

# ΣΤΑΤΙΣΤΙΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΛΕΓΧΟΥ ΤΟΥ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΟΣ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΩΝ ΖΥΓΩΝ

Γ. ΝΑΒΡΟΖΙΑΔΗΣ και Χ. ΜΗΤΣΑΣ  
ΕΛΛΗΝΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ (ΕΙΜ), Δ/ΝΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΓΕΘΩΝ,  
ΘΕΣ/ΝΙΚΗ 57022  
Email: [chris.mitsas@eim.org.gr](mailto:chris.mitsas@eim.org.gr)

*Στην εργασία αυτή χρησιμοποιούνται τα αποτελέσματα της διακρίβωσης ενός ηλεκτρονικού ζυγού σε συνδυασμό με στατιστικούς δείκτες για την αποτίμηση της αξιοπιστίας τους. Ιδιαίτερη έμφαση δίνεται στην περίπτωση «άγνωστης» διολίσθησης της μάζας των προτύπων βαρών ελέγχου και προτείνονται μερικοί τρόποι αντιμετώπισης, στην περίπτωση που κριθεί ότι η διολίσθηση είναι στατιστικά σημαντική.*

## 1. Εισαγωγή

Μια βασική υποχρέωση κάθε διαπιστευμένου εργαστηρίου διακρίβωσης είναι η διασφάλιση της αξιοπιστίας και εγκυρότητας των αποτελεσμάτων των μετρήσεων που αναφέρονται σε εκθέσεις ή πιστοποιητικά που εκδίδονται σύμφωνα με τις βασικές τεχνικές απαιτήσεις του προτύπου ISO 17025 [1]. Στο πρότυπο αυτό αναφέρεται η απαίτηση ενδιάμεσων ελέγχων μεταξύ διαδοχικών διακρίβωσης του προτύπου εξοπλισμού. Για εργαστήρια διακρίβωσης που πραγματοποιούν επιτόπου διακρίβώσεις ζυγών, το ερώτημα που συχνά τίθεται αφορά την πλέον κατάλληλη και οικονομικά εφικτή μεθοδολογία ελέγχου των προτύπων βαρών που απαιτούνται για την εκτέλεση των διακρίβωσης. Είναι σαφές, ότι η απουσία κάποιας διαδικασίας εντοπισμού ή συνεκτίμησης οποιασδήποτε μεταβολής της μάζας των προτύπων βαρών, θα οδηγούσε σε εσφαλμένη εκτίμηση της αβεβαιότητας της διακρίβωσης ηλεκτρονικών ζυγών. Το πρόβλημα ανακύπτει από τη στιγμή που ένας μεγάλος αριθμός εργαστηρίων δεν διαθέτει τόσο τον εξοπλισμό και τις εγκαταστάσεις (συγκριτές μάζας, πρότυπα βάρη ανώτερης ακρίβειας, κατάλληλες συνθήκες διακρίβωσης κλπ), όσο και την τεχνική επάρκεια του προσωπικού, για την πραγματοποίηση ενδιάμεσων ελέγχων (πχ επαλήθευση προτύπων βαρών) βάσει εσωτερικών διακρίβωσης/ελέγχων.

Από την άλλη πλευρά, προσεχτική ανάγνωση των σχετικών παραγράφων του προτύπου ISO 17025 οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το πρότυπο δεν καθορίζει τον τρόπο με τον οποίο υλοποιείται η απαίτηση για διασφάλιση της αξιοπιστίας των μετρητικών αποτελεσμάτων. Το μόνο που απαιτεί είναι μια καταγεγραμμένη και τεκμηριωμένη διαδικασία ελέγχου. Για την αντιμετώπιση αυτού του προβλήματος συνιστάται, από ευρωπαϊκούς φορείς διαπίστευσης, σε εργαστήρια που δεν διαθέτουν τις υποδομές για διακρίβωσης μάζας, να περιλαμβάνουν στην έκφραση της αβεβαιότητας των προτύπων βαρών και μία ασφαλή εκτίμηση της σταθερότητάς τους στο χρόνο [2,3] και να ελέγχεται η επίδραση της αβεβαιότητας των προτύπων βαρών στην συνδυασμένη τυπική αβεβαιότητα της διακρίβωσης του ζυγού [3]. Αν και η πλέον ενδεδειγμένη μέθοδος ποσοτικοποίησης της σταθερότητας των προτύπων βαρών στηρίζεται στην αποτίμηση του ιστορικού συμπεριφοράς τους [4], γεννάται το ερώτημα της διασφάλισης της αξιοπιστίας των αποτελεσμάτων της διακρίβωσης ελλείψει τέτοιου ιστορικού (π.χ. λόγω βραχύχρονης χρήσης των προτύπων).

## 2. Η Διακρίβωση Ηλεκτρονικών Ζυγών

Η διακρίβωση μετρητικών οργάνων γίνεται σε διακριτά σημεία, ισοκαταναμημένα στο εύρος λειτουργίας, με σκοπό, είτε την έκφραση μίας διόρθωσης  $\varepsilon$  που αντιστοιχεί στη διαφορά της ένδειξης από την «συμβατική» τιμή του μετρούμενου μεγέθους στα σημεία ελέγχου, είτε τον προσδιορισμό μίας παραμετρικής σχέσης (calibration curve) που αντιπροσωπεύει την συμπεριφορά του οργάνου [5,6] σε όλο το εύρος λειτουργίας του. Γενικά το μοντέλο απόκρισης (της ένδειξης  $I(L)$ ) ενός ζυγού στο φορτίο  $L$  είναι:

$$I(L) = (1 + a) \cdot L + \varepsilon \quad (1)$$

όπου  $\varepsilon$  τυχαία μεταβλητή με κατανομή  $N(0, \sigma^2)$

Η διατήρηση της ιχνηλασιμότητας και αξιοπιστίας των ζυγίσεων σε καθημερινή βάση, απαιτεί την όσο το δυνατόν ρεαλιστικότερη εκτίμηση των αβεβαιοτήτων τους. Η σύσταση DKD R-7 [7], προσπαθεί να αντιμετωπίσει αυτές τις απαιτήσεις περιλαμβάνοντας τις σπουδαιότερες πηγές αβεβαιότητας (ευαισθησία, θερμοκρασιακή ολίσθηση, σφάλματα έκκεντρης τοποθέτησης, μη-γραμμικότητα, επαναληψιμότητα, αναγνωσιμότητα) που επιδρούν κατά την χρήση του ζυγού. Η ένδειξη του ζυγού μοντελοποιείται μέσω της απόκλισης της από την ιδανική ένδειξη, ή με άλλα λόγια λαμβάνεται υπόψη το γεγονός ότι ο χρήστης του ζυγού δεν διορθώνει τα αποτελέσματά του με βάση την καμπύλη απόκρισης. Η εφαρμογή της μεθοδολογίας αποδίδει μία μέση διόρθωση  $|A| \cdot L$  στο αποτέλεσμα της ζύγισης σε όλο το εύρος λειτουργίας, η οποία προκύπτει από τον μέσο όρο των σχετικών αποκλίσεων στα φορτία δοκιμής, και μία αβεβαιότητα που περιλαμβάνει τις προαναφερθείσες πηγές (σχέση 2).

$$U(I) = 2\sqrt{s^2 + u^2(d) + u^2(ecc) \cdot L^2 + u^2(temp) \cdot L^2 + u^2(r) \cdot L^2 + s_a^2 \cdot L^2 + |A| \cdot L} \quad (2)$$

όπου  $s$  η τυπική απόκλιση που εκφράζει την επαναληψιμότητα της απόκρισης του ζυγού στο ίδιο φορτίο υπό σταθερές συνθήκες,  $s_a$  είναι η τυπική απόκλιση της καμπύλης προσαρμογής που είναι δείκτης της μη-γραμμικότητας του οργάνου,  $u(r)$  η σχετική αβεβαιότητα του προτύπου αναφοράς και  $u(d)$ ,  $u(ecc)$ ,  $u(temp)$ , οι τυπικές αβεβαιότητες της αναγνωσιμότητας, της έκκεντρης τοποθέτησης και της θερμοκρασιακής ολίσθησης και  $L$  το φορτίο στο οποίο αντιστοιχεί η ένδειξη  $I$ . Η αβεβαιότητα ωστόσο του ζυγού κατά τη διακρίβωσή του διαφέρει. Η μέση διόρθωση για ένδειξη  $I(L)$  δίνεται ως  $|A| \cdot L$  και η αβεβαιότητα της διόρθωσης δίνεται από την σχέση

$$u(I) = \sqrt{s^2 + u^2(d) + u^2(r) \cdot L^2 + s_a^2 \cdot L^2} \quad (3)$$

## 3. Επίδραση “Ολίσθησης” Προτύπων Βαρών

Στο σημείο αυτό θα πρέπει να σημειωθεί, ότι σκοπός δεν είναι η ανάπτυξη μιας μεθοδολογίας για τον προσδιορισμό της ολίσθησης των προτύπων βαρών, η οποία είναι μια έννοια που αναφέρεται στη «φυσιολογική» και προβλέψιμη μεταβολή κάποιας φυσικής ποσότητας με το χρόνο. Στην εργασία αυτή με την έννοια ολίσθηση νοείται η κάθε δυνατή και μη προβλέψιμη μεταβολή στη μάζα των προτύπων βαρών που χρησιμοποιούνται στη διακρίβωση ζυγών. Συνήθεις αιτίες τέτοιων μεταβολών είναι η έντονη φθορά (σκουριά, γδαρσίματα, χτυπήματα κλπ) ή η προσκόλληση ξένων ουσιών (χημικά, λίπη, σκόνες κλπ) που θα μπορούσε για παράδειγμα να προέλθουν από κακό χειρισμό (handling) των αντικειμένων. Ως εκ τούτου ο όρος ολίσθηση όπου αναφέρεται στο κείμενο έχει την έννοια μιας τυχαίας μεταβολής. Αξίζει να σημειωθεί, πως η εμπειρία δείχνει ότι η φυσιολογική μεταβολή της μάζας των προτύπων βαρών που φυλάσσονται σε σταθερές περιβαλλοντικές συνθήκες και η χρήση τους γίνεται με προσοχή λαμβάνοντας όλα τα αναγκαία μέτρα σύμφωνα με τις απαιτήσεις της GLP, είναι μικρή και σε κάθε περίπτωση το μέτρο της επίδρασης είναι τάξη ή τάξεις μεγέθους μικρότερο από τις λοιπές

συνεισφορές σφαλμάτων που υπεισέρχονται στη διαδικασία διακρίβωσης ενός ζυγού στο περιβάλλον λειτουργίας του. Μια «φυσιολογική» ολίσθηση με το χρόνο αποκτά ιδιαίτερη σημασία σε περιπτώσεις διάδοσης της μονάδας της μάζας (mass dissemination). Στη βιβλιογραφία υπάρχουν αναφορές για την εξιχνίαση της ολίσθησης σε αντικείμενα που ανήκουν σε ένα σετ με καθορισμό μετρητικών σχημάτων [8], αλλά και με βάση το ιστορικό διακρίβωσής των [4].

Από τη φύση και τον τρόπο προσδιορισμού όλων των διακυμάνσεων του μοντέλου (2), πλην της εκτίμησης της διακύμανσης  $s_a^2$  και του σταθερού όρου  $|A|$ , είναι προφανές ότι αυτές παραμένουν ανεπηρέαστες από οποιασδήποτε φύσης και οποιουδήποτε μέτρου μεταβολές των βαρών. Αντίθετα οι όροι  $s_a^2$  και  $|A|$ , εξαρτώνται από την αβεβαιότητα των προτύπων βαρών (αυτή η εξάρτηση εκτιμάται στη σχέση (2) με την προσθήκη του όρου  $u^2(r)L^2$ ) και κατά συνέπεια θα περιέχουν ένα απροσδιόριστο σφάλμα στο βαθμό που δεν υπάρχει καμιά διαθέσιμη πληροφορία για τη μεταβολή των προτύπων βαρών. Στη συνέχεια επιχειρούμε να διερευνήσουμε την επίδραση αυτή.

Για το σκοπό αυτό επικεντρώνουμε την προσοχή μας στη διαδικασία διακρίβωσης ζυγών με αριθμό υποδιαίρεσεων  $>10^6$  όπως παρουσιάζεται στην οδηγία DKD-R7. Ο λόγος που θεωρούμε τη διαδικασία αυτή, είναι βασικά ότι αναφέρεται σε ζυγούς υψηλής ακρίβειας οι οποίοι αφενός εμπλέκονται σε αναλύσεις (χημικές, μικροβιολογικές κλπ) με ιδιαίτερο «ειδικό» βάρος και αφετέρου η ανάλυσή τους είναι τέτοια που θα μπορούσε να επηρεαστεί ή να καταδείξει, πιθανές μεταβολές των προτύπων βαρών.

Η σχέση απόκρισης του οργάνου (1) παραλείποντας το σφάλμα  $\varepsilon$  που εμπεριέχει όλες τις υπόλοιπες συνεισφορές πλην της ολίσθησης και ενσωματώνοντας στη σχέση τον δείκτη  $i$  (0, 1, 2, ..., N) που εκφράζει τους  $N + 1$  προσδιορισμούς της σχετικής απόκλισης βάσει της διαδικασίας που εξετάζουμε γίνεται:

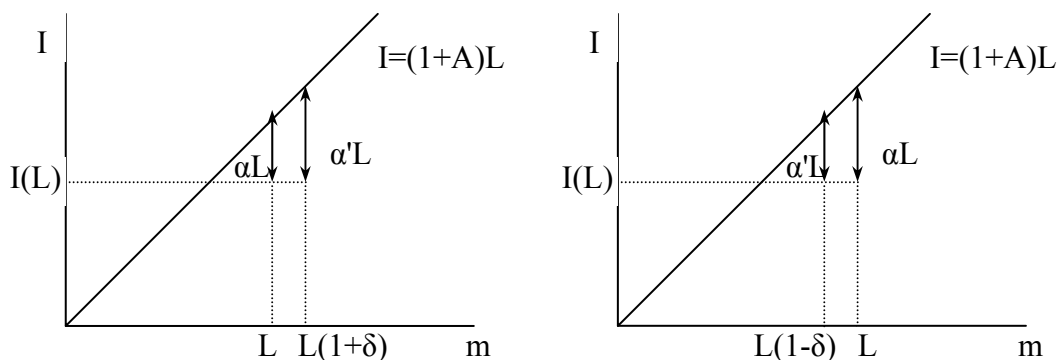
$$a_i = \frac{I_i(L) - L}{L}, \quad i = 1, 2, \dots, N \quad \text{και} \quad a_o = \frac{I_o(L_o) - L_o}{L_o} \quad (4)$$

Σημειώνεται ότι οι  $N-1$  προσδιορισμοί πραγματοποιούνται με χρήση συνδυασμού απόβαρων με το πρότυπο βάρος  $L$ , ο  $N$ -οστός προσδιορισμός αποτελεί επανάληψη προηγούμενου και τέλος ένας γίνεται με χρήση του βάρους  $L_o$  κοντά στο μέγιστο της κλίμακας του ζυγού. Αν ορίσουμε  $\delta$  και  $\delta_o$  τις σχετικές μεταβολές λόγω άγνωστης ολίσθησης των βαρών που οι αξίες της μάζας τους  $L$  και  $L_o$  είναι προσδιορισμένες από την τελευταία διακρίβωσή τους, τότε η αληθής τιμή της μάζας τους είναι:

$$L' = L + L \cdot \delta \quad \text{και} \quad L_o' = L_o + L_o \cdot \delta_o \quad (5)$$

και αντίστοιχα η ορθή τιμή των σχετικών αποκλίσεων,  $a'$ , θα είναι:

$$a_i' = \frac{I_i(L') - L'}{L'} \quad \text{και} \quad \text{αντίστοιχα} \quad a_o' = \frac{I_o(L_o') - L_o'}{L_o'} \quad (6)$$



α) Θετική ολίσθηση

β) Αρνητική ολίσθηση

Σχήμα 1. Σφάλμα αντιστοίχισης  $I(L) \rightarrow L$  λόγω του “drift” στο πρότυπο βάρος

Λαμβάνοντας υπόψη ότι  $I(L') = I(L)$ , δεδομένου ότι στην περίπτωση που εξετάζουμε η διαφοροποίηση του  $a'$  σε σχέση με το  $a$  οφείλεται σε εσφαλμένη αντιστοίχιση της ένδειξης του ζυγού  $I$  στη μάζα  $L$  αντί της πραγματικής  $L'$  (Σχήμα 1.), η (6) γίνεται:

$$a'_i = \frac{I_i(L) - (L + L \cdot \delta)}{(L + L \cdot \delta)} \approx \frac{I_i(L) - (L + L \cdot \delta)}{L} = a_i - \delta \quad \text{και} \quad a'_o = a_o - \delta_o \quad (7)$$

Κατά συνέπεια ο ορθός μέσος όρος  $A'$  των σχετικών αποκλίσεων  $a'_i$  σε σχέση με τον  $A$  όπως υπολογίζεται από τη διαδικασία είναι:

$$A' = \frac{1}{N+1} \sum_{i=0}^N a'_i = \frac{\sum_{j=1}^N (a_j - \delta) + (a_o - \delta_o)}{N+1} = A - \left( \frac{N \cdot \delta}{N+1} + \frac{\delta_o}{N+1} \right) \quad (8)$$

Αντίστοιχα η ορθή διακύμανση  $s_a'^2$  σχετίζεται με την υπολογιζόμενη  $s_a^2$  ως εξής:

$$\begin{aligned} s_a'^2 &= \frac{1}{N} \sum_{i=0}^N (a'_i - A')^2 = \frac{1}{N} \left[ \sum_{j=1}^N \left( a_j - \delta - A + \frac{N \cdot \delta + \delta_o}{N+1} \right)^2 + (a_o - \delta_o - A + \frac{N \cdot \delta + \delta_o}{N+1})^2 \right] = \\ &= \frac{1}{N} \left[ \sum_{j=1}^N \left[ (a_j - A) + \left( \frac{N \cdot \delta + \delta_o}{N+1} - \delta \right) \right]^2 + \left[ (a_o - A) + \left( \frac{N \cdot \delta + \delta_o}{N+1} - \delta_o \right) \right]^2 \right] = \dots \\ &\dots = s_a^2 + \frac{(\delta - \delta_o)^2}{(N+1)} + \frac{2 \cdot (\delta_o - \delta)}{(N+1)} \left( \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N a_j - a_o \right) \quad \mu\epsilon \quad j = 1, 2, \dots, N \quad (9) \end{aligned}$$

Από τις (8) και (9) εξάγονται τα παρακάτω χρήσιμα συμπεράσματα για την μορφή της επίδρασης της ολίσθησης των προτύπων βαρών:

α) Αν η ολίσθηση των βαρών έχει το ίδιο πρόσημο με την τιμή του  $A$  και ανεξάρτητα από τη σχετική τους τιμή αυτό οδηγεί σε *υποεκτίμηση* της αβεβαιότητας του ζυγού όπως δίνεται από τη σχέση (2) ενώ αν είναι αντιθέτου προσήμου σε μια *υπερεκτίμηση*.

β) Για τον καθορισμό του  $A$ , μεγαλύτερο ποσοστό συμμετοχής έχει το βάρος  $L$  ( $\approx 25\%$  max range). Αυτό πρακτικά σημαίνει ότι σχεδόν σε κάθε περίπτωση δεν αντισταθμίζεται η επίδραση στο  $A$  ακόμα κι αν τα βάρη ολισθαίνουν προς αντίθετη κατεύθυνση.

γ) Γενικότερα, αν τα βάρη ολισθαίνουν προς αντίθετες κατευθύνσεις η επίδραση στο  $A$  μειώνεται ενώ στο  $s_a$  είναι αυξητική. Το αντίθετο συμβαίνει για μεταβολή προς την ίδια κατεύθυνση.

δ) Ειδικότερα για  $\delta = \delta_o$  οι (8) και (9) γίνονται αντίστοιχα:

$$A' = A - \delta \quad \text{και} \quad s_a' = s_a \quad (10)$$

#### 4. Στατιστικά Κριτήρια Αποτίμησης Αποτελεσμάτων Διακρίβωσης Ζυγών

Παρακάτω επιχειρείται η αποτίμηση με στατιστικούς δείκτες των αποτελεσμάτων της διακρίβωσης των ηλεκτρονικών ζυγών σε σχέση με πιθανές άγνωστες μεταβολές της μάζας των προτύπων βαρών που χρησιμοποιούνται. Στο σημείο όμως αυτό θα πρέπει να αναρωτηθούμε αν πρόκειται να παραβιάσουμε τον «μηδενικό νόμο» της Μετρολογίας που λέει ότι η ροή αξιόπιστων πληροφοριών πραγματοποιείται από την κορυφή της μετρολογικής πυραμίδας στην οποία βρίσκονται τα πρωτεύοντα πρότυπα με κατεύθυνση προς τη βάση όπου βρίσκονται τα διάφορων ειδών μετρητικά όργανα και διατάξεις που χρησιμοποιούνται σε ευρεία κλίμακα και ποτέ το αντίστροφο. Με άλλα λόγια θα βάλουμε τα πρότυπά μας να «μιλήσουν» για τον υπό διακρίβωση ζυγό ή το αντίστροφο? Η απάντηση είναι ξεκάθαρη από την αρχή. Σαφώς και όχι. Κάθε μετρητική διάταξη έχει εγγενή μετρολογικά χαρακτηριστικά (όπως η διακριτική της ικανότητα, η επαναληψιμότητα, η ευαισθησία κλπ) τα οποία καθορίζουν ένα μέγιστο επίπεδο ακρίβειας

το οποίο είναι αξεπέραστο κατά μια έννοια. Έτσι και τα μετρολογικά χαρακτηριστικά ενός ζυγού, θέτουν ένα όριο, ένα «παράθυρο» περιορίζοντας την ικανότητά μας να «δούμε» μέσα από αυτό ποσότητες και μεταβολές πέρα απ' την ακρίβειά του. Αυτό που στην ουσία πάμε να κάνουμε είναι να αξιοποιήσουμε δεδομένα που προέρχονται από ζυγούς με πολύ καλά μετρολογικά χαρακτηριστικά, όχι προφανώς για να διακριβώσουμε τα πρότυπα βάρη μας, αλλά για να διερευνήσουμε με τα εργαλεία της στατιστικής την πιθανότητα, κάποιο η κάποια από τα πρότυπα βάρη, να έχει «ξεφύγει» κατά ένα *πολλαπλάσιο της αβεβαιότητάς του*, από την τιμή της μάζας του όπως είναι γνωστή από την τελευταία διακρίβωση. Έτσι ο ζυγός μετατρέπεται σε ένα είδος συγκριτή μάζας, που φέρνει σε αντιπαράθεση τις πληροφορίες που «εισάγουν» στη μέτρηση τα πρότυπα βάρη που χρησιμοποιούνται για τη διακρίβωση. Για τον λόγο αυτό, όπως θα διαπιστώσουμε κι από το παράδειγμα που δίνεται στο τέλος της εργασίας, είναι πιθανό ότι σε λίγες μόνο περιπτώσεις θα μπορέσει η παρακάτω μέθοδος να αποδόσει καρπούς, δηλαδή, να δώσει ενδείξεις για ολίσθηση των βαρών, εκτός κι αν η ολίσθηση αυτή είναι σημαντικά μεγάλη. Ωστόσο, όπως θα διαπιστώσουμε, κάθε «άκαρπη» προσπάθεια μας προσφέρει μια σημαντική πληροφορία. Πως είτε τα πρότυπά μας παραμένουν εντός κάποιων ασφαλών ορίων διακύμανσης, είτε η συνεισφορά τους στη συνολική αβεβαιότητα του ζυγού κατά τη χρήση του, όπως εκφράζεται από τη σχέση (2), είναι αμελητέα.

Τα δεδομένα από τα αποτελέσματα των διακριβώσεων μπορούν να ομαδοποιηθούν με τους ακόλουθους τρόπους. Πρώτη ομαδοποίηση μπορεί να προκύψει από τα δεδομένα που παράγονται σε μια και μοναδική διακρίβωση. Ένα δεύτερο σύνολο προέρχεται από ενδεχόμενες προηγούμενες διακριβώσεις του ίδιου οργάνου. Τέλος ένα τρίτο σύνολο δεδομένων είναι αυτά από τις διακριβώσεις διαφόρων ζυγών με χρήση των ιδίων πρότυπων βαρών. Οι παράμετρος που μπορούν να χρησιμοποιηθούν στη στατιστική ανάλυση και «φέρουν» την επίδραση των προτύπων βαρών είναι οι σχετικές αποκλίσεις (από την ιδανική ευθεία με κλίση μονάδα)  $\alpha_i$  και κατ' επέκταση οποιοσδήποτε συνδυασμός αυτών, όπως ο μέσος όρος τους  $\bar{\alpha}$ , η διακύμανση  $s_{\alpha}^2$  και ο μέσος όρος  $\bar{\alpha}_j$ , για  $j=1, 2, \dots, N-1$ .

Οι μεταβλητές που «φέρουν» πληροφορία για την ολίσθηση είναι οι  $\Delta_1$  και  $\Delta_2$ . Οι μεταβλητές αυτές σχετίζονται με την ολίσθηση ως εξής:

$$\Delta_1 = \bar{\alpha}_j - \alpha_o = (\alpha'_j - \alpha'_o) + (\delta_o - \delta) \quad j = 1, 2, \dots, N-1 \quad (11)$$

$$\Delta_2 = \bar{\alpha}_j - \alpha'_j = \delta \quad j = 1, 2, \dots, N-1 \quad (12)$$

Στη διαφορά  $\Delta_1$  τα τονούμενα μεγέθη υποδηλώνουν τις ορθές αλλά άγνωστες ποσότητες. Η διαφορά  $\Delta_1$  εξάγεται από τα δεδομένα μιας διακρίβωσης. Η  $\Delta_2$  προκύπτει από δεδομένα δυο διαδοχικών διακριβώσεων στον ίδιο ζυγό (σε χρονική απόσταση όση το διάστημα περιοδικού ελέγχου). Σ' αυτή την περίπτωση τα τονούμενα μεγέθη έχουν την έννοια ότι τα βάρη είναι απαλλαγμένα από ολίσθηση, όπως μπορεί να ισχυριστεί κανείς για διακριβώσεις που πραγματοποιήθηκαν στο παρελθόν και ενδεχομένως πλησιέστερα στο χρόνο διακρίβωσης των προτύπων βαρών. Στη σχέση (11) ο μέσος όρος περιλαμβάνει μόνο τους πρώτους  $N-1$  προσδιορισμούς της σχετικής απόκλισης του ζυγού και ισοδυναμεί με προσδιορισμό της σχετικής απόκλισης στο μέγιστο της κλίμακας. Αποτελεί δηλαδή μια εκτίμηση του  $\alpha_o$ . Κατά συνέπεια, η αναμενόμενη τιμή της διαφοράς  $\Delta_1$  είναι μηδέν, με την υπόθεση ότι δεν έχει ολισθήσει το ένα βάρος σε σχέση με το άλλο. Επίσης, η αναμενόμενη τιμή της  $\Delta_2$  είναι μηδέν, υπό την προϋπόθεση ότι δεν υπάρχει ολίσθηση του βάρους  $L$  και επιπλέον τα χαρακτηριστικά του ζυγού δεν μεταβλήθηκαν στο διάστημα που μεσολάβησε. Αυτό πρακτικά σημαίνει ότι θα πρέπει να προηγηθεί ένα F-test όσον αφορά τη σταθερότητα της διακύμανσης που σχετίζεται με τις δοκιμές της επαναληψιμότητας και γραμμικότητας του ζυγού. Η μεταβλητή  $\Delta_2$  επιδέχεται μεταβολές,

κυρίως εξαιτίας της μεταβολής στη χαρακτηριστική του ζυγού λόγω θερμοκρασιακής ολίσθησης ή λόγω της ολίσθησης της μάζας του εσωτερικού (ή εξωτερικού) βάρους που χρησιμοποιείται για τη ρύθμιση του ζυγού. Κατά συνέπεια η εκτίμηση του  $\delta$  από τη (12) είναι σχετικά λιγότερο ασφαλής. Οι σχέσεις (11) και (12) αποτελούν ένα σύστημα εξισώσεων για τον προσδιορισμό άνω ορίων για τα  $\delta$  και  $\delta_0$ . Σε περίπτωση που δεν διατίθενται τα δεδομένα για τον προσδιορισμό της  $\Delta_2$ , είναι δυνατό να εστιάσουμε στο ενδεχόμενο ένα μόνο βάρος να έχει υποστεί ανεπιθύμητη μεταβολή και να προσδιοριστεί από την (11) ένα  $\delta_{\max}$  που αφορά σε οποιοδήποτε από τα πρότυπα βάρη. Η  $\delta_{\max}$  μπορεί να γραφεί σε μονάδες διευρυμένης σχετικής αβεβαιότητας των βαρών  $U(r)$  ως εξής:

$$\delta_{\max} = \pm p \cdot U(r) \quad (13)$$

Παραμένει βέβαια το ερώτημα κατά πόσο οι διαφορές αυτές που υποδηλώνουν την ύπαρξη μεταβολής στα πρότυπα βάρη είναι από στατιστικής άποψης σημαντικές [9] ή με άλλα λόγια αν είναι δυνατό να εξηγηθούν από τη διακύμανση της όλης διαδικασίας. Οι κατάλληλες δοκιμές σημαντικότητας (significance tests) είναι:

Για τη διαφορά  $\Delta_1$  ένα t-test με τυπική αβεβαιότητα της μεταβλητής  $\Delta_1$  όπως προκύπτει από τη διάδοση σφαλμάτων:

$$u(\Delta_1) = \sqrt{\left(\frac{s}{L_o}\right)^2 + \left(\frac{u(d)}{L_o}\right)^2 + u^2(r) + \frac{1}{N-1} s_{aj}^2} \quad (14)$$

Αν ο λόγος

$$t = \Delta_1/u(\Delta_1) > t_c(v_{\text{eff}}, 95\%) \quad (15)$$

όπου  $t_c(v_{\text{eff}}, 95\%)$  η κρίσιμη τιμή της κατανομής student με δύο ουρές, για  $v_{\text{eff}}$  βαθμούς ελευθερίας και επίπεδο εμπιστοσύνης 95%, όπως προκύπτουν απ' την εφαρμογή του τύπου του Welch-Satterthwaite, τότε υπάρχει σημαντική ένδειξη παραβίασης της μηδενικής υπόθεσης για μη ύπαρξη ολίσθησης.

Αντίστοιχα για τη διαφορά  $\Delta_2$  που είναι διαφορά μέσων όρων, η κατάλληλη στατιστική δοκιμή είναι η δοκιμή-z για σύγκριση δύο μέσων όρων όταν είναι γνωστές οι διακυμάνσεις αυτών [10]. Αν

$$|z| > z_a/2 \quad (16)$$

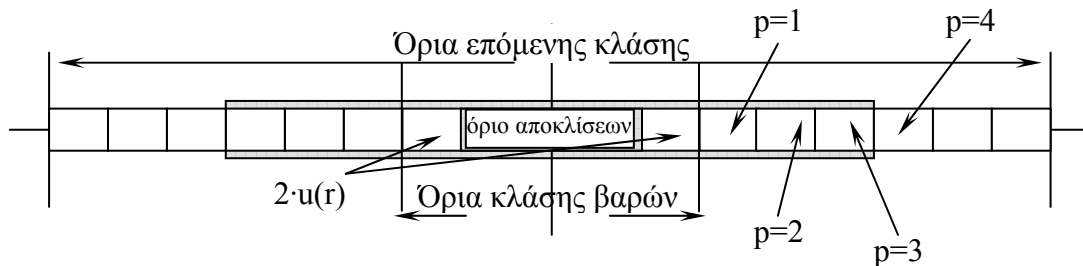
όπου  $z_a$  το άνω κρίσιμο όριο της κανονικής κατανομής που αντιστοιχεί σε πιθανότητα  $\alpha$  (εδώ  $\alpha=0,05$ ), τότε έχουμε παραβίαση της μηδενικής υπόθεσης ότι η  $\Delta_2 = 0$ .

## 5. Αναλυτική Προσέγγιση Επίδρασης της “Ολίσθησης” στη Διευρυμένη Αβεβαιότητα Ζυγού κατά τη Χρήση

Θα διερευνήσουμε τώρα από μια άλλη σκοπιά την επίδραση της ολίσθησης στην έκφραση της διευρυμένης αβεβαιότητας του ζυγού κατά τη χρήση του (σχέση 2.). Θα θεωρήσουμε ότι είτε από μελέτη του ιστορικού των προτύπων βαρών είτε από τους παραπάνω στατιστικούς ελέγχους έχουμε συνάγει ένα άνω ασφαλές όριο για την εκτίμηση της ολίσθησης των μαζών. Έστω ότι σε σχετικές τιμές η ολίσθηση περικλείεται εντός των ορίων  $\pm p \cdot U(r)$  όπου  $U(r) = 2 \cdot u(r)$  η διευρυμένη σχετική αβεβαιότητα που αντιστοιχεί στην κλάση των προτύπων βαρών. Τότε η έκφραση της αβεβαιότητας (2) θα περιέχει έναν επιπλέον «ανεξάρτητο» όρο με την υπόθεση ότι η μεταβλητή  $\delta_{\max}$  ακολουθεί ορθογωνική κατανομή με ήμισυ εύρος  $2p \cdot u(r)$  και διακύμανση:

$$u^2(\text{drift}) = \frac{4}{3} p^2 \cdot u^2(r) \quad (17)$$

Όπως φαίνεται στο Σχήμα 2. για  $p=1$  υπάρχει σημαντική διακινδύνευση το πρότυπο βάρος να έχει υπερβεί τα όρια της κλάσης στην οποία βρέθηκε να ανήκει κατά την τελευταία διακρίβωσή του. Για  $p=4$  η πιθανότητα κατά την επόμενη διακρίβωση να βρεθεί ακόμα και εκτός από τα όρια της επόμενης κλάσης είναι ιδιαίτερα αυξημένη.



Σχήμα 2. Όρια κλάσεων και διαμερισμός διαστημάτων ως προς τη μονάδα  $2 \cdot u(r)$

Αν ξαναγράψουμε λοιπόν τη σχέση (2) ομαδοποιώντας τους όρους κάτω από το ριζικό υπό τον όρο  $B^2$  πλην του όρου  $u^2(r)$ , με ταυτόχρονη διαίρεση με την τιμή της μάζας  $L$  για να λάβουμε σχετικές τιμές αβεβαιοτήτων, θα έχουμε:

$$U_{rel} = \frac{U(I)}{L} = 2\sqrt{B^2 + u^2(r)} + |A| \quad (18)$$

Θέτοντας στη σχέση (13)  $u(r) = 0$  παίρνουμε ένα «μέτρο» της αβεβαιότητας του ζυγού βάσει των δικών του μετρολογικών χαρακτηριστικών:

$$U_{bal} = 2\sqrt{B^2} + |A| = 2 \cdot |B| + |A| \quad (19)$$

Υπάρχει επίσης πάντα ένα  $k > 0$ , τέτοιο ώστε:

$$2 \cdot k \cdot u(r) \leq U_{bal} \quad (20)$$

Τέλος έστω  $U'_{rel}$ , η ορθή εκτίμηση της διευρυμένης σχετικής αβεβαιότητας της διακρίβωσης που αντιστοιχεί στη μάζα  $L$ , με την προσθήκη του όρου της σχέσης (17) για την ολίση των βαρών. Τότε το ποσοστό της υποεκτίμησης της αβεβαιότητας της μέτρησης λόγω μη διόρθωσης για την ενδεχόμενη μεταβολή δίνεται από τη σχέση:

$$\Phi(u(r), A, B, p) = \frac{U'_{rel} - U_{rel}}{U_{rel}} = \frac{\sqrt{\left(\frac{B}{u(r)}\right)^2 + 1 + \frac{4}{3}p^2} - \sqrt{\left(\frac{B}{u(r)}\right)^2 + 1}}{\sqrt{\left(\frac{B}{u(r)}\right)^2 + 1} + \frac{|A|}{2 \cdot u(r)}} \quad (21)$$

Από τις σχέσεις (20) και (21) και με αντικατάσταση όπου  $B/u(r) = x$ , έχουμε:

$$\Phi(u(r), A, B, p) \leq F(x, p, k) = \frac{\sqrt{x^2 + 1 + \frac{4}{3}p^2} - \sqrt{x^2 + 1}}{\sqrt{x^2 + 1} + k - x} \quad (22)$$

Η μέγιστη δυνατή λοιπόν υποεκτίμηση  $\Phi$  της διευρυμένης αβεβαιότητας της διακρίβωσης  $U_{rel}$  ισοδυναμεί με τη μέγιστη τιμή της συνάρτησης  $F(x, p, k)$  για διάφορες τιμές των παραμέτρων  $p$  και  $k$ , σε όλο το πεδίο ορισμού της μεταβλητής  $x > 0$ . Η εύρεση των ακρότατων της «ομαλής» αυτής συνάρτησης, μπορεί να γίνει εύκολα με χρήση υπολογιστικών εργαλείων. Η μορφή της γραφικής παράστασης της συνάρτησης  $F(x)$  καθώς και της παραγώγου της,  $g(x)$ , φαίνονται στο Σχήμα 3.

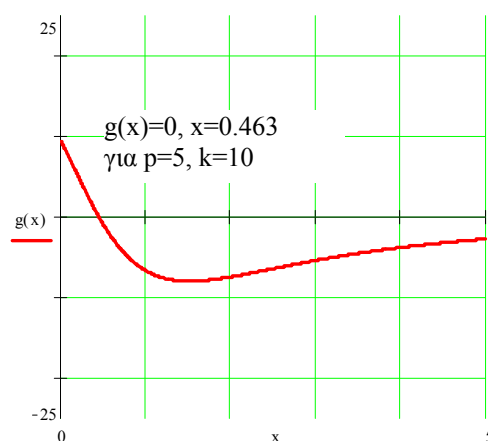
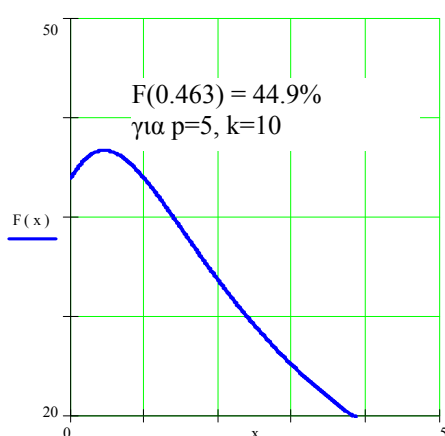
Στον Πίνακα 1. έχει γίνει ο υπολογισμός της μέγιστης υποεκτίμησης της αβεβαιότητας για διάφορα ζεύγη τιμών των παραμέτρων  $p$ ,  $k$  ενώ στον Πίνακα 2. εμφανίζονται τα ζεύγη τιμών των παραμέτρων  $p$  και  $k$  για τις οποίες η υποεκτίμηση της αβεβαιότητας δεν υπερβαίνει το 30%.

Η παραπάνω ανάλυση υποδεικνύει δύο τουλάχιστον αναγνώσεις:

1<sup>η</sup> ανάγνωση: Δοθέντων (π.χ. από τον Φορέα Διαπίστευσης του εργαστηρίου) των  $p$  και  $k$  δηλ. μιας πρόβλεψης για την πιθανή ολίση  $p$  και ενός παράγοντα ασφάλειας  $k$ , το εργαστήριο ελέγχει με βάση τα δεδομένα της διακρίβωσης του ζυγού την αλήθεια της ανίσωσης (20). Σε περίπτωση ισχύος της δεν προβαίνει σε καμία ενέργεια και η μέγιστη

πιθανή υποεκτίμηση της αβεβαιότητας της μέτρησης δίνεται από την τιμή του Πίνακα 1. για το αντίστοιχο ζεύγος τιμών. Σε περίπτωση μη ισχύος, το εργαστήριο ενσωματώνει στην έκφραση της αβεβαιότητας (2) επιπλέον όρο για την ολίσθηση, που αντιστοιχεί στην τιμή  $p$ .

2<sup>η</sup> ανάγνωση: Το εργαστήριο υπολογίζει το  $k$  από την ισότητα της (20). Διαθέτει και μίαν εκτίμηση για το  $p$  από την μέγιστη ολίσθηση που προκύπτει είτε από τη μελέτη του ιστορικού των προτύπων βαρών είτε από τη στατιστική ανάλυση που δείξαμε παραπάνω. Σε αυτή την περίπτωση οι πίνακες 1. και 2. δίνουν πληροφορία σχετικά με τη βαρύτητα της επίδρασης της πιθανολογούμενης ολίσθησης στην εκτίμηση της αβεβαιότητας διακρίβωσης του ζυγού.



α) Άξονας  $x$  σε  $[B/u(r)]$ , άξονας  $y=F(x)$  σε [%]      β) Η παράγωγος της  $F(x)$ ,  $g(x)$   
 Σχήμα 3. Χρήση του Mathcad για εύρεση μεγίστου της  $F(x)$  για  $x>0$ , η οποία εκφράζει το ποσοστό υποεκτίμησης της διευρυμένης αβεβαιότητας  $U(I)$  για  $p=5$ ,  $k=10$ .

Πίνακας 1.

		Μέγιστο ποσοστό υποεκτίμησης %		
		Τιμές παραμέτρου $k$		
Τιμές παραμέτρου $p$		10	5	3
	1	4,8	8,9	13,7
	2	13,9	26,0	40,0
	3	24,0	44,9	69,7
	4	34,4	64,7	101,0
	5	44,9	84,8	133,0
	6	55,6	105,3	165,8

Πίνακας 2.

		Ποσοστό υποεκτίμησης <30 %
		Τιμές παραμέτρου $k$
Τιμές παραμέτρου $p$		1
	1	1
	2	4
	3	8
	4	11
	5	15
6	19	

## 6. Ένα Παράδειγμα Εφαρμογής

Στο παράδειγμά μας θα θεωρήσουμε αναλυτικό ζυγό 200 g με διακριτική ικανότητα 0,02 mg, ο οποίος διακριβώθηκε για δυο συνεχείς χρονιές από το ίδιο εργαστήριο. Τα πρότυπα που χρησιμοποίησε το εργαστήριο ήταν κλάσσης OIML E2 τα  $L=50g$  και  $L_0=200g$  και  $F1$  τα απόβαρα και τα υπόλοιπα βάρη που χρησιμοποιούνται στη διαδικασία DKD-R-7.

Στον Πίνακα 3. φαίνονται όλα τα δεδομένα που σχετίζονται με τον υπολογισμό της αβεβαιότητας της διακρίβωσης για τις χρονιές 2003 και 2004, ενώ στον Πίνακα 4. φαίνονται τα δεδομένα και τα αποτελέσματα των στατιστικών ελέγχων:



Πίνακας 3.

$u^2(d)/L_o^2$	$u^2(r)$	$s^2/L_o^2$	$V_{ecc}$	$V_{temp}$	$s_a^2$	A	Ubal(Lo)	2u(r)	k
2003									
1.7E-15	6.3E-14	6.8E-15	1.3E-14	1.9E-13	1.6E-13	-2.7E-8	1.8E-6	5.0E-7	4
2004									
1.7E-15	6.3E-14	7.1E-15	4.5E-15	1.9E-13	2.1E-13	3.07E-7	1.8E-6	5.0E-7	4

Πραγματοποιήθηκε F-test για τις διακυμάνσεις λόγω επαναληψιμότητας και γραμμικότητας μεταξύ των δεδομένων που λήφθηκαν το έτος 2003 και 2004. Τα τεστ έδειξαν ότι τα δεδομένα ακολουθούν την ίδια κατανομή, ένδειξη ότι ο ζυγός διατήρησε τα χαρακτηριστικά της λειτουργίας του στο μεταξύ των διακριβώσεων διάστημα.

Πίνακας 4.

aver(a <sub>i</sub> )	a <sub>o</sub>	s <sub>ai</sub> <sup>2</sup>	Δ <sub>1</sub>	u(Δ <sub>1</sub> )	v <sub>eff</sub>	t	t <sub>c(95%)</sub>	Δ2	z	Z <sub>c(95%)</sub>
2003										
1.0E-7	-5.6E-7	1.5E-13	6.6E-7	3.3E-7	26	2.01	2.1			
2004										
5.0E-7	-5.6E-7	4.0E-14	1.1E-6	2.9E-7	170	3.72	2	4.0E-7	0.53	1.96

Από τις διαφορές Δ<sub>1</sub> και Δ<sub>2</sub> υπολογίστηκε ότι:  $\delta = 4 \cdot 10^{-7}$  και  $\delta_o = 1,5 \cdot 10^{-6}$

Η διαφορά Δ<sub>1</sub> είναι σημαντική με βάση το t-test για το έτος 2004 ενώ η Δ<sub>2</sub> δεν είναι.

Η μέγιστη σχετική ολίσθηση είναι  $\delta_{max} = 1,5 \cdot 10^{-6}$  και για την τιμή αυτή το  $p = 3$ .

Από τον Πίνακα 1. και για το ζεύγος τιμών  $k = 4$ ,  $p = 3$  προκύπτει ότι εάν δεν συμπεριληφθεί στην αβεβαιότητα του ζυγού η πιθανή ολίσθηση, αυτό ισοδυναμεί με 60% περίπου υποεκτίμηση της αβεβαιότητας. Το εργαστήριο οφείλει, να συμπεριλάβει τον όρο μια και η δοκιμή σημαντικότητας έδωσε θετικό σήμα, επίσης να ελέγξει άλλα διαθέσιμα δεδομένα από διακριβώσεις ζυγών όπου χρησιμοποιήθηκαν τα συγκεκριμένα βάρη και τέλος να στείλει τα συγκεκριμένα αυτά πρότυπα βάρη για επαναδιακρίβωση.

Τα αποτελέσματα μιας άλλης διακρίβωσης ζυγού 200 g με διακριτική ικανότητα 0,1 mg και σχετικά χειρότερη συμπεριφορά φαίνονται στον Πίνακα 5:

Πίνακας 5.

$u^2(d)/L_o^2$	$u^2(r)$	$s^2/L_o^2$	$V_{ecc}$	$V_{temp}$	$s_a^2$	A	Ubal(Lo)	2u(r)	k	
4.2E-14	6.3E-14	1,1E-13	3.7E-14	1.7E-12	1.5E-12	8.9E-07	4.4E-06	5.0E-7	9	
aver(a <sub>i</sub> )	a <sub>o</sub>	s <sub>ai</sub> <sup>2</sup>	Δ <sub>1</sub>	u(Δ <sub>1</sub> )	v <sub>eff</sub>	t	t <sub>c(95%)</sub>	Δ2	z	Z <sub>c(95%)</sub>
1.0E-06	-6.6E-07	1.3E-12	1.7E-6	7.4E-7	8	2.24	2.37			

Λόγω μη διαθέσιμων στοιχείων από προηγούμενες διακριβώσεις, είναι διαθέσιμη μόνο η διαφορά Δ<sub>1</sub> η οποία κρίνεται μη σημαντική από το t-test. Αν υποθέσουμε ότι η ολίσθηση οφείλεται σε ένα μόνο πρότυπο βάρος τότε:  $\delta_{max} = \Delta_1 = 1,7 \cdot 10^{-6}$  και  $p = 3$ .

Από τον Πίνακα 1. και για το ζεύγος τιμών  $k = 9$ ,  $p = 3$  προκύπτει ότι ακόμα κι αν το εργαστήριο δεν προχωρήσει σε διόρθωση της αβεβαιότητας για την ολίσθηση, θα έχει το πολύ υποεκτιμήσει την αβεβαιότητα κατά περίπου 24%. Ωστόσο το αποτέλεσμα του t-test ήταν οριακό και υποδηλώνει ότι απαιτείται προσοχή σε μελλοντική χρήση.

## 7. Συμπεράσματα

Ακολουθεί μια σύνοψη των αποτελεσμάτων της εργασίας, σε σχέση με την παραγωγή αξιόπιστων αποτελεσμάτων διακρίβωσης ζυγών και δήλωσης της αβεβαιότητας της μέτρησης σύμφωνα με τις απαιτήσεις του προτύπου ISO 17025. Στην παρούσα εργασία φαίνεται, ότι υπάρχει τρόπος μέσα από τη στατιστική επεξεργασία των δεδομένων που

παράγει ένα εργαστήριο κατά τις διακριβώσεις ζυγών, να οριοθετηθεί η πιθανή ύπαρξη ολίσθησης της μάζας των προτύπων βαρών που χρησιμοποιούνται. Τα αναγκαία «εργαλεία» για τη διασφάλιση της αξιοπιστίας των μετρήσεων είναι τα εξής:

α) Πριν απ' όλα και πάνω απ' όλα καθοριστική είναι η σημασία της διακρίβωσης των προτύπων βαρών σε τακτά χρονικά διαστήματα, αρχικά πυκνά στο βαθμό που δεν διατίθεται ιστορικό της χρήσης τους και στη συνέχεια πιο αραιά ανάλογα με την «επίδοσή» τους στο να παραμένουν εντός ανοχών της κλάσσης στην οποία ανήκουν.

β) Εξίσου σημαντική είναι και η εφαρμογή κανόνων GLP για το χειρισμό των προτύπων βαρών (φύλαξη, μεταφορά, μέτρα προφύλαξης κατά τη χρήση κλπ), καθόσον η πράξη έχει αποδείξει ότι κάτω από «φυσιολογικές» συνθήκες η μάζα των προτύπων βαρών παραμένει ικανοποιητικά σταθερή σε σχέση με την εν λόγω χρήση τους.

γ) Στο μεσοδιάστημα των διακριβώσεων των προτύπων βαρών, το εργαστήριο μπορεί να διενεργεί στατιστικούς ελέγχους για την εξιχνίαση στατιστικά σημαντικών ενδείξεων ύπαρξης ολίσθησης. Όποτε λαμβάνεται αρνητικό αποτέλεσμα συσχέτισης (πιθανά στις πλείστες των περιπτώσεων), θα οφείλεται είτε στο ότι το «παράθυρο» ευκρίνειας που καθορίζεται από τα μετρολογικά χαρακτηριστικά του ζυγού (διακύμανση των ενδείξεων) είναι μεγάλο, γεγονός που εξασφαλίζει σε μεγάλο βαθμό τη μικρή συμμετοχή της αβεβαιότητας και κατ' επέκταση της ολίσθησης των βαρών στη διευρυμένη αβεβαιότητα της διακρίβωσης, είτε, σε αντίθετη περίπτωση, όταν δηλ. η διακύμανση των ενδείξεων του ζυγού είναι μικρή, στο ότι η ολίσθηση παραμένει εντός ασφαλών ορίων. Όποτε λαμβάνεται στατιστικά σημαντική συσχέτιση, το εργαστήριο είναι σε θέση να εκτιμήσει τα άνω όρια της διακύμανσης που σχετίζεται με την ολίσθηση των βαρών και να προβαίνει σε διορθωτικές ενέργειες (συνυπολογισμό συνεισφοράς κλπ).

δ) Η παραπάνω ανάλυση είναι δυνατό να επεκταθεί και σε άλλες μεθοδολογίες διακρίβωσης ζυγών ή και άλλης κατηγορίας οργάνων, πέραν της συγκεκριμένης που εξετάστηκε με μεγαλύτερη λεπτομέρεια (Οδηγία DKD-R7 περίπτωση αριθ. υποδ. > 1.000.000). Με την κατάλληλη τεκμηρίωση θα μπορούσε να δοθεί η δυνατότητα στα εργαστήρια να αυξήσουν τους χρόνους επαναδιακρίβωσης του πρότυπου εξοπλισμού τους, με προφανές όφελος τόσο για τα ίδια όσο και για το σύνολο της οικονομικής δραστηριότητας που σχετίζεται με την ποιότητα προϊόντων και υπηρεσιών, χωρίς συνεπαγόμενη αύξηση του ρίσκου για παραγωγή αναξιόπιστων ή παραπλανητικών αποτελεσμάτων μετρήσεων.

## 8. Βιβλιογραφία

1. ISO / IEC 17025:1999, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*.
2. UKAS M3003: 1997, *The expression of uncertainty and confidence in measurement*.
3. Ιδιωτική Αλληλογραφία της 29-10-2004 με αξιωματούχο του Γερμανικού Φορέα Διαπίστευσης DKD.
4. Nielsen L., *Evaluation of the calibration history of a measurement standard*, DFM report DFM-01-R25, 2001, 1-6.
5. Scarpa F., *Metrologia*, 1998, **35**, 1-5.
6. Lira I., *Metrologia*, 2000, **37**, 677-681.
7. DKD –R-7-1, issue 98, *Calibration of non-automatic weighing instruments*.
8. Jones E. F., Schoonover M. R., *Handbook of mass measurement* (CRC press), 2002.
9. Mandel J., *The statistical analysis of experimental data* (Dover publ.), 1984.
10. Mandel J., *Evaluation and control of measurements* (Marcel Dekker), 1991.