

RIFERIBILITÀ DELLE MISURE - VERIFICA DELLE TARATURE INTERNE

**inquadramento normativo
riferibilità metrologica
esempi: taratura di bilance e di termometri**

Mario Mosca
Dipartimento Laboratori di Taratura
011 3 919 735
339 4 194 212 **m.mosca@accredia.it**

**Riunione di aggiornamento per ispettori ACCREDIA Dipartimenti DL e DS,
Roma, 6 e 7 ottobre 2011**

Joint Committee for Guides in Metrology: BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML

DOCUMENTI JCGM - WORKING GROUP 1		DOCUMENTI ISO/IEC
JCGM 100:2008	Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM))	ISO/IEC Guide 98-3:2008 UNI CEI ENV 13005
JCGM 101:2008	Evaluation of measurement data - Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" - Propagation of distributions using a Monte Carlo method	ISO/IEC Guide 98-3/Suppl.1:2008
JCGM 102	Evaluation of measurement data - Supplement 2 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" - Models with any number of output quantities,	
JCGM 103	Evaluation of measurement data - Supplement 3 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" - Modelling	
JCGM 104:2009	Evaluation of measurement data - An introduction to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" and related documents	ISO/IEC Guide 98-1:2009
JCGM 105	Evaluation of measurement data - Concepts and basic principles	
JCGM 106	Evaluation of measurement data - The role of measurement uncertainty in conformity assessment	
JCGM 107	Evaluation of measurement data - Applications of the least-squares method	

DOCUMENTI JCGM - WORKING GROUP 2		DOCUMENTI ISO/IEC e UNI
JCGM 200:2008	International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)	ISO/IEC Guide 99:2007 UNI CEI 70099:2008

Le Système international d'unités (SI)

english version:

The International System of Units (SI)

in www.bipm.org

8° edizione

EA-4/02 rev 0:1999 Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration
tradotta in SIT Doc-519:2005

5.6 Riferibilità delle misure - definizioni

CAMPIONE DI MISURA

Realizzazione della definizione di una **grandezza**, con un **valore** stabilito e una **incertezza di misura** associata, impiegata come riferimento.

NOTA 1 Una realizzazione della definizione di una ***grandezza***, citata nella presente definizione, può essere ottenuta per mezzo di un **sistema di misura**, un **campione materiale** o un **materiale di riferimento**.

ESEMPIO 6 *Materiale di riferimento* che fornisce i **valori** e le rispettive **incertezze di misura** associate per la concentrazione di massa di 10 proteine diverse.

[VIM 5.1]

5.6 Riferibilità delle misure - definizioni

MATERIALE DI RIFERIMENTO

Materiale sufficientemente omogeneo e stabile rispetto a proprietà specificate, che si è stabilito essere idoneo per l'utilizzo previsto in una misurazione o nell'esame di proprietà classifichatorie.

[VIM 5.13]

MATERIALE DI RIFERIMENTO CERTIFICATO CRM

[VIM 5.14]

Vedi le Guide ISO 30 - 35

Campioni di
riferimento

Materiali di
riferimento
certificati

TARATURA

[VIM 2.39]

Operazione eseguita in condizioni specificate, che in una prima fase stabilisce una relazione tra i valori di una grandezza, con le rispettive incertezze di misura, forniti da campioni di misura, e le corrispondenti indicazioni, comprensive della *incertezza di misura* associate, e in una seconda fase usa queste informazioni per stabilire una relazione che consente di ottenere un risultato di misura a partire un' *indicazione*.

NOTA NAZIONALE Il termine “*calibrazione*” non dovrebbe essere usato per designare la *taratura*.

NOTA 2 La *taratura* non dovrebbe essere confusa con la **regolazione di un sistema di misura**, che in alcuni settori è spesso chiamata erroneamente “*autotaratura*”, e neppure con la **verifica** dello stato di *taratura*.

CONFERMA METROLOGICA:

Insieme delle operazioni richieste per garantire che un'apparecchiatura per misurazione sia conforme ai requisiti per l'utilizzazione prevista.

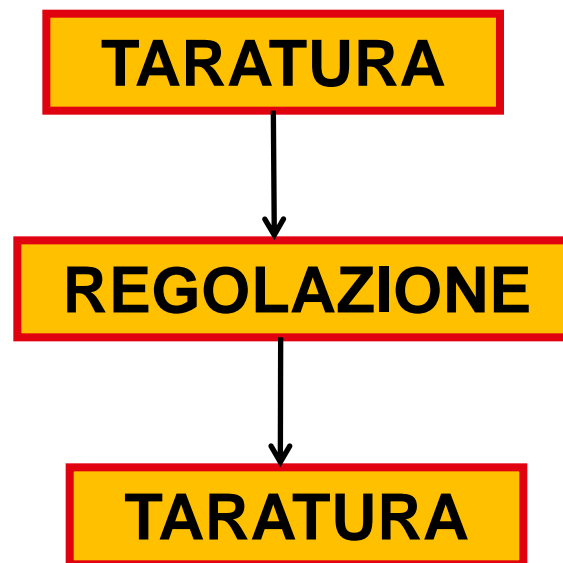
UNI EN ISO 10012:2004

NOTA: La conferma metrologica generalmente comprende: la taratura e verifica; ogni aggiustamento o riparazione necessari e la **conseguente nuova taratura**; il confronto con i requisiti metrologici per l'utilizzo previsto dell'apparecchiatura; ogni sigillatura ed etichettatura richiesta.

UNI CEI EN ISO/IEC 17025

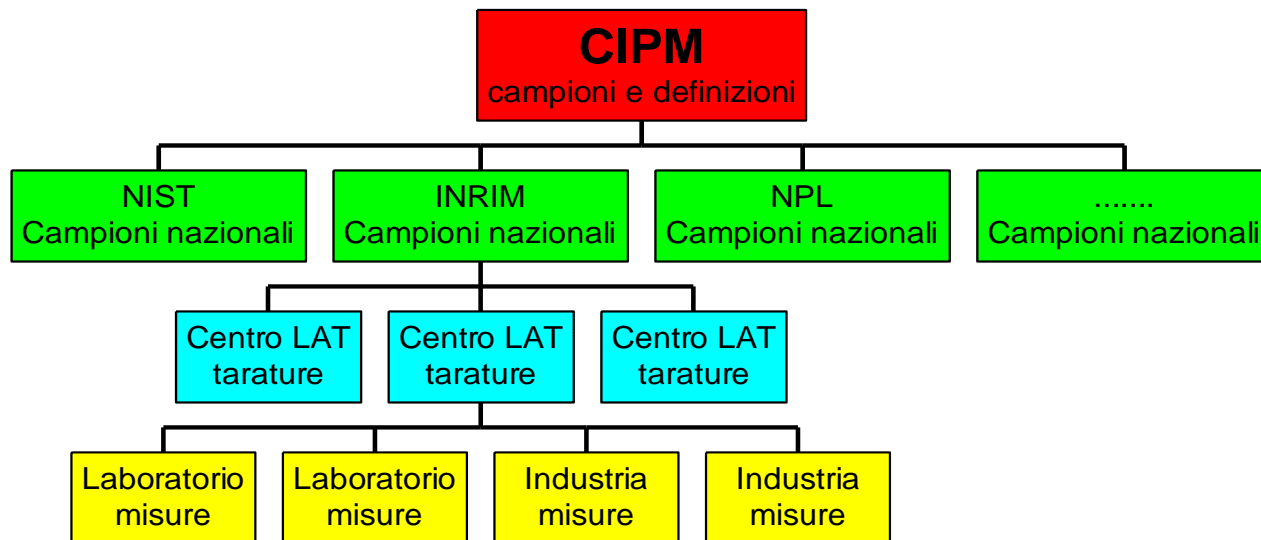
5.10.4.3

Quando uno strumento soggetto a taratura è stato **messo a punto** o riparato, si devono riportare i risultati della taratura prima e dopo la **messa a punto** o la riparazione, se disponibili.



Riferibilità metrologica: proprietà di un risultato di misura per cui esso è posto in relazione a un riferimento attraverso una catena ininterrotta di tarature, ciascuna delle quali contribuisce all'incertezza di misura.

[VIM, 2.41]



5.6 Riferibilità delle misure

ACCREDIA (ove applicabile) richiede che:

- Le misure siano riferibili ai campioni delle unità del S.I.
- Ogni taratura della catena di riferibilità venga eseguita secondo procedure tecniche appropriate.
- I Laboratori forniscano **evidenza formale** della riferibilità (certificati di Istituti Metrologici Nazionali firmatari del CIPM MRA o di laboratori di taratura accreditati da organismi firmatari dei mutui riconoscimenti EA o ILAC).
- La **periodicità** delle tarature sia basata su dati oggettivi e dipendente dalle condizioni operative degli strumenti e dei campioni di riferimento.



SNT Sistema Nazionale di Taratura

- Istituito con la legge n° 273 del 1991
- Costituito dagli Istituti Metrologici Primari (INRIM, INMRI/ENEA), che realizzano, conservano e disseminano i campioni primari delle unità di misura del Sistema SI
- La disseminazione può essere effettuata direttamente dagli Istituti Primari o indirettamente, tramite i Centri di Taratura.

RECONNAISSANCE MUTUELLE

DES ÉTALONS NATIONAUX DE MESURE
ET DES CERTIFICATS D'ÉTALONNAGE ET DE MESURAGE
ÉMIS PAR LES LABORATOIRES NATIONAUX DE MÉTROLOGIE

Arrangement rédigé par le Comité international des poids et mesures (CIPM) en vertu de l'autorité qui lui est conférée par les États membres de la Convention du Mètre.

MUTUAL RECOGNITION

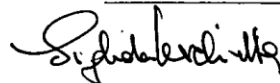


OF NATIONAL MEASUREMENT STANDARDS
AND OF CALIBRATION AND MEASUREMENT CERTIFICATES
ISSUED BY NATIONAL METROLOGY INSTITUTES

Arrangement drawn up by the International Committee of Weights and Measures under the authority given to it in the Metre Convention.

Ce document sera soumis à la signature des directeurs des laboratoires nationaux de métrologie (LNM) des États membres de la Convention du Mètre, à partir du 14 octobre 1999, date de leur réunion à l'occasion de la 21^e Conférence générale des poids et mesures.

This document will be open for signature by directors of the national metrology institutes (NMIs) of the Member States of the Metre Convention starting from 14th October 1999, at a meeting of directors that will take place on the occasion of the 21st General Conference of Weights and Measures.

Nom/Name Signature	LNM/NMI*	État/State	BIPM Signature
-----------------------	----------	------------	-------------------

	IEN IMGC INMPEL		
---	-----------------------	--	--

*Tous les laboratoires et instituts mentionnés dans cette colonne participent à cet arrangement.
This arrangement covers all the institutes listed here.

CIPM MRA

Mutuo

riconoscimento tra

gli istituti

metrologici

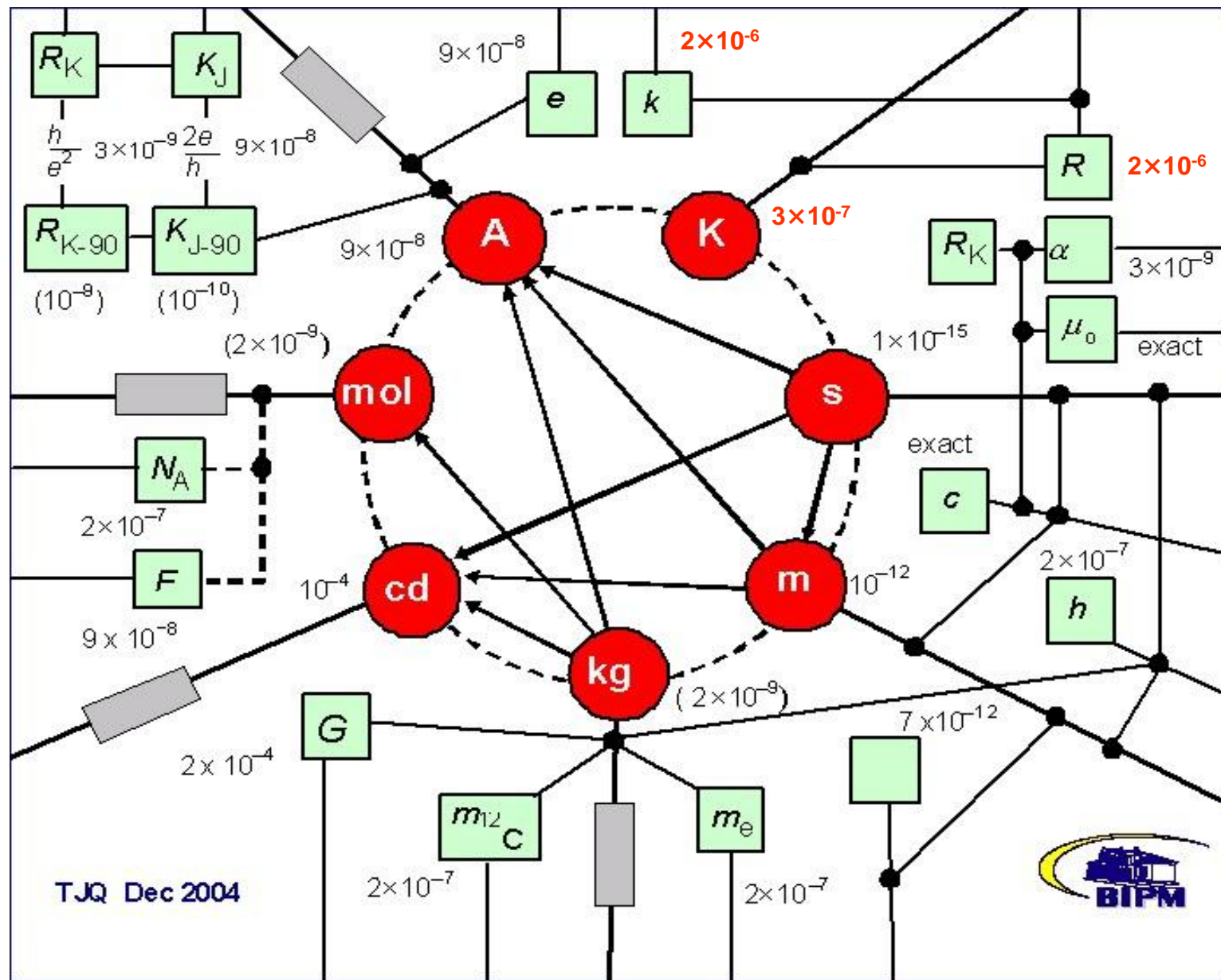
nazionali.

14 ottobre 1999

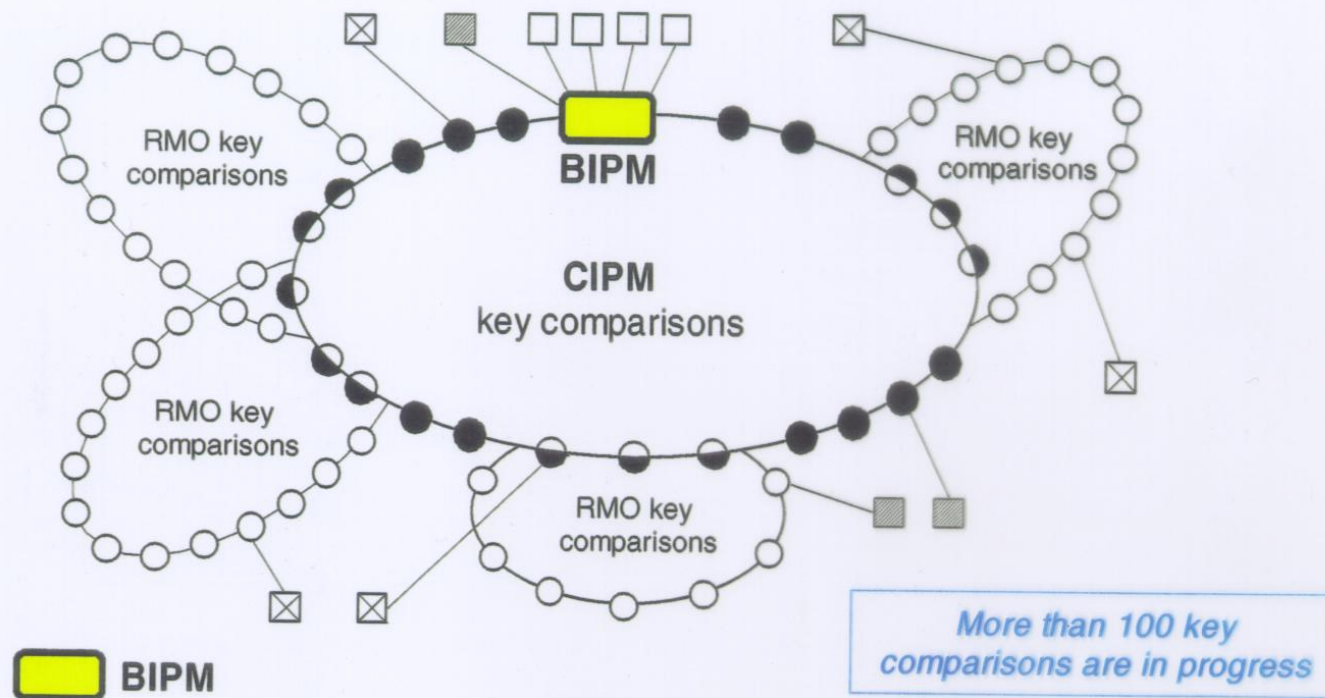
SI base units

Grandezze fondamentali SI

Grandezza fondamentale	Nome	Simbolo
lunghezza	metro	m
massa	chilogrammo	kg
tempo	secondo	s
corrente elettrica	ampere	A
temperatura termodinamica	kelvin	K
quantità di sostanza	mole	mol
intensità luminosa	candela	cd



Scheme for key comparisons



More than 100 key comparisons are in progress


BIPM

- NMI participating in CIPM key comparisons.
- ◐ NMI participating in CIPM key comparisons and in RMO key comparisons.
- NMI participating in RMO key comparisons.
- NMI participating in ongoing BIPM key comparisons.
- ⊠ NMI participating in a bilateral key comparison.
- ▣ International organization signatory to MRA.



Tarature interne: pianificazione

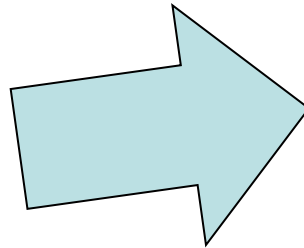
Per ogni grandezza (ed ogni campo di misura) definire come determinare, ed i criteri di accettazione, per:

- Linearità (quanti punti, massimo scostamento..)
- Ripetibilità  **incertezza** (criteri...)
- Altri parametri caratteristici dello strumento (es. carico decentrato per le bilance, isteresi, etc.)
- E' importante, prima, definire i requisiti (tolleranze, incertezze richieste) che serviranno a scegliere i campioni (più o meno costosi) per la taratura.

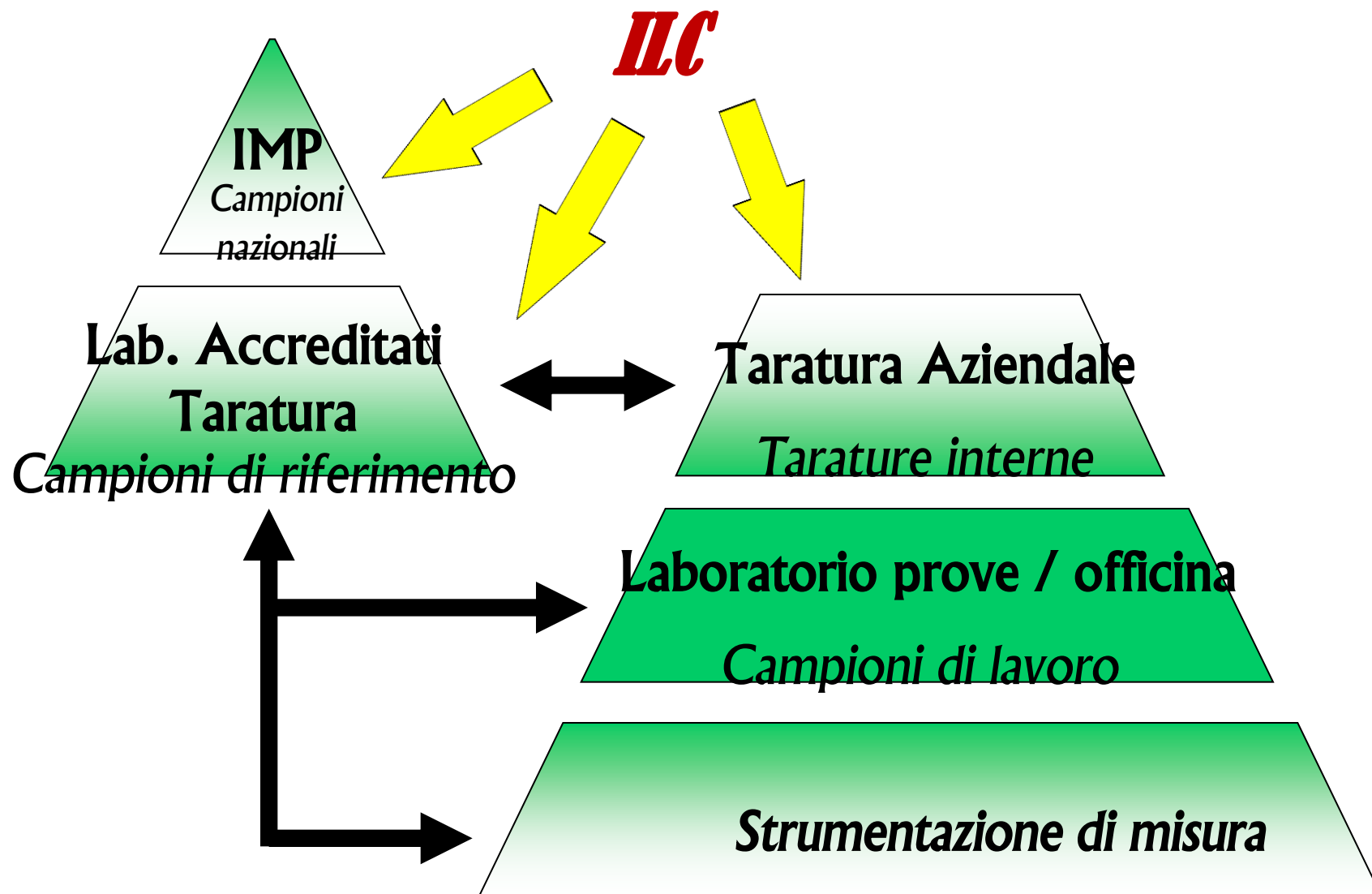
Riferibilità al S.I.

Nel settore chimico la
riferibilità spesso è
ottenibile solo con materiali
di riferimento

immagine del
chilogrammo
prototipo
internazionale



Il processo di riferibilità delle misure



Materiali di riferimento

- **IIS** Institute for Interlaboratory studies. **Settore petrolifero.**
- **JRC-IRMM** - Institute for Reference Materials and Measurements **Materiali di riferimento BCR.**
- **LGC** - Laboratory of Government Chemist. **Materiali di riferimento nei settori biomedico, ambientale, agroalimentare, industriale.**
- **NIST** (ex NBS) Standard Reference Materials.
- **SCC** - Standard Council of Canada
- **UNICHIM** ha pubblicato il Manuale N. 197 - Guida alla scelta e all'uso dei materiali di riferimento.
- **COMAR** (www.comar.bam.de) banca dati dei materiali di riferimento, è accessibile gratuitamente

Materiali di riferimento

ACCREDIA – DT ha accreditato i seguenti Laboratori come produttori di materiali di riferimento certificati in conformità a ISO/IEC 17025 e Guida ISO 34:

LAT143	SIAD	miscele di gas
LAT186	CHEMIFARM	soluzioni di saccarosio in acqua
LAT211	ISPRA	metalli in matrice di suolo/sedimenti ioni in matrice acquosa



La Taratura delle Bilance

A. Cappa,

M. Mosca,

m.mosca@accredia.it

P. Giardina,

p.giardina@itcgr.net

G. Ficco,

ficco@unicas.it



Massa: kilogrammo (kg)

Definizione:

Il kilogrammo è l'unità di massa; esso è uguale alla massa del prototipo Internazionale.

Nota: Il prototipo è costituito da un cilindro di platino-iridio di altezza uguale al diametro conservato presso il BIPM. Per motivi di stabilità a lungo termine è auspicabile un prossimo collegamento dell'unità di massa con le costanti fondamentali e atomiche.

Il campione nazionale è la copia n. 62 del prototipo internazionale conservato presso l'INRIM, con il suo testimone n. 76. Presso il Ministero Attività Produttive esistono anche le copie n. 5 e n. 19 denominate rispettivamente Prototipo nazionale del primo e del secondo ordine, impiegati in metrologia legale.

Riferimenti

- UNI CEI EN 45501 "Aspetti metrologici di strumenti per pesare non automatici", Gennaio 1998
- EURAMET/cg-18/v.02:2010 "Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments"
- SIT/Tec-003/03 "Linea guida per la taratura di bilance"
- OIML R111:2004 "International recommendation on weights of classes E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} , and M_3 "
- OIML D28 « Conventional value of the result of weighing in air", 2004

Campioni di riferimento

Nelle misure in cui è previsto l'uso di campioni di massa tarati, si presuppone che di questi sia noto il **"valore convenzionale di massa"** m_c , inteso come:

"la massa di un campione avente la densità uguale a 8000 kg m^{-3} alla temperatura di $20 \text{ }^\circ\text{C}$, il quale equilibra, su una bilancia ideale, il corpo in aria avente densità $1,2 \text{ kg m}^{-3}$ alla temperatura di $20 \text{ }^\circ\text{C}$ "

$$m_c \left(1 - \frac{1,2}{8000} \right) = m \left(1 - \frac{1,2}{\rho_m} \right)$$

m_c : massa convenzionale m : massa ρ_m : densità in kg/m^3

Scelta dei campioni di riferimento

Considerando che:

- I campioni devono essere **TARATI**
- È opportuno scegliere dei campioni con incertezza estesa di taratura inferiore a $1/3$ *uf* della bilancia in taratura
- La scelta della pesiera vincola l'incertezza che si potrà ottenere nella taratura.

Scelta del campione

Portata	Unità di formato (<i>uf</i>) della bilancia									
	0,1 µg	1 µg	10 µg	100 µg	1 mg	10 mg	100 mg	1 g	10 g	100 g
≤ 50 kg							E2	F2	M2	M3
≤ 20 kg							E2	F2	M2	M3
≤ 10 kg					E1	E1	F1	M1	M3	M3
≤ 5 kg					E1	E2	F2	M2	M3	M3
≤ 2 kg				E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3
≤ 1 kg				E1	E1	F1	M1	M3	M3	
≤ 500 g				E1	E2	F2	M2	M3	M3	
≤ 200 g			E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3	
≤ 100 g			E1	E1	F1	M1	M3	M3		
≤ 50 g			E1	E1	F1	M1	M3	M3		
≤ 20 g		E1	E1	E2	F2	M2	M3	M3		
≤ 10 g		E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 5 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 2 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2	M3			
≤ 1 g	E1	E1	E1	E2	F2	M2				

Tempi di stabilizzazione

ΔT	Valore della massa	Classe E2	Classe F1	Classe F2
$\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$	10, 20, 50 kg	27 h	12 h	3 h
	1, 2, 5 kg	12 h	6 h	2 h
	100, 200, 500 g	5 h	3 h	1 h
	10, 20, 50 g	2 h	1 h	0,5 h
	< 10 g	1 h		
$\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$	10, 20, 50 kg	18 h	4 h	1 h
	1, 2, 5 kg	8 h	3 h	1 h
	100, 200, 500 g	4 h	2 h	0,5 h
	10, 20, 50 g	1 h	1 h	0,5 h
	< 10 g	1 h		
$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$	10, 20, 50 kg	10 h	1 h	0,5 h
	1, 2, 5 kg	5 h	1 h	0,5 h
	100, 200, 500 g	3 h	1 h	0,5 h
	< 100 g	0,5 h		

Prove preliminari

- **Verifica della funzionalità**
- **Verifica dell'installazione**
- **Sensibilità ad effetti magnetici**
- **Determinazione del tempo di stabilizzazione della lettura**
- **Sensibilità all'eccentricità del carico**

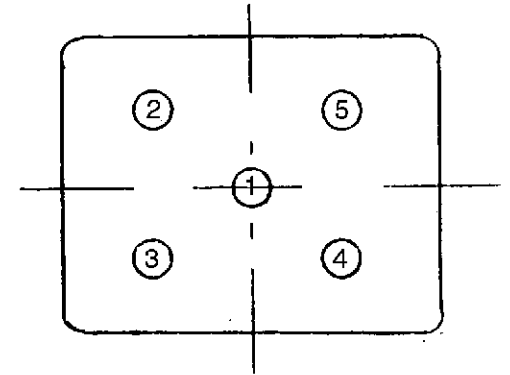
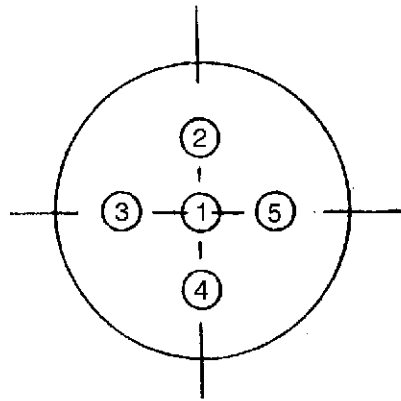
Sensibilità all'eccentricità del carico

Scopo della misura è di verificare eventuali anomalie nel funzionamento della bilancia imputabili alla sensibilità dello strumento al decentramento del carico sul ricettore di carico (piattello).

L'effetto sulla lettura spesso non è proporzionale al decentramento ed all'entità del carico applicato, e quindi non è consentita l'estrapolazione a situazioni diverse da quelle effettivamente verificate.

Eccentricità del carico

Posizione	Letture L /g
1	xxx
2	xxx
3	xxx
4	xxx
5	xxx
1	xxx



$$\text{diff}L_{\max} = L_{\max} - L_{\min}$$

Eccentricità del carico

La massa utilizzata per la misurazione non è necessariamente tarata.

L'effetto sulla lettura spesso non è proporzionale al decentramento ed all'entità del carico applicato, e quindi non è consentita l'estrapolazione a situazioni diverse da quelle effettivamente verificate.

Ripetibilità

Dato l'uso che generalmente viene fatto delle bilance elettroniche, la ripetibilità dello strumento viene espressa dal dato che si riferisce a pesate per **lettura diretta**, cioè a come si ripeta la lettura di una bilancia se uno stesso **oggetto** viene ripetutamente posto sul suo piatto.

La misurazione va eseguita ad almeno due livelli di carico, cioè a pieno carico (Max) e a circa metà della portata ($\frac{1}{2}$ Max), utilizzando delle masse non necessariamente tarate, ma di qualità idonea a garantire una buona stabilità

Ripetibilità

i	L_{min}	L	L_c	L_{min}	L	L_c
	/g	/g	/g	/g	/g	/g
1	xxx			xxx		
2		xxx	xxx		xxx	xxx
3	xxx			xxx		
4		xxx	xxx		xxx	xxx
5	xxx			xxx		
21	xxx			xxx		

media	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
max	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
min	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
s_L	xxx			xxx		
s		xxx			xxx	

Ripetibilità

Carico xxx g

i	L_{min} /g	L /g	L_c /g
1	xxx		
2		xxx	xxx
3	xxx		
21	xxx		

$$L_{cm} = \frac{\sum_{i=1}^n L_{ci}}{n}$$

$$L_{ci} = L_i - 0,5 (L_{\min i-1} + L_{\min i+1}) \quad \text{con } i = 2, 4, \dots$$

Scarto tipo e incertezza

	L_{min} /g	L /g	L_c /g	L_{min} /g	L /g	L_c /g
medi	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
a						
max	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
min	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
s_L	xxx			xxx		
s		xxx			xxx	

$$s_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{ci} - L_{cm})^2}{n-1}}$$

$$u_B = \sqrt{s_L^2 + \frac{uf^2}{12}}$$

Incertezza composta di ripetibilità

$$u_B = \sqrt{s_L^2 + \frac{uf^2}{12}}$$

Bilance con basso numero di divisioni, in cui lo scarto tipo s_L dia casualmente risultato nullo, potrebbero indurci a considerarle come ***bilance a incertezza di ripetibilità nulla***.

L'incertezza di ripetibilità della bilancia **non può essere inferiore a circa un terzo della sua risoluzione**. Il numero di gradi di libertà con cui si è trovato lo scarto tipo della bilancia è pari a $\nu_L = n - 1$.

Linearità

Con questa misurazione ci si prefigge di verificare, su tutto il campo di misura, la corrispondenza tra l'indicazione della bilancia e il carico applicato, misurando la **correzione** che deve essere **aggiunta** all'indicazione e la sua incertezza estesa.

Occorre rilevare una vera e propria **curva di taratura**, che potrà poi essere data sotto forma di tabella o di grafico o, meglio ancora, di polinomio interpolatore.

Durante questa misurazione l'eventuale autoregolazione con massa interna non deve essere attivata se non una volta, prima dell'inizio. Analogamente, per quegli strumenti con sistema di regolazione manuale esterno, detta operazione deve, eventualmente, essere fatta prima dell'inizio della taratura.

Letture a carico crescente

	M	M_c	L	L_c	ΔM_1	ΔZ
n.	V. nom	V. certif	lettura	Letto.Cor	$M_c - L_c$	diff.zeri
	/g	/g	/g	/g	/g	/g
1	Min	xxx	xxx	xxx	xxx	
2	M_1	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
3	Min	xxx	xxx			
4	M_2	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
5	Min	xxx	xxx			
...						
20	M_{10}	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx
21	Min	xxx	xxx			

$$L_{Ci} = L_i - \frac{1}{2} (L_{i-1} + L_{i+1})$$

$$\Delta M_i = \frac{1}{2} (\Delta M_{1i} + \Delta M_{2i})$$

$U(\Delta M)$ = incertezza estesa di taratura

K = fattore di copertura

u_B = incertezza composta di ripetibilità

$(s_1 + \dots + s_n)$ = incertezza tipo composta del carico

$$U(\Delta M) = K \sqrt{(s_1 + \dots + s_n)^2 + u_B^2 + \frac{(\Delta M_{\max})^2}{3}}$$

Incertezza estesa

se le variabili aleatorie che intervengono sono a distribuzione di probabilità normale (gaussiana) e le stime delle grandezze in oggetto di misura sono sufficientemente affidabili, si calcoli, in modo approssimato:

$$U = 2 u$$

senza procedere alla valutazione del numero di gradi di libertà dell'esperimento.

Uso della bilancia

Il calcolo delle correzioni e dell'incertezza della bilancia in uso è

responsabilità dell'utente

e non di chi effettua la taratura.

Effettuata la taratura di uno strumento, è importante fornire all'utente indicazioni su come utilizzare i dati riportati nel Certificato o nel Rapporto di tarature per un corretto uso dello strumento.

Correzione della lettura

Ad un carico di massa M sul piattello si otterrà dalla bilancia la lettura L ; l'indicazione I della bilancia, corretta dagli effetti individuati, si otterrà da:

$$I = L + \Delta M + \delta m_t + \delta m_m + \delta m_e + \delta m_o$$

ΔM : correzione per la non linearità,

δm_t : correzione per la sensibilità della bilancia alla variazione della temperatura,

δm_e : correzione per la sensibilità della bilancia a carichi non perfettamente centrati,

δm_m : correzione per la sensibilità della bilancia a carichi magnetici,

δm_o : correzioni per effetti vari dovuti all'interazione con l'ambiente e l'operatore.

Correzione della lettura

Correzione dovuta alla non linearità

In alcuni casi si preferisce considerare trascurabili le correzioni dovute alla non linearità e assumere $\Delta M = 0$, questo comporta non trascurabili effetti nel calcolo dell'incertezza.

Correzione della lettura

Correzione dovuta alla deriva termica

La correzione per la sensibilità della bilancia alla variazione di temperatura può essere stimata a partire da:

$$\delta m_t = K_t L \Delta t$$

K_t è il coefficiente di sensibilità termica della bilancia, in $^{\circ}\text{C}^{-1}$.

Δt è la differenza di temperatura tra l'istante d'uso della bilancia e la taratura.

Numero di uf	$10^6 K_t / ^{\circ}\text{C}^{-1}$
> 300 000	3 ÷ 1,5
60 000 ÷ 300 000	6 ÷ 3
< 60 000	10 ÷ 6

Generalmente si trascura l'effetto di questa correzione ($\delta m_t \approx 0$) tenendone conto nella **stima dell'incertezza**

Correzione della lettura

Correzioni dovute ad eccentricità, effetti magnetici ed ambientali

Anche le correzioni δm_m , δm_e e δm_o , a causa della poca ripetibilità della loro stima, vengono generalmente trascurate, salvo tenerne conto nella **stima dell'incertezza**.

Contributi all'incertezza d'uso

Si può assegnare ad ogni indicazione I , avendo effettuato le necessarie correzioni, una incertezza tipo composta (incertezza d'uso della bilancia) pari a:

$$u(I) = \sqrt{u(L)^2 + u(\Delta M)^2 + u(\delta m_t)^2 + u(\delta m_e)^2 + u(\delta m_m)^2 + u(\delta m_o)^2}$$

$$u(L) = \sqrt{u_B^2 + \frac{uf^2}{12}}$$

$$u(\Delta M) = U(\Delta M) / K$$

Differenza di temperatura

L'incertezza tipo $u(\delta m_t)$ della bilancia dovuta a variazione delle condizioni termiche nel suo uso si ricava da:

$$u(\delta m_t) = \frac{K_t M \Delta t}{\sqrt{3}}$$

M è il valore della massa in misura

Δt è la differenza tra la temperatura media di taratura della bilancia e quella d'uso

K_t è il coefficiente di deriva termica della bilancia fornito dal costruttore

Numero di uf	$10^6 K_t / ^\circ\text{C}^{-1}$
> 300 000	3 ÷ 1,5
60 000 ÷ 300 000	6 ÷ 3
< 60 000	10 ÷ 6

Calcolo del polinomio interpolatore

Il problema di interpolazione consiste nel trovare i coefficienti $\alpha_0, \alpha_1, \dots, \alpha_p$ di un polinomio di grado p , che, nota la lettura L_{ci} , corretta rispetto al valore a zero, permetta di ricostruire da essa, nel modo più fedele possibile, supponendo una relazione di tipo polinomiale, il valore della correzione c_i che bisogna sommare a L_{ci} per ricostruire il valore della corrispondente della massa M_i che è stata posata sulla bilancia. Per ogni coppia $L_{ci} \div M_i$ si calcolerà un'equazione:

$$\alpha_0 + \alpha_1 L_{ci} + \alpha_2 L_{ci}^2 + \dots + \alpha_p L_{ci}^p = c_i = M_i - L_{ci}$$

Il grado p del polinomio deve essere fissato non superiore alla metà meno 1 del numero di gradini indipendenti che sono stati effettuati, in pratica un polinomio del secondo o terzo grado è quasi sempre sufficiente.

Incertezza di pesata

Ai contributi dovuti alla bilancia devono sommarsi quelli dovuti al campione, alla sua stabilità durante la pesatura, alla sua densità.

$$\delta m_B = (\rho_a - 1,2) (V_x - V_c) \cong m_0 (\rho_a - 1,2) \left(\frac{1}{\rho_x} - \frac{1}{\rho_c} \right)$$

ρ_a = densità dell'aria

ρ_c = densità del campione

ρ_x = densità dell'oggetto incognito

per pesate per lettura diretta $\rho_c = 8000 \text{ kg/m}^3$

Incertezza di pesata

Contributi dovuti alla densità

Legatura o materiale	Densità ρ / $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$u(\rho)$ / $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$\delta m_B / m_x$ se $\rho_a = 1,14 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$\delta m_B / m_x$ se $\rho_a = 1,18 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$u(\delta m_B) / m_x$
Platino	21400	75	$4,696 \cdot 10^{-6}$	$1,565 \cdot 10^{-6}$	$1,57 \cdot 10^{-6}$
Ottone	8400	85	$3,571 \cdot 10^{-7}$	$1,190 \cdot 10^{-7}$	$1,41 \cdot 10^{-7}$
Acciaio inossidabile	7950	70	$-4,717 \cdot 10^{-8}$	$-1,572 \cdot 10^{-8}$	$7,18 \cdot 10^{-8}$
Acciaio al carbonio	7700	100	$-2,922 \cdot 10^{-7}$	$-9,740 \cdot 10^{-8}$	$1,44 \cdot 10^{-7}$
Ghisa bianca	7700	200	$-2,922 \cdot 10^{-7}$	$-9,740 \cdot 10^{-8}$	$2,35 \cdot 10^{-7}$
Ghisa grigia	7100	300	$-9,507 \cdot 10^{-7}$	$-3,169 \cdot 10^{-7}$	$4,92 \cdot 10^{-7}$
Alluminio	2700	65	$-1,472 \cdot 10^{-5}$	$-4,907 \cdot 10^{-6}$	$4,94 \cdot 10^{-6}$
Acqua potabile	1000	5	$-5,250 \cdot 10^{-5}$	$-1,750 \cdot 10^{-5}$	$1,75 \cdot 10^{-5}$

Incertezza di pesata

				$\rho = 1000 \pm 10 \text{ kg m}^{-3}$	
				$\rho_{\alpha} = 1,14 \text{ kg m}^{-3}$	
con correzioni					
X_i	x_i	incertezza tipo	distribuzione	coeff. di sensibilità c_i	contributo all'incertezza
	/g	/g			/g
<i>lettura</i>	2000,005	0,0056	normale	1	0,0056
<i>linearità</i>	-0,0071	0,0025	normale	1	0,0025
<i>ecc. carico</i>	0	0,023	rettangolare	1	0,023
<i>diff. Temperatura*</i>	0	0,0067	rettangolare	1	0,0067
<i>Δm (densità)</i>	-0,105	0,035	normale	1	0,035
<i>eff. magnetici ambiente</i>	0	0		1	0
	0	0		1	0
soluzione	1999,893				0,043
misurando =		1999,893	+ / -	0,086	g
$*\Delta t = 2,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$K_t = 3 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$				

Pesata a lettura diretta - A

Incertezza di pesata

senza correzioni						
X_i	x_i	incertezza tipo	distribuzione	coeff. di sensibilità C_i	contributo all'incertezza	
	/g	/g			/g	
<i>lettura</i>	2000,005	0	normale	1	0,0056	0,00003136
<i>linearità</i>	0	0,0184	rettangolare	1	0,0184	0,00033856
<i>ecc. carico</i>	0	0,023	rettangolare	1	0,023	0,000529
<i>diff. Temperatura*</i>	0	0,0067	rettangolare	1	0,0067	0,00004489
<i>Δm (densità)</i>	0	0,0700	rettangolare	1	0,0700	0,0049
<i>eff. magnetici ambiente</i>	0	0		1	0	
<i>soluzione</i>	2000				0,076	0,00584381
misurando =		2000,00	+ / -	0,15	g	
<i>*$\Delta t = 2,0$ °C</i>	<i>$K_t = 3 \cdot 10^{-6} \text{ °C}^{-1}$</i>					

Pesata a lettura diretta - B

TARATURA DI TERMOMETRI

Vito Fernicola – INRIM
v.fernicola@inrim.it

011 3 919 737

Luigi Iacomini – INRIM
l.iacomini@inrim.it

011 3 919 723

Campione Nazionale di Temperatura

- *Unità di misura:* **kelvin**
- *Simbolo dell'unità:* **K**
- Il campione nazionale di temperatura termodinamica è realizzato all'INRIM tramite la Scala di Temperatura Internazionale del 1990 (STI-90) secondo le prescrizioni fornite dal Comitato internazionale dei Pesi e delle Misure.
- *Decreto Ministeriale 30/11/1993, n. 591 in attuazione della legge 273/91*

Unità di misura della temperatura

- **kelvin** (simbolo **K**)

E' definito come la frazione $1/273,16$ della temperatura termodinamica del punto triplo dell'acqua.

- **grado Celsius** (simbolo **°C**)

E' definito con la stessa ampiezza del kelvin e vale:

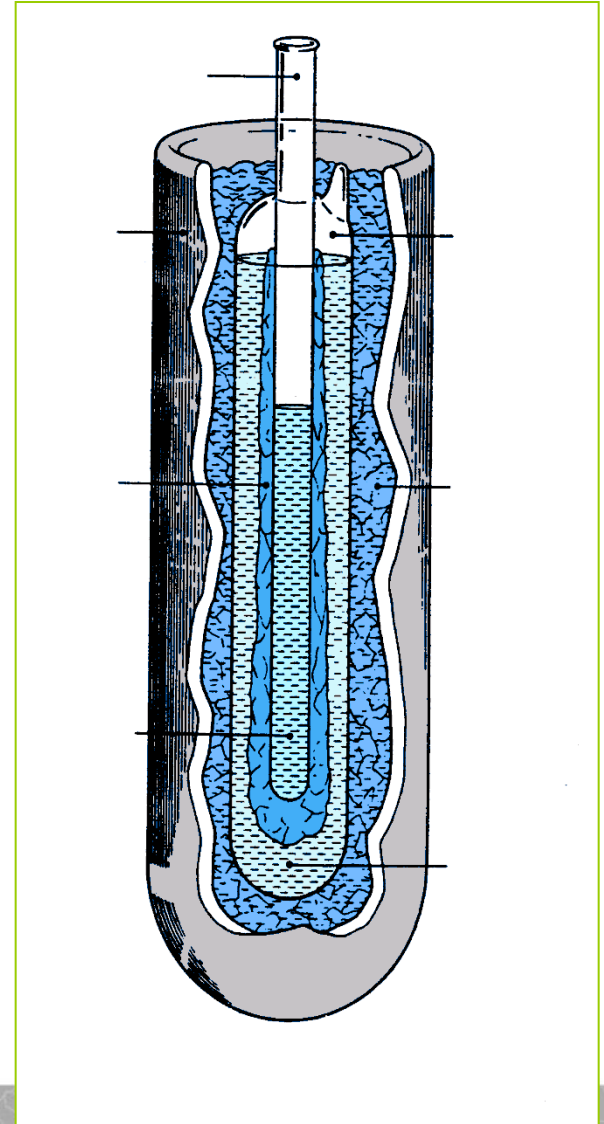
$$t / \text{°C} = T / \text{K} - 273,15$$

dove t è la temperatura espressa in gradi Celsius e T è la temperatura espressa in kelvin.

Scala di Temperatura Internazionale del 1990

- ✓ Punti fissi di temperatura
- ✓ Termometri campione
(*Strumenti interpolatori*)
- ✓ Equazioni interpolatrici

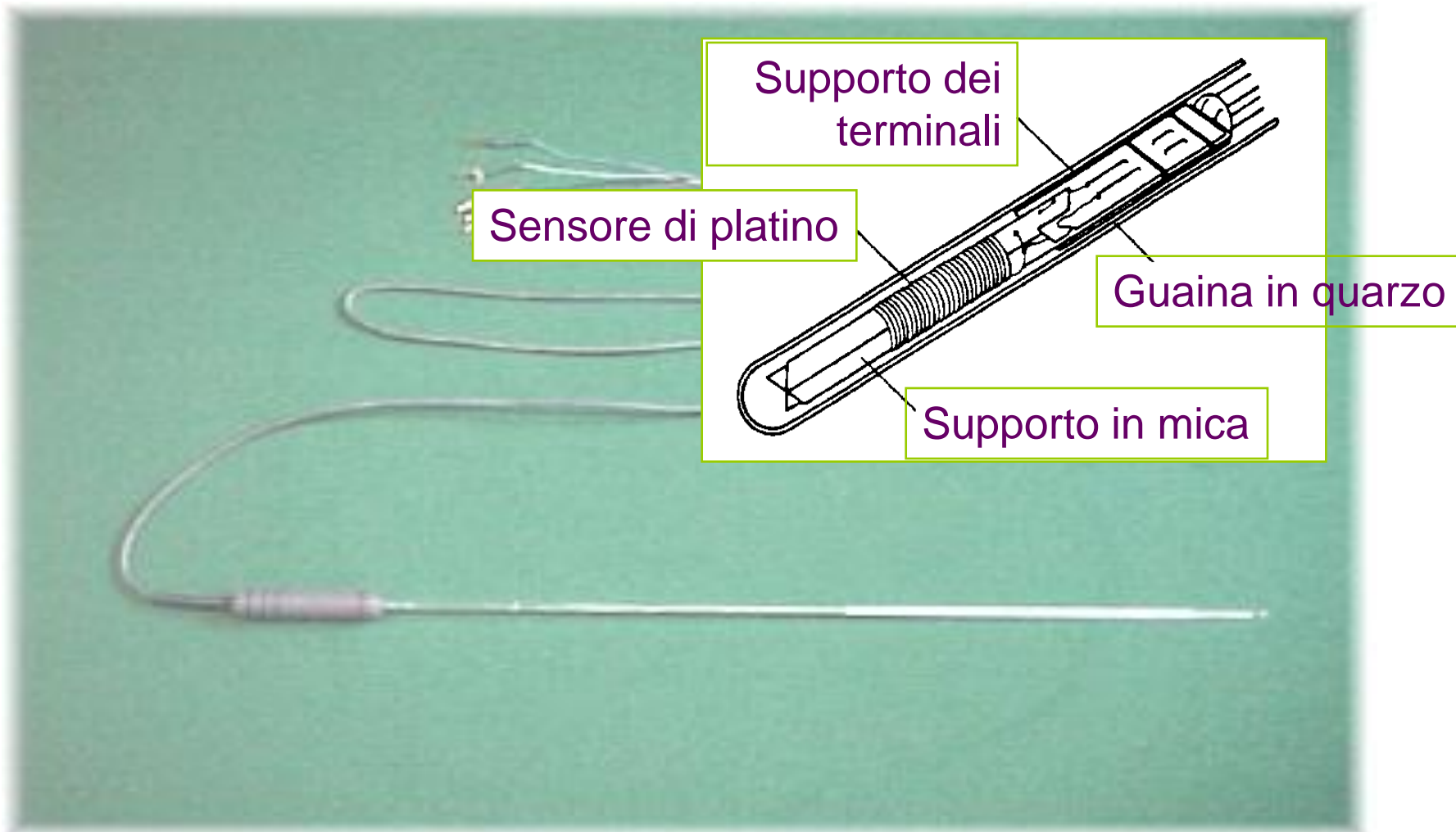
Cella del punto triplo dell'acqua



Campioni di riferimento di 1° linea

- **Termometro a resistenza di platino (TRP):**
- Campo di impiego: da $-248,59\text{ °C}$ a $961,78\text{ °C}$
- Caratteristiche:
 - sensore purissimo di platino esente da tensioni meccaniche
 - stabilità migliore di 1 mK durante cicli termici
 - deve soddisfare alcune relazioni della STI-90
 - sensore ed i 4 terminali ermeticamente sigillati
- **Termocoppia Platino 10% Rodio vs Platino:**
- Campo di impiego: da 660 °C a 1100 °C
- Caratteristiche:
 - ricottura dei fili prima dell'uso
 - diametro fili: 0,35-0,65 mm

Termometro campione a resistenza di platino PT-25



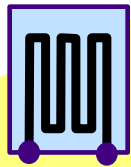
Metodi di taratura

- **Taratura dei TRP campione ai punti fissi della STI-90:**
 - Campo di taratura: da $-189,34442$ °C a $961,78$ °C
 - Caratteristiche del termometro da tarare:
campione secondo le prescrizioni della STI-90
- **Taratura di termometri per confronto con un campione di riferimento:**
 - Campo di taratura: da -90 °C a 1500 °C
 - Caratteristiche del campione di riferimento:
riferibilità alla STI-90

Strumentazione di misura della temperatura

- **Termometri campione ed industriali**
a resistenza, termocoppie, a dilatazione, ecc.
- **Strumenti di misura**
ponti, multimetri, acquisitori, ecc.
- **Apparecchiature, mezzi di confronto**
forni, termostati, incubatori, autoclavi, ecc.

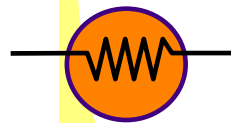
I sensori di temperatura più comuni



PRT

Accurato
Stabile
Quasi lineare

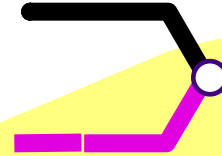
Costoso
Lento
Sorgente di /
Autoriscald.
Misure a 4 fili



Termistore

Uscita elevata
Veloce
Misure a 2 fili

Non-lineare
Campo limitato
Sorgente di /
Autoriscald.
Delicato



Termocoppia

Vasta scelta
Economica
Ampio campo di T
No autoriscald.

Misure difficili
Misura T relativa
Non-lineare
Connettori speciali

Assoluto

Relativo

Principali termometri industriali

Tipo di termometro	Intervallo misura /°C	Incertezza usuale /°C
Termometri a resistenza di Pt	-200 / 850	0,2
Termistori NTC PTC	-100 / 300 0 / 300	0,5 0,5
Termocoppie: T rame vs costantana E cromel vs costantana K cromel vs alumel S Pt 10% Rh vs Pt	-270 / 350 -270 / 800 -270 / 1200 -50 / 1500	0,5 1,5 1,5 1,0
Termometri a radiazione	200 / 3000	1 (a 1000°C)
Termometri meccanici a mercurio a liquido (etanolo, pentano) a vapore	-30 / 600 -200 / 200 -60 / 400	1 (a f.s.) 1 (a f.s.) 1,6 (a f.s.)

Norma CEI EN 60751

Sensori industriali a resistenza termometrica di platino

- La relazione temperatura/resistenza

- per l'intervallo da -200 °C a 0 °C :

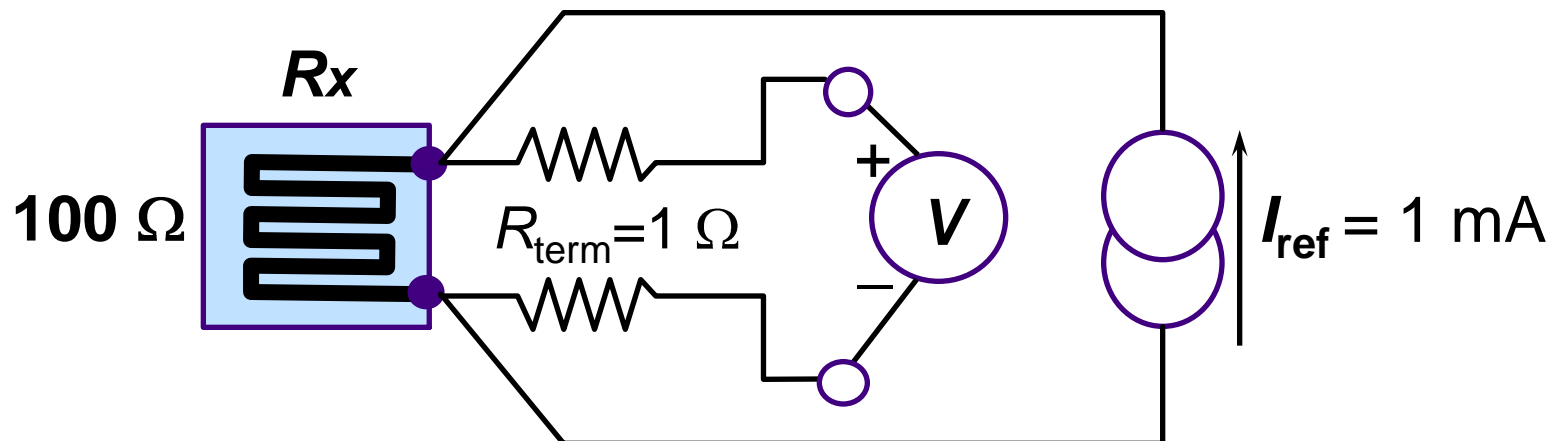
$$R_t = R_0 \left[1 + A t + B t^2 + C (t - 100\text{ °C})^3 \right]$$

- per l'intervallo da 0 °C a 850 °C :

$$R_t = R_0 \left[1 + A t + B t^2 \right]$$

- Resistenza del termometro a 0 °C $R_0 = 100\ \Omega$
- $\alpha = \left(R_{100}/R_0 - 1 \right) / 100\text{ °C}$ $\alpha \geq 0,00385\text{ °C}^{-1}$
- Inoltre: Resistenza dei terminali: $< 10\ \Omega$
Corrente di misura: 1 mA

Come si misura la resistenza di un *TRP*



$$V = I_{\text{ref}} * R_x$$

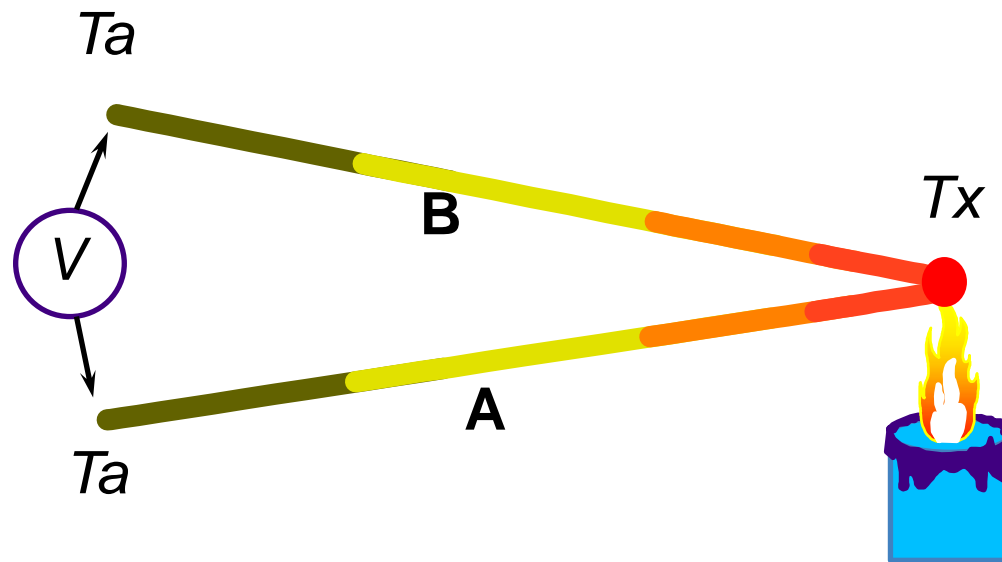
- Il valore non è funzione della R dei terminali
- Non vi sono errori dovuti alla variazione di R_{term}
- Il doppio dei fili (4)
- Misure più lente rispetto a quelle a 2 fili

Termistori

Principio di funzionamento analogo ai termometri a resistenza

- Tecniche di realizzazione:
 - NTC, per sinterizzazione di ossidi metallici (Cu, Fe, Ni, ecc.)
 - PTC, per sinterizzazione e per drogaggio di semiconduttori
- Caratteristiche:
 - Resistenza alta: $\sim 5 \text{ K}\Omega$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$
 - Sensibilità elevata: $4\% / \text{ }^\circ\text{C}$.
 - Tempi di risposta veloci
 - Non lineare: $1/T = A+B(\ln R) + C (\ln R)^3$.
 - Bassa riproducibilità.
 - Campo di funzionamento limitato.

La termocoppia



La tensione di uscita (*f.e.m*) è $V \neq 0$ se i metalli sono diversi

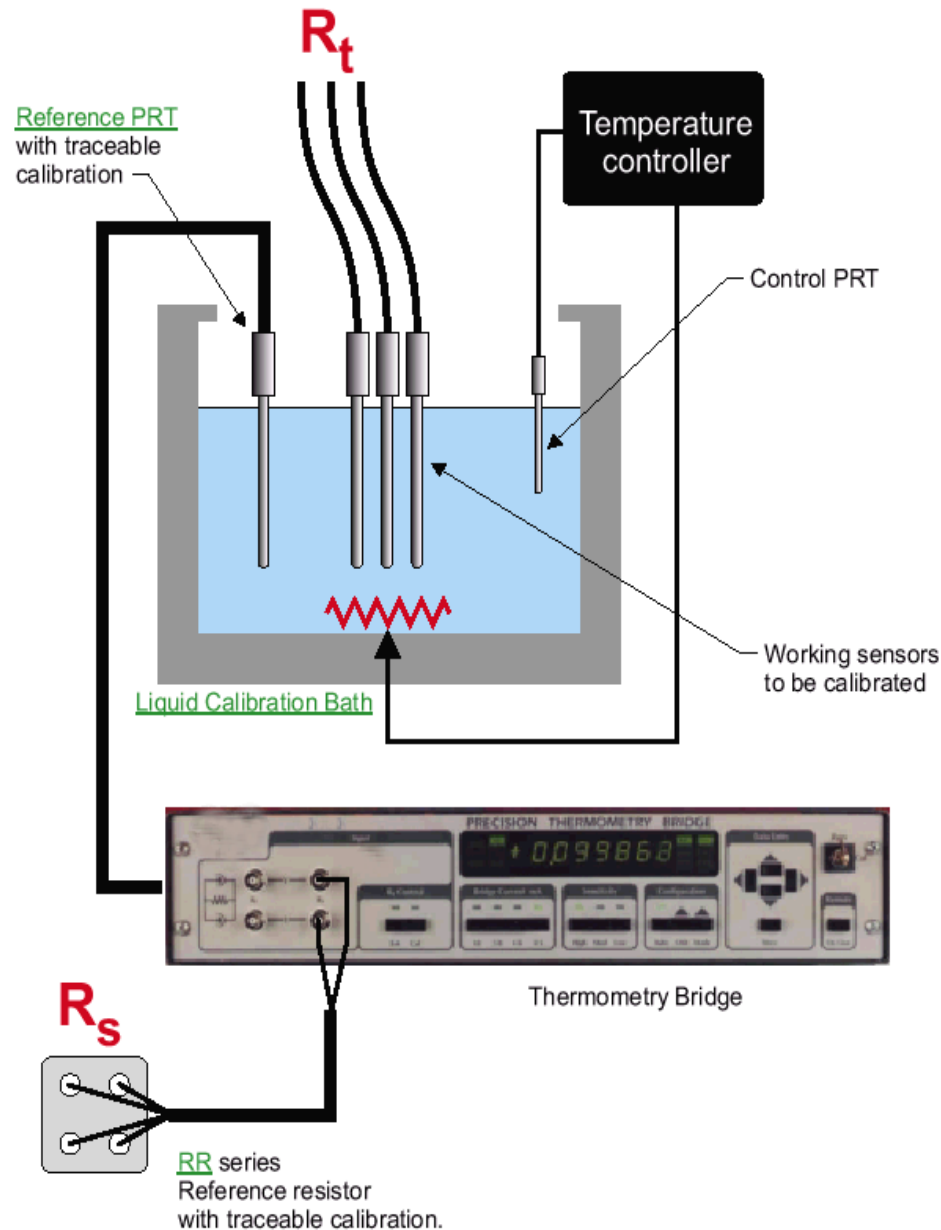
$$V = f \{ T_x - T_a \} = e(T) \{ T_x - T_a \}$$

$e(T)$ = *coefficiente di Seebeck* → *potere termoelettrico della TC*

Termometri digitali

- **Catene termometriche** costituite da termometro, convertitore, indicatore.
 - **Termometro:**
 - termometro a resistenza, termistore, termocoppia.
 - **Convertitore:**
 - analogico-digitale (doppia rampa, $\Sigma-\Delta$)
 - **Indicatore:**
 - centralina con microprocessore, memoria, display.

Taratura per confronto



Contributi d'incertezza in una taratura

➔ Incertezza della temperatura di riferimento u_{rif} :

- taratura del campione di riferimento u_{tar}
- lettura valore campione di riferimento (valore indicato, risoluzione) u_{mis}
- stabilità e riproducibilità campione di riferimento u_{stab}
- uniformità e stabilità dei termostati / forni u_{for}

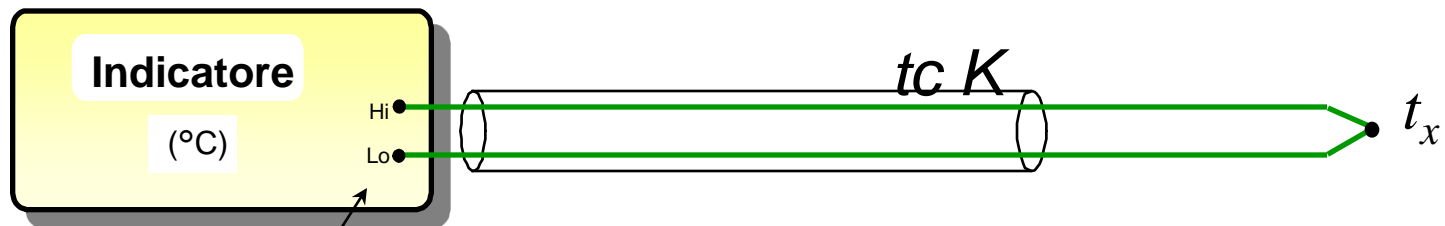
➔ Incertezza di misura del termometro in taratura u_x

- lettura valore termometro in taratura (valore indicato, risoluzione) u_{mis}

➔ Incertezza del metodo di misura u_{met}

Misura di temperatura con una catena termometrica

Indicatore con abbinata una termocoppia *tipo K* con compensazione di giunto freddo interna con campo di misura da 0 °C a 600 °C. Misura a 300 °C circa.



Compensazione
giunto freddo

- Modello della misurazione:

$$t_x = t_i + \delta t_{i1} + \delta t_{i2} + \delta t_{i3}$$

lettura
indicatore

risoluzione
indicatore

stabilità del
sensore

stabilità
giunto freddo

Stima dell'incertezza di misura

grandezza	simbolo X_i	stima x_i	incertezza associata	distribuzione di probabilità	incertezza tipo $u(x_i)$	coefficiente di sensibilità c_i	contributo incertezza $u_i(y)$
lettura indicatore	t_i	300,5 °C	=	normale	=	1,0	=
risoluzione indicatore	δt_{i1}	0 °C	0,1 °C	rettangolare	0,03 °C	1,0	0,03 °C
taratura indicatore	δt_{i2}	-0,5 °C	0,15 °C	normale	0,15 °C	1,0	0,15 °C
stabilità giunto freddo	δt_{i3}	0 °C	0,4 °C	rettangolare	0,12 °C	1,0	0,12 °C
temperatura	t_x	300,0 °C					0,19 °C

Espressione dell'incertezza di misura

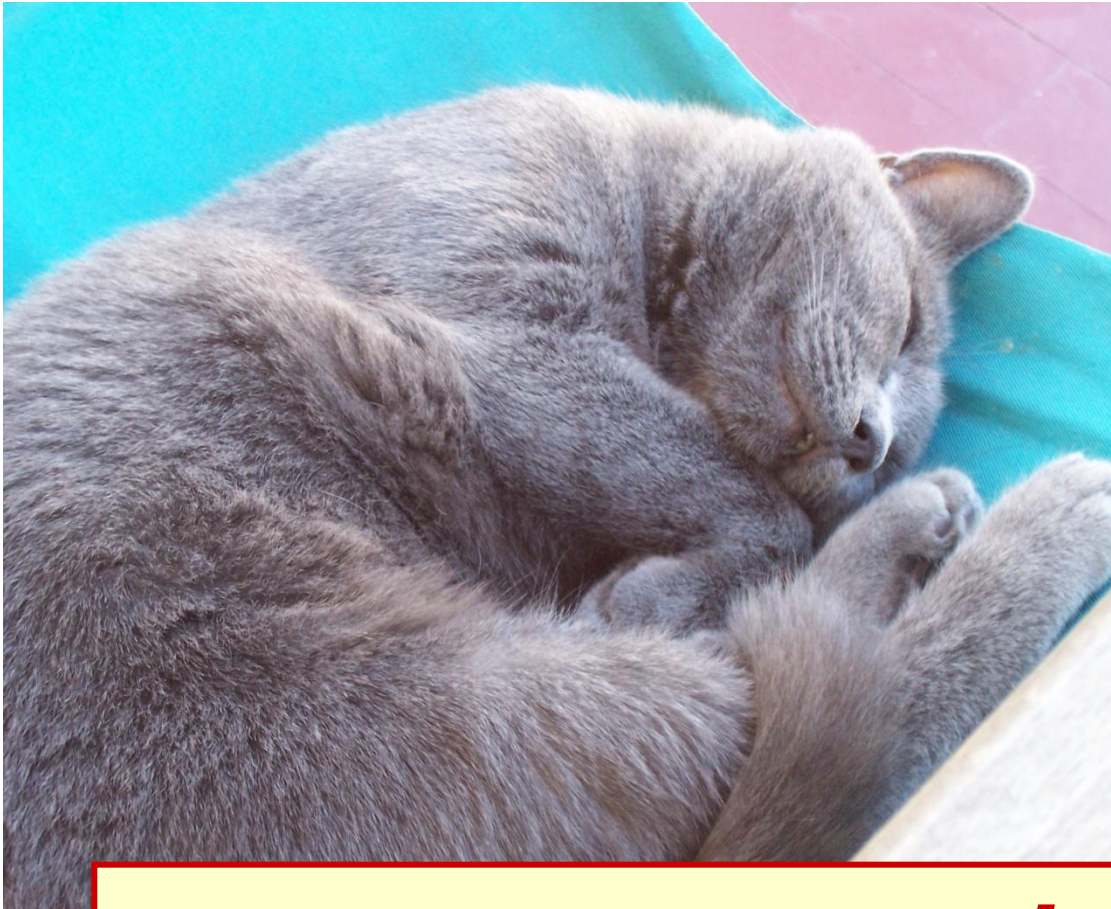
- Incertezza estesa (associata alla lettura dell'indicatore):

$$U = k \times u(c) = 2 \times 0,19^{\circ}\text{C} \cong 0,38^{\circ}\text{C}$$

L'incertezza estesa di misura dell'indicatore di temperatura, munito di compensazione di giunto freddo interna, per una lettura di 300 °C è di 0,38 °C.

L'incertezza di misura è espressa con un livello di fiducia del 95% che, per la distribuzione normale dell'esempio, corrisponde ad un fattore di copertura $k \approx 2$.

grazie per l'attenzione



Cappella Reale

Castello di Helsingør

Danimarca

Honesto inspectio decet

La verifica conviene alla persona onesta