

## Как выбрать для лаборатории нужные весы

Авторы

Быков Ю.А., Быкова М.А.,

тел. (812) 712-92-15, e-mail: m.a.bykova@okbvesta.ru

Весы, наверное, - один из древнейших приборов, используемых в лаборатории. Конечно, весы сильно изменились с развитием электроники, обрели сервисные функции, облегчающие и упрощающие процедуру взвешивания и обработки результатов, но всё равно, главное их предназначение осталось прежним - определение массы навесок при проведении анализов и исследований.

Критерием выбора любого средства измерений служит требование к точности измерения интересующей величины. Речь может идти о погрешности, неопределенности (стандартной или расширенной) измерения или о допускаемых значениях измеряемой величины. Однако нормативно-методическая документация, существующая в виде стандартов, методических указаний, рекомендаций и т.п., применяемая при проведении лабораторных анализов, содержит требования к весам, т.е. к средству измерений, при этом требования к точности измерения не устанавливаются. Как правило, дается ссылка на действующий, на момент создания методики, стандарт на весы. Но если 30 лет тому назад в СССР невозможно было представить, что кто-то серийно выпускает весы не по стандарту, то теперь стандарты – это нормативные документы добровольного применения. А Росстандарт, по крайней мере, последние лет 9 утверждает типы любых весов, которые ему представляют на испытания. Характеристики таких весов могут быть указаны без ссылок на какие-либо стандарты, весы не имеют классов точности, но они разрешены к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений наравне с теми весами, которые изготовлены по ГОСТ 24104-88, ГОСТ 24104-2001, а теперь и по ГОСТ Р 53228-2008.

Это означает, что на рынке (в эксплуатации) находится большое количество типов весов, чьи характеристики указаны не по ГОСТам.

К этой же категории – не соответствующие ни одному из перечисленных стандартов, относятся и весы, не проходящие процедуру утверждения типа и не поверяемые, т.е. предназначенные для применения вне сферы государственного регулирования (достоверность результатов измерений на таких весах обеспечивается их периодической калибровкой).

В международной практике подавляющая часть измерений в лабораториях проводится на калиброванных средствах измерений (тип не утвержден). Именно калибровка позволяет проводить измерения с максимальной точностью. Для таких весов не устанавливаются пределы допускаемой погрешности, а на месте эксплуатации определяют действительные характеристики (калибруют весы). Полученные значения характеристик могут использоваться: это поправки на систематические погрешности и оцененная в ходе калибровки неопределенность измерения, которую вносит данное средство измерений. И что очень важно, именно на калиброванных весах возможны измерения массы маленьких навесок. Если требуется обеспечить относительную погрешность измерения не более  $\pm 1\%$ , то согласно ГОСТ Р 53228-2008 масса навески не может быть меньше 100 мг, а если относительная погрешность измерения массы не более  $\pm 0,1\%$ , то масса навески не может быть меньше 1 г.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, позволяет (п.5.5.2) испытательным лабораториям работать не только на поверенных средствах измерений, но и на калиброванных.

Следует признать, что для обеспечения необходимого уровня точности измерений лаборатории должны иметь возможность использовать калиброванные весы, а потому ссылка на какой-либо нормативно-технический документ на весы (ГОСТ, ГОСТ Р, ТУ и

т.д.) сужает выбор весов и тем самым ограничивает измерительные возможности лабораторий.

Чтобы оценить эффективность и корректность применяемого в отечественной практике, способа выбора весов обратимся к нормативно-методическим документам на проведение КХА. Рассмотрим несколько примеров типичных формулировок, содержащих требования к весам и/или точности взвешивания.

#### Пример 1

**«Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228-2008» или  
«Весы по ГОСТ Р 53228-2008».**

#### *Комментарий*

Идентичные записи, поскольку ГОСТ Р 53228 не содержит понятия «лабораторные весы». В этой формулировке нет требований ни к точности весов, ни к точности взвешивания. Ссылка на ГОСТ Р 53228 бесполезна.

**Здесь, наверное, будут уместны некоторые пояснения относительно ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»**

Это стандарт на весы совершенно другого уровня, по сравнению с когда-либо действовавшими не только в РФ, но и в СССР. Уникальность в том, что впервые к весам предъявлен полный перечень требований с точки зрения возможных источников погрешностей (конструкция самих весов, способы работы на весах, неквалифицированность работающего на весах персонала) и того, что весы должны быть метрологически исправными (погрешности в допусках) в условиях эксплуатации в течение всего межповерочного интервала. Цель - обеспечение достоверности результатов измерений в сфере государственного регулирования. Идеальные весы это те, которые не имели бы показаний (нельзя взвесить), когда их метрологические характеристики находятся за пределами допусков и на метрологические характеристики таких весов не могут оказывать влияние какие-либо (умышленные или неумышленные) действия пользователя.

Конечно же, технически идеал пока не достигим, но все требования стандарта направлены на то, чтобы приблизиться к нему.

Важно и то, что стандарт содержит методы проверки всех требований. Общий объем стандарта - 140 листов. И это никак не формат справочника или стандарта, содержащего перечень продукции, как например стандарт на сортамент марок стали.

ГОСТ Р 53228-2008 рассчитан на достаточно узкий круг специалистов, занимающихся разработкой, производством и испытаниями весов.

Особая система нормирования позволила в компактном виде записать метрологические требования ко всем весам неавтоматического действия: от ультрамикровесов с ценой деления 0,1 мкг до автомобильных и вагонных - на нагрузки до нескольких сотен тонн. Значение предела допускаемой погрешности определяется значением условной величины «е» - поверочного деления, и оно не может быть любым произвольным числом.

Стандарт является аутентичным переводом рекомендации МОЗМ (Международная организация законодательной метрологии) Р76 (1)-2006, распространяющей свое действие на неавтоматические весы, предназначенные для сферы законодательной метрологии (у нас - сфера государственного регулирования обеспечения единства измерений).

Вот, например (таблицы 1 и 2), как в стандарте записаны требования к пределам допускаемой погрешности и классам точности (таблицы 3 и 6 ГОСТ Р 53228):

Т а б л и ц а 1 (Таблица 3 ГОСТ Р 53228) - Значения поверочного деления, число

поверочных делений и минимальная нагрузка, характеризующие класс точности весов

Класс точности	Поверочное деление весов $e$	Число поверочных делений весов $n = \text{Max}/e$		Минимальная нагрузка Min (нижний предел)
		минимальное	максимальное	
Специальный I	$0,001 \text{ г} \leq e^{1)}$	50000 <sup>2)</sup>	–	$100 e$
Высокий II	$0,001 \text{ г} \leq e \leq 0,05 \text{ г}$ $0,1 \text{ г} \leq e$	100	100 000	$20 e$
		5 000	100 000	$50 e$
Средний III	$0,1 \text{ г} \leq e \leq 2 \text{ г}$ $5 \text{ г} \leq e$	100	10 000	$20 e$
		500	10 000	$20 e$
Обычный IIII	$5 \text{ г} \leq e$	100	1 000	$10 e$

<sup>1)</sup> На практике не имеется возможности провести испытания и поверку весов с  $e < 1$  мг из-за большой неопределенности испытательных нагрузок.  
<sup>2)</sup> См. 3.4.4.

Т а б л и ц а 2 ( Таблица 6 ГОСТ Р 53228)- Пределы допускаемой погрешности весов при увеличении или уменьшении нагрузки

Пределы допускаемой погрешности при первичной поверке	Для нагрузки $m$ , выраженной в поверочных делениях весов, $e$			
	Класс точности I	Класс точности II	Класс точности III	Класс точности IIII
$\pm 0,5 e$	$0 \leq m \leq 50000$	$0 \leq m \leq 5000$	$0 \leq m \leq 500$	$0 \leq m \leq 50$
$\pm 1,0 e$	$50000 < m \leq 200000$	$5000 < m \leq 20000$	$500 < m \leq 2000$	$50 < m \leq 200$
$\pm 1,5 e$	$200000 < m$	$20000 < m \leq 100000$	$2000 < m \leq 10000$	$200 < m \leq 1000$

При выборе весов также следует учитывать, что пределы допускаемой погрешности в эксплуатации вдвое больше, чем при поверке (п.3.5.2 ГОСТ Р 53228).

Но вернемся к формулировкам.

#### Пример 2

#### **Весы по ГОСТ Р 53228-2008, класс точности II**

#### *Комментарий*

Из таблицы 1 видно, что под эту формулировку попадают весы с различными значениями поверочного деления «e»: от 1 мг и выше. А это означает, что погрешность измерения будет самой разной. Одна лаборатория может взвешивать на весах, у которых  $e=1$  мг, а другая, к примеру, на весах, у которых  $e=10$  мг. И там, и там – весы II точности. Только погрешности взвешивания будут отличаться минимум в 10 раз.

Чтобы выбор весов, соответствующих ГОСТ Р 53228-2008, был однозначным, необходимо указать не только класс точности, но и значение поверочного деления «e».

#### Пример 3

#### **Весы по ГОСТ Р 53228-2008, ...с точностью 0,0001 г.**

#### *Комментарий*

Согласно п.10.14 (РМГ 29-99) «точность средства измерений – характеристика качества средства измерений, отражающая близость к нулю его погрешности. Считается, что чем меньше погрешность, тем точнее средство измерений».

Термин «точность» говорит о качестве и не применим в сочетании с каким-либо числом.

Допустим, что имели в виду предел допускаемой погрешности, то есть речь идет о весах по ГОСТ Р 53228-2008 с пределом допускаемой погрешности (по модулю) 0,0001 г (0,1 мг). Однако таких весов не существует. Минимальное значение предела допускаемой погрешности (по абсолютной величине) равно 0,001 г (1 мг) – таблица 1.

Еще одно предположение – имели в виду характеристику «цена деления». По ГОСТ Р 53228 есть такая характеристика – «действительная цена деления» или «цена деления», но она не является характеристикой точности весов.

Получается, что формулировка некорректна и весы выбрать невозможно.

Чтобы не сложилось впечатление, что именно новый ГОСТ Р 53228 создал неразбериху, обратимся к нормативно-методическим документам, разработанным ранее и прокомментируем несколько формулировок, содержащих интересующее нас требование.

#### Пример 4

#### **«Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности ГОСТ 24104-88Е»**

##### *Комментарий*

Согласно ГОСТ 24104-88 (действовал до 01.07.2002 г.) пределы допускаемой погрешности зависят от класса точности и наибольшего предела взвешивания (НПВ) весов. А именно:

НПВ весов	Предел допускаемой погрешности
до 200 мг	± <b>0,015</b> мг
св. 200 мг до 1 г	± <b>0,025</b> мг
св. 1 г до 2 г	± <b>0,030</b> мг
св. 2 до 20 г	± <b>0,1000</b> мг
св. 20 до 50 г	± <b>0,3000</b> мг
св. 50 до 200 г	± <b>0,7500</b> мг

....

Если в одной лаборатории, навеску массой 1 г взвешивают на весах с НПВ = 1 г, а в другой лаборатории – на весах с НПВ = 200 г, то погрешности измерений массы отличаются в 30 раз. При этом обе лаборатории работают по одному нормативно-методическому документу и выполняют требование к выбору средства измерений для определения массы навески, а измерения проводятся с разной точностью.

Этот пример также иллюстрирует несовершенство стандарта на весы – погрешность зависит не от нагрузки, а от наибольшего предела взвешивания весов.

Кроме того, стандарты на весы ГОСТ 24104 (1980, 1988 и 2001 годов) содержали некорректные с точки зрения метрологии значения пределов допускаемой погрешностей весов 1 класса точности - ГОСТ 24104-80 и ГОСТ 24104-88 и для I класса - ГОСТ 24104-2001 ( $e < 1$  мг). Некорректность заключается в том, что: а) не было и нет образцовых гирь, с помощью которых можно обеспечить заявленные погрешности и б) установленные пределы погрешностей (ГОСТ 24104-80 и ГОСТ 24104-88) учитывают только случайную составляющую (пределы погрешностей установлены равными утроенному значению среднеквадратического отклонения показаний весов). Это верно в одном единственном случае – если работать на таких весах методом сличения с образцовой гирей (как при

поверке/калибровке гирь). Также не учитывались погрешности неравноплечести и погрешности гирь, с помощью которых производят взвешивания.

### Пример 5

**«При взвешивании используют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200. Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже...».**

#### *Комментарий*

В данной формулировке указана конкретная модель весов и, казалось бы, это однозначно определяет требования к погрешности взвешивания, но и здесь есть неоднозначность. Весы ВЛР-200 – равноплечие механические весы, взвешивание производится с помощью гирь (входили в комплект к весам). Работать на весах можно разными способами:

1) на одну чашку весов помещают взвешиваемый объект, а на другую гири в таком количестве, чтобы уравновесить взвешиваемый объект – это, так называемое, «прямое взвешивание». Основная доля погрешности в данном способе приходится на погрешность неравноплечести весов.

2) использовать один из трех известных методов – метод Гаусса, Борда или Менделеева, это так называемое «точное взвешивание». Результат измерений массы получается после выполнения двух взвешиваний – это необходимо для исключения погрешности неравноплечести.

Массу гирь можно считать по номинальным значениям или по действительным (с учетом поправок), но в последнем случае необходимо быть уверенными, что поправки не изменились с момента последней поверки гирь.

Значения погрешности взвешивания на весах ВЛР-200 г в зависимости от способа приведены в таблице 3.

Таблица 3

Масса взвешиваемого объекта	Погрешность взвешивания, ± мг			
	Точное взвешивание		Прямое взвешивание	
	По ГУ 25-06.1131-79 (с учетом поправок на гири)	Без учета поправок на гири	С учетом поправок на гири	Без учета поправок на гири
До 25 г	0,25	0,96	1,04	1,39
Св.25 до 50 г	0,50	1,79	1,06	2,05
Св. 50 до 100 г	0,50	2,39	1,09	2,59
Св. 100 до 200 г	0,75	3,39	1,17	3,52

Видим, что, например, навески массой до 25 г можно взвешивать с погрешностями, различающимися почти в 6 раз. Существенная разница.

Подводя итог, можно сказать, что стремление сослаться на нормативный документ при указании весов не только сужает выбор и ограничивает измерительные возможности лабораторий, но и не позволяет выбрать весы в принципе. По-видимому, настало время пересмотреть подход и отталкиваться от необходимой точности измерения массы навесок.

Рассмотрим, как должен происходить выбор весов, если указаны требования к точности взвешивания. Для выбора весов также должны быть известны масса самой маленькой и масса самой большой навесок, которые будут взвешиваться и масса тары, если используется.

#### Пример 6

**Взвешивания в лаборатории должны проводиться с относительной погрешностью не более  $\delta = \pm 0,1$  %. Весы должны быть поверены (сфера государственного регулирования обеспечения единства измерений).**

Для примера, массы навесок ( $m_n$ ): от 1 г до 100 г. При взвешивании используется лабораторная посуда массой не более 40 г.

1 шаг: Поскольку для весов нормируются абсолютные погрешности ( $\Delta$ ), вычислим абсолютную погрешность, которая допустима при взвешивании самой маленькой навески (именно масса самой маленькой навески определяет точность весов):

$$\Delta = (\delta/100) \cdot m_n = \pm (0,1 / 100) \cdot 1 = \pm 0,001 \text{ (г)} = \pm 1 \text{ мг}$$

Итак, получили, что предел допускаемой погрешности при взвешивании самой маленькой навески не должен превышать  $\Delta = \pm 1$  мг, а цена деления, соответственно, будет  $d = 0,2$  мг или 0,1 мг. Действует «золотое правило техники измерений» - цена деления (дискретность) средства измерений (в нашем случае – весов) должна быть в 5-10 раз меньше, чем значение погрешности или неопределенности.

2 шаг: определение максимальной нагрузки весов ( $M_{\max}$ )

Масса самой большой навески равна 100 г и масса лабораторной посуды 40 г, то есть весы должны быть рассчитаны на нагрузку не менее 140 г.

Вывод: следует выбрать весы с ценой деления  $d = 0,1$  мг (0,2 мг – практически не встречаются),  $M_{\max} \geq 140$  г и пределом допускаемой погрешности  $\Delta = \pm 1$  мг (для самой маленькой навески). Весы должны быть утвержденного типа и поверенные.

#### Пример 7

**Методика определения содержания свинца (USP251 - Фармакопея США) устанавливает предел относительной неопределенности измерения массы равный 0,1 % для трехкратного среднеквадратического отклонения из 10 результатов измерений (доверительная вероятность 99,73 %).**

При выборе весов необходимо оценить стандартную неопределенность измерений, используя указанные изготовителем весов (весы неутвержденного типа) значения стандартного отклонения ( $s_{\text{сход}}$ ), нелинейности ( $s_{\text{нелин}}$ ) температурного коэффициента ( $\Delta_{\text{чувств}}$ ), погрешности от нецентрального нагружения ( $\Delta_{\text{нецентр}}$ ).

$$U_{\text{оцен}} = \sqrt{(\Delta_{\text{чувств}})^2 + s_{\text{нелин}}^2 + \Delta_{\text{нецентр}}^2 + s_{\text{сход}}^2}$$

При уменьшении массы навески относительная неопределенность возрастает и поэтому следует оценить, какую наименьшую навеску возможно будет взвешивать на весах. В области малых значений массы основной вклад в неопределенность вносит стандартное отклонение весов. В таблице 4 приведены примеры значений наименьшей массы навески в зависимости от стандартного отклонения и цены деления шкалы весов, различных значений доверительного интервала (доверительной вероятности) для двух пределов относительной неопределенности: 0,1 % и 1 %.

Таблица 4

Характеристики весов, указанные изготовителем			Минимальная масса навески (мг) для двух значений относительной неопределенности и различных значений доверительного интервала (доверительной вероятности)				
			0,1 %		1 %		
Мах, г (пример)	d, мг	s, мг	3·s (P=99,73 %)	2·s (P=95,54 %)	3·s (P=99,73 %)	2·s (P=95,54 %)	1·s (P=68,27 %)
5	0,0001	0,00025	0,75	0,5	0,075	0,05	0,025
5	0,001	0,0008	2,4	1,6	0,24	0,16	0,08
20	0,001	0,002	6	4	0,6	0,4	0,2
200	0,01	0,015	45	30	0,45	0,3	1,5
200	0,1	0,1	300	200	30	20	10
1200	1	1	3 000	2 000	300	200	100
1500	10	10	30 000	20 000	3 000	2 000	1000

Из таблицы 4 видно, что на обычных аналитических весах ( $d=0,1$  мг и  $s=0,1$  мг) минимальная навеска при относительной неопределенности 0,1 % и доверительной вероятности 99,73 % составляет 300 мг, а при доверительной вероятности 95,54 % - 200 мг. Если необходимо взвешивать особо мелкие навески, например, близкие к 1 мг, то потребуются ультрамикровесы ( $d=0,0001$  мг).

На месте эксплуатации составляющие погрешностей весов должны быть определены и должна быть оценена неопределенность измерений (проведена калибровка). Значение минимальной навески может оказаться как меньше предварительно определенного значения, так и больше. Уменьшить значение можно, снизив стандартное отклонение показаний весов. На его значение влияют:

- внешние условия,
- конфигурация меню весов (установленные критерии стабильности результата),
- аккуратность и точность действий оператора,
- наличие воздушных потоков (можно использовать дополнительный ветрозащитный экран, например, в виде кольца вокруг чашки),
- масса используемой тары (уменьшение массы тары снижает стандартное отклонение).

#### **В качестве заключения**

Отправной точкой при выборе весов может быть только погрешность (относительная или абсолютная) или неопределенность (относительная или абсолютная) измерения массы, которая допускается при проведении анализа.

Если измерения проводятся в сфере государственного регулирования, то требования к точности должны быть сформулированы через пределы погрешностей

(абсолютной или относительной). Если вне этой сферы, то – через стандартную или расширенную неопределенность (абсолютную или относительную).

Термины «погрешность» и «неопределенность» не идентичны, но оба характеризуют точность измерений.

Приемлемой для выбора весов (указания в нормативно-методической документации) могла бы быть следующая формулировка:

**Весы неавтоматического действия, обеспечивающие в диапазоне от ... до ... г (указать массу минимальной и максимальной навесок) относительную погрешность (сфера государственного регулирования) или относительную стандартную (расширенную) неопределенность измерения (вне сферы государственного регулирования) не более  $\pm$ .... %.**

Нормативные документы:

- 1) ГОСТ 24104-80 «Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия»
- 2) ГОСТ 24104-88 «Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия»
- 3) ГОСТ 24104-2001 «Весы лабораторные. Общие технические требования»
- 4) ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»
- 5) ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»
- 6) ТУ 25-06.1131-79 «Весы лабораторные равноплечие 2-го класса модели ВЛР-200 г», завод «Госметр»
- 7) РМГ 29-99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения»

Библиография:

- 1) Brochure «Balances in quality management», 4/2002, Mettler-Toledo GmbH
- 2) «Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments» EA 10/18:2005