

Gestione della Strumentazione di prova in un laboratorio ISO 17025

ing. Giorgio Ficco
Università degli Studi di Cassino

La Taratura di campioni di Massa e Bilance

Montegrotto Terme – 07 dicembre 2007

I file allegati alla presentazione sono da richiedere a melilli.c@aia.it



- La taratura delle bilance



Cosa fare prima?

- **Preparazione o scelta della procedura**
- **Scelta dei campioni di riferimento**
- **Preparazione dell'attrezzatura**
- **Accendere la bilancia almeno 12 ore prima**
- **Posizionare i campioni vicino alla bilancia**
- **Disattivare l'inseguitore di zero**



- ✓ La caratterizzazione deve avvenire nel sito di utilizzo (le eventuali eccezioni devono essere giustificate)
- ✓ raccolta dei dati generali della bilancia (costruttore, matricola, risoluzione)
- ✓ ispezione generale e verifica del funzionamento della bilancia
- ✓ verificare le condizioni d'uso e l'installazione della bilancia, in particolare la sensibilità del supporto alle vibrazioni, il livellamento, la stabilità termica del luogo, la distanza da possibili fonti di turbolenza dell'aria e la presenza di eventuali disturbi elettromagnetici
- ✓ verifica del raggiungimento dell'equilibrio termico con l'ambiente, la bilancia dovrà restare accesa per almeno 12 ore prima dalle operazioni di taratura (ricordarlo sempre al cliente) ;
installazione della bilancia
- ✓ esaminare il precedente certificato dello strumento
- ✓ adeguata pulizia dei campioni
- ✓ adeguato tempo di stabilizzazione termica dei campioni
- ✓ pulizia generale della bilancia
- ✓ monitoraggio della temperatura durante la taratura (variazioni contenute entro 2– 5 °C)



Scelta dei punti di taratura

Tempo di stabilizzazione:

carico minimo e carico prossimo al fondo scala

Prova di eccentricità:

carico circa pari a un terzo della portata massima (con meno di 4 punti di appoggio del piattello), in alternativa se lo strumento ha più di 4 punti di appoggio (pese) il carico è pari a $1/(n-1)$ della portata, dove n è il numero di appoggi

Prova di ripetibilità:

carico prossimo al minimo (che può essere preso circa zero)

carico prossimo alla metà della portata massima

carico prossimo alla portata massima

Prova di linearità:

10 carichi equispaziati su tutto il campo di pesata (in senso crescente e decrescente), alternati ciascuno a carichi prossimi al minimo (che può essere preso circa zero)



Campioni di riferimento

Nelle misure in cui è previsto l'uso di campioni di massa tarati, si presuppone che di questi sia noto il "**valore convenzionale di massa**" m_c , inteso come:

"la massa di un campione avente la densità uguale a 8000 kg m^{-3} alla temperatura di 20 °C , il quale equilibra, su una bilancia ideale, il corpo in aria avente densità $1,2 \text{ kg m}^{-3}$ alla temperatura di 20 °C "

$$m_c \left(1 - \frac{1,2}{8000} \right) = m \left(1 - \frac{1,2}{\rho_m} \right)$$

m_c : massa convenzionale m : massa ρ_m : densità in kg/m^3



Scelta dei campioni di riferimento

I campioni devono essere **TARATI**

È opportuno scegliere dei campioni con incertezza estesa di taratura inferiore a $0,29 \text{ uf}$ della bilancia in taratura

La scelta della pesiera vincola l'incertezza che si potrà ottenere nella taratura.



Scelta dei campioni in funzione della bilancia in taratura

Classe della bilancia		Divisione di verifica (e)	Numero di Divisioni di verifica (n)		Classe Pesiera
			min	max	
Acc. speciale	I	$0.001 \text{ g} < e$	50.000	-	E2, F1
Accuratezza fine	II	$0.001 \text{ g} < e < 0.05 \text{ g}$	100	100.000	F1, F2
		$0.01 \text{ g} < e$	5.000	100.000	
Accuratezza media	III	$0.1 \text{ g} < e < 2 \text{ g}$	100	10.000	M1, M2
		$5 \text{ g} < e$	500	10.000	
Acc. ordinaria	III	$5 \text{ g} < e$	100	1.000	M1, M2

- L'OIML classifica le bilance con le seguenti categorie: (I) bilance Analitiche, (II) bilance di precisione, (III e IIII) bilance commerciali
- Per minimizzare l'effetto sull'incertezza di taratura è opportuno scegliere una pesiera con incertezza estesa di taratura inferiore a $0,29 \text{ uf}$ della bilancia



Scelta del campione

Portata	Unità di formato (<i>uf</i>) della bilancia									
	0,1 μ g	1 μ g	10 μ g	100 μ g	1 mg	10 mg	100 mg	1 g	10 g	100 g
≤ 50 kg							E2	F2	M2	M3
≤ 20 kg							E2	F2	M2	M3
≤ 10 kg					E1	E1	F1	M1	M3	M3
≤ 5 kg					E1	E2	F2	M2	M3	M3
≤ 2 kg				E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3
≤ 1 kg				E1	E1	F1	M1	M3	M3	
≤ 500 g				E1	E2	F2	M2	M3	M3	
≤ 200 g			E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3	
≤ 100 g			E1	E1	F1	M1	M3	M3		
≤ 50 g			E1	E1	F1	M1	M3	M3		
≤ 20 g		E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3		
≤ 10 g		E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 5 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 2 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 1 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2				



Tabella 00 - Tempi di stabilizzazione termica delle masse in funzione della differenza di temperatura iniziale ΔT tra massa e bilancia.

ΔT	Valore della massa	Classe E1	Classe E2	Classe F1	Classe F2
$\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$	1000, 2000, 5000 kg ¹	-	-	79 h	5 h
	100, 200, 500 kg ¹	-	70 h	33 h	4 h
	10, 20, 50 kg	45 h	27 h	12 h	3 h
	1, 2, 5 kg	18 h	12 h	6 h	2 h
	100, 200, 500 g	8 h	5 h	3 h	1 h
	10, 20, 50 g	2 h	2 h	1 h	0,5 h
	< 10 g	1 h			
$\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$	1000, 2000, 5000 kg ¹	-	-	1 h	1 h
	100, 200, 500 kg ¹	-	40 h	2 h	1 h
	10, 20, 50 kg	36 h	18 h	4 h	1 h
	1, 2, 5 kg	15 h	8 h	3 h	1 h
	100, 200, 500 g	6 h	4 h	2 h	0,5 h
	10, 20, 50 g	2 h	1 h	1 h	0,5 h
	< 10 g	1 h			
$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$	1000, 2000, 5000 kg ¹	-	-	1 h	0,5 h
	100, 200, 500 kg ¹	-	16 h	1 h	0,5 h
	10, 20, 50 kg	27 h	10 h	1 h	0,5 h
	1, 2, 5 kg	12 h	5 h	1 h	0,5 h
	100, 200, 500 g	5 h	3 h	1 h	0,5 h
	< 100 g	0,5 h			



Manipolazione dei campioni

- Quando non si utilizzano i campioni, posarli sempre su un piano pulito (o nella loro custodia);
- quando non sono sulla bilancia, è preferibile posarli su una salvietta priva di filacci e lanugine;
- Pulire e strofinare bene il piatto della bilancia affinché non vi siano né granelli di polvere né tracce di sporco;
- Non maneggiare o raccogliere mai i campioni a mani nude: Usare sempre guanti o adeguate pinzette;
- Se necessario il lavaggio dei pesi attendere i tempi di stabilizzazione indicati in tabella

Classe	Lavaggio con alcool	Lavaggio con acqua dist.
E ₁	da 7 a 10 giorni	da 4 a 6 giorni
E ₂	da 3 a 6 giorni	da 2 a 3 giorni
F ₁	1 o 2 giorni	1 giorno
per le altre classi	almeno 1 ora	almeno 1 ora



Prove preliminari

- Verifica della funzionalità
- Verifica dell'installazione
- Sensibilità ad effetti magnetici
- Determinazione del tempo di stabilizzazione
- Sensibilità all'eccentricità del carico



Sensibilità agli effetti magnetici

Alcuni trasduttori utilizzati nelle bilance elettroniche possono presentare una rilevabile sensibilità al momento magnetico residuo e alla permeabilità magnetica del carico.

Una prova semplice, che fornisce indicazioni di tipo qualitativo, si può fare utilizzando un carico di valore prossimo alla portata, costituito da un oggetto di materiale ferromagnetico e da un distanziale di materiale paramagnetico (ad esempio legno, alluminio o plastica). Tale carico verrà pesato due volte, la prima con il distanziale sovrapposto all'oggetto, la seconda con il distanziale interposto tra piattello e massa ferrosa. Una eventuale differenza tra le letture (confrontabile con lo scarto tipo della bilancia) indicherà la sensibilità del trasduttore all'effetto sopra segnalato.



Tempo di stabilizzazione della lettura

Si procederà alla determinazione del tempo minimo di stabilizzazione t caricando la bilancia con un carico prossimo al massimo e rilevando le letture ad intervalli di qualche secondo, continuando i rilevamenti per un periodo almeno doppio di quello di apparente stabilizzazione.

Si ripeta la prova a carico prossimo a zero e si assuma quale tempo di stabilizzazione il più grande dei t rilevati.



Tempo di stabilizzazione: è il tempo necessario per riscontrare una lettura stabile (moltiplicato per un fattore 5 fornisce il tempo di lettura)

Tempo di Stabilizzazione				
i	Carico max		Carico min	
	Lettura	Tempo	Lettura	Tempo
1	1000	4	1	2
2	1000	5	1	3
3	1000	3	1	4
4	1000	6	1	2
5	1000	3	1	3
6	1000	6	1	4
	6		4	
Tempo di stabilizzazione /t			6	



Intervallo di pesata

Fissato il tempo di stabilizzazione t , in funzione delle operazioni di carico e scarico previste, si fisserà un tempo T di intervallo tra le letture, da mantenere costante per tutte le prove (e le pesate).

Questo dovrà tener conto oltre che di t , anche dei tempi necessari per muovere i carichi attorno alla bilancia e per posizionarli correttamente sul ricettore piattello.

Esso normalmente viene assunto variabile tra 60 e 120 s, comprende anche il tempo necessario alle operazioni di carico e scarico dei campioni, anche nella forma più complessa e deve essere tenuto costante durante le operazioni di taratura.



Eccentricità del carico

Scopo della prova è di verificare eventuali anomalie nel funzionamento della bilancia imputabili alla sensibilità dello strumento al decentramento del carico sul ricettore (piattello). L'effetto sulla lettura spesso non è proporzionale al decentramento ed all'entità del carico applicato, e quindi non è consentita l'estrapolazione a situazioni diverse da quelle effettivamente verificate.

La massa utilizzata per la misurazione non è necessariamente tarata.

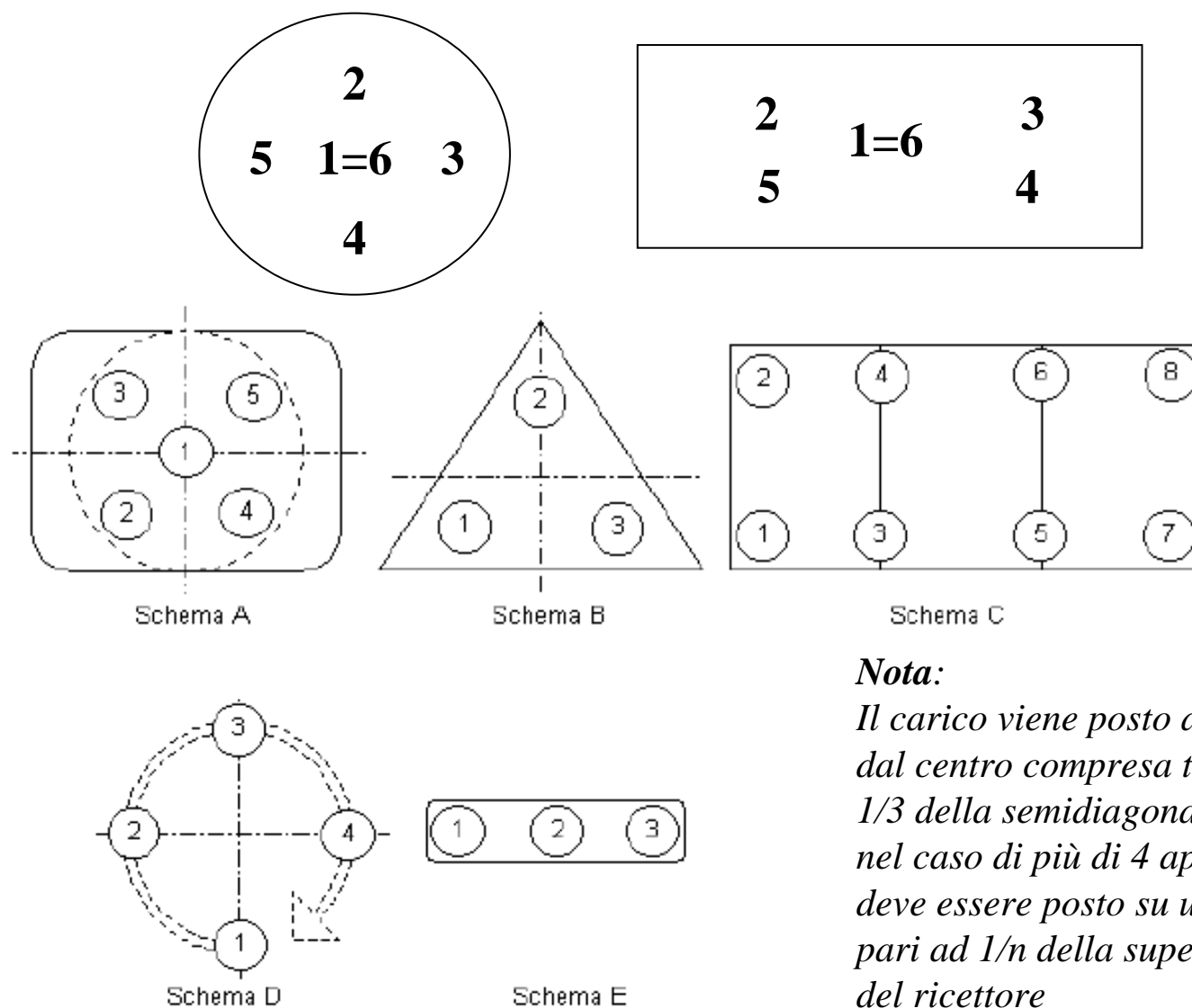


Prova di Eccentricità

Posizione	Lettura L	Diff.L
1=6	500	-0,0005
2	499,999	-0,0015
3	500,001	0,0005
4	500,002	0,0015
5	499,999	-0,0015
6=1	500,002	0,0015
L,media	500,0005	
L,max	500,002	
L,min	499,999	
diff.Lmax	0,003	

$$diffL_{\max} = L_{\max} - L_{\min}$$

$$diffL_i = L_i - L_{med}$$



Nota:

Il carico viene posto ad una distanza dal centro compresa tra la metà ed 1/3 della semidiagonale (raggio), nel caso di più di 4 appoggi il carico deve essere posto su una superficie pari ad 1/n della superficie totale del ricettore

Fig.1 - Posizioni del carico per la misurazione della sensibilità all' eccentricità del carico



Prova di Eccentricità: elaborazione dei risultati

Posizione	Lettura L	Diff.L
1=6	500	-0,0005
2	499,999	-0,0015
3	500,001	0,0005
4	500,002	0,0015
5	499,999	-0,0015
6=1	500,002	0,0015
L,media	500,0005	
L,max	500,002	
L,min	499,999	
diff.Lmax	0,003	

$$diffL_{\max} = L_{\max} - L_{\min}$$

$$diffL_i = L_i - L_{med}$$



Ripetibilità

Dato l'uso che generalmente viene fatto delle bilance elettroniche, la ripetibilità dello strumento viene espressa dal dato che si riferisce a pesate per **lettura diretta**, cioè a come si ripeta la lettura di una bilancia se uno stesso **oggetto** viene ripetutamente posto sul suo piatto.

La misurazione va eseguita ad almeno due livelli di carico, cioè a pieno carico (Max) e a circa metà della portata ($\frac{1}{2}$ Max), utilizzando delle masse non necessariamente tarate, ma di qualità idonea a garantire una buona stabilità



Prova di Ripetibilità: Esempio di Foglio di Raccolta Dati

i	L_{min}	L	L_c	L_{min}	L	L_c
	/g	/g	/g	/g	/g	/g
1	xxx			xxx		
2		xxx	xxx		xxx	xxx
3	xxx			xxx		
4		xxx	xxx		xxx	xxx
5	xxx			xxx		
21	xxx			xxx		

media	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
max	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
min	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
s_L	xxx			xxx		
s		xxx			xxx	



Prova di Ripetibilità: elaborazione dei risultati

Si effettuano 10 ripetizioni su ciascun livello (intervallate da letture a carico minimo). Sui due livelli di carico si valutano i seguenti parametri:

- lettura corretta

$$L_{ci} = L_i - \frac{1}{2} \cdot (L_{i-1} + L_{i+1}); L_{cm} = \frac{1}{n} \sum_i^n L_{ci}$$

- scarto tipo

$$s_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{c_i} - L_{cm})^2}{n-1}}$$

- scarto tipo della bilancia

$$s = \sqrt{s_L^2 + \left(\frac{uf}{2 \cdot \sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{s_L^2 + \frac{uf^2}{12}}$$



$$u_B = \sqrt{s_L^2 + \frac{uf^2}{12}}$$

Bilance con basso numero di divisioni, in cui lo scarto tipo s_L dia casualmente risultato nullo, potrebbero indurci a considerarle come *bilance a incertezza di ripetibilità nulla*.

L'incertezza di ripetibilità della bilancia **non può essere inferiore a circa un terzo della sua risoluzione**. Il numero di gradi di libertà con cui si è trovato lo scarto tipo della bilancia è pari a $\nu_L = n - 1$.



Linearità

Con questa prova ci si prefigge di verificare, su tutto il campo di misura, la corrispondenza tra l'indicazione della bilancia e il carico applicato, misurando la **correzione** che deve essere **aggiunta** all'indicazione e la sua incertezza estesa.

Occorre rilevare una vera e propria **curva di taratura**, che potrà poi essere data sotto forma di tabella o di grafico o, meglio ancora, di polinomio interpolatore.

Durante questa misurazione l'eventuale autoregolazione con massa interna non deve essere attivata se non una volta, prima dell'inizio. Analogamente, per quegli strumenti con sistema di regolazione manuale esterno, detta operazione deve, eventualmente, essere fatta prima dell'inizio della taratura.



Per l'esecuzione di questa misurazione occorre evidentemente una **serie di masse tarate**, con incertezza adeguata all'incertezza di taratura della bilancia che si vuole ottenere.

La misurazione consiste in m (almeno 10) letture, a carichi equispaziati su tutto il campo di pesata, ripetute almeno due volte, con carico crescente e con carico decrescente.

Le letture sotto carico sono intervallate da letture a carico Min (normalmente zero).



Prova di Linearità: Elaborazione dei risultati

- *lettura corretta*

$$L_{ci} = Li - \frac{1}{2}(L_{i-1} + L_{i+1})$$

- *scostamento
(errore di indicazione)*

$$\Delta_{mi} = L_{ci} - M_{ci}$$

- *differenza di zeri*

$$\Delta Z_i = L_{\min(i-1)} - L_{\min(i+1)}$$

- *scostamento medio
di lettura salita-discesa*

$$\Delta M = \frac{1}{2}(\Delta M_{i(\text{salita})} + \Delta M_{i(\text{discesa})})$$



Lecture a carico crescente

	M	M_c	L	L_c	ΔM_1	ΔZ
n.	V. nom	V. certif	lettura	Letto.Cor	$M_C - L_C$	diff.zeri
	/g	/g	/g	/g	/g	/g
1	Min	xxx	xxx	xxx	xxx	
2	M_1	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
3	Min	xxx	xxx			
4	M_2	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
5	Min	xxx	xxx			
...						
20	M_{10}	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
21	Min	xxx	xxx			

$$L_{Ci} = L_i - \frac{1}{2}(L_{i-1} + L_{i+1})$$

$$\Delta M_i = \frac{1}{2}(\Delta M_{1i} + \Delta M_{2i})$$

$U(\Delta M)$ = incertezza estesa di taratura

K = fattore di copertura

u_B = incertezza composta di ripetibilità

$(s_1 + \dots + s_n)$ = incertezza tipo composta del carico

$$U(\Delta M) = K \sqrt{(s_1 + \dots + s_n)^2 + u_B^2 + \frac{(k_t \Delta t M_{\max})^2}{3}}$$



Incertezza estesa

se le variabili aleatorie che intervengono sono a distribuzione di probabilità normale (gaussiana) e le stime delle grandezze in oggetto di misura sono sufficientemente affidabili, si calcoli, in modo approssimato:

$$U = 2 u$$

senza procedere alla valutazione del numero di gradi di libertà dell'esperimento.



Incertezza estesa

Si passa dall'incertezza tipo composta u_c a quella estesa moltiplicando per il fattore di copertura K ;

Gradi di libertà	K
1	13,97
2	4,53
3	3,31
4	2,87
5	2,65
6	2,52
7	2,43
8	2,37
9	2,28
10	2,25
12	2,23
15	2,18
20	2,13

$$U(\Delta M) = K u(\Delta M)$$



Uso della bilancia

Il calcolo delle correzioni e dell'incertezza della bilancia in uso è

responsabilità dell'utente

e non di chi effettua la taratura.

Effettuata la taratura di uno strumento, è importante fornire all'utente indicazioni su come utilizzare i dati riportati nel Certificato o nel Rapporto di taratura per un corretto uso dello strumento.



Stima dell'incertezza di Taratura della Bilancia

Scarto tipo di
ripetibilità al carico
immediatamente
superiore

Somma algebrica
delle incertezze (u)
delle masse utilizzate

$$u_c = \sqrt{s_r^2 + \left(\sum s_i\right)^2}$$

$$K = 2$$

$$U = K \cdot u_c$$



Stima dell'incertezza di Uso della Bilancia

$$u_c = \sqrt{(\sum s_i)^2 + s_r^2 + s_e^2 + s_t^2 + s_c^2 + u_m^2}$$

$$s_e = \frac{\text{diff.L}_{\max}}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per l'eccentricità}$$

$$s_t = \frac{K_t M \Delta t}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per effetti termici}$$

$$u_m = m_x \cdot 10^{-5} \longrightarrow \text{Contributo per effetti magnetici}$$

$$s_c = \frac{\Delta M_{\max}}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per non linearità (laddove non si può correggere)}$$



Metrologia Legale: Verifica Periodica

Tutti gli strumenti per pesare del “tipo Omologato” devono essere sottoposti a **Verifica periodica**. Essa viene effettuata dalle **Camere di Commercio** competenti territorialmente o eseguita da un **Laboratorio Accreditato**.

Secondo le nuove disposizioni del decreto 28 marzo 2000 n. 182 la periodicità della verifica viene fissata in **3 anni**.

Gli strumenti in attività secondo L'art. 2 del D.L. 517 comma 2 vengono verificati secondo quanto previsto dalla Norma Europea EN 45501.



Verifica Periodica

ISPEZIONE VISIVA

Prima delle prove, lo strumento viene controllato visivamente :

- o caratteristiche metrologiche, cioè classe di precisione, Min, Max, e, d;
- o indicazioni obbligatorie e il luogo dei marchi di verifica e dei sigilli di controllo.

PROVE METROLOGICHE

Prova di Linearità

Prova di Pesatura con Tara

Prova di esattezza dell'Azzeraamento e della tara

Prova di Ripetibilità (fedeltà)

Prova di Eccentricità

Prova di sensibilità (Mobilità)



Errori tollerati in Verifica CE e Periodica

Errori massimi Tollerati in Verifica CE	PER CARICHI m ESPRESSI IN DIVISIONI DI VERIFICAZIONE e			
	CLASSE I	CLASSE II	CLASSE III	CLASSE IIII
$\pm 0,5 e$	tra 0 e 50000	tra 0 e 5000	tra 0 e 500	tra 0 e 50
$\pm 1 e$	tra 50000 e 200000	tra 5000 e 20000	tra 500 e 2000	tra 50 e 200
$\pm 1,5 e$	oltre 200000	oltre 20000	oltre 2000	oltre 200

In **VERIFICA PERIODICA** gli errori massimi tollerati sono pari al doppio degli errori massimi tollerati in sede di Verifica CE



- La Taratura dei Campioni di Massa



Operazioni preliminari

- ✓ verificare il buon funzionamento della bilancia
- ✓ esaminare il certificato dello strumento
- ✓ alimentare la bilancia (prima di essere impiegata in una taratura di massa deve essere alimentata ininterrottamente almeno per 12 ore)
- ✓ pulizia dei campioni
- ✓ attendere un adeguato tempo di stabilizzazione termica dei campioni



Cura e Manutenzione

- L'OIML stabilisce che i pesi siano maneggiati e conservati in modo da mantenerli puliti.
- Quando si utilizzano i pesi, posarli sempre su un piano pulito (o nella loro custodia); quando non sono sulla bilancia, è preferibile posarli su una salvietta che non presenti filacci né lanugine.
- Pulire e strofinare bene il piatto della bilancia affinché non vi siano né granelli di polvere né tracce di sporco.
- Non maneggiare o raccogliere mai i pesi a mani nude: Usare sempre guanti o adeguate pinzette. Ciò impedirà che sui pesi si depositino l'unto della pelle ed altri contaminanti.
- Quando i pesi non sono in uso, si raccomanda di conservarli nell'apposita custodia in dotazione. Se i pesi non hanno alcuna custodia, bisognerà acquistarne una adatta, oppure riporli in un contenitore pulito, all'interno del laboratorio, per proteggere le loro superfici. Ciò impedirà alle particelle trasportate dall'aria di depositarsi sui pesi, quando questi non sono in uso.



Pulizia dei campioni

- Nessun metodo di pulizia è perfetto. L'importante è capire che certi metodi di pulizia possono alterare il valore della massa di un peso. Ciò può essere dovuto a materiale asportato, sia esso sporco o reale materia prima, durante le operazioni di pulizia.
- Se la pulizia non viene fatta secondo procedure adeguate, si può rischiare di alterare il valore convenzionale della massa, rendendo indispensabile una nuova taratura.



Prima della taratura la polvere e ogni altra particella estranea deve essere rimossa usando, per esempio, un flusso di gas (non aria compressa) o un pennello morbido. Si deve aver cura che abrasioni non abbiano da cambiare le proprietà della superfici.

Se un peso è sporco potrà essere lavato, per intero o in parte, con alcol pulito, acqua distillata o altro solvente.

Masse con cavità interne non devono essere normalmente immerse nel solvente se vi è la possibilità che il solvente penetri al loro interno.

Dopo la pulizia con solvente, la massa deve essere lasciata stabilizzare. I tempi tipici, dopo lavaggio con alcol, sono: per la classe E_1 da 7 a 10 giorni, per la classe E_2 da 3 a 6 giorni, per la classe F_1 , 1 o 2 giorni, per le rimanenti classi almeno 1 ora. Se si usa il lavaggio con acqua distillata i tempi consigliati sono: per la classe E_1 da 4 a 6 giorni, per la classe E_2 da 2 a 3 giorni, per la classe F_1 , 1 giorno, per le rimanenti classi almeno 1 ora.



Sensibilità ai carichi magnetici

Qualora si abbia sospetto di una troppo elevata sensibilità magnetica della bilancia, oppure in presenza di corpi da tarare il cui paramagnetismo non sia certo, si raccomanda di effettuare la prova seguente, utilizzando oltre al corpo da tarare anche un distanziale, di materiale solido, sicuramente paramagnetico, e dimensione assiale almeno pari a metà del diametro del ricettore di carico. Il distanziale può essere fatto di alluminio, di legno duro e non resinoso, di teflon o di altre materie plastiche. Si seguirà la seguente procedura:

- 1. pesare il corpo con sopra il distanziale (L_1)**
- 2. pesare il distanziale con sopra il corpo (L_2)**

Se si riscontra che $|L_1 - L_2| \leq 2s$ (con s scarto tipo della bilancia) l'effetto magnetico non influenza sensibilmente la misura. In quest'ultimo caso si può effettuare la taratura interponendo sempre il distanziale al carico, oppure in modo usuale, senza distanziale, ma si aumenta l'incertezza di taratura.



- **Stabilizzazione termica della masse**

E' necessario che le masse prima della taratura raggiungano l'equilibrio termico con lo strumento per pesare ponendo i corpi in taratura nei pressi della bilancia e attendendo un tempo di stabilizzazione almeno pari a quanto previsto nella tabella.

- **Caricamento della bilancia**

Si deve prestare la massima attenzione affinché il corpo da pesare sia esattamente al centro del ricettore di carico.

- **Riscaldamento della bilancia (allenamento)**

si ottiene attendendo il periodo di stabilizzazione della lettura T , per una durata complessiva di almeno 10 min. Durante queste pesate simulate (non registrate ai fini della taratura) si verificherà la regolarità della bilancia e del suo ritorno a zero.

- **Prescrizioni del costruttore della bilancia**

azzeramento, calibrazione e software.



Tempi di stabilizzazione termica

Table B.2 [11] Thermal stabilization in hours

ΔT^*	Nominal value	Class E ₁	Class E ₂	Class F ₁	Class F ₂
± 20 °C	1 000, 2 000, 5 000 kg	-	-	79	5
	100, 200, 500 kg	-	70	33	4
	10, 20, 50 kg	45	27	12	3
	1, 2, 5 kg	18	12	6	2
	100, 200, 500 g	8	5	3	1
	10, 20, 50 g	2	2	1	1
	< 10 g		1		0.5
± 5 °C	1 000, 2 000, 5 000 kg	-	-	1	1
	100, 200, 500 kg	-	40	2	1
	10, 20, 50 kg	36	18	4	1
	1, 2, 5 kg	15	8	3	1
	100, 200, 500 g	6	4	2	0.5
	10, 20, 50 g	2	1	1	0.5
	< 10 g		0.5		
ΔT^*	Nominal value	Class E ₁	Class E ₂	Class F ₁	Class F ₂
± 2 °C	1 000, 2 000, 5 000 kg	-	-	1	0.5
	100, 200, 500 kg	-	16	1	0.5
	10, 20, 50 kg	27	10	1	0.5
	1, 2, 5 kg	12	5	1	0.5
	100, 200, 500 g	5	3	1	0.5
	< 100 g	2	1		0.5
± 0.5 °C	1 000, 2 000, 5 000 kg	-	-	-	-
	100, 200, 500 kg	-	1	0.5	0.5
	10, 20, 50 kg	11	1	0.5	0.5
	1, 2, 5 kg	7	1	0.5	0.5
	100, 200, 500 g	3	1	0.5	0.5
	< 100 g	1	0.5		

* ΔT = Initial difference between weight temperature and laboratory temperature.



La taratura dei campioni di massa

Taratura per **LETTURA DIRETTA**

$$m_x = L + \delta L + \delta m_B + \delta m_e + \delta m_m + \delta m_t + \delta m_o$$

L lettura della bilancia (semplice o corretta)

δL correzione per gli effetti di non linearità.

δm_B correzione per la diversa spinta di galleggiamento su corpi di densità ρ diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ in aria di densità ρ_a diversa da $1,2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

δm_e correzione per sensibilità ai carichi eccentrici.

δm_m correzione per sensibilità ai carichi magnetici.

δm_t correzione per sensibilità alle variazioni di temperatura.

δm_o correzione per sensibilità altri effetti amb. (oper., ...).



Effetto della NON LINEARITA' della bilancia

- Correzione

1. Polinomio della correzione
2. Polinomio lettura corretta
3. Interpolazione da tabella

$$\delta L = \alpha_0 + \alpha_1 L + \dots + \alpha_i L^i$$

$$L_c = L + \delta L = \alpha_0 + \alpha_1 L + \dots + \alpha_i L^i$$

- Incertezza

$$u^2(L + \delta L) = s_M^2 + u_B^2 + \frac{(\Delta M_{\max})^2}{3}$$

- s_M , è l'incertezza di taratura più elevata (cert. bilancia)
- ΔM_{\max} , è il valore di correzione massimo della bilancia (linearità)
- u_B , è lo scarto tipo della bilancia



Effetto della DENSITA' della massa e dell'aria (spinta archimedeica o galleggiamento)

- Correzione (vedi tabella successiva)

$$\delta m_B = m_x (\rho_a - 1.2) \left(\frac{1}{\rho} - \frac{1}{8000} \right)$$

- Incertezza

$$\frac{u(\delta m_B)}{m_x} = \sqrt{\left(\frac{1}{\rho} - \frac{1}{8000} \right)^2 u^2(\rho_a) + \frac{(\rho_a - 1.2)^2}{\rho^4} u^2(\rho) + \frac{u^2(\rho) u^2(\rho_a)}{\rho^4}}$$



Tabella delle correzioni per effetto di galleggiamento
(rif. SIT/Tec-00403 #7.3.2)

Lega o materiale	Densità ρ/kg·m⁻³	$u(r)$ /kg·m⁻³	$\delta m_b/m_x$ se $\rho_a=1,14$ kg·m⁻³	$\delta m_b/m_x$ se $\rho_a=1,16$ kg·m⁻³	$\delta m_b/m_x$ se $\rho_a=1,18$ kg·m⁻³	U (δm_b)/m_x
Platino	21400	75	$4,696 \cdot 10^{-6}$	$3,131 \cdot 10^{-6}$	$1,565 \cdot 10^{-6}$	$7,83 \cdot 10^{-7}$
Ottone	8400	85	$3,571 \cdot 10^{-7}$	$2,381 \cdot 10^{-7}$	$1,190 \cdot 10^{-7}$	$6,42 \cdot 10^{-8}$
Acciaio inoss.	7950	70	$-4,717 \cdot 10^{-8}$	$-3,145 \cdot 10^{-8}$	$-1,572 \cdot 10^{-8}$	$2,35 \cdot 10^{-8}$
Acciaio al carb.	7700	100	$-2,922 \cdot 10^{-7}$	$-1,948 \cdot 10^{-7}$	$-9,740 \cdot 10^{-8}$	$5,92 \cdot 10^{-8}$
Ghisa bianca	7700	200	$-2,922 \cdot 10^{-7}$	$-1,948 \cdot 10^{-7}$	$-9,740 \cdot 10^{-8}$	$8,32 \cdot 10^{-8}$
Ghisa grigia	7100	300	$-9,507 \cdot 10^{-7}$	$-6,338 \cdot 10^{-7}$	$-3,169 \cdot 10^{-7}$	$1,98 \cdot 10^{-7}$
Alluminio	2700	65	$-1,472 \cdot 10^{-5}$	$-9,815 \cdot 10^{-6}$	$-4,907 \cdot 10^{-6}$	$2,46 \cdot 10^{-6}$
Acqua potabile	1000	5	$-5,250 \cdot 10^{-5}$	$-3,500 \cdot 10^{-5}$	$-1,750 \cdot 10^{-5}$	$8,75 \cdot 10^{-6}$



Effetto dell' ECCENTRICITA'

- Correzione

si preferisce assumere $\delta m_e = 0$ e tenerne conto nella stima dell'incertezza

- Incetezza

$$u(\delta m_e) = \frac{\text{diff}L_{\max}}{\sqrt{3}}$$



Effetto della TEMPERATURA

- Correzione

$$\delta m_t = K_t m_x \Delta t$$

K_t è il coefficiente di sensibilità termica della bilancia (*)

Δt è la differenza rispetto alla temperatura di taratura della bilancia

Normalmente si assume $\delta m_t = 0$ perché K_t è di difficile quantificazione

- Incertezza

$$u(\delta m_t) = \frac{K_t m_x \Delta t}{\sqrt{3}}$$

(*) quando K_t non è noto si può fare riferimento ai seguenti valori:

Numero di uf	$10^6 K_t / ^\circ C^{-1}$
> 300.000	3 // 1,5
60.000 // 300.000	6 // 3
< 60.000	10 // 6



Effetti MAGNETICI

- Correzione

si preferisce assumere $\delta m_m = 0$ e tenerne conto nella stima dell'incertezza

- Incertezza

$$u(\delta m_m) = 10^{-5} m_x$$



Stima dell'incertezza composta

$$u(m_x) \sqrt{u^2(L + \delta L) + u^2(\delta m_B) + u^2(\delta m_e) + u^2(\delta m_t) + u^2(\delta m_m) + u^2(\delta m_o)}$$

Incertezze per la bilancia (solitamente correlate):

- scarto tipo al carico in esame (inc. tipo ripetibilità): $s = u(L)$
- incertezza composta di taratura della bilancia: $u(\delta L)$

Gli altri contributi sono:

- densità del materiale se diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$: $u(\delta m_B)$
- eccentricità del carico: $u(\delta m_e)$
- differenza tra temp. di esercizio e di taratura: $u(\delta m_t)$
- effetti magnetici tra l'oggetto in misura e bilancia: $u(\delta m_m)$
- ulteriori termini dovuti a fattori ambientali: $u(\delta m_o)$



B. Taratura per CONFRONTO

- **doppia sostituzione semplice**

metodo A,B,B,A da ripetersi n volte, per dare ridondanza ai dati ottenuti (Il numero minimo n è fissato dalla tabella che segue, esso può essere aumentato per ridurre l'incertezza di taratura delle masse. Nel caso di pesiere di classe E o F₁ si consigliano almeno 3 ripetizioni del ciclo).

E ₁	E ₂	F ₁	F ₂	M ₁ - M ₃
3	2	1	1	1

- **doppia sostituzione con massa di sensibilità**

sostanzialmente simile al metodo precedente con l'utilizzo di una massa di sensibilità pari a circa 100 uf per la correzione delle letture.

- **della massa di più oggetti con quella di un campione**

sostanzialmente simile al metodo precedente con l'utilizzo di più campioni in taratura.



Stima del misurando

$$m_x = m_c + d + dm_B + dm_m + dm_o$$

- m_c valore convenzionale del campione (dal certificato);
- d differenza, indicata dalla bilancia, tra campione e misurando.
- dm_B correzione per diversa spinta galleggiamento su corpi di densità ρ diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ in aria densità ρ_a diversa da $1,2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- dm_m correzione per sensibilità ai carichi magnetici.
- dm_o correzione per sensibilità altri effetti amb. (operatore,...).

Non si tiene conto dell'effetto di eccentricità poiché questo, se presente, provocherebbe un aumento dello scarto tipo del confronto, immediatamente riscontrabile.

Così anche si trascura l'effetto di deriva termica, se si può supporre che misurando e campione siano isotermi tra loro e con la bilancia.

Può essere opportuno introdurre un termine legato alla deriva nel tempo del campione (si può ovviare con frequenti conferme metrologiche).

Si correggono le letture della bilancia per l'errore di linearità



Stima dell'incertezza composta

$$u(m_x) = \sqrt{u^2(m_c) + u^2(d) + u^2(\delta m_B) + u^2(\delta m_m) + u^2(\delta m_o)}$$

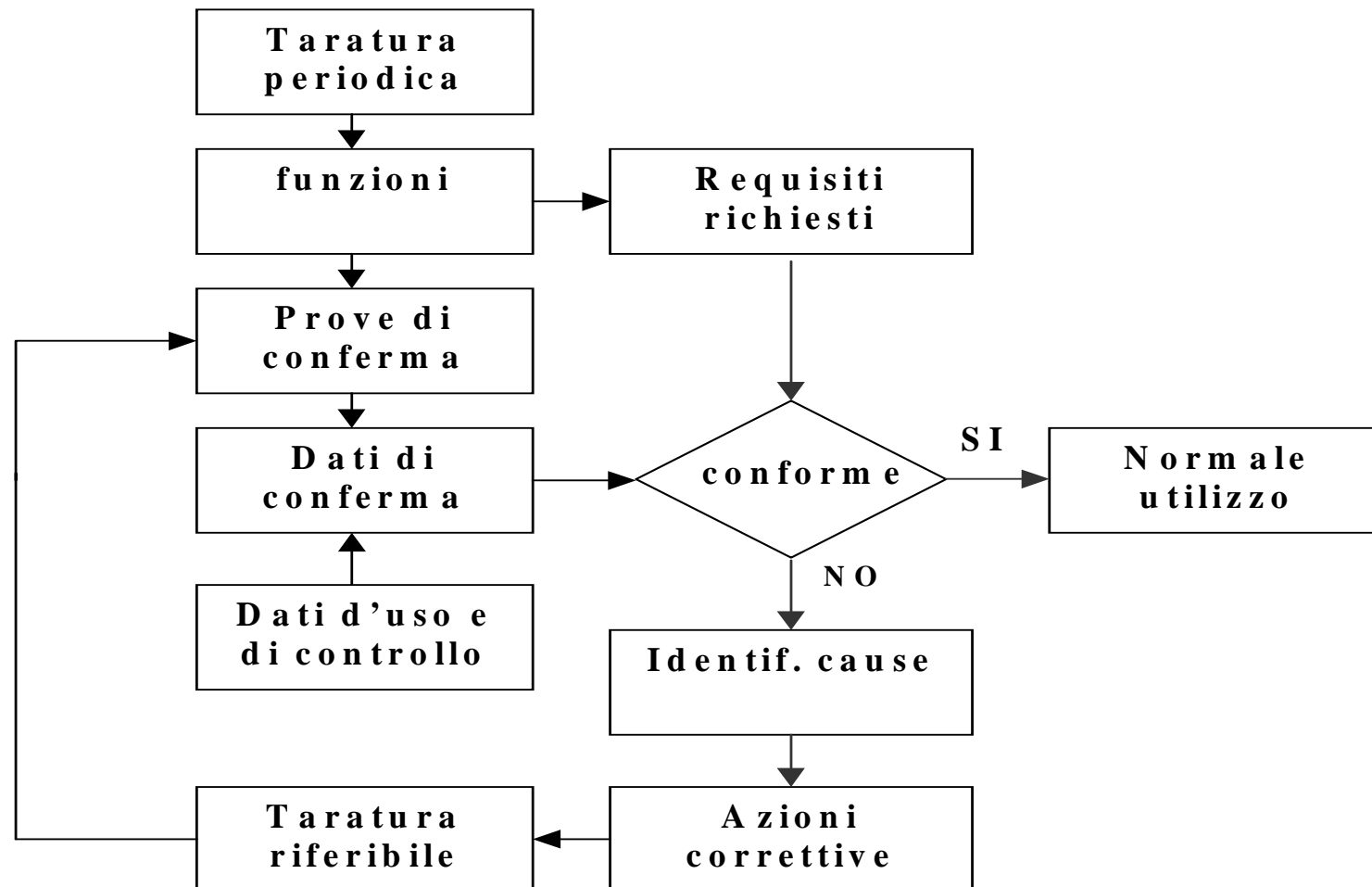
- incertezza del campione $u(m_c)$.
- incertezza della differenza campione/misurando $u(d)$
se con s_{c2} si indica lo scarto tipo di conferma della bilancia
essa si considera pari a

$$u(d) = \frac{s_{c2}}{\sqrt{n}}$$

- densità del materiale se diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ $u(\delta m_B)$
- effetti magnetici $u(\delta m_m)$.
- ulteriori termini dovuti a fattori ambientali $u(\delta m_o)$.



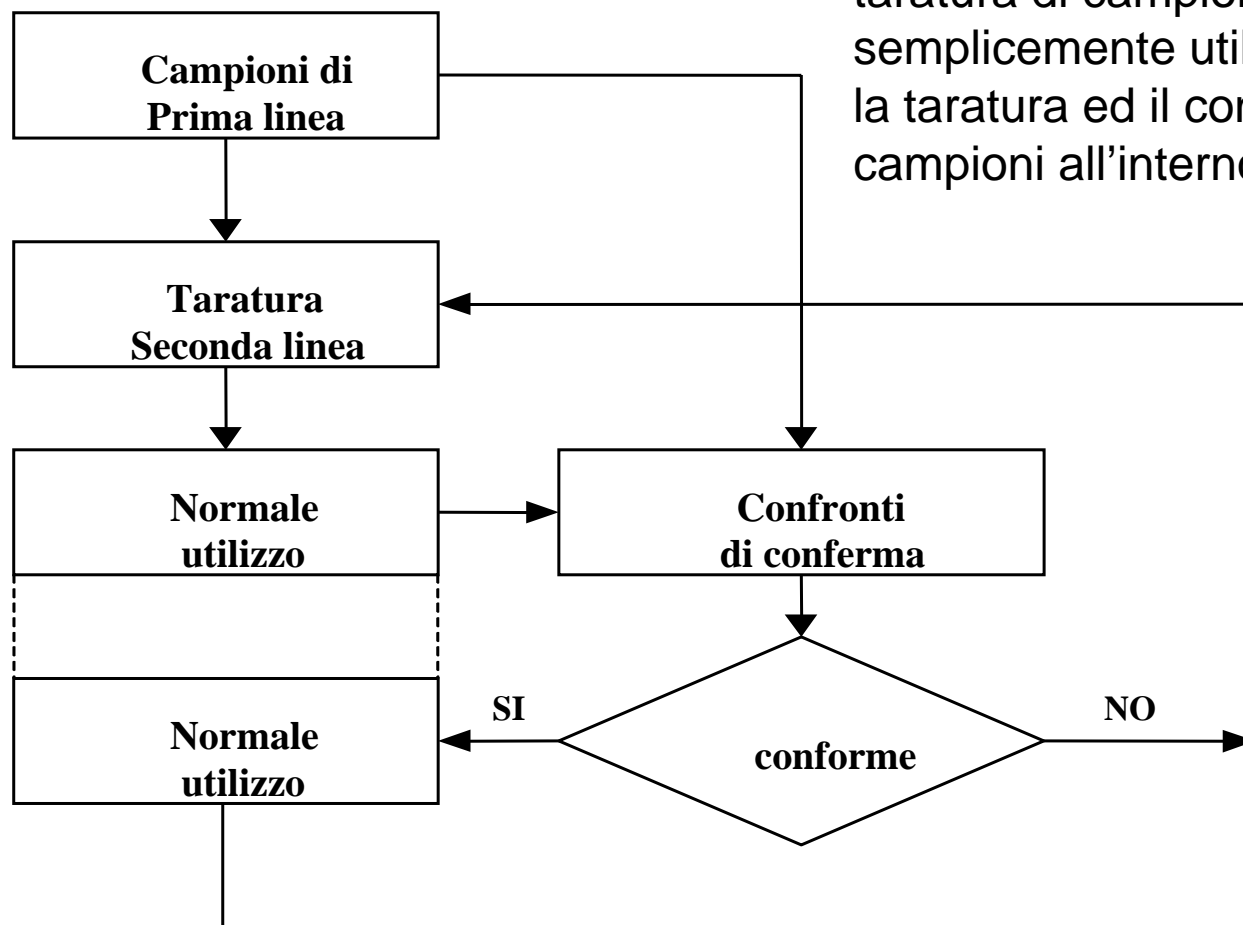
La **CONFERMA METROLOGICA** è “l’insieme delle operazioni richieste per assicurare che una funzione di un apparecchio per misurazione sia in uno stato di conformità ai requisiti per l’utilizzazione prevista”.





1. Laboratorio che esegue tarature fuori sede e quindi utilizza una linea di campioni viaggianti.

2. Laboratorio che svolge solo attività di taratura di campioni di massa o più semplicemente utilizza i propri campioni per la taratura ed il controllo di strumenti o campioni all'interno del laboratorio stesso.





Affinchè la conferma sia superata dovrà verificarsi che:

$$I_n = \left| \frac{d_{rif}(M) - d_{med}}{\sqrt{d_{rif}(u_c)^2 + u_c^2}} \right| < 1$$

$$d_{rif}(M) = M_{c,prim} - M_{c,conf}$$

$$d_{med} = \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3}$$

$$d_{rif}(u_c) = \sqrt{(u_{c,prim})^2 + (u_{c,conf})^2}$$

$$u_c = \sqrt{s_{d,med}^2 + s_B^2}$$

$$s_{d,med} = \frac{s_d}{\sqrt{3}}$$

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum (d_{med} - d_i)^2}{2}}$$

$$s_B = \frac{uf}{2\sqrt{3}}$$



Tabella di accreditamento SIT

Grandezza	Strumenti in taratura	Campi di misura	Incertezza Relativa(*)
Massa	Campioni di massa e pesi	0,001 g	$9,0 \cdot 10^{-3}$
		0,002 g	$5,0 \cdot 10^{-3}$
		0,005 g	$2,0 \cdot 10^{-3}$
		0,01 g	$1,0 \cdot 10^{-3}$
		0,02 g	$5,0 \cdot 10^{-4}$
		0,05 g	$2,0 \cdot 10^{-4}$
		0,1 g	$1,0 \cdot 10^{-4}$
		0,2 g	$5,5 \cdot 10^{-5}$
		0,5 g	$2,2 \cdot 10^{-6}$
		1 g	$1,1 \cdot 10^{-6}$
		2 g	$8,0 \cdot 10^{-6}$
		5 g	$3,8 \cdot 10^{-6}$
		10 g	$2,8 \cdot 10^{-6}$
		20 g	$1,7 \cdot 10^{-7}$
		50 g	$9,2 \cdot 10^{-7}$
		100 g	$7,0 \cdot 10^{-7}$
		200 g	$6,5 \cdot 10^{-7}$
		500 g	$5,4 \cdot 10^{-7}$
		1000 g	$3,8 \cdot 10^{-7}$
2000 g	$1,1 \cdot 10^{-6}$		
5000 g	$9,2 \cdot 10^{-7}$		
10000 g	$1,1 \cdot 10^{-6}$		
20000 g	$1,7 \cdot 10^{-6}$		

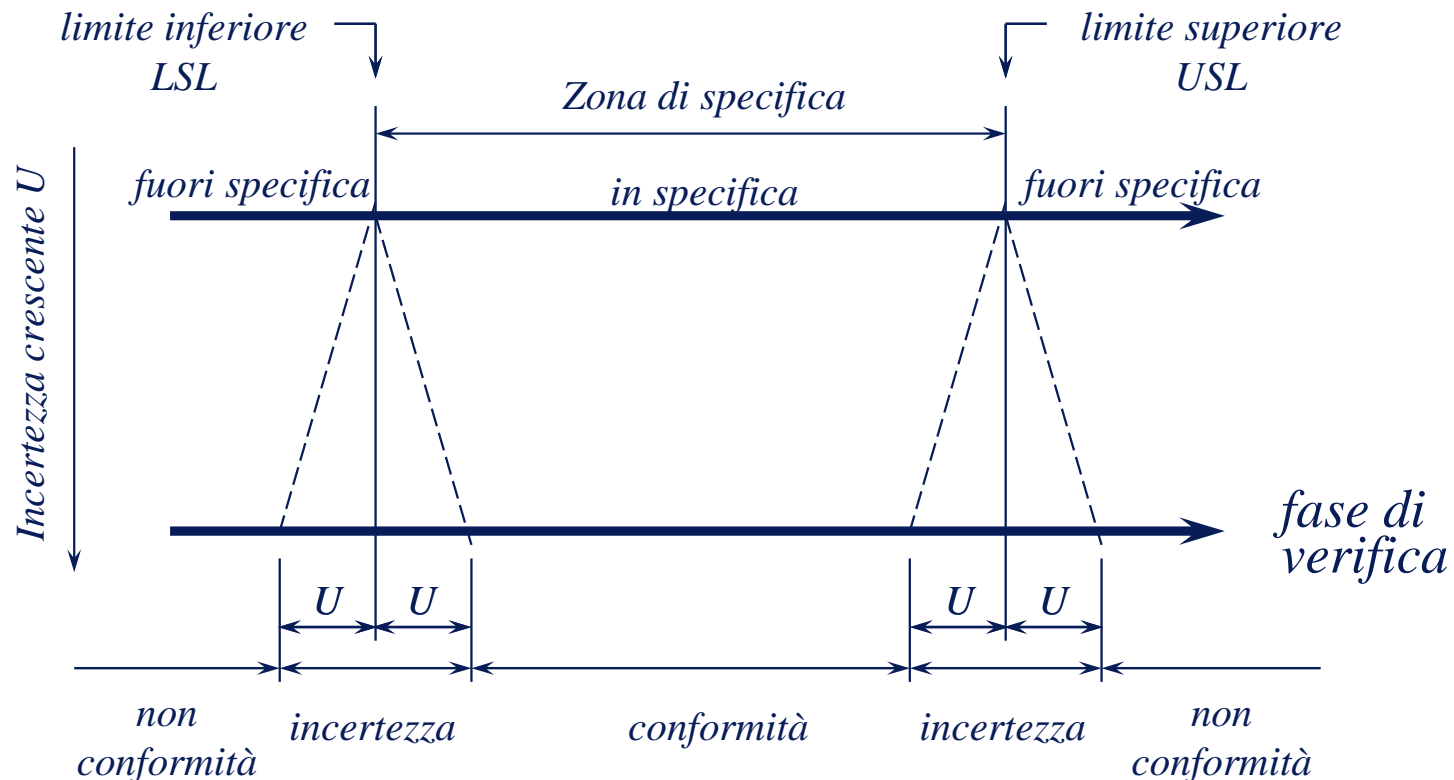


- La Stima delle Incertezze Misure di Massa



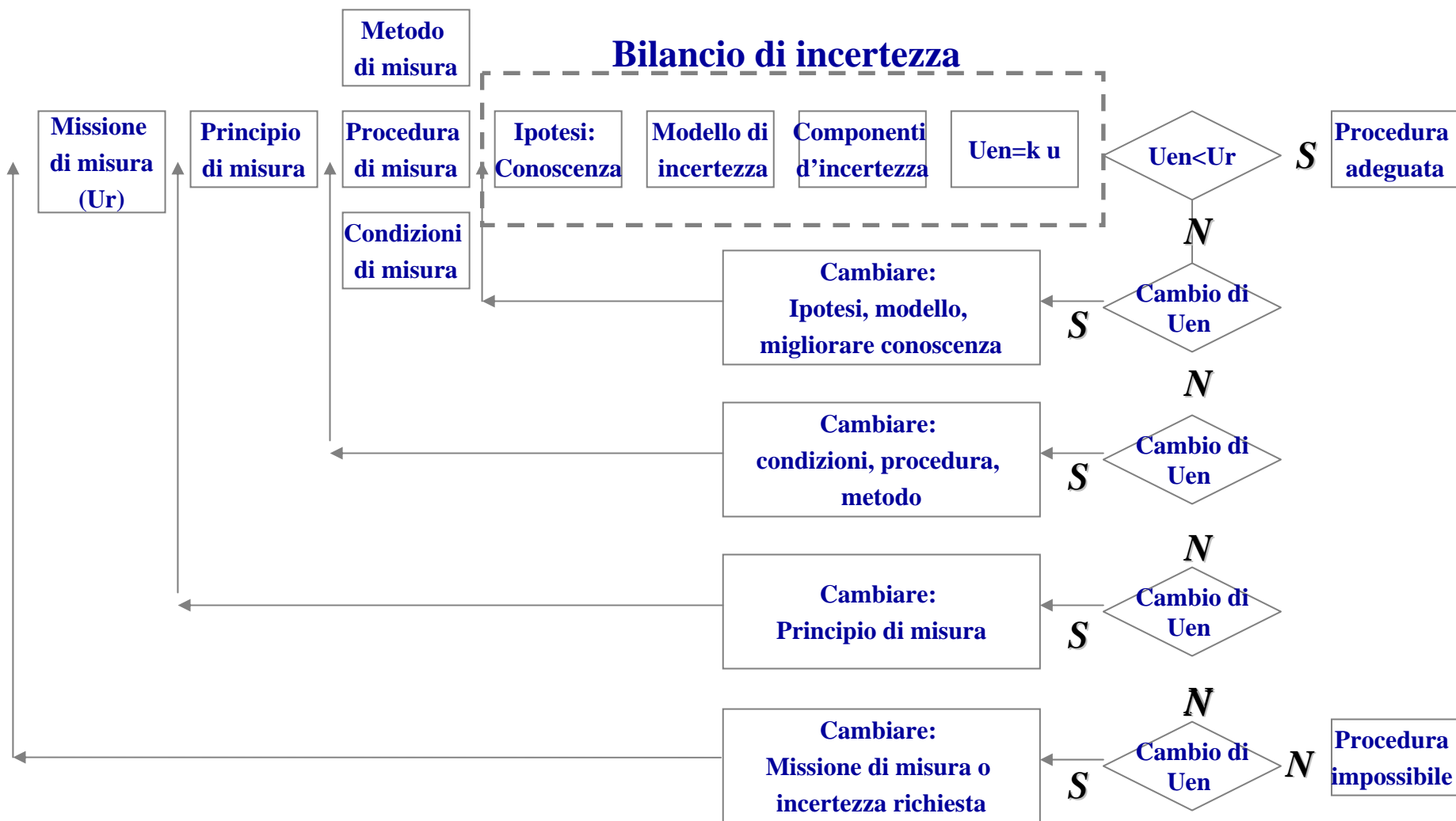
La Norma ISO 14253-1 stabilisce precise regole decisionali per dimostrare la conformità (o la non conformità) dei prodotti alle specifiche.

La grande e semplice innovazione introdotta da questa normativa consiste nel tenere in conto dell'incertezza di misura nella verifica di conformità suddividendo il campo di applicazione in tre distinte aree (non conformità, conformità, ambiguità). Queste tre diverse zone vengono semplicemente individuate sulla base della tolleranza dichiarata e dell'incertezza estesa stimata.





ISO 14253/2 – II Metodo PUMA





Stima dell'incertezza di Taratura della Bilancia (stimata dal Centro di Taratura)

Scarto tipo della
bilancia (ripetibilità
+uf) al carico
immediatamente
superiore

Somma algebrica
delle incertezze (u)
delle masse utilizzate

$$u_c = \sqrt{s_r^2 + \left(\sum s_i\right)^2}$$

$$K = 2$$

$$U = K \cdot u_c$$



Stima dell'incertezza di Uso della Bilancia (lato utilizzatore)

$$u_{c,uso} = \sqrt{\left(\sum s_i\right)^2 + s_r^2 + s_e^2 + s_t^2 + s_c^2 + u_m^2}$$

$$s_e = \frac{\text{diff.L}_{\max}}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per l'eccentricità}$$

$$s_t = \frac{K_t M \Delta t}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per effetti termici}$$

$$u_m = m_x \cdot 10^{-5} \longrightarrow \text{Contributo per effetti magnetici}$$

$$s_c = \frac{\Delta M_{\max}}{\sqrt{3}} \longrightarrow \text{Contributo per non linearità (laddove non si può correggere)}$$



Stima dell'incertezza di Taratura di un Campione di Massa Metodo per Lettura Diretta

$$u(m_x) = \sqrt{u^2(L + \delta L) + u^2(\delta m_B) + u^2(\delta m_e) + u^2(\delta m_t) + u^2(\delta m_m) + u^2(\delta m_o)}$$

Incertezze per la bilancia (solitamente correlate):

- scarto tipo al carico in esame (inc. tipo ripetibilità): $s = u(L)$
- incertezza composta di taratura della bilancia: $u(\delta L)$

Gli altri contributi sono:

- densità del materiale se diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$: $u(\delta m_B)$
- eccentricità del carico: $u(\delta m_e)$
- differenza tra temp. di esercizio e di taratura: $u(\delta m_t)$
- effetti magnetici tra l'oggetto in misura e bilancia: $u(\delta m_m)$
- ulteriori termini dovuti a fattori ambientali: $u(\delta m_o)$



Stima dell'incertezza di Taratura di un Campione di Massa Metodo per Confronto (ABBA)

$$u(m_x) = \sqrt{u^2(m_c) + u^2(d) + u^2(\delta m_B) + u^2(\delta m_m) + u^2(\delta m_o)}$$

- incertezza del campione $u(m_c)$.
- incertezza della differenza campione/misurando $u(d)$
se con s_{c2} si indica lo scarto tipo di conferma della bilancia
essa si considera pari a
$$u(d) = \frac{s_{c2}}{\sqrt{n}}$$
- densità del materiale se diversa da $8000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ $u(\delta m_B)$
- effetti magnetici $u(\delta m_m)$.
- ulteriori termini dovuti a fattori ambientali $u(\delta m_o)$.



Esempio di Stima di Incertezza La stessa Pesata a lettura diretta con correzione

pesata di una soluzione acquosa			$m_x = 2000 \text{ g}$		
			$\rho = 1000 \pm 10 \text{ kg m}^{-3}$		
			$\rho_\alpha = 1,14 \text{ kg m}^{-3}$		
X_i	x_i / g	incertezza tipo /g	distribuzione	coeff. di sensibilità c_i	contributo all'incertezza /g
lettura	2000,005	0,0056	normale	1	0,0056
linearità	-0,0071	0,0025	normale	1	0,0025
ecc. carico	0	0,023	rettangolare	1	0,023
diff. Temperatura*	0	0,0067	rettangolare	1	0,0067
Δm (densità)	-0,105	0,035	normale	1	0,035
eff. magnetici	0	0		1	0
ambiente	0	0		1	0
soluzione	1999,893				0,043
misurando =		1999,893	+ / -	0,086	g



Esempio di Stima di Incertezza

La stessa Pesata a lettura diretta ma senza correzione

	$*\Delta t = 1,95 \text{ }^\circ\text{C}$	$K_t = 3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$			
X_i	x_i / g	incertezza tipo /g	distribuzione	coeff. di sensibilità c_i	contributo all'incertezza /g
lettura	2000,005	0	normale	1	0,0000
linearità	0	0,0184	rettangolare	1	0,0184
ecc. carico	0	0,023	rettangolare	1	0,023
diff. Temperatura*	0	0,0173	rettangolare	1	0,0173
Δm (densità)	0	0,0700	rettangolare	1	0,0700
eff. magnetici	0	0		1	0
ambiente	0	0		1	0
soluzione	2000				0,078
misurando =		2000,00	+ / -	0,16	g



Esempio di Taratura di un Campione di Massa con il metodo del Confronto (ABBA)

Valore nominale 10 kg

Schema di misura ABBA ripetuto tre volte (A=campione di riferimento; B=incognito)

Lettura A /g	Lettura B /g	Lettura B /g	Lettura A /g	Diff. B - A /g
0,010	0,020	0,025	0,015	0,010
0,025	0,050	0,055	0,020	0,030
0,025	0,045	0,040	0,020	0,020

Risultati della taratura:

$$d = 0,020 \text{ g}$$

$$s_c(d) = 10 \text{ mg}$$

$$v = 2$$



Esempio di Taratura di un Campione di Massa con il metodo del Confronto (ABBA)

Grandezza X_i	Stima x_i	Incertezza tipo $u(x_i)$	Distribuzione di probabilità	Coefficiente di sensibilità	Incertezza $u_i(y)$
m_s	10 000,005 g	22,50 mg	Normale	1,0	22,5 mg
d	0,020 g	13,70 mg	Normale	1,0	13,70 mg
δm_B	0,0 g	18,90 mg	Trapezoid.	1,0	18,90 mg
δm_m	0	0	----	1,0	0,0
δm_o	0	0	----	1,0	0,0
m_x	10 000,025 g				32,4 mg

Incertezza estesa

$$U = \pm 65 \text{ mg}$$

Risultato del confronto

$$m_x = (10\,000,025 \pm 0,065) \text{ g}$$