

# INTERLABORATORY MASS MEASUREMENT COMPARISON IN LATVIA

## МЕЖЛАБОРАТОРНОЕ СРАВНЕНИЕ ЛАБОРАТОРИЙ ИЗМЕРЕНИЯ МАССЫ В ЛАТВИИ

M.sc.ing. Ivanova T.,  
Faculty of Mechanical Engineering – Riga Technical University, Latvia

**Abstract:** *The paper presents interlaboratory comparison of Latvian mass measurement laboratories using a set of reference weights from 100 mg to 20 kg. Their results have been compared with reference value established by project coordinator and information contained in their accreditation certificates. The comparison shows that most participants are too optimistic about their own measurement abilities.*

**Keywords:** INTERLABORATORY COMPARISON, MASS METROLOGY, ACCREDITATION

### 1. Введение

Для того, чтобы убедиться в правильности измерений, лабораториям необходимо участвовать в межлабораторных сравнениях.

Впервые в Латвии было проведено межлабораторное сравнение аккредитованных лабораторий измерения массы. Межлабораторное сравнение проводилось совместно Рижским техническим университетом и Государственным агентством метрологии и аккредитации, которое в дальнейшем будем называть пилотной лабораторией (PL). 4 лаборатории-участника следовали указаниям пилотной лаборатории.

Основными задачами пилотной лаборатории являются выбор и приглашение лабораторий-участников, выбор измеряемого объекта (набора гирь) и многократная калибровка, определение маршрута измеряемого объекта по лабораториям-участникам и анализ данных. Анализ результатов пилотной лаборатории включает в себя вычисление референтного значения, сравнение результатов участников и референтного значения. Результаты участников сравниваются также с допустимой неопределенностью и наилучшей способностью измерения.

Организатором проведения межлабораторного сравнения являлось Государственное агентство метрологии и аккредитации (бывший Латвийский Национальный Метрологический центр). Для проведения межлабораторного сравнения были выбраны 4 аккредитованных лаборатории, которые в дальнейшем будем называть как лаборатории: «А», «В», «С» и «D».

### 2. Ход работы

В качестве измеряемого объекта были выбраны гири со следующими номиналами:

- а) класса точности  $E_1$ : 100 мг;
- б) класса точности  $F_1$ : 1 г, 50 г, 100 г, 500 г, 1 кг и 20 г.

Выбранные гири были многократно откалиброваны в течение одного года перед проведением межлабораторного сравнения. Калибровка производилась в пилотной лаборатории на высокоточных компараторах массы «Sartorius».

Компараторы массы - особый вид высокоточных весов, предназначенный для определения массы методом сравнения. Масса измеряемого образца сравнивается с массой эталонной гири. Для этого несколько раз поочередно взвешиваются эталонная гиря ("А") и образец ("В"). Затем выполняется вычисление условной массы и неопределенности измеряемого образца. Эти вычисления выполняются контроллером компаратора или на компьютере, к которому подключен компаратор.

Пилотная лаборатория дала задание лабораториям-участникам найти условную массу и расширенную неопределенность гирь с наивысшей возможной точностью. Был выбран звездообразный маршрут эталонов. После каждого участника гири калибровались еще раз в пилотной лаборатории, чтобы обнаружить возможное повреждение.

### 3. Анализ результатов

Референтное значение – это значение, полученное в пилотной лаборатории, которое является наиболее близким к истинному значению.

Предположим, что некоторые из калибровочных результатов оказались ошибочными. Причинами таких ошибок могут являться неисправное электропитание, потоки воздуха, толчки фундамента здания, в котором стоят компараторы массы. Но основной целью пилотной лаборатории является определение референтного значения, которое будет наиболее близким действительному значению. Примем, что полученные результаты подчиняются закону нормального распределения. Применяв доверительный интервал 99%, можно произвести фильтрацию результатов по правилу «трех сигм»: отбрасываются те значения, которые лежат за пределами трех стандартных отклонений от среднего.

Из выбранных результатов далее можно определить референтное значение условной массы как среднее арифметическое значение:

$$(1) \quad \Delta m'_{PL} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m'_{PLi}$$

Неопределенность референтного значения состоит из компонент типа А и типа Б. Неопределенность типа А вычисляется по измеренным значениям. В нашем случае:

$$(2) \quad u_A(\Delta m'_{PL}) = \frac{s'(\Delta m'_{PL})}{\sqrt{n}}$$

Неопределенность типа Б определяется следующими факторами: неопределенность и дрейф эталона, влияние аэростатических сил и неопределенность компаратора. Для каждого из них выбирается наибольшее значение по всем измерениям PL, чтобы гарантировать результат.

$$(3) \quad u_B(\Delta m'_{PL}) = \sqrt{\left(\frac{U'_{\max}}{k}\right)^2 + u^2_d(m_{cr})_{\max} + u_b^2 + u_{ba}^2}$$

Комбинированная стандартная неопределенность:

$$(4) \quad u_{PL}(\Delta m'_{PL}) = \sqrt{u_A^2(\Delta m'_{PL}) + u_B^2(\Delta m'_{PL})}$$

Расширенная неопределенность при доверительном интервале 95%:

$$(5) \quad U(m'_{PL}) = 2u_{PL}(m'_{PL})$$

В таблице 1 приведены вычисленные таким образом референтные значения условной массы и неопределенности для всех гирь. Каждый участник выслал полученные результаты калибровки, которые отображены в таблицах 2 и 3.

Таблица 1. Рефертные значения массы

Номинал	Условная масса, мг
100 мг	-0,00001 ± 0,0022
1 г	-0,0002 ± 0,0023
50 г	-0,051 ± 0,012
100 г	+0,035 ± 0,015
500 г	+0,347 ± 0,062
1 кг	-0,308 ± 0,311
20 кг	+7,988 ± 16,088

Таблица 2. Результаты участников

Номиналы	А		В	
	Δm, мг	U(m), мг	Δm, мг	U(m), мг
100 мг	+ 0,012	± 0,032	- 0,0010	± 0,0017
1 г	+ 0,007	± 0,031	+ 0,001	± 0,004
50 г	+ 0,033	± 0,042	- 0,060	± 0,021
100 г	+ 0,011	± 0,058	+ 0,034	± 0,016
500 г	+ 1,090	± 1,584	+ 0,303	± 0,081
1 кг	+ 3,184	± 2,103	- 0,385	± 0,160
20 кг	+ 339,73	± 118,39	+ 4,00	± 13,67

Таблица 3. Результаты участников

Номиналы	С		D	
	Δm, мг	U(m), мг	Δm, мг	U(m), мг
100 мг	+ 0,013	± 0,142	+ 0,010	± 0,026
1 г	+ 0,030	± 0,156	+ 0,002	± 0,026
50 г	- 0,160	± 0,222	- 0,073	± 0,033
100 г	+ 0,010	± 0,308	+ 0,055	± 0,046
500 г	- 0,200	± 4,591	+ 0,449	± 0,120
1 кг	- 1,000	± 4,977	- 1	± 230
20 кг	+ 9,51	± 58,50	+ 49	± 230

Чтобы сравнить результаты пилотной лаборатории с лабораториями-участниками, можно использовать коэффициент  $E_n$ , который характеризует нормализованное отклонение и рассчитывается как:

$$(6) \quad E_n = \frac{(m_i - m'_{PL})}{\sqrt{U^2(m_i) + U^2(m'_{PL})}}$$

Результат считается допустимым, если  $|E_{n,i}| \leq 1$ .

В таблице 4 отражены полученные результаты сравнения (коэффициент  $E_n$ ) для каждой лаборатории.

Таблица 4. Коэффициенты  $E_n$  участников

Номинал	А	В	С	D
100 мг	0,37	-0,35	0,09	0,18
1 г	0,23	0,26	0,19	0,08
50 г	<b>1,93</b>	-0,37	-0,49	-0,62
100 г	-0,41	-0,06	-0,08	0,41
500 г	0,47	-0,43	-0,12	0,75
1 кг	<b>1,64</b>	-0,22	-0,14	0,00
20 кг	<b>2,78</b>	-0,19	0,03	0,18

В аккредитационном сертификате каждого участника указывается класс точности и наилучшая способность измерения для каждого допущенного номинала гирь. Оценим расширенную неопределённость, полученную в лабораториях «А», «В», «С» и «D». Из международной рекомендации OIML R111 известно, что полученная расширенная неопределённость гири не должна превышать одной трети от допускаемой погрешности данного номинала в зависимости от его класса точности. В таблицах 5 и 6 для каждой лаборатории слева отображена фактическая неопределённость, а справа допускаемая неопределённость, то есть  $U_{\text{допуск}} = \sigma/3$ . Фактические значения, превышающие допустимые, обозначены жирным шрифтом.

Таблица 5. Допустимая и фактическая неопределённость

Номиналы	А (класс M <sub>1</sub> )		В (класс F <sub>1</sub> )	
	Факт. мг	Доп. мг	Факт. мг	Доп. мг
100 мг	0,032	0,166	0,0017	0,0167
1 г	0,031	0,333	0,004	0,033
50 г	0,042	1,0	0,021	0,100
100 г	0,058	1,667	0,016	0,167
500 г	1,584	8,33	0,081	0,833
1 кг	2,103	16,67	0,160	1,667
20 кг	118,39	333	13,67	33,3

Таблица 6. Допустимая и фактическая неопределённость

Номиналы	С (класс F <sub>1</sub> )		D (класс F <sub>1</sub> )	
	Факт. мг	Доп. мг	Факт. мг	Доп. мг
100 мг	0,142	-	0,026	-
1 г	<b>0,156</b>	0,033	0,026	0,033
50 г	<b>0,222</b>	0,100	0,033	0,100
100 г	<b>0,308</b>	0,167	0,046	0,167
500 г	<b>4,591</b>	0,833	0,120	0,833
1 кг	<b>4,977</b>	1,667	230	-
20 кг	<b>58,50</b>	33,3	230	-

Сравним фактическую неопределённость также с наилучшей способностью измерения. В таблицах 7 и 8 для каждой лаборатории слева отобразим её заявленную наилучшую способность измерения (НСИ) из аккредитационного сертификата, а справа полученную неопределённость в процессе межлабораторного сравнения. Здесь также отметим жирным неверные результаты.

Таблица 7. Фактическая неопределённость и НСИ

Номиналы	А (класс M <sub>1</sub> )		В (класс F <sub>1</sub> )	
	Факт. мг	НСИ мг	Факт. мг	НСИ мг
100 мг	0,032	0,17	0,0017	0,016
1 г	0,031	0,21	0,004	0,033
50 г	0,042	0,25	0,021	0,10
100 г	0,058	0,25	0,016	0,16
500 г	<b>1,584</b>	1,3	0,081	0,83
1 кг	<b>2,103</b>	1,7	0,160	1,6
20 кг	<b>118,39</b>	91	13,67	<b>100</b>

Таблица 8. Фактическая неопределённость и НСИ

Номиналы	С (класс F <sub>1</sub> )		D (класс F <sub>1</sub> )	
	Факт. мг	НСИ мг	Факт. мг	НСИ мг
100 мг	0,142	-	0,026	-
1 г	<b>0,156</b>	0,14	<b>0,026</b>	0,025
50 г	<b>0,222</b>	0,20	<b>0,033</b>	0,029
100 г	<b>0,308</b>	0,26	<b>0,046</b>	0,036
500 г	<b>4,591</b>	4,2	<b>0,120</b>	0,011
1 кг	<b>4,977</b>	4,6	230	-
20 кг	<b>58,50</b>	41,1	230	-

#### 4. Заключение

- 1) Лаборатория «А» занизила неопределённость номиналов 50 г и 1 кг, что привело к недопустимому коэффициенту  $E_n$ . Имеются технические проблемы с номиналом 20 кг, т.к. увеличение неопределённости до максимума все равно не снизит  $E_n$  до приемлемой величины. Неверно рассчитана НСИ для 500 г, 1 кг, 20 кг.
- 2) У лаборатории «В» НСИ номинала 20 кг не соответствует классу точности.
- 3) Лаборатория «С» вообще не соответствует заявленному классу точности.
- 4) Лаборатория «D» неверно рассчитывает НСИ.

Результаты большинства участников можно считать приемлемыми с технической точки зрения (коэффициент  $E_n$ ), но у всех имеются проблемы с расчетом неопределенности и НСИ. Лаборатории излишне оптимистично оценивают свои способности, не считаясь с международными рекомендациями.

Использованный метод межлабораторного сравнения может быть использован и в других странах, а с некоторыми изменениями – и для других физических величин.

## **5. Литература**

- [1] International Organization of Legal Metrology. “International Recommendation OIML R 111” (2004).
- [2] ISO Guide 43-1:1997: “Proficiency testing by interlaboratory comparisons -- Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes” (1997).
- [3] ISO 13528: “Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons” (2005).
- [4] JCGM 100:2008: “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement” (2008).
- [5] Manfred Kochsiek, Michael Gläser. “Comprehensive Mass Metrology”. Wiley-VCH (2000).
- [6] Jorge Nava, Luis O. Becerra et al. “Interlaboratory mass comparison between laboratories belonging to SIM – sub-regions coordinated by CENAM”. CENAM, Mexico (2006).
- [7] M. João Nunes, M. J. Guiomar Lito, M. Filomena Camões, Eduarda Filipe. “Portuguese pH Interlaboratory Comparison”. XIX IMEKO World Congress Fundamental and Applied Metrology , pp. 2606-2609 (2009).
- [8] Ivo Leito , Tiina Kukk . “Interlaboratory Comparison Measurement EstOil-1 . Final report ”. Testing Centre, University of Tartu , Werol Tehased AS , Tartu (2005 ).
- [9] ISO 17025: “General requirements for the competence of testing and calibration laboratories” (2005).