

COMPARARE INTERLABORATOARE, INSTRUMENT PENTRU ASIGURAREA CALITĂȚII ÎN LABORATORUL DE ETALONĂRI „METERM”

Maria-Magdalena POENARU*

Dumitru DINU**

Rezumat: Rezultatele obținute în cadrul schemei de evaluare a performanțelor etalonărilor, respectiv la comparații interlaboratoare, sunt folosite de organismele de acreditare ca parte a procesului de evaluare pentru a aprecia abilitatea laboratoarelor de a efectua în mod competent etalonări pentru care acreditarea este acordată, respectiv menținută.

Lucrarea de față prezintă un studiu privind compararea bilaterală cu tema “Comparison of the platinum resistance thermometer between the temperature range -40 °C and 232 °C between UME (Turkey) and BRML/DRML (Romania)”.

Abstract: Results obtained through evaluation scheme of calibration performances, respectively at interlaboratory comparisons, are used by accreditation body as a part of evaluation process for evaluating laboratories ability to perform calibration in order to accredit and, also, to maintain.

This paper presents a study regarding bilateral comparisons “Comparison of the platinum resistance thermometer between the temperature range -40 °C and 232 °C between UME (Turkey) and BRML/DRML (Romania)”.

Cuvinte cheie: comparații interlaboratoare, acreditare, incertitudine de măsurare, indice de valoare.

Key words: inter-laboratory comparison, accreditation, measurement uncertainty, error normalized value

1 Introducere

Laboratoarele de etalonare sunt organisme care susțin infrastructura de evaluare și certificare a conformității, a căror acreditare se realizează în concordanță cu principiile și practicile internaționale, respectând cerințele standardului SR EN ISO/CEI 17025:2005, ceea ce implică, cel puțin: stabilirea trasabilității măsurărilor, folosirea de metode de etalonare validate, folosirea de proceduri interne de control al calității, participarea la scheme de evaluare a performanțelor etalonărilor (“proficiency testing schemes”).

În acest context, în vederea realizării activităților stabilite prin contractul de finanțare nr. 253/10.08.2006 privind execuția proiectului CEEEX 9741 “Dezvoltarea infrastructurii evaluării conformității. Acreditarea laboratorului de etalonare mijloace de măsurare specifice domeniului mărimi termice la nivelul cerințelor Directivelor UE” - METERM, Laboratorul de mărimi termice din cadrul Direcției Regionale de Metrologie Legală Craiova (DRML) a participat la compararea bilaterală cu tema “Comparison of the platinum resistance thermometer between the temperature range -40 °C and 232 °C between UME (Turkey) and BRML/DRML (Romania)”.

2 Scop și organizare ale comparării bilaterale DRML-UME

Compararea bilaterală DRML-UME a fost realizată în laboratoarele de etalonări ale UME (Institutul Național de Metrologie din Turcia) și DRML (Direcția Regională de Metrologie Legală Craiova) în intervalul de temperatură -40 °C și 232 °C, conform protocolului tehnic stabilit.

Laboratorul pilot al acestei comparații a fost Grupul de laboratoare de temperaturi al UME.

Scopul a fost acela de a compara înalta acuratețe realizată în domeniul relevant de temperatură utilizând echipamente de nivel secundar stabilite de participanți.

Compararea a fost realizată utilizând un termometru cu rezistență de platină [2] care a fost selectat de DRML. Participanții au etalonat termometrul în conformitate cu cerințele organismului de acreditare german Deutscher Kalibrierdienst (DKD) [1] și au redactat raportul de etalonare.

* Direcția Regională de Metrologie Legală Craiova, metrol@polisea.ro, Craiova, bd. Gh. Chițu nr.46, Craiova, jud. Dolj, tel. 0251/310271, fax 0251/51004

**Biroul Român de Metrologie Legală, șos. Vitan Bârzești, nr. 11, cod 042122, sectorul 4, București, tel. (40.1) 332 11 16, fax (40.1) 332 06 15, office@brml.ro

Programul a început în septembrie 2007, astfel că DRML a realizat etalonarea între 4 septembrie 2007 și 8 septembrie 2007 și apoi UME a efectuat măsurările din 10 septembrie până la 12 septembrie.

3 Echipamente utilizate

Echipamentele utilizate în cadrul comparării DRML-UME sunt prezentate în Tabelul 1, respectiv Tabelul 2

Tabelul 1

Echipamente ale DRML utilizate la comparare

Nr. crt	Descriere	Model	Producător	Domeniu de măsurare	Incertitudine sau surse ale acesteia
1	Termometru cu rezistență de platină	5628	Hart Scientific	-197 °C +660 °C	10 mK
2	Baie, Joasa temperatura 60 °C	7060	Hart Scientific	-60 °C +110 °C	Stabilitate: ± 5 mK Uniformitate: ± 5 mK
3	Baie, Compact, 300 °C	6330	Hart Scientific	+60 °C +310 °C	Stabilitate: ± 5 mK Uniformitate: ± 5 mK
4	Termometru cu rezistență	1590	Hart Scientific	1 Ω 10 kΩ	0,000 004 Ω
5	Scanner Mighty-Mux II 1590	2590	Hart Scientific	-	-

Tabelul 2

Echipamente ale UME utilizate la intercomparare

Nr. crt	Descriere	Model	Producator	Domeniu de măsurare
1	Termometru cu rezistență de platină	5628	Hart Scientific	-197 °C +660 °C
2	Baie, alcool	RP845	Lauda	-60 °C +110 °C
3	Celulă, punct triplu al apei	Closed	UME	0,01 °C
4	Celulă, punct de topire al galiului	Closed	NPL	29,7646 °C
5	Baie, ulei	6020	Hart Scientific	50 °C 280 °C
6	Baie, sare	6050H	Hart Scientific	200 °C 550 °C
7	Punte rezistivă	1590	Hart Scientific	1 Ω....10 kΩ

4 Rezultate ale comparării DRML-UME

Ghidul pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM) [3] este documentul de referință în ceea ce privește analiza incertitudinilor. Regulile exprimate în GUM constituie baza din care au fost dezvoltate proceduri proprii privind evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare ce fac obiectul acestei prezentări.

Rezultatele și valorile incertitudinii asociate măsurărilor realizate de DRML și UME pot fi găsite în tabelul 3, respectiv 4.

Tabelul 3

Rezultate ale DRML

Temperatură de referință Valoare / °C	Rezistență măsurată Valoare / Ω	Incertitudinea de măsurare Valoare / °C
-38,8344	21,9418	0,020
0,01	25,9923	0,025
29,7646	29,0622	0,030
156,5985	41,8422	0,030
231,928	49,1981	0,030

Tabelul 4

Rezultate ale UME

Temperatură de referință Valoare / °C	Rezistență măsurată Valoare / Ω	Incertitudinea de măsurare Valoare / °C
-38,8344	21,9415	0,015
0,01	25,9925	0,005
29,7646	29,0633	0,005
156,5985	41,8430	0,015
231,928	49,1986	0,020

Diferența dintre rezultatele obținute de DRML și UME pentru rezistență și temperatură sunt calculate și prezentate în tabelul 5.

Tabelul 5

Diferențe între valorile măsurate pentru rezistență și temperatură

Temperatură de referință Valoare / °C	Diferență Valoare / Ω	Diferență Valoare / °C
-38,8344	0,0003	0,003
0,01	-0,0002	-0,002
29,7646	-0,0011	-0,011
156,5985	-0,0008	-0,008
231,928	-0,0005	-0,005

S-au întocmit bugete de incertitudine pentru măsurările realizate de către ambele laboratoare. Bugetele de incertitudine [4] pentru măsurările la -38,8344 °C realizate de DRML și UME pot fi regăsite în tabelul 6, respectiv tabelul 7.

Tabelul 6

Bugetul de incertitudine pentru măsurările DRML la -38,8344 °C

Tip A/B	Sursa de incertitudine	Coefficient de sensibilitate c_i	Distribuție de probabilitate	Contribuție la incertitudine Valoare / Ω
A1	repetabilitate	1	normală	0,0005
B1	termometru de referință	1	dreptunghiulară	0,0004
B2	omogenitatea temperaturii axială și radială a băii cu lichid	stabilitate	dreptunghiulară	0,0004
		uniformitate	dreptunghiulară	0,0004
B3	multimetru	rezoluție	dreptunghiulară	0,000 001
		drift	dreptunghiulară	0,0001
		certificat de calibrare/etalonare	dreptunghiulară	0,0002
B4	histerezis (diferența între măsurările inițiale	1	dreptunghiulară	0,0003

și finale ale punctului de gheață)			
Incertitudine extinsă/°C (k = 2)	0,019		

Tabelul 7

Bugetul de incertitudine pentru măsurările UME la -38,8344 °C

Tip A/B	Sursa de incertitudine	Coeficient de sensibilitate c_i	Distribuție de probabilitate	Contribuție la incertitudine Valoare / Ω/
A1	repetabilitate	1	normală	0,000043
B1	termometru de referință	1	normală	0,00001
B2	omogenitatea temperaturii axială și radială a băii cu lichid	1	dreptunghiulară	0,0006
B3	multimetru/punte - rezoluție - drift - certificat de calibrare/etalonare	1	dreptunghiulară	0,00015
B4	histerezis (diferența între măsurările inițiale și finale ale punctului de gheață)	1	dreptunghiulară	0,00002
Incertitudine extinsă /°C (k = 2)				0,013

Incertitudinea comparației, cu alte cuvinte incertitudinea deferenței dintre cele doua laboratoare poate fi calculată cu formula de mai jos:

$$U_{D_{i,j}} = \sqrt{(U_{ume})^2 + (U_{brml})^2}$$

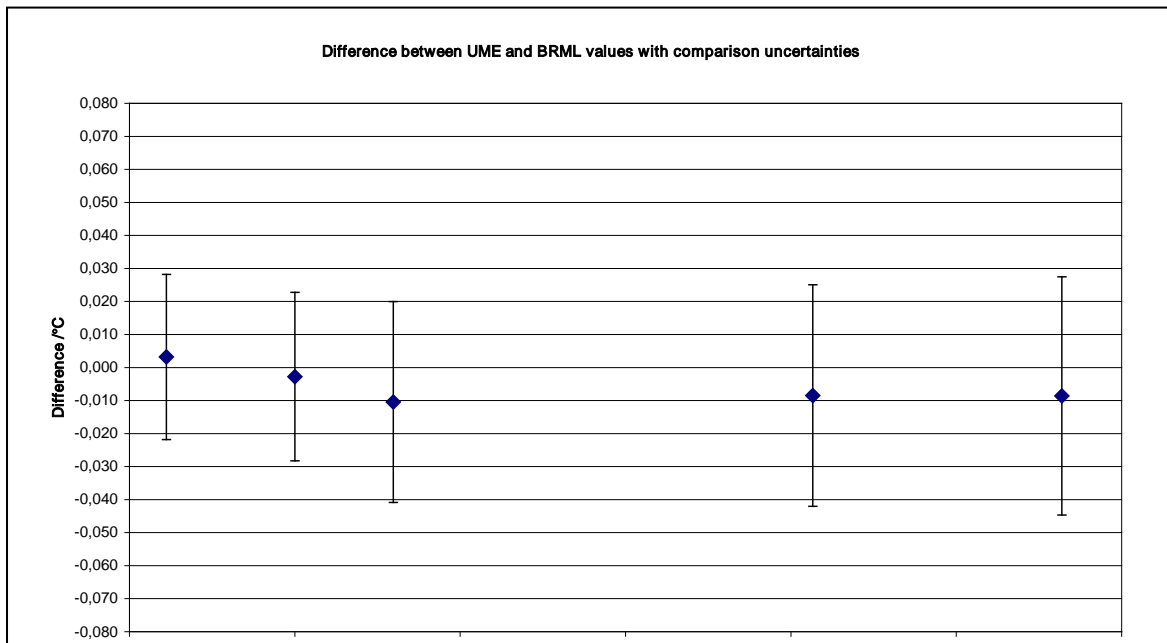
De asemenea, incertitudinea comparației la punctele de temperatura de referință este prezentata în tabelul 8 și Figura 1.

Tabelul 8

Incertitudini ale comparației

Temperatură de referință Valoare / °C	Incertitudine a comparației Valoare / °C
-38,8344	0,025
0,01	0,025
29,7646	0,030
156,5985	0,034
231,928	0,036

Figura 1



5 Performanța laboratorului DRML

Performanța laboratoarelor participante se determină și evaluează utilizând criteriul bazat pe valoarea indicelui de valoare E_n . Relația de calcul utilizată este:

$$E_{n,i} = \frac{x_i - x_{\text{ref}}}{k\sqrt{u_i^2 + u_{\text{ref}}^2}}$$

unde,

x_i este rezultatul raportat de laboratorul i ,

x_{ref} este valoarea de referință,

u_i este incertitudinea standard asociată rezultatului raportat de laboratorului participant i , și

u_{ref} este incertitudinea standard asociată valorii de referință.

Factorul de acoperire este $k = 2$.

Interpretarea indicelui de valoare E_n este următoarea:

$|E_n| \leq 1 \Rightarrow$ Rezultat satisfăcător

$|E_n| > 1 \Rightarrow$ Rezultat nesatisfăcător

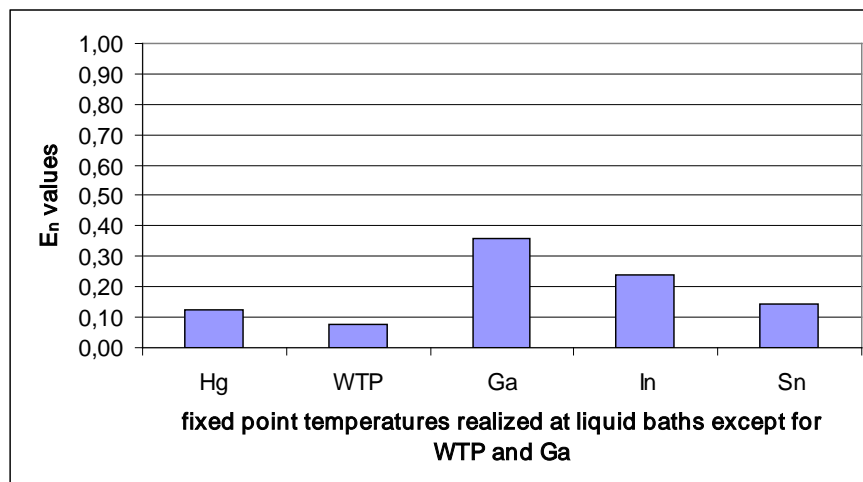
Indicii de valoare E_n ai comparării bilaterale pentru fiecare punct de temperatură sunt prezentați în tabelul 9 și reprezentați sub formă grafică în figura 2

Tabelul 9

Valori ale E_n pentru valori convențional adevărate ale temperaturii

Temperatură de referință Valoare / °C	Indice de valoare E_n
-38,8344	0,12
0,01	0,08
29,7646	0,36
156,5985	0,24
231,928	0,15

Figura 2



5 Concluzii

Rezultatele obținute în cadrul schemei de evaluare a performanțelor etalonărilor au fost utilizate de Laboratorul de mărimi termice al DRML Craiova ca parte a procesului de evaluare a organismului de acreditare german [Deutscher Kalibrierdienst \(DKD\)](#) pentru a demonstra abilitatea de a efectua în mod competent etalonări pentru care acreditarea este acordată.

Comparările interlaboratoare reprezintă un important instrument de asigurarea calității pe baza căror laboratoarele de etalonări pot să-și stabilească propria performanță și să compare rezultatele obținute cu alte laboratoare similare [5].

Importanța comparărilor interlaboratoare este dată și de faptul că permite laboratoarelor să realizeze anumite analize privind practicile, astfel:

- determină performanța individuală și contribuie la îmbunătățirea continuă a acesteia;
- identifică potențiale probleme și stabilește acțiuni corective și acțiuni preventive, de cele mai multe ori, referitoare la performanța personalului și/sau echipamentului de etalonare;
- stabilește analize comparative cu noi metode, în vederea validării;
- demonstrează performanța laboratorului de etalonări pentru obținerea/menținerea acreditării
- furnizează încredere clienților.

Bibliografie

- [1] DKD R-5-1, *Kalibrierung von widerstandsthermometern*
 [2] OIML R 84, *Platinum, cooper, and nickel resistance thermometers*
 [3] SR ENV 13005:2003, *Ghid pentru exprimarea incertitudinii de măsurare*
 [4] EA-4/02, *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration*
 [5] SR EN ISO/CEI 17025:2005, *Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări*

- Predat la data de 25 noiembrie 2006, acceptat la data de 15 decembrie 2006
- Revizia științifică: *dr.ing. Dragoș BOICIUC*.

- Absolventă a Universității din Craiova, Facultatea de Electromecanică, 1997
- Doctorand la Universitatea Politehnică București, cu stagiul de pregătire finalizat, din 2003
- Asistent universitar, Universității din Craiova, din 2005
- Director la 3 proiecte de cercetare (Phare, Phare CBC, CEEEX) și membru în colectivul de implementare în 6 proiecte de cercetare (Leonardo da Vinci, CALIST, INFRAS, MCT-CNMP)

Maria-Magdalena POENARU



Dumitru DINU

- Absolvent al Institutului Politehnic din București, Facultatea de Mecanică, specializarea mecanică fină, 1984
- Cercetător științific la Institutul Național de Metrologie, 1987
- Director al Institutului Național de Metrologie, 2000 - 2001
- Director general adjunct al BRML, 2002
- Doctorand la Universitatea „Politehnică” din București, 2003