

Прикладні аспекти: повірка, калібрування, звірення

УДК 006.91:053.088

Н.В. Грюнвальд¹, В.С. Єременко², В.М. Мокійчук², О.В. Самойліченко²

¹Державний центр сертифікації та експертизи сільськогосподарської продукції, Київ

²Національний авіаційний університет, Київ

КАЛІБРУВАННЯ ВАГОВИМІРЮВАЛЬНОГО ОБЛАДНАННЯ В ХІМІКО-АНАЛІТИЧНИХ ЛАБОРАТОРІЯХ

В статті розглянуті методичні та організаційні аспекти калібрування електронних вагів в хіміко-аналітичних лабораторіях. Проаналізовані основні вимоги національних та міжнародних нормативних документів, запропонований бюджет невизначеності для розробленої процедури калібрування, розглянуті окремі його складові. Наведено приклад оцінювання невизначеності при калібруванні електронних вагів OHAUS.

Ключові слова: акредитація, калібрування, маса, ваги, еталон, простежуваність, невизначеність.

Вступ

Відповідно до системи управління якістю, лабораторія несе відповідальність за те, що діяльність за проведеними випробуваннями відповідає вимогам стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2005 [1] до технічної компетентності. Усе устаткування, яке використовується для проведення випробування та/або вимірювання та має істотний вплив на точність та достовірність отримуваних результатів, повинно бути відкаліброване для того, щоб забезпечити простежуваність результатів до одиниць міжнародної системи SI.

Вимірювання маси є однією з найбільш розповсюджених складових методів, що використовуються у практичній діяльності вимірювальних/випробувальних хіміко-аналітичних лабораторій. Ваговимірне обладнання використовують безпосередньо для вимірювання маси як основної фізичної величини, а також для визначення похідних фізичних величин, для яких маса є складовою. Найбільш розповсюдженим типом вагів є ваги з електромагнітною компенсацією на всьому діапазоні вимірювання (електронні ваги загального призначення).

Широкий спектр застосування електронних вагів у лабораторіях, необхідність мати підтвердження їх метрологічної якості, як того вимагають стандарти ДСТУ ISO/IEC 17025:2005 та ДСТУ ISO 9001:2009 [2] із застосуванням процедури оцінювання невизначеності для всього калібрування та типів калібрування роблять задачу розроблення та впровадження методик калібрування/повірки у випробувальних/вимірювальних хіміко-аналітичних лабораторіях актуальною.

Відповідно п. 5.6.2.1.1 стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025:2005 калібрувальна лабораторія встановлює простежуваність своїх власних еталонів

та вимірювальних інструментів до одиниць системи SI або показує зв'язок через посилання на національні еталони. У разі використання сторонніх калібрувальних послуг простежуваність вимірювання потрібно забезпечити тим, що такі послуги надають лабораторії, які можуть продемонструвати свою компетентність, здатність проводити вимірювання та продемонструвати простежуваність своїх вимірювань. Свідоцтва про калібрування, які надають ці лабораторії, повинні містити результати вимірювань, зокрема процедуру оцінювання невизначеностей. Національні метрологічні центри та підпорядковані їм повірочні лабораторії ще недостатньо впровадили процедуру калібрування відповідно вимог ДСТУ ISO/IEC 17025:2005. Це, в свою чергу, ускладнює процес акредитації вимірювальних/випробувальних лабораторій.

В галузі державного контролю за якістю сільськогосподарської продукції пріоритетним завданням є необхідність акредитації калібрувальної лабораторії міжнародним органом з акредитації, що є підписантом ILAC, MRA. Це обумовлено основними задачами та функціями центрів, в рамках яких здійснюють свою діяльність лабораторії, а саме: підготовка пропозицій для Госконтрольсільхозпрода щодо здійснення єдиної технічної політики виконання доручень щодо узагальнення практики співробітництва з відповідними організаціями інших країн, вдосконалення державної системи визначення якості зерна та продуктів його переробки.

Отже, для забезпечення вимог простежуваності хіміко-аналітична лабораторія акредитована міжнародним органом з акредитації «Словацька національна служба акредитації (SNAS)» на право проведення калібрування електронних вагів 2-го, 3-го та 4-го класів методом прямого навантаження еталон-

ними гирями. Досвід лабораторії може бути корисний для підвищення рівня взаємодії в галузі калібрування вагів та виступити керівництвом при впровадженні процедур на практиці.

В даній статті розглянуто методичні та організаційні питання, пов'язані з розробкою процедурою калібрування електронних вагів відповідно до вимог міжнародних нормативних документів на прикладі процедури калібрування вагів в хіміко-аналітичній лабораторії, що займається випробуванням продукції.

Виклад основного матеріалу

Під час розробки процедури калібрування використовувалися наступні міжнародні нормативні документи, розроблені Європейською асоціацією національних метрологічних інститутів (EURAMET), Міжнародною організацією законодавчої метрології (OIML):

OIML R 76-1:2006 [3] – рекомендації, що визначають: метрологічні та технічні вимоги до неавтоматичних вагів, які підлягають метрологічному контролю (акредитації, калібруванню тощо); стандартизовані вимоги та процедури випробування для обчислення метрологічних та технічних характеристик за визначеними методами, які забезпечують простежуваність.

OIML R 76-2:2007 [4] – рекомендації, що містять зразки типових звітів за результатами калібрування.

EURAMET/cg-18/v.02 [5] – керівництво, що охоплює аспекти, пов'язані з проведенням калібрування: вимірювання, які необхідно виконувати; обчислення результату вимірювання; оцінювання (визначення) невизначеності вимірювання; зміст сертифікату калібрування.

G7-89. Guide to calibration [6] – рекомендації, що містить загальну інформацію про калібрування – термінологічні аспекти, область застосування, ієрархічну схему забезпечення простежуваності результатів тощо; опис основних вимог, що висуваються до лабораторії при вимірюванні маси, зокрема до еталонів.

Міждержавними нормативними документами, які визначають технічні вимоги та містять загальний опис лабораторних вагів є ГОСТ 24104-2001 та ГОСТ 8.520-84 [7, 8].

Загальні етапами калібрування, визначеними в [5] є:

- застосування контрольного навантаження на ваги в заданих умовах;
- визначення похибки або варіації показів;
- оцінювання невизначеності калібрувань вимірювань.

Методи калібрування. Враховуючи доцільність калібрування, лабораторії слід застосовувати лише стандартні методи калібрування, тобто:

– якщо є стандарт, розроблений та виданий міжнародною організацією зі стандартизації ISO та введений Державною інспекцією «Держспоживінспекція України», ідентичність цього стандарту підтверджена цим комітетом, то застосовується стандарт ДСТУ ISO;

– якщо є діючий стандарт ISO, але він не прийнятий в Україні як національний, тоді приймається оригінал стандарту ISO;

– якщо відсутній стандарт ISO, тоді приймаються стандарти ГОСТ міждержавного значення.

Оскільки на сьогодні в Україні не існує доступних стандартних методик або процедур калібрування, лабораторія розроблювала власну процедуру на основі стандартного методу з урахуванням вимог вищевказаних міжнародних або національних документів в галузі калібрування.

З метою підтвердження придатності розробленої лабораторією процедури перед тим, як приступити до калібрування, лабораторія приймала участь в декількох раундах міжлабораторних порівнянь. Позитивні результати раундів є доказом придатності розробленої процедури.

У випадку, коли лабораторія використовуватиме новий метод, слід використовувати стандартний метод перед тим, як приступити до калібрування чи визнання нового методу.

Простежуваність. В процесі калібрування електронних вагів лабораторія забезпечує простежуваність результатів вимірювань. Під простежуваністю калібрування мається на увазі, що калібрування еталонів маси проводять в Словацькому метрологічному інституті, який забезпечує прив'язку результатів калібрування шляхом діючого калібрувального ланцюга (з відомою невизначеністю) до міжнародних еталонів.

Для калібрування вагів загального призначення 2-го класу необхідно використовувати набір еталонів маси класу E2, для вагів загального призначення 3-го та 4-го класу – класу F1 (ДСТУ OIML R 111-1:2008) [9]. Загальні технічні умови гирок описані в [10]. Відповідно до вимог [1] набір еталонних мас повинен мати дійсне свідоцтво про калібрування з указанням дійсного значення маси (відхилення маси), похибки або невизначеності.

Процедура калібрування вагів. Процедура калібрування вагів складається з наступних операцій по визначенню метрологічних характеристик:

- визначення повторюваності (стабільності) показів вагів;
- визначення впливу ексцентриситету завантаження чаші (складової невизначеності від розташування вантажу на платформі);
- контроль варіації показів (гістерезис);
- калібрування шкали – визначення похибки показів вагів.

Визначення повторюваності здійснюється повторним завантаженням та розвантаженням однієї і тієї ж самої гирі з одночасним записом показів вагів при завантаженні і показів після розвантаження (нульового розвантаження). Оскільки ваги не працюють при постійному завантаженні, повторюваність доцільно вимірювати при різних навантаженнях, включаючи максимальне. Багато вагів налаштовані таким чином, що їх відтворюваність буде кращою, ніж значення однієї цифрової позначки, що призведе до нульового стандартного відхилення. В такому випадку приймають, що стандартне відхилення рівне $d/\sqrt{3}$, d – ціна поділки. У випадку ненульового значення стандартного відхилення, повторюваність виражається у вигляді стандартного відхилення отриманих результатів $s_{\text{повт.}}$. Значення $s_{\text{повт.}}$ не повинне перевищувати значення, вказаного виробником в технічній документації. Під час повірки/калібрування стандартне відхилення повинне бути менше, аніж вказане в ГОСТ 24104-2001 для відповідного класу вагів.

Процедура визначення повторюваності наступна:

- 1) занулити ваги та записати покази вагів (значення на дисплеї) $I(0)$;
- 2) покласти гиру, за допомогою якої проводяться випробування з масою m на чашу та записати покази вагів $I(m)$;
- 3) повторити цю процедуру та записати 10 значень показів вагів $I(m)_i$, $i=1..10$ з однією і тією ж гиру;
- 4) кожне вимірювання закінчувати записом показів вагів при нульовому завантаженні $I(0)_i$;
- 5) протягом вимірювань шкала не зануляється (не тарується).

Визначення складової невизначеності від розташування контрольного вантажу на платформі вагів здійснюється при навантаженні вагів гирами масою близько 30%...50% від номінальної границі зважування (НГЗ) вагів. Контрольний вантаж слід розташовувати спочатку в центрі платформи, а потім як показано на рис. 1 (залежно від виду платформи).

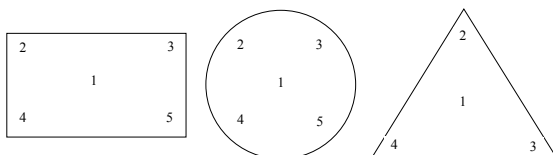


Рис. 1. Послідовність розташування вантажу залежно від форми платформи вагів

Гирі слід розташовувати так, щоб краї гирі торкалися країв платформи. Не рекомендується гиру вклати з провисанням з краю платформи.

Складову невизначеності визначають як мак-

симальну різницю між показами вагів при навантаженні m_{ex} в центрі і на краях платформи.

При калібруванні різниця між показами вагів від розташування навантаження в середині і на краю чаші не повинна бути більшою, ніж допустима похибка вагів даного класу.

Явище гістерезиса. Гарно юстовані ваги, змонтовані правильним чином при експлуатації не повинні показувати гістерезис більший, ніж ± 1 молодшої поділки. Якщо ваги мають більший гістерезис, необхідно їх юстувати або лагодити. Гістерезис необхідно контролювати декілька разів протягом усього періоду експлуатації вагів. Контроль показів вагів проводиться з поступовим збільшенням (5-10 значень навантаження), а потім зменшенням навантаження вагів у всьому діапазоні. Мірою варіації (гістерезиса) є різниця показів вагів з однаковим навантаженням. При калібруванні/повірці різниця між показами вагів при підвищенні навантаження і показами вагів при зниженні навантаження не повинна бути більшою, ніж $\pm d$.

Калібрування шкали. Складову невизначеності показів вагів, оцінену за типом А (σ_A), визначають в декількох (до десяти) точках шкали. Точки шкали вибирають приблизно рівномірно у вимірювальному діапазоні із урахуванням еталонів маси, які є в наявності. Отримане при повірці/калібруванні значення складової невизначеності не повинне перевищувати значення $s_{\text{повт.}}$ отримане про оцінюванні повторюваності.

Згідно рекомендацій керівництва [5], температура t , тиск P та відносна вологість повітря h змінюються протягом калібрування вагів, що спричиняє зміну щільності повітря, і, отже, зміну виштовхувальної сили, що діє на гиру. Цей ефекти слід враховувати як корекцію на виштовхувальну силу для вагів 2-го класу:

$$m_i^* = m_i \frac{(\rho_{\text{ет}} - \rho_{\text{в}})}{(\rho_{\text{ет}} - \rho_0)}$$

де m_i – дійсне значення маси еталона; $\rho_{\text{ет}}$ – щільність матеріалу еталона; ρ_0 – умовна щільність повітря = $1,2 \text{ кг/м}^3$; $\rho_{\text{в}}$ – щільність повітря навколишнього середовища, оцінена за формулою:

$$\rho_{\text{в}} = \frac{0,34848P - 0,009h \cdot e^{0,061t}}{273,15 + t}$$

Якщо значення щільності матеріалу еталона та невизначеність щільності матеріалу еталона $u_{\rho_{\text{ет}}}$ не наведені в сертифікаті (паспорті) на еталон, ці значення приймають з таблиці [4 appendix E1] (табл. 1).

Комбінована невизначеність розраховується для кожної точки діапазону зважування, що калібрується, вона визначається сумою всіх складових невизначеності:

$$u_C = \sqrt{(u_A)^2 + (u_{ex})^2 + (u_B)^2 + (u_d)^2},$$

де u_A – невизначеність типу А калібрування шкали;
 u_{ex} – невизначеність ексцентриситету; u_B –
 невизначеність типу В калібрування шкали; u_d –
 невизначеність, зумовлена ціною поділки.

Таблиця 1

Щільність матеріалу еталона та її невизначеність

Сплав/матеріал	Гадана щільність ρ , кг/м ³	Стандартна невизначеність, u_ρ , кг/м ³
Мельхіор (nickel silver)	8600	85
Латунь (brass)	8400	85
Нержавіюча сталь (stainless steel)	7950	70
Вуглецева сталь (carbon steel)	7700	100
Залізо (iron)	7800	100
Чавун (білий) (cast iron (white))	7700	200
Чавун (сірий) (cast iron (grey))	7100	300
Алюміній (aluminium)	2700	65

Невизначеність, зумовлену ціною поділки оцінюють виходячи з того, що в рамках однієї поділки d може бути таке завантаження вагів, яка постійно визначеності показами вагів. Для даної складової передбачається рівномірний закон розподілу:

$$u_d = d / 2\sqrt{3}.$$

За методикою закон розподілу сумарної невизначеності приймається гауссівським у зв'язку з тим, що наявна велика кількість складових невизначеності. Коефіцієнт покриття $k(\gamma)$ для гауссівського закону та довірчої ймовірності $\gamma = 0,95$ приймається рівний 2. Тоді значення розширеної стандартної невизначеності калібрування:

$$U_C = 2u_C.$$

Виміряні метрологічні характеристики наводяться в сертифікаті калібрування.

Приклад. Нижче наведені результати калібрування вагів ОНАУС модифікації SPU 202, клас точності вагів по ГОСТ 24104-88 – 4, середньоквадратичне відхилення (СКВ)– 0,005 г, межі допустимої похибки $\pm 0,015$ г, дискретність відліку – 0,01 г ($u_d = 2,89$ мг), НГЗ=200 г, найменша границя зважування =0,02 г.

Параметри навколишнього середовища знаходилися в межах, встановлених для калібрування вагів 4-го класу точності.

Калібрування проводилося з використанням набору еталонів класу Е2 по ДСТУ ГОСТ 7328:2003. Вихідні дані набору еталонів наведені в табл. 2.

1. Перевірка повторюваності реалізована при половинному завантажуванні вагів (НГЗ/2). Маса еталону становила 100 г. Результати перевірки повторюваності при десяти значеннях показів вагів наведені в табл. 3.

Таблиця 2

Вихідні дані набору еталонів

Номинальна маса, г	1	20	50	100	200
Допустима похибка, \pm мг	0,03	0,08	0,10	0,15	0,30
Дійсна маса, г	0,9999	20,0002	50,0000	99,9999	199,9999
Невизнач. u_B , мг	0,007	0,018	0,022	0,033	0,066

Таблиця 3

Результати перевірки повторюваності

№	Покази вагів			
	I(0)	I(m)	I(0)	$\Delta I(m)$
1	0,00	100,01	0,01	100,01
2	0,01	100,01	0,00	100,01
3	0,00	100,01	0,00	100,01
4	0,00	100,00	0,00	100,00
5	0,00	100,01	0,01	100,01
6	0,01	100,01	0,00	100,01
7	0,00	100,00	0,00	100,00
8	0,00	100,01	0,00	100,01
9	0,00	100,01	0,00	100,01
10	0,00	100,01	0,00	100,01

Розраховане значення $s_{повт}$ склало 0,004 мг.

2. Визначення складової від розташування вантажу на платформі (маса еталону 100 г) проводилося в п'яти точках (рис.1). Максимальна різниця становила $\Delta_{ex} = 0,01$ г.

3. Контроль варіації показів (гістерезис). Максимальне значення різниці показів вагів з однаковим навантаженням склало 0,007 г.

4. Калібрування. Калібрування проводилося для дев'яти точок шкали. В табл. 4 наведено усереднене (по 5-ти результатам) значення показів вагів $\bar{I}(m)$. Максимальні значення розрахованих величин, що наводяться в сертифікаті, виділені жирним.

Висновки

Розробка процедури калібрування вагів з оцінюванням невизначеності калібрування є важливим елементом в забезпеченні простежуваності результатів вимірювань, що виконують хіміко-аналітичні лабораторії, особливо після закінчення перехідного періоду з забезпечення простежуваності.

Усереднене (по 5-ти результатам) значення показів вагів

Значення навантаження /номінальна маса еталонів, г	$\bar{I}(m)$, г	Похибка показів $\Delta I(m)$, мг	Стандартна невизначеність u_A , мг	Стандартна невизначеність u_B , мг	Комбінована невизначеність u_C , мг	Розширена невизначеність U , мг
1 / 1,0001	0,9960	-4,00	3,43	2,89	4,48	8,97
20 / 20,0001	19,9960	-4,00	3,43	2,89	4,48	8,97
50 / 49,9998	49,9980	-2,00	2,80	2,89	4,02	8,05
70 / 20,001; 49,9998	69,9980	-2,00	2,80	2,89	4,02	8,05
100 / 100,0003	100,0060	6,00	3,43	2,89	4,48	8,97
120 / 20,0001; 100,0003	119,9980	-2,00	2,80	2,89	4,02	8,05
150 / 49,9998; 100,0003	149,9980	-2,00	2,80	2,89	4,02	8,05
170 / 20,0001; 49,9998; 100,0003	170,0000	0,00	0,00	2,89	2,89	5,78
200 / 200,0010	199,9980	-2,00	2,80	2,89	4,02	8,05

Список літератури

1. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/ IEC 17025:2005IDT) : ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. – [Чинний від 2006-12-27]. – К.: Держспоживстандарт України, 2007. – 26 с. – (Національний стандарт України).
2. Системи управління якістю. Вимоги (ISO 9001:2008, IDT): ДСТУ ISO 9001: 2009. – [Чинний від 2009-06-22]. – К.: Держспоживстандарт України, 2009. – 26 с. – (Національний стандарт України).
3. OIML R 76-1:2006. International recommendation. Non-automatic weighing instruments. Part 1: Metrological and technical requirements. – Tests Edition, 2006. – 144 p.
4. OIML R 76-2:2007. International recommendation. Non-automatic weighing instruments. Part 2: Test report format. – Tests Edition, 2007. – 62 p.
5. Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments. Calibration guide: EURAMET/cg-18/v.02.1. – English version. – EURAMET, September 2010. – 84 p. – (e.V.).
6. Guide to calibration: G7-89. – OIML, August 1989. – 76 p.
7. Весы лабораторные. Общие технические требования: ГОСТ 24104-2001. – [Действителен от

24.05.2001]. – ИПК «Издательство стандартов», 2002; Стандратринформ. – 2007. – 5 с. – (Межгосударственный стандарт).

8. Государственная система обеспечения единства измерений. Весы лабораторные образцовые и общего назначения. Методика поверки : ГОСТ 8.520-84. [Действителен от 01.01.1986]. – ИПК «Издательство стандартов». – 1985. – 30 с. – (Межгосударственный стандарт).

9. Гирі класів точності E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 і M3. Частина 1. Загальні технічні вимоги та методи випробування (OIML R 111-1:2004, IDT): ДСТУ OIML R 111-1:2008. – [Чинний від 2010-01-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2010. – 72 с.

10. Гирі. Загальні технічні умови (ГОСТ 7328-2001, IDT) : ДСТУ ГОСТ 7328-2003. – [Чинний від 2006-12-27]. – К.: Держспоживстандарт України, 2007. – 26 с. – (Національний стандарт України).

Надійшла до редколегії 10.01.2012

Рецензент: д-р техн. наук проф. Л.М. Щербак, Національний авіаційний університет, Київ, країна.

КАЛИБРОВКА ВЕСОИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ В ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ

Н.В. Грюнвальд, В.С. Еременко, В.М. Мокийчук, О.В. Самойличенко

В статье рассмотрены методические и организационные аспекты калибровки электронных весов в химико-аналитических лабораториях. Проанализированы основные требования международных нормативных документов, предложен бюджет неопределенности для разработанной процедуры калибровки, рассмотрены отдельные его составляющие. Приведен пример оценивания неопределенности при калибровке электронных весов OHAUS.

Ключевые слова: аккредитация, калибровка, масса, весы, эталон, прослеживаемость, неопределенность.

CALIBRATION OF WEIGHTING INSTRUMENTS IN CHEMICAL-ANALYSIS LABORATORIES

N.V. Grunvald, V.S. Yeremenko, V.M. Mokiichuk, O.V. Samoilichenko

The methodological and organization aspects of an electronic weighting instruments calibration in chemical-analysis laboratories are discussed. The main requirements of national and international normative documents were examined. Uncertainty budget for developed calibration procedure were given, several of its components were scrutinized. The estimation of uncertainty while calibration of an electronic weighting instrument OHAUS was cited as an example.

Keywords: accreditation, calibration, mass, weighting instrument, standard, traceability, uncertainty.