

Program komputerowy do wzorcowania pehametrów i konduktometrów

Anna Orleańska-Szymczyk (OUM we Wrocławiu)

Aplikacja o nazwie „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” jest napisana w języku „Delphi”. Celem napisania aplikacji było ułatwienie obliczeń oraz generowanie wymaganych dokumentów. Aplikacja została napisana dla konkretnych stanowisk pomiarowych pehametrii i konduktometrii. Algorytmy obliczeń są napisane na podstawie procedur oraz specyfiki stanowisk. Wartości poprawne wzorców oraz ich niepewności pomiarów ze „Świadectwa wzorcowania” są wpisywane w odpowiednie tablice na serwerze. Aplikacja jest wielostanowiskowa. Wszystkie potrzebne dane, budżety i wyniki obliczeń z wielu stanowisk są generowane automatycznie i zapisywane w odpowiednich katalogach na serwerze.

„Calibration of pH meters and conductivity meters” is an application software written in Delphi programming language. Its main objective is to facilitate the calculations and to generate automatically all required documents. Regarding the scope of the application, it serves as a useful tool for the measurement worksites of pH meters and conductivity meters. The calculation algorithms are adapted to the procedures and characteristics of the measurement worksites. The proper values of the standards and their measurement uncertainty are transferred from the „Calibration Certificate” to the defined arrays on the server. The application can be implemented on several worksites. All data, budgets and calculation results which are produced on each worksite are saved in the automatically – generated folders on the server.

Wstęp

Podczas prac na stanowiskach pomiarowych posiadanie sprawnych narzędzi do wzorcowania jest niezwykle użyteczne. W tym celu w 1996 roku powstał program napisany w języku Delphi firmy Borland „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” (*wzr_pHkon*). Przez ostatnie 15 lat był on modyfikowany i ulepszany, uzyskując wysoką sprawność i efektywność. Powyższy program jest wykorzystywany w pracy w Okręgowym Urzędzie Miar we Wrocławiu w Wydziale Elektroniki od 1997 roku.

Program Komputerowy

Program „Wzorcowanie pehametrów i konduktometrów” (*wzr_pHkon*) służy do wzorcowania urządzeń pomiarowych pH, napięcia i przewodności właściwej oraz szacowania niepewności pomiarów.

Program w swojej strukturze zawiera wpisy wartości wzorcowych, błędów podstawowych oraz niepewności

rozszerzonych w skojarzonych tablicach z punktami pomiarowymi, na podstawie świadectw wzorcowania wzorców (rys. 1). Wpisy należy wymieniać wraz z otrzymaniem nowych świadectw, zgodnie ze strukturą tablic.

Powyższe dane są przechowywane w bazie danych na serwerze urzędu i odtwarzane w trakcie uruchamiania aplikacji. Aplikacje mogą być uruchamiane na kilku komputerach, współpracując z jedną bazą danych w sieci urzędu. W czasie wykonywania

Wzorzec rezystancji

Rezystor wzorcowany regulowany, typ 1433-20, nr fabryczny 01-00101013, producent QuadTech, klasa dokładności +/-0,01% + 2 mohm

przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz	przelicz
< 0,01ohm	%	x 0,1ohm	%	x 1ohm	0,03	%	x 10ohm	0,03	%
0,0102	0,0010	0,1000	0,0020	0,9998	0,0025	10,001	0,003	100,01	0,03
0,0200	0,0010	0,2001	0,0020	1,9999	0,0025	20,001	0,006	200,01	0,06
0,0300	0,0010	0,2998	0,0020	2,9999	0,0025	30,002	0,009	300,01	0,09
0,0403	0,0010	0,3998	0,0020	3,9999	0,0025	40,002	0,012	400,02	0,12
0,0500	0,0010	0,4998	0,0020	4,9997	0,0025	50,001	0,015	500,02	0,15
0,0599	0,0010	0,5997	0,0020	5,9998	0,0025	60,002	0,018	600,02	0,18
0,0699	0,0010	0,6997	0,0020	6,9996	0,0021	70,002	0,021	700,02	0,21
0,0799	0,0010	0,7997	0,0020	7,9994	0,0024	80,002	0,024	800,03	0,24
0,0899	0,0010	0,8994	0,0020	8,9994	0,0027	90,003	0,027	900,04	0,27
0,0999	0,0010	0,9994	0,0020	10,000	0,003	100,01	0,03	1000,0	0,3

wyniki wzorcowania podane po odjęciu rezystancji zerowej, która wynosi 0,0054 +/- 0,001 ohm

Według świadectwa wzorcowania GUM nr 3004.1-M41-4180-434/11 z dnia 17 października 2011 r.

DC AC 10k 100MHz

AKCEPTUJ

Rys. 1. Przykładowa tablica z wartościami wzorca

opr. własne

pomiarów zmierzone wielkości elektryczne są wpisywane do odpowiednich okienek.

- Program posiada takie możliwości działania, jak:
- wykonywanie obliczeń wg określonych algorytmów na podstawie dokumentów (procedur),
 - zapamiętywanie budżetów niepewności i wszystkich obliczeń, gromadzenie ich w tablicach i zapisywanie w odpowiednich katalogach zgodnych z numerami zgłoszeń,
 - bezpośredni wydruk ekranu z budżetem oraz wielkościami wejściowymi,
 - bezpośredni wydruk ekranu z tablicą wyników oraz wykresami,
 - generowanie gotowych dokumentów „Protokół wzorcowania” i „Świadectwo wzorcowania” z możliwością drukowania,
 - odtwarzanie dokumentów wraz z obliczeniami w dowolnym czasie po ponownym uruchomieniu aplikacji,
 - gromadzenie opisów przyrządów wzorcowanych oraz sposobów ich obsługi,
 - dostęp do poczty e-mail celem np. wysyłania zapytań do klienta.

Tryby pracy interfejsu programowego (dotyczy tylko symulatora CSP-501)

Opcje podstawowe interfejsu programowego symulatora CSP-501 obejmują:

- a) automatyczne sterowanie symulatora (sekwencja pomiarowa) oraz odczyt z miernika (automatyczne wpisywanie wartości pomiarowych oraz ich obliczanie),
- b) automatyczne sterowanie symulatora (sekwencja pomiarowa) oraz ręczne wpisywanie wartości pomiarowych,
- c) ręczne sterowanie symulatora i automatyczne wpisywanie wartości pomiarowych,
- d) ręczne sterowanie symulatora i ręczne wpisywanie wartości pomiarowych.

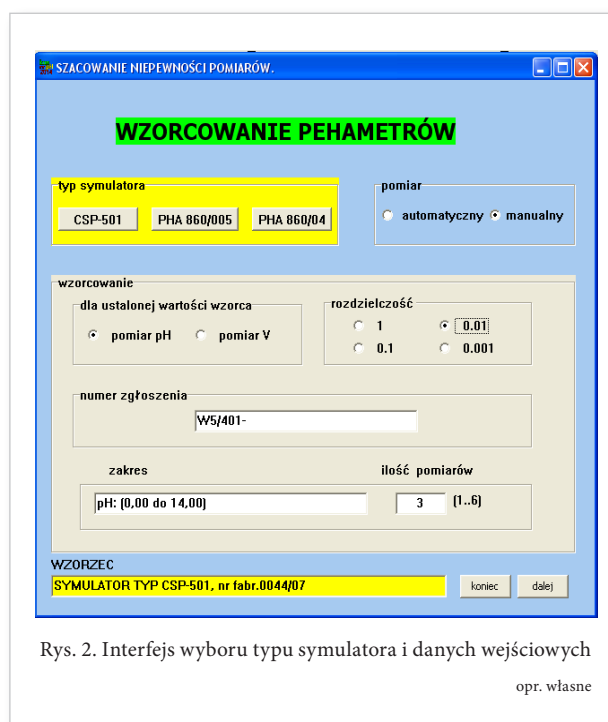
Manualna obsługa programu

Niezbędna obsługa programu może być ograniczona do wpisywania przez operatora w postaci odchyłek danych wejściowych, umożliwiającą dokonanie oszacowań niepewności standardowych typu B oraz wpisanie odczytów wyników pomiarów zgodnie z zadeklarowaną ich ilością. Dalsze czynności program realizuje automatycznie po naciśnięciu przez operatora klawisza „Enter”.

Przeznaczenie programu

Program jest przeznaczony do:

- a) obliczania błędów pomiarów,
- b) obliczania odchylenia standardowego eksperymentalnego (rozrzut wyników pomiarów),
- c) obliczania współczynnika rozszerzenia,
- d) obliczania niepewności rozszerzonej,
- e) tworzenia budżetu niepewności (możliwość wydruku w czasie pracy programu oraz automatyczne zapamiętywanie),
- f) symulowania wyników celem dobrania lepszej metody pomiarowej lub parametrów pomiarów,
- g) kontroli wpisywanych wyników pomiarów (sygnalizowanie błędnego wpisu),
- h) automatycznego samoczynnego tworzenia tabel i ich wypełniania (możliwość wydruku w czasie pracy programu oraz ich automatyczne zapamiętywanie),
- i) automatycznego tworzenia „Protokołu wzorcowania” z dostępem do korekty słów, za wyjątkiem wyników obliczeń,
- j) automatycznego tworzenia „Świadectwa wzorcowania” z dostępem do korekty słów, za wyjątkiem wyników obliczeń,
- k) odtwarzania dokumentów celem korekty,
- l) gromadzenia opisów przyrządów oraz sposobów ich ustawiania (baza mierników wzorcowanych),
- m) tworzenia bazy danych użytkowników oraz przyrządów.



Rys. 2. Interfejs wyboru typu symulatora i danych wejściowych
opr. własne



Rys. 3. Interfejs programowania punktów pomiarowych pH
opr. własne



Rys. 4. Interfejs programowania punktów pomiarowych napięcia
opr. własne

Program automatycznie zapamiętuje wszystkie potrzebne dane oraz budżety i tabele obliczeń, tworząc systemową bazę danych na serwerze urzędu. Jest wyposażony dodatkowo w kalkulator obliczenia niepewności (własny tor obliczeniowy), który ułatwia walidację w każdym dowolnym punkcie pomiarowym, gdyż uwidacznia pośrednie wyniki obliczeń. Kalkulator umożliwia szacowanie niepewności typu A i typu B dla dużej ilości pomiarów.

Interfejsy aplikacji

W przypadku wzorcowania pehametrów należy zaprogramować punkty pomiarowe przy pomocy odpowiednich interfejsów (rys. 2, 3, 4 i 5).

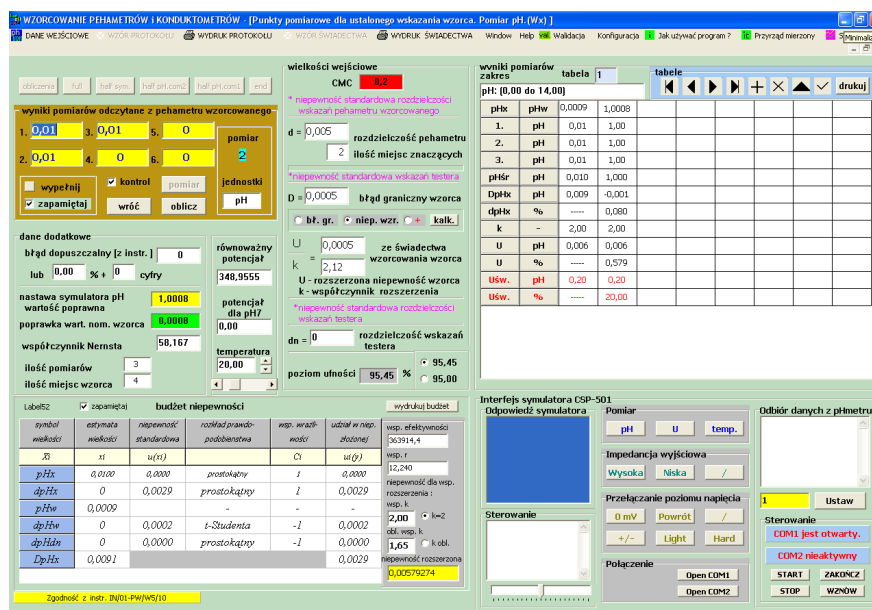
W przypadku pomiarów przewodności właściwej wykorzystywane są interfejsy jak na rys. 6 i 7.

Wzorcowanie pehametru w zakresie pomiaru pH

Praktyczna definicja pH oparta jest na metodzie pomiaru SEM ogniów posiadających cechy elektrody wodorowej (elektroda wskaźnikowa), tj:

- posiada precyzyjnie odtwarzalny potencjał,
- spełnia teoretyczną zależność potencjału od pH przewidzianej równaniem Nernsta.

Wartość wskazań pehametru jest wyrażona wzorem:



Rys. 5. Interfejs użytkownika

opr. własne





Rys. 6. Interfejs wyboru wielkości wejściowych

opr. własne

$$pH(X) = pH(S) + \frac{E_s - E_x}{k} \quad (1)$$

pH(X) – pH roztworu badanego,

pH(S) – pH wzorca,

E_x – SEM ogniwa z roztworem badanym,

E_s – SEM ogniwa z wzorcem pH,

k – współczynnik Nernsta, ($k = \frac{RT \ln 10}{F}$),

R – stała gazowa ($R = 8,314472 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$),

F – stała Faradaya ($F = 96485,3415 \text{ Cmol}^{-1}$),

T – temperatura termodynamiczna.

Błąd wskazań ΔpH_x pehametru wzorcowanego w warunkach odniesienia dla ustalonej wartości napięcia wzorcowego odpowiadającego danej wartości wskazania pH opisuje równanie:

$$\Delta pH_x = pH_x - pH_w \quad (2)$$

pH_x – wskazanie pehametru wzorcowanego, odpowiadające ustalonej wartości napięcia wzorcowego,

pH_w – ustalone wskazanie symulatora pH lub ustalona wartość pH, wynikająca z nastawy symulatora, uwzględniając poprawkę dla jego wartości nominalnej:

$$pH_w = pH_n + \delta pH_n \quad (3)$$

pH_n – ustalone nominalne wskazanie wzorca,

δpH_n – poprawka wartości wzorcowej.

Równanie pomiaru

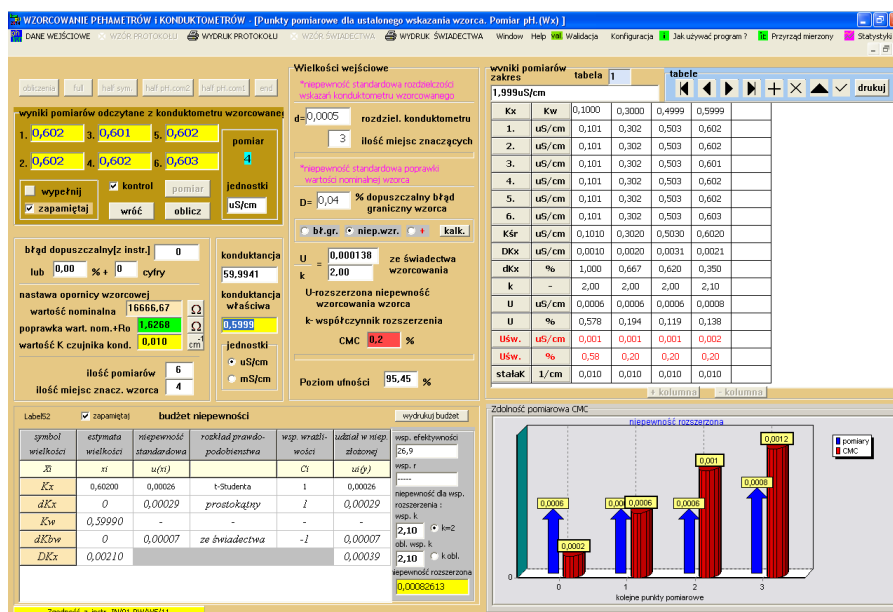
Błąd wskazania ΔpH_x pehametru wzorcowanego określa zależność:

$$\Delta pH_x = ph_x + \delta ph_{dx} - ph_n - \delta ph_{bn} \quad (4)$$

ph_x – wskazanie pehametru,

δph_{dx} – rozdzielczość pehametru,

ph_n – wskazanie testera pH lub wartość pH odpowiadająca napięciu symulatora,



Rys. 7. Interfejs użytkownika

opr. własne

δph_{bn} – poprawka wynikająca z błędu wskazań testera pH lub kalibratora napięcia.

Estymaty wielkości wejściowych δph_{dx} , δph_{bn} przyjmuje się za równe zero.

Równanie niepewności pomiaru

Złożoną niepewność standardową wyznaczenia błędu wskazania pehametru można wyznaczyć na podstawie równania:

$$u_c^2(\Delta ph_x) = u^2(ph_x) + u^2(\delta ph_{dx}) + u^2(ph_n) + u^2(\delta ph_{bn}) \quad (5)$$

- a) $u(ph_x)$ – niepewność standardowa wskazań pehametru, wynikająca z rozrzutu jego wskazań, oszacowana metodą typu A:

$$u(ph_x) = s(\overline{ph_x}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (ph_{xi} - \overline{ph_x})^2} \quad (6)$$

ph_{xi} – kolejny odczyt wskazań pehametru,
 n – ilość powtórzeń pomiaru,

- b) $u(\delta ph_{dx})$ – niepewność standardowa związana z rozdzielczością wskazań pehametru:

$$u(\delta ph_{dx}) = \frac{d}{\sqrt{3}} \quad (7)$$

d – rozdzielczość miernika analogowego pehametru lub wartość odpowiadająca połowie ostatniej cyfry znaczącej wskazań pehametru cyfrowego,

- c) $u(ph_n)$ – niepewność standardowa dla ustalonej wartości pH,

- d) $u(\delta ph_{bn})$ – niepewność standardowa wskazań testera pH lub kalibratora napięcia:

- gdy w świadectwie wzorcowania testera lub kalibratora potwierdzone są jego błędy graniczne

$$u(\delta ph_{bn}) = \frac{E_{\max}}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

E_{\max} – błąd graniczny testera lub kalibratora napięcia wynikający z danych producenta,

- gdy w świadectwie wzorcowania testera lub kalibratora podana jest niepewność jego wzorcowania

$$u(\delta ph_{bn}) = \frac{U}{k} \quad (9)$$

U – rozszerzona niepewność wzorcowania testera lub kalibratora,
 k – współczynnik rozszerzenia.

Niepewność rozszerzona pomiaru

Niepewność rozszerzoną wyznaczenia błędów wskazań pehametru oblicza się z zależności:

$$U = k \cdot u_c(\Delta ph_x) \quad (10)$$

Współczynnik rozszerzenia k przyjmuje wartość dla poziomu ufności ok. 95 %.

Wzorcowanie konduktometru

Wartość przewodności elektrycznej właściwej rezystancji wzorcowej określona jest wzorem:

$$\kappa = \frac{K}{R} \quad (11)$$

R – rezystancja opornika wzorcowego,
 K – wybrana na konduktometrze stała naczynia konduktometrycznego.

Błąd wskazań konduktometru wzorcowanego w warunkach odniesienia dla ustalonego wskazania wyznacza się z zależności:

$$\Delta \kappa_x = \kappa_x - \kappa_w \quad (12)$$

κ_x – przewodność elektryczna właściwa wskazana przez konduktometr,

κ_w – wzorcowa przewodność elektryczna właściwa, określona wzorem:

$$\kappa_w = \frac{K}{R_w} \quad (13)$$

R_w – rezystancja opornicy kontrolnej,

K – wartość stałej czujnika konduktometrycznego.

Równanie pomiaru

Błąd wzorcowanego konduktometru $\Delta \kappa_x$ określa zależność:

$$\Delta \kappa_x = \kappa_x - \delta \kappa_{dx} - \kappa_w - \delta \kappa_{bw} \quad (14)$$

κ_x – wskazanie konduktometru,

$\delta \kappa_{dx}$ – rozdzielczość konduktometru,

κ_w – wzorcowa przewodność elektryczna właściwa,

$\delta\kappa_{bw}$ – poprawka wynikająca z niepewności pomiaru opornicy wzorcowej.

Estymaty wielkości wejściowych $\delta\kappa_{dx}$ i $\delta\kappa_{bw}$ przyjmuje się za równe zero.

Równanie niepewności pomiaru

Złożoną niepewność standardową wyznaczenia błędu wskazania pehametru można wyznaczyć z zależności:

$$u_c^2(\Delta\kappa_x) = u^2(\kappa_x) + u^2(\delta\kappa_{dx}) + u^2(\kappa_w) + u^2(\delta\kappa_{bw}) \quad (15)$$

- a) $u(\kappa_x)$ – niepewność standardowa wskazań konduktometru wynikająca z rozrzutu wskazań konduktometru oszacowana metodą typu A:

$$u(\kappa_x) = s(\bar{\kappa}_x) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (\kappa_{xi} - \bar{\kappa}_x)^2} \quad (16)$$

κ_{xi} – kolejny odczyt wskazań konduktometru,
 n – ilość powtórzeń pomiaru.

- b) $u(\delta\kappa_{dx})$ – niepewność standardowa związana z rozdzielczością wskazań wzorcowanego konduktometru

$$u(\delta\kappa_{dx}) = \frac{d}{\sqrt{3}} \quad (17)$$

d – rozdzielczość miernika analogowego lub wartość odpowiadająca połowie ostatniej cyfry znaczącej wskazań konduktometru cyfrowego.

- c) – niepewność standardowa wartości nominalnej wzorca:
 – gdy w świadectwie wzorcowania wzorca potwierdzone są jego błędy graniczne lub klasa dokładności:

$$u(\delta\kappa_{bw}) = \frac{E_{\max}}{\sqrt{3}} \quad (18)$$

E_{\max} – dopuszczalny błąd graniczny wzorca, wynikający z danych producenta lub obliczony z jego klasy dokładności,
 – gdy w świadectwie wzorcowania wzorca podane są jego rzeczywiste wartości wraz z oszacowaniami niepewności pomiaru:

$$u(\delta\kappa_{bw}) = \frac{U}{k} \quad (19)$$

U – rozszerzona niepewność wzorcowania wzorca,
 k – współczynnik rozszerzenia.

Niepewność rozszerzona pomiaru

Niepewność rozszerzoną wyznaczenia błędu wskazań konduktometru oblicza się z zależności:

$$U = k \cdot u_c(\Delta\kappa_x) \quad (20)$$

Współczynnik rozszerzenia k przyjmuje wartość dla poziomu ufności ok. 95 %.

Podsumowanie

Opracowany program jest typem aplikacji specjalistycznej obejmującej specyfikację stanowiska pomiarowego i stanowi kompleksową obsługę klienta. Aplikacja pozwala na skupienie się tylko na pomiarach, mając jednocześnie wgląd do wszystkich wyników obliczeń. Program czuwa nad poprawnością poprzez komparację przy wpisywaniu wartości mierzonych. Dokumenty końcowe powstają samoczynnie, ograniczając możliwość pomyłek.

Wszystkie wymienione powyżej cechy sprawiają, że program stanowi wygodne i efektywne narzędzie pracy. Jest z powodzeniem wykorzystywany praktycznie w Okręgowym Urzędzie Miar we Wrocławiu w Wydziale Elektroniki.

Literatura

- [1] Procedura ogólna P/OUM3/17, Szacowanie niepewności pomiaru.
- [2] Procedura wzorcowania PW/W5/10, Wzorcowanie pehametrów.
- [3] Instrukcja IN1-PW/W5/10, Szacowanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu pehametrów.
- [4] Procedura PW/W5/11, Wzorcowanie konduktometrów.
- [5] Instrukcja IN1-PW/W5/11, Szacowanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu konduktometrów.