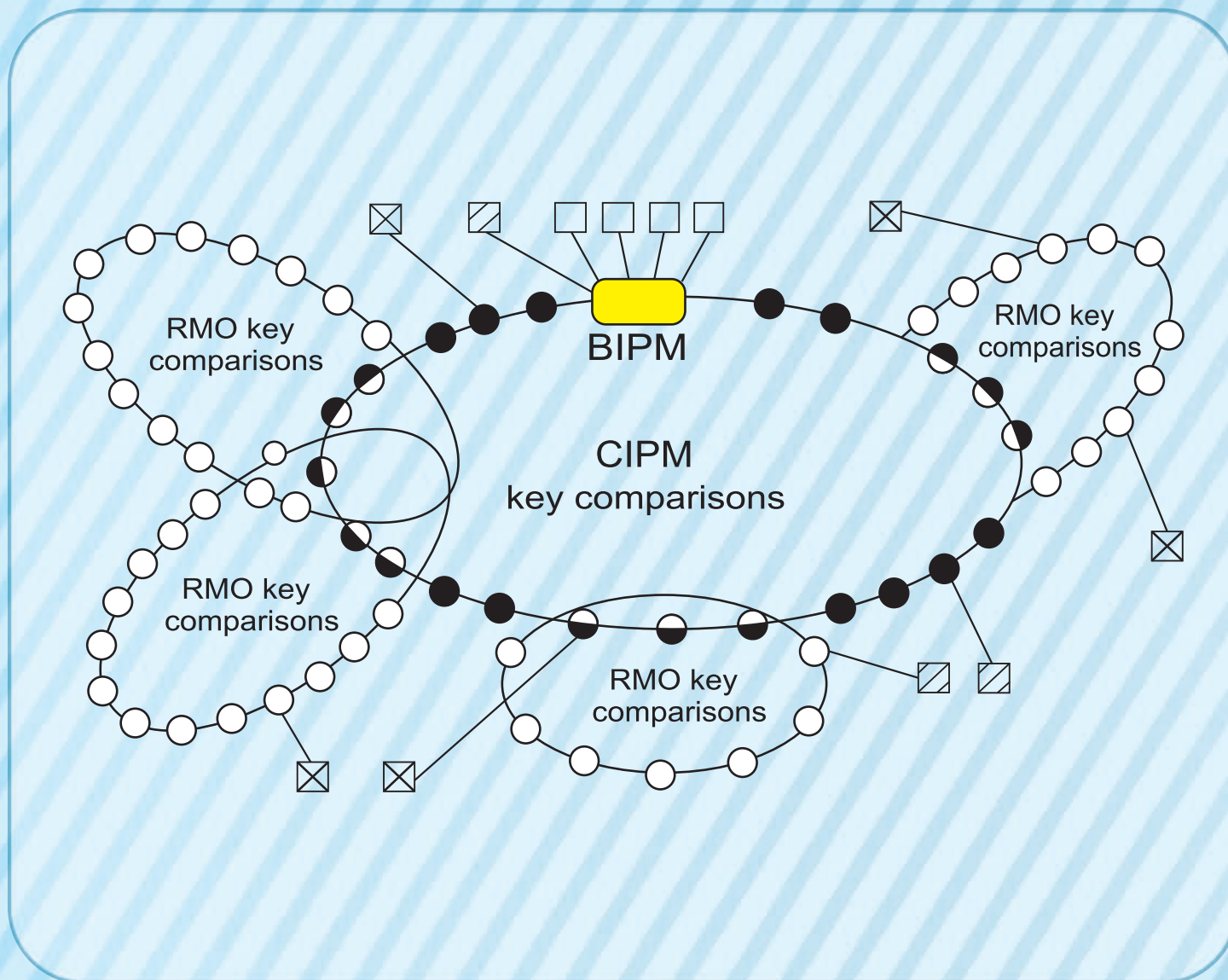


# metrologie

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





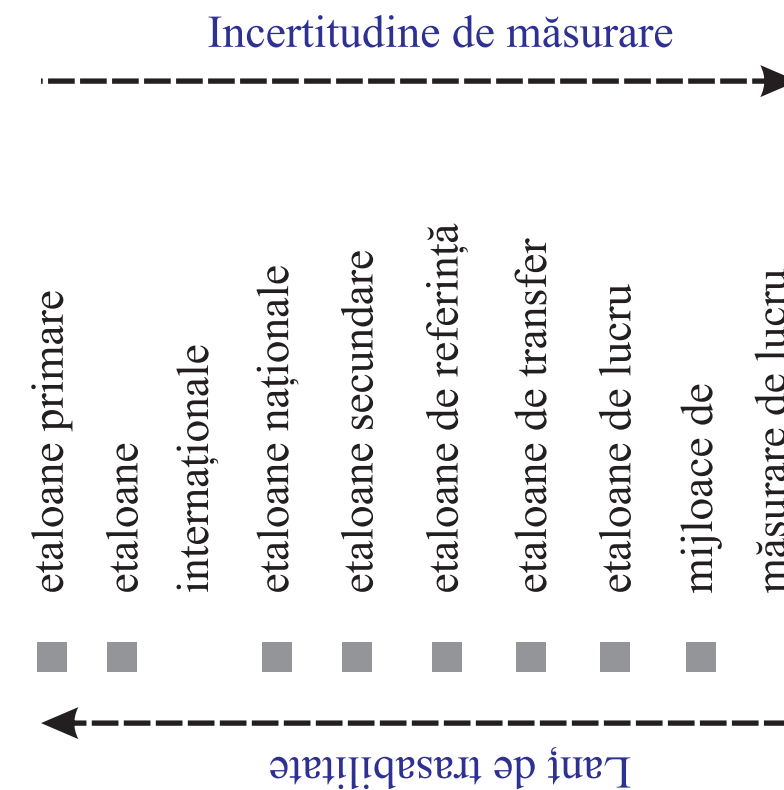
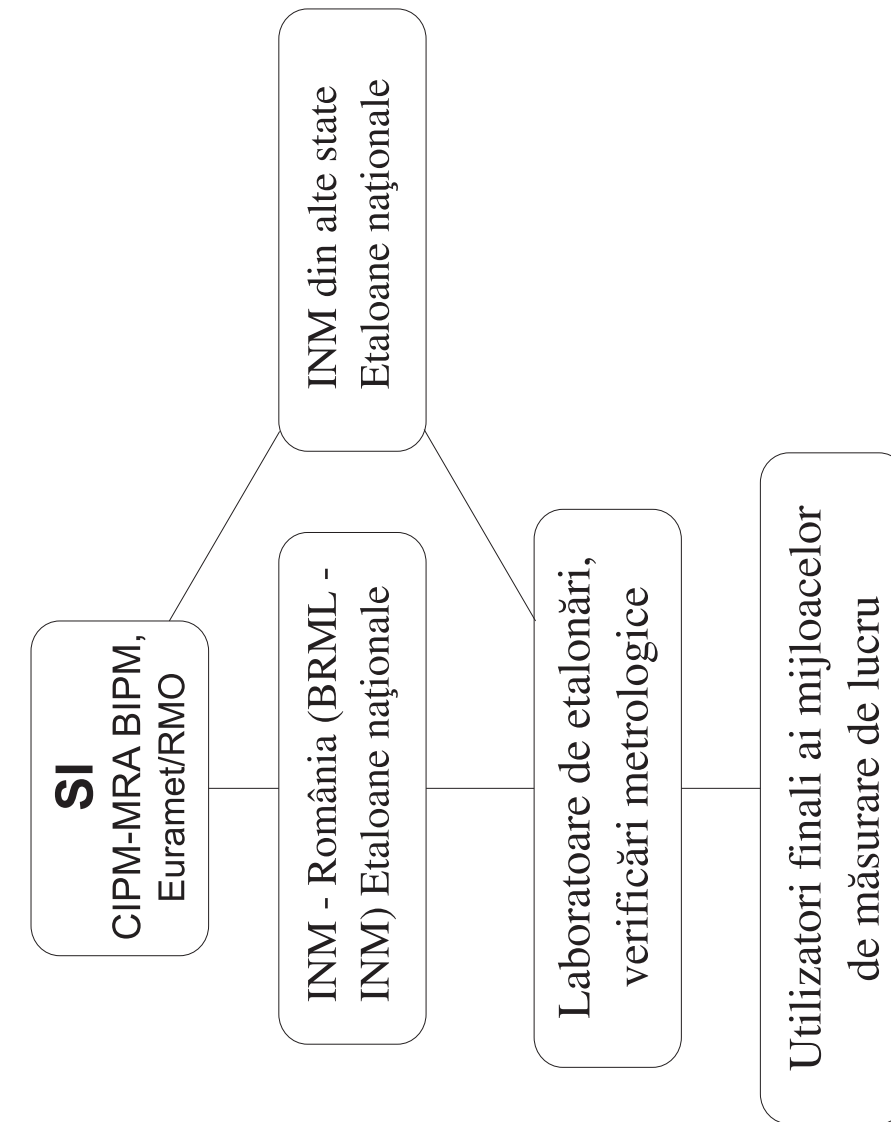


#### REPERE ISTORICE ALE METROLOGIEI DIN ROMÂNIA

- 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 CEPIȘCĂ**,  
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 perspective* ..... 57

#### INFORMAȚII-EVENIMENTE

**ZIUA MONDIALĂ A METROLOGIEI 2014**  
*Mesajele directorilor BIPM și BIML* ..... 61  
*Comunicat de presă* ..... 65

### 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**  
*... Messages from the BIML and BIPM Directors*  
*Press Release*

# ASPECTE PRIVIND DEZVOLTAREA CAPABILITĂȚII TEHNICE A LABORATORULUI DE MĂRIMI FIZICO-CHIMICE DIN INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE

## SOME ASPECTS REGARDING THE TECHNICAL CAPABILITIES DEVELOPMENT OF THE PHYSICAL-CHEMISTRY LABORATORY WITHIN THE NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY

*Steluța DUȚĂ, Mirella BUZOIANU, Ioan CÎRNEANU, Gabriela STATE, George -Victor IONESCU, Gabriela MAREȘ, Nicușor IONIȚĂ*

INSTITUTUL NATIONAL DE METROLOGIE  
NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY

**Rezumat:** *Articolul prezintă câteva aspecte din activitatea Laboratorului Mărimi Fizico-Chimice din Institutul Național de Metrologie (INM) în context european și național privind asigurarea trasabilității și comparabilității rezultatelor măsurărilor. Sunt prezentate intercomparări internaționale care au contribuit la demonstrarea capabilităților de măsurare și etalonare (CMC-uri) în domeniu, precum și cele mai reprezentative activități de cercetare derulate de-a lungul anilor în cadrul Programelor Naționale de Cercetare-Dezvoltare-Inovare (PNCDI) dar și în cadrul Programului European de Cercetare în Metrologie (EMRP). Sunt menționate, de asemenea, cele mai reprezentative tipuri de Materiale de Referință Certificate (MRC) produse de laborator ce sunt utilizate ca etaloane de referință pentru transmiterea unităților de măsură în domeniul mărimilor fizico-chimice.*

**Cuvinte cheie:** *Mărimi fizico-chimice, Metrologie în Chimie, Capabilități de Măsurare și Etalonare (CMC), Materiale de Referință Certificate (MRC)*

**Abstract:** *The paper presents some activities of the Physical-Chemical Laboratory within the National Institute of Metrology (INM) in the frame of the European and national needs to ensure the traceability and comparability of physical-chemical measurement results. There are presented the international inter-comparisons that have contributed to demonstrate the measurement and calibration capabilities (CMCs) in this field as well as the most representative research activities carried out over many years of laboratory's activities in the frame of the National Research-Development-Innovation Programmes (PNCDI) as well as in the frame of the European Metrology Research Programme (EMRP). There are also mentioned the most representative types of Certified Reference Materials (CRMs) produced by the INM's specialized laboratory that are used as reference standards for the measurement units dissemination in the field of physical-chemical quantities.*

**Keywords:** *Physical-Chemical Quantities, Metrology in Chemistry, Measurement and Calibration Capabilities (CMCs), Certified Reference Materials (CRMs)*

### 1. INTRODUCERE

Este bine cunoscut că măsurări fizico-chimice se efectuează în domenii dintre cele mai variate care privesc atât calitatea vieții și a mediului înconjurător, sănătatea publică și calitatea alimentelor dar și pentru atribuirea de proprietăți proceselor și materialelor sau pentru asigurarea securității și protecției muncii.

Activitățile și serviciile oferite de Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice din Institutul Național de Metrologie (INM) încearcă să răspundă solicitărilor laboratoarelor de încercări și etalonări, în special, solicitări referitoare la transmiterea unităților de măsură

### 1. INTRODUCTION

It is well known that physical-chemical measurements are performed in the most various areas both concerning the quality of life and environment monitoring, the public health and food quality but also for assigning the materials and processes properties or for the security assurance or work safety.

The activities and services provided by the Physical-Chemical Laboratory of the National Institute of Metrology (NIM) try to meet the testing and calibration laboratories requirements to ensure the traceability of measurement results based on the measurement units

în domeniu pentru asigurarea trasabilității rezultatelor măsurărilor. Aceste solicitări se pot onora având la bază capabilități tehnice corespunzătoare, capabilități ce sunt susținute prin rezultatele comparațiilor internaționale relevante și publicații științifice acceptate de comunitatea științifică internațională. Capabilitățile tehnice ale laboratorului de specialitate din INM, ce sunt prezentate pe scurt în această lucrare, au la bază rezultatele unei susținute activități desfășurate de laborator de-a lungul anilor, activități referitoare la dezvoltarea și perfecționarea etaloanelor și materialelor de referință, transfer de know-how, dezvoltare de metode de etalonare și măsurare precum și activități de cercetare aplicativă în domeniu.

Structura laboratorului a fost diferită de-a lungul anilor; la ora actuală, Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice are în componență patru colective de specialitate, și anume: *Colectivul Mărimi Fizico-Chimice*; *Colectivul Materiale de Referință*; *Colectivul Concentrație Gaze și Colectivul Radiații Ionizante*. Ținând seama de această structură, mărimile specifice care fac obiectul de activitate al laboratorului sunt:

- *mărimi fizico-chimice*, precum: conductivitate, densitate, viscozitate a lichidelor, umiditate, indice de refracție, pH, oxigen dizolvat și alte mărimi;

- *mărimi chimice*, precum: concentrația masică și/sau molară a materialelor lichide (de ex. apa, vin, produse biologice etc.), fracție masică a materialelor solide de compoziție chimică (de ex. oțel, fontă, aliaje feroase și neferoase etc.) și alte mărimi (de ex. absorbantă, turbiditate);

- *mărimi chimice specifice amestecurilor de gaze*, precum: concentrație masică și molară a amestecurilor de gaze (de ex. CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, etc.);

- *mărimi specifice radiațiilor ionizante*, precum: activitate și activitate superficială; expunere, doză absorbită și echivalent de doză; debit de expunere, debit pentru doză absorbită și alte mărimi specifice radiațiilor ionizante.

În cele ce urmează sunt prezentate câteva activități relevante desfășurate de Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice pentru dezvoltarea capabilităților tehnice, în special, cele de măsurare și etalonare în domeniu. De asemenea, sunt trecute în revistă principalele activități de cercetare desfășurate de-a lungul anilor în cadrul Programelor Naționale de Cercetare-Dezvoltare-Inovare (PNCDI) dar și în cadrul Programului European de Cercetare în Metrologie (EMRP), activități care au stat la baza dezvoltării capabilității tehnice a laboratorului. Și, nu în ultimul rând, sunt menționate cele mai reprezentative tipuri de Materiale de Referință Certificate realizate de laborator ce sunt utilizate pentru transmiterea unităților de măsură în

dissemination services. These requirements can be met by having the appropriate technical capabilities that are proven only by the relevant international comparisons as well as recognised by the scientific publications published in the frame of the international accepted scientific community. The technical capabilities of the specialized INM's laboratory, which are briefly presented in this paper, are based on the extensive project's results obtained over many years of activities carried out by the Physical-Chemical Laboratory. The activities are regarding the development and the improvement of the standards and/or of the reference materials, the know-how transfer, the calibration and measurement methods development as well as the various applied research activities carried out in the physical-chemical measurements field.

The laboratory structure was different over the years; at the moment the Physical-Chemical Laboratory consists of four specialized departments, respectively: *Physical-Chemical Department*, *Reference Materials Department*; *Gases Concentration Department* and *Ionizing Radiations Department*. Taking into account the laboratory structure, the specific measurement quantities of the laboratory's activities are:

- *physical-chemical quantities*, such as conductivity, density, viscosity of liquids, moisture, refractive index, pH, dissolved oxygen and others physical-chemical quantities;

- *chemical quantities* such as mass and/or molar concentration of liquids (i.e. water, wine, biological fluids, etc.), mass fraction of solids chemical composition (i.e. steel, cast, iron and non-ferrous alloys, etc.) and other quantities (i.e. absorbance, turbidity);

- *chemical quantities of gases mixtures* such as mass and molar concentration of gases mixtures (i.e. CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, etc.);

- *ionizing radiations specific quantities* such as activity and surface activity; exposure, absorbed dose and equivalent dose; flow exposure, flow absorbed dose and other specific quantities.

Hereafter are presented some relevant activities carried out by the Physico-Chemical Laboratory for the development of its technical capabilities, in particular, those activities regarding the Measurement and Calibration Capabilities (CMCs) developed in the field. There are also pointed out the main research activities carried out over the years in the frame of the National Research-Development-Innovation Programmes (PNCDI), but also the research activities carried out in the frame of the European Metrology Research Programme (EMRP); activities representing the bases of the laboratory's technical capabilities development.

domeniul mărimilor fizico-chimice.

## 2. CAPABILITĂȚI DE ETALONARE ȘI MĂSURARE ÎN DOMENIUL MĂRIMILOR FIZICO-CHIMICE

Institutul Național de Metrologie a semnat încă din octombrie 1999, în cadrul Comitetului Internațional de Măsură și Greutăți, „*Acordul de Recunoaștere Mutuală a etaloanelor naționale și a certificatelor de etalonare și de măsurare emise de institute naționale de metrologie (CIPM-MRA)*”, acord care are ca obiectiv principal asigurarea cadrului internațional pentru recunoașterea reciprocă a certificatelor de etalonare și a buletinelor de măsurare emise de fiecare organizație de metrologie semnatară a CIPM-MRA. Rezultatele activităților desfășurate în cadrul CIPM-MRA sunt declararea Capabilităților de Etalonare și Măsurare (CMCs) ale fiecărui institut și înscrierea acestora în Baza de Date a Comparărilor Cheie a Biroului Internațional de Măsură și Greutăți (KCDB-BIPM).

Declararea și recunoașterea CMC-urilor [1] se face pe baza rezultatelor comparărilor internaționale denumite comparări cheie precum și a comparărilor internaționale suplimentare. Pentru participarea la aceste comparări institutele naționale de metrologie trebuie să aibă implementate sisteme eficiente de management a calității, sisteme ce trebuie să fie menținute și evaluate periodic, în cadrul Comitetului Tehnic pentru Calitate (QC) al EURAMET.

În acest context este important de precizat faptul că, transmiterea unităților de măsură și asigurarea trasabilității metrologice prin servicii de etalonare ale mijloacelor de măsurare în acord cu cerințele *SR EN ISO/IEC 17025:2005* „*Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări și etalonări*” trebuie să se facă într-o manieră acceptată internațional. Aceasta înseamnă că asigurarea trasabilității rezultatelor măsurărilor trebuie să respecte cerințele documentului *ILAC P10*: „*Politica privind trasabilitatea rezultatelor măsurărilor*”.

Ca urmare, RENAR-Organismul Național de Accreditare din România a elaborat în anul 2013 în cadrul Comitetului Tehnic de Metrologie documentul RENAR P05: „*Politica privind trasabilitatea rezultatelor măsurărilor*”. Acest document este în concordanță atât cu cerințele *SR EN ISO CEI 17011:2005* „*Evaluarea conformității. Cerințe generale pentru organismele de acreditare care acreditează organisme de evaluare a conformității*” cât și cu cerințele *ILAC P10*: „*Politica privind trasabilitatea rezultatelor măsurărilor*”.

Astfel, în acord cu politica RENAR și cu documentele internaționale menționate mai sus,

And last, but not least, there are mentioned the most representative types of Certified Reference Materials (CRMs) produced by the specialized INM's laboratory, CRMs used as reference standards for the measurement units dissemination in the field.

## 2. THE MEASUREMENT AND CALIBRATION CAPABILITIES IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL QUANTITIES

The National Institute of Metrology has signed since October 1999, in the frame of the International Committee of Weights and Measures, “*The Mutual Recognition Agreement of the national standards and of the calibration and measurement certificates issued by the national institutes of metrology (CIPM-MRA)*”, the agreement with the main objective to ensure the international framework for the mutual recognition of the calibration and measurement certificates issued by each metrology organization signatory to the CIPM-MRA. The results of the activities carried in the frame of CIPM-MRA agreement are the Calibration and Measurement Capabilities (CMCs) declaration for each metrology institution and their inclusion in the Key Comparison Database of the International Bureau of Weights and Measures (KCDB-BIPM).

The declaration and the recognition of CMCs [1] are based on the international comparisons results so called international key comparisons or supplementary international comparisons. To be able to participate in the international comparisons the national institutes of metrology must have implemented the efficient management systems that have to be periodically maintained and evaluated under the EURAMET Quality Committee (QC) activities.

In this context, it is important to mention that the measurement units dissemination and the metrological traceability assurance via the calibration of the measuring instruments according to the *SR EN ISO / IEC 17025/2005*: “*General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*” must be done in an internationally accepted manner. This means that traceability assurance of measurements results must be performed according to the *ILAC P10*: “*Policy on Traceability of Measurement Results*” requirements.

RENAR - the National Accreditation Body of Romania in the frame of the Technical Committee for Metrology has elaborated in 2013 the *P05*: “*Policy on Traceability of Measurements Results*” document. This document is consistent both with the requirements of *SR EN ISO IEC 17011/2005*: “*Evaluation of conformity. General requirements for accreditation*”



trasabilitatea rezultatelor măsurărilor este asigurată de un institut național de metrologie prin etalonarea echipamentelor și a etaloanelor de referință, etalonare ce trebuie să fie efectuată de: „*un institut național de metrologie/institut desemnat al cărui serviciu este adecvat pentru scopul intenționat și este acoperit de Aranjamentul CIPM-MRA*”.

Așa cum s-a precizat înainte, serviciile acoperite de CIPM-MRA sunt specificate în Anexa C a KCDB-BIPM și cuprind domeniul și incertitudinea de măsurare pentru fiecare serviciu. Așadar, pentru a putea oferi servicii de etalonare care să respecte cerințele politicii de trasabilitate, declararea de CMC-uri este de o importanță deosebită pentru orice institut de metrologie, așadar și pentru INM, respectiv, pentru Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice.

De asemenea, trasabilitatea rezultatelor măsurărilor în acord cu politica RENAR este asigurată și pe baza serviciilor de etalonare oferite de: „*un institut național de metrologie al cărui serviciu este adecvat pentru scopul intenționat, deși nu este acoperit de CIPM-MRA dar institutul de metrologie participă în comparații relevante CIPM-MRA și pentru care există dovezi de competență tehnică declarate în Anexa B din KCDB pentru cel puțin un CMC conex*”. Aceasta înseamnă că sunt recunoscute serviciile de etalonare oferite de un institut național de metrologie pentru care nu există categorii de CMC-uri disponibile în CIPM-MRA, dar, institutul de metrologie a dovedit competența tehnică pentru CMC-uri înrudite, prin participare la comparații relevante CIPM-MRA. Ca urmare, participarea oricărui institut de metrologie, implicit a INM și a Laboratorului Mărimi Fizico-Chimice, în comparații relevante domeniului său de activitate, constituie o modalitate acceptată de demonstrarea competenței lor tehnice.

În contextul cerințelor prezentate mai sus, Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice din INM a făcut și face eforturi susținute pentru a declara în baza de date KCDB-BIPM capabilități de etalonare și măsurare specifice domeniului. Ca urmare, laboratorul participă în comparații cheie, comparații suplimentare și alte tipuri de comparații cu institute europene de metrologie, comparații care s-au finalizat sau nu, după caz, cu declarare de CMC-uri. În acest articol, în prima parte sunt prezentate primele comparații internaționale efectuate în domeniul măsurărilor fizico-chimice, care, deși nu s-au finalizat cu declarare de CMC-uri, au constituit punctul de plecare al altor comparații internaționale ulterioare în domeniu. Sunt menționate apoi intercomparații și CMC-uri declarate până în prezent în domeniul mărimilor fizico-chimice, urmate de intercomparații în curs de desfășurare care vor sta la

*bodies accrediting conformity assessment bodies*” as well as with the requirements of *ILAC P10: “Policy on Traceability of Measurement Results”*.

In accordance to RENAR policy, the traceability of measurement results is ensured by the calibration of the measuring instruments and of the reference standards, the calibration that must be performed by “*a national metrology institute/designated institute whose service is suitable for the intended use and the service is covered by the CIPM-MRA arrangement*”.

As mentioned above, the CIPM-MRA services are listed in Annex C of KCDB-BIPM and these services contain the measurement range and the measurement uncertainty for each specified service. As a consequence, for any metrology institute, as well as for INM and its Physical-Chemical Laboratory it is of great importance to declare the measurement and calibration capabilities in its own specific fields of activities. It is needed for the traceability assurance purpose based on the calibration services.

Another way of the measurement results traceability assurance according to the RENAR policy is based on the calibration services provided by “*a national metrology institute whose service is suitable for the intended use, even this service is but not covered by the CIPM MRA arrangement, but the metrology institute participates in the relevant CIPM-MRA comparisons for which there are evidences in the Annex B of KCDB of the technical competences for at least one related CMC*”. In other words, the calibration services provided by a national metrology institute are recognized even there are not included such categories available in CIPM-MRA. But, the participation of any metrology institute, as well as of INM and its Physical-Chemical Laboratory, in the relevant comparisons represents the valid manner to demonstrate its technical competences.

In the context of the international requirements mentioned above the INM's Physical-Chemical Laboratory spent and spend some considerable efforts to declare in the *KCDB-BIPM* some calibration and measurement capabilities in the specific physical-chemical field. As a consequence, the specialized INM's laboratory has participated in key comparisons, supplementary comparisons and other types of inter-laboratories comparisons with European metrology institutes. These comparisons were finalized or not, from case to case, with CMCs declaration. In the first part of this paper there are presented, the first international comparisons performed in Romania for the physical-chemical measurements. Even they were not finalized with CMCs declaration they are for sure the starting point for the international comparisons followed in the field. In the next paragraphs there are



baza unor noi declarații de CMC-uri.

## 2.1 Primele comparații internaționale efectuate în domeniul mărimilor fizico-chimice

Colectivul de Mărimi Fizico-Chimice din cadrul laboratorului a început să efectueze primele intercomparații încă din anul 1971 în domeniul viscozității cinematice în cadrul programului de cooperare în domeniul viscozității cinematice **ASTM-CANNON**.

Acest program a fost discutat și adoptat de Institutul National de Standarde și Tehnologie (NIST) fost NBS (Biroul Național de Etaloane) din SUA în anul 1971. Programul este coordonat de Societatea Americană pentru Încercări și Materiale (ASTM). În cadrul acestui program Compania de Aparate de Viscositate și Materiale de Referință Certificate (CANNON) distribuie laboratoarelor specializate materiale de referință de viscositate și apoi centralizează și evaluează rezultatele obținute. Programul CANNON-ASTM funcționează și în prezent iar INM beneficiază [2] în continuare de participarea sa în acest program. Prin aceasta, colectivul de specialitate din INM își menține capabilitățile tehnice de măsurare și etalonare și, în plus, are acces la valori de referință internaționale de viscositate cinematică.

În perioada 1999-2000 a avut loc prima comparare cheie regională a capilarelor viscozimetrice în cadrul proiectului **EUROMET 415**, laborator pilot PTB-Germania. În cadrul acestei intercomparații au participat laboratoare cu capabilități tehnice de a stabili valori de referință trasabile prin utilizarea scalei de viscositate independentă, dar și participanți care au asigurat trasabilitatea măsurărilor prin etalonarea viscozimetrelor la alte institute naționale de metrologie. Colectivul Mărimi Fizico-Chimice s-a numărat printre acestea din urma și a participat în proiectul **EUROMET 415** cu capilarele etalon de referință Cannon-Master cu lungimea capilarului de 400 mm.

**Compararea cheie CCM.V-K2** s-a desfășurat în anul 2006 și a fost coordonată de laboratorul pilot NIST-CANNON. Scopul acestei comparații a fost de a determina valori de viscositate cinematică în condiții extreme de temperatură, respectiv, temperaturi de  $-40^{\circ}\text{C}$  și de  $+150^{\circ}\text{C}$ . Au urmat apoi mai multe comparații internaționale în domeniul viscozității efectuate de Colectivul Mărimi Fizico-Chimice ce au condus la declarare de CMC-uri, comparații ce vor fi descrise mai jos.

În domeniul măsurărilor chimice, declararea de CMC-uri în acest domeniu considerat în perioada anilor 2000 un domeniu încă nou în metrologie, a început

shortly presented the comparisons activities for the CMCs declaration in the physical-chemical metrology, follow up by the on running inter-comparisons with the purpose of further new CMCs declaration.

### *2.1 The first international comparisons in the field of physical-chemical quantities*

The **Physical-Chemical Department** started the first international inter-comparison since 1971 in the kinematic viscosity field in the frame of viscosity cooperation programme **ASTM-CANNON**.

This program was discussed and adopted by the National Institute of Standards and Technology (NIST) former NBS (National Bureau of Standards) - USA since 1971. The program is coordinated by the American Society for Testing and Materials (ASTM). In this frame, the Viscosity Devices and Certified Reference Materials Company (CANNON) started to distribute to the specialized laboratories the viscosity reference materials and than to summarize the reported results. The ASTM CANNON programme works nowadays as well [2] and INM still benefits from its participation in this programme. Based on this activity, the specialized INM working team is in the position to maintain the technical measurement and calibration competences as well to access and use the international reference values of the kinematic viscosity.

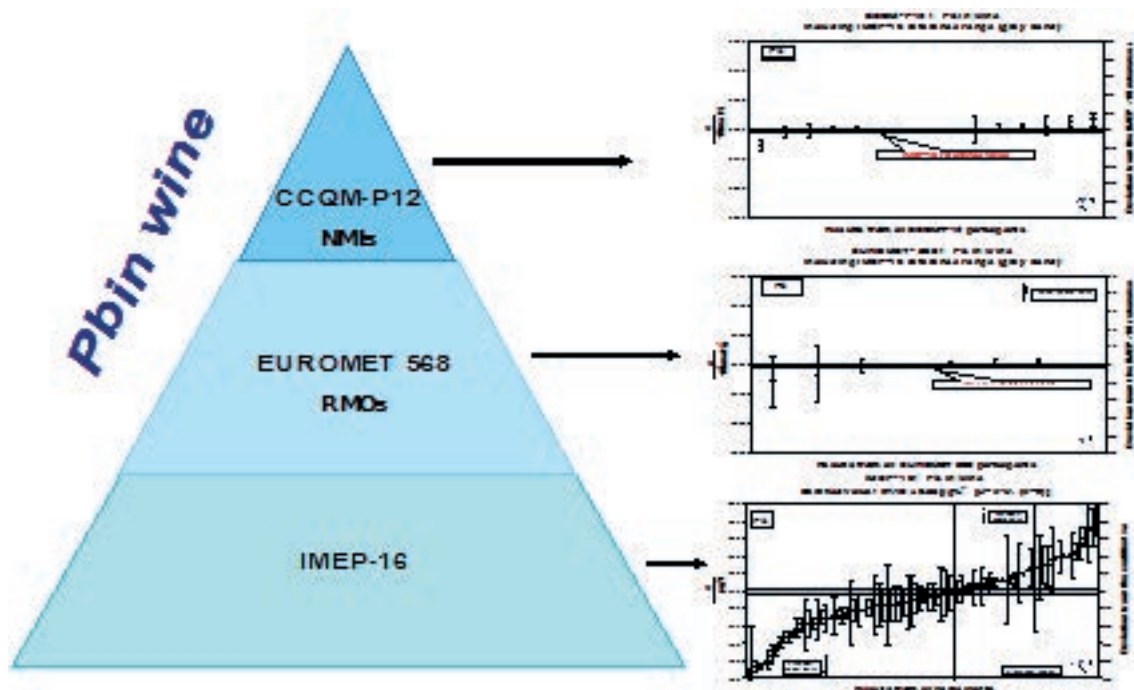
During the period 1999-2000 the first regional key comparison of capillaries took place in the frame of **EUROMET project 415**-pilot laboratory PTB-Germany. In this comparison some laboratories with technical capabilities to assign the traceable reference values by using the independent viscosity scale have participated; there were also participants who ensured the traceability of their measurements by calibrating their viscometers to the other metrology institutes. The Physical-Chemical Department of INM was among the latter group of laboratories and its participation in **EUROMET 415** project was regarding Cannon-Master capillaries reference standard with the length of 400 mm.

The **Key Comparison CCM.V-K2** was carried out during 2006 and it was coordinated by the pilot laboratory NIST-CANNON. The purpose of this comparison was to establish the kinematic viscosity values at the temperatures of  $-40^{\circ}\text{C}$  and  $+150^{\circ}\text{C}$ , respectively. There are followed several international viscosity comparisons carried out by the *Physical-Chemical Department* that were finalized with CMCs declaration, as described below.

In the field of chemical measurements, the CMCs recognition, as very new field in science of measurements at the beginning of 2000 years, started

destul de târziu comparativ cu metrologia mărimilor fizice, întrucât, chiar la nivel mondial, dezvoltarea infrastructurii Metrologiei în Chimie a început abia în anul 1993 prin înființarea în cadrul BIPM a Comitetului Consultativ pentru Cantitate de Substanță-CCQM.

quite late comparing with the physical metrology field; this is because even at international level, the Metrology in Chemistry infrastructure development started in 1993 when the Consultative Committee for Quantity of Substance-CCQM was set up



**Fig.1** Măsurarea concentrației de Pb în vin - Comparări IMEP, EUROMET și CCQM

**Fig.1** The concentration measurement of Pb in wine - IMEP, EUROMET and CCQM comparisons

Primele intercomparări internaționale efectuate de **Colectivul Materiale de Referință** în domeniul măsurărilor chimice au fost în cadrul proiectul **EUROMET 568: Determinare de plumb în vin**. Proiectul s-a desfășurat în perioada 2000-2001 și a avut ca obiective determinarea concentrației masice și a compoziției izotopice a plumbului în vin la nivelul limitelor cerute de reglementări europene, respectiv, Regulamentul EC 2676/90 și Regulamentul EC 466/2001. Rezultatele proiectului EUROMET 568 sunt prezentate în Figura 1 comparativ cu rezultatele raportate la scară mondială în compararea CCQM P12 și respectiv, IMEP 16: **Determinare de plumb în vin** [3].

Este de evidențiat aici faptul că, în contextul Metrologiei în Chimie, începând cu anul 2001, INM prin Colectivul Materiale de Referință a beneficiat de colaborarea cu **Comisia Europeană-Centrul Comun de Cercetare-Institutul de Materiale și Măsurări de Referință (EC-JRC-IRMM)**. În baza acestei colaborări pe lângă activități [4] privind documentarea stadiului Metrologiei în Chimie în România, completarea bazei de Materiale de Referință Certificate a laboratorului, transfer de know-how prin intermediul programului de instruire specifice metrologiei în chimie TrainMiC®: Instruire în Metrologia în Chimie, Colectivul Materiale

The first international inter-comparison carried out by the **Reference Materials Department** was performed in the frame of **EUROMET 568 project: Determination of lead in wine**. The project run during the period 2000-2001 with the objectives to measure the mass concentration and the isotopic composition of lead in wine at the required level by the European regulations, respectively, EC Regulation 2676/90 and EC Regulation 466/2001. The results of EUROMET 568 project are presented in Figure 1 in comparison with the reported results on the worldwide scale of CCQM P12 comparison and IMEP 16: **Determination of lead in wine**, respectively [3].

It is important to point out here the INM collaboration in Metrology in Chemistry field through the Reference Materials Department, collaboration with the **European Commission-Joint Research Centre-Institute for Reference Materials and Measurements (EC-JRC-IRMM)** that started from 2001. Various activities were carried out [4] based on **EC-JRC-IRMM** collaboration such as documenting the Metrology in Chemistry status in Romania, providing some Certified Reference Materials for laboratory use, know-how transfer through the specific training programme: TrainMiC®-Training in Metrology in Chemistry. The Reference Materials Department has also the opportunity to participate in the inter-laboratory



de Referință a avut oportunitatea de a participa și la intercomparări în cadrul Programului Internațional de Evaluare a Măsurărilor (IMEP), și anume, **IMEP 16: Determinare de plumb în vin** și **IMEP 12: Determinare de urme de elemente în apă**. Scopul comparărilor IMEP este de a demonstra gradul de echivalență a rezultatelor măsurărilor la scară internațională, în special, a rezultatelor laboratoarelor de încercări, față de o valoare de referință trasabilă la Sistemul Internațional de Unități (SI).

Astfel, **IMEP 16: Determinare de plumb în vin** s-a desfășurat în perioada 2000-2001 și a avut ca obiective determinarea concentrației masice și izotopice de plumb în vin. Numărul participanților din 38 țări a fost 161 laboratoare (9% dintre acestea au fost din România). De-a lungul anilor au urmat apoi alte intercomparări tot pe matrice de vin destinate atât determinării concentrației de Pb din vin dar și a altor elemente chimice precum Fe, Cu și Cd, în cadrul CCQM-K30 în perioada 2006-2007 și în cadrul CCQM K30.1 în perioada 2011-2012. La aceste intercomparări a participat și INM prin Colectivul Materiale de Referință, la început utilizând metoda spectrofotometrică de absorbție moleculară, apoi metoda spectrometrică de absorbție atomică și în cele din urmă metoda spectrometriei în plasmă cuplată inductiv.

**IMEP 12: Determinare de urme de elemente în apă** s-a desfășurat în perioada 2001-2002 și a avut ca scop determinarea concentrației de urme de elemente în apă (printre elementele chimice investigate au fost: Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb etc.) la nivelul limitelor cerute de Directiva Europeană EC 98/83/EC privind calitatea apei potabile. Numărul total de participanți din 48 țări a fost 383 laboratoare (11% au fost din România). IMEP 12 a fost o intercomparare suplimentară la proiectul EUROMET 528, după care au urmat și alte comparații tot în domeniul măsurărilor de concentrație a urmelor de elemente în apă la care a participat și Colectivul Materiale de Referință, comparații ce au condus la declarare de CMC-uri, ce sunt prezentate în cele ce urmează.

În domeniul măsurării concentrațiilor de gaze, **Colectivul Concentrații Gaze** a participat la o comparare EURAMET care a avut ca scop evaluarea și demonstrarea echivalenței serviciilor de etalonare a etilometrelor și/sau etilotestelor precum și în compararea **AFRISMET QM.27** care a avut ca scop demonstrarea capabilității de măsurare a concentrației masice de alcool etilic în soluție apoasă în intervalul de măsurare (0...2) mg.L<sup>-1</sup>.

În domeniul **măsurărilor specifice radiațiilor ionizante**, INM a desemnat Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Fizică și Inginerie Nucleară „Horia Hulubei” (IFIN-HH). Ca urmare, comparații internaționale pentru declarare de capabilități de măsurare și etalonare în acest domeniu sunt desfășurate în România doar de către IFIN-HH-București.

comparisons in the framework of the International Measurements Evaluation Programme (IMEP), respectively, **IMEP 16: Determination of lead in wine** and **IMEP 12: Determination of trace elements in the water**. The IMEP comparisons purpose is to demonstrate the degree of equivalence of the measurements results at the international scale, in particular, of the testing laboratories results against a traceable reference value to the International System of Units (SI) provided by EC-JRC-IRMM.

Thus, **IMEP 16: Determination of lead in wine** was carried out in the period 2000-2001; its objective was to determine the mass concentration and the isotopic composition of lead in wine. The number of participants from 38 countries was 161 laboratories (9% of them from Romania). There were followed other inter-comparisons on wine samples for Pb determination but also for Fe, Cu and Cd determination in the frame of CCQM-K30 comparison during the period 2006-2007 and in the CCQM K30.1 during the period 2011-2012. INM by its Reference Materials Department participated in different stages using various techniques at the beginning the molecular absorption spectrometry, than atomic absorption spectrometry and later the inductively coupled plasma mass spectrometry.

**IMEP 12: Determination of trace elements in water** was carried out during the period 2001-2002 and its purpose was the determination of trace elements concentration (Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, etc.) in water at the level required by the European Directive EC 98/83/EC for drinking water. The total number of participants from 48 countries was 383 laboratories (11% from Romania). IMEP 12 comparison was a supplementary inter-comparison of EUROMET project 528; other comparisons followed up in the field of trace elements measurements in water, the Reference Materials Department took part in several comparisons, some of them finalised with CMCs declaration, as presented below.

In the field of gases measurements, the INM's **Gases Concentration Department** participated in the EURAMET project which has the aim to evaluate and to demonstrate the degree of equivalence of the ethyl-meters and/or ethyl-tests calibration services. The purpose of **AFRISMET QM.27** comparison was to demonstrate the measurement capabilities of the ethylic alcohol concentration measurements in aqueous solutions in the measurement range of (0...2) mg.L<sup>-1</sup>.

In the field of specific **ionizing radiations measurements** INM has already designate, the National Institute of Research and Development for Physical Nuclear Engineering “Horia Hulubei” (IFIN-HH). As a consequence, the international comparisons for the measurement and calibration capabilities

## 2.2 Intercomparări în domeniul mărimilor fizico-chimice care s-au finalizat cu declarare de capabilități de măsurare și etalonare

Așa cum s-a menționat mai sus *Colectivul Mărimi Fizico-Chimice* a continuat comparările internaționale în domeniul viscozității pentru declarare de CMC-uri în KCDB-BIPM în cadrul secțiunii *Masă și mărimi derivate*, după cum urmează:

*Compararea cheie CCM.V-K1* a fost coordonată de PTB-Germania și s-a desfășurat în anul 2002. Proiectul a avut ca scop demonstrarea echivalenței serviciilor de etalonare uzuale efectuate de diferite institute naționale de metrologie. La această comparare au participat 11 laboratoare naționale care au avut capabilitatea tehnică de a contribui la atribuirea valorii de referință pe baza scalei de viscozitate independentă și alte 7 laboratoare naționale care nu au contribuit la calcularea valorii de referință. INM, prin Colectivul Mărimi Fizico-Chimice a participat la această intercomparare cu viscosimetre Cannon-Master cu capilare etalon de referință cu lungimea de 400 mm. Rezultatele obținute în cadrul intercomparării CCM.V-K1 s-au concretizat prin recunoașterea CMC-urilor ce sunt prezentate în Tabelul 1.

declaration in this field are carried out in Romania by IFIN-HH-Bucharest.

## 2.2 The comparisons in the field of physical-chemical quantities finalised with measurement and calibration capabilities declaration

In order of CMCs declaration in the KCDB-BIPM within the *Mass and related quantities* the INM's *Physical-Chemical Department* has continued its activities within the viscosity comparisons, as follows:

*The Key Comparison CCM.V-K1* was coordinated by PTB-Germany and was carried out during 2002. The aim of this project was to demonstrate the degree of equivalence of the calibration services commonly performed by various national metrology institutes. 11 national laboratories were participated in this comparison, they have the technical capabilities to assign the reference values based on the independent viscosity scale; other 7 national laboratories have not contributed to assign the reference values. INM participated in this inter-comparison with Cannon-Master viscosimeters with the capillaries reference standard with the length of 400 mm. The results obtained in the CCM.V-K1 comparison finalised with the CMCs declaration are presented in Table 1.

**Tabel 1** Capabilitățile de etalonare și măsurare în domeniul viscozității cinematice  
*Table 1 Calibration and measurement capabilities in the kinematic viscosity field*

Tip determinări/ <i>Type of Measurement</i>	Interval de măsurare/ <i>Measurement range</i>	Incertitudinea relativă extinsă/ <i>Relative Expanded Uncertainty, %</i>	Temperatura/ <i>Temperature, °C</i>
Viscozitate cinematică lichide/ <i>Kinematic viscosity of liquids</i>	(5...30) mm <sup>2</sup> /s	0,30	20...40
Viscozitate cinematică lichide/ <i>Kinematic viscosity of liquids</i>	(500...1500) mm <sup>2</sup> /s	0,40	20...40
Viscozitate cinematică lichide/ <i>Kinematic viscosity of liquids</i>	(20000...70000) mm <sup>2</sup> /s	0,6	20...40
Constantă capilar/ <i>Constant capillaries</i>	(0,03...0,1) mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	0,20	20
Constantă capilar/ <i>Constant capillaries</i>	(0,1...3) mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	0,25	20
Constantă capilar/ <i>Constant capillaries</i>	(30...100) mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	0,50	20
Viscozitate cinematică lichide/ <i>Kinematic viscosity of liquids</i>	(1,5...5) mm <sup>2</sup> /s	0,30	20...40

În domeniul mărimilor chimice, respectiv a măsurării concentrației masice și/sau molare *Colectivul Materiale de Referință* a participat la următoarele comparări internaționale care au condus la declararea de CMC-uri în cadrul secțiunii *Cantitate de Substanță*:

*CCQM-P46: Preparare de soluții elementale-*

In the field of chemical quantities, mass and/or molar concentration measurements respectively, the *Reference Materials Department* has participated in the following international comparisons finalised with the CMCs declaration in the *Amount of Substance* section:

*CCQM-P46: Preparation of elemental solutions,*



acest studiu pilot s-a desfășurat în anul 2003 și a fost coordonat de NIST-SUA; scopul intercomparării a fost evaluarea capabilității institutelor de metrologie participante de a prepara, în condiții controlate, soluții primare elementale de Cu, Mg și Rh în intervalul de concentrație (1...10) mg/g;

**CCQM K64: Aliaje de cupru**, intercomparare ce s-a desfășurat în perioada 2007-2008, având ca laborator pilot BAM-Germania. Scopul proiectului a fost determinarea compoziției chimice, exprimată ca fracție masică, a aliajelor de cupru. Printre elementele chimice investigate au fost Cu, Pb, Ni, Fe pentru care INM a confirmat capabilități de măsurare, dar în cadrul acestui exercitiu au fost investigate și alte elemente chimice conținute în aliaje de cupru.

**EURAMET 924: Determinarea de Hg, Cd, Ni și Pb în apa naturală la nivelul de concentrație impus de Directiva Cadru Apă (WFD)**. Această intercomparare, ce s-a desfășurat în perioada 2009-2010, a fost dedicată, în special, laboratoarelor care efectuează măsurarea concentrației de Hg, Cd, Ni și Pb din apa naturală la nivelul cerințelor Directivei Cadru Apă (WFD) 2000/60/EC. La această comparare au participat și institute naționale de metrologie, printre care și INM prin Colectivul Materiale de Referință, compararea fiind coordonată de PTB, BAM, IWW-Germania și LNE-Franța. Numărul total de participanți a fost 127 laboratoare din 18 țări.

**SIM.QM-S2: Determinarea de urme de elemente din apa potabilă**, comparare ce a fost planificată a se desfășura în anul 2008, dar, pentru a facilita declararea de CMC-uri organizațiilor interesate, compararea a fost extinsă ca și comparare suplimentară pentru perioada 2010-2011. Coordonator al acestui exercițiu a fost NRC-Canada, numărul de participanți a fost 11 organizații, iar elementele chimice supuse analizei au fost Ni, Cd, Pb și Ca la nivelul concentrațiilor cerute de Directiva de Apă Potabilă 98/83/EC.

**CCQM K87: Soluții de etalonare mono-element**, intercomparare cheie ce s-a desfășurat în perioada 2010-2011 și a urmat comparării CCQM-K8: Soluții de etalonare mono-element pentru Al, Cu, Fe, Mg, comparare coordonată de EMPA-Elveția și LNE-Franța în perioada 1999-2000.

Scopul intecomparării CCQM K87 a fost de a demonstra capabilitatea organizațiilor de metrologie în prepararea soluțiilor primare de Cr, Co și Pb, soluții ce constituie o verigă importantă în asigurarea trasabilității rezultatelor măsurărilor

the pilot study carried out during 2003 was coordinated by NIST-SUA; the purpose of this inter-comparison was to evaluate the capabilities of the participating institutes of metrology in the preparation of the primary elemental solutions of Cu, Mg and Rh in the concentration range of (1...10) mg/g, under controlled conditions;

**CCQM K64: Copper alloys**, the inter-comparison carried out during the period 2007-2008, having as pilot laboratory BAM-Germany. The purpose of this project was to investigate the chemical composition of copper alloys, expressed as mass fraction. Some chemical elements under investigations were Cu, Pb, Ni, Fe, the chemical elements for which INM has confirmed its measurement capabilities, but many other chemical elements were also under the project activities.

**EURAMET 924: Determination of Hg, Cd, Ni and Pb in natural water at the concentration level requested by the Water Framework Directive (WFD)**. This inter-comparison was carried out during the period 2009-2010 and it was dedicated, in particular, to laboratories that perform Hg, Cd, Ni and Pb concentration measurements at the concentration level requested by the Water Framework Directive (WFD) 2000/60/EC. The national institutes of metrology have participated as well, among them INM's Reference Materials Department; the comparison was coordinated by PTB, BAM, IWW-Germany and LNE France. The total number of participants was 127 laboratories from 18 countries.

**SIM.QM-S2: Trace elements in drinking water**, the comparison planned for 2008; the running period was changed for the period 2010-2011 and the comparison was considered as supplementary comparison to give the opportunity of CMCs declaration to the interested organisations. The coordinator of this exercise was NRC (National Research Council) Canada, the number of participants was 11 organizations, the chemical elements under investigation were Ni, Cd, Pb and Ca and the measurement range was at the concentration level requested by the Drinking Water Directive 98/83/EC.

**CCQM K87: Mono-elemental calibration solutions**, the key inter-comparison carried out during the period 2010-2011; it was organised after the CCQM-K8: Mono-elemental calibration solutions of Al, Cu, Fe, Mg coordinated by EMPA Switzerland and LNE -France, during the 1999-2000 period.

The objective of the CCQM K87 comparison was to demonstrate the capability of metrology organisations involved in the project for the preparation of primary standard solutions containing Cr, Co and Pb, the

chimice.

Rezultatele participării INM prin Colectivul Materiale de Referință la aceste intercomparări s-au concretizat în declararea de CMC-uri în domeniul Cantității de Substanță [1], [5] și anume:

- rezultatele obținute în cadrul intercomparării CCQM K64 s-au concretizat prin recunoașterea de CMC-uri pentru măsurarea fracției masice de Cu, Pb, Ni, Fe în aliaje de cupru;
- rezultatele intercomparărilor EURAMET 924 și SIM.QM-S2 au stat la baza declarării de CMC-uri pentru măsurarea concentrației masice de Ni în apa naturală și Pb și Cd în apa potabilă;
- rezultatele intercomparărilor CCQM-P46 și CCQM K87 au constituit baza declarării CMC-urilor de soluții mono-element de Cu, Co, Cd, Cr, Pb, Ni și Fe.

În Tabelul 2 sunt prezentate capabilitățile de etalonare și măsurare ale INM în domeniul Cantității de Substanță, cu intervalul de măsurare și incertitudinea de măsurare asociată.

solutions as important links into the traceability chain of chemical measurement results.

The INM's Reference Materials Department participation in the above mentioned comparisons were finalised with the CMCs declaration in the Amount of Substance section [1], [5] as follows:

- the CCQM K64 comparison results were finalised with CMCs recognitions for mass fraction measurements of Cu, Pb, Ni, Fe in copper alloys;
- the EURAMET 924 and SIM.QM-S2 results were the basis for CMCs declarations of Ni mass concentration measurements in natural water and for Pb and Cd mass concentration measurements in drinking water;
- the CCQM-P46 si CCQM K87 results were finalised with CMCs declarations of Cu, Co, Cd, Cr, Pb, Ni and Fe mono-elemental solutions.

In Table 2 there are presented the INM's calibration and measurement capabilities with the measurement range and the associated measurement uncertainty in the field of Amount of Substance.

**Tabel 2** Capabilitățile de etalonare și măsurare în domeniul Cantității de Substanță  
*Table 2 Calibration and measurement capabilities for the Amount of Substance*

Tip determinări/ <i>Type of measurement</i>	Interval de măsurare/ <i>Measurement range</i>	Incertitudinea extinsă relativă/ <i>Relative expanded uncertainty, %</i>
Solutii mono-element de cupru/ <i>Mono-elemental solution of Cu</i>	(0,97...1,03) g/kg	2
Solutii mono-element de cobalt/ <i>Mono-elemental solution of Co</i>	(0,95...1,05) g/kg	1,9
Solutii mono-element de cadmiu/ <i>Mono-elemental solution of Cd</i>	(0,95...1,05) g/kg	1,9
Solutii mono-element de crom/ <i>Mono-elemental solution of Cr</i>	(0,95...1,05) g/kg	1,7
Solutii mono-element de plumb/ <i>Mono-elemental solution of Pb</i>	( 0,95...1,05) g/kg	1,5
Solutii mono-element de fier/ <i>Mono-elemental solution of Fe</i>	(0,95...1,05) g/kg	1,7
Solutii mono-element de nichel/ <i>Mono-elemental solution of Ni</i>	(0,95...1,05) g/kg	1,9
Apa potabila-determinare plumb/ <i>Drinking water- Pb determination</i>	(7...30) µg/kg	12...10
Apa potabila-determinare cadmiu/ <i>Drinking water- Cd determination</i>	(0,2...4,5) µg/kg	10
Apa naturala-determinare nichel/ <i>Natural water- Ni determination</i>	(25...40) µg/kg	8
Aliaj baza Cu-determinare cupru/ <i>Copper alloys- Cu determination</i>	(50...72) %	0,46...1,2
Aliaj baza Cu-determinare plumb/ <i>Copper alloys- Pb determination</i>	(1,0...5) %	0,1...0,5
Aliaj baza Cu-determinare nichel/ <i>Copper alloys- Ni determination</i>	(0,03...0,1) %	0,006
Aliaj baza Cu-determinare Fe/ <i>Copper alloys- Fe determination</i>	(0,05...0,2) %	0,006



Mai multe informații privind capabilitățile de măsurare și etalonare (CMC) declarate de INM pentru mărimile fizico-chimice se găsesc pe [www.bipm.org](http://www.bipm.org). De asemenea, mai multe detalii privind capabilitățile tehnice ale INM privind serviciile de etalonare sau măsurare în domeniul mărimilor fizico-chimice se găsesc pe <http://www.inm.ro>.

### 2.3 Comparări internaționale pentru posibile propuneri de capabilități de măsurare și etalonare

La ora actuală, *în domeniul măsurărilor de densitate a lichidelor*, Colectivul Mărimi Fizico - Chimice [6] a participat la mai multe intercomparări ce vor sta la baza unor posibile propuneri de CMC-uri, astfel:

- **Compararea EURAMET.M.D.-SI:** „Compararea etaloanelor lichide de densitate” lansată în 2012, laboratorul pilot a fost BEV-Austria;
- **Compararea EURAMET** desfășurată în perioada 2011-2012 privind „Etalonarea densimetrelor din sticlă la diferite temperaturi”, laborator pilot a fost INRIM-Italia;
- **Compararea EURAMET.M.D.-K2** în domeniul densității lichidelor, desfășurată în perioada 2007-2008.

Pe baza rezultatelor acestor comparații, INM va avea oportunitatea de a face propuneri de CMC-uri pentru măsurarea densității lichidelor prin cântărire hidrostatică, pentru etalonări și măsurări cu densimetrul electronic precum și pentru etalonarea densimetrelor din sticlă la temperaturi de 15°C; 20°C și 30°C.

**În domeniul măsurărilor de umiditate a solidelor** Colectivul Materiale de Referință [7], [8] a participat, alături de alte 7 organizații la intercompararea **COOMET Nr. 479/RU/09:** „Comparare pilot în domeniul măsurării fracției masice de umiditate a semințelor și produselor cerealiere”- laborator pilot UNIIM, Rusia. Proiectul s-a desfășurat în anul 2013, rezultatele au fost transmise deja organizației coordonatoare-VNIIM, Rusia. Rezultatele acestei intercomparări vor sta la baza unor posibile propuneri de CMC-uri pentru măsurarea umidității cerealelor.

### 3. ACTIVITĂȚI DE CERCETARE DESFĂȘURATE ÎN DOMENIUL METROLOGIEI MĂRIMILOR FIZICO-CHIMICE

Așa cum s-a precizat deja, capabilitățile tehnice ale laboratorului susținute de comparațiile internaționale prezentate mai sus, au la bază rezultatele unei

More information regarding the INM's calibration and measurement capabilities in the field of physical-chemical quantities can be found on [www.bipm.org](http://www.bipm.org). Also, more details regarding the INM's technical capabilities regarding the calibration and measurement services in the field of physical-chemical quantities can be found on <http://www.inm.ro>.

### 2.3 The international comparisons for possible proposals of measurement and calibration capabilities

The Physical-Chemical Department in the *field of liquid density measurements* [6] carried out nowadays some inter-laboratories comparisons that will be the base for possible CMCs proposals, as follows:

- **EURAMET.M.D.-SI:** „The comparison of liquid density standards” has started in 2012 and it was coordinated by the pilot laboratory BEV-Austria;
- **EURAMET comparison** carried out during the period 2011-2012 concerning „The calibration of glass densimeters at different temperatures”, the pilot laboratory – INRIM, Italy;
- **EURAMET.M.D.-K2** in the field of liquid density, carried out during the period 2007-2008.

There is the INM's opportunity to propose some possible CMCs for the liquids density measurements by hydrostatic weighing, for the calibration and density measurement with the electronic densimeter as well as the calibration of glass densimeters at the temperatures of 15°C; 20°C and 30°C.

**In the field of solids moisture determinations**, the Reference Materials Department [7], [8] had participated, along other 7 organisations in the **COOMET Nr. 479/RU/09:** „The pilot comparison in the field of moisture mass fraction measurements in cereal grain and cereal products”- the pilot laboratory UNIIM-Russia. The project was carried out during 2013, the results are already communicated to the coordinator institution-VNIIM, Russia. The results of this comparison will be used for possible CMCs proposals for moisture cereals determinations.

### 3. THE RESEARCH ACTIVITIES CARRIED OUT IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL QUANTITIES METROLOGY

As already mentioned above, the laboratory's technical capabilities supported by the international comparisons presented above, are based on the consistent research activities carried out over many years of activity of the Physical-Chemical Laboratory. Since 2003 the laboratory performs annually applied research

susținute și variate activități de cercetare desfășurate de Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice de-a lungul anilor.

Astfel, laboratorul efectuează anual, începând din anul 2003, studii de cercetare aplicativă în cadrul programului Biroului Român de Metrologie Legală (BRML) denumit: **"Lucrări de întreținere etaloane naționale, primare și de referință ale României"**. Studiile sunt referitoare, în special, la dezvoltarea, menținerea și perfecționarea etaloanelor și materialelor de referință din domeniul mărimilor fizico-chimice. Aceste lucrări, de o deosebită importanță pentru dezvoltarea capacității tehnice a laboratorului, deși nu vor fi prezentate în acest articol fiind foarte numeroase și variate, au contribuit și contribuie în mod esențial la dezvoltarea bazei de etaloane și Materiale de Referință utilizate pentru transmiterea unităților de măsură din domeniu.

În afara acestor lucrări laboratorul a fost implicat de-a lungul anilor în mai multe proiecte de cercetare finanțate prin Programe Naționale de Cercetare-Dezvoltare-Inovare (PNCDI) dar și în proiecte comune de cercetare (JRP) în cadrul Programului European de Cercetare în Metrologie (EMRP). Fără a face o prezentare exhaustivă a acestora, în cele ce urmează sunt descrise pe scurt cele mai relevante activități de cercetare desfășurate de-a lungul anilor.

Astfel, încă din perioada anilor 1992-1994, Colectivul Materiale de Referință a derulat **Contractul de Cercetare cu Ministerul Sănătății nr. 327/92**, program în cadrul căruia s-au desfășurat activități de asigurare metrologică a aparaturii spectrometrice utilizate în sănătatea publică. Rezultatele acestui contract au stat la baza identificării etaloanelor de concentrație și a metodelor spectrometrice de caracterizare metrologică a mijloacelor de măsurare a acestei mărimi. Cu această ocazie s-au pus bazele producerii și caracterizării primelor materiale de referință biochimice similare serului uman normal și patologic. Aceste etaloane au fost îmbunătățite de-a lungul anilor până în prezent, atât din punct de vedere al compoziției lor cât și al caracteristicilor lor metrologice, respectiv, valoarea atribuită și incertitudinea de măsurare asociată acesteia.

În cadrul Programului Național de Cercetare-Dezvoltare-Inovare (PNCDI) finanțat de Ministerul Economiei și Cercetării în perioada anilor 2001-2005 s-au desfășurat mai multe proiecte în contextul programului **INFRAS - Consolidarea Infrastructurilor Standardizării și Calității** în care INM, prin Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice - Colectiv Materiale de Referință, a obținut finanțare și a implementat, în calitate de coordonator sau partener,

studii în the frame of the Romanian Bureau of Legal Metrology (BRML): **'Studies for the maintenance of the national standards, primary and reference standards of Romania'**. These activities are in particular regarding the development, maintenance and improvement of the standards and reference materials in the physical-chemical domain. These studies are of great importance for the development of the laboratory's technical capabilities and they have contributed and still substantially contribute to the development of the standards and reference materials used for the units dissemination in the field, even they will not be presented in this article because there are too numerous and various.

Besides these activities, the laboratory has been involved in several research projects funded by the National Research-Development-Innovation Programme-PNCDI (i.e. ORIZONT, INFRAS, CALIST, CEEX etc.) but also in several joint research projects (JRP) in the frame of the European Metrology Research Programme (EMRP). Without making an exhaustive presentation of these projects, in the following, there are briefly described the most relevant laboratory's research activities.

Thus, the Reference Materials Department carried out since 1992-1994 the research **Contract no. 327/92 financed by the Ministry of Health**. The contract was regarding the needed activities for the metrological assurance of the spectrometric equipments used in public health. The results of this study were the starting point for the identification of the concentration standards as well as of the spectrometric methods used for the metrological measuring instruments characterization. On this occasion, the first realization and characterization of the biochemical reference materials, similar with the normal and pathological human serum, has started. These reference materials have been improved over the years so far, both in terms of their composition and their metrological characteristics, respectively, the assigned value and its associated measurement uncertainty.

In the frame of the National Research, Development and Innovation Programmes (PNCDI) funded by the Ministry of Economy and Research during the period 2001-2005, several projects were carried-out in the context of **INFRAS Programme-Strengthening the Standardization and Quality Infrastructure**; INM was involved in this programme via Physical-Chemical Laboratory-Reference Materials Department, obtaining funds and implementing many applied research projects, as coordinator or partner institution, as follows:

- *INM as the project coordinator*; in the partnership with the *National Centre for Consulting in Environmental Protection* of the *University Politehnica*



multe proiecte de cercetare aplicativă, și anume:

- Proiectul care a avut ca scop studiul și dezvoltarea de metodologii și materiale de referință utilizate în protecția mediului (apă, sol) s-a desfășurat în parteneriat cu Universitatea Politehnică București (UPB)-Centrul Național de Consultanță pentru Protecția Mediului, INM fiind coordonator de proiect;

- În parteneriat cu Institutul National de Cercetare-Dezvoltare pentru Ecologie Industrială-ECOIND-coordonator de proiect, INM a fost implicat în proiectul ce a avut ca scop identificarea și elaborarea de metodologii privind asigurarea măsurărilor efectuate într-un laborator de încercări acreditat în domeniul poluării atmosferei;

- Proiectul dedicat identificării de modalități de evaluare a performanțelor unui laborator de încercări a produselor alimentare prin intermediul schemelor de comparări interlaboratoare s-a desfășurat în parteneriat, alături de alte 8 institutii, coordonator de proiect fiind Institutul de Cercetări Chimice-ICECHIM;

- Și, nu în ultimul rând, proiectul desfășurat și coordonat de INM în perioada 2002-2004 care a avut ca scop dezvoltarea laboratorului în domeniul mărimilor fizico-chimice în vederea acreditării lui ca laborator de etalonări. În baza acestui proiect s-a elaborat cea mai mare parte a documentației tehnice și specifice laboratorului în vederea acreditării ca laborator de etalonări dar și ca producător de materiale de referință.

În perioada anilor 2003-2005, Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice a obținut finanțare și a implementat câteva proiecte de cercetare în cadrul Programului Național de Cercetare-Dezvoltare-Inovare -PNCDI finanțat de Ministerul Educației, Cercetării și Tineretului, proiecte desfășurate în cadrul **CALIST-Programul Calitate și Standardizare, CEEX-Programul Cercetare de Excelență** și altele, după cum urmează:

- Proiectul desfășurat și coordonat de INM privind documentarea și elaborarea de studii specifice domeniului în vederea alinierii etaloanelor de referință fizico-chimice dintr-un laborator de etalonare în curs de acreditare la performanțele cerute de UE; aceste studii s-au concretizat în elaborarea de metode de etalonare specifice domeniului în vederea alinierii lor la nivelul de compatibilitate cerut de reglementări europene armonizate;

- Proiectul coordonat de Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Protecția Muncii (INCDPM) având INM ca partener alături de alte instituții, a contribuit la dezvoltarea de metode de referință pentru determinarea concentrației de agenți

*Bucharest* was involved in the project aiming to study and develop some methodologies and reference materials used in environmental protection (water, soil);

- In partnership with the *National Research and Development Institute for Industrial Ecology-ECOIND*-as the project coordinator, INM has been involved in this project aiming to identify and develop some methodologies for the metrological assurance of the atmosphere pollution measurements performed in an accredited testing laboratory;

- The project dedicated to identify the methodologies of the performance evaluation of a food testing laboratory through inter-laboratories comparisons schemes was developed in partnership with other 8 institutions-*ICECHIM Chemical Research Institute*-was the project coordinator;

- And last but not least, the project developed and managed by INM during 2002-2004 which was about the physical-chemical laboratory development with the purpose of its accreditation as calibration laboratory. Under this project, the majority of the technical and specific physical-chemical quality documents were elaborated; the project purpose was to get laboratory's accreditation both as calibration laboratory as well as reference materials authorised producer.

During the period 2003-2005, the Physical-Chemical Laboratory obtained funding and implemented several research projects in the frame of the National Programme for Research, Development and Innovation Programmes-PNCDI funded by the Ministry of Education, Research and Youth; the projects carried out in the frame of **ORIZONT, CALIST-Quality and Standardization Programme, Excellence Research Programme- CEEX** and others types of projects, as follows:

- The project developed and managed by INM concerning the documentation and the elaboration of the specific field studies to align the physical-chemical reference standards of the under-accreditation calibration laboratory to the EU performances; the results obtained are regarding the development of the field'specific calibration methods in order to align them to the required compatibility with the harmonized European regulations;

- The project coordinated by the *National Institute for Safety Research and Development (INCDPM)* with INM partner among other partner institutions has contributed to the development of the reference methods for chemical agents concentration measurements in work environment;

- The project aiming with the certification of reference materials used in the field of environmental pollution (water, air, soil) was coordinated by the *National Research and Development Institute for*

chimici în mediul de muncă;

- Proiectul care a avut ca scop certificarea de materiale de referință utilizabile în domeniul poluării mediului (apă, aer, sol) coordonat de Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Ecologie Industrială-ECOIND a contribuit la elaborarea de metodologii de certificare a materialelor de referință și producere de materiale de referință de poluanți.

Apoi, în cadrul apelului **PNCDI 2007: Parteneriate în domenii prioritare**, în parteneriat cu UPB și ICECHIM-coordonator de proiect, INM a implementat proiectul privind stabilirea celor mai bune practici de evaluare a metodologiilor cu înaltă exactitate și sensibilitate de determinare a reziduurilor și contaminanților în produse alimentare [9]. Proiectul a contribuit atât la dotarea Colectivului Materiale de Referință cu echipamente dintre cele mai moderne cât și la promovarea de cercetări folosind tehnici și metodologii consistente cu practicile europene.

Și, nu în ultimul rând, în perioada 2010-2011, INM prin Colectivul Materiale de Referință a obținut finanțare din fonduri europene nerambursabile în cadrul „Programului Operațional Sectorial „Creșterea Competitivității Economice 2007-2013” și a contribuit la implementarea proiectului ce a avut ca scop dezvoltarea infrastructurii de cercetare-dezvoltare în domeniul metrologiei științifice prin îmbunătățirea performanțelor administrative și de management a activității de CD&I din BRML-INM [10]. În cadrul proiectului s-a documentat și elaborat strategia de cercetare în domeniul metrologiei științifice, s-a creat o structură administrativă și de management a activității de cercetare din BRML-INM, și anume, Centrul de Excelență în Metrologie (BRML-CEM) și s-a dezvoltat un sistem electronic de management, comunicare și administrare a activității de cercetare din domeniul metrologiei.

În afara acestor lucrări desfășurate de-a lungul anilor în cadrul programelor naționale de cercetare, Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice prin Colectivul Materiale de Referință a fost [11] și este implicat în Programul European de Cercetare în Metrologie-EMRP în cadrul proiectelor comune de cercetare (JRP) după cum urmează:

**JRP-ENV 08: Măsurări trasabile pentru monitorizare de poluanți critici în acord cu Directiva Cadru Apă (WFD-2000/60/EC)** proiect ce se implementează în perioada 2011-2014. Coordonator al proiectului este BAM-Germania și în proiect sunt implicate alte 9 organizații. Proiectul are ca obiectiv general fundamentarea bazei științifice și tehnice pentru obținerea de valori de concentrație trasabile și comparabile la măsurarea celor mai importanți poluanți

*Industrial Ecology-ECOIND*; the project contributed to the methodologies development for the reference materials certification as well as for the realization of some pollutants reference materials.

INM in partnership with ICECHIM and University Politehnica Bucharest during the 2007 programme call **PNCDI-Partnerships in the Priority Areas** have implemented the project regarding the best evaluation methodologies with high accuracy and high sensitivity for the determination of residues and contaminants in food products [9]. This project contributed to the acquisition of the modern equipments within the INM's Reference Materials Department and to the promoting the research techniques and consistent methodologies within the European practice.

And last but not least, the INM's Reference Materials Department obtained financing from the European funds during 2010-2011 in the frame of **“Operational Sectoral Programme-Increasing the Economic Competitiveness 2007-2013”** and contributed to the project implementation. The project aim was to develop the national scientific metrology research infrastructure by improving the BRML-INM administrative and management CD&I activities performances [10]. The project results are regarding the research strategy documentation and elaboration in the scientific metrology field, the development of an administrative and management structure concerning the research activities within BRML-INM called Centre of Excellence in Metrology (BRML-CEM) as well as the development of an electronic system for the management, communication and administration of the research activities within BRML-INM.

Besides the works presented above carried over the years in the frame of the national research programmes, the Physical-Chemical Laboratory via the Reference Materials Department was involved [11] and is still involved in some joint research projects (JRP) in the frame of the European Metrology Research Programme - EMRP, as follows:

**JRP-ENV 08: Traceable measurements for monitoring the water critical pollutants in accordance with the Water Framework Directive (WFD-2000/60/EC)**, the project that is implemented during 2011-2014 period. The project coordinator is BAM-Germany; other 9 organizations are also involved in this project. The project's overall objective is to document the scientific and technical issues in order to obtain traceable and comparable concentration results for the most important organic pollutants in water in accordance with the European directives in this field. The project's activities are carried out in several work packages concerning the development and validation

organici din apă în acord cu prevederile directivelor europene din domeniu. Activitățile proiectului se desfășoară în mai multe pachete de lucru și se referă, în special, la dezvoltarea și validarea de proceduri de măsurare a concentrației de substanțe organice în apă la nivelul de concentrație impus de Directiva Cadru Apă (WFD), și anume: TBT (Tributyltin), PBDE (Polybrominated Diphenyl Ethers), PAH (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons). INM este implicat, în special, în activitățile pachetelor de lucru referitoare la măsurarea concentrației de PAH-uri din apă.

**JRP-SIB 09: Etaloane primare pentru elemente provocatoare**” proiect ce se desfășoară în perioada 2012-2015. Obiectivul proiectului este de a contribui la asigurarea comparabilității rezultatelor măsurărilor chimice prin intermediul materialelor primare de Zn, Al, Mg, Mo și Rh, materiale a căror puritate și/sau compoziție chimică va fi atribuită cu exactitate ridicată în cadrul acestui proiect. Coordonator al proiectului este BAM-Germania, parteneri în proiect sunt 9 organizații iar activitățile proiectului se desfășoară în mai multor pachete de lucru ce se referă la determinarea de impurități în materiale metalice primare, caracterizare elementală și izotopică a materialelor primare, realizare și caracterizare de soluții standard în vederea utilizării lor la diseminarea unității de măsură în domeniul măsurării concentrației masice.

**JRP-SIB 64: Metrologia umidității în materiale solide** proiect ce se desfășoară în perioada 2013-2016, coordonator de proiect este NPL-Marea Britanie și are în consorțiu 9 parteneri. Scopul proiectului este de a dezvolta și valida metode primare de măsurare - metode gravimetrice și titrimetrice - pentru determinarea umidității unor produse alimentare, farmaceutice, lemn, hârtie, etc. De asemenea, se vor caracteriza instalații etalon și materiale de referință în vederea utilizării lor la asigurarea trasabilității rezultatelor măsurărilor de umiditate în materiale solide.

Așa cum se poate constata din cele prezentate mai sus, Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice a dobândit de-a lungul anilor capacități tehnice dintre cele mai variate, capacități ce sunt într-o continuă dinamică datorată nevoii de satisfacere a cerințelor liberei circulații a serviciilor și produselor ce implică și măsurări de mărimi fizico-chimice.

#### 4. MATERIALE DE REFERINȚĂ CERTIFICATE ÎN DOMENIUL MĂRIMILOR FIZICO-CHIMICE

Materialele de Referință Certificate (MRC-uri) sunt etaloane ce materializează mărimi fizico-chimice specifice și sunt folosite în activitățile curente ale

of the measurement procedures, in particular, for the concentration measurements of organic substances in water at concentration levels required by the Water Framework Directive (WFD). The corresponding organic substances are: TBT (Tributyltin), PBDE (“Polybrominated Diphenyl Ethers”), PAHs (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons). INM was mainly involved in the work packages activities of PAHs concentration measurements in water.

**JRP-SIB 09: Primary standards for challenging elements**”, the project that will be implemented during 2012-2015 period. The project’s objective is to contribute to the comparability assurance of the chemical measurement results through primary materials Zn, Al, Mg, Mo and Rh. The purity of these materials and/or their chemical composition will be assigned with high measurement accuracy. Coordinator of the project is BAM-Germany, there are 9 project’s partners organizations; the project activities are carried out in several work packages which are concerning the impurities determination in metallic primary materials, the elemental and isotopic characterization of these primary materials, the production and characterization of standard solutions to be worldwide available for mass concentrations unit dissemination.

**JRP-SIB 64: Metrology for Moisture in Materials**, the project that will run from 2013 to 2016. The project coordinator is NPL-UK and there are 9 partners. The project aim is to develop and validate some primary measurement methods as gravimetry and titrimetry methods for the moisture determining in some food products, pharmaceuticals, wood, paper, etc. The standard equipments as well as some reference materials will be characterized in such a way to ensure the traceability of moisture measurements results in some solid materials.

As a conclusion, the INM’s Physical-Chemical Laboratory succeeded to achieve the various technical capabilities as can be seen from the above presented activities based of many projects results; the technical capabilities already reached are in a dynamic evolution due to the need of the free movement of services and products satisfaction requirements, where physical-chemical measurements are needed.

#### 4. THE CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR THE PHYSICAL-CHEMICAL QUANTITIES

The Certified Reference Materials (CRMs) are the standards that materialize the specific physical-chemical quantities and they are used in the on-going laboratory’s activities for the measurement units dissemination in



laboratorului pentru transmiterea unităților de măsură în domeniu. Preocupările laboratorului în această direcție au fost și sunt în continuare foarte laborioase cu toate că nu vor fi descrise în acest articol. În Tabelul 3 sunt prezentate cele mai reprezentative tipuri de Materiale de Referință Certificate (MRC) produse de INM împreună cu caracteristicile lor metrologice, respectiv, intervalul de măsurare și incertitudinea de măsurare asociată. Câteva din rezultatele obținute de laborator pentru producerea și caracterizarea de materiale de referință au fost publicate de-a lungul anilor în mai multe lucrări [12], [13], [14], [15], [16] și nu numai.

the field. The laboratory's activities carried out for the production and characterisation of reference materials, although they are not described in this paper, they have been and are still very important and laborious. In Table 3 there are presented the most representative types of Certified Reference Materials CRMs produced by INM's laboratory with their metrological characteristics, the measurement range and the associated measurement uncertainty, respectively. Some of the laboratory's results from the production and characterization of the reference materials have been published over the years in several papers [12], [13], [14], [15], [16] and many others.

**Table 3** Tipuri de Materiale de Referință Certificate produse de INM

*Table 3: Types of Certified Reference Materials issued by NIM*

Tipul de MRC/CRM type	Intervalul de măsurare/ Measurement range	Incetitudinea de măsurare/ Measurement uncertainty (k=2)
Soluții etalon de conductivitate electrochimică/ Working standard solutions for electrolytic conductivity	(40...5000) $\mu\text{S/cm}$	1 % (rel)
Soluții etalon de pH/pH working standard Solutions, (t=20°C)	4,000; 6,880; 9,220	0,016
Soluții spectrometrice monoelement/ Spectrometric monoelemental solutions, (Cu, Pb, Zn, Cd etc.)	(0,500 ...1,000) g/L	1.5 % (rel)
Materiale de referință biochimice conținând Ca, Mg, glucoză, uree, creatinină/ Biochemical reference materials containing Ca, Mg, glucose, urea, creatinine (in amount concentration)	Similar cu serul normal și patologic/ Similar to the normal and pathologic sera range	(1 ... 10) %
Amestecuri etalon de gaze (CO, CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> ) în aer sau în N <sub>2</sub> / Working standards for gas mixtures (CO, CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> ) in air or in N <sub>2</sub>	(88.10 <sup>-6</sup> ... 9.10 <sup>-2</sup> ) ppm	(2.10 <sup>-6</sup> ... 0,1.10 <sup>-2</sup> ) ppm

Ponderea și importanța activității laboratorului în producerea și certificarea de materiale de referință este mult mai mare decât ceea ce s-a descris mai sus. Cu toate acestea, precizăm aici cel puțin faptul că Materialele de Referință Certificate produse de INM au trasabilitate asigurată la unitățile de măsură SI, prin propriile CMC-uri declarate în BIPM-KCDB și prin racordare la valorile etaloanelor și/sau materialelor furnizate de alte institute naționale de metrologie care au declarat CMC-uri în baza de date a BIPM-KCDB precum PTB-Physikalisch-Technische Bundesanstalt, NIST-National Institute of Standards and Technology, NMI-Nederlands Meetinstituut-Institute for Metrology and Technology, IRMM-Institute for Reference Materials and Measurements și altele institute de metrologie europene.

## 5. CONCLUZII

Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice din INM a participat la mai multe comparații internaționale în domeniul măsurării viscozității cinematice, a concentrației

The importance and the related laboratory's activities for the production and certification of the reference materials are much various than is described above. However, it is important to mention here at least the fact that the Certified Reference Materials produced by NIM are traceable to the SI units, via its own INM's declared CMCs that are already in to the BIPM-KCDB, but also via the standards and/or the materials that INM obtained from other national institutes of metrology that already have recognized CMCs in the BIPM-KCDB, institutes such as: PTB-Physikalisch-Technische Bundesanstalt, NIST-National Institute of Standards and Technology, NMI-Nederlands Meetinstituut-Institute for Metrology and Technology, IRMM-Institute for Reference Materials and Measurements and other European metrology institutes.

## 5. CONCLUSIONS

The INM's Physical-Chemical Laboratory has participated in many international comparisons in

masice și/sau molare a materialelor lichide și solide, a densității lichidelor și a umidității în materiale solide. Până la acest moment, multe dintre aceste comparații internaționale s-au finalizat cu recunoșterea capabilităților de etalonare și măsurare a INM în domeniul viscozității cinematice (7 CMC-uri) și în domeniul concentrației masice și/sau molare (14 CMC-uri).

La baza dezvoltării capabilității tehnice a laboratorului și a declarării capabilităților de măsurare și etalonare în domeniu a stat o susținută activitate de cercetare desfășurată de-a lungul anilor, atât în cadrul programului Biroului Român de Metrologie Legală (BRML) denumit: "Lucrări de întreținere a etaloanelor naționale, primare și de referință ale României", cât și în cadrul Programelor Naționale de Cercetare-Dezvoltare-Inovare (PNCDI) desfășurate de laborator încă din anul 2000 și până în prezent. De asemenea, participarea laboratorului în proiecte comune de cercetare în cadrul Programul European de Cercetare în Metrologie –EMRP va conduce la dezvoltarea de noi capabilități tehnice de măsurare și etalonare în domeniul specific metrologiei mărimilor fizico-chimice.

Marialele de Referință Certificate produse și certificate de Laboratorul Mărimi Fizico-Chimice sunt folosite la transmiterea unităților de măsură în domeniu și au trasabilitate asigurată la unitățile de măsură SI, prin propriile CMC-uri declarate în BIPM-KCDB cât și prin racordare la valorile etaloanelor și/sau materialelor furnizate de alte institute internaționale de metrologie care au declarat CMC-uri în baza de date a BIPM-KCDB.

## BIBLIOGRAFIE

1. B. Boiciuc, M. Buzoianu, Contribuția CIPM-MRA la dezvoltarea sistemului internațional de măsurare, *Metrologie* nr. 3/2009
2. I. Cîrneanu, G. State, Programul ASTM de cooperare în domeniul viscozității cinematice, *Metrologie* nr. 3/2011
3. S. Duță, Y. Aregbe, L. Van Nevel, P. Taylor, F. Iacobescu, IMEP in support of comparability of measurement results across the Romanian chemical metrology infrastructure, *Accred. Qual. Assur.* 2006, 10:554-561
4. S. Duță, P. Taylor, D. Boiciuc, F. Iacobescu, Improving Metrology in Chemistry Infrastructure in Romania via IRMM-JRC-EC colaboration, *Metrologie* nr. 2-3, 2008
5. M. Buzoianu și alții CCQM-K87, Mono-elemental Calibration Solutions, Final report, 2012
6. G. Mareș, Contribuții privind etalonarea densimetrelor din sticlă prin cântărire hidrostatică-Metoda Cuckow, *Metrologie*, nr. 1, 2011
7. G.V. Ionescu, M. Buzoianu, I.M. Popescu, Uncertainty evaluation of the Romanian reference standard for cereals moistures, *OIML BULLETIN*, Vol. XLV, Number 2, April 2004, 5-9
8. G.V. Ionescu, I.M. Popescu, Main factors influencing the uncertainty of cereal moisture measurement, *OIML BULLETIN*, Vol. XLVi, Number 4, October 2005, 13-18
9. F. Iacobescu, I.M. Popescu, M. Manolache, M.

the kinematic viscosity field, the mass and/or molar concentration measurements for liquid and solid materials, the density of liquids as well as the moisture in solid materials. Many of these international comparisons were finalised with the calibration and measurement capabilities recognition of the INM's capabilities for kinematic viscosity measurements (7 CMC's) and for mass and/or molar concentration measurements (14 CMCs);

The technical recognized measurement and calibration capabilities (CMCs) presented above are based on the results of the great applied research activities carried out by the laboratory's staff over many years of activities, starting from 2000 to present, both within the frame of Romanian Bureau of Legal Metrology (BRML) programme, respectively: 'The studies for the maintenance of the national, primary and reference standards of Romania' but also within the frame of the National Research-Development-Innovation Programmes (PNCDI). It is also important to mention, the laboratory's participation in the joint research projects in the frame of the European Metrology Research Programme (EMRP), the activities that will lead to the new technical capabilities development in the specific physical-chemical metrology.

The Certified Reference Materials produced and certified by the INM's Physical-Chemical Laboratory are used for the measurement units dissemination in this field and they are traceable to SI units provided by INM's own declared CMCs into BIPM-KCDB but also via the standards and/or materials purchased from other national institutes of metrology that have recognized CMCs in the BIPM-KCDB.

## REFERENCES

1. B. Boiciuc, M. Buzoianu, Contributia CIPM-MRA la dezvoltarea sistemului internațional de măsurare, *Metrologie* nr. 3/2009
2. I. Cîrneanu, G. State, Programul ASTM de cooperare în domeniul viscozității cinematice, *Metrologie* nr. 3/2011
3. S. Duță, Y. Aregbe, L. Van Nevel, P. Taylor, F. Iacobescu, IMEP in support of comparability of measurement results across the Romanian chemical metrology infrastructure, *Accred. Qual. Assur.* 2006, 10:554-561
4. S. Duță, P. Taylor, D. Boiciuc, F. Iacobescu, Improving Metrology in Chemistry Infrastructure in Romania via IRMM-JRC-EC colaboration, *Metrologie* nr. 2-3, 2008
5. M. Buzoianu și alții CCQM-K87, Mono-elemental Calibration Solutions, Final report, 2012
6. G. Mareș, Contribuții privind etalonarea densimetrelor din sticlă prin cântărire hidrostatică-Metoda Cuckow, *Metrologie*, nr. 1, 2011
7. G.V. Ionescu, M. Buzoianu, I.M. Popescu, Uncertainty evaluation of the Romanian reference standard for cereals moistures, *OIML BULLETIN*, Vol. XLV, Number 2, April 2004, 5-9
8. G.V. Ionescu, I.M. Popescu, Main factors influencing the uncertainty of cereal moisture measurement, *OIML BULLETIN*, Vol. XLVi, Number 4, October 2005, 13-18
9. F. Iacobescu, I.M. Popescu, M. Manolache, M.

Buzoianu, C. Sălciuanu, Contribuții la dezvoltarea de metode trasabile a contaminanților din alimente, *Metrologie* nr. 4, 2010

10. F. Iacobescu, S. Duță, R. Savu, A. Taină, „Îmbunătățirea performanțelor administrative și de management a activității de CD&I din domeniul metrologiei științifice-proiect finanțat din fonduri europene nerambursabile prin „Programul Operațional Sectorial „Creșterea Competitivității Economice 2007-2013”, *Metrologie* nr. 2/2011

11. M. Buzoianu, A. Duță, I. Sandu, L. Cîrneanu, M. Simionescu, I. Cîrneanu, Realizări ale Institutului Național de Metrologie în anul 2012, *Metrologie* 1-2, 2013

12. M. Buzoianu, Recent Developments in the production and Use of Reference Materials and Measurement Standards in Romania, International Conference on Metrology of Environmental, Food and Nutritional Measurements, 2008, Budapest, Hungary

13. S. Duță, M. Buzoianu, Certified Reference Materials in Spectrochemical Measurements. Measurement Uncertainty in this Field, Proceeding of 8<sup>th</sup> International Metrology Congress, 230-235, 1997

14. S. Duță, The use of spectro(photo)metric reference materials in chemical metrology-present status in Romania, *Fresenius J. Anal.Chem.*, Vol. 370, 2001

15. N. Ioniță, Măsurarea concentrației gazelor naturale tranzitate prin conducte magistrale cu ajutorul metodei gaz-cromatografice în vederea calculului puterii calorifice în unități de energie, *Metrologie* nr. 1-4, 2007

16. S. Duță, E. Ioniță, M-Ș. Crețu, M. Georgescu, Metrological approach of interlaboratory measurement results for the characterization of INM Reference Materials Code 14.01 and Code 14.02, 4th International Proficiency Testing Conference, 2013, Brașov, România

#### **Revizie științifică:**

*Dragoș BOICIUC*, doctor, cercetător științific gradul I, e-mail: dragoș.boiciuc@inm.ro

#### **Despre autori:**

*Steluța DUTĂ*, doctor, cercetător științific gradul I, e-mail: steluta.duta@inm.ro

*Mirella BUZOIANU*, doctor, cercetător științific gradul I, director al INM, e-mail: mirella.buzoianu@inm.ro

*Ioan CÎRNEANU*, doctor, cercetător științific gradul II, Șef al Laboratorului Mărimi Fizico-Chimice din INM, e-mail: cirneanu@inm.ro

*Gabriela STATE*, cercetător științific gradul III, e-mail: gabriela.state@inm.ro

*George Victor IONESCU*, doctor, cercetător științific gradul III, e-mail: victor.ionescu@inm.ro

*Gabriela MAREȘ*, cercetător științific gradul III, e-mail: gabriela.mares@inm.ro

*Nicuşor IONIȚĂ*, doctor, cercetător științific gradul III, e-mail: nicusor.ionita@inm.ro

Buzoianu, C. Sălciuanu, Contribuții la dezvoltarea de metode trasabile a contaminanților din alimente, *Metrologie* nr. 4, 2010

10. F. Iacobescu, S. Duță, R.Savu, A. Taină, „Îmbunătățirea performanțelor administrative și de management a activității de CD&I din domeniul metrologiei științifice-proiect finanțat din fonduri europene nerambursabile prin „Programul Operațional Sectorial „Creșterea Competitivității Economice 2007-2013”, *Metrologie* nr. 2/2011

11. M. Buzoianu, A. Duță, I. Sandu, L. Cîrneanu, M. Simionescu, I. Cîrneanu, Realizari ale Institutului Național de Metrologie în anul 2012, *Metrologie* 1-2, 2013

12. M. Buzoianu, Recent Developments in the production and Use of Reference Materials and Measurement Standards in Romania, International Conference on Metrology of Environmental, Food and Nutritional Measurements, 2008, Budapest, Hungary

13. S. Duță, M. Buzoianu, Certified Reference Materials in Spectrochemical Measurements. Measurement Uncertainty in this Field, Proceeding of 8<sup>th</sup> International Metrology Congress, 230-235, 1997

14. S. Duță, The use of spectro(photo)metric reference materials in chemical metrology-present status in Romania, *Fresenius J. Anal.Chem.*, Vol. 370, 2001

15. N. Ioniță, Măsurarea concentrației gazelor naturale tranzitate prin conducte magistrale cu ajutorul metodei gaz-cromatografice în vederea calculului puterii calorifice în unități de energie, *Metrologie* nr. 1-4, 2007

16. S. Duță, E. Ioniță, M-Ș. Crețu, M. Georgescu, Metrological approach of interlaboratory measurement results for the characterization of INM Reference Materials Code 14.01 and Code 14.02, 4th International Proficiency Testing Conference, 2013, Brașov, România

#### **Scientific revue:**

*Dragoș BOICIUC*, doctor, scientific researcher 1<sup>st</sup> degree, e-mail: dragoș.boiciuc@inm.ro

#### **About the authors:**

*Steluța DUTĂ*, doctor, scientific researcher 1<sup>st</sup> degree, e-mail: steluta.duta@inm.ro

*Mirella BUZOIANU*, doctor, scientific researcher 1<sup>st</sup> degree, director at MIN, e-mail: mirella.buzoianu@inm.ro

*Ioan CÎRNEANU*, doctor, scientific researcher 2<sup>nd</sup> degree, Head of Physico-chemical quantities laboratory at MNI, e-mail: cirneanu@inm.ro

*Gabriela STATE*, scientific researcher 3<sup>rd</sup> degree, e-mail: gabriela.state@inm.ro

*George Victor IONESCU*, doctor, scientific researcher 3<sup>rd</sup> degree, e-mail: victor.ionescu@inm.ro

*Gabriela MAREȘ*, scientific researcher 3<sup>rd</sup> degree, gabriela.mares@inm.ro

*Nicuşor IONIȚĂ*, doctor, scientific researcher 3<sup>rd</sup> degree, e-mail: nicusor.ionita@inm.ro