

**YUTRIB'05**  
**9<sup>ta</sup> JUGOSLIVENSKA KONFERENCIJA O TRIBOLOGIJI**  
**JUN.15-18. 2005**  
**Kragujevac, Srbija i Crna gora**

---

**PRIMJER UMJERAVANJA LABORATORIJSKE  
ELEKTRONIČKE VAGE**

*dr.sc.Dušan Ješić dipl.ing.stojarstva*  
*TRIBOTEHNIK, Rijeka, Hrvatska*

**Abstrakt**

*U svim poznatim sustavima osiguranja kvalitete posebna pažnja posvećuje se mjernoj i test opremi s pomoću koje se proizvode proizvodi ili obavljaju usluge. Korisnici ove opreme moraju biti u cjelosti upoznati s karakteristikama opreme kako bi mogli procijeniti utjecaj dobivenih rezultata na svoj proizvod ili uslugu. Na jednom primjeru umjeravanja elektroničke laboratorijske vage prikazan je način na koji se može odrediti i provjeriti karakteristika mjerne opreme.*

**Ključne riječi:** *umjeravanje mjerne vage, tehnologija održavanja*

**1. UVOD**

Tijekom zadnjih trideset godina od pojave prvih komercijalnih laboratorijskih elektroničkih vaga desile su se značajne promjene u njihovom razvoju. Nekad su bile dostupne samo nekolicini, danas se nalaze gotovo u svakom laboratoriju i čine osnovni instrument u kemijskim analizama te su postale osnovna laboratorijska oprema. Zbog svoje robusne

konstrukcije i ugrađenih elektroničkih dijelova ove vage postale su prilagodljiv i jednostavan instrument koji može udovoljiti mnogim zahtjevima korisnika. Zadnje generacije omogućuju upotrebu s najvećom mogućom lakoćom, a njihova programska rješenja i konstrukcija trenutačno nude mogućnosti za lagano uključivanje u buduću automatizaciju laboratorijske opreme.

## 2. PODJELA ELEKTRONIČKIH LABORATORIJSKIH VAGA

Jedna od najčešćih podjela elektroničkih vaga je prema vrijednosti digitalnog podjeljka ljestvice (d) :

Podjeljak ljestvice d	Opis	Uobičajeni maksimalni kapacitet
0,1 µg	Ultramikroanalitičke vage	do 5 g
1 µg	Mikroanalitičke vage	1 do 25 g
10 µg	Polumikroanalitičke vage	30 do 200 g
0,1 mg	Makroanalitičke vage	50 do 500 g
≥1 mg	Precizne vage	≥100 g

## 3. SMETNJE I UTJECAJNI FAKTORI

Zbog jednostavnosti rukovanja elektroničkom vagom korisnici često zaboravljaju na provjeru i osiguranje uvjeta koji podliježu zakonima fizike, a koji kasnije bitno utječu na rezultate vaganja. Ove smetnje i utjecaji mogu se svrstati u nekoliko osnovnih grupa.

- Utjecaj okolišnih uvjeta
- Utjecaj vaganog materijala
- Utjecaj korisnika vage
- Greške koje su posljedica same konstrukcije vage
- Utjecaj procedura za rukovanje vagom

## 4. UMJERAVANJE LABORATORIJSKIH ELEKTRONIČKIH VAGA

Navedene smetnje i utjecajni faktori te njihov utjecaj na instrument mogu se odrediti umjeravanjem, dok se kasnijim eventualnim podešavanjem uočene greške pri umjeravanju mogu i ukloniti. Umjeravanjem se pod određenim okolnostima određuje odnos između očitavanja vage i vrijednosti označene u potvrdi o umjeravanju utega koji se nalazi na mjernoj plohi vage. Umjeravanje nam je najvažniji izvor informacija koji nam služi za provjeru mjerne nesigurnosti vage u uvjetima u kojima vaga radi. U sustavima osiguranja kvalitete umjeravanje instrumenata igra važnu ulogu u kontroli ispravnosti mjerne i test opreme.

Za razliku od umjeravanja podešavanjem otklanjamo eventualnu grešku instrumenta ustanovljenu umjeravanjem.

## 5. PRIMJER UMJERAVANJA LABORATORIJSKE VAGE PREMA PROCEDURI DKD R-7-1

Kao pomoć pri određivanju karakteristike laboratorijske elektroničke vage može nam poslužiti procedura DKD R-7-1 «Umjeravanje neautomatskih elektroničkih vaga». Ona je napisana u skladu s međunarodnom preporukom Organizacije za zakonsko mjeriteljstvo OIML R 76-1. Ova procedura podijelila je elektroničke vage prema broju i vrijednosti podjeljka i njima pripadajuće procedure umjeravanja na :

- Jednopoludručne i višepodručne vage s brojem podjeljaka  $\leq 1\ 000\ 000$  i vrijednošću podjeljka  $d > 0.01$  mg
- Vage s više podjela  
Jednopoludručne i višepodručne vage s brojem podjeljaka  $> 1\ 000\ 000$  Jednopoludručne i višepodručne vage s vrijednošću podjeljka  $d \leq 0.01$  mg

### *Primjer : Laboratorijska elektronička vaga Satorius LA310S*

Tehnički podaci proizvođača: makroanalitička vaga s jednim područjem vaganja

podjeljak d : 0,0001 g

maksimalni kapacitet: 310 g

ponovljivost:  $\leq 0,2$  mg

linearnost:  $\pm \leq 0,3$  mg

temperaturni koeficijent TC:  $\pm \leq 1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

S obzirom da broj podjeljaka iznosi 3 100 000 potrebno je koristiti proceduru za jednopoludručne i višepodručne vage s brojem podjeljaka  $> 1\ 000\ 000$

- Ponovljivost

Standardna devijacija  $s$  određuje se s najmanje 6 mjerenja. Test uteg treba biti najmanje 20 % od maksimalnog kapaciteta instrumenta. prije svakog stavljanja utega, mjerna ploha vage mora biti prazna i ekran mora prikazivati 0.

Varijanca  $v_W$  je kvadrirana standardna devijacija  $s$ .

$$s = 1/n - 1 \cdot \sum (W_i - W)^2; \quad (1)$$

$$W = 1/n \cdot \sum W_i \quad (2)$$

$$v_W = s^2 \quad (3)$$

$s^2$  varijanca neponovljivosti

$n$  broj mjerenja

$i$  indeks pojedinačnog mjerenja

$W_i$  iskazani mjerni rezultat

$W$  srednja vrijednost iskazanog mjernog rezultata, korišten je test uteg od 50 g

Mjerenje $i$	Pokazivanje instrumenta $W_i$
1	50,0002
2	50,0002
3	50,0002
4	50,0002
5	50,0002
6	50,0001

$$s = 4,082 \cdot 10^{-5} \text{ g}$$

$$v_W = 1,67 \cdot 10^{-9} \text{ g}^2$$

- Efekt zaokruživanja

Varijanca zbog vrijednosti podjeljka  $d$

$$v_r = 1/12 d^2 \quad (4)$$

Predstavlja pravokutnu razdiobu od  $\pm 0,5 d$ . Zbog pokazivanja poslije namještanja nule ili tariranja vage i zaokruživanja mjerene vrijednosti, greška zaokruživanja je duplirana.

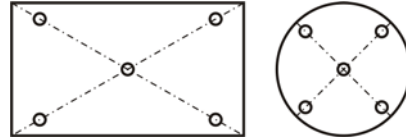
$$v_r = 1/6 d^2$$

$$d = 0,0001 \text{ g} \quad v_r = 1,67 \cdot 10^{-9} \text{ g}^2$$

### Ekscentrično opterećenje

Normalno je da korisnik smjesti posudu i materijal na mjernu plohu vage na takav način da je predmet vaganja centriran na mjernoj plohi. Ponekad, posebno kad je predmet vaganja većih dimenzija centar gravitacije biti će izvan centra mjerne plohe. Zbog toga mora se utvrditi mogući utjecaj zbog ekscentričnog opterećenja. OIML R 76 daje dobar savjet za vrijednost test utega i pozicija smještaja utega. uteg

$P_e \approx \text{Max}/3$  se koristi za određivanje razlike  $\Delta$  u vrijednosti između ekscentričnog opterećenja na četiri različite pozicije i centriranog opterećenja. Preporučljive pozicije kod različitih oblika mjerne plohe pokazuje crtež



Pozicija test utega za izvođenje testa ekscentričnosti

Najlakše je prvo staviti test uteg u centar mjerne plohe i tarirati, Nakon toga uteg treba pomicati na prvu ekscentričnu poziciju čime se dobiva prva razlika  $\Delta W_1$  na ekranu. Tada se uteg smješta na ostale ekscentrične pozicije čime se dobivaju ostale razlike  $\Delta W_2$  do  $\Delta W_4$ . Varijanca se računa:

$$v_e = 1/3 (E_1 / \text{Max})^2 \quad E_1 = E \cdot \text{Max} / 3 \cdot P; \quad (5)$$

$E$  = najveća razlika pokazivanja

U primjeru  $P = 100 \text{ g}$ ,  $E = -0,0002 \text{ g}$

Mjerenje $i$	Pokazivanje instrumenta $W_i (\Delta W_i)$
	0,0000
1	-0,0001
2	-0,0001
3	-0,0001
4	-0,0001
5	-0,0002

$$v_e = 1,48 \cdot 10^{-13}$$

- Greška u blizini maksimalnog kapaciteta i greška linearnosti

Koriste se dva različita utega  $P_1$  i  $P_2$  razreda točnosti E2 zbog rezolucije vage od 3,1 milijun znamenaka i vrijednosti podjeljka vage od 0,1 mg. Nakon što je neopterećena vaga namještena na nulu, prvi test uteg  $P_1 \approx \text{Max}$  je stavljen na površinu vaganja i zabilježi se prvo opažanje  $W_1$ .

Zatim se uteg uklanja s površine vaganja i pokazivanje se ponovno namješta na nulu.

Drugi test uteg  $P_2 \approx \text{Max}/4$  stavlja se na površinu vaganja i zabilježi se drugo opažanje  $W_2$ . Zatim test uteg se uklanja i stavlja se tara teret  $T_1 \approx$

Max/4 na vagu, s tara tipkom vaga se tarira. Zatim se drugi test uteg  $W_2$  stavlja na površinu vaganja i bilježi se treće opažanje  $W_3$ . zatim se ista procedura izvodi s dva druga tara utega ( $T_4 \approx \text{Max}/2$ ,  $T_5 \approx 3\text{Max}/4$ ) i bilježi četvrto i peto opažanje. Najmanje treće mjerenje se ponavlja i bilježi se šesto opažanje. Šesto mjerenje predstavlja činjenicu da se takve vage češće koriste sa manjim nego sa većim tara spremnicima.

Pažnja: Vrlo je važno da se uvijek isti uteg koristi kao drugi test uteg  $P_2$  i da nije zamijenjen s tata utegom  $T_1$  koji je normalno iste nazivne vrijednosti. Tara uteg može biti razreda točnosti F1.

Stvarna greška računa se :

$$A_1 = W_1 - (P_1 + \Delta m) \quad (6)$$

Iz potvrde o umjeravanju za korištene utege može se očitati dogovorna izvaga :

$$100\text{g} + 0,04\text{mg} \pm 0,05\text{mg} \quad i$$

$$200\text{g} - 0,07\text{mg} \pm 0,1\text{mg}$$

$\Delta m$  je suma odstupanja od nazivne vrijednosti utega

za naš primjer  $\Delta m = -0,03\text{mg} < d = 0,1\text{mg}$

Greška pokazivanja

$$A_i = W_i - P_2 \quad (7)$$

Relativna greška :

$$a_i = A_i / P_i \quad (8)$$

Srednja vrijednost relativne greške:

$$a = 1/6 \cdot \sum A_i / P_i \quad (9)$$

Varijanca srednje relativne greške

$$v_a = 1/5 \cdot \sum (a_i - a)^2 \quad (10)$$

$$v_a = 3,14 \cdot 10^{-12}$$

- Utjecaj temperature

Proizvođači instrumenata navode granice za promjene prikazanih vrijednosti kada se okolna temperatura mijenja. Temperaturni koeficijent TC se obično daje u ppm/K. Te promjene mogu se kompenzirati podešavanjem instrumenta. Mnoge moderne vage podešavaju se automatski. Tako je bitna jedino maksimalna promjena u temperaturi  $\Delta T = T_{\text{max}} - T_{\text{min}}$  između uzastopnih podešavanja. Varijanca je procijenjena prema:

$$v_t = 1/12 (\Delta T \cdot TC)^2 \quad (11)$$

Što predstavlja pravokutnu razdiobu

$$\Delta T = T_{\text{max}} - T_{\text{min}} ?$$

Procjena promjene temperature u sobi je

1,5 °C.

Temperaturni koeficijent prema podacima proizvođača vage iznosi 1 ppm/K

$$v_t = 1,88 \cdot 10^{-13}$$

- Utteg za umjeravanje

Utezi korišteni za umjeravanje moraju biti u skladu s preporukom OIML R 111 u kojoj se nalaze granice dozvoljenih pogrešaka i nesigurnosti za test utege. Prije izvođenja procedure umjeravanja utezi se moraju aklimatizirati na temperaturu instrumenta koji se umjerava. Vrijeme aklimatizacije ovisi o masi utega i početnoj razlici temperatura između utega i okoline.

Varijanca je određena iz nesigurnosti U test utega  $P_1$ .

$$v_k = (U/k \cdot 1/P_1)^2 \quad v_k = 6,25 \cdot 10^{-14} \quad (12)$$

U skladu s OIML R 111 koeficijent pokrivanja  $k = 2$ .

- Proračun nesigurnosti

Prema ISO «Uputi za iskazivanje mjerne nesigurnosti» (GUM) izračunata je procjena proširene mjerne nesigurnosti.

Nesigurnost se dobiva sumiranjem varijanci i srednjeg odstupanja od karakteristične krivulje kako slijedi:

$$U = k \cdot \sqrt{s^2 + \sqrt{v_r} + \sqrt{v_e} \cdot \sqrt{W^2} + \sqrt{v_a} \cdot \sqrt{W^2} + \sqrt{v_t} \cdot \sqrt{W^2} + \sqrt{v_k} \cdot \sqrt{W^2} + |a_1| \cdot W} \quad (13)$$

Faktor pokrivanja je izabran  $k = 2$ .

Zbog pojednostavljenja, funkcija se može aproksimirati linearnom funkcijom, koja

Mjerenje i	Tara $T_i$	Test $P_i$	Pokazivanje $W_i$	Greška $A_i$
Nuliranje	0 g	0 g	0,0000 g	
1	0 g	300 g	300,0004 g	0,0004 g
2	0 g	50 g	50,0002 g	0,0002 g
Tariranje	50 g	0 g	0,0000 g	
3	50 g	50 g	50,0000 g	0 g
Tariranje	150 g	0 g	0,0000 g	
4	150 g	50 g	50,0002 g	0,0002 g
Tariranje	250 g	0 g	0,0000 g	
5	250 g	50 g	50,0002 g	0,0002 g
Tariranje	50 g	0 g	0,0000 g	
6	50 g	50 g	50,0002 g	0,0002 g

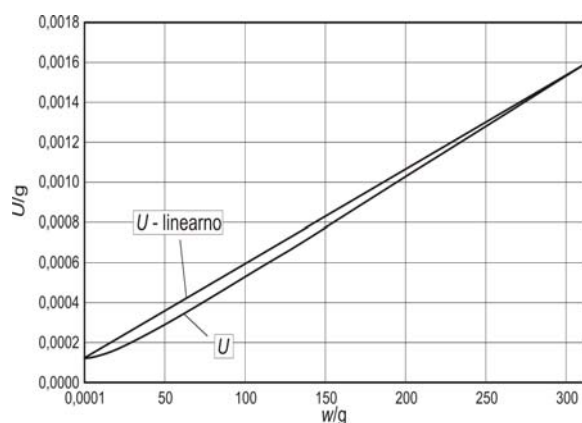
povezuje početnu vrijednost za nulirani instrument s konačnom vrijednošću za instrument s maksimalnim teretom.

$$U_L \approx U_0 + U_{\text{Max}} - U_0 / \text{Max} \cdot W \quad (14)$$

$$U_0 = U (W = 0) \quad (15)$$

$$U_{\text{Max}} = U (W = \text{Max}) \quad (16)$$

$$U_L = 0,0001155 + 4,76 \cdot 10^{-6} \cdot W$$



**Dijagram 1 :** Mjerne nesigurnosti za prikazane neto vrijednosti

- Koja je nesigurnost dovoljno dobra ?

Odgovor na to pitanje ovisi o dvije stvari, masi koju važemo i o zahtjevima kvalitete na točnost u procesu vaganja. Prvi dio odgovora možemo dobiti tako da izračunamo relativnu nesigurnost :

$$U_R = U_L/W = U_o/W + U_{Max} - U_o/Max \quad (17)$$

$$c = U_{Max} - U_o/Max \quad (18)$$

Norma ISO 10012 propisuje da naša mjerna oprema mora biti najmanje tri puta točnija od zahtjeva u procesu, prema tome za procesnu točnost vrijedi:

$$PT = 3 \cdot U_R \quad (19)$$

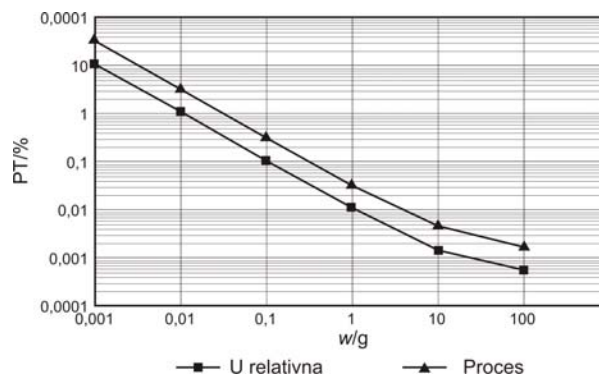
- Koju minimalnu masu se može vagati uz zadanu procesnu točnost?

Korištenjem jednadžbi 17, 18 i 19 može se dobiti :

$$W_{Min} = U_o / PT/3 - c \quad (20)$$

Za vagu Sartorius LA310S iz našeg primjera dobiva se sljedeće:  $W_{Min} = 0,0001154 / PT/3 - 4,76 \cdot 10^{-6}$

PT	5	2	1	0,5	0,2	0,1	0,05
	%	%	%	%	%	%	%
$W_{Min}$	7	17	35	69	174	351	713
	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg



**Dijagram 2 :** Relativna nesigurnost za vagu iz primjera

Iz dijagrama se može lagano očitati minimalna masa vaganja potrebna za procesnu točnost. Ovom procedurom umjeravanja nisu uzeti u obzir sljedeći utjecaji koji mogu utjecati na mjernu nesigurnost mjerenja :

- Grubo rukovanje neiskusnog korisnika s instrumentom što ima za posljedicu slabiju ponovljivost rezultata, a takvo rukovanje može uzrokovati i na prvi pogled slabo vidljiva oštećenja u mehanizmu vage.
- Nisu uzete u obzir promjene u sustavu vage zbog starenja koje se dešavaju tijekom vremena.
- Korekcija rezultata zbog djelovanja sile uzgona na naš mjerni uzorak  
Prva dva utjecaja moguće je procijeniti ponovnim umjeravanjem s time da ono mora biti obavljeno prije podešavanja vage, u takvom slučaju rezultati će pokazati razliku.  
Bez korekcije rezultata zbog djelovanja uzgona čini se sistematska greška koju je potrebno ispraviti u skladu s zahtjevima kvalitete za procesnu točnost. Vaganjem materijala gustoće  $1000 \text{ kg/m}^3$  ( tekućine ) pri gustoći od  $1,2 \text{ kg/m}^3$  čini se greška od 0,1% tj. bez korekcije uzgona naša procesna točnost ograničena je na 0,1%.

## 6. SAŽETAK

### Prednosti ovakvog načina umjeravanja

- Zasniva se na upotrebi instrumenta na mjestu instalacije u stvarnim uvjetima rada
- Uzima se u obzir bruto i neto vaganja, a u laboratoriju velika većina vaganja zahtijevaju tariranje
- Nesigurnost se može lagano očitati iz dijagrama

### Mane

- Ne vrijedi za vage koje se nalaze pod zakonskim nadzorom

- Vaganja u procedurama koje pokriva FDA inspekcija moraju se pridržavati određivanja minimalne mase prema US-Pharmacopoeia

## 7. LITERATURA

[1] J. Ober *Expression of Uncertainty for Displayed Net Values*, Seminar u Zagrebu, travanj 2000

[2] *Calibration of Non-Automatic Electronic Weighing Instruments*, DKD-R-7-1, Izdanje 1998

[3] T. Kowalski *Calibration in the Pharmaceutical Laboratory*, IHS Health Group, Denver Colorado

[4] M. Brezinščak, Z. JaKobović, Z. Šoljić *Vage i utezi*, Tehnička enciklopedija svezak 13, Leksikografski zavod Miroslav Krleža, Zagreb 1997

[5] *Uputa za iskazivanje mjerne nesigurnosti*, Državni zavod za normizaciju i mjeriteljstvo, Zagreb 1995

[6] D. Ješić, *MERNA TEHNIKA*, Univerzitet Banja Luka, Mašinski fakultet Banja Luka, Banja Luka 2004