



METROLOŠKI VODIČ

Kako izvesti interne kontrole vaga između periodičnih etaloniranja

Jul 2017. godine



Uvod

Neautomatska vage (NAWI) koje se upotrebljavaju u laboratorijama, kao i u proizvodnim procesima za merenje mase moraju biti redovno etalonirane u određenim vremenskim intervalima. Takođe, veoma je važno vršiti interne provere između dva etaloniranja kako bi se ispitale metrološke osobine vage. U ovom pogledu, provera metroloških performansi između etaloniranja smanjuje rizik od netačnih rezultata i njihovog uticaja.

Ovaj vodič objašnjava metodologiju sa praktičnim pristupom, tj kako proveriti metrološke karakteristike vaga sa kvantitativnim kriterijumom prihvatljivosti. Ovaj vodič je zasnovan na MSL Vodiču 12 **Laboratorije za etaloniranje Novog Zelanda** "Obezbeđivanje kvaliteta rezultata merenja".

Napomena: Ovaj vodič se uglavnom odnosi na vage koji se koriste u odgovarajućem okruženju, u kontrolisanim uslovima, na primer postavljene na stabilno postolje za merenje u čistom okruženju pod stabilnom temperaturom. U ovom smislu, primena ovog vodiča na vage koje se koriste u proizvodnom procesu može postaviti veoma stroge kriterijume prihvatljivosti tačnosti. Međutim, moguće je primeniti ovaj vodič na vage, čak i u industrijskom okruženju ukoliko se kriterijumi prihvatljivosti prilagode nameni.

1 Opis aktivnosti

1.1 Etaloniranje vage

Prvi zahtev osiguranja kvaliteta rezultata merenja je redovno etaloniranje vage, koje je poželjno vršiti u akreditovanoj laboratoriji prema zahtevima standarda SRPS ISO/IEC 17025. Naravno, laboratorija će pre etaloniranja servisirati vagu ako je potrebno, i podesiti je kako bi zadovoljila specifikacije proizvođača. Tokom etaloniranja vage, mereni parametri uključuju ponovljivost, odstupanje rezultata merenja u etaloniranim tačkama i ekscentričnost.

Rezultati za sva tri metrološka parametra sadržani su u uverenjima o etaloniranju koje izdaju akreditovane laboratorije i njihove vrednosti se mogu proveravati u internim kontrolama između dva etaloniranja.

Napomena: Akreditovana laboratorija za etaloniranje vaga obaveđuje sledivost merenja do SI jedinica i takođe primenu dokumentovane metode etaloniranja odobrene od strane Akreditacionog tela.



PRIMER sa ključnim rezultatima uverenja o etaloniranju

Laboratorija za etaloniranje

Uverenje o etaloniranju *Calibration Certificate*

Predmet etaloniranja: Elektromehanička vaga sa neautomatskim funkcionisanjem
Object *Electronical non automatic weighing instrument*

Proizvođač:
Manufacturer

Tip:
Type

Serijski broj:
Serial number

Podnosilac zahteva:
Customer

Uverenje broj:
Calibration certificate N°:

Broj stranica uverenja:
Number of pages of the certificate

Datum etaloniranja:
Date of calibration

Bez odobrenja laboratorije uverenje o etaloniranju sme se umnožavati isključivo kao celina laboratorije koje je izdalo uverenje.
Uverenje o etaloniranju bez potpisa i pečata nije važeće.
This calibration certificate may not be reproduced other than in full except with the permission of the issuing laboratory.
Calibration certificates without signature and seal are not valid.

Pečat <i>Seal</i>	Datum <i>Date</i>	Rukovodilac laboratorije <i>Head of the calibration laboratory</i>	Merenje izvršio <i>Person in charge</i>
----------------------	----------------------	---	--



1. Predmet etaloniranja / Calibration Object

Tip: / Type:
Proizvođač: / Manufacturer:
Serijski broj: / Serial number:
Temperaturni koeficijent TC: / Temperature coefficient TC:
Opseg merenja: / Weighing range:
Podeljak d: / Scale interval d':

2. Tegovi / Weights

Garnitura tegova: / Set of weights:
Serijski broj: / Serial number:
Uverenje o etaloniranju: / Calibration certificate:

Pojedinačni tegovi: / Weights:
Serijski broj: / Serial number:
Uverenje o etaloniranju: / Calibration certificate:

3. Postupak etaloniranja / Calibration procedure

Etaloniranje je izvršeno prema dokumentu *Guidelines on the Calibration of Non – Automatic weighing instruments, EURAMET/cg -18/v.03*, koji se odnosi na etaloniranje elektromehaničkih vaga sa neautomatskim funkcionisanjem. Etaloniranje obuhvata:

The calibration was done according to *Guidelines on the Calibration of Non – Automatic weighing instruments, EURAMET/cg -18/v.03, mart 2011*. The calibration comprised:

- Određivanje vrednosti ponovljivosti / Repeatability
- Određivanje vrednosti odstupanja / Deviation of indication
- Određivanje vrednosti ekscentričnosti / Eccentricity

4. Mesto etaloniranja:

Mesto gde je vaga postavljena / Laboratorija:
Site of the weighing instrument / Laboratory No.

5. Uslovi merenja / Measuring conditions

Promena temperature na mestu upotrebe:
Temperature variation on site:

$$\Delta t_{\text{mestjev}} = 5 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Jako strujanje vazduha / Strong draught:

Da / Yes

Ne / No

Velike vibracije / Strong vibrations:

Da / Yes

Ne / No

Vaga prethodno podešena / Initial adjustment:

Da / Yes

Ne / No

Promena temperatura tokom etaloniranja: /
Temperature variations during calibration:

$$t = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Temperatura u toku etaloniranja izmerena je etaloniranim digitalnim termometrom serijski broj
The temperature during the calibration have been measured with a calibrated digital thermometer with serial n°

6. Rezultati merenja: / Measuring results:

Одређивање вредности поновљивости / Repeatability

Opterećenje Test load	1000 g
očitavanja / readings	
1	999.98 g
2	999.99 g
3	999.99 g
4	999.99 g
5	999.99 g
6	999.99 g

Експериментална стандардна девијација:
The experimental standard deviation is:

S= 4.09 mg

Одређивање вредности одступања показивања / Deviation of indication

Merenje broj Measuring No.	Tara opterećenje Tara load	Opterećenje Test load	Odstupanje (E) Deviation of indication (E)
1	g	0 g	0 g
2	g	200 g	0 g
3	g	500 g	0 g
4	g	700 g	0 g
5	g	1000 g	0 g
6	g	1300 g	-0.01 g
7	g	1500 g	-0.01 g
8	g	1700 g	-0.01 g
9	g	2000 g	-0.01 g

Одређивање вредности ексцентричности / Eccentricity

Opterećenje Test load	700 g
--------------------------	-------

Položaj Load position	Odstupanje u odnosu na centar Deviation of indication referring to centre
0	0 g
1	+0.01 g
2	-0.01 g
3	0 g
4	+0.01 g

1	2
0	
3	4

Добљене вредности одговарају тренутном стању ваге у тренутку еталонирања.

The values stated apply for the condition of the weighing instrument at the time of calibration.

7. Merna nesigurnost / Measurement uncertainty

Merna nesigurnost vage u tačkama etaloniranja:

Measurement uncertainty of weighing instrument in calibration points:

Pokazivanja: Indication:	0 g	200g	500g	700g	1000g	1300g	1500g	1700g	2000g
k_p	2.28	2.13	2.13	2.13	2.13	2.13	2.05	2.05	2.05
$U(E)$	13.18m g	12.37mg	12.75m g	13.16mg	14.00mg	15.05mg	15.26m g	16.11mg	17.47mg

Merna nesigurnost rezultata izražena je kao proširena merna nesigurnost koja je dobijena množenjem kombinovane merne nesigurnosti faktorom obuhvata k_p koji za normalnu raspodelu odgovara nivou poverenja od približno 95 %. Merna nesigurnost je izračunata u skladu sa *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, EA 4/02*.

Reported is the expanded uncertainty which results from the standard uncertainty by multiplication with coverage factor k_p . The value of the measurand is found within the attributed interval with a probability of approximately 95%. It has been evaluated according to Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, EA 4/02.

8. Sledivost rezultata merenja / Traceability

Rezultat etaloniranja je slediv do međunarodnog etalona, koji predstavlja realizaciju jedinice mase u skladu sa Međunarodnim sistemom mernih jedinica (SI).

This calibration certificate documents the traceability to international standards, which realize the units of mass according to the International System of Units (SI).

9. Etaloniranjem je određena merna nesigurnost vage sa neautomatskim funkcionisanjem. Sve korekcije i njihove merne nesigurnosti, koje su rezultat razlike gustine materijala predmeta koji se meri na vagi i gustine tega za podešavanje treba da odredi stranka.

Measurement uncertainty of non automatic weighing instrument is evaluated by calibration. All corrections and their measurement uncertainties, that are result of difference between density of the body that is measured on non automatic weighing instrument and density of weight of adjustment, must be determined by the user.

Kraj uverenja o etaloniranju.

End of calibration certificate.

1.2 Vrste provera vaga u upotrebi između dva etaloniranja

Provere vaga u upotrebi između etaloniranja uključuju dve vrste provere:

1. Proveru ponovljivosti na svakih šest meseci koristeći etalonske tegove čija se nazivna masa kreće između 50% i 100% maksimalnog opterećenja vage.

i

2. Provera tačnosti odnosno odstupanja rezultata merenja svakog meseca. Vršiti se najmanje u jednoj tački, u ili okomaksimuma, ili u više tačaka u kojima se najčešće vrši merenje, odnosno u etaloniranim tačkama.

Referentne vrednosti za ove provere najčešće se utvrđuju (ili ponovo potvrđuju) neposredno nakon etaloniranja vage. Provere ponovljivosti i tačnosti vrše se posredstvom etaloniranih tegova odgovarajućih klasa tačnosti. Ovo je neophodan preduslov, kako rezultati provere ne bi bili posledica upotrebljenih tegova već same vage. Druge provere tokom upotrebe mogu biti neophodne u nekim uslovima. Na primer, možda ćete morati periodično da proverite grešku usled pozicije predmeta koji se meri na prijemniku opterećenja (ekscentričnost) ukoliko merite uzorke koje je teško centrirati na prijemniku opterećenja.

Tegovi koji se koriste za kontrolu etaloniranih vaga moraju ispunjavati uslove iz međunarodne preporuke za tegove OIML R111-1 koja tegove deli na šest klasa tačnosti u zavisnosti od granice dozvoljene greške i moraju posedovati uverenje o etaloniranju. Rukovanje tegovima treba biti u svemu prema uputstvima proizvođača.

Ako se žele postići maksimalne karakteristike na vagi koja se koristi, standardna merna nesigurnost etalonskih tegova koji se koriste za kontrolu ne sme biti veća od 1/3 standardne merne nesigurnosti merenja koja se očekuje na vagi. Za prikaz trendova u vrednosti izmerene mase i za određivanje intervala etaloniranja (najčešće dve godine) koristi se kontrolni dijagram.

PRIMER sa odabirom standardnih tegova zasnovanom na ovom kriterijumu

M1 tegovi se koriste za vage do 10 000 podeljaka,
F2 do 50 000 podeljaka,
F1 do 100 000 podeljaka,
E2 preko 100 000 podeljaka.

Rukovanje tegovima za proveru mora biti pažljivo ukoliko se želi da ostanu stabilni i zadrže vrednosti u okviru maksimalno dozvoljenih grešaka. U ovom smislu:

- Tegovi moraju biti čisti i održavani u odgovarajućim uslovima temperature i vlažnosti. Ne smeju se izlagati ekstremnim temperaturama (vlaga će se kondenzovati na hladnim tegovima kada se unesu u topliju prostoriju). Pre upotrebe tegove držati 24 h u uslovima gde će se vršiti merenje,
- Tegovi se moraju držati dalje od jakih magneta
- Tokom korišćenja, tegovi se moraju podići i postaviti bez klizanja

2 Provera ponovljivosti

2.1 Procedura

Standardna merna nesigurnost ponovljivosti, u_R , predstavlja vrednost eksperimentalne standardne devijacije očitavanja mernih rezultata vage iz n merenja sa tegom iste nazivne vrednosti.

Standardna merna nesigurnost se dobija pomoću formule:

$$u_{R(new)} = S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}$$

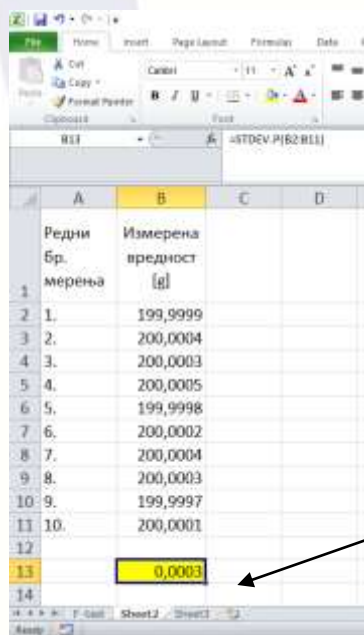
gde je \bar{I} srednja vrednost iz n merenja.

Potreban broj merenja treba da bude jednak broju merenja iskazanom za ponovljivost u uverenju ili veći (minimalni broj merenja je šest, a preporuka je deset merenja).

Sama merenja treba sprovesti po standardnim postupcima koji se koriste za ovu vrstu merenja. Vaga se dovodi u nulu pre svakog merenja, a teg se lagano spušta u sredinu prijemnika opterećenja.

Napomena: Funkcija u Excel STDEV može se upotrebiti za izračunavanje u_R . Analizu je najlakše izvršiti unosom (6 ili 10) očitavanja u list Excel tabele i korišćenjem funkcije STDEV ili STDEV.P

PRIMER sa izračunavanjem u Excel, za 10 merenja tega nazivne vrednosti 200 g.



Редни Бр. мерења	Измерена вредност [g]
1.	199,9999
2.	200,0004
3.	200,0003
4.	200,0005
5.	199,9998
6.	200,0002
7.	200,0004
8.	200,0003
9.	199,9997
10.	200,0001
13.	0,0003

$u_{R(new)}$

2.2 Kriterijum prihvatljivosti

Referentna vrednost ponovljivosti $u_{R(\text{ref})}$ meri se direktno nakon etaloniranja vage. Za $u_{R(\text{ref})}$ upotrebljava se veća vrednost od vrednosti dobijene merenjem i $0.41 \cdot d$ (standardna nesigurnost usled rezolucije vage sa najmanjim podeokom - d). Svako naknadno merenje ponovljivosti u upotrebi $u_{R(\text{new})}$ poredi se sa $u_{R(\text{ref})}$.

U ovom smislu, pretpostavljajući da je svaka vrednost ponovljivosti određena iz 10 čitanja i da je F test zasnovan na verovatnoći od 95%, kriterijum prihvatljivosti postaje

$$u_{R(\text{new})} \leq 1.8 u_{R(\text{ref})}$$

To znači da vrednost provere ponovljivosti u upotrebi ne sme biti veća od 1.8 puta od referentne vrednosti. Ukoliko je kriterijum zadovoljen, može se reći da vrednost $u_{R(\text{new})}$ ne pokazuje značajne promene u osobinama vage. Ukoliko gore navedeni kriterijum prihvatljivosti nije zadovoljen, onda promene postaju značajne. U ovom slučaju je potrebno ponovo proveriti ponovljivost jer postoji 5% mogućnosti da ovaj kriterijum neće biti zadovoljen kada se vaga normalno koristi (i obrnuto). Ukoliko nova vrednost ponovljivosti ne zadovoljava kriterijum onda je veoma verovatno da postoji problem. Proveriti uslove okruženja (kao što su temperaturne promene, vibracije ili strujanje vazduha) koji mogu smanjiti ponovljivost, ili ako to nije slučaj onda je neophodan servis i ponovno etaloniranje.

3 Provera tačnosti

3.1 Procedura

Provera tačnosti vage vrši se klasičnom procedurom koristeći etalonirani teg, vage u jednoj ili više tačaka. Na primer ukoliko se vaga podesi pre postupka etaloniranja, onda podešavanje vage treba raditi pre svake provere tačnosti. Takođe, ukoliko se vaga koristi sa tačnošću od oko 0.001% ili više, podešavanje vage treba vršiti pre svakog merenja ili serije merenja.

Provera tačnosti vage se normalno sastoji od snimanja pojedinačnog čitanja Q sa etaloniranim tegom za proveru koristeći uobičajenu proceduru merenja.

3.2 Kriterijum prihvatljivosti

Referentna vrednost Q_{ref} za proveru tačnosti direktno se određuje nakon etaloniranja vage preko srednje vrednosti iz n očitavanja. Svaka naknadna provera tačnosti u upotrebi vrednost Q (pojedinačno čitanje) poredi se sa Q_{ref} . Kriterijum prihvatljivosti za $n = 10$ i t – test zasnovan je na 95% verovatnoće kao:

$$| Q - Q_{\text{ref}} | \leq 2.4 u_{R(\text{ref})}$$

U ovom smislu prema gore navedenom kriterijumu prihvatljivosti, vrednost provere tačnosti u upotrebi mora se razlikovati od referentne vrednosti, ne više od 2.4 puta referentne vrednosti za ponovljivost pri opterećenju.

Ukoliko ovaj kriterijum nije zadovoljen, onda su metrološka svojstva vage narušena i merenja se moraju ponoviti. Ukoliko ponovljena provera ne zadovolji kriterijum, onda bi trebalo tražiti problem: potvrditi da je vaga ispravno nivelisana, da li je u odgovarajućim ambijentnim uslovima, da li je pravilno podešena, i da li su prilikom kontrole korišćeni odgovarajući etalonski tegovi i adekvatna procedura. Ako nije prepoznat slučaj, i neophodno je servisiranje vage.

Kontrolni dijagram obezbeđuje dobar pregled provere rezultata tačnosti i ponovljivosti vage pa se preporučuje svim laboratorijama koje sprovode internu kontrolu vage između dva etaloniranja.

4 Podešavanje kriterijuma prihvatljivosti

Manje stroži kriterijumi mogu se upotrebiti kada se vage ne upotrebljavaju do svojih najboljih karakteristika. U ovom smislu, druga mogućnost je podešavanje kriterijuma prihvatljivosti prema zahtevanoj tačnosti.

Daćemo primer koji zahteva proširenu mernu nesigurnost od 0.1%, to odgovara proširenoj nesigurnosti od 0.01 g za 10 g uzorka koji se meri. Uslov je da vaga ima bolje karakteristike, na primer, sa ukupnom proširenom mernom nesigurnosti od 0.002 g na 10 g. Svrha provere tačnosti u ovom slučaju je obezbeđivanje uverenja da je vaga još uvek u mogućnosti da zadovolji postavljene zahteve. Ovde bi trebalo dozvoliti bezbednosni faktor trojke i upotrebu za sledeći kriterijum tačnosti za proveru tačnosti za 10 g.

$$| Q - Q_{\text{ref}} | \leq 0.003 \text{ g}$$

Takođe, neophodno je da provera ponovljivosti bude obavljena zajedno sa proverom tačnosti. Pošto je svrha provere ponovljivosti identifikacija promene u osobinama vage, provera ponovljivosti bi trebalo da sledi prethodni kriterijum ponovljivosti, možda sa *F*-testom zasnovanom na 0.1% verovatnoće.

Provere se koriste kako bi se utvrdilo da li vaga meri zahtevanom tačnošću i identifikuje bilo kakvo narušavanje metroloških karakteristika koje bi mogle da potvrde postupak ponovnog etaloniranja ili servisiranja. Istorija provera može se koristiti da bi se odredio interval ponovnog etaloniranja (do preporučenog maksimuma od tri godine).