

COMPARAREA INTERLABORATOARE PENTRU ETALONAREA UNUI TERMOMETRU DIN STICLĂ CU LICHID CU DOMENIUL ÎNTRE 0 ȘI 50° C ȘI DIVIZIUNEA DE 0,1° C

INTERLABORATORY COMPARISON FOR CALIBRATION OF A LIQUID IN GLASS THERMOMETER WITH THE RANGE BETWEEN 0 AND 50° AND SCALE DIVISION OF 0,1° C

Mihaela Rujan, Marius Neagu*, Scurtu Florin**, Cheti Radu***

*INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE/NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY

**BIROUL ROMÂN DE METROLOGIE B LEGALĂ/ROMANIAN BUREAU OF LEGAL
METROLOGY

Rezumat: Termometrele din sticlă cu lichid sunt utilizate în diverse domenii ale industriei, medicinei și cercetării, de cele mai multe ori pentru evaluarea condițiilor de mediu. Institutele naționale de metrologie din cele mai multe țări, inclusiv institutul nostru BRML-INM, au declarat la BIPM serviciile de etalonare ale acestor termometre printre Capabilitățile de Măsurare pentru Etalonare (CMC-uri). BRML a organizat pentru a doua oară în ultimii cinci ani o comparare interlaboratoare pentru etalonarea unui termometru din sticlă cu lichid, colectivul Temperaturi din cadrul laboratorului Termometrie al Institutului Național de Metrologie fiind desemnat laborator pilot și laborator de referință. Au fost 13 laboratoare participante, din subordinea BRML. Rezultatele obținute în urma comparării interlaboratoare constituie o modalitate de monitorizare a validității rezultatelor efectuate și furnizează încredere beneficiarilor care solicită acest tip de etalonare. Etalonul itinerant utilizat a fost un termometru din sticlă cu mercur, cu imersie totală, domeniul de măsurare între 0 și 50° C și valoarea diviziunii de 0,1° C. Măsurările s-au efectuat la valori întregi ale temperaturii pe întreg domeniul termometrului. Rezultatele măsurărilor, funcția de modelare și bugetul incertitudinii de măsurare asociate au fost prezentate într-un raport de etalonare, de către fiecare laborator participant.

Cuvinte cheie: termometre, CMC, comparare interlaboratoare, etalonare

Abstract: Liquid in glass thermometers are used in various fields of industry, medicine and research, most often to assess environmental conditions. National metrology institutes in most countries, including our Metrological Institute, BRML-INM, declared at BIPM services including calibration of these thermometers for calibration measurement capabilities (CMC's). BRML organized for the second time in the last five years an interlaboratory comparison for the calibration of a liquid in glass thermometer, for which temperature group of the Thermometry Laboratory team of the National Institute of Metrology was appointed as pilot and reference laboratory. There were 13 laboratories participating, subordinated to BRML. The results of interlaboratory comparisons is a way of monitoring the validity of results performed and provides confidence for customers requesting this type of calibration. Itinerary standard was a total immersion mercury in glass thermometer, with the measuring range between 0 and 50 °C and the scale of 0.1 °C. Measurements were made at values throughout the whole temperature range of the thermometer. Measurement results, the modelling function and associated measurement uncertainty budget were presented in a calibration report by each participating laboratory.

Key words: thermometers, CMC, interlaboratory comparison, calibration

1. INTRODUCERE

Termometrele din sticlă cu lichid (TSL), unele dintre cele mai vechi mijloace de măsurare a temperaturii, au avut un rol primordial în dezvoltarea termometriei. Până la inventarea unor noi tipuri de transductoare de temperatură, timp de cel puțin 200 de ani acest domeniu al

1. INTRODUCTION

Liquid in glass thermometers (LGT), some of the oldest means of measuring temperature, had a leading role in the development of thermometry. By inventing new types of temperature transducers for at least 200 years this area was based on metrology using

metrologiei s-a bazat pe utilizarea TSL. Acestea din urmă reprezintă și astăzi o soluție eficientă din punct de vedere economic, pentru anumite aplicații care sunt realizate pe un domeniu îngust de temperatură. Lungimea cât mai mică a domeniului permite deseori din construcție imprimarea unei diviziuni cu o valoare mai scăzută, rezultând astfel ca, atât rezoluția, cât și exactitatea termometrelor să fie mai mari.

Acest tip de termometre prezintă și o serie de avantaje datorate în principal caracteristicilor constructive. Astfel, TSL sunt utilizate pentru măsurarea temperaturii pentru orice domeniu cuprins între -196 și 650° C și pot măsura diferențe de temperatură de până la 1 mK (proprietate caracteristică în special termometrelor din sticlă cu mercur, datorită coeficientului foarte mic de dilatare al acestui metal lichid de max. $0,0002$). Alte proprietăți importante sunt și: stabilitatea chimică a sticlei termometrice (TSL sunt foarte eficiente pentru utilizarea frecventă în medii agresive, rezistând până la zeci de ani), sunt mai ușor de utilizat față de cele mai multe dintre traductoarele de temperatură (măsurarea se face prin citire directă) și nu în ultimul rând, caracterul autonom al TSL datorat în special principiului de funcționare.

În ciuda naturii fragile a sticlei și toxicității mercurului, și deși în multe aplicații au fost înlocuite de termometrele digitale cu termorezistențe, termocupluri sau termistoare, TSL sunt încă foarte populare și în accepțiunea populară ele sunt „adevăratele” termometre.

Lucrarea de față descrie modul de desfășurare și rezultatele comparării interlaboratoare pentru etalonarea unui termometru din sticlă cu lichid cu domeniul între 0 și 50° C și diviziunea de $0,1^{\circ}$ C, comparare desfășurată în perioada 2009-2010, la care au participat 14 laboratoare de metrologie din cadrul BRML.

2. CAPABILITĂȚI DE MĂSURARE PENTRU ETALONAREA TERMOMETRELOR DIN STICLĂ CU LICHID (CMC-uri)

Pe lângă atuurile descrise mai sus, importanța termometrelor din sticlă cu lichid este confirmată și de numărul relativ mare de CMC-uri declarate și publicate la BIPM: din 50 de țări cu CMC-uri publicate la BIPM pentru domeniul termometriei, 38 au publicat CMC-uri pentru TSL, fiind la un nivel comparabil cu cel al CMC-urilor declarate pentru alte mijloace de măsurare a temperaturii în industrie, cum sunt termorezistențele și termocuplurile, după cum se poate vedea în figura 1. Pentru țara noastră, prin Institutul Național de Metrologie, sunt publicate

LGT. The latter are still an effective solution economically, for certain applications that are made in a narrow temperature range. The smallest length of the field of design often allows printing division with a lower value, resulting in that the resolution and accuracy of thermometers to be higher.

This type of thermometers also presents a number of advantages due mainly constructive characteristics. Thus, LGT are used for measuring temperature for any range between -196 and 6500 C and can measure temperature differences of up to 1 mK (property characteristic especially for the mercury in glass thermometers, because of very low expansion coefficient of this liquid metal, max. 0.0002). Other important properties are: chemical stability of the thermometric glass (LGT are very efficient for frequent use in aggressive environments, resisting up to decades), are easier to use than most of the temperature transducers (measurement is made by direct reading) and not the least, autonomous nature of the LGT mainly due to operating principle.

Despite the fragile nature of glass and mercury toxicity, and although in many applications have been replaced by digital thermometers with resistance thermometers, thermocouples or thermistors, LGT are still very popular and in the popular sense they are "true" thermometers.

This paper describes the conduct and results of interlaboratory comparison for calibration of a liquid in glass thermometer with the range between 0 and 500 C and the division of 0.10 C, comparison conducted in the period 2009-2010, involving 14 metrology laboratories subordinated to BRML.

2. CALIBRATION MEASUREMENT CAPABILITY WITH LIQUID IN GLASS THERMOMETERS (CMC's)

Besides the advantages described above, the importance of liquid in glass thermometers is confirmed by the relatively high number of countries that declared CMCs that are published in the BIPM database: among 50 countries with thermometry CMCs published by BIPM, 38 sites have published CMC for LGT, being at a level comparable to that of CMCs reported for other means of temperature measurement in industry, such as resistance thermometers and thermocouples, as shown in figure 1. For our country, by the National Institute of Metrology,

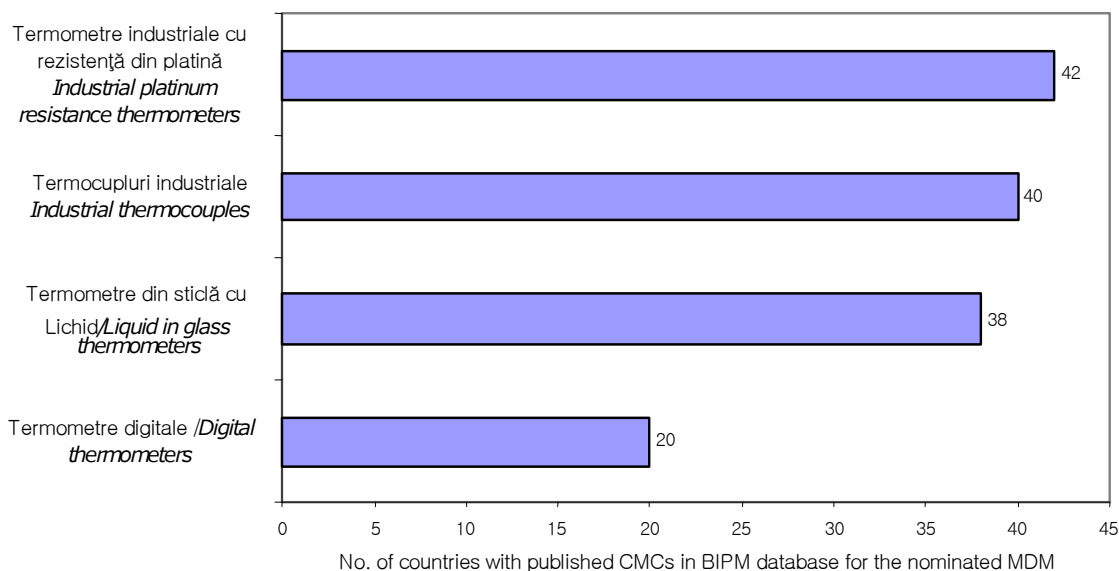
în baza de date a BIPM 37 de CMC-uri pentru domeniul termometriei, din care 5 sunt pentru etalonarea TSL (vezi www.bipm.org), acoperind intervalul de temperatură între -196 și 400⁰ C. În prezent, în laboratoarele de metrologie, etalonarea pentru acest tip de termometre este printre cele mai solicitate servicii.

Așa cum arată K.D. Hill & co, Institutul NIST din SUA și Institutul NRC din Canada au organizat în anul 2008 o comparare bilaterală pentru etalonarea a șaisprezece termometre din sticlă cu lichid, ale căror domenii de etalonare au acoperit un interval de aproape 350⁰ C, arătând continuarea preocupării institutelor naționale de metrologie pentru optimizarea metodelor de etalonare a TSL.

are published in the BIPM database 37 CMCs for thermometry, 5 of which are for the calibration of LGT (see www.bipm.org), covering the temperature range between -196 and 400⁰ C. Currently, in the metrology laboratories, calibration for this type of thermometers is among the most requested services.

As shown by K.D. Hill & Co, U.S. Institute of NIST and the NRC Canada Institute organized in 2008 a bilateral comparison for calibration of sixteen liquid glass thermometers, whose ranges of calibration covered an interval of about 350⁰ C, showing continuing preoccupation of national metrology institutes to optimize the calibration of methods LGT.

Fig. 1. Prezentarea comparativă a numărului de țări cu CMC-uri publicate la BIPM pentru etalonări de termometre industriale / *Comparative presentation of the number of countries with the CMC's published in BIPM for calibration of industrial thermometers*



3. COMPARĂRI INTERLABORATOARE NAȚIONALE ÎN DOMENIUL TERMOMETRIEI

În Tabelul 1 sunt prezentate cronologic comparările interlaboratoare organizate de BRML- Direcția Autorizări. Rezultatele obținute în urma comparării interlaboratoare constituie o modalitate de monitorizare a validității rezultatelor efectuate și furnizează încredere beneficiarilor care solicită acest tip de etalonare. Temele acestor proiecte au fost propuse de către unul dintre laboratoarele regionale participante și INM a fost desemnat laborator pilot (LP) și de referință (LR).

3. NATIONAL INTERLABORATORY COMPARISONS IN THE FIELD OF THERMOMETRY

In Table 1 are listed chronologically interlaboratory comparisons organized by Authorizations Department of BRML. The results of interlaboratory comparisons is a way of monitoring the validity of results performed and provides confidence of customers requesting this type of calibration. The themes of these projects have been proposed by one of the participating regional laboratories and INM was appointed pilot (PL) and reference laboratory (RL).

Se observă o îmbunătățire semnificativă a rezultatelor raportate în timp de către laboratoarele participante, printr-un pro-cent crescut al numărului de locații ce au obținut conformitate pentru toate punctele de etalonare.

There is a significant improvement over results reported by laboratories participating through a high percentage of the locations number that have achieved conformity for all calibration points.

Tabel 1. Comparări interlaboratoare naționale în domeniul termometriei
Table 1. National interlaboratory comparisons in the area thermometry

Perioada de desfășurare și denumirea comparării interlaboratoare <i>Period and name of interlaboratory comparison</i>	Numărul de locații ale laboratoarelor regionale participante / Number of the locations of regional participating laboratories	Numărul de locații care au conformitate pentru toate punctele de etalonare / Number of locations with conformity for the all points calibration
2003 - 2004 Etalonarea termometrelor din sticla cu mercur în domeniul de temperatura (35...45) °C / Calibration of mercury in glass thermometer the temperature range (35...45) °C	6	2
2005 – 2006 Etalonarea unui termocuplu în domeniul de temperatură (300 ... 1200) °C / Calibration of a thermocouple in the temperature range (300... 1200) °C	6	3
2007 – 2008 Etalonarea unui termometru din sticla cu lichid cu valoarea diviziunii de 0,1 °C / Calibration of a liquid glass thermometer value of the scale of 0.1 °C	10	3
2009 – 2010 Etalonarea unui termometru din sticla cu lichid cu domeniul între 0 și 50 °C și valoarea diviziunii de 0,1 °C / Calibration of a liquid glass thermometer with the temperature range between 0 and 50 °C and value of the scale of 0.1 °C	13	6

4. ORGANIZAREA COMPARĂRII INTERLABORATOARE

4.1 Participanți

În cadrul acestei comparări interlaboratoare au participat: BRML – DA - organizatori, INM – LP și LR, și 13 locații ale laboratoarelor regionale din structura Biroului Român de Metrologie Legală, arătate în tabelul 2.

4.2 Etaloane și utilaje

Etalonul itinerant utilizat a fost termometrul din sticlă cu mercur cu imersie totală, seria 5392, cu domeniul de măsurare (0 ... 50)° C și valoarea diviziunii de 0,1° C. În tabelele 3 și 4 sunt prezentate etaloanele și echipamentele utilizate de laboratorul pilot pentru etalonare, împreună cu parametrii lor caracteristici. Termometrul din sticlă cu mercur utilizat ca etalon itinerant a fost etalonat inițial la INM și a fost transportat între laboratoarele participante, conform schemei de circulație a etalonului, menționată în Ghidul comparării interlaboratoare.

4. ORGANIZING OF THE INTERLABORATORY COMPARISON

4.1 Participants

In this interlaboratory comparison participated: BRML - DA - organizers, INM - LP and LR, and 13 regional laboratories locations of the Romanian Bureau of Legal Metrology structure, shown in Table 2.

4.2 Standards and equipment

Itinerary standard used was a mercury in glass total immersion thermometer, series 5392, with measurement range (0 ... 50) ° C and value of the scale division of 0.1 ° C. In Tables 3 and 4 are shown the standards and the equipment used for calibration by the pilot laboratory, together with their parameters and characteristics. Mercury in glass thermometer used as itinerary standard, was initially calibrated by INM and then was transported between participating laboratories according to the circulation scheme of the standard, mentioned in the interlaboratory comparison guide.

Transportul termometrului s-a efectuat numai ca bagaj de mână, într-un ambalaj corespunzător și în poziția verticală marcată pe ambalaj, pentru a se evita întreruperea coloanei de mercur. După revenirea sa la INM, la încheierea măsurărilor, termometrul a fost reetalonat de laboratorul pilot și de referință.

Transportation the thermometer was done only as hand luggage, in appropriate packaging and in vertical position marked on the package, to avoid interruption of the mercury column. After returning to the INM, at the end of measurements, the thermometer was recalibrated by the reference and pilot laboratory.

Tabelul 3 - Etaloanele folosite și principalele lor caracteristici
Table 3 - Measurement standards used and their main characteristics

Denumire etalon <i>Denomination of the standard</i>	Tip/model <i>Type / model</i>	Domeniu de măsurare și rezoluție <i>Measuring range and the resolution</i>	Certificatul de etalonare <i>Certificate of calibration</i>
Termometru cu rezistență din platină etalon <i>Standard platinum resistance thermometer</i>	Tinsley, serie 231985	(0...+420) °C, R0 = 25 Ω U=5 mK, k=2	Certificatul etalonului național CE 04.01-1600/2008 <i>National standard certificate CE 04.01-1600/2008</i>
Punte automată de rezistențe <i>Automatic resistance bridge</i>	ASL F300 Seria 1 796 001 586	Rt : (0...4000) Ω; Rt / Rs : 0...3,9999999; Rs intern: 100 Ω ± 50 ppm /luna Internal Rs: 100 Ω ± 50 ppm Stability < 1 ppm / month	Comparare cu puntea Guildline, componentă a etalonului național <i>Comparison with the Guildline bridge, part of the national standard</i>

Tabelul 4 – Echipamentul utilizat și parametrii caracteristici
Table 4 - Equipment used and characteristic parameters

Denumire utilaj <i>Denomination equipment</i>	Tip/model/ substanța de lucru <i>Type / model / working substance</i>	Domeniu de temperatură <i>Temperature range</i>	Uniformitate °C <i>Uniformity</i> °C	Stabilitate °C <i>Stability</i> °C
Baie termostată <i>Temperature calibration bath</i>	Fluke Hart Scientific 7312, serie A94218, CE 04.01-755/2009, amestec de apă și alcool etilic / <i>mixture of water and ethyl alcohol</i>	(-5...+110) °C	± 0,001	± 0,001

Pentru efectuarea măsurărilor, fiecare laborator participant a utilizat metoda și procedura practicate în mod curent atunci când etalonează termometre din sticlă cu mercur. La utilizare, termometrul a fost menținut în poziție verticală. De asemenea, termometrul nu a fost supus la șocuri și vibrații.

Etalonarea s-a efectuat în băi termostate, prin metoda comparării directe sau indirecte. Ca etaloane, au putut fi utilizate termometre cu rezistență din platină sau termometre digitale. Conform certificatelor de etalonare, toate etaloanele utilizate au fost trasabile la etaloanele naționale ale României.

Măsurările s-au efectuat la valori întregi ale temperaturii din domeniul (0...50)° C. La fiecare punct de temperatură s-au efectuat minimum trei serii de măsurări diferite. Rezultatele măsurărilor, funcția de modelare și bugetul

For the measurements, each participating laboratory has used the method and the normal procedure locally applied when calibrating mercury in glass thermometers. In use, the thermometer was kept in an upright position. Also, the thermometer has not been subjected to shock and vibration.

Calibration was performed in the thermostat baths, by direct or indirect comparison method. As standards, could be used platinum resistance thermometers or digital thermometers. According to calibration certificates, all standards used were traceable to national standards of Romania.

Measurements were performed at the integer values of the temperature in the range (0...50)° C. At each temperature point were performed at least three different series of measurements. The results of measurements, modeling function and

incertitudinii de măsurare asociate au fost prezentate într-un raport de etalonare, de către fiecare laborator participant.

Ghidul intercomparării, instrucțiunile de utilizare, de transport și de măsurare au însoțit etalonul itinerant.

Corecțiile determinate la INM în cursul măsurărilor inițiale și finale, valorile medii ale corecțiilor, care reprezintă valorile de referință (VR) ale comparării precum și incertitudinile standard extinse asociate valorilor de referință sunt prezentate în Tabelul 5.

Incertitudinea standard compusă și incertitudinea extinsă pentru un nivel de încredere de 95 % s-au calculat conform SR ENV 13005: 2003. Spre exemplificare, în Tabelul 6 este prezentat bugetul incertitudinii de măsurare la temperatura de 0° C. Incertitudinea extinsă a fost stabilită ca incertitudine standard a măsurării multiplicată cu factorul de extindere $k_p = 1,96$, care corespunde unui nivel de încredere de 95%.

Menționăm că bugetul incertitudinii de măsurare obținut de LP pentru celelalte puncte de temperatură este asemănător cu cel obținut la 0° C.

uncertainty of measurement budget were associated were presented in a calibration report by each participating laboratory.

Intercomparison guide, instructions for use, transport accompanied itinerary measurement standard.

Corrections determined by INM during the initial and final measurements, mean corrections, which are the reference values (RV) of the comparison, as well as standard expanded uncertainties associated to the reference values are presented in the Table 5.

Combined standard uncertainty and expanded uncertainty for the confidence level of 95% was calculated according to SR ENV 13005: 2003. For example, in Table 6 uncertainty budget of measurement is presented for a temperature of 0° C. The expanded uncertainty was established as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k_p = 1.96$, which corresponds to a confidence level of 95%.

We mentioned that the uncertainty of measurement budget of the results obtained by PL for the other points by temperature is similar to that obtained for 0° C.

Tabelul 5 – Valorile de referință ale comparării
Table 5 - Reference values of the comparison

$t_{90} / ^\circ\text{C}$	Corecție _{inițială} / °C <i>Correction_{initial} / °C</i>	Corecție _{finală} / °C <i>Correction_{final} / °C</i>	Valoare medie / °C <i>Mean value / °C</i>	$U / ^\circ\text{C}$
00,000	-0,001	-0,003	-0,002	0,013
10,000	-0,001	-0,003	-0,002	0,013
20,000	-0,004	-0,004	-0,004	0,013
30,000	-0,006	-0,006	-0,006	0,013
40,000	0,010	0,004	0,007	0,013
50,000	-0,009	-0,009	-0,009	0,013

4.3 Modelul matematic al măsurării

Corecția, C, care trebuie adăugată indicației termometrului etalonat, poate fi exprimată ca:

$$C = T_e - T_v + \delta T_1 + \delta T_2 + \delta T_3 + \delta T_4 + \delta T_5 + \delta T_6 + \delta T_7 + \delta T_8$$

unde:

T_e - temperatura citită cu termometrul etalon (de referință);

T_v - temperatura citită cu termometrul de etalonat;

δT_1 - corecția datorată interpolării la citirea termometrului etalon;

δT_2 - corecția menționată în certificatul de etalonare al termometrului de referință;

δT_3 - corecția dată de driftul între două etalonări succesive ale termometrului etalon;

δT_4 - corecția datorată influenței condițiilor ambientale asupra coloanei emergente;

4.3 Mathematical model of the measurement

Correction, C, that must added to indication of calibrated thermometer, may be expressed as:

$$C = T_e - T_v + \delta T_1 + \delta T_2 + \delta T_3 + \delta T_4 + \delta T_5 + \delta T_6 + \delta T_7 + \delta T_8$$

where:

T_e – standard (reference) thermometer indication;

T_v - thermometer under calibration indication;

δT_1 – correction due to interpolation from standard the thermometer reading;

δT_2 – correction mentioned in the calibration certificate of the reference thermometer;

δT_3 – correction due to drift between two successive calibrations of standard thermometer;

δT_4 - correction due to the influence of

δT_5 - corecția datorată instabilității băii de comparare;

δT_6 - corecția datorată neuniformității băii de comparare;

δT_7 - corecția datorată schimbării valorii indicate la 0° C a termometrului de etalonat;

δT_8 - corecția datorată interpolării la citirea termometrului de etalonat.

Pentru calculul incertitudinii asociate abaterilor față de valorile de referință s-a folosit funcția de modelare:

$$\Delta C = C_{\text{Labi}} - C_{\text{LR}} + \delta C_{\text{stab}}$$

Incertitudinea standard compusă asociată abaterii ΔC s-a calculat astfel:

$$u_c(\Delta C) = [u^2(C_{\text{Labi}}) + u^2(C_{\text{LR}}) + u^2(\delta C_{\text{stab}})]^{1/2}$$

ambient conditions on emerging column;

δT_5 – correction due to the bath instability during comparison;

δT_6 – correction due to the bath instability during comparison;

δT_7 – correction due to changes in the value indicated at 0° C by the calibrated thermometer;

δT_8 – Correction due to interpolation by calibrated the thermometer reading.

To calculate the uncertainty associated with deviations against reference values using the modelling function:

$$\Delta C = C_{\text{Labi}} - C_{\text{LR}} + \delta C_{\text{stab}}$$

Combined standard uncertainty associated to deviation ΔC was calculated as follows:

$$u_c(\Delta C) = [u^2(C_{\text{Labi}}) + u^2(C_{\text{LR}}) + u^2(\delta C_{\text{stab}})]^{1/2}$$

Table 6 - Budget of measurement uncertainty for the temperature of 0 °C

Simbolul influenței mărimii de intrare <i>Symbol of influence of the input quantity</i>	Estimația <i>Estimation</i>	Incertitudinea standard asociată, u_i <i>Standard associated uncertainty, u_i</i>	Distribuția de probabilitate <i>Probability distribution</i>	Coefficientul de sensibilitate, C_{Si} <i>Sensitivity coefficient, C_{Si}</i>	Contribuția <i>Contribution</i> $u(y_i) = C_{Si} \cdot u_i$
2	3	4	5	6	7
T_e	$(T_e)_{\text{mediu}} = -0,0108$	0,00090	Normală <i>Normal</i>	1	0,00090
T_v	$(T_v)_{\text{mediu}} = -0,01$	0,00000	Normală <i>Normal</i>	-1	0,00000
δT_1	0	0,00029	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,00003
δT_2	0	0,00075	Normală <i>Normal</i>	1	0,00025
δT_3	0	0,001 44	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,001 44
δT_4	0	0,002 9	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,002 9
δT_5	0	0,000 29	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,000 29
δT_6	0	0,000 29	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,000 29
δT_7	0	0,001 44	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,001 44
δT_8	0	0,005 77	Dreptunghiulară <i>Rectangular</i>	1	0,005 77
Corecția / <i>Correction</i>		-0,001			
Incertitudinea standard compusă / <i>Combined standard uncertainty</i>					0,007
Incertitudinea extinsă / <i>Expanded standard uncertainty</i>					0,013

Incertitudinea extinsă (pentru $k = 2$) asociată abaterilor ΔC :

$$U(\Delta C) = 2 u_c (\Delta C)$$

4.4 Calculul indicelui de valoare

Pentru o analiză cât mai obiectivă a rezultatelor măsurărilor, s-a determinat, pentru fiecare laborator participant, indicele de valoare E_i , exprimat prin relația

$$E_i = \frac{x_i - x_{ref}}{U(\Delta C_i)}$$

unde

x_i – valoarea indicată de etalonul itinerant la un punct de etalonare dat, obținută de laboratorul „i”;

x_{ref} – valoarea de referință;

$U(\Delta C_i)$ – incertitudinea extinsă asociată abaterii ΔC_i , incertitudine calculată cu ajutorul funcției de modelare.

Pentru valori ale indicelui de valoare cuprinse în intervalul $[-1, +1]$, laboratorul i este compatibil cu laboratorul de referință și se consideră că este capabil să efectueze măsurări în acest domeniu cu incertitudinea de măsurare declarată.

Indicii de valoare ai celor 13 locații ale laboratoarelor participante sunt prezentați în Tabelul 7.

Diferențele dintre rezultatele obținute de laboratoarele participante și laboratorul pilot și de referință sunt reprezentate grafic în Figura 2, pentru fiecare punct de etalonare. Liniile verticale reprezintă incertitudinile extinse U (pentru $k = 2$) asociate acestor diferențe.

Expanded uncertainty ($k = 2$) associated to deviations ΔC :

$$U(\Delta C) = 2 u_c (\Delta C)$$

4.4 Index of value calculation

For an as objective as possible analysis of the measurements' results, the index of value was determined for each participating laboratory, index expressed by the equation

$$E_i = \frac{x_i - x_{ref}}{U(\Delta C_i)}$$

where

x_i – indication value of the itinerary standard at a given point of calibration, obtained by laboratory „i”;

x_{ref} – reference value;

$U(\Delta C_i)$ – ΔC_i expanded uncertainty associated with deviation, uncertainty calculated using the modelling function.

For values of the index of value in the range $[-1, +1]$, laboratory i is compatible with the reference laboratory and is considered able to perform measurements in this range with the declared uncertainty of measurement.

The indices of value for the 13 locations of participating laboratories are presented in Table 7.

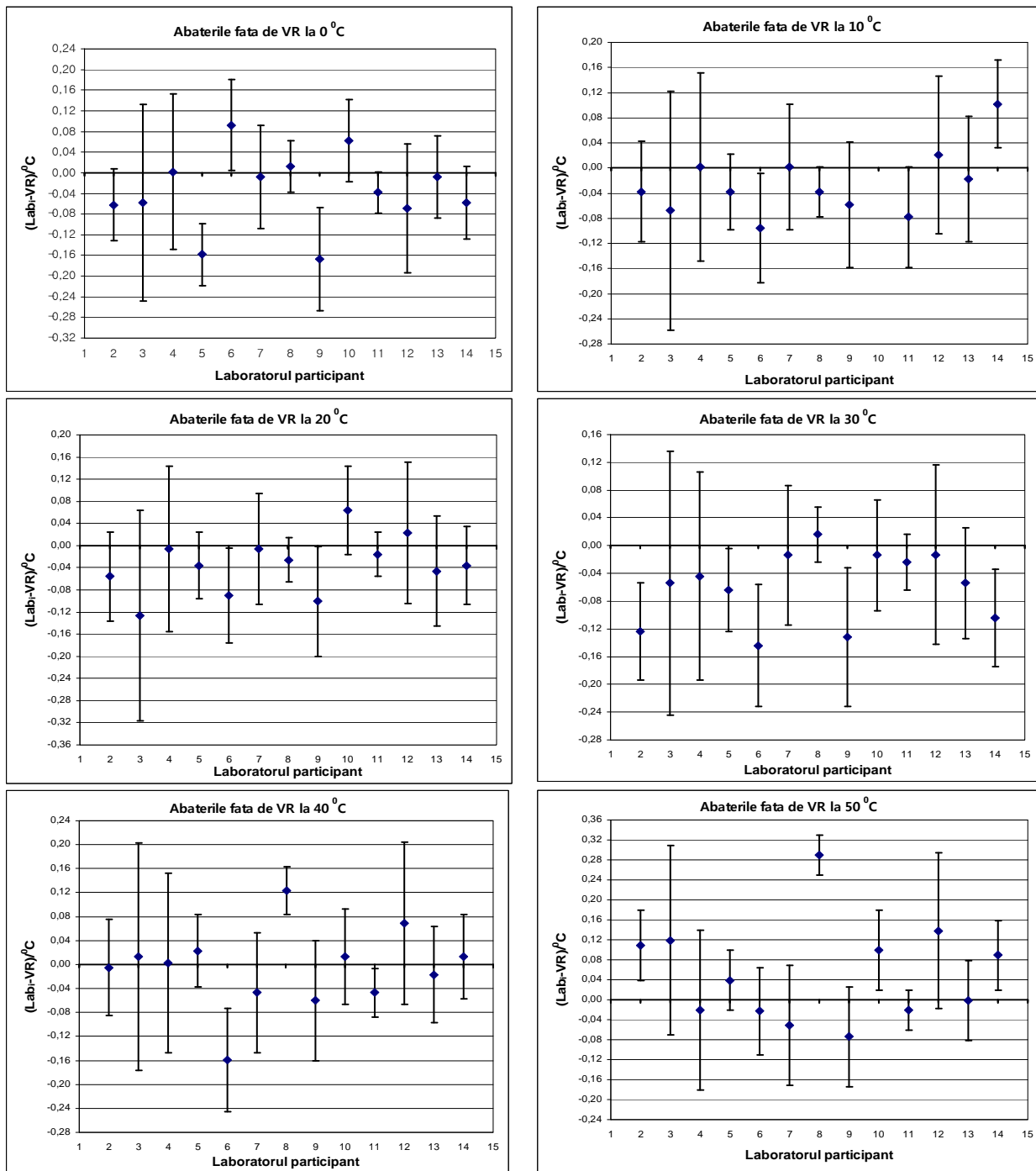
Differences between results obtained by participating laboratories and the reference and pilot laboratory are plotted in Figure 2, for each calibration point. Vertical lines represent expanded uncertainty U ($k = 2$) associated with these differences.

Tabelul 7 - Indicii de valoare ai laboratoarelor participante
Table 7 - The Indices of value for participating laboratories

t_{90} , [°C]	Cod laborator participant / Indice de valoare Participating laboratory code / index of value												
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
0	-0,9	-0,3	0,0	-2,6	1,0	-0,1	0,2	-1,7	1,5	-0,5	-0,6	-0,1	-0,8
10	-0,5	-0,4	0,0	-0,6	-1,1	0,0	-0,9	-0,6	-	-1,0	0,2	-0,2	1,4
20	-0,7	-0,7	0,0	-0,6	-1,0	-0,1	-0,6	-1,0	1,5	-0,2	0,2	-0,5	-0,5
30	-1,7	-0,3	-0,3	-1,0	-1,6	-0,1	0,4	-1,3	-0,3	-0,3	-0,1	-0,7	-1,5
40	-0,1	0,1	0,0	0,4	-1,8	-0,5	2,9	-0,6	0,3	-0,6	0,5	-0,2	0,2
50	1,5	0,6	-0,1	0,6	-0,3	-0,4	6,9	-0,7	2,4	-0,3	0,9	0,0	1,3

Fig. 2 – Abaterile valorilor laboratoarelor participante față de valorile de referință. Liniile verticale reprezintă incertitudinile extinse U (pentru $k = 2$) asociate acestor abateri.

Fig. 2 - Participating laboratories deviation values from the reference values. Vertical lines are expanded uncertainty U ($k = 2$) associated with these deviations.



4.5 Analiza rezultatelor

Analiza rezultatelor măsurărilor și a incertitudinilor asociate furnizate de laboratoarele participante precum și a indicilor de valoare rezultați au condus la o serie de concluzii. Laboratoarele 3, 4, 7, 11, 12 și 13 satisfac criteriul de acceptare la toate punctele de

4.5 Analysis of the results

Analysis of measurement results and associated uncertainties provided by the participating laboratories and the resulting value of indices led to several conclusions. Laboratories 3, 4, 7, 11, 12 and 13 meet the acceptance criteria at all points of calibration. This highlights the rigor and accuracy

etalonare. Aceasta evidențiază rigoarea și corectitudinea cu care au fost efectuate măsurările și au fost evaluate incertitudinile de măsurare în aceste laboratoare. Celelalte laboratoare au avut indici de valoare mai mari decât limitele admise (laboratorul 5 la 1 punct de etalonare, laboratoarele 2, 8 și 9 la 2 puncte de etalonare, laboratoarele 6, 10 și 14 la 3 puncte de etalonare.). Pentru a elimina aceste deficiențe se impune reanalizarea metodologiei de evaluare a incertitudinii de măsurare precum și o nouă caracterizare metrologică a etaloanelor și echipamentelor folosite.

O posibilă explicație pentru obținerea acestor rezultate ar fi faptul că, laboratoarele 2, 8, 11, 13 și 14 au utilizat pentru etalonarea termometrului - etalon de transfer, cuptoare portabile cu bloc metal (băi uscate), echipamente neadecvate pentru etalonarea termometrelor din sticlă cu lichid. În cadrul cursurilor de instruire pentru etalonarea termometrelor din sticlă cu lichid efectuate în 2008 și 2009 la INM, înaintea dar și în timpul comparării, lectorii din cadrul LP au precizat faptul că termometrele din sticlă cu lichid trebuie să fie etalonate numai în băi termostatate cu lichid, utilizarea cuptoarelor portabile în locul băilor uscate putând duce la obținerea de rezultate grosiere. Obținerea unor astfel de rezultate se datorează caracteristicilor cuptoarelor portabile, care sunt neadecvate pentru etalonarea termometrelor din sticlă cu lichid având: uniformitate axială și radială, adâncime de imersie, influența încălzirii blocului metal. Deasemenea, nu se recomandă utilizarea acestor cuptoare cu bloc metal pentru că există pericolul spargerii termometrelor din sticlă la contactul cu blocul metal.

Laboratoarelor care nu au obținut rezultate compatibile le-au fost solicitate de către DA acțiuni corective. Principalele acțiuni corective propuse au fost următoarele:

- reetalonarea termometrelor etalon și/sau a băilor termostatate utilizate (sau, eventual, schimbarea locației unde va fi efectuată etalonarea);
- dotarea laboratorului cu alt termometru etalon și/sau cu o altă baie termostatată în cazul obținerii unor valori prea mari pentru uniformitatea și stabilitatea băii;
- înlocuirea lichidului termometric utilizat pentru baia termostatată;
- reevaluarea și modificarea după caz a procedurii de etalonare pentru punctele de etalonare pentru care a fost obținută neconformitate;
- revizuirea procedurii de estimare a incertitudinii și instruirea personalului privind estimarea incertitudinii de măsurare la

with which measurements were made and with which measurement uncertainties were evaluated in these laboratories. Other laboratories have value indices higher than admitted limits as following: laboratory 5 for 1 point calibration, laboratories 2, 8 and 9 for two calibration points, laboratories 6, 10 and 14 for 3 calibration points. To eliminate these shortcomings, a review of the methodology for assessing the measurement uncertainty and metrological characterization of a new standards and equipment used, is required.

A possible explanation for attaining these results would be that laboratories with codes 2, 8, 11, 13 and 14 used for the calibration of the transfer standard thermometer, portable metal block calibrators (dry wells), inadequate equipment for the calibration of liquid glass thermometer. In training courses for calibration of liquid in glass thermometer performed in 2008 and 2009 at INM, prior to and during the comparison period, the lecturers from the PL indicated that liquid glass thermometers must be calibrated only in liquid thermostatic baths, and that use of portable dry calibrators instead of baths can lead to coarse results. Namely, achieving these results is due to characteristics of portable calibrators, which are unsuitable for the calibration of liquid in glass thermometers: influences of axial and radial uniformity, immersion depth, the influence due to metal block loading and others. Besides all these, the use of these block calibrators is not recommended because there is danger of breaking the glass of thermometers when in contact with the metal block.

As a consequence, Authorisations Department requested for corrective action from those laboratories that have not obtained consistent results. The main corrective actions proposed were:

- standard thermometer recalibration and / or thermostatic bath used by the laboratory (or possibly changing the location where calibration will be performed);
- purchasing another standard thermometer and / or other temperature bath, in the case of getting too high values for the uniformity and stability of the the bath;
- replacement of the thermometric liquid used for the thermostatic bath;
- reevaluation and / or change of the calibration procedure for the calibration points with non-conformity;
- review of procedures and training staff to estimate the uncertainty on the estimation of measurement uncertainty for the calibration of

etalonarea termometrelor.

Fiecare dintre acțiunile corective propuse a avut o dată limită de aplicare, implementarea acestora fiind supravegheată de BRML-DA.

5. CONCLUZII

Analiza rezultatelor măsurărilor și a incertitudinilor asociate date de laboratoarele participante precum și a indicilor de valoare rezultați, duc la o serie de concluzii. Prin urmare, laboratoarele 3, 4, 7, 11, 12 și 13 satisfac criteriul de acceptare la toate punctele de etalonare. Aceasta evidențiază rigoarea și corectitudinea efectuării măsurărilor și a evaluării incertitudinilor de măsurare în aceste laboratoare.

Celelalte laboratoare au avut indici de valoare mai mari decât limitele admise (laboratorul 5 la 1 punct de etalonare, laboratoarele 2, 8 și 9 la 2 puncte de etalonare, laboratoarele 6, 10 și 14 la 3 puncte de etalonare). Pentru a elimina aceste deficiențe se impune o reanalizare a metodologiei de evaluare a incertitudinii de măsurare precum și o nouă caracterizare metrologică a etaloanelor și echipamentelor folosite.

BILIOGRAFIE

- [1] Nicholas J. V, D. R. White, Traceable Temperatures: An Introduction to Temperature Measurement and Calibration, Ed. Wiley, 2001, Chapter 7. Liquid in glass thermometry
- [2] K. D. Hill, D. J. Gee, C. D. Cross, G. F. Strouse, NIST–NRC Comparison of Total Immersion Liquid-in-Glass Thermometers, International Journal of Thermophysics (2009) 30:341–350
- [3] <http://kcdb.bipm.org/appendixC/default.asp>
- [4] Raport final - Compararea interlaboratoare pentru etalonarea unui termometru din sticlă cu lichid cu domeniul între 0 și 500 C și diviziunea de 0,10 C, Laboratorul Termometrie și BRML-Direcția Autorizări, 2010
- [5] International Recommendation OIML R133 - Liquid in glass thermometers, OIML 2002 (E)

Revizia științifică:

Dumitru Marius NEAGU, doctor, cercetător științific III, e-mail: marius.neagu@inm.ro

Despre autor:

Mihaela RUJAN, cercetător științific III, e-mail: mihaela.nedea@inm.ro

thermometers.

Each of the proposed corrective actions had a time limit that was applied, their implementation was supervised by BRML-DA.

5. CONCLUSIONS

Analysis of measurement results and associated uncertainties provided by the participating laboratories and the resulting value indices lead to several conclusions. Therefore, laboratories 3, 4, 7, 11, 12 and 13 meet the acceptance criteria at all points of calibration. This highlights the rigor and accuracy of performing measurements and evaluation of measurement uncertainties in these laboratories.

The other laboratories had indices of value higher than the admitted limits (laboratory 5 for 1 point of calibration, laboratories 2, 8 and 9 for 2 points of calibration, laboratories 6, 10 and 14 for 3 points of calibration). In order to eliminate these deficiencies a review of the methodology of measurement uncertainty evaluation and new metrological characterization of standards and equipment used should be done.

REFERENCES

- [1] Nicholas J. V, D. R. White, Traceable Temperatures: An Introduction to Temperature Measurement and Calibration, Ed. Wiley, 2001, Chapter 7. Liquid in glass thermometry
- [2] K. D. Hill, D. J. Gee, C. D. Cross, G. F. Strouse, NIST–NRC Comparison of Total Immersion Liquid-in-Glass Thermometers, International Journal of Thermophysics (2009) 30:341–350
- [3] <http://kcdb.bipm.org/appendixC/default.asp>
- [4] Final Report - Interlaboratory comparison for the calibration of a liquid glass thermometer range between 0 and 500 C and the division of 0.10 C, thermometry and BRML Laboratory, Department Authorizations, 2010
- [5] International Recommendation OIML R133 - Liquid in glass thermometers, OIML 2002 (E)

Scientific revue:

Dumitru Marius NEAGU, doctor, scientific researcher III, e-mail: marius.neagu@inm.ro

About the author:

Mihaela RUJAN, scientific researcher III, e-mail: mihaela.nedea@inm.ro