

INCERTITUDINEA DE MĂSURARE- UN
INSTRUMENT IMPORTANT DE
EVALUARE A CALITĂȚII
REZULTATELOR ÎN TESTELE DE
FORMALDEHIDĂ

UNCERTAINTY OF MEASUREMENT- AN
IMPORTANT INSTRUMENT TO EVALUATE
THE QUALITY OF RESULTS IN
FORMALDEHYDE TESTS

Emanuela BELDEAN

Lect.dr.eng. – TRANSILVANIA University of Brasov- Faculty of Wood Engineering
Adresa/Address: B-dul Eroilor nr. 29, 50036, Brasov, Romania
E-mail: ebeldean@unitbv.ro

Octavia ZELENIU

Lect.dr.eng. – TRANSILVANIA University of Brasov- Faculty of Wood Engineering
Adresa/Address: B-dul Eroilor nr. 29, 50036, Brasov, Romania
E-mail: zoctavia@unitbv.ro

Rezumat:

Incertitudinea de măsurare este un indicator cantitativ al calității rezultatelor, însemnând cât de bine reprezintă rezultatul valoarea cantității măsurate. Incertitudinea de măsurare este un concept relativ nou, pentru evaluarea căruia în laboratoare au fost elaborate mai multe ghiduri și reglementări. Componentele incertitudinii sunt cuantificate pe baza unor date din măsurători repetate, măsurători anterioare, cunoașterea echipamentului și experiența măsurării. Estimarea incertitudinii implică o evaluare riguroasă a posibilelor surse de incertitudine și o bună cunoaștere a procedurii de măsurare. Studiul de caz prezentat în lucrarea de față arată pașii de bază în calcularea incertitudinii pentru emisia de formaldehidă din panouri pe bază de lemn, determinată prin Metoda Camerei de 1m³. Pe baza unei Diagrame Ishikawa bine definită s-a stabilit că incertitudinea extinsă este 0,044mg/m³ pentru un factor de acoperire k=2, și un nivel de încredere de 95%.

Cuvinte cheie: incertitudinea de măsurare; laboratoare de încercări; emisia de formaldehidă; calitatea rezultatelor.

INTRODUCERE

Obiectivul major al laboratoarelor implicate în activități de testare, certificare și etalonare, este de a obține rezultate fiabile. Prin urmare, trebuie să fie luate în considerare toate aspectele legate de procedurile de testare din laborator, de la început până la raportarea rezultatelor. Este binecunoscut faptul că orice măsurătoare este supusă imperfecțiunilor datorate atât unor factori obiectivi, cât și subiectivi. Deci, un test de performanță include nu numai echipamentul de colectare, analiză și de calcul, dar și subiecții umani și atitudinile lor și, de asemenea, mediul fizic al testului (Wayman ș.a. 2010). Datele măsurate necesită o raportare de incertitudine asociată care ar trebui să exprime contribuțiile tuturor surselor recunoscute de incertitudine. **Incertitudinea** "este un parametru asociat rezultatului unei măsurători (ex. o încercare sau etalonare), care definește gama

Abstract:

The measurement uncertainty is a quantitative indicator of the results quality, meaning how well the result represents the value of the quantity being measured. It is a relatively new concept and several guides and regulations were elaborated in order to facilitate laboratories to evaluate it. The uncertainty components are quantified based on data from repeated measurements, previous measurements, knowledge of the equipment and experience of the measurement. Uncertainty estimation involves a rigorous evaluation of possible sources of uncertainty and good knowledge of the measurement procedure. The case study presented in this paper revealed the basic steps in uncertainty calculation for formaldehyde emission from wood-based panels determined by the 1m³ Chamber method. Based on a very well defined Ishikawa Diagram, the expanded uncertainty of 0.044mg/m³ for k=2, at 95% confidence level was established.

Key words: uncertainty of measurement; testing laboratories; formaldehyde emission; quality results.

INTRODUCTION

The major aim for all laboratories involved in testing, certification and calibration activities, is to obtain reliable tests results. Therefore, all aspects of the laboratory testing procedures must be considered, from order entry to results reporting. It is well known that any measurement is subjected to imperfections due to both objective and subjective factors. So, a performance test includes not only the collection, analysis and computational equipment, but the human subjects and their attitudes and also the physical environment of the test (Wayman *et al.* 2010). The measured data require an associated report of uncertainty which should express the contributions from all recognized sources of uncertainty. **Uncertainty** "is a parameter, associated with the result of a measurement (eg. a calibration or test) that defines the range of the values that could reasonably be attributed to the measured quantity" (UCAS 2013).

de valori ce pot fi atribuite în mod rezonabil la cantitatea măsurată" (UCAS 2013).

Incertitudinea este un indicator cantitativ al calității rezultatelor, însemnând cât de bine reprezintă rezultatul valoarea cantității măsurate. Sunt necesare două numere pentru a cuantifica o incertitudine. Unul este lățimea intervalului, iar celălalt este un nivel de încredere, care precizează cât de siguri suntem că "valoarea adevărată" este în acest interval (Bell 1999).

Conceptul de incertitudine este relativ nou în istoria măsurării, mult discutat și a condus la diferite abordări și recomandări. Astfel, din anul 1960 Laboratorul de Inginerie Statistică al NBS (SUA, Biroul Național de Standarde), a elaborat îndrumări referitoare la exprimări ale impreciziei, erorii sistematice și incertitudinii asociate cu o valoarea raportată (Ku 1968). În 1980, Grupul de lucru cu privire la Declarația de incertitudini și CIPM (Comitetul Internațional de Mase și Măsurări), au pregătit și adoptat Recomandarea INC-1 despre exprimarea incertitudinilor experimentale (INC-1 1980). În 1993 a apărut inițial Ghidul original ISO, de exprimare a incertitudinii în măsurare (GUM 1995), și regulile NIST/NBS (SUA, Biroul Național de Standarde), de evaluare și exprimare a incertitudinii de măsurare. Ghidul s-a bazat pe unele lucrări realizate în anii 1960, de NBS, Eisenhart (Eisenhart ș.a. 1983) și Harry Ku (Ku 1968). În 1994, ISO/IEC a emis Ghidul 98, "Ghid de exprimare a incertitudinii în măsurare-GUM", care a fost actualizat și menținut în cadrul procesului de ISO/IEC până la versiunea curentă din 2008 (JGCM100 2008). EA (Cooperare Europeană pentru Acreditare), recunoaște Ghidul GUM ca și document de bază privind incertitudinea de măsurare, și elaborează de asemenea unele linii directe de îndrumare pentru evaluarea incertitudinii în testarea cantitativă (EA 4/16 2003). Potrivit acestui document, "Orice test ce implică determinarea unei valori numerice a măsurandului sau a unei caracteristici se numește testare cantitativă".

Măsurarea incertitudinii este uneori un subiect greșit înțeles atât la nivel de fabrică, cât și în cercurile academice; este un subiect complicat, și încă în evoluție. (Bell 1999). Estimarea incertitudinii este diferită în funcție de domeniile tehnice, dar este esențial să se ia în considerare oportunitatea stabilirii incertitudinii și clasificarea gradului de rigoare în determinarea sa (EA 4/16 2003).

În conformitate cu SR EN ISO/CEI 17025, un laborator "trebuie să aibă și să aplice proceduri pentru estimarea incertitudinii de măsurare" și, după caz, o estimare a incertitudinii trebuie raportată la rezultatul testului. Numeroase măsurători se efectuează în fiecare zi, în industrie sau comerț, fără nici un comentariu explicit al incertitudinii.

Lucrarea de față se referă la o situație concretă de estimare a incertitudinii de măsurare în cazul determinării emisiei de formaldehidă din panouri pe bază de lemn, prin Metoda Camerei de 1m³ (SR EN 717-1:2005).

The uncertainty is a quantitative indicator of the results quality, meaning how well does the result represent the value of the quantity being measured. There are necessary two numbers in order to quantify an uncertainty. One is the width of the interval and the other one is a confidence level, which states how sure we are that the 'true value' is within that interval (Bell 1999).

The concept of uncertainty is relatively new in the history of measurement, much discussed and it has lead to different approaches and recommendations. Thus, since 1960 the Statistics Engineering Laboratory of the NBS (USA, National Bureau of Standards), elaborated guidance on expressions of imprecision, systematic error, and uncertainty associated with a reported value (Ku 1968). In 1980, the Working Group on the Statement of Uncertainties and CIPM (the Comité International des Poids et Mesures), prepared and approved Recommendation INC-1 about expression of experimental uncertainties (INC-1 1980). In 1993 appeared the original ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM 1995), and the NIST/NBS (USA, National Bureau of Standards) guidelines to evaluate and express measurement uncertainty. The guide was base on some works made in 1960s, by NBS, Eisenhart (Eisenhart *et.al.* 1983) and Harry Ku (Ku 1968). In 1994, ISO/IEC issued Guide 98, "Guide to Expression of Uncertainty in Measurement-GUM", which has been updated and maintained within the ISO/IEC process through to the current version (JGCM100 2008). EA (the European co-operation for Accreditation) is recognised GUM as the master document on measurement uncertainty and they provide also a guidelines as a guidance for the evaluation of uncertainty in quantitative testing (EA 4/16 2003). According to this document "Any test involving the determination of a numerical value of a measurand or a characteristic is called quantitative testing".

Uncertainty measurement is a subject that is widely misunderstood, from the factory level to the academic circles, it is a complicated subject, and still evolving (Bell 1999). Uncertainty estimation is different depending on the technical fields, but it is necessary to take into consideration the appropriateness of the uncertainty determination and the classification of the degree of rigour in its determination (EA 4/16 2003).

According to SR EN ISO/IEC 17025, a laboratory "shall have and shall apply procedures for estimating uncertainty of measurement" and where appropriate, an estimation of uncertainty must be reported to the test result. Numerous measurements are performed every day in industry or commerce without any explicit comment on uncertainty.

The present paper refers to a real situation for uncertainty estimation in case of determination of formaldehyde emission from wood based panels, by the 1m³ chamber method (SR EN 717-1:2005).

OBIECTIVE

Sunt puține informații în literatura de specialitate despre o metodologie de calcul a incertitudinii în domeniul testelor de formaldehidă din panouri pe bază de lemn. Din aceste considerente lucrarea a avut în vedere realizarea următoarelor obiective:

- prezentarea metodologiei generale de estimare a incertitudinii în laboratoarele de încercări;
- prezentarea unui studiu de caz privind calculul incertitudinii pentru emisia de formaldehidă din panouri pe bază de lemn, determinată prin Metoda Camerei de 1m³.

METODOLOGIA ESTIMĂRII INCERTITUDINII

Pornind de la definiția incertitudinii dată de GUM, în cele ce urmează se vor prezenta toate etapele necesare în estimarea incertitudinii. Astfel, GUM definește **incertitudinea de măsurare ca "un parametru asociat rezultatului unei măsurători, care caracterizează dispersia valorilor care ar putea fi atribuite în mod rezonabil măsurandului"** (JGCM100 2008).

În acest context, calculul incertitudinii presupune identificarea tuturor componentelor sale, realizarea unei estimări rezonabile bazate pe contribuțiile tuturor surselor de incertitudine, indiferent de natura lor intrinsecă și metoda folosită pentru a le evalua și de a obține o incertitudine combinată. Incertitudinea combinată obținută este un interval care, declarat "nivel de încredere", ar trebui să includă măsurandul, în cazul nostru valoarea formaldehidei.

Din experiența noastră practică într-un laborator de testare al conținutului și emisiei de formaldehidă, s-a observat că există mai multe surse posibile de incertitudine, incluzând:

- definirea incompletă a măsurandului;
- eșantionarea;
- condițiile de mediu (temperatură, umiditate);
- procedura de măsurare;
- erori umane în citire și manipulare echipamente;
- rezoluție echipamente;
- variația în observarea repetată a măsurandului în condiții identice etc.

Ca bază în estimarea incertitudinii trebuie luate în considerare datele experimentale existente constând în: ghiduri, diagrame, materiale de referință sau certificate.

Pentru principalele tipuri de incertitudine, sunt considerate două criterii de clasificare:

1. În funcție de modul de calculare:

a. Incertitudinea standard - $u(x_i)$ este incertitudinea rezultatului unei măsurări exprimată ca deviație standard (1).

$$u(x) = s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1)$$

în care: x_1, \dots, x_i – date de intrare

□ \bar{x} – media datelor de intrare

n-1- grade de libertate

OBJECTIVES

There is little information available in the literature about the methodology for calculating the uncertainty in formaldehyde tests from wood-based panels. Therefore the work was intended to achieve the following objectives:

- to present the general methodology of estimating uncertainty in testing laboratories,
- to present a case-study for uncertainty calculation for formaldehyde emission from wood-based panels determined by the 1m³ Chamber Method.

METHODOLOGY FOR UNCERTAINTY ESTIMATION

Starting from the definition given by GUM to uncertainty, in the following, there will be presented all necessary steps in estimating uncertainty. Thus, GUM defines the **measurement uncertainty as "a parameter associated with the result of a measurement that characterises the dispersion of the values that could reasonably be attributed to the measurand"** (JGCM100 2008)

In this context, uncertainty calculation assumes to identify all its components, make a reasonable estimation based on the contributions from all sources of uncertainty irrespective of their intrinsic nature and method employed to assess them, and obtain a combined uncertainty. The resulting combined uncertainty is an interval that, with stated "level of confidence", is supposed to include the measurand, in our case formaldehyde value.

From our practical experience in a testing laboratory of formaldehyde content and emission, it was observed that there are many possible sources of uncertainty including:

- incomplete definition of the measurand;
- sampling;
- environmental conditions (temperature, humidity),
- measurement procedure;
- human errors in reading and manipulating equipments;
- equipment resolution;
- variation in repeated observation of the measurand under identical conditions, etc.

As origin of uncertainty estimation the existing experimental data consisting in: guides, diagrams, reference materials or certificates, must be considered.

For the main types of uncertainty, two classification criteria are considered:

1. According to calculation manner:

a. Standard uncertainty - $u(x_i)$ is uncertainty of the result of a measurement expressed as a standard deviation (1).

$$u(x) = s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1)$$

where: x_1, \dots, x_i – a set of input data value

□ \bar{x} - average of input data values

b. Incertitudine standard combinată - $u_c(y)$ obținută din mai multe incertitudini și egală cu rădăcina pătrată a unei sume de termeni. Când măsurandul este definit ca un produs de termeni formula de calcul este (2):

$$u_c(y) = y \sqrt{\sum \frac{u^2(x_i)}{x_i^2}} \quad (2)$$

în care: y - estimarea măsurandului
 x_i - date de intrare
 $u(x_i)$ - incertitudini asociate

c. Incertitudine extinsă - U_e este o cantitate care definește un interval în jurul rezultatului unei măsurări, interval în care este de așteptat să fie cuprinsă o fracțiune ridicată a distribuției valorilor, ce pot fi atribuite în mod rezonabil măsurandului (JGCM 100 2008).

$$U_e = u_c \cdot k \quad (3)$$

în care: u_c - incertitudine standard combinată
 k - factor de acoperire ($k=2$, nivel de încredere 95%)

2. În funcție de modul de evaluare:

- Tip A** – metoda de evaluare a incertitudinii determinată printr-o analiză statistică a unei serii de observații (ex. repetabilitate, reproductibilitate).
- Tip B** – metoda de evaluare a incertitudinii prin alte mijloace decât analizele statistice (ex. măsurări anterioare, certificate de etalonare, interval de temperatură, specificațiile producătorului, incertitudini din manuale).

Înainte de începerea calculării incertitudinii se consideră următorii pași importanți:

- specificarea corectă a măsurandului și a unității de măsură;
- specificarea metodei și echipamentului;
- dezvoltarea unui model matematic pentru rezultatul evaluării;
- cuantificarea bugetului de incertitudini;
- calcularea incertitudinii standard combinate;
- raportarea rezultatului cu incertitudinea asociată.

STUDIU DE CAZ PENTRU CALCULAREA INCERTITUDINII ÎN TESTELE DE FORMALDEHIDA DIN PANOURI PE BAZA DE LEMN

Prima etapă în calcul incertitudinii este descrierea procedurii de măsurare. Aceasta conține o listă succesivă de operații (Fig. 1) și o ecuație matematică (4). Ca echipament se utilizează o cameră standardizată cu volumul de 1m^3 .

Metoda standard cu acetilacetonă este aplicată pe scară largă și recomandată în Europa și Japonia pentru determinarea emisiilor de formaldehidă din panouri pe bază de lemn (Salthammer ș.a. 2010). Metoda Camerei (SR EN 717-1) este considerată metoda de referință, iar dimensiunea standard este de 1m^3 . Procedura constă în evaluarea formaldehidei emisă din două epruvete din panouri de lemn, poziționate într-o cameră cu condiții bine definite (temperatura, umiditatea, viteza aerului și coeficient de schimb de aer). Formaldehida din cameră este

$n-1$ - degree of freedom

b. Combined standard uncertainty - $u_c(y)$ is obtained from values of other uncertainties, equal to the positive square root of a sum of terms. When the measurand is defined as a multiplication of terms the calculation formula is (2):

$$u_c(y) = y \sqrt{\sum \frac{u^2(x_i)}{x_i^2}} \quad (2)$$

where: y - estimate of measurand
 x_i - input estimated values
 $u(x_i)$ - associated uncertainties

c. Expanded uncertainty - U_e is a quantity defining an interval about the result of a measurement that may be expected to encompass a large fraction of the values distribution that could be reasonably attributed to the measurand (JGCM 100 2008).

$$U_e = u_c \cdot k \quad (3)$$

where: u_c - combined standard uncertainty
 k - coverage factor ($k=2$ for 95% confidence level)

2. According to evaluation:

a. Type A evaluation – method of uncertainty evaluation by the statistical analyses of series of observations (eg. repeatability, reproducibility).

b. Type B evaluation - method of uncertainty evaluation by other means than statistical analyses of series of observations (eg. previous measurements, manufacturer specification, calibration certificates, temperature intervals, uncertainties from manuals).

Before starting uncertainty calculation a few steps must be considered:

- the correct specification of measurand and the measure unit;
- the specification of method and equipment;
- developing a mathematic model for the result evaluation;
- quantifying uncertainty budget;
- calculation the combined standard uncertainty;
- reporting the testing result with associated uncertainty.

CASE-STUDY FOR UNCERTAINTY CALCULATION IN FORMALDEHYDE TESTS FROM WOOD BASED PANELS

The first step in calculation of uncertainty is to describe the measurement procedure. It contains a successive list of operations (Fig. 1) and a mathematical equation (4). As equipment a standardised chamber with volume of 1m^3 is used.

The acetylaceton method is a widely applied standard procedure and recommended in Europe and Japan for the determination of formaldehyde emissions from wood-based panels (Salthammer et al. 2010). The Chamber method (SR EN 717-1) is considered the reference method and the standard size is 1m^3 . The procedure consists in evaluation of formaldehyde released from two wood-panels samples positioned in a chamber with well defined

colectată în impingere sau vase de colectare unde este captată cantitativ în apă distilată. Concentrația de aldehida formică din apa conținută în vasele de spălare se determină spectrofotometric prin metoda cu acetilacetonă, la o lungime de undă de 412nm.

Ecuția măsurândului conform standardului SR EN 717-1:2005 este data mai jos:

$$G = (A_S - A_b) \times f \times V_{sol} \text{ [mg]} \quad (4)$$

în care: G este cantitatea de formaldehidă din probele testate, în mg.

A_S - absorbanta probelor testate, în unități de absorbantă

A_b - absorbanta probelor martor, în unități de absorbantă

f - panta curbei de calibrare pentru soluția de referință cu formaldehidă, în mg/ml

V_{sol} - volumul impingerelor, în ml ($V=25$ ml).

Emisia de formaldehidă se calculează astfel:

$$c = G / V_{aer} \text{ [mg/m}^3\text{]} \quad (5)$$

în care: G - cantitatea de formaldehidă totală din probele testate, mg.

V_{aer} - volumul de aer, în m^3 .

conditions (temperature, humidity, air velocity and air change rate). Formaldehyde from chamber is collected in impingers where is quantitatively trapped in distilled water. The formaldehyde amount in the water is determined with acetylacetone by spectrophotometry at a wavelength of 412nm.

The equation of measurand according to the standard SR EN 717-1:2005 is given below:

$$G = (A_S - A_b) \times f \times V_{sol} \text{ [mg]} \quad (4)$$

where: G is formaldehyde from test samples, in mg.

A_S - the absorbance of test samples, in absorbance units

A_b - the absorbance of control sample with distilled water, in absorbance units

f - the slope of calibration curve for reference formaldehyde solution, in mg/ml

V_{sol} - the volume of impingers, in ml ($V=25$ ml).

Formaldehyde emission is calculated as follows:

$$c = G / V_{aer} \text{ [mg/m}^3\text{]} \quad (5)$$

where: G - total formaldehyde from test samples, mg.

V_{aer} - the air volume, in m^3 .

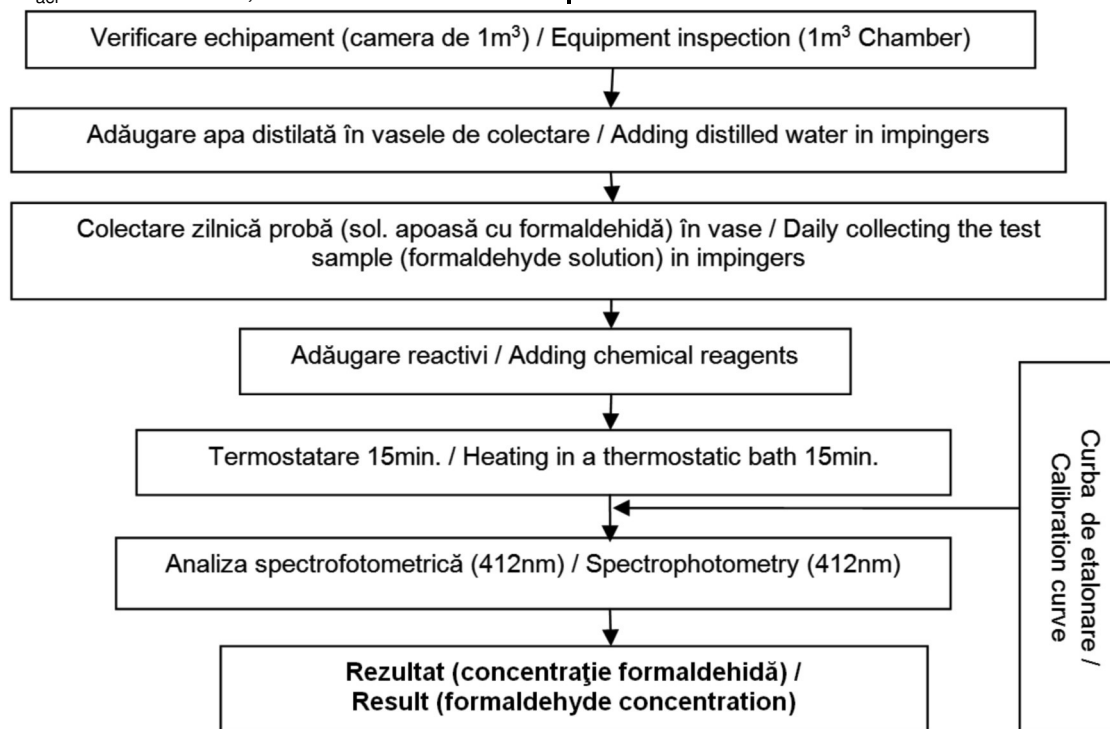


Fig. 1.

Schema de determinare a emisiei de formaldehidă prin Metoda Camerei de 1m³ / The schedule for determination of formaldehyde emission by 1m³ Chamber test.

În ecuația (5) V_{aer} este o constantă. Ca urmare, ecuația (4) este cea adecvată și utilizată pentru evaluarea incertitudinii în acest studiu de caz.

Procedura de testare este schematic reprezentată în Fig. 1.

Cea mai dificilă etapă în calcularea

In equation (5) V_{aer} is a constant. As result, G calculation (4) is adequate and used for uncertainty evaluation in this case-study.

The testing procedure is schematically illustrated in Fig. 1.

The most difficult step in calculation of uncertainty

incertitudinii este ridicarea diagramei cauză-efect denumită *Diagrama Ishikawa* sau *Os de pește*. S-a demonstrat că, pe de o parte, există riscul de a omite surse de incertitudine, iar pe de altă parte, de a le lua în considerare de mai multe ori (Ghid Eurachem 2000). Diagrama identifică principalele surse de incertitudine generate de: om, mediu, material și metodă. O diagramă corectă previne dublarea efectelor.

În Fig. 2 este prezentată Diagrama Ishikawa (cauză-efect) pentru studiul de caz considerat. În această diagramă sunt reprezentate principalele date de intrare care pot fi independente (curba de calibrare, CE2) sau corelate (T1-Re1-CE1, T4-Re4-CE4-CE3).

is to make the *Ishikawa or Fishbone Diagram*. It was demonstrated that, on one hand, there is a risk to omit the sources of uncertainty, and on the other hand, to duplicate them (Ghid Eurachem 2000). The diagram identifies the main sources of uncertainty generated by: human, environment, material and method. A correct diagram prevents the replication of effects.

In Fig. 2 is represented the Ishikawa Diagram for the considered case-study. In this diagram there are represented the main input data that could be independent (calibration curve, CE2) or correlated (T1-Re1-CE1, T4-Re4-CE4-CE3).

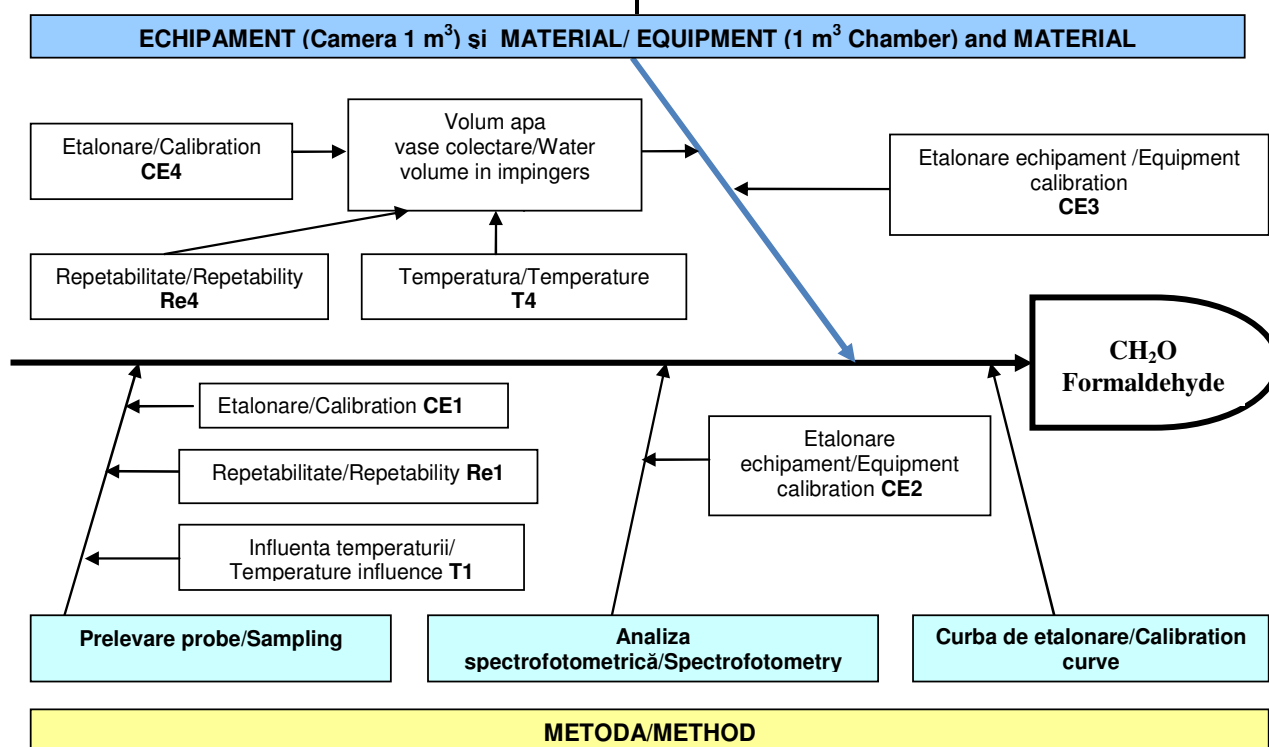


Fig. 2.

Diagrama cauză-efect pentru evaluarea incertitudinii în cazul Metodei Camerei de 1m³ / Ishikawa Diagram for uncertainty estimation in case of 1m³ Chamber Method.

Pentru calculul incertitudinii totale combinate uc/c se folosește formula de mai jos (6):

$$\frac{u_c}{c} = \sqrt{\frac{u^2(A)}{A^2} + \frac{u^2(f)}{f^2}} \quad (6)$$

în care:

$u(A)$ - incertitudinea rezultată din măsurători (prelevare proba, analiza spectrofotometrică și echipamentul de măsurare spectrofotometrică),
 $u(f)$ - incertitudinea rezultată din curba de calibrare,
 A - media diferenței între absorbanta probei de analizat și cea a probei martor ($A=0,170$),
 f - absorbanta pentru curba de calibrare ($f=1,0693716$).

Fiecare termen al ecuației (6) se calculează astfel:

It was used the formula below to get the total combined uncertainty uc/c (6):

$$\frac{u_c}{c} = \sqrt{\frac{u^2(A)}{A^2} + \frac{u^2(f)}{f^2}} \quad (6)$$

where:

$u(A)$ - uncertainty resulted from measurements (sampling, spectrophotometry and equipment),
 $u(f)$ - uncertainty resulted from calibration curve,
 A - average of difference between absorbance of test sample and absorbance of control sample ($A=0.170$).
 f - absorbance for calibration curve ($f=1.0693716$).

Each member of equation (6) is calculated as follow:

$$u(A) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \quad (7)$$

$$u(A) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \quad (7)$$

în care:

u_1 – incertitudinea data de: T1, CE1, Re1,

u_2 – incertitudinea data de CE2,

u_3 - incertitudinea data de T4, Re4, CE4, CE3.

Simbolurile utilizate sunt exemplificate în Fig. 2.

Dacă $u_1=0,00101331$, $u_2=0,018587$, $u_3=0,00119426$, atunci **$u(A)=0,01807$** .

Pornind de la ecuația curbei de calibrare $y=a+bx$ și folosind metoda de calcul specificată în standard și diferite manuale (SR ENV 13005:2003, Fiatest 2011), incertitudinea $u(f)$ s-a calculat ca fiind:

$u(f)=0,012887704$

Luând în considerare toate valorile obținute, **incertitudinea combinată este $\frac{u_c}{c} = 0,022$**

Incetitudinea extinsă pentru un factor de acoperire $k=2$ și un nivel de încredere 95% este:

$U_e = 2 \cdot 0,022 = 0,044 \text{ mg/m}^3$

Incetitudinea trebuie să fie exprimată în aceleași unități de măsură ca și rezultatul.

Emisia de formaldehidă din panouri pe bază de lemn determinată prin Metoda Camerei de 1m^3 , calculată cu formula (5), se raportează astfel:

$c = 0,068 \pm 0,044 \text{ (mg HCHO/ m}^3\text{air)}$

Conform standardului SR EN 13986:2006 valoarea emisiei de formaldehidă determinată prin Metoda Camerei, pentru clasa E1, este $0,124 \text{ mg/m}^3$.

where:

u_1 - uncertainty given by: T1, CE1, Re1,

u_2 - uncertainty given by CE2,

u_3 - uncertainty given by T4, Re4, CE4, CE3.

The notifications meaning are specified in Fig. 2.

If $u_1=0.00101331$, $u_2=0.018587$, $u_3=0.00119426$, then results that **$u(A)=0.01807$** .

Starting from the equation of calibration curve $y=a+bx$ and using the calculation method specified in standard and different manuals (SR ENV 13005:2003, Fiatest 2011), the uncertainty $u(f)$ was evaluated:

$u(f)=0.012887704$

Taking into consideration all values obtained, finally the **combined uncertainty** is $\frac{u_c}{c} = 0.022$

The **expanded uncertainty** for coverage factor $k=2$ and 95% confidence level is:

$U_e = 2 \cdot 0.022 = 0.044 \text{ mg/m}^3$

Uncertainty must be reported in the same units as the result.

The formaldehyde emission from wooden panels by 1m^3 Chamber method, calculated with formula (5), is reported as:

$c = 0.068 \pm 0.044 \text{ (mg HCHO/ m}^3\text{air)}$

According to the standard SR EN 13986:2006 the formaldehyde value for E1 class, for Chamber Method is 0.124 mg/m^3 .

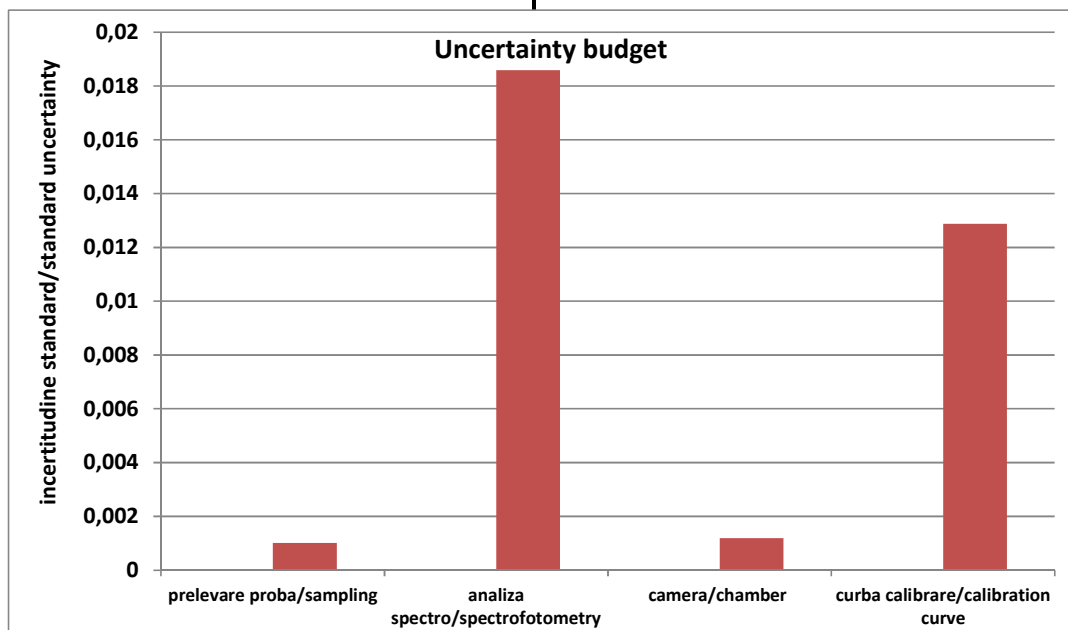


Fig. 3

Diagrama bugetului de incertitudini evidențiind contribuțiile incertitudinilor standard la rezultatul final/The diagram of uncertainty budget revealing the contribution of standard uncertainties to final result.

Pentru studiul de caz considerat, în Fig. 3 este reprezentată participarea fiecărei surse de incertitudine din bugetul total, pentru a cuantifica contribuția acestora la rezultatul final. Se poate observa că există două incertitudini dominante: cea data de analiza spectrofotometrică (din certificatul de etalonare al aparatului) și cea dată de curba de calibrare care are o influență importantă asupra incertitudinii combinate.

CONCLUZII

Incertitudinea reprezintă o indicație cantitativă a calității rezultatului și se adaugă la rezultatul unei măsurători.

Raportarea incertitudinii este o cerință obligatorie pentru laboratoarele acreditate în conformitate cu SR EN 17025.

Avantajele în raportarea incertitudinii sunt: demonstrează calitatea măsurătorilor, dă încredere în valoarea finală a rezultatului și permite evaluarea comparativă a rezultatelor obținute de diferite persoane/laboratoare/metode, procedura de testare ar putea fi optimizată, costurile de calibrare ar putea fi minimizează atunci când se dovedește că o măsurătoare nu contribuie la incertitudine, etc.

Studiul de caz prezentat în această lucrare subliniază importanța incertitudinii și reprezintă o bază de date reală pentru estimarea incertitudinii în domeniul testelor de formaldehidă.

For the considered case-study, in Fig. 3 is shown the participation of each uncertainty sources taken into consideration for the total budget, in order to quantify their contribution to final result. It can be seen that there are two prevalent uncertainties: spectrophotometry (given by calibration certificate of apparatus) and calibration curve that had an important influence on the combined uncertainty.

CONCLUSIONS

Uncertainty represents a quantitative indication of the result quality and is added to the result of a measurement.

Uncertainty reporting is a compulsory requirement for accredited laboratories acc. to SR EN 17025.

The advantages in reporting the uncertainty are: it demonstrates the quality of measurements, it gives a trust in final value of result and allows the comparative evaluation of results obtained by different persons/laboratories/methods, the testing procedure could be optimised, the costs of calibration could be minimised when is proved that a measure do not contribute to the uncertainty, etc.

The case-study presented in this paper highlights the importance of uncertainty and represents a real data basis for uncertainty estimation in the field of formaldehyde tests.

BIBLIOGRAFIE / REFERENCES

Bell S (1999) Measurement Good Practice Guide No. 11 (Issue 2). A Beginner's Guide to Uncertainty of Measurement. National Physical Laboratory Teddington, Middlesex, United Kingdom, TW11 0LW. ISSN 1368-6550.

EA - 4/16 G (2003) EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing. European cooperation for accreditation. On line at: <http://www.european-accreditation.org/publication/ea-4-16-g>

Eisenhart C, Ku HH, Colle R (1983) Expression of the Uncertainties of Final Measurement Results: Reprints, NBS Special Publication 644, National Bureau of Standards, Washington, DC.

FIATEST (2011) Evaluarea incertitudinii de măsurare în laboratoarele de încercări. Suport curs.

GHID EURACHEM (2000) Ed. a II-a - Quantifying uncertainty in analytical measurements.

GUM (1995) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. International Organization for Standardization, Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, 1st Edition, 1993. Corrected and reprinted 1995. On line at: www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html

INC - 1 (1980) Recommendations of Working Group and CIPM. On line at: http://www.iso.org/sites/JCGM/GUM/JCGM100/C045315e.html/C045315e_FILES/MAIN_C045315e_AA_e.html

JCGM 100 (2008) Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement. Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure. Doc.t produced by Working Group 1 of the Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM/WG 1). First edition 2008. On line at: http://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf

Ku HH (1968) Expressions of Imprecision, Systematic Error, and Uncertainty Associated with a Reported Value", Measurements & Data, 2(4):72-77.

Salthammer T, Mentese S, Marutzky R (2010) Formaldehyde in the Indoor Environment. Chem Reviews, 110(4):2536–2572. Published online 2010 January 12. doi:10.1021/cr800399g

SR EN 717-1 (2005) Plăci pe bază de lemn. Determinarea emisiei de aldehidă formică. Partea 1: Emisia de aldehidă formică prin metoda camerei, varianta cu volumul de 1 m³ (Wood based panels - Determination of formaldehyde release. Part1: Formaldehyde emission by the chamber method).

SR EN ISO CEI 17025 (2005) Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări și etalonări.

SR ENV 13005 (2003) Ghid pentru exprimarea incertitudinii de măsurare (Guide to the expression of uncertainty in measurement).

SR EN 13986 (2006) Wood based panels for use in construction. Characteristics, evaluation of conformity and marking.

UKAS (2013) U.K. Accreditation Service. Measurement uncertainty. On line at <http://www.ukas.com/technical-information/publications-and-tech-articles/technical/technical-uncertain.asp>

Wayman JL, Possolo A, Mansfield AJ (2010) Fundamental issues in biometric performance testing: A modern statistical and philosophical framework for uncertainty assessment. The first International Biometric Performance Conference IBPC March 2010. On line proceed. USA. http://www.nist.gov/itl/iad/ig/ibpc2010_presentations.cfm#