ΠΙΣΤΟΠΟΙΗΤΙΚΑ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗΣ ΜΗ ΑΥΤΟΜΑΤΩΝ ΖΥΓΩΝ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΑΒΕΒΑΙΟΤΗΤΑΣ ΤΗΣ ΖΥΓΙΣΗΣ ΚΑΤΑ ΤΗ ΧΡΗΣΗ

Τ. Τογκαλίδου
Αν. Τσόχα 16, 11521, Αθήνα, Γενικό Χημείο του Κράτους, Β΄ Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Εργαστήριο Πρώτων Υλών και Βιομηχανικών Προϊόντων
e-mail:t.togkalidou@gcsl.gr

Περίληψη Εργασίας

Στο πιστοποιητικό διακρίβωσης των μη αυτόματων ζυγών παρέχεται από τις υπηρεσίες διακρίβωσης η προσέγγιση σφάλματος ένδειξης ζυγού, και η αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης ζυγού κατά τη διακρίβωση. Η αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση συνήθως δίνεται υπό περιορισμένο εύρος διακύμανσης συνθηκών (διακύμανση περιβαλλοντικών συνθηκών κατά την ημέρα διακρίβωσης, τρόπος φόρτισης τους ζυγού πάντα στο κέντρο) που δεν καλύπτουν το πλήρες εύρος χρήσης του ζυγού. Ο χρήστης του ζυγού θα πρέπει να διαμορφώσει κατάλληλη σχέση για την αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση με βάση το πιστοποιητικό διακρίβωσης λαμβάνοντας υπό όψιν τη διακύμανση των παραγόντων που επηρεάζουν τη μέτρηση στον εργαστηριακό χώρο για την περίοδο που αναμένεται να χρησιμοποιηθεί η σχέση καθώς και πληροφορίες για την ολίσθηση του οργάνου κατά τη χρήση.

Στην παρούσα εργασία εξετάζονται τρία πιστοποιητικά διακρίβωσης που έχουν εκδοθεί για τον ίδιο ζυγό σε τρεις διαδοχικές τακτικές διακριβώσεις του οργάνου, και αρχικά αξιολογείται η διαδικασία διακρίβωσης του οργάνου. Με βάση τις μετρολογικές επιδόσεις του οργάνου προσδιορίζονται οι σχέσεις για την προσέγγιση σφάλματος ένδειξης ζυγού, και την αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης ζυγού και συγκρίνονται με τις δοθείσες στα πιστοποιητικά. Προσδιορίζεται επίσης και η αβεβαιότητα ζύγισης με διακύμανση παραγόντων όπως κατά την ημέρα της διακρίβωσης και συγκρίνεται με τη δοθείσα στα πιστοποιητικά, Προσδιορίζεται επίσης και η αβεβαιότητα ζύγισης λαμβάνοντας υπό όψιν ευρύτερη διακύμανση συνθηκών και συγκρίνεται με την αβεβαιότητα ζύγισης για την διακύμανση παραγόντων κατά την ημέρα της διακρίβωσης. Επίσης, προσδιορίζεται το ελάχιστο βάρος που είναι το βάρος που δίνει ένδειξη ζυγού άνω της οποίας επιτυγχάνεται σχετικό σφάλμα ζύγισης μικρότερο από προκαθορισμένη ανοχή καθώς και τα όρια αποδοχής των προτύπων σταθμών ελέγχου του τακτικού ελέγχου του οργάνου χρησιμοποιώντας κάθε μία από τις δύο σχέσεις.

Για λόγους χρηστικότητας και σύγκρισης των επιδόσεων που βεβαιώνονται στα πιστοποιητικά διακρίβωσης ο χρήστης θα πρέπει να ζητεί να δίνεται η αβεβαιότητα της ένδειξης του ζυγού κατά τη χρήση για διευρυμένο εύρος μετρολογικών συνθηκών (περιβαλλοντικές συνθήκες, συνήθης πρακτικές ζύγισης, φθορά του οργάνου). Οι φορείς διακρίβωσης θα πρέπει να ακολουθούν διεθνώς αναγνωρισμένες Οδηγίες διακρίβωσης για λόγους συγκρισιμότητας αλλά και εγκυρότητας των επιδόσεων που βεβαιώνονται.

Λέξεις-Κλειδιά: Διακρίβωση μη αυτόματων ζυγών, προσδιορισμός ελαχίστου βάρους, προσδιορισμός ορίων ανοχής σταθμών ελέγχου

Abstract

Calibration certificates of non-automatic weighing instruments provided by calibration laboratories report an estimate of the error of indication and also the expanded uncertainty of the indication error. The uncertainty of a weighing result is usually reported for a restrained variation of conditions of usage (the variation on the temperature and humidity conditions on the calibration day, and loading always on the centre) that do not cover the variation of conditions during normal usage.

The user of the instrument should form appropriate estimates for the uncertainty of the weighing result taking into account the estimate of the error of indication and also the expanded uncertainty of the indication error reported in certificate, the full range of variation of the conditions that may affect the measurement, and also the drifting of the instrument due to wearing.

In the present study three calibration certificates that have been issued for the same weighing device during three consecutive regular calibrations are examined, and the calibration procedure is compared with the proposed in Euramet calibration guide. The resulting metrological performance measures are used to form the estimate of the error of indication and the uncertainty of the indication error which are then compared with those reported in the certificates. The uncertainty of weighing result during normal use for the conditions on the day of calibration is also estimated and compared with those reported on the certificates. The uncertainty of weighing result during normal use for the complete range of variation of conditions in laboratory is also estimated and compared to the uncertainty of weighing result during normal use for the conditions on the day of calibration. The minimum weight for achieving a specified relative accuracy of weighing and the upper and lower values for the weighing indication of the standard weighs that are used for the regular operation check of the instrument is also estimated.

For applicability and comparability reasons the user of the instrument should request that the calibration certificates report the uncertainty of weighing result during normal use for the complete range of variation of conditions in laboratory, by providing the appropriate information, the laboratory practice, and previous calibration certificates. The calibration laboratories should perform the calibration adhering to internationally recognized guidelines for comparability of the certificates and assuring the validity of the metrological performances ascertained.

Keywords: calibration of non-automatic weighing instrument, calibration certificates, minimum weigh, acceptance range of indication of standard loads

1. Εισαγωγή

Οι υπηρεσίες διακρίβωσης των μη αυτόματων ζυγών ακολουθούν τυποποιημένες διαδικασίες λειτουργίας που είναι σύμφωνες με την εν ισχύ Οδηγία της EURAMET Calibration Guide No. 18 «Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments». Οι υπηρεσίες διακρίβωσης παρέχουν το πιστοποιητικό διακρίβωσης του ζυγού στο οποίο δίνεται η προσέγγιση σφάλματος ένδειξης ζυγού, και η αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης ζυγού κατά τη διακρίβωση.

Ο χρήστης του ζυγού με βάση το πιστοποιητικό διακρίβωσης θα πρέπει να προσδιορίσει τη σχέση της αβεβαιότητας ζύγισης κατά τη συνήθη χρήση. Στη συνήθη πρακτική και

σύμφωνα με την Οδηγία της EURAMET Calibration Guide No. 18 προς διευκόλυνση του χρήστη στα πιστοποιητικά διακρίβωσης των ζυγών, μπορεί να δίνεται και η αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη χρήση του οργάνου, με ειδική αναφορά στις συνθήκες για την οποία ισχύει. Η αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση και οι συνθήκες για τις οποίες ισχύει πρέπει να επισυνάπτονται στο πιστοποιητικό ως παραρτήματα και δεν πρέπει να αποτελούν μέρος του κυρίως πιστοποιητικού.

Η υπηρεσία διακρίβωσης του ζυγού συνήθως παρέχει την αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη χρήση για τη διακύμανση παραγόντων κατά την ημέρα της διακρίβωσης, ενώ ο χρήστης θα πρέπει να διαμορφώσει τη σχέση για την αβεβαιότητα ζύγισης για διακύμανση των παραγόντων που επηρεάζουν τη ζύγιση σε μεγαλύτερο εύρος, λαμβάνοντας υπό όψιν και την ενδεχόμενη ολίσθηση του οργάνου.

Η αβεβαιότητα ζύγισης είναι κρίσιμη προκείμενου να αξιολογείται η συνεισφορά της ζύγισης στον προσδιορισμό της συνολικής αβεβαιότητας των εργαστηριακών προσδιορισμών. Επίσης από την αβεβαιότητα ζύγισης προκύπτει το ελάχιστο βάρος που είναι το βάρος που δίνει ένδειξη ζυγού άνω της οποίας επιτυγχάνεται σχετικό σφάλμα ζύγισης μικρότερο από προκαθορισμένη ανοχή, προκειμένου να προσδιορίζεται η καταλληλότητα του ζυγού στον έλεγχο και τις διακριβώσεις του ογκομετρικού εργαστηριακού εξοπλισμού. Επίσης η αβεβαιότητα ζύγισης είναι κρίσιμη για τον τακτικό έλεγχο της ορθής λειτουργίας του οργάνου με τη χρήση πρότυπων σταθμών και της διαμόρφωσης ορίων αποδοχής της ένδειξής τους.

2. Μεθοδολογία

Στην παρούσα εργασία εξετάζονται τρία πιστοποιητικά διακρίβωσης που έχουν εκδοθεί για τον ίδιο ζυγό σε τρεις διαδοχικές τακτικές διακριβώσεις του οργάνου, και αρχικά αξιολογείται η διαδικασία διακρίβωσης του οργάνου. Συγκρίνεται η διαδικασία διακρίβωσης σε σχέση με την προτεινόμενη στον Οδηγό της Euramet. Με βάση τις μετρολογικές επιδόσεις του οργάνου που δίνονται στο πιστοποιητικό προσδιορίζονται οι σχέσεις για την προσέγγιση σφάλματος ένδειξης ζυγού, και την αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης ζυγού και συγκρίνονται με τις δοθείσες στα πιστοποιητικά. Προσδιορίζεται και η αβεβαιότητα ζύγισης για τη διακύμανση παραγόντων κατά την ημέρα της διακρίβωσης και συγκρίνεται με τη δοθείσα στα πιστοποιητικά. Προσδιορίζεται επίσης και η αβεβαιότητα ζύγισης λαμβάνοντας υπό όψιν ευρύτερη διακύμανση συνθηκών (περιβαλλοντικές συνθήκες, συνήθης πρακτικές ζύγισης, φθορά του οργάνου) και συγκρίνεται με την αβεβαιότητα ζύγισης για τη διακύμανση παραγόντων κατά την ημέρα της διακρίβωσης.

Επίσης, προσδιορίζεται το ελάχιστο βάρος για να επιτυγχάνεται προκαθορισμένο σχετικό σφάλμα ζύγισης κάνοντας χρήσης και των δύο σχέσεων για την αβεβαιότητα ζύγισης.

Επίσης προσδιορίζονται τα όρια αποδοχής της ένδειξης των προτύπων σταθμών που χρησιμοποιούνται για τον τακτικό έλεγχο του οργάνου χρησιμοποιώντας κάθε μία από τις δύο σχέσεις.

2.1 Αξιολόγηση διαδικασίας διακρίβωσης, επιλογή προτύπων βαρών ελέγχου για τη διακρίβωση του οργάνου

Ο ζυγός που διακριβώνεται έχει την ακόλουθη περιγραφή. Πρόκειται για ζυγό 4 δεκαδικών με διακριτική ικανότητα $d = 0.1\text{mg}$ και μέγιστο φορτίο ζύγισης $Max = 220\text{g}$, που έχει ενσωματωμένο μηχανισμό βαθμονόμησης με πρότυπα φορτία, με συντελεστή θερμικής ολίσθησης $K_T = 2.5 \cdot 10^{-6}/°K$ και μηχανισμό αυτορρύθμισης (fully automatic

internal adjustment) που ενεργοποιείται όταν ανιχνεύεται μεταβολή θερμοκρασίας μεγαλύτερη από ένα κατώφλι ενεργοποίησης (trigger threshold) $\Delta T_{\text{trig}} = 3℃$.

Τρεις φορείς διακρίβωσης παρείχαν τρία πιστοποιητικά διακρίβωσης σύμφωνα με το πρόγραμμα διακριβώσεων του εργαστηρίου για το 2014, 2016 και 2017. Οι φορείς διακρίβωσης εφάρμοσαν εσωτερική οδηγία για τη διαδικασία διακρίβωσης η οποία όπως δηλώνεται στο πιστοποιητικό είναι σύμφωνη με την Οδηγία της EURAMET (Euramet Galibration Guide 18 , version 3, για την περίπτωση του πιστοποιητικού που εκδόθηκε το 2014, version 4 για τα πιστοποιητικά διακρίβωσης του 2016 και 2017) (στο εξής θα αναφέρεται ως Οδηγία). Για όλες τις διακριβώσεις χρησιμοποιήθηκαν σταθμά της μετρολογικής κλάσης Ε2. Στο πιστοποιητικό καταγράφηκαν οι συνθήκες στον εργαστηριακό χώρο (θερμοκρασίας, υγρασίας, και ατμοσφαιρικής πίεσης).

Στον παρακάτω πίνακα φαίνονται τα βάρη L_{T} που προτείνονται στον οδηγό διακρίβωσης καθώς και τα βάρη ελέγχου που επιλέχθηκαν για κάθε πιστοποιητικό και μετρολογική επίδοση των ζυγών.

Πίνακας 1 Φορτία για τον έλεγχο των μετρολογικών επιδόσεων του ζυγού

	Φορτία ελέγχου για το σφάλμα ένδειξης (g)	Φορτία για το σφάλμα ένδειξης με απόβαρο (g)	Φορτίο για έλεγχο επαναληψιμότητας (g)	Φορτίο για έλεγχο εκκεντρότητα (g)
Οδηγία c.g.18 Euramet	0 / 55 / 110 / 165 / 220 (με απόκλιση μέχρι 22)		$110 < L_{\text{T}} < 220\text{g}$	$L_{\text{ecc}} > 73$
2017	0.01 / 5 / 20/ 50 / 100 / 200	απόβαρο: 0 / 5 / 20/ 50 φορτίο: 10	100	200
2016	0 / 5 / 50 / 100 / 150 / 220	απόβαρο: 0 / 5 / 20 / 50 φορτίο: 20	200	100
2014	0.1 / 0.2 / 0.5 / 55 / 110 / 160 / 220	απόβαρο: 50 φορτίο: 55 / 110	100	50

Τα φορτία που πρέπει να επιλεγούν σύμφωνα με την Οδηγία για να προσδιορισθεί το σφάλμα ένδειξης θα πρέπει να κατανέμονται ομοιόμορφα στο εύρος ζύγισης και όταν πρόκειται για 5 φορτία ελέγχου αυτά να είναι: 0 ή το ελάχιστο βάρος, $0.25Max$, $0.5Max$, $0.75Max$, Max. Τα φορτία ελέγχου μπορούν να αποκλίνουν από τις προτεινόμενες τιμές μέχρι $0.1Max$ και η διαφορά μεταξύ διαδοχικών φορτίων ελέγχου να είναι μεγαλύτερη από $0.2Max$. Τα φορτία ελέγχου για τον ζυγό θα έπρεπε να είναι 0, 55, 110, 165 και 220g με απόκλιση μέχρι 22g από τα προτεινόμενα και δύο διαδοχικά φορτία ελέγχου να διαφέρουν περισσότερο από 44g. Παρατηρούμε ότι δεν τηρήθηκε η Οδηγία σε κανένα πιστοποιητικό διακρίβωσης.

Ειδικά, για τον έλεγχο της επαναληψιμότητας προτείνεται από την Οδηγία φόρτιση $0.5Max < L_{\text{T}} < Max$. Παρατηρούμε ότι μόνο ο φορέας διακρίβωσης του 2016 τηρεί τον κανόνα. Ειδικά για την εκκεντρότητα σύμφωνα με την Οδηγία το φορτίο ελέγχου θα πρέπει να είναι $L_{\text{ecc}} > Max/3 = 73\text{g}$. Στο πιστοποιητικό του 2014 δεν τηρείται η Οδηγία.

Οι μετρολογικές επιδόσεις του ζυγού που φαίνονται στον παρακάτω πίνακα ως προς την επαναληψιμότητα και εκκεντρότητα δεν είναι στατιστικά όμοιες.

Πίνακας 2 Μετρολογικές επιδόσεις στα τρία πιστοποιητικά του ζυγού

	Επαναληψιμότητα (g)	Εκκεντρότητα (g)
2017	4.1E-05	1.50E-03
2016	8.2E-05	1.10E-03
2014	5.2E-05	1.00E-04

2.2 Σφάλμα ένδειξης και αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης ζυγού.

Με χρήση των παραπάνω μετρολογικών επιδόσεων, και των ενδείξεων I των φορτίων ελέγχου κατά τη διακρίβωση για τον προσδιορισμό του σφάλματος της ένδειξης R του ζυγου, $E(R)$, προκύπτουν και καταγράφονται στα πιστοποιητικά η εκτίμηση του σφάλματος ένδειξης $E_{\text{appr}}(R)$ και η αβεβαιότητα του σφάλματος ένδειξης $U(E_{\text{appr}})$. Οι δύο σχέσεις διαμορφώνονται ως ακολούθως. Για κάθε φορτίο ελέγχου προσδιορίζεται το τυπικό σφάλμα ένδειξης με τη συνεισφορά κάθε πηγής αβεβαιότητας: από τη διακριτική ικανότητα του ζυγού, από την αβεβαιότητα του βάρους των σταθμών ελέγχου (που προκύπτει από το πιστοποιητικό των πρότυπων σταθμών ελέγχου, την επίδραση της άνωσης, την ολίσθηση των πρότυπων σταθμών λόγω χρήσης, των φαινόμενων συναγωγής λόγω θερμοκρασιακών διαφορών των προτύπων σταθμών με το χώρο του ζυγού), την επίδραση της επαναληψιμότητας του ζυγού, και την επίδραση από έκκεντρη φόρτιση λόγω απόκλισης του κέντρου βάρους του φορτίου από το κέντρο του ζυγού.

Οι συνεισφορές στην αβεβαιότητα μπορούν να ομαδοποιηθούν σε δύο όρους α για τις απόλυτες τυπικές αποκλίσεις και β για τις σχετικές τυπικές αβεβαιότητες, και τότε η διακύμανση του σφάλματος ένδειξης για κάθε πρότυπο σταθμό που ελέγχεται κατά τη διακρίβωση δίνεται από τη σχέση: $u^2(E) = \alpha^2 + \beta^2 I^2$. Επίσης το σφάλμα ένδειξης σε κάθε σημείο προσεγγίζεται με προσαρμογή γραμμικής σχέσης $E_{\text{appr}}(R) = a_1 R$ μεταξύ του σφάλματος ένδειξης και της ένδειξης. Ελέγχεται η ορθότητα της επιλογής της προσέγγισης σε σχέση με των αριθμό των πειραματικών δεδομένων προσδιορίζοντας τους βαθμούς ελευθερίας.

Με προσαρμογή ελαχίστων τετραγώνων προκύπτει ο συντελεστής a_1. Επίσης χρησιμοποιείται η σχέση $u^2(E_{\text{appr}}) = {a_1}^2 u^2(R) + u^2(a_1)R^2$

όπου $u^2(R) = {d_0}^2/12 + {d_L}^2/12 + s^2(R) + u_{rel}^2(\delta R_{\text{ecc}})R^2$, d_0 και d_L είναι η διακριτική ικανότητα του ζυγού χωρίς και με φόρτιση, $s^2(R)$ η επαναληψιμότητα του ζυγού και $u_{rel}^2(\delta R_{\text{ecc}})$ είναι η σχετική αβεβαιότητα από την έκκεντρη φόρτιση.

Η σχέση για την προσέγγιση της διακύμανσης $u^2(E_{\text{appr}})$ του σφάλματος της ένδειξης του ζυγού που είναι διωνυμική υφίσταται επιπλέον προσέγγιση ως γραμμική σχέση με προσαρμογή μεταξύ του ελάχιστου και του μέγιστου φορτίου του ζυγού.

Προσδιορίζονται λοιπόν σύμφωνα με τα παραπάνω η προσέγγιση του σφάλματος της ένδειξης του ζυγού $E_{\text{appr}}(R)$, και η διακύμανση του σφάλματος ένδειξης $u^2(E_{\text{appr}})$, καθώς και η εκτεταμένη αβεβαιότητα $U(E_{\text{appr}})$ με γραμμική προσέγγιση του σφάλματος ένδειξης του ζυγού (και συντελεστή κάλυψης k=2) και καταγράφονται στον πίνακα που ακολουθεί.

Πίνακας 3 Προσέγγιση σφάλματος ένδειξης $E_{\text{appr}}(R)$, αβεβαιότητα σφάλματος ένδειξης $u^2(E_{\text{appr}})$και διευρυμένη γραμμική προσέγγιση της αβεβαιότητας σφάλματος ένδειξης (συντελεστής κάλυψης k=2) $U(E_{\text{appr}})$

	$E_{\text{appr}}(R) = a_1 R$	$u^2(E_{\text{appr}}) = c_1 + c_2 R^2$		$U(E_{\text{appr}}) = d_1 + d_2 R$	
Ημερομηνία	a_1	c_1	c_2	d_1	d_2
2017	1,464E-06	7,146E-21	2,472E-12	1.691E-10	3.145E-06
2016	2,724E-06	6,266E-20	2,826E-12	5.006E-10	3.362E-06
2014	2,380E-06	2,454E-20	1,227E-12	3.133E-10	2.215E-06

Οι σχέσεις που προσδιορίζονται στην παρούσα εργασία αναπαράγουν επιτυχώς τις σχέσεις που δίνονται στα πιστοποιητικά για τη διακρίβωση για το 2016 και το 2017. Στο πιστοποιητικό του 2014 παραλείπεται η δήλωση της αβεβαιότητας του σφάλματος ένδειξης του ζυγού.

2.3 Αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση για την ημέρα της βαθμονόμησης και κατά τη συνήθη χρήση.

Στα πιστοποιητικά διακρίβωσης εκτός από την προσέγγιση του σφάλματος ένδειξης του ζυγού, και την αβεβαιότητα του σφάλματος ένδειξης του ζυγού μπορεί να δίνονται σχέσεις για την αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη συνήθη χρήση του οργάνου. Συνήθως δίνεται η αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη χρήση για τη διακύμανση και για τους χειρισμούς κατά την ημέρα της βαθμονόμησης. Σε κάθε περίπτωση οι σχέσεις αυτές δίνονται για τη διευκόλυνση του χρήστη, και σύμφωνα με την Οδηγία δεν πρέπει να αποτελούν μέρος του πιστοποιητικού. Παρατηρούμε ότι στα δύο πιστοποιητικά του 2016 και 2014 η αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη χρήση που δηλώνεται δεν διαχωρίζεται από το πιστοποιητικό (π.χ. δε δίνεται σε ξεχωριστό παράρτημα όπως στην περίπτωση του πιστοποιητικού του 2017), αλλά βρίσκεται εντός του πιστοποιητικού.

Για την αβεβαιότητας της ζύγισης κατά τη συνήθη χρήση του οργάνου θα πρέπει να συνυπολογιστούν οι συνιστώσες τις αβεβαιότητας που μπορεί να επηρεάσουν τη ζύγιση και δεν έχουν ληφθεί υπό όψιν κατά τον προσδιορισμό της αβεβαιότητας ένδειξης, λόγω μεγαλύτερου εύρους διακύμανσης των περιβαλλοντικών συνθηκών και διαφορετικής πρακτικής στον τρόπο χειρισμού του οργάνου, αλλά και για να ληφθούν υπό όψιν φαινόμενα από την ολίσθηση του οργάνου κατά τη χρήση.

Τότε η ζύγιση W σε σχέση με τη ζύγιση W^* κατά τη διακρίβωση διαμορφώνεται ως εξής: $W = W^* + \delta R_{\text{instr}} + \delta R_{\text{proc}}$ όπου δR_{instr} εκπροσωπεί την αβεβαιότητα από τη διακύμανση των περιβαλλοντικών συνθηκών, και δR_{proc} την επίδραση από τον τρόπο χρήσης του οργάνου, και η προκύπτουσα αβεβαιότητα ζύγισης είναι

$$u(W) = \sqrt{u^2(W^*) + u^2(\delta R_{\text{proc}}) + u^2(\delta R_{\text{instr}})}$$

Όπου η $u^2(W^*)$ κατά τη διακρίβωση δίνεται από τη σχέση

$u^2(W^*) = {d_0}^2/12 + {d_L}^2/12 + s^2(R) + u_{rel}^2(\delta R_{\text{ecc}})R^2 + u^2(E)$

Και η $u^2(E)$ δίνεται από την προσέγγιση $u^2(E_{\text{appr}})$.

2.3.1 Αβεβαιότητα από την επίδραση περιβαλλοντικών συνθηκών και λόγω ολίσθησης

Ειδικά για τη συνιστώσα δR_{instr} θεωρούνται τρεις βασικές συνεισφορές

- δR_{temp} που περιλαμβάνει τη διόρθωση για τις επιδράσεις της θερμοκρασιακής διακύμανσης στο όργανο.
- δR_{buoy} που περιλαμβάνει τη διόρθωση στη ρύθμιση του οργάνου από τη διακύμανση στην πυκνότητα του αέρα.
- δR_{adj} που αναπαριστά την ολίσθηση του οργάνου λόγω της χρήσης από την τελευταία διακρίβωση.

Για τον υπολογισμό της συνιστώσας δR_{temp} της ένδειξης R χρησιμοποιείται ο τύπος $\delta R_{\text{temp}} = K_T \Delta T R$ όπου K_T είναι ο συντελεστής θερμικής ολίσθησης, ΔT είναι η διακύμανση της θερμοκρασίας στο χώρο ζύγισης ή στη περίπτωση ζυγών με μηχανισμό αυτορρύθμισης θεωρούμε $\Delta T = \Delta T_{\text{trig}}$ (που είναι και η περίπτωση ζυγού που εξετάζουμε στην παρούσα εργασία). Θεωρούμε ορθογώνια κατανομή και τότε $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{temp}}) = K_T \Delta T/\sqrt{12}$ και για τον ζυγό που εξετάζουμε προκύπτει $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{temp}}) = 2.615 \cdot 10^{-6}$

Για τον υπολογισμό των επιδράσεων άνωσης μπορούν να χρησιμοποιηθούν δύο εξισώσεις

- Θεωρώντας ότι ο ζυγός ρυθμίζεται πριν τη ζύγιση $\Delta T > \Delta T_{\text{trig}}$ (χρησιμοποιείται η σχέση $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{buoy}}) = \frac{\Delta \rho_{\text{a}}}{{\rho_c}^2} u(\rho_s)$

Η συνιστώσα είναι της τάξης του 10^{-8} και θεωρείται αμελητέα σε σχέση με τους άλλους όρους.

- Όταν δεν ενεργοποιείται ο μηχανισμός αυτορρύθμισης του ζυγού (δηλαδή για $\Delta T < 3°\text{C}$) τότε χρησιμοποιείται ο τύπος $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{buoy}}) = \frac{\sqrt{1.07 \cdot 10^{-4} + 1.33 \cdot 10^{-6} \Delta T^2}}{\rho_c} \rho_0$ ή ο περισσότερο συντηρητικός τύπος $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{buoy}}) = \frac{\rho_0 0.1}{\rho_c \sqrt{3}}$. (όπου $\rho_0 = 1.2\text{Kg/m}^3$ η πυκνότητα αναφοράς του αέρα, και $\rho_c = 8000\text{Kg/m3}$ η πυκνότητα αναφοράς των πρότυπων βαρών). Προκύπτει $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{buoy}}) = 8.66 \cdot 10^{-6}$.

Για την ολίσθηση του οργάνου λόγω χρήσης $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{adj}}) = |\Delta E(Max)|/(Max\sqrt{3})$

Όπου Max είναι το μέγιστο φορτίο του ζυγού και το $\Delta E(Max)$ μπορεί να προκύψει από σύγκριση με προηγούμενα πιστοποιητικά ή από το μέγιστο επιτρεπτό σφάλμα mpe για τον ζυγό με βάση την οδηγία OIML R 76. Για όργανα για τα οποία η διακριτική ικανότητα d είναι <0.1mg ορίζεται βήμα επαλήθευσης του ζυγού 1mg και τότε το μέγιστο επιτρεπτό σφάλμα κατά την αρχική χρήση του ζυγού είναι 1.5mg, ενώ για κατοπινή χρήση είναι το διπλάσιο δηλαδή 3mg. Από τα παραπάνω υπολογίζεται $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{adj}}) = mpe/(Max\sqrt{3}) = 7.873 \cdot 10^{-6}$.

2.3.2 Αβεβαιότητα από τη χρήση του οργάνου.

Συνυπολογίζονται επίσης τα σφάλματα κατά τη χρήση από τον τρόπο χρήσης του οργάνου, δηλαδή λόγω των σφαλμάτων που εισάγονται από τη ζύγιση με απόβαρο, από τη ζύγιση με έκκεντρη φόρτιση, και ενδεχομένως από φαινόμενα υστέρησης του οργάνου όταν γίνεται χρήση του οργάνου με συνεχή φόρτιση (χωρίς ενδιάμεσο μηδενισμό του οργάνου).

- Για τη ζύγιση με απόβαρο χρησιμοποιείται ο τύπος:

$$u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{Tare}}) = (q_{Emax} - q_{Emin})/\sqrt{12} \text{ όπου } q_E = \frac{E_{j+1} - E_J}{I_{j+1} - I_j}$$

- Για την υστέρηση χρησιμοποιείται ο τύπος: $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{time}}) = mpe(Max)/\left(Max\sqrt{3}\right)$.
- Για έκκεντρη φόρτιση $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{ecc}}) = |\Delta I_{ecci}|_{max}/\left(L_{ecc}\sqrt{3}\right)$

2.4 Αβεβαιότητα κατά τη χρήση με ή χωρίς διόρθωση ένδειξης σε συνθήκες παρόμοιες με τις συνθήκες στην ημέρα της διακρίβωσης.

Οι συνεισφορές στην αβεβαιότητα μπορούν να ομαδοποιηθούν σε δύο όρους α_w για τις απόλυτες τυπικές αποκλίσεις και β_w για τις σχετικές τυπικές αβεβαιότητες. Και η διακύμανση κατά τη ζύγιση δίνεται από τη σχέση: $u^2(W) = {\alpha_W}^2 + {\beta_W}^2 R^2$. Στις απόλυτες τυπικές αποκλίσεις περιλαμβάνονται οι αβεβαιότητες από τη διακριτική ικανότητα του οργάνου και από την επαναληψιμότητα του οργάνου.

Είναι σύνηθες το σφάλμα της ένδειξης να ενσωματώνεται στην αβεβαιότητα της ζύγισης ώστε να μην απαιτείται να γίνεται διόρθωση της ένδειξης με το σφάλμα ένδειξης του ζυγού, και αντί της σχέσης $W = R - E(R) \pm U(W)$ να χρησιμοποιείται η σχέση $W = R \pm U_{gl}(W)$. Η συνολική αβεβαιότητα της ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης $U_{gl}(W)$ δίνεται τότε από τη σχέση:

$$U_{gl}(W) \approx U(W = 0) + \left\{\frac{U(W = Max) - U(W = 0)}{Max}\right\} R + |a_1|R$$

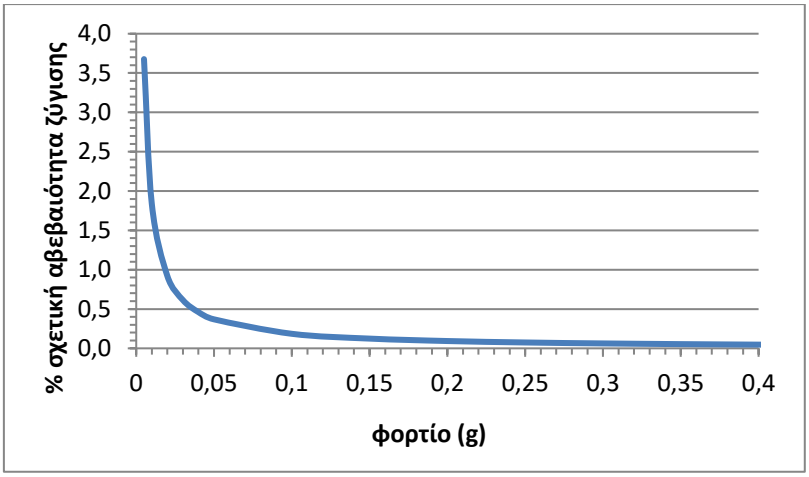
Όπου $U(W) = ku(w)$ και ο συντελεστής k επιλέγεται ώστε το εύρος να καλύπτεται με πιθανότητα 95%. Η αβεβαιότητα ζύγισης $u(w)$ δίνεται ως γραμμική σχέση με την ένδειξη R με προσέγγιση της διωνυμικής σχέσης με προσαρμογή μεταξύ του ελάχιστου και του μέγιστου φορτίου του ζυγού.

Θεωρώντας τις παραπάνω συνεισφορές για τις αβεβαιότητες κατά τη χρήση για συνθήκες παρόμοιες με τις συνθήκες κατά την ημέρα της διακρίβωσης προσδιορίζονται οι σχέσεις τόσο για τη διακύμανση της ζύγισης $u^2(W)$ όσο και για την εκτεταμένη αβεβαιότητα ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης $U_{gl}(W)$ (με συντελεστή κάλυψης $k = 2$). Θεωρείται διακύμανση θερμοκρασίας μέχρι $\Delta T = 2$°C, ζύγιση πάντα στο κέντρο, και ζύγιση με απόβαρο. Οι σχέσεις που προσδιορίζονται στην παρούσα εργασία και καταγράφονται στον παρακάτω πίνακα αναπαράγουν επιτυχώς τις σχέσεις που δίνονται στα πιστοποιητικά διακρίβωσης για το 2016 και το 2017. Στο πιστοποιητικό του ζυγού για το 2014 δίνεται η αβεβαιότητα ζύγισης για μεγάλο εύρος συνθηκών χρήσης (βλέπε ακόλουθη παράγραφο).

Πίνακας 4 Η διακύμανση της ζύγισης u^2(W) και η εκτεταμένη αβεβαιότητας της ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης (με συντελεστή κάλυψης k = 2) $U_{gl}(W)$

	$u^2(W) = {\alpha_W}^2 + {\beta_W}^2 R^2$		$U_{gl}(W) = a_{gl} + \beta_{gl} R$ (g)	
Ημερομηνία	${\alpha_W}^2$	${\beta_W}^2$	a_{gl}	β_{gl}
2017	3.333E-09	5.121E-11	1.155E-04	1.526E-05
2016	8.444E-09	3.184E-11	1.838E-04	1.320E-05
2014	4.333E-09	2.195E-11	1.317E-04	1.188 E-05

Ο ζυγός που ελέγχεται μπορεί να θεωρηθεί υψηλής ακρίβειας για του συνήθης εργαστηριακούς προσδιορισμούς όπως προκύπτει από το πιστοποιητικό του 2016 και την απεικόνιση της εκατοστιαίας σχετικής αβεβαιότητα ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης ως συνάρτηση του φορτίου (για συνθήκες κατά τη διακρίβωση) που φαίνεται στο Σχήμα 1. Η εκατοστιαία σχετική αβεβαιότητα ζύγισης είναι χαμηλότερη του 1% για ζυγίσεις φορτίων >0.02g (ή -χρησιμοποιώντας και έναν επιπλέον συντελεστή ασφαλείας όπως φαίνεται σε παράγραφο που ακολουθεί- για ζυγίσεις φορτίων >0.06g).

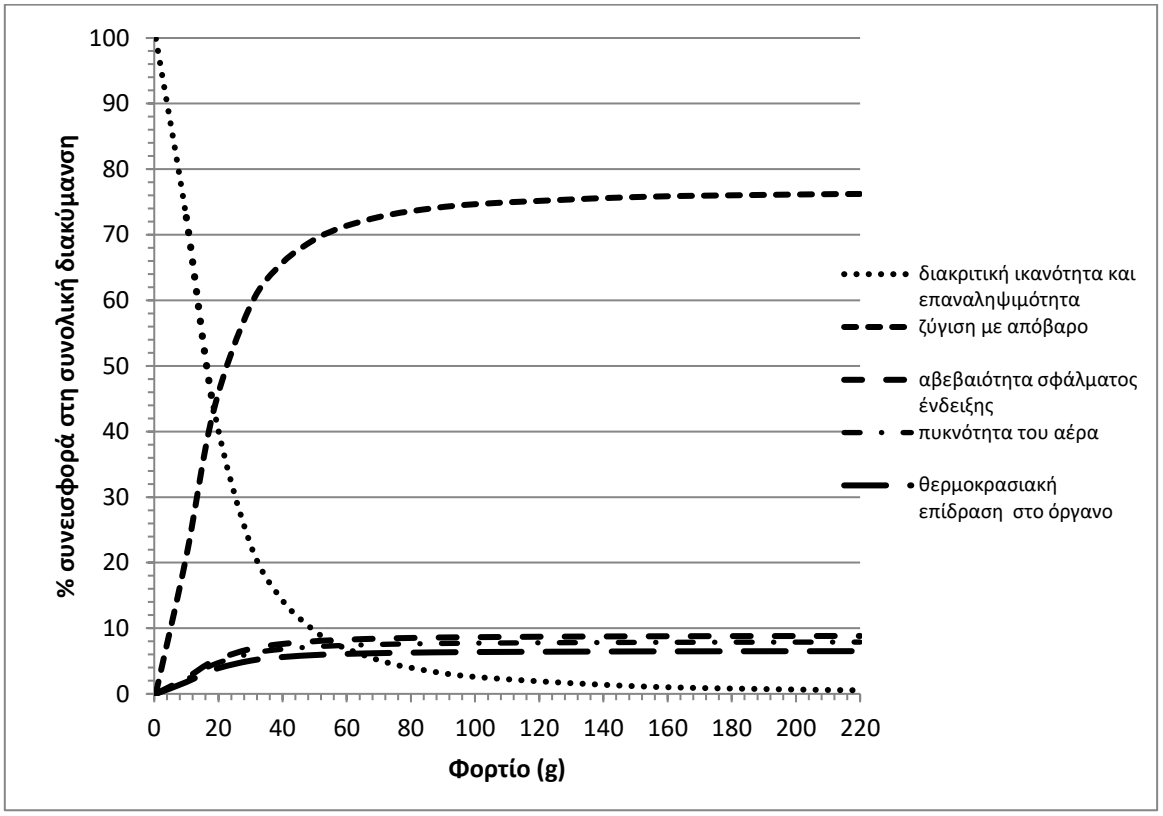


Σχήμα 1 Γραφική απεικόνιση της εκατοστιαίας σχετικής αβεβαιότητας ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης ως συνάρτηση του φορτίου

Επιπλέον αξιολογήθηκε η σχετική συνεισφοράς των επιμέρους όρων στη διακύμανση της ένδειξης $u^2(W)$. Από τη διακρίβωση του 2016 στο Σχήμα 2 απεικονίζεται η εκατοστιαία συνεισφορά των πέντε ουσιαστικών όρων στη διακύμανση της ένδειξης ως συνάρτηση του φορτίου. Απεικονίζεται η εκατοστιαία συνεισφορά του σταθερού όρου ${\alpha_W}^2$ που περιλαμβάνει τη διακριτική ικανότητα και επαναληψιμότητα, του όρου της διακύμανσης λόγω ζύγισης με απόβαρο, του όρου της διακύμανσης του σφάλματος ένδειξης, του όρου της διακύμανσης της πυκνότητας του αέρα (φαινομένων άνωσης), και του όρου της επίδρασης της θερμοκρασιακής διακύμανσης στο όργανο.

Παρατηρούμε ότι η συνεισφορά για κάθε έναν από τους τρείς τελευταίους όρους στη συνολική διακύμανση είναι μικρότερη από 9% για το πλήρες εύρος των ζυγίσεων. Μεγάλη είναι η συνεισφορά της διακύμανσης από τη ζύγιση με απόβαρο για τα μεγάλα φορτία, ενώ μεγάλη είναι η συνεισφορά της διακριτικής ικανότητας και της επαναληψιμότητας του οργάνου για τα μικρά φορτία.

Συμπεραίνουμε ότι η βασική μετρολογική ιδιότητα του ζυγού (όσον αφορά την πιστότητα της μέτρησης) που καθορίζει την αβεβαιότητα της ζύγισης (εκτός από τη διακριτική ικανότητα) είναι η επαναληψιμότητα της μέτρησης του οργάνου και η αβεβαιότητα της ζύγισης με απόβαρο και είναι σημαντικός ο τρόπος επιλογής των φορτίων ελέγχου για τη στατιστικά ορθή εκτίμηση των μετρολογικών αυτών μεγεθών.



Σχήμα 2 Γραφική απεικόνιση της εκατοστιαίας συνεισφοράς των επιμέρους διακυμάνσεων στη συνολική διακύμανση της ένδειξης κατά τη ζύγιση ως συνάρτηση του φορτίου.

2.5 Αβεβαιότητα κατά τη χρήση με ή χωρίς διόρθωση ένδειξης σε συνθήκες που καλύπτουν μεγάλο εύρος των συνθηκών χρήσης.

Διαμορφώνονται οι σχέσεις της αβεβαιότητας της ζύγισης ως συνάρτηση της ένδειξης του ζυγού με ή χωρίς τη διόρθωση της ένδειξης για το πλήρες εύρος των συνθηκών χρήσης. Επιπλέον των όρων που λήφθηκαν υπό όψιν κατά τη διακρίβωση θεωρείται η ολίσθηση από τη χρήση του οργάνου δR_{adj}, μεγαλύτερη διακύμανση της θερμοκρασίας ως επίδραση στο όργανο ζύγισης $\Delta T = \Delta T_{\text{trig}} = 3°\text{C}$, μεγαλύτερη συνεισφορά από τους όρους άνωσης $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{buoy}}) = 8.66 \cdot 10^{-6}$, έκκεντρη φόρτιση, και υστέρηση του οργάνου από διαρκή φόρτιση $u_{\text{rel}}(\delta R_{\text{time}})$ και προκύπτει η διακύμανση ζύγισης $u^2(W_G)$ και η αβεβαιότητα ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης $U_{gl}(W_G)$. Στον πίνακα που ακολουθεί καταγράφονται οι σχέσεις που προσδιορίζονται στη παρούσα εργασία για κάθε ένα από τα πιστοποιητικά του 2017, 2016 και 2014.

Πίνακας 5 Η διακύμανση της ζύγισης $u^2(W_G)$ και η εκτεταμένη αβεβαιότητας ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης (με συντελεστή κάλυψης k = 2) $U_{gl}(W_G)$ για μεγάλο εύρος συνθηκών χρήσης.

Ημερομηνία	$u^2(W_G) = {\alpha_W}^2 + {\beta_{W_G}}^2 R^2$ (g)		$U_{gl}(W_G) = a_{gl} + \beta_{gl,G} R$ (g)	
	${\alpha_W}^2$	${\beta_{W_G}}^2$	a_{gl}	$\beta_{gl,G}$
2017	3.333E-09	2.690E-10	1.155E-04	3.375E-05
2016	8.444E-09	2.712E-10	1.838E-04	3.484E-05
2014	4.333E-09	2.277E-10	1.317E-04	3.208E-05

Η σχέση που προσδιορίστηκε στην παρούσα εργασία για το 2014 αναπαράγει επιτυχώς τη σχέση που δίνεται στο πιστοποιητικό του 2014 για την αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση σε μεγάλο εύρος συνθηκών.

2.6 Ελάχιστο βάρος για προκαθορισμένη ακρίβεια ζύγισης

Χρησιμοποιώντας τη σχέση για την αβεβαιότητα ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης $U_{gl}(\mathrm{W})$ προσδιορίζεται το ελάχιστο βάρος του ζυγού $R_{\min}$ δηλαδή το βάρος που δίνει ένδειξη ζυγού άνω της οποίας επιτυγχάνεται σχετικό σφάλμα ζύγισης μικρότερο από προκαθορισμένη ανοχή Req. Λαμβάνεται υπό όψιν και ένας συντελεστή ασφαλείας SF προκειμένου να προβλέπεται η επίδραση άλλων φαινομένων στον εργαστηριακό χώρο, όπως π.χ. η επίδραση μαγνητικών πεδίων, ή η περίπτωση δειγμάτων που φέρουν ηλεκτροστατικά φορτία κατά τη ζύγιση.

Το ελάχιστο βάρος δίνεται από τη σχέση $R_{\min,SF} = \frac{a_{gl}\cdot \mathrm{SF}}{Req-\beta_{gl}\cdot \mathrm{SF}}$

Προκύπτει λοιπόν το ελάχιστο βάρος για σχετικό σφάλμα ζύγισης $Req = 0.01$ και συντελεστή ασφαλείας $SF = 3$ χρησιμοποιώντας τους συντελεστές a_{gl} , β_{gl}, $\beta_{gl,G}$ της αβεβαιότητας ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης $U_{gl}(W)$ και $U_{gl}(W_G)$ στο πλήρες εύρος των συνθηκών για κάθε πιστοποιητικό διακρίβωσης.

Πίνακας 6 Ελάχιστο βάρος (g) για $Req = 0.01$ και συντελεστή ασφαλείας $SF = 3$

Ημερομηνία	$R_{\min,SF}$ (g)	$R_{\min,SF,G}$ (g)
2017	0.0348	0.0350
2016	0.0554	0.0557
2014	0.0396	0.0399

Παρατηρούμε ότι το ελάχιστο βάρος είναι ταυτόσημο για τις δύο εξισώσεις χρήσης καθώς είναι $Req - \beta_{gl}\cdot \mathrm{SF} \approx Req$. Μεταξύ των διαδοχικών πιστοποιητικών παρατηρούμε ότι το ελάχιστο βάρος είναι το μεγαλύτερο για το πιστοποιητικό διακρίβωσης του 2016, καθώς στο πιστοποιητικό αυτό προσδιορίζεται πιο αντιπροσωπευτικά η επαναληψιμότητα του ζυγού καθώς επιλέγεται φορτίο ελέγχου σύμφωνα με την Οδηγία.
Ο ζυγός μπορεί να εξασφαλίσει ακρίβεια ζύγισης τουλάχιστον 1% για ζυγίσεις >0.056g. Η πληροφορία αυτή είναι χρήσιμη για να διαπιστωθεί ο τύπος του εργαστηριακού εξοπλισμού που μπορεί να ελεγχθεί με τη χρήση του συγκεκριμένου ζυγού.

2.7 Όρια αποδοχής ενδείξεων για τα σταθμά ελέγχου κατά τον τακτικό έλεγχο του οργάνου ζύγισης

Στον τακτικό έλεγχο του οργάνου ζύγισης χρησιμοποιούνται πρότυπα σταθμά ελέγχου για τα οποία ορίζεται αποδιδόμενη τιμή με τη ζύγιση τους την ημέρα της διακρίβωσης και για τα οποία διαμορφώνεται εύρος αποδοχής ενδείξεων. Προσδιορίσθηκε το εύρος αποδοχής των ενδείξεων των σταθμών ελέγχου χρησιμοποιώντας τις δύο σχέσεις $U_{gl}(W)$ και $U_{gl}(W_G)$ για την αβεβαιότητα της ζύγισης χωρίς διόρθωση ένδειξης.
Παρατηρούμε ότι η σχέση $U_{gl}(W_G)$ καλύπτοντας μεγαλύτερο εύρος διακύμανσης των παραγόντων που επηρεάζουν τη ζύγιση, διευρύνει σημαντικά τα εύρη αποδοχής ειδικά για φορτία ≥20g.

Πίνακας 7 Αποδιδόμενη τιμή και εύρος αποδοχής των ενδείξεων των σταθμών ελέγχου χρησιμοποιώντας τις δύο σχέσεις $U_{gl}(W)$ και $U_{gl}(W_G)$ για τη διακρίβωση του 2017.

Σταθμό ελέγχου	**(1)**	**(2)**	**(3)**	**(4)**	**(5)**	**(6)**
Ονομαστικό βάρος (g)	1.0000	10.0000	20.0000	50.0000	100.0000	200.0000
Αποδιδόμενη Τιμή (g)	1.0000	10.0002	20.0002	50.0003	100.0005	200.0004
Κατώτερη Αποδεκτή Ένδειξη (g) με $U_{gl}(W)$	0.9999	9.9999	19.9998	49.9994	99.9989	199.9973
Ανώτερη Αποδεκτή Ένδειξη (g) $U_{gl}(W)$	1.0001	10.0005	20.0006	50.0012	100.0021	200.0035
Κατώτερη Αποδεκτή Ένδειξη (g) $U_{gl}(W_G)$	0.9998	9.9998	19.9994	49.9985	99.9970	199.9935
Ανώτερη Αποδεκτή Ένδειξη (g) $U_{gl}(W_G)$	1.0002	10.0007	20.0010	50.0021	100.0040	200.0073

3. Συμπεράσματα και Προτάσεις

Η αβεβαιότητα ζύγισης κατά τη χρήση που συνήθως παρέχεται στα πιστοποιητικά διακρίβωσης των μη αυτόματων ζυγών είναι για περιορισμένο εύρος συνθηκών με αποτέλεσμα να προκύπτουν αυστηρά όρια αποδοχής ενδείξεων για τα πρότυπα σταθμά που ελέγχονται κατά τον τακτικό έλεγχο του ζυγού. Προτείνεται για διευκόλυνση των εργαστηριακών εφαρμογών να ζητείται από τις υπηρεσίες διακρίβωσης να παρέχεται η αβεβαιότητα της ζύγισης κατά τη χρήση για διευρυμένο εύρος μετρολογικών συνθηκών λαμβάνοντας υπό όψιν τη συνήθη εργαστηριακή πρακτική και τη διακύμανση των περιβαλλοντικών συνθηκών στο χώρο της εγκατάστασης του ζυγού καθώς και την ολίσθηση του οργάνου (παρέχοντας πιστοποιητικό διακρίβωσης προηγούμενης διακρίβωσης). Επίσης προτείνεται οι υπηρεσίες διακριβώσεις να ακολουθούν την Οδηγία της EURAMET Calibration Guide No. 18 με στόχο τα μετρολογικά μεγέθη που προσδιορίζονται να καλύπτουν το πλήρες εύρος λειτουργίας του ζυγού, και μεταξύ διαδοχικών διακριβώσεων να είναι στατιστικά συγκρίσιμα.

4. Βιβλιογραφία

OIML R 76: Non automatic weighing Instruments Part 1: Metrological Requirements Tests, Edition 2006(E).

OIML R 111, Weighs of Classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3, M3, Edition 2004(E).

Euramet, European Association of National Metrology Institutes, Calibration Guide No. 18 Version 4.0 “Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments” (11/2015).

Euramet, European Association of National Metrology Institutes, Calibration Guide No. 18 Version 3.0 “Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments” (3/2011).