

Umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers

Martinez, Izabela

Master's thesis / Diplomski rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:837900>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-01**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Izabela Martinez

Zagreb, 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentori:

Izv. prof. dr. sc. Željko Alar

Student:

Izabela Martinez

Zagreb, 2019.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se svom mentoru izv. prof. dr. sc. Željku Alaru i asistentu Matiji Sakomanu, mag. ing. mech. na ukazanom povjerenju, pomoći pri ispitivanju te prijedlozima i savjetima pruženim tijekom izrade ovog diplomskog rada.

Izabela Martinez



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa:	
Ur. broj:	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **IZABELA MARTINEZ** Mat. br.: **0035194612**

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Calibration of reference blocks for Vickers hardness test**

Opis zadatka:

Referentne etalonske pločice tvrdoće za metodu Vickers se upotrebljavaju za održavanje mjerne sljedivosti mjerenja tvrdoće kroz indirektno umjeravanje tvrdomjera. Umjeravanje etalonskih pločica se provodi sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018. Metalni materijali koji se upotrebljavaju za izradu etalonskih pločica tvrdoće moraju ispunjavati određene zahtjeve.

U radu je potrebno sljedeće:

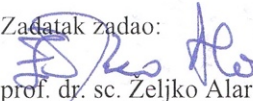
1. Opisati provedbu umjeravanja etalonskih pločica tvrdoće sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018 te analizirati razlike ovog izdanja norme u odnosu na prethodno.
2. Opisati zahtjeve na referentne materijale za izradu etalonskih pločica tvrdoće te postupke njihovog dobivanja. Istražiti iz literaturnih izvora koliki su utjecaji etalonskih pločica na nesigurnost mjerenja tvrdoće po Vickersu.
3. Eksperimentalno provesti umjeravanje etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers te provesti procjenu mjerne nesigurnosti umjeravanja.
4. Analizirati dobivene rezultate i dati zaključke.

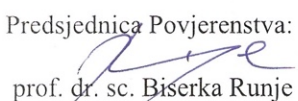
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
26. rujna 2019.

Rok predaje rada:
28. studenog 2019.

Predvideni datum obrane:
04. prosinca 2019.
05. prosinca 2019.
06. prosinca 2019.

Zadatak zadao:

prof. dr. sc. Zeljko Alar

Predsjednica Povjerenstva:

prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY	VI
1. UVOD.....	1
2. MJERENJE TVRDOĆE PREMA VICKERSU	3
2.1 Općenito o mjerenju tvrdoće po Vickersu	3
2.2 Postupak ispitivanja tvrdoće po Vickersu	4
2.3 Oprema za ispitivanje tvrdoće po Vickersu	6
2.4 Udaljenost između otisaka na ispitnom uzorku	8
2.5 Izvještaj o rezultatima ispitivanja tvrdoće po Vickersu	9
2.6 Sljedivost mjerenja.....	10
3. UMJERAVANJE REFERENTNIH PLOČICA TVRDOĆE	13
3.1 Općenito o referentnim pločicama tvrdoće	13
3.1.1 Svojstva referentnih pločica tvrdoće.....	15
3.2 Referentne pločice tvrdoće po Vickersu	17
3.2.1 Zahtjevi na referentne pločice po Vickersu	17
3.2.2 Materijali referentnih pločica tvrdoće po Vickersu	19
3.3 Postupak umjeravanja prema HRN EN ISO 6507-3:2018.....	20
3.3.1 Ujednačenost tvrdoće referentnih pločica tvrdoće po Vickersu	21
3.3.2 Proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera	23
3.3.3 Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja referentnih pločica tvrdoće po Vickersu	26
3.3.4 Promjene u normi HRN EN ISO 6507-3:2018 u odnosu na prethodno izdanje	27
4. EKSPERIMENTALNI DIO	29
4.1 Plan eksperimenta	29
4.2 Određivanje jednolikosti tvrdoće po površini referentne etalonske pločice	29
4.3 Proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera	34
4.4 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (a).....	45
4.5 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (b)	48
4.6 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (c).....	50
4.7 Analiza rezultata.....	51
5. ZAKLJUČAK.....	55
LITERATURA.....	56
PRILOZI.....	57

POPIS SLIKA

Slika 1.	Grafički prikaz kuta od 136° piramidalnog indentora.....	3
Slika 2.	Geometrija indentora i otiska kod Vickersove metode	5
Slika 3.	Tvrdomjer proizvođača Zwick	7
Slika 4.	Minimalne udaljenosti između otisaka.....	9
Slika 5.	Sljedivost mjerenja tvrdoće	11
Slika 6.	Referentne pločice tvrdoće različitih oblika i materijala.....	14
Slika 7.	Potražnja za referentnim pločicama tvrdoće u Japanu 2007. godine	15
Slika 8.	Dvadeset referentnih pločica proizvedenih po principu <i>lot-by-lot</i>	17
Slika 9.	Referentni otisci i identifikacijske oznake ovisno o obliku referentne pločice.....	18
Slika 10.	Ispitni tvrdomjer proizvođača Indentec.....	30
Slika 11.	Mjerne linije koje određuju duljinu dijagonale otiska.....	31
Slika 12.	Zaslون tvrdomjera na kojem su prikazani rezultati mjerenja	32
Slika 13.	Primarne etalonske pločice: 188,8 HV 10; 512,3 HV 10; 736,3 HV 10.....	35
Slika 14.	Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 188,8 HV 10.....	36
Slika 15.	Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 512,3 HV 10.....	37
Slika 16.	Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 736,3 HV 10.....	38
Slika 17.	Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 1.....	52
Slika 18.	Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 2.....	53
Slika 19.	Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 3.....	54

POPIS TABLICA

Tablica 1. Vrijednosti ispitnih sila i pripadajuće oznake za metodu Vickers	4
Tablica 2. Zahtjevi na ravnoću i planparalelnost referentnih pločica po Vickersu	18
Tablica 3. Materijali za izradu referentnih pločica tvrdoće po Vickersu	19
Tablica 4. Parametri postupka umjeravanja za različite ispitne sile.....	21
Tablica 5. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=5$	22
Tablica 6. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=10$	22
Tablica 7. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=15$	22
Tablica 8. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=20$	23
Tablica 9. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=25$	23
Tablica 10. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 1	33
Tablica 11. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2	33
Tablica 12. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 3	34
Tablica 13. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 188,8 HV 10	39
Tablica 14. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 188,8 HV 10	40
Tablica 15. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 512,3 HV 10	41
Tablica 16. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 512,3 HV 10	42
Tablica 17. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 736,3 HV 10	43
Tablica 18. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 736,3 HV 10	44
Tablica 19. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 1	45
Tablica 20. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (a)	46
Tablica 21. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 2	46
Tablica 22. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (a)	47
Tablica 23. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 3	47
Tablica 24. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 3 (a)	48
Tablica 25. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (b)	49
Tablica 26. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (b)	49
Tablica 27. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (c)	50
Tablica 28. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (c)	51

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
\bar{b}	HV	odstupanje uređaja od referentne vrijednosti
d	mm	duljina dijagonale otiska
d_i	mm	i-ta vrijednost duljine dijagonale otiska
d_{sr}	mm	aritmetička sredina duljina dijagonala otiska
F	N	sila
g_n	m/s ²	ubrzanje sile teže
H	HV	vrijednost izmjerene tvrdoće
\bar{H}	HV	srednja vrijednost izmjerenih tvrdoća
H_{CRM}	HV	vrijednost tvrdoće etalonske pločice
HV	HV	tvrdoća po Vickersu
k	-	faktor pokrivanja
n	-	broj izmjerenih vrijednosti tvrdoće
r_{rel}	%	relativna nejednolikost tvrdoće
S_{xCRM-P}	HV	standardno odstupanje izmjerenih vrijednosti tvrdoća
S_{xCRM}	HV	standardno odstupanje izmjerenih vrijednosti tvrdoća
t	-	varijabla studentove razdiobe
u_{CM}	HV	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
U_{CM}	HV	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
u_{CRM}	HV	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
U_{CRM}	HV	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
u_{CRM-D}	HV	standardna mjerna nesigurnost obnovljivosti primarne etalonske pločice
u_{CRM-P}	HV	mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica
u_{ms}	HV	relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije optičkog mjernog sustava
u_{xCRM}	HV	Standardna mjerna nesigurnost izmjerenih vrijednosti tvrdoća na etalonskoj pločici
u_{xCRM-P}	HV	standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera
δ_{ms}	mm	rezolucija uređaja za očitavanje veličine otiska

SAŽETAK

Ispitivanje tvrdoće najčešće je korišteno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva, a koristi se pri projektiranju, analizi konstrukcija i razvoju materijala. Kako bi postojalo povjerenje u rezultate mjerenja tvrdoće, mora se održavati mjerna sljedivost mjerenja tvrdoće. Referentne se etalonske pločice tvrdoće za metodu Vickers upotrebljavaju upravo za osiguranje mjerne sljedivosti mjerenja tvrdoće, a njihovo se umjeravanje provodi sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018. U teorijskom dijelu rada opisano je općenito mjerenje tvrdoće prema Vickersu, a sukladno navedenoj normi HRN EN ISO 6507-3:2018 objašnjeno je umjeravanje etalonskih pločica tvrdoće. Također, analizirane su razlike novog izdanja norme u odnosu na prethodno. U eksperimentalnom dijelu rada provedeno je umjeravanje etalonskih pločica za metodu Vickers, te je provedena procjena mjerne nesigurnosti umjeravanja.

Ključne riječi: tvrdoća, mjerna sljedivost, etalonske pločice tvrdoće za metodu Vickers, mjerna nesigurnost.

SUMMARY

Hardness testing is the most commonly used test of a mechanical property, and is used in the design phase, analysis of construction parts and material development. In order to have trust in the results of the hardness measurements, the measurement traceability of the hardness measurements must be maintained. The reference hardness blocks for the Vickers method are used precisely to ensure the measurement traceability of hardness measurements, and their calibration is carried out in accordance with the standard HRN EN ISO 6507-3:2018. In the theoretical part of the paper, a general measurement of Vickers hardness is described, and the calibration of hardness reference blocks is explained in accordance with the stated standard HRN EN ISO 6507-3:2018. Also, the differences of the new edition of the standard from the previous one were analyzed. In the experimental part of the paper the calibration of hardness reference blocks was performed and the uncertainty of the mean hardness value of reference blocks was evaluated.

Key words: hardness, traceability, reference hardness blocks for the Vickers method, measurement uncertainty.

1. UVOD

Ispitivanje tvrdoće široko je korišten oblik ispitivanja materijala. Tvrdoća je, prema osnovnoj i najčešće korištenoj definiciji, svojstvo materijala koje se protivi prodiranju stranog, znatno tvrđeg tijela kroz njegovu površinu. Ispitivanje tvrdoće jednostavna je i pouzdana metoda ispitivanja koja se smatra vrlo korisnom za kontrolu kvalitete materijala. Mnoga se druga svojstva materijala poput otpornosti na abrazijsko trošenje, vlačne čvrstoće i žilavosti procjenjuju iz vrijednosti tvrdoće. Nadalje, zbog toga što prilikom ispitivanja tvrdoće ne dolazi do bitnog oštećenja površine ispitivanog materijala, odnosno ispitivanje ne utječe na rad ili izgled ispitivanog dijela, ova se metoda općenito može svrstati u nerazorne metode. Iz tog se razloga provodi na širokom rasponu komponenata, od pripremljenih uzoraka do gotovih proizvoda, ispitujući tako prikladnost materijala za predloženu uporabu, odnosno primjenu.

Mjerenja tvrdoće po Brinellu, Vickersu i Rockwellu najčešće su korištene metode za određivanje tvrdoće. Osnovni koncept koji se koristi u svim ovim metodama je da se na površinu ispitivanog uzorka utiskuje, ovisno o metodi, tijelo određenog oblika. Takvo se tijelo naziva indenter, a ono na površini uzorka ostavlja otisak određenih dimenzija. Kod tvrdih materijala proizvest će se relativno mali i plitki otisak, dok će kod manje tvrdih materijala otisak biti veći i dublji. Vrijednost tvrdoće funkcija je dimenzija otiska indentora, a kvantificira se ovisno o referentnoj ljestvici pojedine mjerne metode. Za svaku metodu koristi se drugačiji matematički izraz, odnosno jednadžba za pretvaranje izmjerenih dimenzija (promjera, dijagonale ili dubine otiska) u vrijednost tvrdoće. Iz razloga što geometrija indentora i primijenjena sila utječu na rezultat ispitivanja, izravna usporedba dobivenih vrijednosti tvrdoće moguća je samo ako je korištena ista metoda. Također je važno napomenuti da je tvrdoća funkcija i nekih drugih fizikalnih veličina koje moraju zadovoljavati vrijednosti propisane normom. To su, na primjer: primijenjeno opterećenje, vrijeme i brzina opterećivanja, temperatura i karakteristike indentora.

Prilikom mjerenja tvrdoće, kao i bilo koje druge veličine, važno je osigurati pouzdanost rezultata mjerenja. Takva se pouzdanost postiže ostvarivanjem sljedivosti mjerenja sve do primarnog etalona koji stvara najbolju moguću realizaciju definicije skale tvrdoće. Iz tog je razloga ispitivanje tvrdoće materijala postupak koji se provodi isključivo koristeći određene, definirane smjernice i upute po propisanim normama. U teorijskom dijelu rada detaljno je opisana metoda mjerenja tvrdoće po Vickersu. U nastavku je objašnjena problematika

osiguranja mjerne sljedivosti. Nadalje, opisani su uloga i materijali za izradu etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers, te provedba umjeravanja istih sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018. Također, navedene su razlike ovog izdanja norme u odnosu na prethodno. U eksperimentalnom dijelu rada prikazani su rezultati umjeravanja etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers, te je provedena procjena mjerne nesigurnosti umjeravanja.

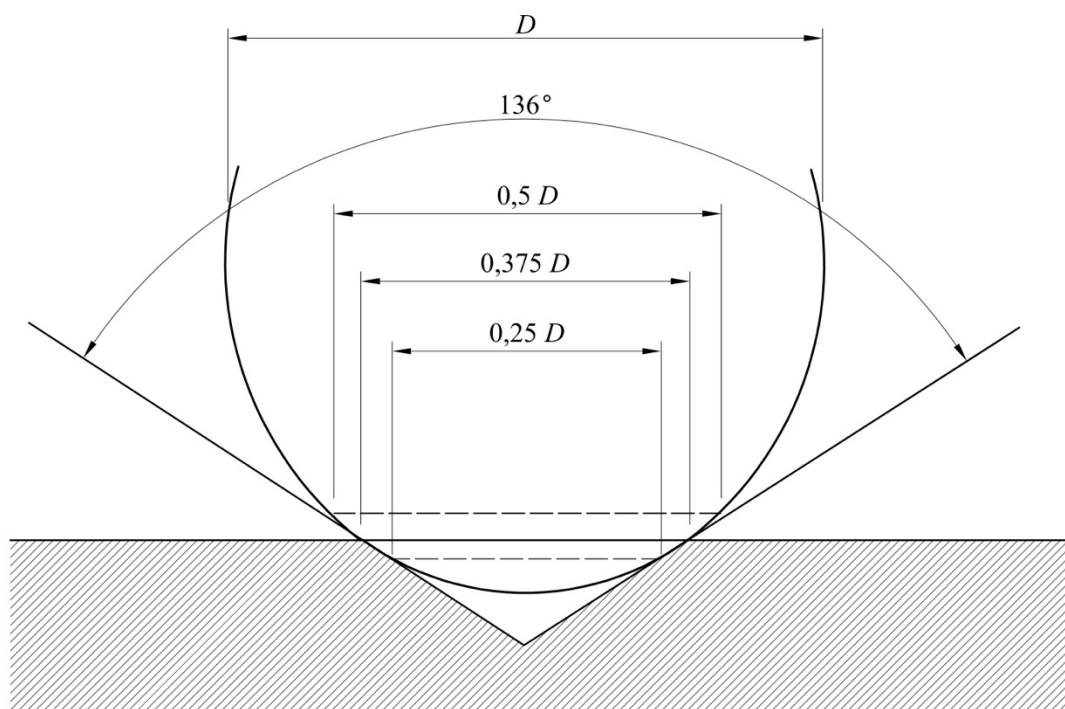
2. MJERENJE TVRDOĆE PREMA VICKERSU

2.1 Općenito o mjerenju tvrdoće po Vickersu

Metoda ispitivanja tvrdoće po Vickersu kao indentor koristi pravilnu četverostranu dijamantnu piramidu s vršnim kutom između stranica od 136° , kao što je prikazano na slici 1. Kod ove su metode upravo oblikom i materijalom indentora uklonjena dva osnovna nedostatka Brinellove metode ispitivanja tvrdoće koja je prva metoda koja se primijenila u industriji, a to su [1]:

- Ograničenost područja mjerenja
- Ovisnost tvrdoće mjerenja o sili utiskivanja.

Kut od 136° između nasuprotnih stranica piramidalnog indentora određen je iz razloga što kod Brinellove metode upravo taj kut zatvaraju tangencijalne ravnine na kuglični indentor kod optimalne veličine otiska od $d=0,375D$, kao što je prikazano na slici 1[2].



Slika 1. Grafički prikaz kuta od 136° piramidalnog indentora [2]

Velika je prednost mjerenja tvrdoće po Vickersu mogućnost ispitivanja vrlo tankih i vrlo tvrdih materijala. Također, metoda se smatra nerazornom i ne utječe na rad ili izgled ispitivanog

uzorka. Međutim, nedostaci ove metode uključuju posebnu pripremu površine, potreban mjerni mikroskop za očitavanje duljina dijagonala otiska i mogućnost oštećenja indentora, odnosno dijamantne piramide [3].

2.2 Postupak ispitivanja tvrdoće po Vickersu

Postupak ispitivanja tvrdoće po Vickersu sastoji se od utiskivanja indentora na površinu ispitnog uzorka primjenom propisane sile. Postupak se izvodi prema definiranim smjernicama i uputama propisanim normom HRN EN ISO 6507-1:2018. Uobičajene su vrijednosti primijenjene sile kod Vickersove metode od 49 do 980 N, međutim koriste se i niža opterećenja za ispitivanja mikrotvrdoće i semimikrotvrdoće. Ispitne sile i pripadajuće oznake prikazane su u tablici 1.

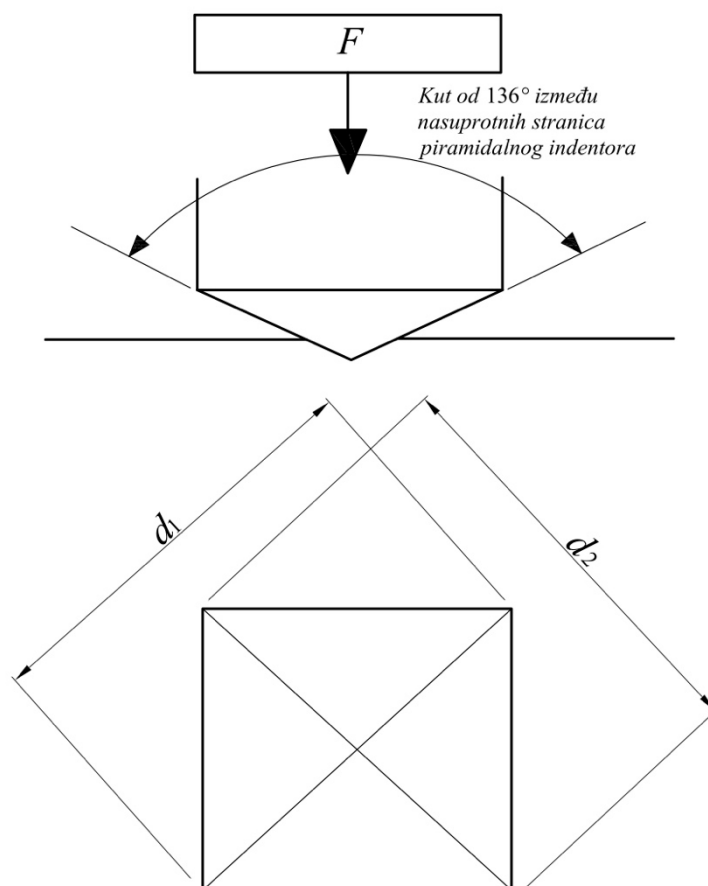
Tablica 1. Vrijednosti ispitnih sila i pripadajuće oznake za metodu Vickers [4]

Konvencionalna tvrdoća ¹⁾		Semimikrotvrdoća		Mikrotvrdoća	
Oznaka	Ispitna sila F , N	Oznaka	Ispitna sila F , N	Oznaka	Ispitna sila F , N
-	-	-	-	HV 0,001	0,009807
-	-	-	-	HV 0,002	0,01961
-	-	-	-	HV 0,003	0,02942
-	-	-	-	HV 0,005	0,04903
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,147
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

¹⁾ Ispitne sile $>980,7$ N smiju se primjenjivati

Prema normi HR EN 6507-1:2018, ispitivanje se mora provoditi na temperaturi od $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$. Nadalje, ispitni uzorak mora biti u kontaktu s ispitnom površinom, a ispitna sila mora se

primijeniti u smjeru okomitom na površinu, bez udaraca ili vibracija. Vrijeme za postizanje traženog opterećenja mora iznositi 7_{-5}^{+1} s. Vidljivo je da je zahtjev za vremenskim trajanjem označen s asimetričnim ograničenjima. To označava da je nominalno vrijeme 7 sekundi, a prihvatljivo je vrijeme od 2 do 8 sekundi. Trajanje opterećenja mora biti 14_{-4}^{+1} s, odnosno od 10 do 15 sekundi. Trajanje opterećenja iznimno se može i produžiti. Nakon rasterećenja na ispitnoj je površini vidljiv otisak kvadratnog oblika, čije se duljine dijagonala mjere pomoću mjernog mikroskopa. Karakteristična geometrija indentora, izgled njegovog otiska i pripadajuće dijagonale d_1 i d_2 prikazani su na slici 2.



Slika 2. Geometrija indentora i otiska kod Vickersove metode

Kod Vickersove metode tvrdoća se računa prema sljedećem izrazu [5]:

$$HV = \frac{\text{Ispitna sila (kgf)}}{\text{Površina otiska (mm}^2\text{)}} \quad (1)$$

Izražavanjem ispitne sile u N, dobivamo:

$$HV = \frac{1}{g_n} \cdot \frac{\text{Ispitna sila (N)}}{\text{Površina otiska (mm}^2\text{)}} \quad (2)$$

gdje je g_n ubrzanje sile teže i iznosi $g_n=0,80665 \text{ m/s}^2$.

Daljnjom pretvorbom matematički izraz za izračun vrijednosti Vickersove tvrdoće poprima sljedeći oblik [5]:

$$HV = 0,102 \frac{2 F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (3)$$

gdje su:

F – sila utiskivanja, N

d – aritmetička sredina dijagonala otiska, mm².

Općenito, primjer oznake rezultata mjerenja Vickersovom metodom je 430 HV 10, gdje broj 430 označava izmjerenu vrijednost tvrdoće od 430 HV, a broj 10 označava ispitnu silu u kgf. Iznimno se, na kraju oznake, dodaje i vrijeme opterećivanja ukoliko ono nije u standardnom rasponu od 10 do 15 sekundi. Primjer takve oznake je 430 HV 10/20, gdje broj 20 označava trajanje vremena opterećivanja od 20 sekundi.

2.3 Oprema za ispitivanje tvrdoće po Vickersu

Uređaj za mjerenje tvrdoće naziva se tvrdomjer. Dvije osnovne komponente svakog tvrdomjera su [2]:

- Sustav za opterećivanje
- Sustav za mjerenje otisaka.

Sustavi za opterećivanje općenito se sastoje od postolja, mehanizma za opterećivanje i indentora. Po načinu ostvarivanja potrebnog opterećenja najviše se primjenjuju sustavi opterećivanja pomoću utega ili pomoću deformacijskog tijela. Sustavi pomoću utega ostvaruju mehanizam prijenosa opterećenja direktnim djelovanjem utega ili preko polužnog sustava.

Nadalje, izrade tvrdomjera manjih dimenzija i lakše povezivanje sa sustavima za direktno očitavanje otisaka ostvaruju se korištenjem sustava opterećivanja pomoću deformacijskog tijela [2]. Za mjerenje veličine otisaka kod Vickersove metode, gdje su otisci relativno mali, koriste se mjerni mikroskopi visoke rezolucije, koji imaju mjernu nesigurnost i od nekoliko nanometara prilikom mjerenja mikrotvrdoće ili nanotvrdoće. Važno je napomenuti da tijekom cijelog ispitivanja uređaj za mjerenje tvrdoće mora biti zaštićen od bilo kakvih udara ili vibracija. Na slici 3 prikazan je primjer ispitnog tvrdomjera, tvrdomjer njemačkog proizvođača Zwick kojeg se sila utiskivanja ostvaruje direktno pomoću utega.



Slika 3. Tvrdomjer proizvođača Zwick

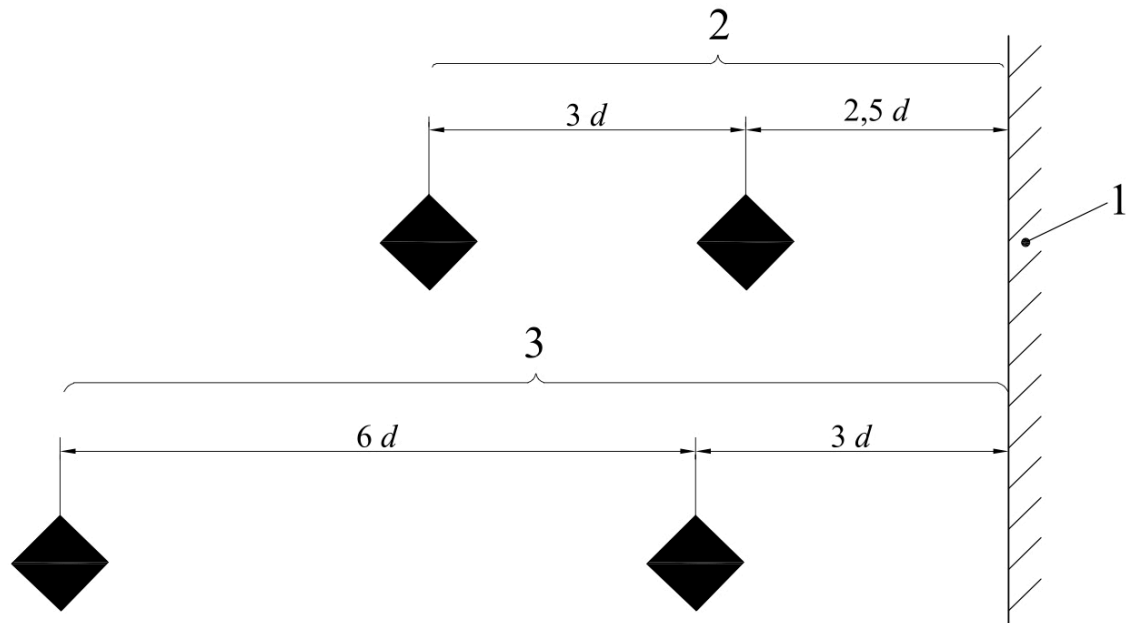
Treba napomenuti da za mjerenja tvrdoće provedena u sklopu ovog rada nije korišten tvrdomjer Zwick već tvrdomjer Indentec kod kojeg se sila utiskivanja ostvaruje utezima preko polužnog sustava, a koji će biti prikazan u eksperimentalnom dijelu rada.

2.4 Udaljenost između otisaka na ispitnom uzorku

Normom HRN EN ISO 6507-1:2018 propisane su minimalne udaljenosti otisaka od ruba ispitnog uzorka, kao i minimalne udaljenosti između otisaka na ispitnim uzorcima. Udaljenost između središta bilo kojeg otiska i ruba ispitnog uzorka za uzorke napravljene od čelika, bakra i bakrenih legura mora biti najmanje 2,5 puta veća od aritmetičke sredine dijagonala otiska koja se računa izrazom:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (4)$$

gdje su d_1 i d_2 već spomenute dijagonale otiska čija se duljina određuje mjernim mikroskopom. Za navedene vrste materijala udaljenost između središta dvaju susjednih otisaka mora biti najmanje 3 puta veća od aritmetičke sredine dijagonala otiska d . U slučaju lakih metala, olova, kositra i njihovih legura, udaljenost od središta otiska i ruba ispitnog uzorka mora biti najmanje 3 puta veća od d , a udaljenost između dvaju susjednih otisaka najmanje 6 puta veća od d [4]. Propisane minimalne udaljenosti između otisaka i ruba ispitnog uzorka, te minimalne udaljenosti između samih otisaka prikazane su na slici 4.



Slika 4. Minimalne udaljenosti između otisaka [4]

Na slici 4 je brojem 1 označen rub ispitnog uzorka. Brojem 2 označene su propisane udaljenosti za prvu navedenu skupinu materijala, odnosno čelik, bakar i bakrove legure, dok su brojem 3 su označene propisane udaljenosti za lake metale, olovo, kositar i njihove legure.

2.5 Izvještaj o rezultatima ispitivanja tvrdoće po Vickersu

Izvještaj o rezultatima ispitivanja prema normi HRN EN ISO 6507-1:2018 mora sadržavati sljedeće podatke [4]:

- a) Referencu na normu HRN EN ISO 6507-1:2018
- b) Informacije potrebne za identifikaciju ispitnog uzorka
- c) Datum ispitivanja
- d) Rezultate tvrdoće izražene u HV, prikazane normiranom oznakom
- e) Sve provedene aktivnosti prilikom ispitivanja koje nisu navedene u normi HRN EN ISO 6507-1:2018
- f) Pojedivosti o svim okolnostima koje su utjecale na rezultate
- g) Temperaturu ispitivanja ukoliko je izvan raspona navedenog u normi HRN EN ISO 6507-1:2018

- h) Ukoliko je provedena pretvorba rezultata na drugu ljestvicu tvrdoće, navesti osnovu i metodu te pretvorbe.

Važno je napomenuti da bi postupke pretvaranja vrijednosti tvrdoće po Vickersu u neku drugu ljestvicu tvrdoće trebalo izbjegavati, osim ako se nekim ispitivanjima može dobiti pouzdana pretvorba [4].

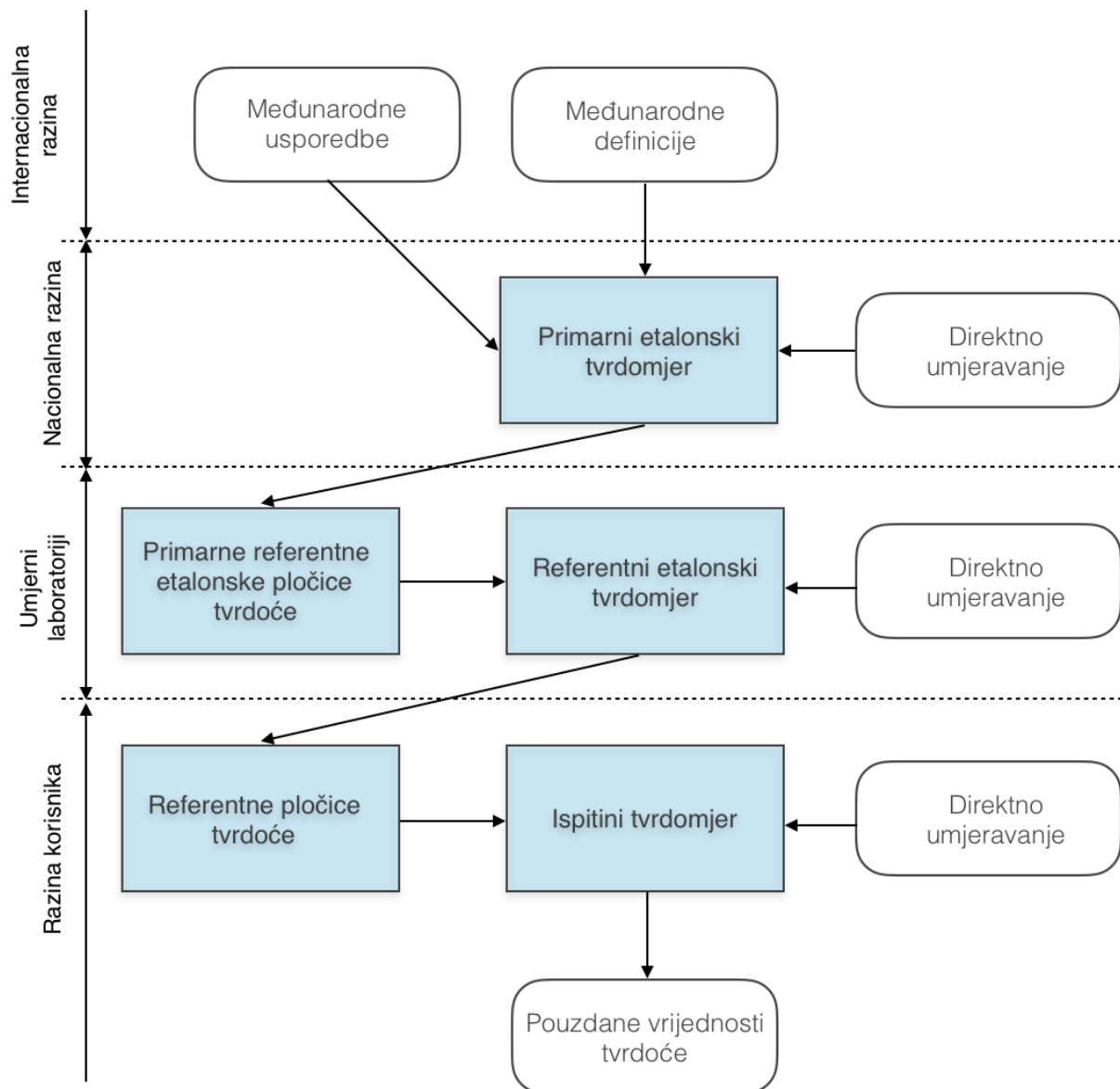
2.6 Sljedivost mjerenja

Tvrdoća je jedno od najčešće korištenih svojstava za kontrolu kvalitete komponenti strojeva i općenito konstrukcijskih materijala. Zato je prilikom mjerenja tvrdoće važno osigurati pouzdanost rezultata mjerenja. Kvaliteta mjerenja s maksimalnom pouzdanošću i s najmanjom mjernom nesigurnošću osigurava se ostvarivanjem sljedivosti mjerenja. Sljedivost se definira kao svojstvo mjernog rezultata ili vrijednosti etalona po kojemu se on može dovesti u vezu s navedenim referentnim etalonima, obično državnim ili međunarodnom, neprekinutim lancem usporedbi koje imaju utvrđene mjerne nesigurnosti [2]. Neprekinutim lancem usporedbi postiže se globalna povezanost rezultata mjerenja, a to znači da su sve vrijednosti tvrdoće određene na tvrdomjeru određenom metodom, a izmjerene na različitim mjestima u svijetu, jednako mjerodavne i unutar propisanih vrijednosti odstupanja. Sljedivost mjerenja ostvaruje se prvenstveno umjeravanjem i verifikacijom ispitne i mjerne opreme koji zbog toga moraju biti u skladu s nacionalnim mjeriteljskim normama. Tri su osnovne skupine u koje se svrstavaju sredstva i metode osiguranja sljedivosti mjerenja tvrdoće, a to su [1]:

- Mjerne skale
- Referentni uređaj za mjerenje tvrdoće
- Referentne pločice tvrdoće.

U svrhu održanja stabilnosti mjernih skala i reprodukcije s najboljom mjernom sposobnošću koristi se standardizirana oprema pod stalnim i strogim mjeriteljskim nadzorom. Također, kako bi se osigurala pouzdanost u mjerni rezultat, referentni uređaji za mjerenje tvrdoće, odnosno tvrdomjeri, moraju biti podvrgnuti nizu provjera sukladno primijenjenoj metodi i nacionalnim pravnim propisima. Nadalje, kako bi se ostvarila veza između primarnih i referentnih etalona tvrdoće te uređaja za mjerenje tvrdoće, koriste se pločice tvrdoće proizvedene i umjerene na standardiziranoj opremi sukladno primjerenim normama. Razlikujemo primarne etalonske

pločice koje su umjeravane putem primarnih etalona i koje se koriste kad se zahtjeva najveća moguća točnost i referentne pločice za tvrdoću koje se koriste pretežno za umjeravanje industrijskih ispitnih tvrdomjera [2]. Slika 5 prikazuje strukturu metrološkog lanca na četiri razine potrebnog za ostvarivanje mjerne sljedivosti tvrdoće.



Slika 5. Sljedivost mjerenja tvrdoće [6]

Na slici 5 vidljivo je da metrološki niz započinje na internacionalnoj razini gdje se kroz međunarodne usporedbe definiraju skale tvrdoće [7]. Na nacionalnoj razini nalaze se primarni etalonski tvrdomjeri koji posjeduju najbolju mjernu sposobnost i zbog toga su na vrhu mjernog

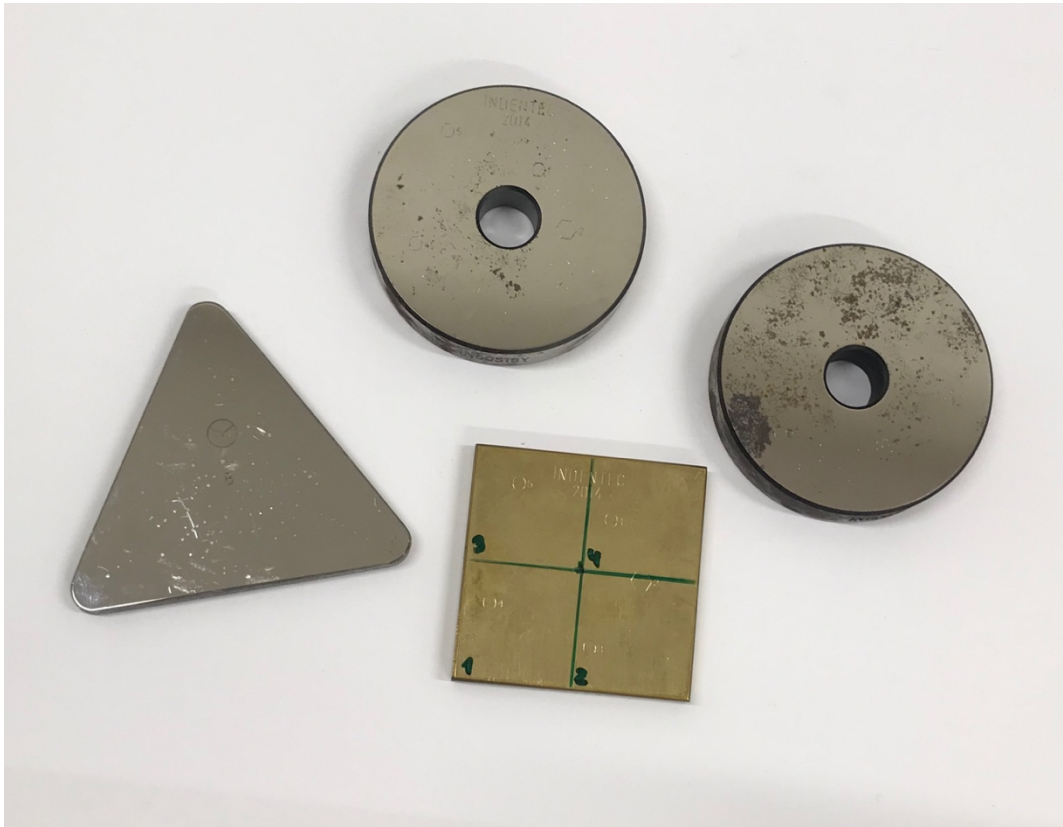
lanca. Nadalje, iz slike je vidljivo da se mjerna sljedivost između primarnih etalonskih tvrdomjera, referentnih etalonskih tvrdomjera i ispitnih tvrdomjera ostvaruje primarnim i referentnim pločicama tvrdoće. Na razini umjernih laboratorija se pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoće direktno i indirektno umjeravaju referentni etalonski tvrdomjeri. Zatim se, na korisničkoj razini, takvi uređaji koriste za umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće, a koje se dalje koriste za umjeravanje industrijskih tvrdomjera nakon što su isti bili umjeravani direktnom metodom. Drugim riječima, na svakoj se razini traže direktna i indirektna metoda umjeravanja. Direktno umjeravanje osigurava da uređaj ispravno radi u skladu s definicijama tvrdoće i s obzirom na odgovarajuće parametre, dok indirektno umjeravanje s referentnim pločicama tvrdoće pokriva performanse tvrdomjera u cjelini, uzimajući u obzir niz faktora koje direktnom metodom nije moguće procijeniti [2].

3. UMJERAVANJE REFERENTNIH PLOČICA TVRDOĆE

3.1 Općenito o referentnim pločicama tvrdoće

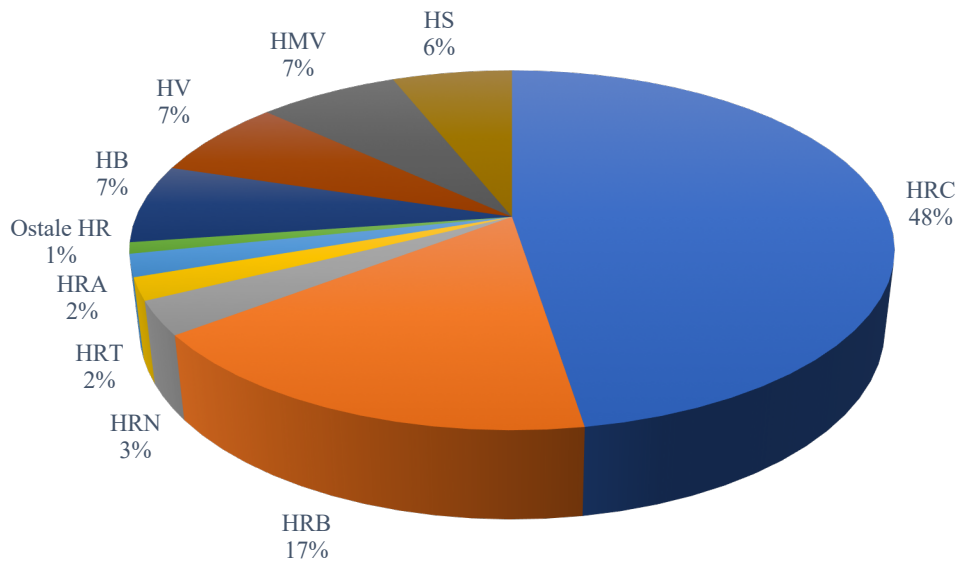
Materijali za koje je vrijednost jednog ili više svojstava prihvaćena kao dostatno homogena i definirana, i koji kao takvi služe za umjeravanje instrumenata, vrednovanje mjernih metoda i pridruživanje vrijednosti svojstvu materijala nazivaju se referentnim materijalima [1]. Referentni materijali za svojstvo tvrdoće nazivaju se referentne pločice tvrdoće, a koriste se za održavanje mjerne sljedivosti mjerenja tvrdoće kroz indirektno umjeravanje tvrdomjera. Drugim riječima, referentne pločice su posrednički etaloni tvrdoće koji uspostavljaju vezu između više i niže pozicioniranih uređaja u mjernom lancu i time osiguravaju mjernu sljedivost tvrdoće. Indirektna metoda umjeravanja tvrdomjera referentnim pločicama tvrdoće obuhvaća provjeru karakteristika tvrdomjera u cjelini, odnosno istovremenu provjeru niza čimbenika poput geometrije indentora, primijenjenog opterećenja te uređaja za očitavanje i vrijeme opterećivanja. Također, referentne se pločice koriste kao indikator mogućih devijacija navedenih čimbenika.

Referentne pločice tvrdoće mogu biti izrađene od različitih materijala, različitih oblika i dimenzija ovisno i mjernoj metodi i zahtijevanoj vrijednosti tvrdoće. Primjeri referentnih pločica tvrdoće prikazani su na slici 6.



Slika 6. Referentne pločice tvrdoće različitih oblika i materijala

U svijetu danas postoji niz proizvođača pločica tvrdoće. Prema literaturnim podacima, u razdoblju od 1960. do 1980. godine u Japanu je proizvedeno oko 500 000 pločica tvrdoće, pri čemu je 40 - 42 % otpadalo na pločice tvrdoće za metodu Rockwell C, 12 - 17 % za metodu Rockwell B, 10 - 15 % za metodu Vickers, 6-9% za metodu Brinell i 15 - 27 % za metodu po Shoreu [8]. Također, u Njemačkoj je u razdoblju od 1965. do 1975. godine proizvedeno prosječno 11 000 pločica [8]. Nadalje, prema literaturnim podacima, potražnja za pločicama tvrdoće u Brazilu 2002. godine bila je procijenjena na 20 000 pločica godišnje [9]. Brazil je tada koristio uvozne pločice tvrdoće čije su cijene bilo vrlo visoke, a vrijeme isporuke dugo, što je također smanjivalo i vrijeme njihove uporabe zbog isteka roka valjanosti potvrde o umjeravanju [9]. Potražnja za pločicama tvrdoće za različite metode mjerenja tvrdoće u Japanu 2007. godine prikazana je na slici 7.



Slika 7. Potražnja za referentnim pločicama tvrdoće u Japanu 2007. godine [10]

Iz slike 7 vidljivo je za najveći postotak od 73 % otpada na pločice tvrdoće po Rockwellu što je najčešće korištena metoda mjerenja tvrdoće. 14 % potražnje otpada na pločice tvrdoće po Vickersu od čega 7 % čine referentne pločice mikrotvrdoće. Nadalje, na metodu po Brinellu otpada 7 %, a na metodu po Shoreu 6 % potražnje.

3.1.1 Svojstva referentnih pločica tvrdoće

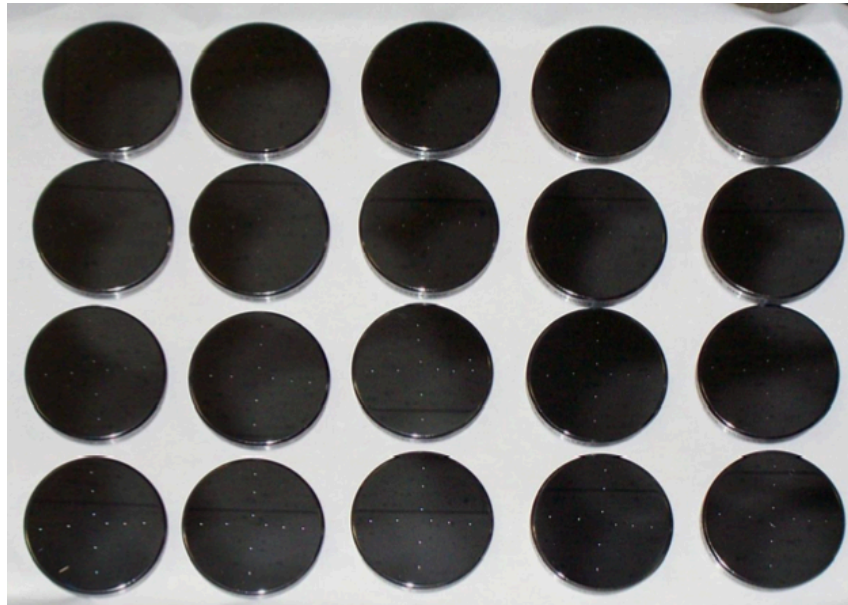
Tri su osnovna svojstva koja referentne pločice tvrdoće moraju zadovoljiti, a to su [10]:

1. Ujednačenost tvrdoće
2. Postojanost tvrdoće tijekom vremena
3. Pouzdanost referentnih vrijednosti.

Ujednačenost tvrdoće po ispitnoj površini pločice tvrdoće najvažnije je svojstvo koje referentna pločica tvrdoće mora posjedovati. Zbog toga je važno odabrati pravilan materijal, primjeren način izrade i odgovarajuću toplinsku obradu kako bi se postigla homogena, ujednačena struktura. Pločice moraju imati oblik ravne ploče kako bi se spriječilo narušavanje ujednačenosti tvrdoće zbog segregacije materijala. Vrijednosti tvrdoće određene na bilo kojem mjestu na ispitnoj površini moraju biti reprezentativne za cijelu ispitnu površinu.

Kako bi se spriječila naknadna promjena svojstava materijala referentnih pločica tvrdoće, odnosno kako bi se osigurala postojanost tvrdoće tijekom vremena, referentne se pločice podvrgavaju postupcima toplinske obrade. Pločice od čelika se podvrgavaju postupku dubokog hlađenja kako kaljena struktura ne bi sadržavala zaostali austenit, a referentne pločice od bakrenih legura također se podvrgavaju postupku toplinske obrade u cilju smanjenja zaostalih naprezanja koja uzrokuju promjenu tvrdoće tijekom vremena [1]. Ispitivanja provjere promjene tvrdoće tijekom vremena provode se isključivo na izdvojenim i prikladno skladištenim pločicama iz razloga što promjene na pločicama koje su bile u uporabi mogu biti uzrokovane raznim drugim, mehaničkim utjecajima. Nadalje, važno je spomenuti da prilikom ispitivanja tvrdoće otisci na ispitnoj površini uzrokuju promjenu tvrdoće, odnosno očvršnuće. Zbog toga što otisci ostavljaju deformacijsku zonu na ispitnoj površini, ovisno o mjernoj metodi normama su određeni minimalni razmaci između otisaka, što je u ovom radu već opisano za mjerenje tvrdoće prema Vickersu. Međutim, bez obzira na održavanje razmaka između otisaka, otvrdnuće se svejedno javlja. Tlačna naprezanja, nastala u gornjem površinskom sloju uslijed utjecaja opterećenja, učvršćuju materijal pločice te na taj način uzrokuju porast tvrdoće pločice [1].

Vrijednost tvrdoće navedena na referentnoj pločici tvrdoće mora biti reprezentativna vrijednost za sva mjerenja tvrdoće koja su provedena ispitnim tvrdomjerima, a da bi se osigurala pouzdanost u kvalitetu i referentne vrijednosti, koristi se *lot-by-lot* postupak proizvodnje [10]. Referentne se pločice proizvode po principu *lot-by-lot* tako da se u jednoj seriji proizvodi 20 pločica bez obzira na to kolika je potražnja, kao što je prikazano na slici 8.



Slika 8. Dvadeset referentnih pločica proizvedenih po principu *lot-by-lot* [10]

Pločice se zatim ispituju kako bi se odredilo imaju li referentne vrijednosti tvrdoće. Ispitivanje se sastoji od mjerenja tvrdoće u najmanje pet točaka na ispitnoj površini, a referentna vrijednost pločice određuje se na temelju srednje vrijednosti dobivenih vrijednosti tvrdoća.

3.2 Referentne pločice tvrdoće po Vickersu

3.2.1 Zahtjevi na referentne pločice po Vickersu

Općenito, referentne pločice tvrdoće moraju biti proizvedene postupcima izrade koji će im dati potrebnu homogenost, stabilnost strukture, ujednačenost po cijeloj ispitnoj površini i postojanost tvrdoće tijekom vremena. Zahtjevi koje moraju zadovoljavati referentne pločice za tvrdoću po Vickersu određeni su normom HRN EN ISO 6507-3:2018. Debljina pločice ne smije biti manja od 5 mm, a površina njezine ispitne površine ne smije biti veća od 40 cm². Također, referentne pločice ne smiju biti magnetske zbog čega se preporučuje da proizvođač, ukoliko su pločice izrađene od čelika, na kraju proizvodnog procesa provede demagnetizaciju pločica. Nadalje, kako bi se potvrdilo da nikakav materijal nije naknadno uklonjen s ispitne površine, na pločici trenutku umjeravanja mora biti naznačena njezina debljina s točnošću 0,01 mm. Ispitna i donja potporna površina moraju biti ravne, odnosno ne smiju biti konveksne ili konkavne, a zahtjevi na njihovu ravnoću, planparalelnost i hrapavost prikazani su u tablici 2.

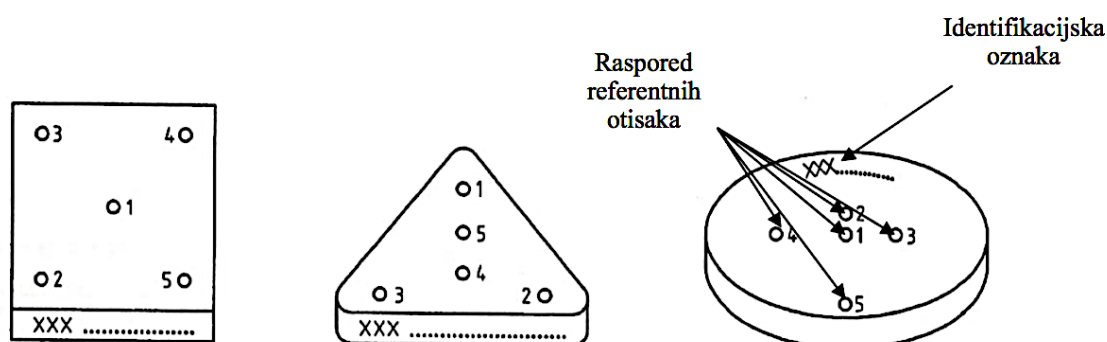
Tablica 2. Zahtjevi na ravnoću i planparalelnost referentnih pločica po Vickersu [11]

Mjeriteljska karakteristika ispitne i donje potporne površine	Maksimalno odstupanje
Ravnoća	0,005 mm
Planparalelnost na mjernoj duljini od 50 mm	0,01 mm

Iz tablice 2 vidljivo je da maksimalno odstupanje od ravnosti ispitne i donje potporne površine ne smije biti veće od 0,05 mm, a maksimalna pogreška planparalelnosti ne smije biti veća od 0,010 mm na mjernoj duljini od 50 mm.

Ispitna površina referentne pločice mora biti bez oštećenja koje ometaju postupak mjerenja tvrdoće i zbog toga mora biti zadovoljavajuće hrapavosti. Hrapavost ispitne površine R_a ne smije biti veća od 0,05 μm , kako je propisano normom HRN EN ISO 6507-3:2018.

Ovisno o obliku pločice definirani su raspored referentnih otisaka i položaj identifikacijske oznake referentne pločice. Referentne pločice tvrdoće po Vickersu mogu biti kvadratnog, trokutastog ili kružnog oblika. Raspored referentnih otisaka i položaji identifikacijske oznake ovisno o obliku referentne pločice prikazani su na slici 9.



Slika 9. Referentni otisci i identifikacijske oznake ovisno o obliku referentne pločice [1]

3.2.2 Materijali referentnih pločica tvrdoće po Vickersu

Prilikom umjeravanja tvrdomjera indirektnom metodom preporučljivo je odabrati referentnu pločicu čija tvrdoća odgovara vrijednostima tvrdoća koje se svakodnevno određuju na tom tvrdomjeru. U tablici 3 navedeni su, uz pripadajuće oznake, materijali koji se koriste za izradu referentnih pločica tvrdoće po Vickersu za određene vrijednosti opterećenja i tvrdoća [1].

Tablica 3. Materijali za izradu referentnih pločica tvrdoće po Vickersu [1]

Primijenjeno opterećenje	Vrijednost tvrdoće	Vrsta materijala	Oznaka materijala
HV 30, HV 1	1000	alatni čelik	SK 120
HV 30, HV 1	900, 800, 700, 600, 500, 400, 300	alatni čelik	95MnWCr5
HV 30, HV 1	200	ugljični alatni čelik	C80W1
HV 30, HV 1	150	ugljični čelik	C45
HV 30	100	legura bakra i cinka	CuZn30
HV 30 - HV 1	40	bakar	Cu 99,5
HMV 1, HMV 0,1	1650	keramika	Si ₃ N ₄
HMV 1	1500	tvrdi metal	WC-Co
HMV 1, HMV 0,1, HMV 0,01	900, 800, 700, 600, 500	ugljični alatni čelik	C80W1
HMV 1, HMV 0,1, HMV 0,01	400, 300	bakrena legura	C 1720
HMV 1, HMV 0,1, HMV 0,01	200	berilij i bakar	BeCu
HMV 1, HMV 0,1, HMV 0,01	100	legura bakra i cinka	CuZn30
HMV 1, HMV 0,1, HMV 0,01	40	bakar	Cu 99,5
HMV 0,1, HMV 0,01, HMV 0,001	30	zlato	Au
HV 0,002	900, 700	ugljični alatni čelik	C80W1
HV 0,001	500	ugljični alatni čelik	C80W1

Iz tablice 3 vidljivo je da se referentne pločice po Vickersu proizvode uglavnom od ugljičnih ili niskolegiranih alatnih čelika koji su obrađeni različitim postupcima toplinske obrade ovisno o zahtijevanoj vrijednosti tvrdoće, a čije su vrijednosti tvrdoća do 900 HV. Nedostatak je takvih

pločica pojava oštećenja na ispitnoj površini uslijed korištenja kao posljedica pojave korozije, što se može izbjeći korištenjem čelika s većim postotkom legiranih elemenata ili čelika dobivenih postupkom metalurgije praha [1]. Nadalje, u tablici 3 vidljivo je i da se za područje nižih tvrdoća koriste bakar i bakrene legure, međutim, valjanost takvih pločica je skoro dvostruko niža od onih izrađenih od čelika zbog pojave promjene tvrdoće uslijed starenja materijala. Za mjerenja mikrotvrdoće i nanotvrdoće primjenjuju se sve skuplji materijali poput zlata. Za područje visokih tvrdoća koriste se keramika i tvrdi metali.

3.3 Postupak umjeravanja prema HRN EN ISO 6507-3:2018

Postupak umjeravanja referentnih pločica za metodu Vickers propisan je i određen normom HRN EN ISO 6507-3:2018 za vrijednosti dijagonale otiska $d \geq 0,020$ mm. Osim prethodno navedenih zahtjeva na referentne pločice, norma definira i zahtjeve na uređaj za umjeravanje, proceduru umjeravanja te broj potrebnih otisaka na uzorku. Norma također opisuje određivanje mjerne nesigurnosti umjeravanja referentnih pločica tvrdoće. Svaki uređaj za umjeravanje referentnih pločica, odnosno tvrdomjer, mora zadovoljavati zahtjeve propisane normama HRN EN ISO 6507-2:2018 i HRN EN ISO 6507-3:2018. Tvrdomjer se mora direktno umjeravati u intervalima koji ne prelaze 12 mjeseci, a direktna metoda uključuje provjeru sile opterećivanja, provjeru indentora, provjeru sustava za očitavanje mjernog sustava otiska te provjeru vremena primjene opterećivanja [10]. Također, uređaji koji se koriste za provjeru i umjeravanje moraju biti slijedivi po nacionalnim standardima.

Referentne se pločice umjeravaju na način da se na svakoj pločici mora napraviti barem pet otisaka ravnomjerno raspoređenih po ispitnoj površini. Za smanjenje mjerne nesigurnosti preporučuje se napraviti i više od 5 otisaka. Postupak se provodi na temperaturi od $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$, s tim da temperaturni nanos prilikom umjeravanja ne smije prelaziti 1°C [11]. Vrijeme od početne primjene ispitne sile do postizanja pune ispitne sile te brzina približavanja indentora moraju zadovoljavati zahtjeve navedene u tablici 4.

Tablica 4. Parametri postupka umjeravanja za različite ispitne sile [11]

Područje ispitne sile F , N	Vrijeme do postizanja pune ispitne sile, s	Brzina približavanja indentora, mm/s
$F < 1,961$	7 ± 1	0,05 - 0,2
$1,961 \leq F < 49,03$	7 ± 1	0,05 - 0,2
$F \geq 49,03$	7 ± 1	0,015 - 0,07

Svaka referentna pločica mora biti označena srednjom vrijednošću tvrdoća određenim pri umjeravanju, imenom proizvođača, serijskim brojem, oznakom institucije koja provodi umjeravanje, debljinom pločice i godinom umjeravanja. Sve oznake se postavljaju se na ispitnu površinu ili na bočnu stranu pločice [11].

3.3.1 Ujednačenost tvrdoće referentnih pločica tvrdoće po Vickersu

Kao što je već spomenuto u radu, ujednačenost, odnosno jednolikost tvrdoće po ispitnoj površini najvažnije je svojstvo referentnih pločica, a određuje se tijekom postupka umjeravanja referentnih pločica prema normi HRN EN ISO 6507-3:2018. Na temelju izmjerenih vrijednosti tvrdoća od najmanje 5 otisaka, određuje se srednja vrijednost tvrdoće prema formuli [11]:

$$\bar{H} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_n}{n} \quad (5)$$

gdje su

H_1, H_2, \dots, H_n – izmjerene vrijednosti tvrdoća poredane u rastućem redoslijedu, HV

n – broj izmjerenih vrijednosti tvrdoće

\bar{H} – srednja vrijednost izmjerenih tvrdoća, HV.

Relativna nejednolikost tvrdoće r_{rel} računa se prema sljedećem izrazu [11]:

$$r_{\text{rel}} = 100 * \frac{H_n - H_1}{\bar{H}} \quad (6)$$

Maksimalne dopuštene vrijednosti relativne nejednolikosti tvrdoće za određeni broj izmjerenih tvrdoća, u ovisnosti o primijenjenom opterećenju i vrijednosti tvrdoće propisane su normom HRN EN ISO 6507-3:2018, a prikazane su tablicama 5 do 9.

Tablica 5. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=5$ [11]

Tvrdoća pločice	Maksimalno dozvoljene vrijednosti nejednolikosti r_{rel} , %		
	< HV 0,2	HV 0,2 do < HV 5	HV 5 do HV 100
≤ 250 HV ^a	8,0 ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm ^b	6,0	4,0
> 250 HV		4,0	2,0

^a Za vrijednost tvrdoće <150 HV, maksimalna dozvoljena vrijednost nejednolikosti je 16% ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm, koja god je veća, gdje su d_1 i d_n aritmetičke sredine duljina dijagonala koje odgovaraju H_1 i H_n respektivno.

^b Ona koja je veća

Tablica 6. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=10$ [11]

Tvrdoća bloka	Maksimalno dozvoljene vrijednosti nejednolikosti, r_{rel} , %		
	< HV 0,2	HV 0,2 do < HV 5	HV 5 do HV 100
≤ 250 HV ^a	10,6 ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm ^b	8,0	5,2
> 250 HV		5,2	2,6

^a Za vrijednost tvrdoće <150 HV, maksimalna dozvoljena vrijednost nejednolikosti je 21,2% ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm, koja god je veća, gdje su d_1 i d_n aritmetičke sredine duljina dijagonala koje odgovaraju H_1 i H_n respektivno.

^b Ona koja je veća

Tablica 7. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=15$ [11]

Tvrdoća bloka	Maksimalno dozvoljene vrijednosti nejednolikosti, r_{rel} , %		
	< HV 0,2	HV 0,2 do < HV 5	HV 5 do HV 100
≤ 250 HV ^a	12,0 ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm ^b	9,0	6,0
> 250 HV		6,0	3,0

^a Za vrijednost tvrdoće <150 HV, maksimalna dozvoljena vrijednost nejednolikosti je 23,8% ili $d_1 - d_n = 0,001$ mm, koja god je veća, gdje su d_1 i d_n aritmetičke sredine duljina dijagonala koje odgovaraju H_1 i H_n respektivno.

^b Ona koja je veća

Tablica 8. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=20$ [11]

Tvrdoća bloka	Maksimalno dozvoljene vrijednosti nejednolikosti, r_{rel} , %		
	< HV 0,2	HV 0,2 do < HV 5	HV 5 do HV 100
≤ 250 HV ^a	12,8 ili $d_1 - d_n = 0,002$ mm ^b	9,6	6,4
> 250 HV		6,4	3,2

^a Za vrijednost tvrdoće <150 HV, maksimalna dozvoljena vrijednost nejednolikosti je 25,6% ili $d_1 - d_n = 0,002$ mm, koja god je veća, gdje su d_1 i d_n aritmetičke sredine duljina dijagonala koje odgovaraju H_1 i H_n respektivno.

^b Ona koja je veća

Tablica 9. Najveća dopuštena nejednolikost za $n=25$ [11]

Tvrdoća bloka	Maksimalno dozvoljene vrijednosti nejednolikosti, r_{rel} , %		
	< HV 0,2	HV 0,2 do < HV 5	HV 5 do HV 100
≤ 250 HV ^a	13,6 ili $d_1 - d_n = 0,002$ mm ^b	10,2	6,8
> 250 HV		6,8	3,4

^a Za vrijednost tvrdoće <150 HV, maksimalna dozvoljena vrijednost nejednolikosti je 27,0% ili $d_1 - d_n = 0,002$ mm, koja god je veća, gdje su d_1 i d_n aritmetičke sredine duljina dijagonala koje odgovaraju H_1 i H_n respektivno.

^b Ona koja je veća

Izračunate vrijednosti nejednolikosti tvrdoće određuju može li ispitivana pločica biti proglašena referentnom pločicom tvrdoće, a ujednačenost tvrdoće također utječe na izračun mjerne nesigurnosti referentnih pločica.

3.3.2 Proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera

Općenito, svakim se mjerenjem određuje vrijednost neke mjerene veličine. Međutim, mjerni je rezultat zapravo samo procjena vrijednosti, odnosno približna vrijednost te izmjerene veličine. Zbog toga, kako bi rezultat mjerenja bio potpun, izmjerenoj vrijednosti mora biti pridružena mjerna nesigurnost. Sukladno tome, mjerna nesigurnost definira se kao parametar pridružen rezultatu nekog mjerenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini [2].

Sastavljena relativna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera jedna je od komponenti koja utječe na mjernu nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica tvrdoće. Zbog toga je potrebno koristiti tvrdomjere što bolje mjerne sposobnosti kako bi ulazna komponenta mjerne nesigurnosti tvrdomjera bila što manja. Sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018, sastavljena relativna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu [11]:

$$u_{\text{CM}} = \sqrt{u_{\text{CRM-P}}^2 + u_{\text{xCRM-P}}^2 + u_{\text{CRM-D}}^2 + 2 \cdot u_{\text{ms}}^2} \quad (7)$$

gdje su

u_{CM} – sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera, HV

$u_{\text{CRM-P}}$ – mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica (uz $k=1$), HV

$u_{\text{xCRM-P}}$ – standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera, HV

$u_{\text{CRM-D}}$ – nesigurnost zbog promjene tvrdoće primarne referentne pločice tvrdoće kroz duže vremensko razdoblje, HV

u_{ms} – standardna mjerna nesigurnost zbog rezolucije mjernog sustava tvrdomjera, HV.

Mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica $u_{\text{CRM-P}}$ dobiva se iz potvrde o umjeravanju za $k=1$, a mjerna nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica $u_{\text{CRM-D}}$ dobiva se na temelju mjerenja na njima kroz duži period, zbog čega će se za potrebe ovog rada ova vrijednost smatrati 0. Standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera računa se izrazom [11]:

$$u_{\text{xCRM-P}} = \frac{t \cdot s_{\text{xCRM-P}}}{\sqrt{n}} \quad (8)$$

gdje su

t – varijabla studentove razdiobe ($t=1,14$ za $n=5$)

$s_{\text{xCRM-P}}$ – standardna devijacija izmjerenih rezultata tvrdoće, HV

n – broj mjerenja.

Standardna devijacija izmjerenih rezultata tvrdoće računa se po izrazu:

$$s_{\text{xCRM-P}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2} \quad (9)$$

Nadalje, posljednja komponenta koja utječe na mjernu nesigurnost tvrdomjera, standardna mjerna nesigurnost zbog rezolucije mjernog sustava tvrdomjera računa se prema izrazu [2]:

$$u_{\text{ms}} = \frac{2H}{d} \cdot \frac{\delta_{\text{ms}}}{2\sqrt{3}} \quad (10)$$

gdje su

H – vrijednost tvrdoće, HV

d – srednja vrijednost dijagonala, mm

δ_{ms} – rezolucija uređaja za očitavanje veličine otiska, mm.

Dio izraza $2H/d$ predstavlja koeficijent osjetljivosti mjerne nesigurnosti uslijed rezolucije.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera dana je izrazom [2]:

$$U_{\text{CM}} = k \cdot u_{\text{CM}} \quad (11)$$

gdje je

k – faktor pokrivanja ($k = 2$).

Kako bi se izračunalo maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera, treba izračunati odstupanje etalonskog tvrdomjera kod umjeravanja etalonskih pločica, što je dano izrazom [11]:

$$\bar{b} = \bar{H} - H_{\text{CRM}} \quad (12)$$

gdje su

\bar{H} – srednja vrijednost izmjerenih tvrdoća, HV

H_{CRM} – vrijednost tvrdoće etalonske pločice, HV.

U konačnici, maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu [11]:

$$\Delta H_{\text{HTM max}} = U_{\text{CM}} + |\bar{b}| \quad (13)$$

3.3.3 Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja referentnih pločica tvrdoće po Vickersu

Procjena i proračun mjerne nesigurnosti referentnih pločica po Vickersu od izuzetne su važnosti zbog toga što mjerna nesigurnost ima izravan utjecaj na umjeravanje tvrdomjera indirektnom metodom, a time i na svakodnevna mjerenja tvrdoće u umjernim i ispitnim laboratorijima. Sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018 mjerna nesigurnost umjeravanja referentnih pločica tvrdoće po Vickersu računa se prema izrazu [11]:

$$u_{\text{CRM}} = \sqrt{u_{\text{CM}}^2 + u_{\text{xCRM}}^2 + 2 \cdot u_{\text{ms}}^2} \quad (14)$$

gdje su

u_{CM} – sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera, HV

u_{xCRM} – nesigurnost standardnog odstupanja zbog nejednolikosti tvrdoće po pločici, HV

u_{ms} – mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava tvrdomjera, HV.

Sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera opisana je u prethodnom poglavlju i dana je izrazom (7). Standardna mjerna nesigurnost odstupanja zbog nejednolikosti tvrdoće po pločici računa se izrazom [11]:

$$u_{\text{xCRM}} = \frac{t \cdot S_{\text{xCRM}}}{\sqrt{n}} \quad (15)$$

gdje su

t – varijabla studentove razdiobe ($t=1,14$ za $n=5$)

S_{xCRM} – standardna devijacija izmjerenih rezultata tvrdoće, HV

n – broj mjerenja.

Mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava tvrdomjera također je opisana u prethodnom poglavlju, a računa se po izrazu (10). Konačno, proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu [2]:

$$U_{\text{CRM}} = k \cdot u_{\text{CRM}} \quad (16)$$

gdje je

k – faktor pokrivanja ($k = 2$).

3.3.4 Promjene u normi HRN EN ISO 6507-3:2018 u odnosu na prethodno izdanje

Norma HRN EN ISO 6507-3:2018 zamjenjuje normu HRN EN ISO 6507-3:2008, te su u njoj neki zahtjevi promijenjeni, a neki su dodani. Glavne promjene u odnosu na prethodno izdanje su sljedeće [11]:

- Dodan je zahtjev za najveću dopuštenu veličinu ispitne površine referentne etalonske pločice
- Promijenjeni su zahtjevi za rezolucijom mjernog uređaja s obzirom na duljinu dijagonale otiska
- Promijenjeni su zahtjevi za vrijeme postizanja pune ispitne sile i brzine približavanja indentora
- Zahtjevi za jednolikost tvrdoće ispitne površine promijenjeni su tako da se u obzir uzima i broj otisaka
- Kod proračuna mjerne nesigurnosti etalonskih pločica uzeta je u obzir i mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava tvrdomjera.

Najnovije izdanje norme propisuje da veličina ispitne površine ne smije biti veća od 40 cm², što starije izdanje norme ne zahtjeva. Također, starija verzija norme propisuje da vrijeme do postizanja pune ispitne sile za ispitne sile $F < 49,03$ mora biti ≤ 10 s, dok nova norma zahtjeva da je ono (7 ± 1) s, odnosno 6 do 8 sekundi. Brzina približavanja indentora za ispitne sile $F \geq 49,03$ po novoj normi mora biti 0,015 do 0,07 mm/s, dok je u staroj normi zahtjev bio 0,05 do 1 mm/s. Nadalje, maksimalne dopuštene vrijednosti nejednolikosti tvrdoće po ispitnoj površini u novoj normi uzimaju u obzir i broj napravljenih otisaka na ispitnoj površini, što je prikazano tablicama 5 do 9, u poglavlju 3.3.1. Starija verzija norme kod proračuna mjerne nesigurnosti

etalonskih pločica uzima u obzir samo sastavljenu mjernu nesigurnost tvrdomjera i nesigurnost standardnog odstupanja zbog nejednolikosti tvrdoće po pločici, dok nova verzija norme u obzir uzima i mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava tvrdomjera, što je vidljivo iz jednadžbe (14) u poglavlju 3.3.3.

4. EKSPERIMENTALNI DIO

4.1 Plan eksperimenta

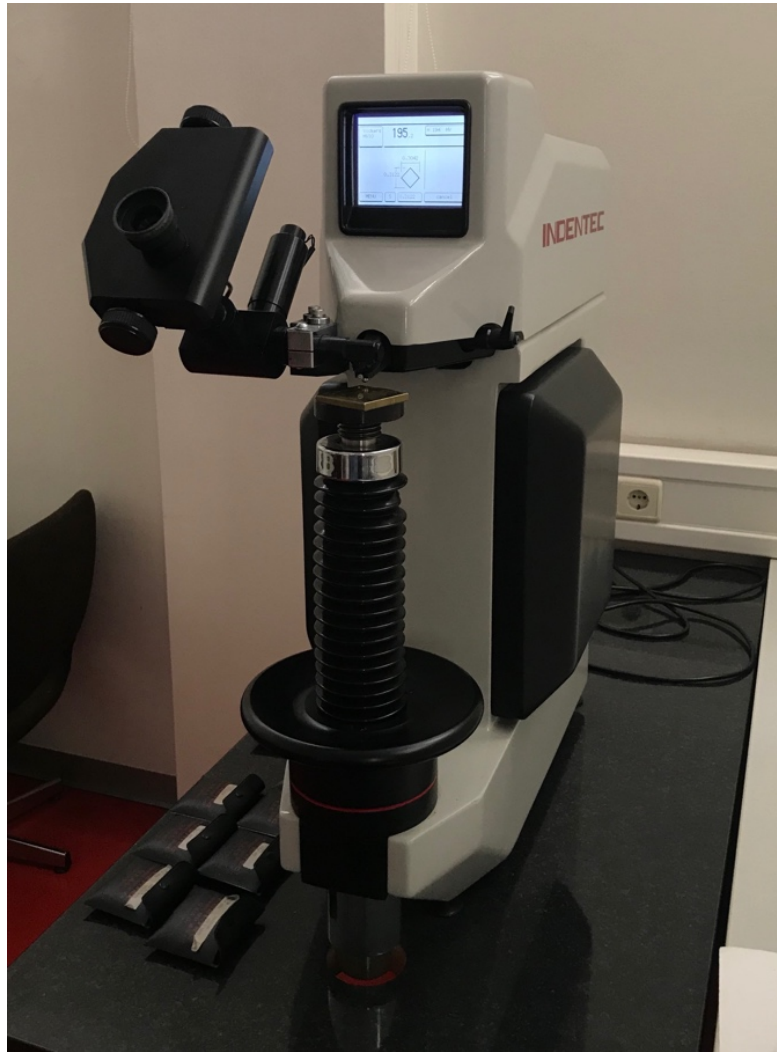
U eksperimentalnom dijelu rada provedeno je umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće za metodu Vickers prema normi HRN EN ISO 6507:2018. Referentne etalonske pločice tvrdoće umjerene su na tvrdomjeru Indentec u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Provedena su umjeravanja tri različite etalonske pločice, sve za metodu mjerenja HV10, gdje je opterećenje bilo 98,07 N. Za svaku je pločicu napravljeno pet mjerenja, nakon čega je izvršena analiza rezultata i doneseni su zaključci o pouzdanosti i kvaliteti ispitivanih referentnih etalonskih pločica tvrdoće.

Plan eksperimenta je slijedeći:

1. Mjerenje tvrdoće tri referentne etalonske pločice tvrdoće, označene brojevima 1, 2 i 3, na tvrdomjeru Indentec metodom HV 10
2. Određivanje jednolikosti tvrdoće po površini referentnih pločica
3. Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom
4. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja referentnih pločica tvrdoće po Vickersu
5. Analiza rezultata i donošenje zaključka.

4.2 Određivanje jednolikosti tvrdoće po površini referentne etalonske pločice

Tvrdoća referentnih etalonskih pločica tvrdoće mjerena je metodom po Vickersu na ispitnom tvrdomjeru proizvođača Indentec, tip 5030 TKV, serijskog broja 05281 u Laboratoriju za mehanička svojstva na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Ispitni tvrdomjer Indentec prikazan je na slici 10.



Slika 10. Ispitni tvrdomjer proizvođača Indentec

Korišteni se tvrdomjer sastoji od:

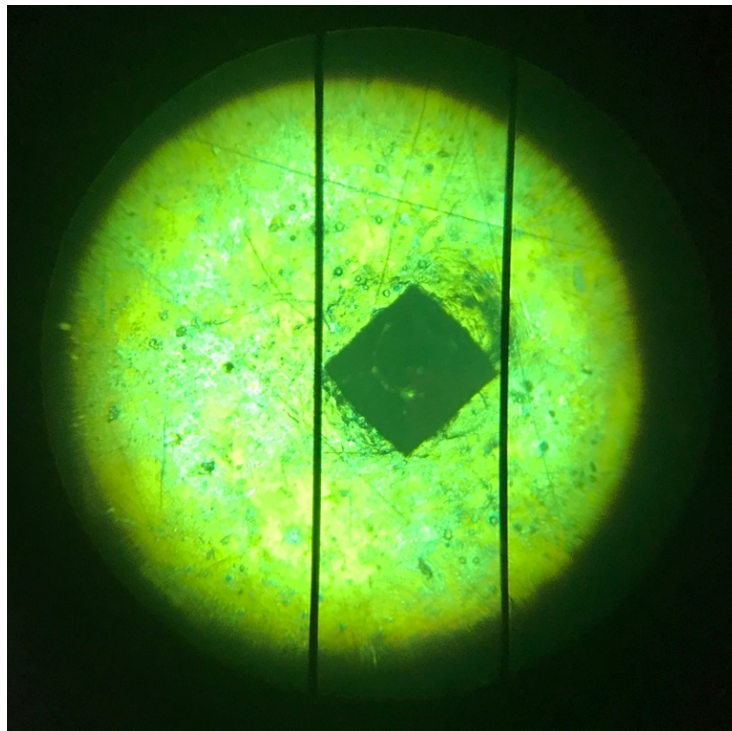
- sustava za opterećivanje
- mikroskopa
- radnog stola
- okretnog kola i vretena za pozicioniranje uzorka
- poluge za spuštanje indentora
- zaslona osjetljivog na dodir.

Također, važno je napomenuti da korišteni tvrdomjer silu utiskivanja ostvaruje pomoću poluga i utega odgovarajuće mase, a na njemu je moguće provesti ispitivanja tvrdoće po metodu Vickers sa sljedećim opterećenjima: HV 1; HV 2; HV 3; HV 5; HV 10; HV 20; HV 30 i HV 50.

Mjerenje je provedeno na 3 referentne etalonske pločice tvrdoće, naznačene oznakama:

- referentna etalonska pločica tvrdoće 1
- referentna etalonska pločica tvrdoće 2
- referentna etalonska pločica tvrdoće 3.

Mjerenje započinje postavljanjem ispitnog uzorka, odnosno referentne etalonske pločice na radni stol, koji se zatim pomiče vertikalno pomoću okretnog kola i vretena. Nakon što je referentna pločica pravilno postavljena, odabire se potrebno opterećenje te se pomoću poluge pozicionira indenter. Pritiskom na određenu tipku na zaslonu započinje postupak opterećivanja, a nakon provedenog opterećenja i rasterećivanja indenter se vraća na početno mjesto. Nadalje, pomoću mjernog mikroskopa vrši se očitavanje otiska, odnosno određivanje duljina dijagonala otiska. Kao što je prikazano na slici 11, mjerne se linije dovode na suprotne vrhove otiska te njihova udaljenost onda predstavlja duljinu dijagonale otiska.



Slika 11. Mjerne linije koje određuju duljinu dijagonale otiska

Na zaslonu se zatim prikazuju izmjerene duljine dijagonala te pripadajuća izmjerena vrijednost tvrdoće, kao što je prikazano na slici 12.



Slika 12. Zaslom tvrdomjera na kojem su prikazani rezultati mjerenja

U idealnom slučaju mjerenja tvrdoće etalonskih pločica mjesto mjerenja na ispitnoj površini ne bi trebalo imati utjecaj na izmjerene vrijednosti. Međutim, utvrđeno je da ono ipak može utjecati, te je zbog toga potrebno odrediti iznos relativne jednolikosti tvrdoće ispitne površine. Kao što je već spomenuto u radu relativna jednolikost, odnosno nejednolikost, određuje se prema izrazu (6) u poglavlju 3.3.1, a njezine maksimalne dopuštene vrijednosti u ovisnosti o opterećenju i vrijednosti tvrdoće prikazane su u tablicama od 5 do 9 u poglavlju 3.3.1, prema normi HRN EN ISO 6507-3:2018.

Tablica 10 prikazuje izračunatu relativnu nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 1.

Tablica 10. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 1

Redni broj mjerjenja	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10	Relativna nejednolikost tvrdoće r_{rel} , %
1	0,3070	0,3196	0,3133	188,9	3,05
2	0,3110	0,3177	0,3144	187,7 _{min}	
3	0,3142	0,3139	0,3141	188,0	
4	0,3051	0,3154	0,3103	192,7	
5	0,3145	0,3047	0,3096	193,5 _{max}	
Srednja vrijednost očitanih tvrdoća \bar{H}				190,2	

Iz tablice 10 vidljivo je da relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 1 iznosi 3,05 %. S obzirom da je broj mjerjenja n jednak 5, iz tablice broj 5 za tvrdoće ≤ 250 HV i opterećenje HV 10 očitavamo maksimalnu dopuštenu relativnu nejednolikost tvrdoće koja iznosi 4,0 %. S obzirom da je izračunata vrijednost manja od maksimalno dopuštene, možemo zaključiti da ispitivana referentna etalonska pločica tvrdoće 1 ima zadovoljavajuću jednolikost tvrdoće po ispitnoj površini. Tablica 11 prikazuje izračunatu relativnu nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2.

Tablica 11. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2

Redni broj mjerjenja	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10	Relativna nejednolikost tvrdoće r_{rel} , %
1	0,1898	0,1899	0,1899	514,5	1,79
2	0,1904	0,1887	0,1896	516,2	
3	0,1892	0,1894	0,1893	517,5 _{max}	
4	0,1899	0,1912	0,1906	510,8	
5	0,1921	0,1899	0,1910	508,3 _{min}	
Srednja vrijednost očitanih tvrdoća \bar{H}				513,5	

Na temelju rezultata prikazanih u tablici 11 i maksimalne dopuštene vrijednosti relativne nejednolikosti tvrdoće iz tablice 5 za tvrdoće > 250 HV i opterećenje HV 10, koja iznosi 2,0 %, zaključujemo da je jednolikost tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 2 zadovoljavajuće vrijednosti. Tablica 12 prikazuje izračunatu relativnu nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 3.

Tablica 12. Relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 3

Redni broj mjerjenja	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10	Relativna nejednolikost tvrdoće r_{rel} , %
1	0,1594	0,1573	0,1584	739,6	1,2
2	0,1591	0,1590	0,1591	733,1 _{min}	
3	0,1584	0,1590	0,1587	736,3	
4	0,1580	0,1582	0,1581	741,9	
5	0,1592	0,1580	0,1586	737,3 _{max}	
Srednja vrijednost očitanih tvrdoća \bar{H}				737,6	

Izračunata relativna nejednolikost tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu 3 iznosi 1,2 %. Maksimalnu dopuštenu nejednolikost tvrdoće za ovu pločicu, kao i za prethodno ispitanu, određujemo iz tablice 5, za tvrdoće > 250 HV i opterećenje HV 10, a ona iznosi 2 %. Prema tome, zaključujemo da određena jednolikost tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 3 zadovoljava zahtjeve određene normom.

Na temelju rezultata prikazanih u tablicama 10, 11 i 12, koji su dobiveni na temelju 5 otisaka ostvarenih mjernom metodom HV 10 za tri različite ispitivane referentne etalonske pločice tvrdoće, možemo zaključiti da jednolikosti tvrdoća od sve tri pločice zadovoljavaju zahtjeve određene normom HRN EN ISO 6507-3:2018.

4.3 Proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera





Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera provodi se sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018, a provedena je pomoću tri primarne etalonske pločice: 188,8 HV 10,

512,3 HV 10 te 736,3 HV 10. Ispitivane primarne referentne pločice tvrdoće prikazane su na slici 13.








Slika 13. Primarne etalonske pločice: 188,8 HV 10; 512,3 HV 10; 736,3 HV 10



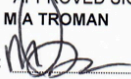
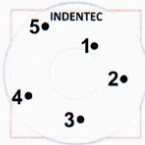
Izračun sastavljene mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom provodi se prema izrazu (7), danom u poglavlju 3.3.2. U tablicama koje slijede prikazani su rezultati indirektnog umjeravanja tvrdomjera te procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera. Treba napomenuti da su vrijednosti mjerne nesigurnosti primarnih etalonskih pločica u_{CRM-P} očitane iz potvrda o umjeravanju za svaku pojedinu primarnu referentnu pločicu tvrdoće. Potvrde o umjeravanju prikazane su na slikama 14, 15 i 16.

CERTIFICATE OF CALIBRATION						
ISSUED BY: INDENTEC HARDNESS TESTING MACHINES LTD						
DATE OF ISSUE: 15-January-2014		CERTIFICATE NUMBER: VEO5694			PAGE 1 OF 1 PAGES	
		Unit 30, Navigation Drive, Hurst Business Park Brierley Hill, West Midlands. England, DY5 1UT tel: +44 (0)1384 484070 fax: (0)1384 481074 http://www.indentec.com sales@indentec.com			APPROVED SIGNATORY Name : M A TROMAN Signature : 	
Manufacturer:	Indentec Hardness Testing Machines Ltd.					
Description:	Vickers Reference Hardness Block.					
Customer:	Indentec HTM Ltd.					
Year of Manufacture:	Unit 30 Navigation Drive Hurst Bus Park, Brierley Hill, West Mids, DY5 1UT 2014					
Date of Calibration:	15 January 2014					
Identification Number:	1230648					
Method of Calibration:	The above Vickers Reference Hardness Block has been measured in the calibration laboratory of Indentec Hardness Testing Machines Limited at 23 ± 5°C. The hardness value was calibrated on a machine complying with the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 having hardness scales traceable to the international hardness scales defined by the primary standardizing Vickers machine at PTB.					
Results:	The above Vickers Reference Hardness Block was calibrated against the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 and the resulting hardness values are given below					
HV 10						
Indent	Diagonals mm		Mean mm	Hardness		
1	0.3140	0.3141	0.3141	188.3	MEAN HARDNESS VALUE: 188.8 HV 10	
2	0.3148	0.3157	0.3153	186.9	Maximum Value: 190.2	
3	0.3148	0.3125	0.3137	188.8	Minimum Value: 186.9	
4	0.3132	0.3117	0.3125	190.2	Non-Uniformity: 3.36 HV	
5	0.3132	0.3125	0.3129	189.7	Uncertainty of Measurement: 2.85 HV	
					k= 2.00	
The above recorded values take account of the bias obtained during direct verification of the standardizing machine.						
Measurement of Reference Indentation:	0.3148 mm, 0.3157 mm.					
Mean:	0.3153 mm.		Calibration indents are placed in relation to the Indentec logo as shown in the diagram.			
Uncertainty of Measurement:	0.0015 mm.					
k=	2.00					
Magnification Used:	X10 N/A 0.2					
Test Block Thickness:	6.35 mm					
Error in parallelism:	Less than 0.01mm /50mm					
The reported expanded uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor k, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty has been carried out in accordance with UKAS requirements.						
Validity:						
This hardness reference block is only valid for the test force for which it was calibrated. It is recommended that the duration of the calibration validity should be limited to five years.						
This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of the United Kingdom Accreditation Service. It provides traceability of measurement to the SI system of units and/or to units of measurement realised at the National Physical Laboratory or other recognised national metrology institutes.						
This certificate may not be reproduced other than in full, except with the prior written approval of the issuing laboratory.						

Slika 14. Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 188,8 HV 10

CERTIFICATE OF CALIBRATION					
ISSUED BY: INDENTEC HARDNESS TESTING MACHINES LTD					
DATE OF ISSUE:	15-January-2014		CERTIFICATE NUMBER:	VEO5693	
			Unit 30, Navigation Drive, Hurst Business Park Brierley Hill, West Midlands. England, DY5 1UT tel: +44 (0)1384 484070 fax: (0)1384 481074 http://www.indentec.com sales@indentec.com		
			PAGE 1 OF 1 PAGES		
			APPROVED SIGNATORY Name : M A TROMAN Signature : 		
Manufacturer:	Indentec Hardness Testing Machines Ltd.				
Description:	Vickers Reference Hardness Block.				
Customer:	Indentec HTM Ltd.				
Year of Manufacture:	Unit 30 Navigation Drive Hurst Bus Park, Brierley Hill, West Mids, DY5 1UT 2014				
Date of Calibration:	15 January 2014				
Identification Number:	IN50490Y				
Method of Calibration:	The above Vickers Reference Hardness Block has been measured in the calibration laboratory of Indentec Hardness Testing Machines Limited at $23 \pm 5^\circ\text{C}$. The hardness value was calibrated on a machine complying with the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 having hardness scales traceable to the international hardness scales defined by the primary standardizing Vickers machine at PTB.				
Results:	The above Vickers Reference Hardness Block was calibrated against the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 and the resulting hardness values are given below				
HV 10					
Indent	Diagonals mm		Mean mm	Hardness	
1	0.1909	0.1910	0.1910	508.0	
2	0.1897	0.1906	0.1902	512.3	
3	0.1905	0.1902	0.1904	511.3	
4	0.1897	0.1898	0.1898	514.5	
5	0.1893	0.1898	0.1896	515.6	
			MEAN HARDNESS VALUE: 512.3 HV 10 Maximum Value: 515.6 Minimum Value: 508.0 Non-Uniformity: 7.54 HV Uncertainty of Measurement: 9.51 HV k= 2.00		
The above recorded values take account of the bias obtained during direct verification of the standardizing machine.					
Measurement of Reference Indentation:	0.1897 mm, 0.1906 mm.				
Mean:	0.1902 mm.		Calibration indents are placed in relation to the Indentec logo as shown in the diagram.		
Uncertainty of Measurement:	0.0010 mm.				
k=	2.00				
Magnification Used:	X10 N/A 0.2				
Test Block Thickness:	12.36 mm				
Error in parallelism:	Less than 0.01mm /50mm				
<i>The reported expanded uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor k, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty has been carried out in accordance with UKAS requirements.</i>					
Validity: This hardness reference block is only valid for the test force for which it was calibrated. It is recommended that the duration of the calibration validity should be limited to five years.					
<small>This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of the United Kingdom Accreditation Service. It provides traceability of measurement to the SI system of units and/or to units of measurement realised at the National Physical Laboratory or other recognised national metrology institutes. This certificate may not be reproduced other than in full, except with the prior written approval of the issuing laboratory.</small>					

Slika 15. Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 512,3 HV 10

CERTIFICATE OF CALIBRATION					 0232																		
ISSUED BY: INDENTEC HARDNESS TESTING MACHINES LTD																							
DATE OF ISSUE:	15-January-2014		CERTIFICATE NUMBER:	VEO5692																			
 HARDNESS TESTING MACHINES LIMITED			Unit 30, Navigation Drive, Hurst Business Park Brierley Hill, West Midlands. England, DY5 1UT tel: +44 (0)1384 484070 fax: (0)1384 481074 http://www.indentec.com sales@indentec.com		PAGE 1 OF 1 PAGES APPROVED SIGNATORY Name : MIA TROMAN Signature : 																		
Manufacturer:	Indentec Hardness Testing Machines Ltd.																						
Description:	Vickers Reference Hardness Block.																						
Customer:	Indentec HTM Ltd. Unit 30 Navigation Drive Hurst Bus Park, Brierley Hill, West Mids, DY5 1UT 2014																						
Year of Manufacture:	2014																						
Date of Calibration:	15 January 2014																						
Identification Number:	IN60645Y																						
Method of Calibration:	The above Vickers Reference Hardness Block has been measured in the calibration laboratory of Indentec Hardness Testing Machines Limited at $23 \pm 5^\circ\text{C}$. The hardness value was calibrated on a machine complying with the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 having hardness scales traceable to the international hardness scales defined by the primary standardizing Vickers machine at PTB.																						
Results:	The above Vickers Reference Hardness Block was calibrated against the requirements of BS EN ISO 6507-3:2005 and ASTM E384-11 and the resulting hardness values are given below																						
HV 10																							
Indent	Diagonals mm		Mean mm	Hardness																			
1	0.1582	0.1582	0.1582	740.0	<table border="1"> <tr> <td>MEAN HARDNESS VALUE:</td> <td>736.3</td> <td>HV 10</td> </tr> <tr> <td>Maximum Value:</td> <td>740.0</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Minimum Value:</td> <td>732.6</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Non-Uniformity:</td> <td>7.44</td> <td>HV</td> </tr> <tr> <td>Uncertainty of Measurement:</td> <td>16.05</td> <td>HV</td> </tr> <tr> <td>k=</td> <td>2.00</td> <td></td> </tr> </table>	MEAN HARDNESS VALUE:	736.3	HV 10	Maximum Value:	740.0		Minimum Value:	732.6		Non-Uniformity:	7.44	HV	Uncertainty of Measurement:	16.05	HV	k=	2.00	
MEAN HARDNESS VALUE:	736.3	HV 10																					
Maximum Value:	740.0																						
Minimum Value:	732.6																						
Non-Uniformity:	7.44	HV																					
Uncertainty of Measurement:	16.05	HV																					
k=	2.00																						
2	0.1590	0.1590	0.1590	732.6																			
3	0.1582	0.1582	0.1582	740.0																			
4	0.1590	0.1582	0.1586	736.3																			
5	0.1590	0.1590	0.1590	732.6																			
The above recorded values take account of the bias obtained during direct verification of the standardizing machine.																							
Measurement of Reference Indentation:	0.1590 mm,		0.1590 mm.																				
Mean:	0.1590 mm.																						
Uncertainty of Measurement:	0.0010 mm.																						
k=	2.00																						
Magnification Used:	X10 N/A 0.2																						
Test Block Thickness:	12.40 mm																						
Error in parallelism:	Less than 0.01mm /50mm																						
<p>Calibration indents are placed in relation to the Indentec logo as shown in the diagram.</p>																							
<p>The reported expanded uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor k, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty has been carried out in accordance with UKAS requirements.</p>																							
Validity:																							
<p>This hardness reference block is only valid for the test force for which it was calibrated. It is recommended that the duration of the calibration validity should be limited to five years.</p>																							
<p>This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of the United Kingdom Accreditation Service. It provides traceability of measurement to the SI system of units and/or to units of measurement realised at the National Physical Laboratory or other recognised national metrology institutes.</p>																							
<p>This certificate may not be reproduced other than in full, except with the prior written approval of the issuing laboratory.</p>																							

Slika 16. Potvrda o umjeravanju primarne referentne pločice 736,3 HV 10

Nadalje, standardne mjerne nesigurnosti ponovljivosti etalonskog tvrdomjera $u_{\text{XCRM-P}}$ izračunate su prema izrazu (8) u poglavlju 3.3.2., a mjerna nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica $u_{\text{CRM-D}}$ smatrat će se 0 jer se dobiva na temelju mjerenja na pločicama kroz duži period. Posljednja komponenta koja utječe na mjernu nesigurnost tvrdomjera, standardna mjerna nesigurnost zbog rezolucije mjernog sustava tvrdomjera u_{ms} izračunata je prema izrazu (10) u poglavlju 3.3.2. Tablica 13 prikazuje rezultate indirektnog umjeravanja tvrdomjera primarnom etalonskom pločicom 188,8 HV 10.

Tablica 13. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 188,8 HV 10

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Referentna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura	$(27 \pm 1)^\circ\text{C}$	Oznaka	1230648	Oznaka	5030TKV
		Vrijednost tvrdoće	188,8 HV 10	Rezolucija	0,0001 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerene vrijednosti dijagonala			Očitana vrijednost tvrdoće HV 10	
	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm		
1	0,3080	0,3206	0,3143	187,7	
2	0,3120	0,3187	0,3154	186,4	
3	0,3152	0,3149	0,3151	186,7	
4	0,3061	0,3164	0,3113	191,3	
5	0,3155	0,3057	0,3106	192,2	
Srednja vrijednost			0,3133	188,9	
Standardno odstupanje $s_{\text{XCRM-P}}$			0,0022	2,7	

Iz tablice 13 vidljivo je da srednja vrijednost izmjerenih tvrdoća \bar{H} iznosi 188,9 HV 10. Također, standardno odstupanje $s_{\text{XCRM-P}}$ iznosi 2,7 HV 10. Te su nam izračunate vrijednosti potrebne za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera za pločicu 188,8 HV 10, što je prikazano u tablici 14.

Tablica 14. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 188,8 HV 10

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CRM-P}	188,8 HV10	1,425 HV10	Normalna	1,0	1,43
u_{xCRM-P}	0 HV 10	1,376806653	Normalna	1,0	1,38
u_{CRM-D}	0 HV 10	0	Trokutna	1,0	0,00
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1205,6	0,03
Sastavljena mjerna nesigurnost u_{CM}					1,99
Proširena mjerna nesigurnost U_{CM}					3,98

U tablici 14 vidljivo je da izračunata sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera u_{CM} iznosi 1,99 HV 10, a proširena mjerna nesigurnost U_{CM} koja se računa prema izrazu (11) iz poglavlja 3.3.2 iznosi 3,98 HV 10.

U tablici 15 nalaze se rezultati indirektnog umjeravanja tvrdomjera primarnom etalonskom pločicom 512,3 HV 10.

Tablica 15. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 512,3 HV 10

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Referentna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura	$(27 \pm 1)^\circ\text{C}$	Oznaka	IN50490Y	Oznaka	5030TKV
		Vrijednost tvrdoće	512,3 HV 10	Rezolucija	0,0001 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerene vrijednosti dijagonala			Očitana vrijednost tvrdoće HV 10	
	d_1	d_2	d_{sr}		
1	0,1899	0,1900	0,1900	513,6	
2	0,1905	0,1888	0,1897	515,3	
3	0,1893	0,1895	0,1894	516,9	
4	0,1900	0,1913	0,1907	509,9	
5	0,1922	0,1900	0,1911	507,7	
Srednja vrijednost			0,1902	512,7	
Standardno odstupanje $s_{x\text{CRM-P}}$			0,00071	3,8	

Srednja vrijednost izračunatih tvrdoća za pločicu 512,3 HV 10 iznosi 512,7 HV 10, dok standardno odstupanje iznosi 3,8 HV 10.

Tablica 16 prikazuje procjenu i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera za pločicu 512,3 HV 10.

Tablica 16. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 512,3 HV 10

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
$u_{\text{CRM-P}}$	512,3 HV10	4,76 HV10	Normalna	1,0	4,76
$u_{\text{xCRM-P}}$	0 HV 10	1,942153197	Normalna	1,0	1,94
$u_{\text{CRM-D}}$	0 HV 10	0	Trokutna	1,0	0,00
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	5392,4	0,16
Sastavljena mjerna nesigurnost u_{CM}					5,15
Proširena mjerna nesigurnost U_{CM}					10,29

U tablici 16 vidljivo je da izračunata sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera u_{CM} za referentnu pločicu 512,3 HV 10 iznosi 5,15 HV 10, a proširena mjerna nesigurnost U_{CM} iznosi 10,29 HV 10.

Rezultati indirektnog umjeravanja tvrdomjera etalonskom pločicom 736,3 HV 10 prikazani su u tablici 17.

Tablica 17. Indirektno umjeravanje tvrdomjera etalonskom pločicom 736,3 HV 10

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Referentna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura	$(27 \pm 1)^\circ\text{C}$	Oznaka	IN60645Y	Oznaka	5030TKV
		Vrijednost tvrdoće	736,3 HV 10	Rezolucija	0,0001 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerene vrijednosti dijagonala			Očitana vrijednost tvrdoće HV 10	
	d_1	d_2	d_{sr}		
1	0,1595	0,1574	0,1585	738,1	
2	0,1592	0,1591	0,1592	731,6	
3	0,1585	0,1591	0,1588	735,4	
4	0,1581	0,1583	0,1582	741,0	
5	0,1593	0,1581	0,1587	736,3	
Srednja vrijednost			0,1587	736,5	
Standardno odstupanje $s_{x\text{CRM-P}}$			0,00036	3,46	

U tablici 17 vidljivo je da srednja vrijednost izračunatih tvrdoća za pločicu 736,3 HV 10 iznosi 736,5 HV 10, dok standardno odstupanje iznosi 3,46 HV 10.

Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja pločicom 736,3 HV 10 prikazani su u tablici 18.

Tablica 18. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti tvrdomjera pločicom 736,3 HV 10

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CRM-P}	736,3 HV10	8,03 HV10	Normalna	1,0	8,03
u_{xCRM-P}	0 HV	1,765944322	Normalna	1,0	1,77
u_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1,0	0,00
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	9283,8	0,27
Sastavljena mjerna nesigurnost u_{CM}					8,23
Proširena mjerna nesigurnost U_{CM}					16,46

Iz tablice 18 vidljivo je da sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera u_{CM} za primarnu referentnu pločicu 736,3 HV 10 iznosi 8,23 HV 10, a proširena mjerna nesigurnost U_{CM} iznosi 16,46 HV.

Dobiveni rezultati za mjernu nesigurnost tvrdomjera ulazne su veličine za proračun mjerne nesigurnosti etalonskih pločica. Dobivene rezultate možemo protumačiti i koristiti na tri načina. Možemo donijeti zaključak da je mjerna nesigurnost tvrdomjera za područje nižih tvrdoća 1,99 HV 10, za područje srednjih tvrdoća 5,15 HV 10, a za područje visokih tvrdoća 8,23 HV 10. Međutim, kad bi htjeli pokriti cijeli raspon tvrdoća trebalo bi nam jako puno referentnih materijala. Drugi je način odrediti najveću dobivenu mjernu nesigurnost tvrdomjera, te njezinu apsolutnu vrijednost koristiti za izračun mjernih nesigurnosti sve tri etalonske pločice. Treći način također koristi najveću izračunatu vrijednost mjerne nesigurnosti tvrdomjera, ali izraženu u relativnom iznosu koja se kao takva koristi za izračun mjernih nesigurnosti sve tri referentne etalonske pločice tvrdoće. U nastavku su izračunate vrijednosti mjernih nesigurnosti etalonskih pločica korištenjem mjerne nesigurnosti tvrdomjera na sva tri načina.

4.4 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (a)

Standardna mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu (14), opisanom u poglavlju 3.3.3. Za njezin su izračun potrebne sastavljena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera u_{CM} , nesigurnost standardnog odstupanja zbog nehomogenosti raspodjele mjerenja tvrdoće po pločici u_{xCRM} te standardna mjerna nesigurnost proizašla iz sustava za očitavanje etalonskog tvrdomjera u_{ms} . Sastavljena mjerna nesigurnost tvrdomjera u_{CM} i standardna mjerna nesigurnost proizašla iz rezolucije sustava za očitavanje tvrdomjera u_{ms} već su izračunate u poglavlju 4.3, a nesigurnost standardnog odstupanja zbog nehomogenosti raspodjele tvrdoće po pločici u_{xCRM} izračunata je u nastavku prema izrazu (15) iz poglavlja 3.3.3.

U ovom će se poglavlju za mjernu nesigurnost tvrdomjera u_{CM} koristiti vrijednosti izračunate u poglavlju 4.3. za koje smo pretpostavili da vrijede za područja nižih, srednjih i viših tvrdoća. U tablici 19 prikazani su rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 1. Standardno odstupanje računa se prema izrazu (9) iz poglavlja 3.3.2.

Tablica 19. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 1

Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonale d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10
1	0,31330	188,9
2	0,31440	187,7 _{min}
3	0,31410	188,0
4	0,31030	192,7
5	0,30960	193,5 _{max}
Srednja vrijednost	0,31231	190,2
Standardno odstupanje s_{xCRM}	0,00222	2,7

U tablici 20 prikazane su izračunate vrijednosti mjernih nesigurnosti potrebnih za izračun mjerne nesigurnosti umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1. Također, prikazana je konačna vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću.

Tablica 20. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (a)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	1,99 HV 10	Normalna	1,0	1,99
u_{xCRM}	-	1,38	Normalna	1,0	1,38
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1205,6	0,03
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					2,42
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					190,2 ± 6,24
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CRM})$					188,8 ± 4,84

U tablici 20 vidljivo je da ispravljena vrijednost tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 1 s mjernom nesigurnošću iznosi $188,8 \pm 4,84$ HV 10. U tablici 21 prikazani su rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 2.

Tablica 21. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 2

Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonale d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10
1	0,18990	514,5
2	0,18960	516,2
3	0,18930	517,5 _{max}
4	0,19060	510,8
5	0,19100	508,3 _{min}
Srednja vrijednost	0,19005	513,5
Standardno odstupanje s_{xCRM}	0,00071	3,8

U tablici 22 prikazana je izračunata mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2, te je izražena konačna izračunata vrijednost tvrdoće uz pripadajuću mjernu nesigurnost.

Tablica 22. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (a)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	5,15 HV 10	Normalna	1,0	5,15
u_{xCRM}	-	1,94	Normalna	1,0	1,94
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	5392,4	0,16
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					5,51
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					513,5 ± 12,22
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CRM})$					512,3 ± 11,02

U tablici 22 vidljivo je da ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću iznosi 512,3 ± 11,02 HV 10. U tablici 23 prikazani su rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 3.

Tablica 23. Rezultati mjerenja tvrdoće referentne etalonske pločice tvrdoće 3

Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonale d_{sr} , mm	Očitana vrijednost tvrdoće, HV 10
1	0,15840	739,6
2	0,15910	733,1 _{min}
3	0,15870	736,3
4	0,15810	741,9
5	0,15860	737,3 _{max}
Srednja vrijednost	0,15856	737,6
Standardno odstupanje s_{xCRM}	0,00036	3,3

U tablici 24 prikazana je izračunata mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 3 te je prikazana konačna vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću.

Tablica 24. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 3 (a)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	8,23 HV 10	Normalna	1,0	8,23
u_{xCRM}	-	1,68	Normalna	1,0	1,68
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	9283,8	0,27
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					8,41
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					737,6 ± 18,12
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CMR})$					736,3 ± 16,82

U tablici 24 vidljivo je da ispravljena vrijednost tvrdoće referentne etalonske pločice 3 s mjernom nesigurnošću iznosi 736,3 ± 16,82 HV 10.

4.5 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (b)

U ovom će se poglavlju za izračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sve tri etalonske pločice koristiti najveća apsolutna vrijednost izračunate mjerne nesigurnosti tvrdomjera iz poglavlja 4.3 koja iznosi 8,23 HV 10. Razlog tomu je što bi korištenjem raspona mjernih nesigurnosti za niske, srednje i visoke tvrdoće trebali imati velik broj referentnih materijala po cijelom rasponu tvrdoća. U tablicama 25, 26 i 27 prikazane su konačne vrijednosti tvrdoće etalonskih pločica s mjernom nesigurnošću za slučaj korištenja najveće izmjerene nesigurnosti tvrdomjera kao ulazne veličine.

Tablica 25. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (b)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	8,23 HV 10	Normalna	1,0	8,23
u_{xCRM}	-	1,38	Normalna	1,0	1,38
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1205,6	0,03
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					8,35
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					190,2 ± 18,10
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CMR})$					188,8 ± 16,70

U tablici 25 vidljivo je da je mjerna nesigurnost referentne etalonske pločice tvrdoće 1 jednaka $\pm 16,70$ HV 10 u slučaju korištenja najveće izračunate mjerne nesigurnosti tvrdomjera kao ulazne varijable. Tablica 26 prikazuje izračunatu mjernu nesigurnost za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2.

Tablica 26. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (b)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	8,23 HV 10	Normalna	1,0	8,23
u_{xCRM}	-	1,94	Normalna	1,0	1,94
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	5392,4	0,16
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					8,46
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					513,5 ± 18,20
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CMR})$					512,3 ± 17,00

Mjerna nesigurnost referentne etalonske pločice 3 u slučaju korištenja najveće izračunate mjerne nesigurnosti tvrdomjera kao ulazne varijable iznosi $\pm 16,92$ HV 10.

Budući da je u ovom slučaju korištena mjerna nesigurnost tvrdomjera izračunata po primarnoj pločici tvrdoće 736,3 HV 10, vrijednosti mjerne nesigurnosti za ovu će referentnu pločicu biti iste kao i u prvom slučaju, što je prikazano u tablici 27 u poglavlju 4.4. U nastavku su izračunate vrijednosti mjernih nesigurnosti referentnih etalonskih pločica tvrdoće korištenjem mjerne nesigurnosti na treći način, već spomenut u poglavlju 4.3.

4.6 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica (c)

U ovom će se poglavlju za izračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sve tri etalonske pločice koristiti najveća izračunata vrijednost mjerne nesigurnosti tvrdomjera iz poglavlja 4.3, ali izražena u relativnom iznosu. Najveća mjerna nesigurnost tvrdomjera izražena u relativnom iznosu izračunata je za primarnu etalonsku pločicu tvrdoće 736,3 HV 10, a iznosi 1,12 %. Ovaj način korištenja mjerne nesigurnosti tvrdomjera povećat će mjernu nesigurnost ispitivanih referentnih etalonskih pločice tvrdoće 1 i 2 u odnosu na prvi slučaj, a smanjiti je u odnosu na drugi slučaj. Za referentnu etalonsku pločicu 3 vrijednosti mjernih nesigurnosti ostat će nepromijenjene. U tablici 27 prikazana je na treći način korištena mjerna nesigurnost tvrdomjera, kao i vrijednost tvrdoće referentne etalonske pločice 1 s pripadajućom mjernom nesigurnošću.

Tablica 27. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 1 (c)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	2,11 HV 10	Normalna	1,0	2,11
u_{xCRM}	-	1,38	Normalna	1,0	1,38
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1205,6	0,03
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					2,52
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					190,2 ± 6,44
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CMR})$					188,8 ± 5,04

Tablica 28 prikazuje također na treći način izračunatu vrijednost tvrdoće referentne etalonske pločice 2 s pripadajućom mjernom nesigurnošću.

Tablica 28. Mjerna nesigurnost umjeravanja referentne etalonske pločice tvrdoće 2 (c)

Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti c_i	$u_i(H)$ HV 10
u_{CM}	0 HV10	8,23 HV 10	Normalna	1,0	5,74
u_{xCRM}	-	1,94	Normalna	1,0	1,94
u_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	5392,4	0,16
Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonske pločice u_{CRM}					6,06
Vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću, $\bar{H} \pm (2 \cdot u_{CRM} + b)$					513,5 ± 13,32
Ispravljena vrijednost tvrdoće etalonske pločice s mjernom nesigurnošću $(\bar{H} - b) \pm (2 \cdot u_{CMR})$					512,3 ± 12,12

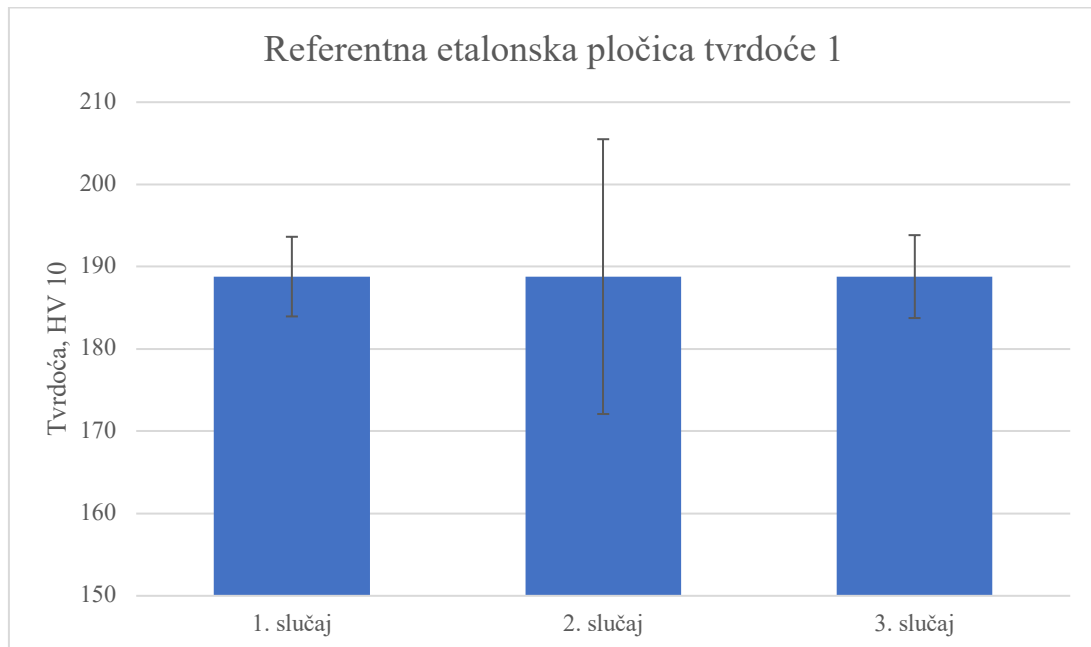
S obzirom na to da je i u ovom slučaju korištena mjerna nesigurnost tvrdomjera izračunata po primarnoj pločici tvrdoće 736,3 HV 10, vrijednosti mjerne nesigurnosti za referentnu etalonsku pločicu 3 biti iste kao i u prvom i u drugom slučaju, što je prikazano u tablici 27 u poglavlju 4.4.

4.7 Analiza rezultata

U sklopu postupka umjeravanja referentnih etalonskih pločica tvrdoće prvo je izračunata relativna nejednolikost tvrdoće po ispitnoj površini za svaku pločicu. Izračunate vrijednosti relativne nejednolikosti tvrdoće moraju zadovoljavati zahtjeve određene normom HRN EN ISO 6507-3:2018, a prikazane tablicama 5 do 9 u poglavlju 3.3.1. Maksimalna dopuštena vrijednost relativne nejednolikosti tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu 1 očitana je iz tablice 5, za tvrdoće ≤ 250 HV i opterećenje HV 10, a iznosi 4 %. Izračunata vrijednost relativne nejednolikosti tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu 1 iznosi 3,05%. Maksimalna dopuštena vrijednost relativne nejednolikosti tvrdoće za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2 i referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 3 očitana je također iz tablice 5, ali za tvrdoće > 250 HV i opterećenje HV 10, a iznosi 2%. Izračunata vrijednost relativne nejednolikosti tvrdoće za

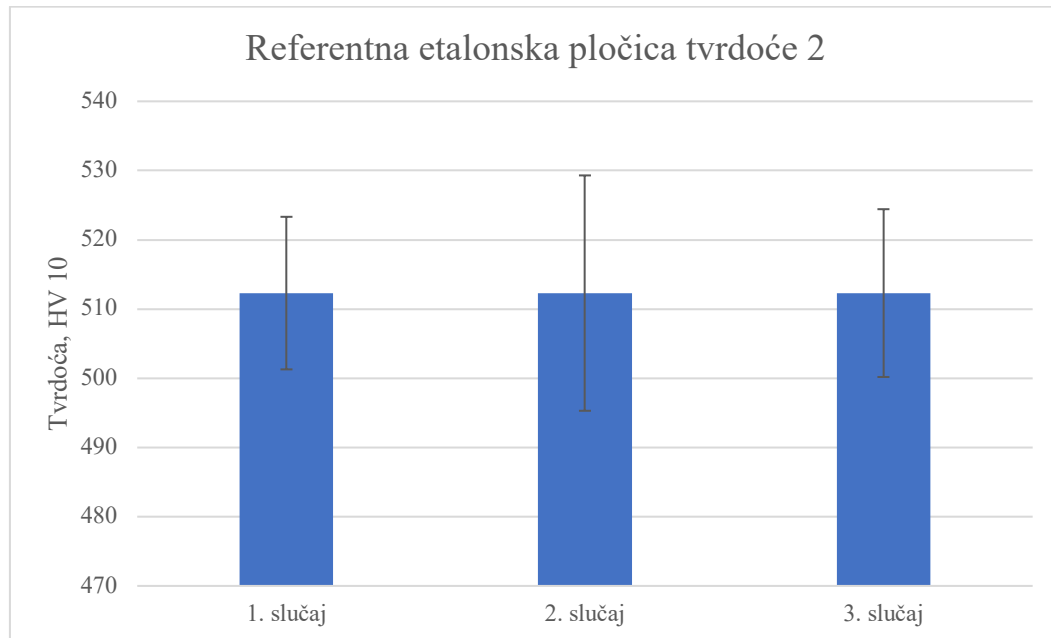
referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2 iznosi 1,79 %, a za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 3 iznosi 1,2 %. Iz navedenog možemo zaključiti da sve tri ispitivane referentne pločice tvrdoće zadovoljavaju zahtjeve postavljene normom HRN EN ISO 6507-3:2018.

Za izračun mjerne nesigurnosti referentnih etalonskih pločica bilo je potrebno izračunati mjernu nesigurnost referentnog tvrdomjera. Mjerna nesigurnost referentnog tvrdomjera izračunata je pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoće, a prema izrazu (7) iz poglavlja 3.3.2. Dobiveni rezultati mjernih nesigurnosti tvrdomjera korišteni su na tri različita načina kao ulazna komponenta za izračun mjerne nesigurnosti referentnih etalonskih pločica tvrdoće. U prvom slučaju korištene su mjerne nesigurnosti tvrdomjera određene za pripadajuće razrede tvrdoća. U drugom slučaju korištena je najveća apsolutna vrijednost izračunate mjerne nesigurnosti tvrdomjera na primarnim pločicama tvrdoće, koja je korištena i u trećem slučaju, ali izražena u relativnom iznosu. Rezultati izračunatih vrijednosti tvrdoća i pripadajućih mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 1, za prvi, drugi i treći slučaj prikazani su grafički na slici 17.



Slika 17. Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 1

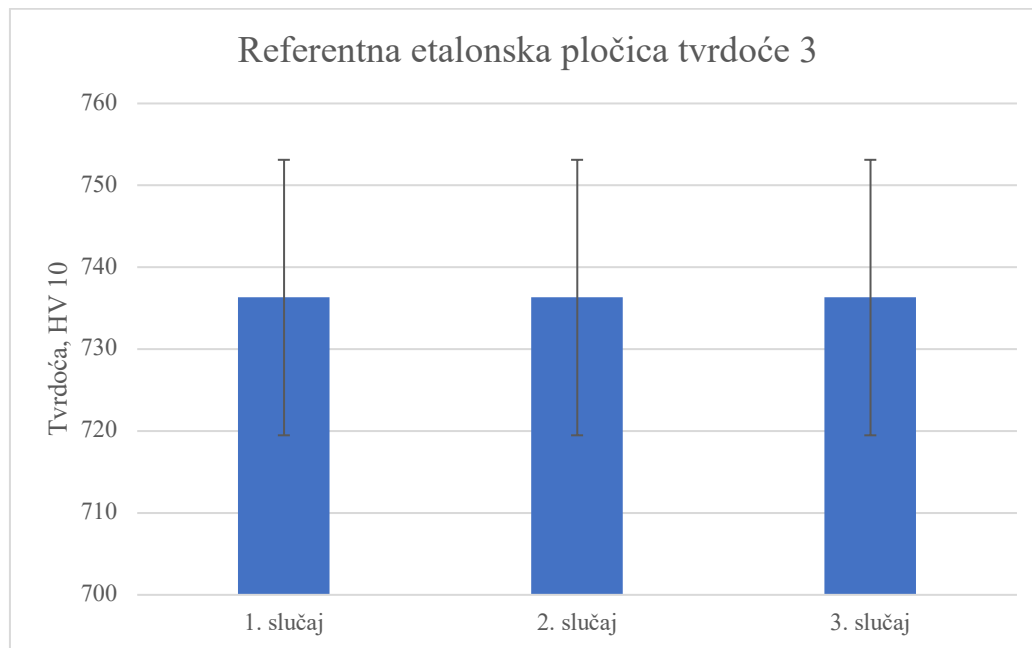
Iz slike 17 vidljivo je da je najbolja, odnosno najmanja mjerna nesigurnost izračunata u prvom slučaju, a najgora, odnosno najveća u drugom slučaju. Na slici 18 grafički su prikazane izračunate vrijednosti mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 2.



Slika 18. Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 2

Iz slike 18 vidljivo je da je za referentnu etalonsku pločicu tvrdoće 2 najmanja mjerna nesigurnost izračunata u prvom slučaju, a najveća u drugom slučaju.

Budući da smo u druga dva slučaja koristili najveću izračunatu mjernu nesigurnost tvrdomjera dobivenu za primarnu etalonsku pločicu koja je u istom razredu tvrdoća kao i referentna etalonska pločica tvrdoće 3, mjerne nesigurnosti u sva tri slučaja za treću su pločicu ostale nepromijenjene, kao što je i prikazano na slici 19.



Slika 19. Grafički prikaz mjernih nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 3

Na slikama 17 i 18 vidljivo je da je mjerna nesigurnost referentne etalonske pločice tvrdoće 1 i referentne etalonske pločice 2 najmanja u prvom slučaju u kojem su se za izračun koristile mjerne nesigurnosti tvrdomjera za različite razrede tvrdoća, a najveća u drugom slučaju korištenja najveće izračunate mjerne nesigurnosti tvrdomjera. Korištenjem najveće mjerne nesigurnosti tvrdomjera izražene u postotku, njihove su mjerne nesigurnosti očekivano veće nego u prvom slučaju, a manje nego u drugom. Mjerne nesigurnosti referentne etalonske pločice tvrdoće 3 ostale su nepromijenjene u sva tri slučaja.

Prilikom izračuna mjernih nesigurnosti tvrdomjera, u tablicama 14, 16 i 18 u poglavlju 4.3 vidljivo je da najveći utjecaj na mjernu nesigurnost tvrdomjera ima $u_{\text{CRM-P}}$, odnosno mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica. Nadalje, iz tablica 20, 22 i 24 za prvi slučaj izračuna mjerne nesigurnosti referentnih etalonskih pločica tvrdoće, tablica 25 i 26 za drugi slučaj i tablica 27 i 28 za treći slučaj vidljivo je da upravo izračunata mjerna nesigurnost tvrdomjera u_{CM} ima najveći utjecaj na izračun mjerne nesigurnosti referentnih etalonskih pločica. Iz navedenog možemo konstatirati da mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica time što uvelike utječe na mjernu nesigurnost tvrdomjera, uvelike utječe i na mjernu nesigurnost referentnih etalonskih pločica.

5. ZAKLJUČAK

U ovom diplomskom radu eksperimentalno je provedeno umjeravanje tri etalonske pločice tvrdoće za metodu Vickers sukladno normi HRN EN ISO 6507-3:2018. U sklopu toga izračunate su vrijednosti relativne nejednolikosti tvrdoće po ispitnoj površini, mjerne nesigurnosti referentnog tvrdomjera te mjerne nesigurnosti umjeravanja za sve tri referentne etalonske pločice tvrdoće.

Prilikom provođenja postupka umjeravanja uočeno je da primarne etalonske pločice tvrdoće značajno utječu ne samo na mjernu sposobnost referentnog etalonskog tvrdomjera, već i na rezultate umjeravanja referentnih etalonskih pločica tvrdoće. To znači da primarne etalonske pločice utječu na mjerne sposobnosti tvrdomjera u industriji, a time i na rezultate mjerenja tvrdoće dobivenih na istima. Primarne referentne etalonske pločice tvrdoće primijenjene u radu imale su povišene mjerne nesigurnosti, što se odrazilo na umjeravanje referentnih etalona i na umjeravanje referentnih pločica tvrdoće. Upravo iz tog razloga dolazimo do zaključka da je kvaliteta izrade primarnih etalonskih pločica jako bitna jer na njima leži cijela metrološka skala tvrdoće po Vickersu. Ovdje posebno treba staviti naglasak na postupak toplinske obrade, u cilju postizanja homogene mikrostrukture, te geometrijske karakteristike pločica. U radu smo dobivene rezultate mjernih nesigurnosti etalonskih tvrdomjera koristili na tri različita načina kao ulaznu komponentu za izračun mjernih nesigurnosti etalonskih pločica tvrdoće. S obzirom na dobivene rezultate mjernih nesigurnosti pločica možemo zaključiti da modeli procjene mjerne nesigurnosti također utječu na mjerni rezultat etalonske pločice. Izborom modela procjene i primjerenog korekcijskog faktora može se smanjiti mjerna nesigurnost referentne vrijednosti. Nadalje, da bi se odredila mjerna sposobnost tvrdomjera po Vickersu za određeno opterećenje potreban je velik broj pločica pri umjeravanju, a s obzirom na to da se te pločice koriste pri internoj kontroli na dnevnoj bazi rada tvrdomjera proizlaze i razlozi zašto je svjetska proizvodnja etalonskih pločica tvrdoće u značajnom porastu. Također, na temelju izračuna u radu možemo zaključiti da je u proširenoj mjernoj nesigurnosti umjerenih etalonskih pločica najveći udio imala mjerna nesigurnost referentnog etalonskog tvrdomjera. Zbog toga je potrebno referentni etalonski tvrdomjer svesti na što je moguće manju razinu mjerne nesigurnosti, čime se postiže i smanjenje mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće u svakodnevnoj primjeni. Drugim riječima, najbolja mjerna sposobnost laboratorija, koja velikim dijelom proizlazi iz mjerne nesigurnosti uređaja koje taj laboratorij posjeduje, indirektna je mjera kvalitete laboratorija.

LITERATURA

- [1] Aleksandrov Fabijanić T. Razvoj referentnih pločica tvrdoće po Vickersu postupkom metalurgije praha [doktorski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2014.
- [2] Alar Ž. Analiza utjecajnih faktora na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera [doktorska disertacija]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2008.
- [3] Kamerla I. Utjecaj sila opterećivanja na vrijednost izmjerene tvrdoće kod metode Vickers [diplomski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2009.
- [4] HRN EN ISO 6507-1: Metalni materijali – Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu – 1. dio: Metoda ispitivanja (ISO 6507-1:2018; EN ISO 6507-1:2018)
- [5] Makanec B. Međulaboratorijska usporedna mjerenja tvrdoće prema Vickersu [diplomski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2019.
- [6] EA 10-16, Guidelines on the Estimation of Uncertainty in Hardness Measurements, 2001.
- [7] Low S., Germak A., Herrmann K., Traceability of Industrial Rockwell, Brinell, Vickers and Knoop Hardness Measurements, Imeko 2010.
- [8] Petik F., Metrology of hardness testing (A survey of publications and research work 1950-1995), Budapest 1996.
- [9] A. C. Vidal, A. R. Martins, I. Caminha, A. da Cunha Rocha, S.P. Oliveira, The Influence of Thickness of the Non-Uniformity Values of Rockwell B Hardness Standard Blocks, 11th Conference on Hardness Measurement, Calle, Germany, 2002.
- [10] Yamamoto H, Yamamoto T, Development of high-accuracy Hardness Standard Block in Japan and Future Outlook, 10th Symposium on Recent Advancements in the Theory and Practice of Hardness Measurement, Hardmeko 2007.
- [11] HRN EN ISO 6507-3: Metalni materijali – Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu – 3. dio: Umjeravanje etalonskih pločica (ISO 6507-3:2018; EN ISO 6507-3:2018)

PRILOZI

I. CD-R disc