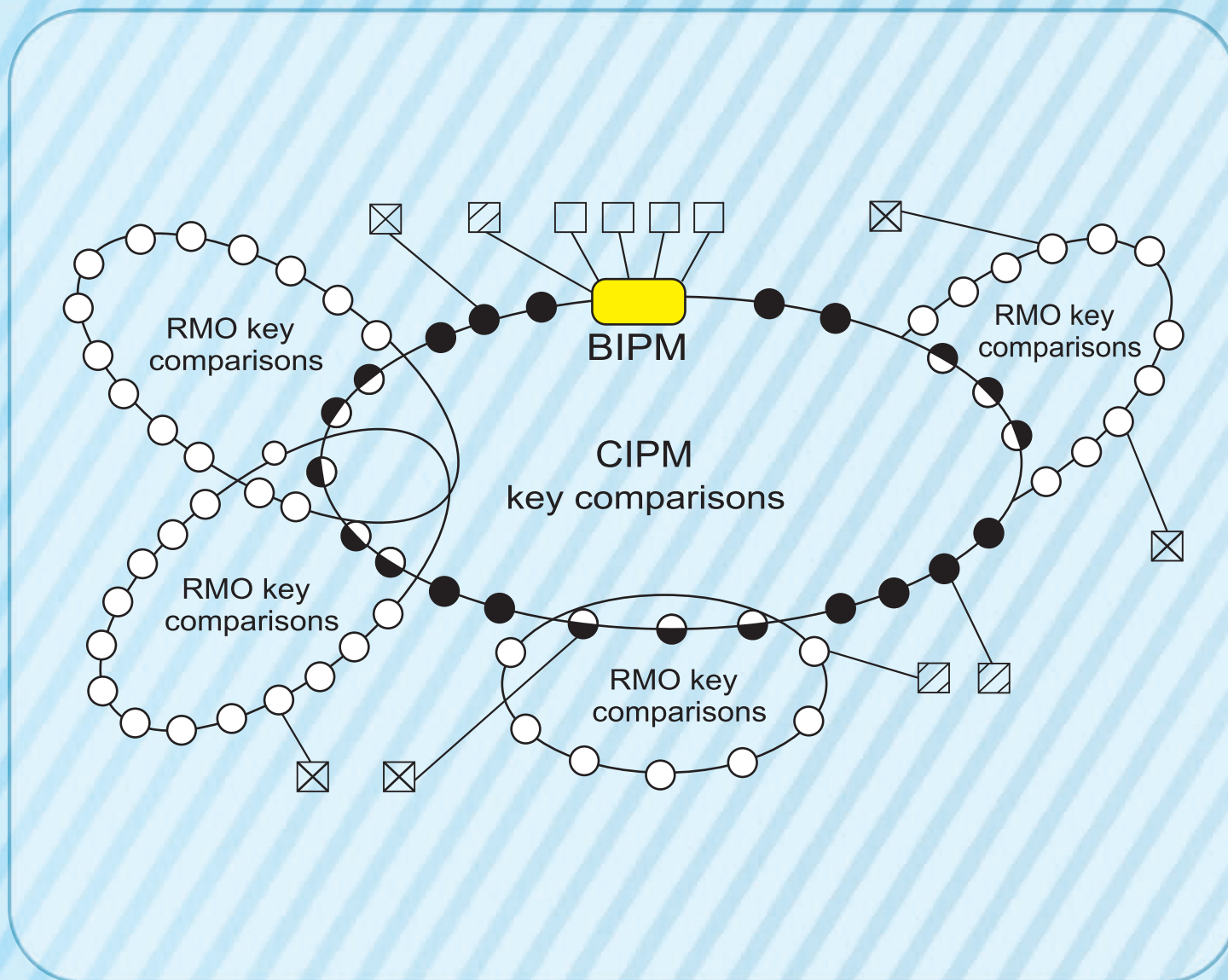


metrologie

Revista **Institutului Național de Metrologie**
și a **Biroului Român de Metrologie Legală**

The Journal of the **National Institute of Metrology**
and of the **Romanian Bureau of Legal Metrology**



1864 - 2014



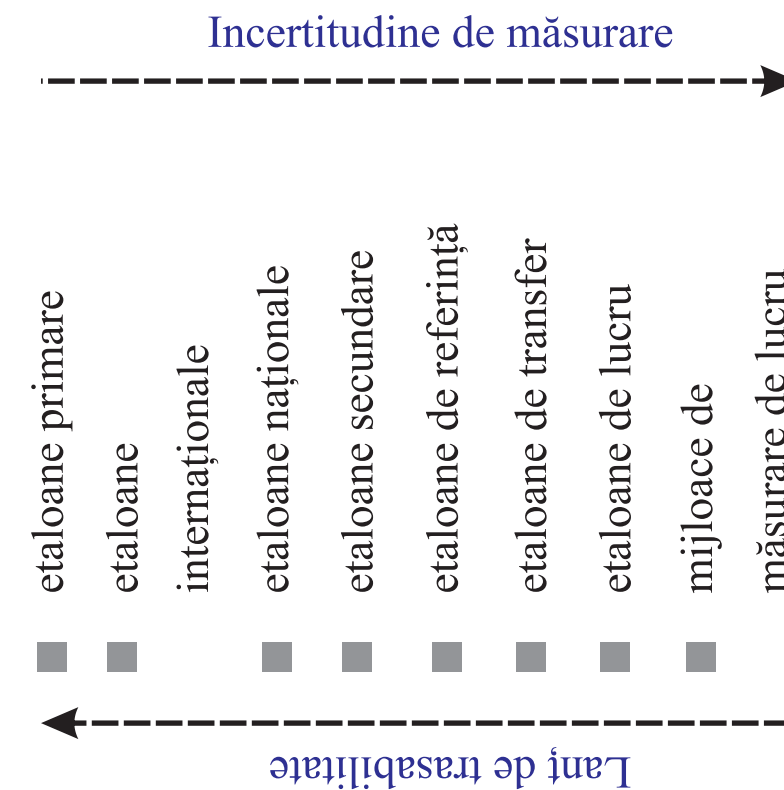
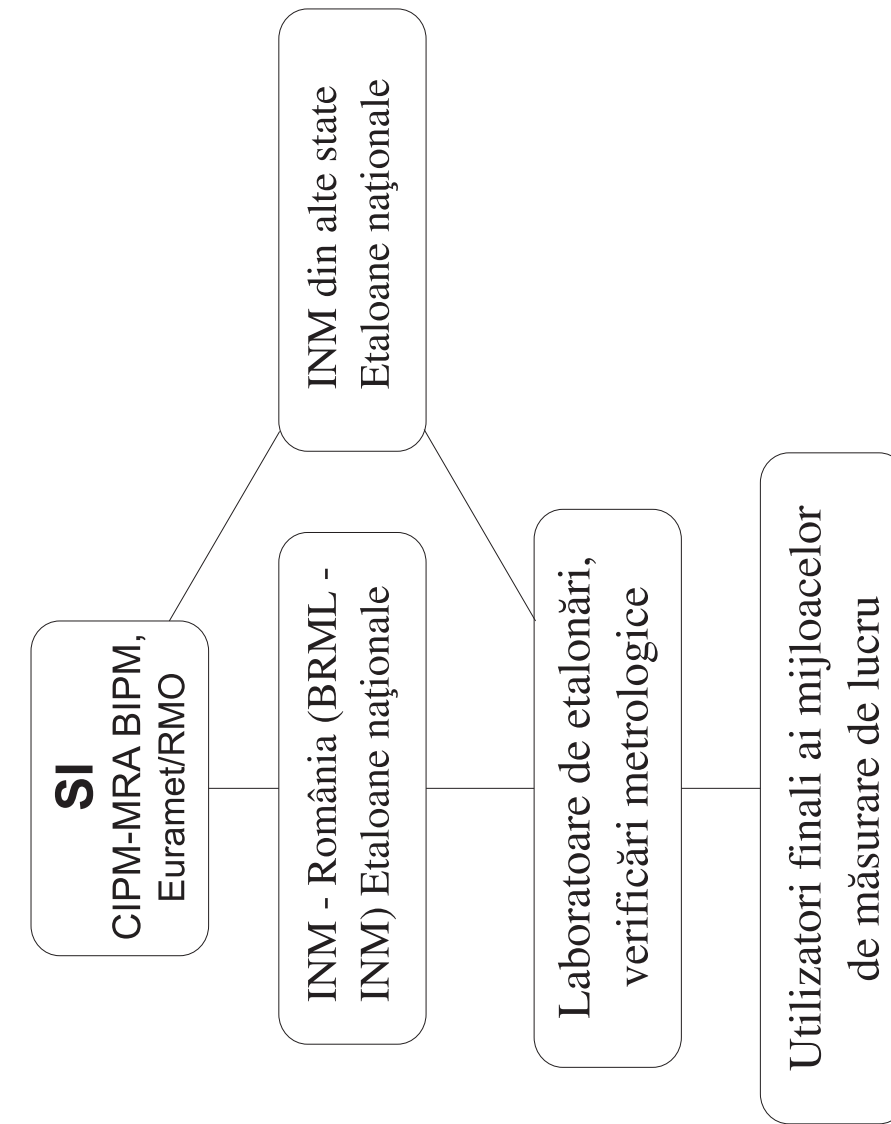


REPERE ISTORICE ALE METROLOGIEI DIN ROMÂNIA

- 1864 - Este promulgată Legea pentru adoptarea sistemului metric de măsuri și greutatea în România, de către domnitorul Alexandru Ioan Cuza
- 1883 - România aderă la Convenția Metrului
- 1889 - Se înființează Serviciul Central de Măsuri și Greutăți, primul organism național de metrologie din România
- 1951 - Se înființează Institutul Național de Metrologie
- 1954 - Apare primul număr al revistei Metrologie
- 1956 - România devine membru fondator al OIML
- 1961 - România adoptă Sistemul Internațional de Unități (SI)
- 1992 - Noua Lege a metrologiei
- 1992 - Se înființează Biroul Român de Metrologie Legală ca organism național de metrologie cu atribuții în toate cele trei domenii principale: metrologie legală, științifică și aplicată
- 1996 - România, prin Biroul Român de Metrologie Legală, devine membru asociat al WELMEC
- 1999 - România, prin Institutul Național de Metrologie, semnează Aranjamentul CIPM - MRA
- 2004 - Institutul Național de Metrologie devine membru EUROMET
- 2007 - România, prin Biroul Român de Metrologie Legală, devine membru WELMEC
- 2007 - Institutul Național de Metrologie devine membru fondator EURAMET e.V.

SHORT CHRONOLOGY OF METROLOGY IN ROMANIA

- 1864 - The Law for the adopting of the metric system of measures and weights is promulgated by voivode Alexandru Ioan Cuza
- 1883 - Romania signs the Metre Convention
- 1889 - The Central Service of Measures and Weights is founded as the first national metrology body in Romania
- 1951 - The National Institute of Metrology is founded
- 1954 - The first issue of the review Metrologie is published
- 1956 - Romania becomes a founding member of OIML
- 1961 - Romania adopts the International System of Units (SI)
- 1992 - New Law of metrology
- 1992 - The Romanian Bureau of Legal Metrology is founded as a national metrology body with competency in all the three main areas of metrology: legal, scientific and applied metrology
- 1996 - Romania, represented by the Romanian Bureau of Legal Metrology, becomes an associate member of WELMEC
- 1999 - The National Institute of Metrology signs on behalf of Romania the Mutual Recognition Arrangement (CIPM-MRA)
- 2004 - The National Institute of Metrology becomes a full member of EUROMET
- 2007 - Romania, represented by the Romanian Bureau of Legal Metrology, becomes a full member of WELMEC
- 2007 - The National Institute of Metrology becomes a founding member of EURAMET e.V.



Trasabilitatea la SI a rezultatelor măsurărilor în România

Vol LX / 2-3/2014
ISSN 1220 -546 X

metrologie

Revista INSTITUTULUI NAȚIONAL
DE METROLOGIE (INM) și a BIROULUI
ROMÂN DE METROLOGIE LEGALĂ (BRML)

The Journal of the NATIONAL INSTITUTE
OF METROLOGY (INM) and of the ROMANIAN
BUREAU OF LEGAL METROLOGY (BRML)

COLEGIUL DE REDACȚIE / EDITORIAL STAFF

- prof. univ. dr. ing. dr.h.c. **Fănel IACOBESCU**,
editor șef / editor in chief
- dr. **Dragoș BOICIUC**, redactor șef adjunct /
deputy editor in chief
- dr. **Mirella BUZOIANU**, redactor / editor
- prof. univ. dr. **Angela REPANOVICI**, secretar
general de redacție / secretary of the editorial
office

Adresa redacției / Editorial office:

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE
a os. Vitan-Bârzești nr. 11, sect. 4, cod poștal
042122, București
Tel.: 4021-3345520,
e-mail: mirella.buzoianu@inm.ro

Îngrijire editorială: **Editura AGIR**

Dr. ing **Ioan GANEA**

Ing. **Dan BOGDAN**

Tel./Fax: 4021-3168992, e-mail: editura@agir.ro

În colaborare cu:

- Asociația Laboratoarelor din România, **ROLAB**
- Societatea Română de Măsurări, **SRM**

Publicație științifică cotate de către CNCSIS în
categoria B+ și înregistrată în baza de date EBSCO /
Scientific publication quoted by the CNCSIS with
B+ category and registered in the EBSCO database

©Toate drepturile asupra materialelor publicate în
revistă sunt rezervate INM-BRML

Punctele de vedere exprimate în articole aparțin
autorilor, redacția rezervându-și dreptul de a prezenta
și alte opinii

Cererile pentru procurarea de reviste și pentru abonamente
vor fi adresate Asociației Laboratoarelor din România -
ROLAB, a os. Vitan-Bârzești nr. 11, sect. 4, cod poștal 042122,
București, Tel.: 0755 041 848, e-mail: office_rolab@yahoo.com

CONSILIUL ȘTIINȚIFIC EDITORIAL/ EDITORIAL SCIENTIFIC BOARD

- Prof. dr. **Angelos AMDITIS**,
Universitatea Tehnică Națională din Atena
- Prof. dr. ing. **Ștefan ANTOHE**,
Universitatea București
- Prof. dr. **Mircea ATUDOREI**,
Universitatea Tehnică de Construcții
- Prof. dr. **Seton BENNETT**,
NPL-UK
- Prof. **Yves BOISSELIER**,
European Network for the Multi-Actors Cooperation,
MAC-Team aisbl
- Prof. dr. **Costin CEPIȘĂ**,
Universitatea Politehnică București
- Dr. ing. **Dumitru DINU**,
Biroul Român de Metrologie Legală
- Dr. ing. **Alexandru DUȚĂ**,
Institutul Național de Metrologie
- Prof. dr. **Cristian FLOREA**,
ESIEE, Paris-France
- Prof. univ. dr. **Mihail MANGRA**,
ROLAB
- Dr. ing. **Aurel MILLEA**
Societatea Română de Măsurări
- Dr. **Anca NICULESCU**,
Institutul Național de Metrologie
- Prof. dr. **Constantin OPREAN**,
Universitatea Lucian Blaga, Sibiu
- Acad. **Marius PECULEA**,
Academia Română
- Prof. dr. **Ion M. POPESCU**,
Universitatea Politehnică București
- Prof. dr. **Nicolae PUȘCAȘ**,
Universitatea Politehnică București
- Prof. dr. **Adrian RUSU**,
Universitatea Politehnică București
- Prof. dr. **Valeriu RUXANDRA**,
Universitatea București
- Dr. **Maria SAHAGIA**,
INCD „Horia Hulubei”
- Dr. ing. **Ion SANDU**,
Institutul Național de Metrologie
- Dr. **Mihai SIMIONESCU**,
Institutul Național de Metrologie
- Prof. dr. **Ion ȘTEFĂNESCU**,
ICSI Râmnicu Vâlcea
- Prof. dr. **Doru TALABĂ**,
Universitatea Transilvania Brașov
- Prof. dr. **Florin TĂNĂȘESCU**,
Universitatea Valahia Târgoviște
- Prof. **Herbert ten THIJ**,
International Excellence Reserve - SECURIO
- Ing. **Ionel Marcus URDEA**,
Institutul Național de Metrologie
- Dr. ing. **Gabriel VLĂDUȚ**,
Asociația Română pentru Transfer Tehnologic și Inovare
- Prof. dr. **Andrew WALLARD**,
Bureau International de Poids et Mesures, Sèvres

METROLOGIE

Vol LX / 2-3 / 2014

CUPRINS

Editorial	3
I. SINTEZE	
Mirella Buzoianu, Contribuția Institutului Național de Metrologie la Dezvoltarea și Recunoașterea Etaloanelor Naționale ale României	5
Elena Dugheanu, Evoluția definiției unității de măsură a lungimii "metru"	15
Adriana Vâlcu, Extinderea diseminării unității de masă sub 1 mg în România	21
Carmen-Laura Țugulan, Florentina Dincă, Metrologia Mărimilor Acustice și Cinematice la Institutul Național de Metrologie	29
Mihai Simionescu, Amadeu Seucan, Victor Drăgan, Laura Conia, Tănțica Caloian, Metrologia Mărimilor Optice la Institutul Național de Metrologie: Evoluție și Perspective	34
Steluța Duță, Mirella Buzoianu, Ioan Cîrneanu, Gabriela State, George-Victor Ionescu, Gabriela Mareș, Nicușor Ioniță, Aspecte privind dezvoltarea capacității tehnice a laboratorului de Mărimi Fizico-Chimice din Institutul Național de Metrologie	39
Mihai Simionescu, Alexandru Duță, Ion Sandu, Liliana Cîrneanu, Ioan Cîrneanu, Florentina Dincă, Adriana Vâlcu, Violeta Ciociea, Eugenia Ciocârlan, Gabriela State, Managementul Calității în INM: Evoluție și perspectivă	57
INFORMAȚII-EVENIMENTE	
ZIUA MONDIALĂ A METROLOGIEI 2014	
<i>Mesajele directorilor BIPM și BIML</i>	<i>61</i>
<i>Comunicat de presă</i>	<i>65</i>

CONTENTS

.....	Editorial
I. SYNTHESIS	
Mirella Buzoianu, Contributions of the National Institute of Metrology to the Development and ..Recognition of the National Standard of Romania	
Elena Dugheanu, Evolution of the definition of the unit of length "meter"	
Adriana Vâlcu, Extension of dissemination of mass unit below 1 mg in Romania	
Carmen-Laura Țugulan, Florentina Dincă, Metrology of Acoustics and Kinematics from the National Institute of Metrology	
Mihai Simionescu, Amadeu Seucan, Victor Drăgan, Laura Conia, Tănțica Caloian, Optical Quantities Metrology at INM: Evolution and forecast	
Steluța Duță, Mirella Buzoianu, Ioan Cîrneanu, Gabriela State, George-Victor Ionescu, Gabriela Mareș, Nicușor Ioniță, Some aspects regarding the technical capabilities development of the Physico-Chemistry laboratory within the National Institute of Metrology	
Mihai Simionescu, Alexandru Duță, Ion Sandu, Liliana Cîrneanu, Ioan Cîrneanu, Florentina Dincă, Adriana Vâlcu, Violeta Ciociea, Eugenia Ciocârlan, Gabriela State, Quality Management at INM: Evolution and forecast	
INFORMATION-EVENTS	
WORLD METROLOGY DAY 2014	
<i>... Messages from the BIML and BIPM Directors</i>	
<i>Press Release</i>	

EXTINDEREA DISEMINĂRII UNITĂȚII DE MASĂ SUB 1 mg ÎN ROMÂNIA

EXTENSION OF DISSEMINATION OF MASS UNIT BELOW 1 mg IN ROMANIA

Adriana VÂLCU

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE
NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY

Rezumat: Determinarea masei influențează o gamă largă de activități și este factorul dominant în desfășurarea comerțului. Multe metode chimice de referință se bazează pe determinări gravimetrice. Sănătatea, siguranța și costurile afacerilor pot depinde în mare măsură de determinarea cu o exactitate ridicată a masei, care este o sursă importantă de erori în orice analiză. În plus, o gamă largă de unități SI derivate pentru Debit, Volum, Forță, Presiune, Umiditate, Densitate, se bazează pe determinarea masei pentru asigurarea trasabilității [1]. O îmbunătățire în realizarea și diseminarea unității de masă conduce la o îmbunătățire a incertitudinii de măsurare în aceste domenii. Unele dintre necesitățile de a avea incertitudini reduse la mase mici (de ordinul miligramelor și sub 1 mg), există în industria farmaceutică, sănătate, apărare și biotehnologie. În mod similar, în nanotehnologie, micromasele etalon pot asigura trasabilitatea pentru o varietate de măsurări de masă, forță și densitate. În ultima perioadă, diseminarea unității de masă sub 1 mg a cunoscut o dezvoltare continuă, principalele aplicații ale micromaselor fiind în măsurarea forțelor mici și, de asemenea, pentru determinarea erorii de indicație a comparatoarelor de masă de înaltă exactitate. Având în vedere toate aceste aspecte, laboratorul Masă al Institutului Național de Metrologie (INM) din România a considerat necesar să extindă diseminarea unității de masă sub 1 mg, folosind micromase etalon cu valori nominale cuprinse între (100...500) μg.

Cuvinte cheie: micromase etalon, eroarea de indicație, forțe mici, eroare normalizată

Abstrac: The determination of mass influences a vast range of activities and is the dominant factor in the conduct of trade. Many chemical reference methods rely on gravimetric determinations. Health, safety and business costs may be vitally dependent on the accurate determination of mass which it's an important source of errors in any analysis. In addition, a wide range of derived SI for Flow, Volume, Force, Pressure, Humidity, and Density is based on mass determination for traceability [1]. An improvement in realization and dissemination of the mass scale lead to an improvement of measurement uncertainty in these areas. Some of the needs for reduced uncertainties at small mass (milligram and below) exist in pharmaceutical, health, defence and biotechnology industries. Similarly, in nanotechnology, micromass standards can provide traceability for a range of measurements of mass, force and density. In the last period, the dissemination of mass unit below 1 mg has seen a continuous development, the main applications of the micromass being in the small force measurements and also for determination of indication error of mass comparators with high accuracy. Considering all these aspects, the mass laboratory of Romanian National Institute of Metrology (INM) considered necessary to extend the dissemination of mass unit below 1 mg using micromass standards, with nominal values between (100...500) μg.

Key words: micromass standards, error of indication, small forces, normalized error

1. INTRODUCERE

Măsurările joacă un rol cheie în viața modernă, în industrie, comerț și în general în societate, în asigurarea și siguranța calității, în stabilirea prețurilor. În plus, există o necesitate crescândă în domeniul științei și tehnologiei pentru îmbunătățirea continuă a exactității și complexității de măsurare. Acesta este motivul pentru care „metrologii” sunt permanent implicați în dezvoltarea de noi etaloane și metode tehnice de măsurare, în conceperea de noi instrumente și proceduri pentru a satisface cererea tot mai mare de îmbunătățire a exactității, creșterea încrederii și rapiditatea măsurărilor [2].

1. INTRODUCTION

Measurements play a key role in modern life, in industry, commerce and generally in society, in quality assurance and safety, in establishing the prices. In addition, it is an increasing need in science and technology to continuously improve the measurement accuracy and complexity. That is the reason why “the metrologists” are permanently involved in the development of new measurement standards, new technical methods of measurement, to conceive new tools and procedures to meet the growing demands in improving accuracy, increasing trust and speed of measurements [2].

Astfel, laboratorul Mase INM a considerat necesar să extindă diseminarea unității de masă sub 1 mg, în scopul de a răspunde nevoilor emergente.

Deși aceste microgreutăți nu se regasesc în documentul de referință OIML R 111[3] decât în descrierea metodei de subdivizare, etalonarea lor oferă posibilitatea de a transmite unitatea de masă sub această limită.

De asemenea, diseminarea unității de masă sub 1 mg constituie baza pentru măsurarea forțelor micro/nano, fiind necesară în industria farmaceutică, în apărare, în monitorizarea condițiilor de mediu, producția de energie și transport etc.

Etalonarea micromaselor etalon având valori nominale cuprinse între (100 ... 500) μg a fost realizată pentru prima dată în România, la INM.

Într-o primă etapă, au fost etalonate două seturi aparținând laboratorului Mase INM (având forma unor plăcuțe poligonale) cu componența de (5, 2, 1) pentru fiecare set. În a doua etapă, o parte dintre acestea au fost folosite ca etaloane de control pentru etalonarea altor micromase de forma unor fire poligonale, cu componența clasică de (5, 2, 2, 1), aparținând unui alt laborator.

Articolul este împărțit în cinci secțiuni, după cum urmează: introducere, mijloace de măsurare utilizate pentru comparații, etalonarea micromaselor folosind modele de cântărire, evaluarea calității de etalonare, concluzii.

2. MIJLOACE DE MĂSURARE FOLOSITE ÎN COMPARAȚII

Comparatorul de masă folosit pentru măsurări este o balanță tip UMX 5 cu rezoluția de 0,1 μg , pus în funcțiune în cadrul laboratorului în anul 2008. În Fig. 1 este prezentat acest comparator.

Pentru determinarea cu exactitate a densității aerului, s-a utilizat un sistem de monitorizare a condițiilor de mediu, tip Klimet A 30.

In this way, the mass laboratory of INM considered necessary to extend the dissemination of mass unit below 1 mg, in order to address the emerging needs.

Although these weights are not identified in [3], only in the description of the subdivision method, their calibration gives the possibility to extend the mass scale below this limit.

Also, the extension of dissemination of mass scale below 1 mg represents the basis of micro/nano force measurements, being required by industries such as pharmaceutical, defence, environmental monitoring, energy production and transportation, etc.

The calibration of micromass standards having nominal values between (100...500) μg was carried out for the first time in Romania, at INM.

In a first stage, was calibrated two sets of micromass standards belonging to INM (having foil shape) with a sequence of (5, 2, 1) for each set and after that, in a second stage, some of these weights were used as check standards for calibration of wire shape micro masses, with a classical sequence of (5, 2, 2, 1), belonging to another laboratory.

The article is divided into five sections as follows: introduction, measurement instruments used for comparisons, calibration of the microstandards using weighing designs, quality assessment of the calibration, conclusions.

2. MEASUREMENT INSTRUMENTS USED FOR COMPARISON

The comparator used for the measurements was an UMX 5 balance with 0.1 μg resolution, installed at INM in 2008. Fig. 1 shows this mass comparator.

For accurate determination of the air density an environmental monitoring system was used, consisting in a precise "climate station", Klimet A 30.



Fig. 1 Comparatorul de masă utilizat în comparații
Fig. 1 Mass comparator used in calibration

Toate micromasele implicate în comparații sunt din aliaj de aluminiu. Figura 2 ne arată dispozitivul de manipulare a microgreutăților în formă de plăcuțe, precum și cutiile de protecție ale acestora.

All the unknown micro standards are made of aluminum alloy.

Figure 2 shows the handling tools and storage boxes for the micromasses foil shaped.

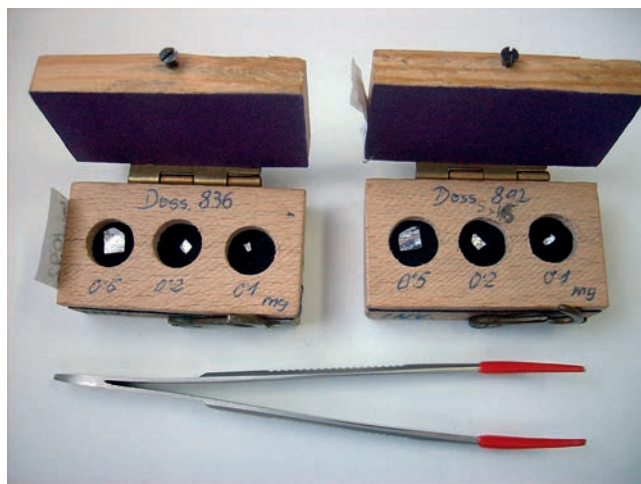


Fig. 2 Cutiile de protecție ale microgreutăților în formă de plăcuțe
Fig. 2 Boxes containing micromasses foil shape

Microgreutățile aparținând celui alt laborator, sub forma unor fire poligonale sunt date în Figura 3.

The weights belonging to the other laboratory are wire shaped, Fig. 3.

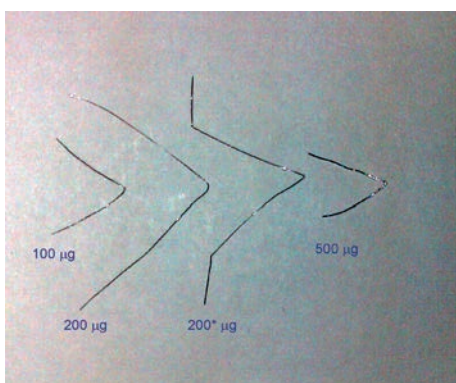


Fig. 3 Microgreutăți în formă de fire
Fig. 3 Micro masses wire shape

3. ETALONAREA MICROETALOANELOR FOLOSIND MODELE DE CÂNTARIRE (MATRICE DESIGN)

3.1 Etalonarea microgreutăților (aparținând INM), în formă de plăcuțe

În prima parte a etalonării, folosind ca etalon de referință o masă de 1 mg din oțel inoxidabil, șase micromase etalon au fost etalonate, în conformitate cu matricea de cântărire prezentată în Tabelul 1, folosind metoda de subdivizare. Ca etalon de control a fost utilizată o greutate de 1 mg, confecționată dintr-un aliaj de aluminiu.

3. CALIBRATION OF THE MICROSTANDARDS USING WEIGHING DESIGNS

3.1 Calibration of the micro standards (belonging to INM) having foil shape

In the first part of the calibration, using as reference standard a mass of 1 mg made of stainless steel, six unknown micromass standards (foil shaped) are calibrated according to the weighing matrix presented in the Table 1 using subdivision method. As check standard is used a mass of 1 mg, made of aluminium alloy.

Pentru fiecare comparație au fost efectuate câte 6 cicluri de măsurare ABBA.

The calibration data used are obtained from 6 weighing cycles ABBA for each comparison.

Table 1 Matricea de cântărire pentru prima etapă a etalonării
Table 1 Weighing matrix for the first stage of the calibration

Obs. No.	Mass (mg)							
	<i>I</i>	<i>I*</i>	<i>0,5</i>	<i>0,5*</i>	<i>0,2</i>	<i>0,2*</i>	<i>0,1</i>	<i>0,1*</i>
	<i>R</i>	<i>C</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>T</i>
1	1	-1	0	0	0	0	0	0
2	1	0	-1	-1	0	0	0	0
3	0	1	-1	-1	0	0	0	0
4	0	0	1	-1	0	0	0	0
5	0	0	1	0	-1	-1	-1	0
6	0	0	0	1	-1	-1	0	-1
7	0	0	0	0	1	-1	0	0
8	0	0	0	0	1	0	-1	-1
9	0	0	0	0	0	1	-1	-1
10	0	0	0	0	0	0	1	-1

Al treilea rând al tabelului identifică funcția pe care o are fiecare greutate în matricea design, folosind următoarele notații:

- R = etalonul de referință
- T = greutate necunoscută
- C = etalon de control

În Tabelul 2 sunt prezentate volumele și densitățile tuturor greutăților implicate în comparații, împreună cu incertitudinile asociate.

The third row of the table identifies the function of the weight in the weighing design, using the following abbreviations:

- R = reference standard
- T = (unknown) test weight
- C = check standard.

In the Table 2 are presented the volumes and densities (together with associated uncertainties) for all the weights involved in the calibration.

Table 2 Volumele V_i , densitățile ρ_i și incertitudinile asociate pentru toate greutățile
Table 2 Volumes V_i , densities ρ_i and their associated uncertainties for all the weights

Nominal mass mg	V cm^3	$U(V)$ cm^3	ρ kg/m^3	$U(\rho)$ kg/m^3
1	0.00013	$2 \cdot 10^{-6}$	7950	140
1*	0.00038	$2 \cdot 10^{-5}$	2650	130
0,5	0.00019	$9 \cdot 10^{-6}$	2650	130
0,5*	0.00019	$9 \cdot 10^{-6}$	2650	130
0,2	0.00008	$4 \cdot 10^{-6}$	2650	130
0,2*	0.00008	$4 \cdot 10^{-6}$	2650	130
0,1	0.00004	$2 \cdot 10^{-6}$	2650	130
0,1*	0.00004	$2 \cdot 10^{-6}$	2650	130

Pentru calculul masei convenționale a microgreutăților a fost utilizată metoda celor mai mici pătrate.

În Tabelul 3 sunt prezentate rezultatele obținute pentru greutățile cu valoare nominală sub 1 mg aparținând INM.

The least squares method using weighing designs was used to determine the conventional mass for each microstandard.

In the Table 3 are presented the measurement results obtained for sub-milligram weights belonging to INM.

Tabel 3 Rezultatele măsurărilor obținute pentru greutatele sub 1 mg aparținând INM (prima etapă a etalonării)

Table 3 Measurement results obtained for sub-milligram weights belonging to INM (first stage of the calibration).

Nominal value (mg)	Conventional mass (mg)	Uncertainty U (mg)
	1*	1,0031
0,5	0,5183	0,0007
0,5*	0,5141	0,0007
0,2	0,2017	0,0004
0,2*	0,1742	0,0004
0,1	0,0993	0,0003
0,1*	0,0934	0,0003

3.2 Etalonarea microgreutăților (aparținând unui alt laborator) în formă de fire

În partea a doua a etalonării, a fost etalonat setul de microgreutăți în formă de fire, având componența clasică de (5, 2, 2, 1). Ca etalon de referință a fost utilizată o greutate de 1 mg din oțel inoxidabil, iar ca etaloane de control au fost utilizate o parte dintre microgreutățile etalonate anterior, aparținând INM. Matricea design folosită pentru comparații este prezentată în Tabelul 4.

3.2 Calibration of the micro weights (belonging to other laboratory) having wire shape

In the second part of the calibration, the set of wire shape micromass standard, having a classical sequence of (5, 2, 2, 1), was calibrated. As reference standard was used a mass of 1 mg, made of stainless steel and as check standards were used some of the micro weights (belonging to INM) calibrated before.

The weighing matrix used for the measurements is presented in the Table 4.

Tabel 4 Matricea de cântărire pentru a doua etapă a etalonării
Table 4 Weighing matrix for the second stage of the calibration.

Obs. No.	Mass (mg)							
	<i>I</i>	<i>I*</i>	<i>0,5</i>	<i>0,5</i>	<i>0,2</i>	<i>0,2</i>	<i>0,1</i>	<i>0,1</i>
		INM	INM	Λ	Λ	Λ	INM	Λ
	<i>R</i>	<i>C</i>	<i>C</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>T</i>	<i>C</i>	<i>T</i>
1	1	-1	0	0	0	0	0	0
2	1	0	-1	-1	0	0	0	0
3	0	1	-1	-1	0	0	0	0
4	0	0	1	-1	0	0	0	0
5	0	0	1	0	-1	-1	-1	0
6	0	0	0	1	-1	-1	0	-1
7	0	0	0	0	1	-1	0	0
8	0	0	0	0	1	0	-1	-1
9	0	0	0	0	0	1	-1	-1
10	0	0	0	0	0	0	1	-1

Ținând cont că toate microetaloanele considerate necunoscute sunt confecționate din aliaj de aluminiu, volumele și densitățile lor (împreună cu incertitudinile

Taking into account that all the unknown microstandards are made of aluminum alloy, their volumes and densities (together with associated uncertainties) are

asociate) sunt aceleași cu cele prezentate în Tabelul 2.

Rezultatele obținute în partea a doua a etalonării sunt prezentate în Tabelul 5.

the same with those presented in the Table 2.

The measurements results obtained in the second part of the calibration are presented in the Table 5.

Table 5 Rezultatele măsurărilor obținute pentru greutatea sub 1 mg aparținând celuilalt laborator (a doua etapă a etalonării)

Table 5 Measurements results obtained for sub-milligram weights belonging to other laboratory (second stage of the calibration).

Nominal value (mg)	Conventional mass (mg)	Uncertainty
		U (mg)
1* (INM)	1,0030	0,0012
0,5 (INM)	0,5184	0,0007
0,5 Λ	0,5001	0,0007
0,2 Λ	0,2010	0,0004
0,2 Λ	0,2006	0,0004
0,1*(INM)	0,0935	0,0003
0,1 Λ	0,0998	0,0003

3.3 Estimarea incertitudinii de măsurare

În evaluarea incertitudinii extinse (Tabelul 3 și Tabelul 5), au fost considerate următoarele contribuții:

- componenta de tip A a incertitudinii;
- componentele de tip B ale incertitudinii, reprezentate de:
 - etalonul de referință,
 - rezoluția comparatorului de masă;
 - sensibilitatea comparatorului de masă;
 - efectul forței ascensionale a aerului;
 - efectul sarcinilor plasate excentric.

Componentele asociate efectului de magnetism și convecție au fost considerate neglijabile.

Toate aceste componente pot fi reprezentate grafic într-o diagramă Ishikawa (Fishbone), data în Figura 4.

3.3 Estimating measurement uncertainty

In evaluating expanded uncertainty (from the Table 3 and Table 5), the following contributions were taken into account:

- type A uncertainty;
- type B uncertainty given by:
 - reference standard,
 - resolution of the weighing instrument;
 - sensitivity of the weighing instrument;
 - effect of the air buoyancy;
 - effect of the load eccentrically placed.

The components associated to the magnetism effect and convection were considered to be negligible.

All these components can be graphically represented in an Ishikawa (Fishbone) diagram, as is shown in the Figure 4.

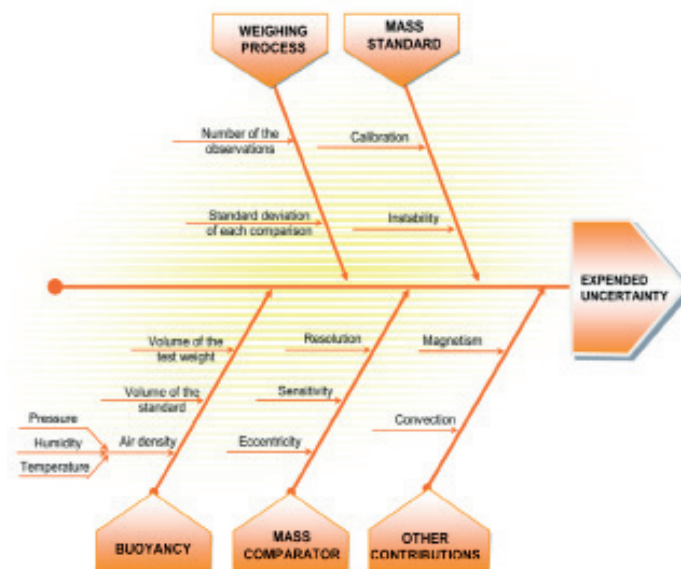


Fig. 4 Diagrama Ishikawa a componentelor de incertitudine la determinarea masei microgreutăților
Fig. 4 Ishikawa diagram of uncertainty components in micromasses determination

4. EVALUAREA CALITĂȚII DE ETALONARE

Așa cum s-a arătat, pentru etalonarea microgreutăților în formă de fire au fost utilizate ca etaloane de control, micromasele cu valori nominale de 1 mg, 0,5 mg și 0,1 mg aparținând INM.

Pentru a vedea dacă valoarea masei micro greutăților utilizate ca etaloane de control este compatibilă cu cea determinată anterior, este necesar să se efectueze un control statistic. Scopul utilizării unui etalon de control este de a dovedi validitatea etalonărilor individuale. Pentru aceasta, este nevoie de un istoric al valorilor obținute din etalonările anterioare [3]. Ținând cont de faptul că pentru a efectua un control statistic în conformitate cu [3] nu există suficiente date pentru microgreutățile în formă de plăcuțe, s-a ales metoda erorii normalizate E_n , care ia în considerare rezultatele obținute la ultima etalonare [4].

Rezultatele obținute pentru etaloanele de control prin metoda subdivizării sunt comparate cu cele din certificatul de etalonare (valorile de masă obținute în etalonarea anterioară). Diferențele rezultate sunt normalizate folosind următoarea formulă:

$$E_n = \frac{\delta_{II} - \delta_{certif}}{\sqrt{U_{II}^2 + U_{certif}^2}} \quad (1)$$

în care:

δ_{II} reprezintă masa etalonului de control obținută în etapa a doua a etalonării;

δ_{certif} masa etalonului de control din certificatul de etalonare, obținută în prima etapă a etalonării;

U_{II} incertitudinea extinsă a etalonului de control obținută în etapa a doua a etalonării;

U_{certif} incertitudinea extinsă a etalonului de control din certificatul de etalonare, obținută în prima etapă a etalonării

Folosind această formulă, măsurarea în sine și incertitudinea extinsă determinată sunt considerate corespunzătoare dacă valoarea obținută pentru E_n , este cuprinsă între -1 și +1. Tabelul 6 prezintă rezultatele obținute pentru erorile normalizate, E_n . Astfel, de aici, se observă corelația dintre rezultate.

Table 6 Compararea rezultatelor obținute pentru etaloanele de control prin metoda subdivizării (etapa a doua) și rezultatele din certificatele de etalonare

Table 6 Comparison of measurement results of check standards obtained by subdivision method (second stage) and results from the calibration certificate.

Nominal mass of check standard	Results obtained in the second stage of the calibration		Calibration certificate (results obtained in the first stage of the calibration)		E_n
	δ mg	U mg	δ mg	U mg	
1	0,0030	0,0012	0,0031	0,0012	-0,1
0,5	0,0184	0,0007	0,0183	0,0007	0,1
0,1	-0,0065	0,0003	-0,0066	0,0003	0,2

4. QUALITY ASSESSMENT OF THE CALIBRATION

As shown, for calibration of micro weights belonging to a client, micro mass standards of 1 mg, 0,5 mg and 0,1 mg from INM were used as check standards.

To see if the mass values obtained for check standards are consistent with previous values, it is necessary to perform a statistical control. The purpose of the check standard is to assure the validity of individual calibrations. A history of values for these weights is required for this purpose [3]. Considering that for the micromass standard foil shape there are no sufficient calibration data to perform a statistical control according to [3], the method of normalized error E_n was chosen, which takes into account the result and its uncertainty from the last calibration [4].

The results obtained for the check standards in this subdivision procedure are compared with data from their calibration certificates (mass values obtained in the previous calibration). The differences in values are normalized using the formula [5]:

$$E_n = \frac{\delta_{II} - \delta_{certif}}{\sqrt{U_{II}^2 + U_{certif}^2}} \quad (1)$$

where:

δ_{II} represents the mass error of the check standard obtained in the second stage of the calibration;

δ_{certif} the mass error of the check standard from the calibration certificate, obtained in the first stage of the calibration;

U_{II} the expanded uncertainty of the check standard obtained in the second stage of the calibration;

U_{certif} the expanded uncertainty of the check standard from the calibration certificate, obtained in the first stage of the calibration;

Using this formula, the measurement and the reported uncertainty are acceptable if the value of E_n is between -1 and +1. Table 6 presents the results obtained for the normalized errors, E_n . Thus, from here, it can see the correlation between the results.

4. CONCLUZIE

Articolul prezintă etalonarea greutăților cu valoare nominală sub 1 mg, realizată pentru prima oară în România, la INM. De subliniat este faptul că în trecut, aceste etalonări au fost efectuate numai la LNE (Franța).

Comparând rezultatele obținute la etalonarea microgreutăților prin metodele prezentate, folosind eroarea normalizată E_n , s-a putut constata concordanța dintre rezultate.

Principala aplicație a microgreutăților în domeniul Mase este la determinarea erorii de indicație a aparatelor de cântărit de precizie specială (micro și ultra-micro balanțe) precum și la determinarea masei altor microgreutăți ce aparțin clienților.

De asemenea, extinderea diseminării unității de masă sub 1 mg reprezintă baza pentru măsurarea forțelor micro / nano, fiind necesară în industria farmaceutică, în apărare, producția de energie și transport, etc. Astfel, prin extinderea unității de masă până la 100 μg pot fi furnizate etalonările de masă necesare pentru măsurarea forțelor până la 1 μN .

REFERINȚE

1. EURAMET TC-M, Mass Area Roadmap Draft 2, 2 (2012)
2. A. Vâlcu, F. Iacobescu, *The Provision of Mass Calibrations for Micro/Nano Force Measurements*, Proc. of ICQNM (2013)
3. OIML, International Recommendation No 111, *Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3*, 63 (2004)
4. A. Vâlcu, *Improvement of the Calibration Process for Class E₁ Weights Using an Adaptive Subdivision Method*, OIML Bulletin, LIV, No 3, 5-11, (2013)
5. International Standard ISO 13528:2005-09 (E), *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, 27-28 (2005)

Revizia științifică:

Ion SANDU, doctor, cercetător științific gradul II, Șef al Laboratorului Mărimi Mecanice din INM, e-mail: ion.sandu@inm.ro

Despre autor:

Adriana VÂLCU, doctor, cercetător științific grad III, Laboratorul Mărimi Mecanice din INM, e-mail adivaro@yahoo.com

Conținutul acestui articol a fost prezentat la cel de-al 16-lea Congres Internațional de Metrologie, Paris, 2013

4. CONCLUSION

The paper focused on the calibration of weights below 1 mg, carried out for the first time in Romania, at INM. It should be emphasized that in the past, these calibrations were performed only at LNE (France).

By comparing the results obtained for the check standards using the normalized errors E_n , it was observed the consistency of the results.

In the Mass field, the main application of the microweights is in the determination of the indication errors of special accuracy weighing instruments (micro and ultra-micro balances) and also for mass determination of other microweights, belonging to clients.

Also, the extension of dissemination of mass scale below 1 mg represents the basis of micro / nano force measurements being required by industries such as pharmaceutical, defence, energy production and transportation, etc. In this way, by extending the mass unit till 100 μg , can be provided necessary mass calibrations for force measurements till 1 μN .

REFERENCES

1. EURAMET TC-M, Mass Area Roadmap Draft 2, 2 (2012)
2. A. Vâlcu, F. Iacobescu, *The Provision of Mass Calibrations for Micro/Nano Force Measurements*, Proc. of ICQNM (2013)
3. OIML, International Recommendation No 111, *Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3*, 63 (2004)
4. A. Vâlcu, *Improvement of the Calibration Process for Class E₁ Weights Using an Adaptive Subdivision Method*, OIML Bulletin, LIV, No 3, 5-11, (2013)
5. International Standard ISO 13528:2005-09 (E), *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, 27-28 (2005)

Scientific revue:

Ion SANDU, doctor, scientific researcher 2nd degree, Head of Mechanical Quantities Laboratory at NMI, e-mail: ion.sandu@inm.ro

About the author:

Adriana VÂLCU, doctor, scientific researcher 3rd degree, Mechanical Quantities Laboratory at NMI, e-mail adivaro@yahoo.com

The content of this paper was presented at the "16th International Congress of Metrology", Paris, 2013