna.

10.2. GMP - metrologia przemysłowa

W zakresie metodyki metrologia przemysłowa wykorzystuje te schematy, jakimi posługuje się metrologia prawna. Istotna różnica względem metrologii prawnej polega na zdefiniowaniu wymaganej dokładności pomiaru, a następnie na sprawdzeniu, czy to wymaganie jest spełnione. Widoczne są tu dwa problemy.

Pierwszy – z określeniem tego, jak dokładnie pomiar ma być wykonany, czyli jaka może być największa odchyłka względem wartości rzeczywistej. Warto przypomnieć, że ten parametr w pewnych przypadkach można wyznaczyć tylko poprzez badanie wzorcem masy. Test dotyczący centryczności lub powtarzalności można wykonać praktycznie dowolnym obiektem, którego masa jest stała w czasie.

Drugi problem dotyczy metodyki testów, czyli opracowania takiego zestawu, który:

- jest adekwatny do zakresu wykonywanych ważeń, czyli zawiera tylko te testy, które są konieczne. Na tę kwestię zwracają uwagę dokumenty dotyczące Analizy Ryzyka - poziom wysiłku, formalności i dokumentacji procesu QRM powinien być współmierny do poziomowi ryzyka i oparty na naukowej wiedzy,
- jest szybki i prosty, sprawdzenie wagi nie powinno zakłócać cyklu pracy,
- zawiera kluczowe informacje, na podstawie których można podjąć decyzję o dalszym wykorzystaniu wagi, jej regulacji lub wykluczeniu.

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

10.3. Farmacja

Specyficzne wymagania tego obszaru wynikają głównie z tego, że urządzenia pomiarowe, w tym wagi, są jednym z elementów wykorzystywanych w procesie produkcji leków. Tym samym mogą mieć wpływ na jakość leku, a co za tym idzie – na zdrowie pacjenta. Poza przepisami prawnymi obowiązującymi na danym obszarze, farmacja stosuje zalecenia zawarte w tzw. farmakopeach. Są to dokumenty o zasięgu kontynentalnym np. farmakopea amerykańska, japońska, europejska, rosyjska itp. Największe znaczenie ma farmakopea amerykańska.

Wymagania dotyczące wag zawarte są w dwóch rozdziałach, <General Chapters, Apparatus for Tests and Assays <41 „BALANCES”> oraz <General Information, <1251 „WEIGHING ON AN ANALYTICAL BALANCE”>. Przy czym rozdział 41 zawiera wymagania dla powtarzalności oraz dokładności wag w postaci:

Repeatability is satisfactory if two times the standard deviation of the weighed value, divided by the nominal value of the weight used, does not exceed 0.10%. If the standard deviation obtained is less than 0.41d , where d is the scale interval, replace this standard deviation with 0.41d

The accuracy of a balance is satisfactory if its weighing value, when tested with a suitable weight(s), is within 0.10% of the test weight value. A test weight is suitable if it has a mass between 5% and 100% of the balance's capacity

Rozdział 1251 nie jest obligatoryjny, zawiera wyjaśnienia i definicje tych terminów, które są istotne dla wag elektronicznych:

- czułość,
- dokładność,
- liniowość,
- centryczność.

Wykazanie zgodności z wymaganiami farmacji oznacza więc KONIECZNOŚĆ spełnienia wymagań zawartych w rozdziale 41 – głównie w zakresie powtarzalności wskazań. Jak wiadomo, jest to najważniejszy z parametrów wagi, decydujący o dokładności pomiarowej. W kontekście mikrowag ten parametr (powtarzalność) jest wykorzystywany do wyznaczenia MSW.

JAK WYZNACZYĆ WARTOŚĆ MASY MINIMALNEJ?

Jeżeli wartość tzw. masy minimalnej ma być wyznaczona, należy:

- a. Wykonać serię 10 powtórzeń za pomocą wzorca masy.
- b. Masa wzorca, którym test będzie wykonany, powinna być znacznie większa niż oczekiwana wartość MSW (USP 1251).
- c. Z otrzymanych wyników należy wyliczyć odchylenie standardowe.
- d. Wartość MSW wyliczamy, mnożąc odchylenie standardowe przez stałą wartość równą 2000.

$$\text{MSW} = 2000 \text{ sd}$$

- e. Wartość MSW jest zależna tylko od powtarzalności wskazań, natomiast wartość powtarzalności jest zależna od ustawień wagi (optymalizacja) oraz warunków wykonywania testu.



KOMENTARZ

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

Poza aspektem metrologicznym są jeszcze wymagania funkcjonalne, związane z użytkowaniem i bezpieczeństwem wag. Te zagadnienia obejmują np.:

- kilkupoziomowy system uprawnień,
- mechanizm logowania się użytkowników,
- rejestr zmian w ustawieniach itp.

Szczegółowe wymagania zawierają dokumenty np. 21 CFR Parts 11.

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. Konsekwencją proceduralną tego jest niestety konieczność okresowej weryfikacji wag przez podmiot do tego celu uprawniony.

Wymagania normatywne, jakie obowiązują w ochronie środowiska, zawsze określają wagę poprzez podanie jej działki elementarnej. W zasadzie innych wymagań nie ma. Ocena tego, jak bardzo parametry metrologiczne wagi wpływają na wynik ważenia próbki powinna być wykonana przez użytkownika.

11. Cechy użytkowe mikrowag

Współczesne urządzenia pomiarowe, poza dobrymi parametrami metrologicznymi, muszą dysponować odpowiednimi rozwiązaniami ergonomicznymi oraz programowymi. Zakres i kierunek tych rozwiązań zawsze wynika z potrzeb rynku. Uwagi i wymagania świadomych użytkowników stanowią duży wkład w rozwój współczesnych wag wysokiej rozdzielczości.

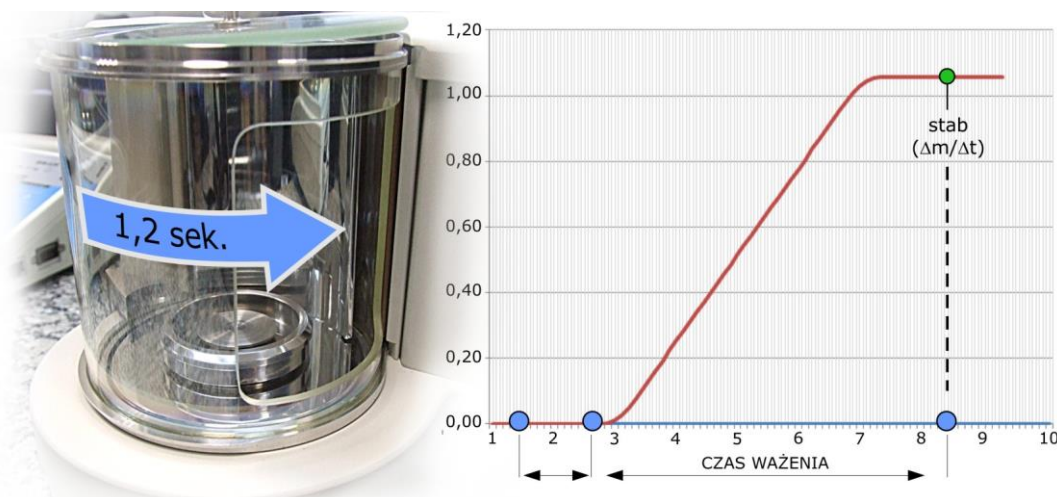
11.1. Szybkość

Szybkość, jako parametr wag elektronicznych, dotyczy zazwyczaj czasu pomiaru, czyli czasu, w jakim masa próbki może być wyznaczona. Tu istnieje dość spore pole do różnorodnych interpretacji tego parametru. Pojawiają się również takie definicje:

Czas pomiaru jest to czas, po jakim wyniki ważenia próbki znajduje się w założonej tolerancji ważenia.

Oczywiście ten czas jest bardzo krótki, np. 2 – 3 sekundy, a rzeczywisty czas ważenia, czyli uzyskania wyniku stabilnego, to zazwyczaj 6 – 7 sekund. Analizując dane katalogowe wag, należy zdecydowanie odróżniać treści marketingowe od rzeczywistych możliwości technicznych urządzenia.

W przypadku ultramikrowag 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, więc nie będą oceniane. Rzeczywisty czas ważenia nie jest zależny od masy próbki i wynosi około 6 sekund.



Rys. 34. Szybkość pomiaru masy dla próbki ok. 1 g

KOMENTARZ

Pomiar lub odmierzenie pewnej części próbki z rozdzielczością co najmniej 20 milionów powinno się raczej rozpatrywać w kontekście wymaganej dokładności np. 3/20 mln niż szybkości pomiaru. Ta kwestia jest czytelna dla większości świadomych użytkowników.

W procesach, w których wymagana jest bardzo dobra dokładność, czasami świadomie wydłuża się czas pomiaru.

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 ultramikrowagi produkcji RADWAG. Za pomocą tych sensorów można realizować wydruk, tarowanie, otwieranie i zamykanie komory ważenia, wybór nazwy próbki do ważenia itp. Regulowana moc działania czujników pozwala optymalizować obszar ich aktywności.

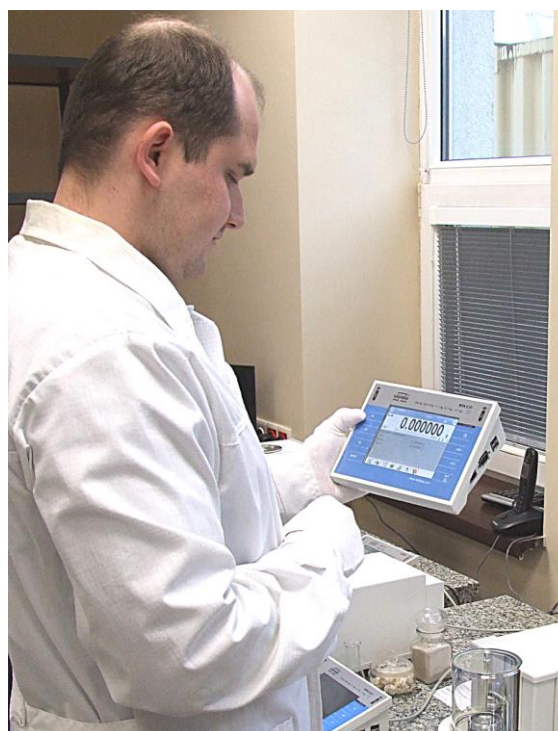


Rys. 35. Czujniki zbliżeniowe mikrowagi

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

Akumulatory wewnętrzne zainstalowane w panelu wystarczają na 8 godzin pracy ciągłej.



Rys. 36. Połączenie bezprzewodowe waga - miernik

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 kilkupoziomowy system dostępu. Każdy z operatorów ma przydzielone pewne możliwości w zakresie obsługi wagi, tzn. możliwości ważenia, drukowania, zapisywania informacji itp. Każdy przed rozpoczęciem pracy powinien zalogować się własnym hasłem, a po zakończeniu pracy wylogować się. Trzeba pamiętać o tym, że wszystkie pomiary są rejestrowane w tzw. pamięci ALIBI z jednoczesnym zapisem daty, czasu nazwy operatora itp. Bezpieczeństwo oparte na 4-poziomowym systemie haseł to:

- a. Ergonomia (wykonujemy tylko te czynności, które są wymagane, oszczędność czasu).
- b. Stabilność parametrów wagi, decydujących o jej dokładności (gwarancja dokładności, niezależnie od tego, kto wykonuje ważenie).

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, mają 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 adjustacyjne, tak jak w mikrowagach produkcji RADWAG. Realizowany pomiar można nadzorować poprzez tzw. aplikacje wagowe. Można je podzielić na dwie główne grupy. Pierwsza zawiera te, które są związane z realizacją ważenia, czyli:

- a. Dozowanie.
- b. Doważanie.
- c. Liczenie detali.
- d. Kontrola % masy próbki.
- e. Receptury.
- f. Wyznaczanie gęstości.

Druga grupa to aplikacje takie, jak Statystyka, SQC, Bazy danych, których zadaniem jest przetwarzanie już zebranych informacji. Możliwość jednoczesnej pracy kilku aplikacji tworzy multifunkcjonalne środowisko, w którym można realizować nawet dość skomplikowane projekty.

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 rozwiązałyby szereg wątpliwości, ale jest prostsza metoda. RADWAG w swoich wagach udostępnił tzw. moduł MEDIA. Zawiera on filmy instruktażowe dotyczące różnych obszarów stosowania wagi.



RADWAG Wagi Elektroniczne
ul. Bracka 28, 26-600 Radom
tel. (48) 384 88 00
fax: (48) 385 00 10

www.radwag.pl