

Лабораторная работа № 4

Тема: **Весовой контроль, определение воспроизводимости метода контроля.**

Цель работы: Изучить методы весового контроля.

Освоить математические методы обработки результатов весового контроля.

Материалы для выполнения работы:

- весы неавтоматического действия, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,1$ г; ± 1 г.;
- набор равновесов.

Описание практической работы:

Общие теоретические сведения.

Лабораторные весы различаются по назначению, конструкции, диапазону взвешивания и по другим характеристикам.

Методы взвешивания делятся на две принципиально различные группы — метод сравнения с мерой и метод непосредственной оценки. По методу сравнения с мерой массу груза принимают равной массе сравниваемых с ним гирь (простое взвешивание) или вычисляют как сумму значений массы гирь и показаний весов (точное взвешивание). Метод непосредственной оценки заключается в определении массы груза по отсчетному устройству весов без применения гирь.

Лабораторные весы характеризуются рядом параметров. Главные из них следующие.

Предельно допустимая нагрузка, в диапазоне которой погрешность показаний находится в установленных пределах. Нельзя выходить за пределы предельно допустимой нагрузки, на которую рассчитана данная модель весов. Слишком большая нагрузка может привести к порче весов.

Допустимая погрешность показаний — предельная разность между действительным значением массы взвешиваемого груза и показаниями весов. Значение погрешности характеризует правильность результатов взвешивания в стандартных условиях.

Допустимая вариация (непостоянство) — показаний — предельно допустимая разность показаний весов при неоднократном взвешивании одного и того же груза в стандартных условиях с применением одних и тех же гирь. Значение вариации характеризует воспроизводимость результата взвешивания и, в значительной степени, точность взвешивания.

Чувствительность — предельное отношение приращения отклонения указателя весов к приращению измеряемой величины. Выражают чувствительность в делениях шкалы на миллиграмм или обратной величиной.

С увеличением нагрузки на чашки чувствительность весов уменьшается, т. е. чем больше масса взвешиваемого объекта, тем слабее весы реагируют на изменение массы.

Цена деления — значение деления отсчетных устройств. Часто цена деления согласуется со значением допустимой погрешности или вариацией показаний весов.

Быстродействие — возможная производительность работы на весах, т. е. возможное число взвешиваний в единицу времени.

КЛАССИФИКАЦИЯ ВЕСОВ

По назначению лабораторные весы делятся на технические (общелабораторные), аналитические и специальные, а гири — на гири общего пользования и специальные.

Наибольшие пределы взвешивания технических весов находятся в диапазоне 20 г — 50 кг. Наиболее распространены весы, имеющие нагрузку 0,2—5 кг, с ценой деления 0,05—0,1 г.

Аналитические весы применяют для макро- и микрохимических анализов при взвешивании высшей и высокой точности. В зависимости от предельно допустимой нагрузки и цены деления аналитические весы делятся на следующие группы:

	Предельно допустимая нагрузка	Цена деления
Большегрузные весы	1—5 кг	1—5 мг
Весы для макроанализа	100—200 г	0,05—0,1 мг
Микроаналитические весы	≤ 20 г	$\leq 0,01$ мг
Ультрамикроаналитические весы	< 1 г	0,01—1 мкг

Специальные весы служат для определения величин, зависящих от массы (весовые влагомеры, весы для измерения магнитной восприимчивости и др.)

Весы аналитической группы относятся к 1 и 2 классу точности, технические весы — к 3 и 4 классам. Усредненная приведенная погрешность взвешивания для весов I класса — 0,0001%; 2 класса — 0,0005%; 3 класса — 0,001%; 4 класса — 0,01%.

Гири общего лабораторного пользования делятся на четыре класса. Гири 1 и 2 классов предназначены в основном для аналитических весов, 3 и 4 классов — для технических.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВЕСЫ

Еще в большей степени, чем технические и теххимические весы, подвергались в последние годы модернизации весы аналитической группы. Вместе с тем во многих химических лабораториях еще успешно используются равноплечие рейтерные весы без демпферов — весы периодического качания, не снабженные встроенными гирями. Особенность работы на весах периодического качания заключается в определении их нулевой точки. Коромысло, освобожденное от арретира, начинает совершать постепенно затухающие колебания. Нулевую точку и точку равновесия определяют методом многократных отклонений стрелки коромысла. Перед определением нулевой точки рейтер должен быть снят с коромысла, если нуль находится в центре коромысла, или установлен на нуле, если нуль на левом конце коромысла.

В последние годы широкое распространение получили электронные весы, у которых отсчет показаний или уравнивание нагрузки производится с помощью электронной схемы.

Электронные аналитические весы имеют одну чашку, которая помещается в застекленный футляр, и подсвеченный дисплей. Современные весы могут иметь несколько режимов взвешивания, возможности взвешивания под весами и подключения к принтеру, набор для определения плотности и калибровки пипеток, программу статистической обработки результатов.

Установка аналитических весов

Для весовой комнаты выбирают светлое сухое помещение. Желательно, чтобы оно было расположено на первом этаже, окнами на северную сторону. В весовой комнате должна поддерживаться постоянная температура — около 20 °С. Весы нужно предохранять от воздействия тепловых и воздушных потоков, а также от сырости, пыли, вредных газов и сотрясений.

Весы следует устанавливать в горизонтальном положении на особо прочных постаментах, предохраняющих весы от всяких сотрясений. Не рекомендуется переносить весы с места на место.

Лампы в весовой комнате должны достаточно освещать шкалу весов и, вместе с тем, не нагревать коромысла. Лучше всего устанавливать лампы дневного света.

По окончании взвешивания весы рекомендуется покрывать чехлами.

На консольный стол или полку на кронштейнах, где установлены весы, нельзя ничего ставить. Слева от стола (полки) целесообразно иметь передвижной столик для эксикатора со взвешиваемым веществом и для производства записей.

Правила пользования аналитическими весами

1 Нагрузка на чашках весов не должна превышать наибольшей для данного типа весов. Взвешивают только сидя против весов, опираясь руками на крышку стола. Взвешиваемый предмет берут пинцетом, щипцами или чистой бумагой и помещают на середину левой чашки.

2. Взвешиваемый предмет должен иметь ту же температуру, что и весы. Поэтому перед взвешиванием следует вещество выдерживать в эксикаторе вблизи весов в течение 20—30 мин. Если при взвешивании над весами включают лампу, то сделать это надо за 10—15 мин до начала работы.

3. Прибавлять или убавлять взвешиваемое вещество следует только вне шкафа весов. Если взвешиваемое вещество просыпано на чашку весов или на дно шкафчика, надо немедленно вымести его кисточкой.

4. Гири следует помещать на правую чашку весов таким образом, чтобы они находились в центре чашки. Брать гири следует пинцетом с костяными (пластмассовыми) наконечниками.

5. Когда взвешиваемое вещество или гирьки кладут на чашку весов или снимают с них, весы должны быть арретированы.

6. Перед каждым взвешиванием следует проверять, а если нужно, то и устанавливать их

нулевую точку. Во время наблюдения за отклонением стрелки весов дверцы шкафа должны быть закрыты.

7. При уравнивании взвешиваемого предмета начинают с больших разновесок и затем переходят к более мелким.

Следует всегда пользоваться наименьшим числом разновесок, например, брать разновеску в 2 г, а не две разновески по 1 г. На чашке весов разновески должны лежать в определенном порядке; мелкие разновески не следует класть друг на друга. Большие разновески надо помещать в центре чашки, чтобы она не качалась.

Ошибки взвешивания и их устранение

Ошибки при точном взвешивании могут происходить от различных причин: от неравноплечести весов; от взвешивания в воздухе, а не в пустоте; от изменения массы тел в процессе взвешивания вследствие колебаний температуры, влажности и давления воздуха; от неточных значений масс гирь; от инструментальных погрешностей.

Ошибки, вызванные изменением массы тел в процессе взвешивания, могут происходить вследствие поглощения или потери влаги, испарения летучих веществ, изменения температуры, невнимательности и неаккуратности экспериментатора. Эти ошибки могут быть устранены взвешиванием веществ по разности в герметически закрываемой стеклянной посуде малого объема. При взвешивании по разности положение нулевой точки можно не учитывать.

Погрешности массы гирь зависят от степени точности подгонки их массы к номинальному значению, погрешности аттестации и от необратимых изменений массы в межпроверочном периоде, в основном из-за коррозии. Ошибки, связанные с неточностью масс используемых гирь, можно устранить сличением их с массой образцовых гирь на тех весах, на которых будут с ними работать.

ЗАДАНИЕ:

Произвести взвешивание выданных одинаковых предметов и произвести оценку воспроизводимости измерений.

Порядок выполнения работы:

1. Получить набор предметов у преподавателя.
2. Взвесить все предметы поочередно на весах.
3. Перечертить таблицу регистрации результатов опыта и заполнить ее.
4. Произвести математическую обработку результатов взвешивания.

Регистрация результатов опыта

№ взвешивания	Масса предмета, г m_n	Среднее значение массы предмета, г m_{cp}	Отклонение массы предмета, г $d = m_n - m_{cp}$

Математическая обработка полученных результатов

Расхождение результатов анализа между взвешиваниями не должно превышать 0,2 %..

Определение веса предмета:

Расчет значения веса предмета, как среднеарифметическая величина всех определений:

$$m_{cp} = (m_1 + m_2 + m_3 + \dots + m_n)/n;$$

Определение отклонения результатов:

Отклонением называют разность между каким-либо результатом определения (вариантой) и средним арифметическим, сумма всех положительных и отрицательных отклонений от среднего арифметического равна нулю ($\sum d = 0$).

$$d = m_n - m_{cp};$$
$$d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$$

Определение стандартного отклонения S:

Количественной характеристикой воспроизводимости является стандартное отклонение S, которое находят методами математической статистики. Для небольшого числа измерений (малой выборки) при $n=1-10$, S равно корню квадратному из суммы квадратов всех отклонений ряда, деленной на число членов ряда, минус единица: Величину S называют также средней квадратичной погрешностью.

$$S = \sqrt{\sum d^2 / (n - 1)}$$
$$S = \sqrt{(d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2) / (n - 1)}$$

Воспроизводимость измерений (воспроизводимость результатов анализов) - это качество измерений (результатов анализов), отражающее близость друг к другу результатов измерений, выполняемых в различных условиях (в различное время, в различных местах) по данной методике.

В процентах воспроизводимость оценивают по величине относительного стандартного отклонения.

Определение стандартного отклонения S:

$$\Delta S = S/p_{cp} * 100; \%$$

Обычно считают при $\Delta S = 1...5\%$ воспроизводимость результатов измерения хорошей, при $\Delta S = 5...10\%$ - удовлетворительной, при $\Delta S = 10...15\%$ - плохой, хотя эта шкала воспроизводимости условна и зависит от метода анализа.

Контрольные вопросы:

1. Какие виды лабораторных весов вам известны?
2. Правила работы на аналитических весах.
3. Ошибки взвешивания и их устранение?
4. Что такое «воспроизводимость» результатов измерений?