



Metodika pro vyjádření cílové hodnoty obsahu hotově balených výrobků deklarovaných dle objemu

Číslo úkolu: **VII/12/17**

Název úkolu: Zpracování metodiky pro určení cílové hodnoty obsahu při výrobě hotově balených výrobků deklarovaných dle objemu

Zadavatel: **Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci,
metrologii a státní zkušebnictví, organizační složka státu**

Návrh metodiky byl zpracován a financován v rámci plánu standardizace programu rozvoje metrologie 2017

Neprodejné

Metodika je k dispozici k volnému využití, nesmí však být využita ke komerčním účelům

Listopad 2017



Účel metodiky – úvodní poznámka

Metodika má sloužit výrobcům hotově baleného zboží (především HBZ neoznačovaného symbolem „e“). Pomocí ní budou moci zohlednit maximální dovolené chyby, tolerance a nejistoty plynoucí z použití měřidel při výrobě a interní kontrole při výpočtu cílové hodnoty obsahu hotově baleného výrobku, respektive splnit požadavky relevantních předpisů a eliminovat přitom ztráty způsobené zbytečným přeplňováním nebo naopak vyhnout se sankcím při nesplnění hodnoty obsahu dané relevantním předpisem.

1 Rozsah metodiky

Tato metodika se použije u výrobců hotově baleného zboží, kteří deklarují množství obsahu v hotovém balení pomocí objemu.

Ačkoliv metodika popisuje i přímou metodu určování objemu pomocí měřidel objemu soustřeďuje se především na převážně používanou metodu využívající určení objemu výpočtem při určení hmotnosti a hustoty produktu. V případě určování hmotnosti produktu metodika předpokládá použití těchto kategorií vah se zajištěnou a dokumentovanou metrologickou návazností. K aplikaci této metodiky je nutná znalost normy ČSN EN 45501:2015: „Metrologické aspekty vah s neautomatickou činností“, zejména znalosti výpočtu dovolených chyb vah (při použití vah – pracovních měřidel stanovených) nebo znalosti a dovednosti interpretace hodnot uvedených v kalibračních listech (při použití vah – pracovních měřidel nestanovených) tzn. chyb a nejistot uvedených v kalibračních listech např. nejistoty měření při používání váhy. Metodika zohledňuje zejména prováděná měření, výpočet výsledků měření, určení nejistot měření. Metodika především obsahuje část pro vyjádření nejistot, plynoucí z použití těchto kategorií vah a měřidel hustoty a jejich zohlednění pro dosažení konvenčně správné cílové hodnoty obsahu výrobku v hotovém balení.

1.1 Předmět metodiky

Předmětem metodiky je postup vyjádření nejistoty měření při kontrole hotově baleného zboží ve výrobním procesu a zohlednění této nejistoty při určení tzv. cílové hodnoty obsahu hotového balení deklarovaného pomocí objemu. Metodika pro určení hmotnosti zohledňuje výpočet nejistoty pro následující kategorie vah; váhy s neautomatickou činností, a pro určování hustoty uvažuje použití pyknometru.

1.2 Definice

1.2.1 Cílová hodnota

Nominální hodnota nastavení procesu výroby (cílová hodnota plnění), která při zohlednění všech nejistot měření (například použitých měřidel), zaručí splnění daných tolerancí při

minimalizaci nákladů (maximální eliminaci ztrát ve výrobě). Je zřejmé, že použití přesnějších měřidel (vah, pyknometrů, odměrných objemových měřidel – odměrného skla, pipet, teploměrů) má vliv na stanovení velikosti cílové hodnoty plnění.

1.2.2 Váhy s neautomatickou činností

Váhy, které vyžadují zásah operátora během procesu vážení k rozhodnutí, že výsledek vážení je přijatelný.

1.2.3 Pyknometr

Pyknometr je nádobka určená ke stanovování hustoty kapalin, Je založený na tom, že při úplném naplnění pojme vždy stejný, snadno reprodukovatelný objem kapaliny. Hustota kapaliny se pak určuje z její hmotnosti a objemu.

1.2.4 Nejistota měření

Nejistota měření je parametr spojený s výsledkem měření, který charakterizuje rozptyl hodnot, které mohou být přiměřeně spojovány s měřenou veličinou

Kombinovaná rozšířená nejistota výsledku (U) je často způsobena různými zdroji. Pro kombinaci složek, které přispívají k celkové nebo rozšířené nejistotě se zpravidla používá následující výraz:

$$U = k \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u_i^2}$$

k – faktor krytí, obvykle v rozmezí 2 až 3

u_c – kombinovaná standardní nejistota

u_i – číslo standardního komponentu nejistoty i

c_i – číslo komponentu nejistoty citlivosti i

Každý komponent (u_i) je vypočten nebo odhadnut, například:

Symbols a značení používané ve výpočtech:

$u(m_T)$ standardní nejistota stanovení táry

$u(m_G)$ standardní nejistota stanovení hmotnosti brutto hotová balení

$u(m_N)$ standardní nejistota stanovení hmotnosti netto hotová balení

$u(WI)$ standardní nejistota z kalibračního listu (NAWI)

n počet vzorků nebo měření



<i>s</i>	standardní odchylka
<i>mpes</i>	maximální dovolená chyba v provozu
<i>mpes0</i>	maximální dovolená chyba v provozu po nastavení vah na nulu
<i>s</i>	standardní odchylka
<i>d</i>	<i>dílek váhy</i>

Indexy používané ve výrazech:

<i>T</i>	tára
<i>N</i>	netto
<i>G</i>	brutto

1.2.5 Chyba

Chyba je výsledek měření minus skutečná hodnota měřené veličiny.

1.3 Další definice

Další uváděné pojmy splňují definice uvedené v souvisejících dokumentech v bodě 1.4.

1.4 Související dokumenty

- [1] ISO Guide: Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (vydání 1993)
- [2] **EA/4-02: Metodika vyjadřování nejistot měření při kalibracích**
- [3] **Mezinárodní doporučení OIML R 76 - 1: Váhy s neautomatickou činností. Část 1: Metrologické a technické požadavky – zkoušky (vydání 2006)**
- [4] **Mezinárodní doporučení OIML R 111- 1: Závaží tříd E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ a M₃, část 1 Metrologické a technické požadavky (vydání 2004)**
- [6] ILAC – G8: Směrnice k posuzování a prokazování shody se specifikací (založených na měření a zkouškách v laboratoři) (vydání 1996)
- [7] OIML V1: Mezinárodní slovník termínů v legální metrologii (vydání 2000)
- [8] EURAMET/cg-18/v.01: Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments (vydání 2007)
- [9] **ČSN EN 45501:2015: Metrologické aspekty vah s neautomatickou činností**
- [10] **MPA 30-02-08: Návaznost měřidel a výsledků měření (vydání 2008)**

1.5 Rozsah

Metodika zohledňuje výpočet nejistoty pro následující kategorie měřidel: váhy s neautomatickou činností a pyknometry.

Výpočet nejistoty měření skutečného množství výrobku v hotovém balení platí pro referenční teplotu ($T = 20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$)

Skutečné množství výrobku v hotovém balení se kontroluje pomocí referenční metody (statistická kontrola šarží hotová balení). Je možno jej měřit přímo pomocí přístrojů na vážení nebo volumetrických přístrojů nebo v případě tekutin nepřímo zvážením předbaleného výrobku a změřením jeho hustoty.

Nejistoty u výsledku často způsobují různé zdroje.

V případě měření skutečného množství výrobku v hotovém balení na základě vážení hotově baleného výrobku a určení jeho hustoty je výraz pro rozšířenou nejistotu následující:

$$U_{k=2} = 2 \cdot \sqrt{c(m_N)^2 \cdot u(m_N)^2 + c(\rho)^2 \cdot u(\rho)^2}$$

Ve vzorci se používá faktor krytí $k = 2$, který pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti ve výši přibližně 95 %. Tento faktor krytí se často používá při kalibraci přístrojů na měření.

1.6 Metrologická návaznost

Použité váhy a měřidla hustoty pro kontrolu hotově baleného zboží musí mít zajištěnou a dokumentovanou metrologickou návaznost. Váhy musí být úředně ověřeny ve lhůtách daných relevantním právním předpisem a měřidla hustoty musí mít platnou kalibraci. Dokumentovanou metrologickou návaznost musí mít rovněž i ostatní měřicí přístroje (např. pro měření teploty okolního vzduchu).

2 Cílová hodnota

2.1 Základní požadavek na cílovou hodnotu

Cílová hodnota = [(jmenovitá hodnota) + (přeplnění)] musí být větší než:

- jmenovitá hodnota

Toto platí v případě plnění hotových balení při tzv. minimálním principu, kdy na hotovém balení je uvedena z hlediska množství obsahu pouze jmenovitá hodnota. Faktor „přeplnění“ se rovná celkové rozšířené nejistotě při použití vah.

Cílové hodnota = [(jmenovitá hodnota) + (přeplnění)] musí být větší než:

- [(jmenovitá hodnota) – (tolerance zvolená výrobcem)]



Toto platí v případě, že výrobce hotově balených výrobků využívá možnosti zvolení vlastní tolerance.

V obou případech se přeplnění rovná celkové rozšířené nejistotě plynoucí z použití vah a měřidla hustoty při výpočtu objemu.

2.2 Postup určení cílové hodnoty

Určení cílové hodnoty se skládá z následujících dílčích kroků:

- **Stanovení nejistoty při určení hodnoty táry**

Hodnotu táry je možno určit dvěma

- změření hmotnosti táry každého jednotlivého výrobku v hotovém balení nebo
 - stanovením průměrné hodnoty s několika hodnot
- **Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení s obalem (brutto)**
 -
 - **Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení (netto)**
 - **Určení hustoty vzorku**
 - **Výpočet objemu**
 - **Výpočet nejistoty stanovení objemu**
 - **Výpočet rozšířené nejistoty stanovení objemu**
 - **Výpočet cílové hodnoty**

3 Nejistota plynoucí z vážení – váhy s neautomatickou činností

3.1 Váhy s neautomatickou činností ověřované

Je nutno určit celkovou rozšířenou nejistotu. Toto určení se skládá z následujících kroků.

3.1.1 Stanovení nejistoty při určení hodnoty táry

Hodnotu táry je možno určit dvěma způsoby:

- změřením hmotnosti táry každého jednotlivého výrobku v hotovém balení nebo
- stanovením průměrné hodnoty s několika hodnot

3.1.1.1 Stanovení nejistoty jednotlivé táry

$$u(m_T)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

kde

- výraz v druhé závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při indikaci táry
- výraz v třetí závorce pravé strany rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při nule
- $u(m_T)$ je standardní nejistota stanovení táry
- $mpes_T$ maximální dovolená chyba v provozu
- d_T dílek stupnice

V případě vah s neautomatickou činností třídy III lze uvažovat následující vztah:

$$u(m_T)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{mpes_0}{\sqrt{3}}\right)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{4\sqrt{3}}\right)^2$$

kde

- výraz v druhé závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při indikaci táry
- výraz v třetí závorce pravé strany rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při nule
- $mpes_0$ je maximální dovolená chyba v provozu po nastavení vah na nulu

3.1.1.2 Stanovení nejistoty průměrné táry

$$u(\overline{m}_T)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{s_T}{\sqrt{n_T}}\right)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{s_T}{\sqrt{n_T}}\right)^2$$

kde

- výraz v druhé závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při indikaci táry
- výraz v třetí závorce pravé strany rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při nule
- $u(\overline{m}_T)$ je standardní nejistota stanovení průměrné táry
- $mpes_T$ maximální dovolená chyba v provozu *)
- d_T dílek stupnice
- s_T standardní odchylka

*) maximální dovolená chyba v provozu je rovna dle ČSN EN 45501:2015 dvojnásobku maximální dovolené chyby

V případě vah s neautomatickou činností třídy III lze uvažovat následující vztah:

$$u(\overline{m}_T)^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_T}{4\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{s_T}{\sqrt{n_T}}\right)^2$$

kde

- výraz v druhé závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při indikaci táry
- výraz v třetí závorce pravé strany rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při nule
- $u(\overline{m}_T)$ je standardní nejistota stanovení průměrné táry
- $mpes_T$ maximální dovolená chyba v provozu
- d_T dílek stupnice
- s_T standardní odchylka

3.1.1.3 Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení s obalem (brutto)

$$u(m_G)^2 = \left(\frac{mpes_G}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_G}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_G}{2\sqrt{3}}\right)^2 = \left(\frac{mpes_G}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_G}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

kde

- $u(m_G)$ je standardní nejistota brutto hmotnosti
- $mpes_G$ maximální dovolená chyba v provozu *)
- d_G dílek stupnice

*) maximální dovolená chyba v provozu je rovna dle ČSN EN 45501:2015 dvojnásobku maximální dovolené chyby

Pozn.: symbol G je použit pro vážení brutto.

V případě vah s neautomatickou činností třídy III lze uvažovat následující vztah:

$$u(m_G)^2 = \left(\frac{mpes_G}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_G}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_G}{4\sqrt{3}}\right)^2$$

kde

- $u(m_G)$ je standardní nejistota brutto hmotnosti
- $mpes_G$ maximální dovolená chyba v provozu
- d_G dílek stupnice

3.1.1.4 Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení (netto)

V případě, že se pro výpočet hmotnosti hotového balení použije individuální hodnota táry, použije se následující vztah:

$$u(m_N)^2 = u(m_G)^2 + u(m_T)^2$$

kde

- $u(m_N)$ je standardní nejistota netto hmotnosti
- $u(m_G)$ standardní nejistota brutto hmotnosti
- $u(m_T)$ standardní nejistota stanovení táry

V případě, že se pro výpočet hmotnosti hotového balení použije průměrná hodnota táry, použije se následující vztah:

$$u(m_N)^2 = u(m_G)^2 + u(\overline{m}_T)^2$$

kde

- $u(m_N)$ je standardní nejistota netto hmotnosti
- $u(m_G)$ standardní nejistota brutto hmotnosti
- $u(\overline{m}_T)$ standardní nejistota stanovení průměrné táry

Koeficient citlivosti při stanovení hmotnosti netto je 1.

3.1.1.5 Stanovení rozšířené nejistoty hmotnosti hotového balení (netto)

$$U = k \cdot u_c$$

kde

- U je rozšířená nejistota hmotnosti
- k koeficient rozšíření
- u_c celková standardní nejistota

3.2 Určení cílové hodnoty – váhy s neautomatickou činností kalibrované

Pro určení cílové hodnoty je nutno určit celkovou rozšířenou nejistotu. Toto určení se skládá z následujících kroků.

3.2.1 Stanovení nejistoty při určení hodnoty táry

Hodnotu táry je možno určit dvěma způsoby:

- změřením hmotnosti táry každého jednotlivého výrobku v hotovém balení nebo
- stanovením průměrné hodnoty s několika hodnot

3.2.1.1 Stanovení nejistoty jednotlivé táry

$$u(m_T)^2 = u(WT_T)^2$$

kde

- výraz v závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu vah při používání

- $u(m_T)$ je standardní nejistota stanovení táry
- $u(WI_T)$ nejistota vah při používání

3.2.1.2 Stanovení nejistoty průměrné táry

$$u(\overline{m}_T)^2 = u(WI_T)^2 + \left(\frac{S_T}{\sqrt{n_T}}\right)^2$$

kde

- výraz v závorce na pravé straně rovnice představuje nejistotu vah při používání
- výraz ve druhé závorce pravé strany rovnice představuje nejistotu plynoucí z chyby zaokrouhlení při nule
- $u(\overline{m}_T)$ je standardní nejistota stanovení průměrné táry
- $u(WI_T)$ nejistota vah při používání
- S_T standardní odchylka
- n_T počet měření

3.2.1.3 Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení s obalem (brutto)

$$u(m_G)^2 = u(WI_G)^2$$

kde

- $u(m_G)$ je standardní nejistota brutto hmotnosti
- $u(WI_G)$ standardní nejistota vah při používání

3.2.1.4 Stanovení nejistoty hmotnosti hotového balení (netto)

V případě, že se pro výpočet hmotnosti hotového balení použije individuální hodnota táry, použije se následující vztah:

$$u(m_N)^2 = u(m_G)^2 + u(m_T)^2$$

kde

- $u(m_N)$ je standardní nejistota netto hmotnosti
- $u(m_G)$ standardní nejistota brutto hmotnosti
- $u(m_T)$ standardní nejistota stanovení táry

V případě, že se pro výpočet hmotnosti hotového balení použije průměrná hodnota táry, použije se následující vztah:

$$u(m_N)^2 = u(m_G)^2 + u(\overline{m}_T)^2$$

kde

- $u(m_N)$ je standardní nejistota netto hmotnosti
- $u(m_G)$ standardní nejistota brutto hmotnosti
- $u(\overline{m_T})$ standardní nejistota stanovení průměrné táry

Koeficient citlivosti při stanovení hmotnosti netto je 1.

3.2.1.5 Stanovení rozšířené nejistoty hmotnosti hotového balení (netto)

$$U = k \cdot u_c$$

kde

- U je rozšířená nejistota
- k koeficient rozšíření
- u_c celková standardní nejistota

4 Stanovení hustoty výrobku

Pro stanovení množství výrobku v hotovém balení s jmenovitou hodnotou vyjádřenou pomocí objemu lze použít metodu přímou, což znamená přímé určení objemu daného kapalného produktu pomocí měřidel objemu (odměrné válce, odměrné baňky a podobně.). Tento způsob určení množství produktu je však použitelný pouze pro produkty, které nejsou sycené, neobsahují bubliny apod. a má tedy velmi omezené využití. **Přímá metoda stanovení objemu a výpočet nejistoty při této metodě je uvedena v příloze 1 metodiky.** Pro účely kontroly HBZ se téměř nevyužívá a ve většině případů se využívá metody popsané níže, která má co do druhu výrobků relativně univerzální charakter.

Hustota může být stanovena různými způsoby (pyknometry skleněné, kovové, laboratorní denzitometry) Samozřejmě při různých principech stanovení hustoty měřené kapaliny musí být zohledněny různé zdroje chyb a nejistot vyplývající z použité metody. V následujícím je uveden výpočet standardní nejistoty pomocí kovového pyknometru.

4.1 Stanovení hustoty pomocí pyknometru

Hustota (ρ) se obvykle stanoví pro jeden výrobek třikrát ($n_d = 3$) a vypočte se pomocí následujícího výrazu:

$$\rho = 0,99985 \cdot \frac{m_d}{V_{pic}} + 0,0012$$

kde

m_N hmotnost vzorku v pyknometru

V_{pic} Objem pyknometru

číselné hodnoty vychází z korekce na vztlak vzduchu

Pro další výpočet standardní nejistoty se používá průměrná hustota.

4.1.1 Vyjádření standardní nejistoty hustoty vzorku

$$u(\rho)^2 = (u(m_d) \cdot c(m_d))^2 + (u(V_{pic}) \cdot c(V_{pic}))^2 + \left(\frac{s_d}{\sqrt{n_d}}\right)^2$$

$$u(\rho)^2 = (u(m_d) \cdot c(m_d))^2 + (u(V_{pic}) \cdot c(V_{pic}))^2 + \left(\frac{s_d}{\sqrt{n_d}}\right)^2$$

V tomto výrazu, $u(m_d)$, je standardní nejistota hmotnosti obsahu pyknometru.

Pozn.: Prázdný pyknometr je vytárován.

$$u(m_d)^2 = \left(\frac{mpes_d}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_d}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{d_d}{2\sqrt{3}}\right)^2 = \left(\frac{mpes_d}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_d}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

Koeficienty citlivosti $c(m_d)$ a $c(V_{pic})$ jsou vypočteny následovně:

$$c(m_d) = \frac{\partial \rho}{\partial m} = 0,9985 \cdot \frac{1}{V_{pic}}$$

$$c(V_{pic}) = \frac{\partial \rho}{\partial V} = -0,9985 \cdot \frac{m_d}{V_{pic}^2}$$

4.2 Výpočet kombinované nejistoty $u_c(V)$

$$V = \frac{m_N}{\rho}$$

Koeficienty citlivosti $c(m_N)$ a $c(\rho)$ jsou vypočteny následovně:

$$c(m_N) = \frac{\partial V}{\partial m_N} = \frac{1}{\rho}$$

$$c(\rho) = \frac{\partial V}{\partial \rho} = m_N \cdot \frac{-1}{\rho^2}$$

Kombinovaná nejistota:

$$u_c(V)^2 = c(m_N)^2 \cdot u(m_N)^2 + c(\rho)^2 \cdot u(\rho)^2$$

$$u_c(V) = \frac{m_N}{\rho} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(m_N)}{m_N}\right)^2 + \left(\frac{u(\rho)}{\rho}\right)^2}$$

5 Stanovení cílové hodnoty plnění podle objemu měřidel

Výpočet cílové hodnoty:



$$C_h = Q(n) + U$$

kde

- C_h je cílová hodnota, $Q(n)$ je jmenovité množství a U je rozšířená nejistota

6 Příklad

Měření objemu šamponu bylo provedeno na základě zvažení výrobku a stanovení jeho hustoty pomocí kovového pyknometru. Pro výpočet výrobku byla použita průměrná tára.

Jmenovité množství (šampon): 1000 ml

Kalibrovaný pyknometr: $V_{pic} = 100 \text{ ml}$ ($100,027 \text{ ml} \pm 0,031 \text{ ml}$) $\Rightarrow U_{(k=2)} = 0,031 \text{ ml}$

$$\Rightarrow u(V_{pic}) = 0,0155 \text{ ml}$$

Měření:

Hmotnost výrobku – hmotnost netto (m_N): 1024,96 g

Průměrná tára $\overline{m_T}$ 60,80 g \Rightarrow hmotnost hotová balení – hmotnost brutto (m_G): 1085,76 g

Standardní odchylka táry (s_T): 0,86 g

Počet vzorků pro stanovení táry (n_T): 10

Počet vzorků pro stanovení průměrné hmotnosti brutto (n_G): 50

Hmotnost vzorku v pyknometru (m_d): 101,47 g

Průměrná hustota vzorku (ρ): 1,015 g/ml

Počet vzorků pro stanovení hustoty (n_d): 3

Standardní odchylka stanovení hustoty (s_d): $8,46 \cdot 10^{-5} \text{ g/ml}$

Ověřené NAWI

$e = 0,1 \text{ g}$; $d = 0,01 \text{ g}$; třída II

min = 0,5 g; max. = 5100 g

Stanovení táry

$$u(\overline{m_T})^2 = \left(\frac{mpes_T}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_T}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{s_T}{\sqrt{n_T}}\right)^2$$

$$mpes_T: \frac{\overline{m_T}}{\sqrt{3}} = \frac{60,80 \text{ g}}{0,1 \text{ g}} = 608,0 \text{ g} \rightarrow mpes_T = \pm 0,5e = 0,05 \text{ g} \rightarrow mpes_T = 0,1 \text{ g}$$

$$u(\overline{m_T})^2 = \left(\frac{0,1 \text{ g}}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{0,01 \text{ g}}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,86 \text{ g}}{\sqrt{10}}\right)^2$$

$$u(\overline{m_T}) = 0,278047 \text{ g}$$

Stanovení hmotnosti (hmotnost brutto):

$$u(m_G)^2 = \left(\frac{mpes_G}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_G}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

$$mpes_G: \frac{m_G}{e} = \frac{1085,76 \text{ g}}{0,1 \text{ g}} = 10857,6 \text{ g} \rightarrow mpes_G = \pm 1e = 0,1 \text{ g} \rightarrow mpes_G = 0,2 \text{ g}$$

$$u(m_G)^2 = \left(\frac{0,2 \text{ g}}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{0,01 \text{ g}}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

$$u(m_G) = 0,115542 \text{ g}$$

Výpočet hmotnosti (hmotnost netto)

$$u(m_N)^2 = u(m_G)^2 + u(\overline{m_T})^2$$

$$u(m_N)^2 = (0,115542 \text{ g})^2 + (0,278047 \text{ g})^2$$

$$u(m_N) = 0,301098 \text{ g}$$

Stanovení hustoty

$$u(\rho)^2 = (u(m_d) \cdot c(m_d))^2 + (u(V_{pic}) \cdot c(V_{pic}))^2 + \left(\frac{s_d}{\sqrt{n_d}}\right)^2$$

$$u(m_d)^2 = \left(\frac{mpes_d}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{d_d}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

$$mpes_d: \frac{m_d}{e} = \frac{101,47 \text{ g}}{0,1 \text{ g}} = 1014,7 \text{ g} \rightarrow mpes_d = \pm 0,5e = 0,05 \text{ g} \rightarrow mpes_d = 0,1 \text{ g}$$

$$u(m_d)^2 = \left(\frac{0,1 \text{ g}}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2\left(\frac{0,01 \text{ g}}{2\sqrt{3}}\right)^2$$

$$u(m_d) = 0,057879 \text{ g}$$

$$c(m_d) = \frac{\partial \rho}{\partial m} = 0,9985 \cdot \frac{1}{V_{pic}} = 0,9985 \cdot \frac{1}{100,027 \text{ ml}} = 0,009996 \text{ ml}^{-1}$$

$$c(V_{pic}) = \frac{\partial \rho}{\partial V} = -0,9985 \cdot \frac{m_d}{V_{pic}^2} = -0,9985 \cdot \frac{101,47 \text{ g}}{100,027^2 \text{ ml}^2} = -0,01014 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-2}$$

$$u(\rho)^2 = (0,057879 \text{ g} \cdot 0,009996 \text{ ml}^{-1})^2 + (0,0155 \text{ ml} \cdot 0,01014 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-2})^2 \\ + \left(\frac{8,46 \cdot 10^{-5}}{\sqrt{3} \text{ ml}} \right)^2 \\ u(\rho) = 0,000602 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$$

Kombinovaná nejistota, $u_c(V)$

$$u_c(V) = \frac{m_N}{\rho} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(m_N)}{m_N} \right)^2 + \left(\frac{u(\rho)}{\rho} \right)^2} \\ u_c(V) = \frac{1024,96 \text{ g}}{1,015 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}} \cdot \sqrt{\left(\frac{0,301098 \text{ g}}{1024,96 \text{ g}} \right)^2 + \left(\frac{0,000602 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}}{1,015 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}} \right)^2} \\ u_c(V) = 0,667921 \text{ ml}$$

Rozšířená nejistota, U

$$U = k \cdot u_c(V) \\ U_{(k=2)} = 2 \cdot u_c(V) \\ U_{(k=2)} = 2 \cdot 0,667921 \text{ ml} \\ U_{(k=2)} = 1,335842 = 1,34 \text{ ml}$$

Závěrečná úvaha:

Z výše uvedeného vyplývá, že cílová hodnota objemu je minimálně 1001,34 ml, Protože se výrobky primárně statisticky kontrolují pomocí určování hmotnosti vypočte se cílová hmotnost plnění následovně:

$m = \rho \cdot V = 1,015 \cdot 1001,34 = 1016,36 \text{ g}$ tento údaj se zaokrouhlí na:
 $m = 1017 \text{ g}$

Pro dodržení deklarovaného objemu 1000 ml musí cílové plnění šamponu být minimálně 1017 g.

Příloha 1

Přímá metoda měření objemu

Tato metodika slouží k stanovení cílové hodnoty plnění při nastavení procesu výroby při interní kontrole objemu objemovou metodou.

Potřebná měřidla a pomůcky

Při kontrole objemu jsou používány odměrné baňky s jednou ryskou úzkohrdlé podle Tabulky č. 1 normy ČSN ISO 1042 Laboratorní sklo – Odměrné baňky s jednou ryskou.

Dále jsou potřebné dělené pipety o objemu 5 ml; 10 ml a 20 ml podle Tabulky č. 1 normy ČSN EN ISO 835 Laboratorní sklo – Dělené pipety.

Teploměr s dělení 0,1 °C v rozsahu (10 až 30) °C.

Všechna měřidla musí být ověřená nebo kalibrovaná. Pokud jsou měřidla ověřena, musí mít na sobě ověřovací značku. U kalibrovaných měřidel musí být doložen kalibrační list.

Další potřebné pomůcky jsou:

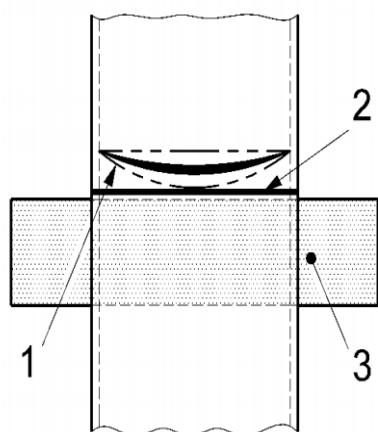
- Nálevky pro usnadnění přelévání
- Papírové nebo textilní ubrousky
- Tmavé papírové proužky pro usnadnění čtení menisku na odměrné baňce

Postup zkoušení

Baňka používaná ke kontrole objemu musí být čistá a vysušená (nesmí obsahovat žádné zbytky kapaliny). Kapalina z obalu (lahve či tetrapaku) se přelije pomocí nálevky do odměrné baňky příslušného objemu (podle zkoušeného objemu). Po důkladném odkapání obalu a nálevky do baňky se odečte meniskus na rysce odměrné baňky.

Způsob čtení menisku na rysce:

U průhledných kapalin se konkávní meniskus odečítá na jeho spodním okraji, to znamená, že objem kapaliny odečítáme v nejnižším bodě menisku.



- 1 meniskus
- 2 ryska odměrné baňky nebo pipety
- 3 papírový proužek

Obrázek č. 1 nastavení konkávního menisku

U neprůhledných kapalin se musí horní okraj konkávního menisku dotýkat spodního okraje rysky. Při čtení hodnot musí být oko v rovině, ve které přední a zadní strana rysky splývá v jednu čárku. Osvětlení při čtení menisku musí být takové, aby meniskus byl tmavý a měl zřetelné obrysy. Odstínění lze provést pomocí proužku tmavého papíru umístěného na hrdle baňky nejvýše 1 mm pod rovinou nastavení menisku.

Pokud měřený objem zkoušené kapaliny nedosahuje po rysku, je potřeba doplnit objem kapalinou pomocí dělené pipety. Pokud měřený objem zkoušené kapaliny přesahuje rysku, je potřeba odebrat objem kapaliny pomocí dělené pipety.

Před nastavení objemu v baňce se změní teplota kapaliny. Pokud se liší od referenční teploty 20 °C je potřeba baňku s kapalinou vytemperovat v termostatu a nastavení menisku udělat, až po vytemperování.

Tabulka č. 1 Největší dovolené chyby odměrného skla třídy A

Odměrné baňky úzkohrdlé		Dělené pipety	
50 ml	± 0,060 ml	5 ml	± 0,030 ml
100 ml	± 0,100 ml	10 ml	± 0,050 ml
200 ml	± 0,150 ml	20 ml	± 0,10 ml
250 ml	± 0,150 ml		
500 ml	± 0,250 ml		
1000 ml	± 0,400 ml		
2000 ml	± 0,600 ml		
5000 ml	± 1,20 ml		

Vypočet nejistot

Hlavní příspěvky k nejistotě měření objemu objemovou metodou:

- 1) Nejistoty odměrných baněk
- 2) Nejistoty nedělených pipet
- 3) Teplotní odchylky kapalin od referenční teploty 20 °C

Tabulka č. 2 Příklad výpočtu nejistoty pro odměrnou baňku 1000 ml a teplotní odchylka 10 °C

		Největší dovolená chyba	Nejistota	Citlivostní koeficient	Příspěvek k nejistotě ml
Odměrná baňka	1000 ml	0,400 ml	0,231 ml	1	0,231
Dělená pipeta	20 ml	0,10 ml	0,0577 ml	1	0,0577
Teplotní odchylka	10 °C		5,774 °C	0,0099	0,0572
Nejistota					0,2448
Rozšířená nejistota			k = 2		0,49

Ke zjištěné odchylce objemu od cílové hodnoty plnění je potřeba připočítat nejistotu stanovení objemu objemovou metodou, což v našem příkladu pro odměrnou baňku 1000 ml a teplotní odchylce 10 °C od referenční teploty 20 °C činí 0,49 ml.

Uvedená objemová metoda má řadu úskalí, které tuto metodu znevýhodňují oproti metodě hmotnostní; ve velké většině je nutné přelévání nápoje – úzké hrdlo odměrné baňky vyžaduje



použití nálevky (trychtýře). Při přelévání obsahu existuje nebezpečí, že část objemu unikne mimo odměrnou baňku a tím znehodnotí výsledek měření.

Uvedený postup je zpracován teoreticky a nezahrnuje zdroje nejistot :

- Ulpívání tekutin na stěnách obalu a odměrného skla (odměrné baňky, pipety případně nálevky)
- Nejistoty odečtu menisku (subjektivní vliv pracovníka provádějícího měření)
- Dobu odkapání (různá, dle fyzikálních vlastností měřené kapaliny – hustota a viskozita kapaliny)
- V případě tekutin se vzduchovými bublinkami je nutné tyto z tekutiny odstranit – pokud je to vůbec možné - vytřepáním, odpěněním

Z výše uvedeného vyplývá, že pro každý druh měřené kapaliny musí být výše uvedené zdroje nejistot experimentálně odvozeny a platnost výsledků experimentů nejlépe potvrzena metodou hmotnostní.

Metoda objemová je částečně popsána v řešení úkolu PRM č. VII/10/15 „Návrh metodiky kontrol objemu čepovaných a rozlévaných nápojů“ viz [www stránky ČKS \(http://www.cks-brno.cz/dokumenty/vystupy-z-ukolu/209-navrh-metodiky-kontrol-objemu-epovanych-a-rozlevanych-napoj/file\)](http://www.cks-brno.cz/dokumenty/vystupy-z-ukolu/209-navrh-metodiky-kontrol-objemu-epovanych-a-rozlevanych-napoj/file)

Metoda objemová je například uvedena v normě ČSN 56 0186 část 14 „Metody zkoušení piva. Stanovení objemu ve spotřebitelském obalu“.

V současné době metoda objemová je používána pouze ve specifických případech.