

# Međulaboratorijska usporedba umjernih laboratorija za tlak

---

**Fortuna, Petra**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2010**

*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:235:263229>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-08-08**

*Repository / Repozitorij:*

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



Sveučilište u Zagrebu  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

MEĐULABORATORIJSKA USPOREDBA UMJERNIH  
LABORATORIJA ZA TLAK

Voditelj rada:

Doc. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Petra Fortuna

Zagreb, 2010.

# Sadržaj

1. Uvod.....	3
2. Mjerenje i umjeravanje.....	4
2.1. Relevantne metrologijske ustanove.....	5
3. Međulaboratorijske usporedbe.....	8
3.1. Ciljevi i osnovne vrste.....	8
3.2. Planiranje i priprema usporedbi unutar EA.....	9
3.3. Statističke metode koje se koriste u stručnom ispitivanju putem međulaboratorijskih usporedbi ( prema dokumentu ISO/DIS 13528 ).....	14
4. Postupak umjeravanja.....	16
4.1. Umjeravanje po B metodi DKD-a.....	16
5. Međulaboratorijska usporedba umjernih laboratorija.....	19
5.1. Osnovni podaci.....	20
5.2. Rezultati LPM-a.....	21
5.3. Rezultati prvog laboratorija.....	24
5.4. Rezultati drugog laboratorija.....	24
5.5. Rezultati trećeg laboratorija.....	26
5.6. Rezultati četvrtog laboratorija.....	32
5.7. Usporedba rezultata.....	34
7. Zaključak.....	40
8. Popis literature.....	41

## 1. Uvod

Otkad je čovjeka postoji mjeriteljstvo. Točnije, sav svijet oko sebe čovjek shvaća u nekim omjerima i proporcijama, i uspoređujući jedne veličine s drugima shvaća različitosti i sličnosti pojava oko sebe. Krenuvši od gradnje prvih građevina, važno je bilo definirati veličine prema kojima se gradilo, ali i trgovalo, obračunavalo porez i slično. S razvojem čovjeka i društva do danas gotovo je nemoguće ne razmišljati u određenim mjerama, a danas je tehnika toliko uznapredovala da je sve veličine potrebno definirati puno detaljnije kako bi one mogle poslužiti u daljnjem razvoju uređaja, ali i kako bi se ti uređaji mogli međusobno uspoređivati.

Paralelno s napretkom u tehnici i pojavom sve naprednijih mjernih uređaja pojavila se i potreba za postojanjem posebnih laboratorija za umjeravanje mjernih uređaja. Takvi laboratoriji i ustanove moraju biti akreditirani, odnosno ovlašteni za tu djelatnost, a u narednim paragrafima navesti ću neke zahtjeve koji se na njih postavljaju kao i provedbu samog postupka umjeravanja mjerila tlaka, koja su ovdje područje interesa. Od mjerila tlaka detaljnije će se razraditi umjeravanje mjerila tlaka s mjernim rasponom od nula do dvadeset bara, i to nekoliko različitih akreditiranih laboratorija, sa etalonima različite mjerne osjetljivosti. Rezultati će mjerenja biti detaljnije obrađeni u zasebnim tablicama a njihovi rezultati će biti uspoređeni i obrađeni u području mjerne nesigurnosti i ostalih karakterističnih veličina relevantnih za umjeravanje interesne veličine i područja.

U ovom radu provela sam međulaboratorijsku usporedbu četiriju mjernih laboratorija za tlak na temelju njihovih mjernih nesigurnosti unutar određenih tlakova, što daje konačnu ocjenu njihove mjerne točnosti, izražene En vrijednostima. Ovim putem zahvaljujem se svim laboratorijima koji su sudjelovali u ovoj usporedbi kao i prof. Grgec Bermanec koja mi je pomagala u izradi ovog rada.

## 2. Mjerenje i umjeravanje

Grana znanosti koja se bavi mjerenjem jest metrologija, a ona ima trostruku zadaću: definirati međunarodno prihvaćene jedinice, ostvariti mjerne jedinice znanstvenim metodama te utvrditi lanac sljedivosti pri dokumentiranju točnosti mjerenja.

Metrologija se u Europskoj uniji dijeli na tri kategorije ovisno o točnosti i složenosti, a to su: znanstvena metrologija, industrijska metrologija i zakonska metrologija. Znanstvena metrologija predstavlja najvišu razinu točnosti a bavi se razvojem i organizacijom mjernih etalona i njihovim čuvanjem. Industrijska metrologija ima za zadaću osigurati pravilno funkcioniranje mjerila koja se upotrebljavaju u industriji pri ispitivanju i proizvodnji, dok se zakonska metrologija bavi s točnošću mjerenja vezano za gospodarske transakcije, zdravlje i sigurnost.

Temeljna metrologija može se podijeliti na jedanaest područja, a to su: masa, elektricitet, duljina, vrijeme i frekvencija, termometrija, ionizirano zračenje i radioaktivnost, fotometrija i radiometrija, protok, akustika, količina tvari i interdisciplinarna metrologija. Od tih područja u ovom radu koncentrirat ću se na područje mase, odnosno na mjerenje mase preko etalona mase i etalonskih vaga.

Da bi se metrolozijske djelatnosti mogle koristiti u industrijskim djelatnostima potrebna je sljedivost, odnosno potrebno je steći akreditaciju ili priznanje o stručnosti bazirano na lancu sljedivosti putem raznih sporazuma i dogovora o takvoj djelatnosti, i to na nacionalnoj i državnoj razini.

Sljedivost je svojstvo mjernog rezultata ili vrijednosti nekog etalona po kojem se on može dovesti u vezu s navedenim referencijskim etalonima neprekinutim lancem usporedaba koje imaju utvrđene nesigurnosti, a lanac sljedivosti je neprekidan lanac usporedaba koje se moraju provesti da bi se osiguralo da mjerni rezultat ili vrijednost etalona mogu biti povezane sa referencijskim etalonima na višoj razini, a u koačnici i sa primarnim etalom, a to je onaj najveće točnosti.

U Europi industrija osigurava sljedivost do najviše međunarodne razine putem ovlaštenih europskih laboratorija.

Kako bi se osigurala mjerna sljedivost potrebno je ta mjerila umjeravati. Umjeravanje obuhvaća određivanje metrolozijskih značajki mjerila na način izravnih usporedbi s etalonima.

Umjeravanje se definira kao skup postupaka kojima se u određenim uvjetima uspostavlja odnos između vrijednosti veličina koje pokazuje neko mjerilo ili mjerni sustav ili vrijednosti koje prikazuje neka mjera tvari ili referencijska tvar i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih etalonima.

O umjeravanju se izdaje potvrda a na temelju tih podataka korisnik odlučuje koji mu je uređaj za primjenu najpovoljniji. Nekoliko je bitnih razloga za umjeravanje mjerila, a glavni razlozi su:

1. Osiguravanje sukladnosti očitavanja mjerila s drugim mjerenjima
2. Određivanje točnosti očitavanja mjerila
3. Utvrđivanje pouzdanosti mjerila

Evo kako izgleda lanac sljedivosti: najprije međunarodni ured za utege i mjere (BIPM) definira jedinicu, zatim se ona umjerava na međunarodnoj i nacionalnoj razini (primarni nacionalni i međunarodni etaloni) a zatim na lokalnoj razini putem ovlaštenih laboratorija i poduzeća (referencijski i industrijski etaloni) te na kraju dolazi do krajnjeg korisnika.

Mjerni etalon je mjera tvari, mjerilo, referencijska tvar ili mjerni sustav namijenjen za određivanje, ostvarivanje, čuvanje ili obnavljanje jedinice ili jedne ili više vrijednosti neke veličine da bi ona mogla poslužiti kao referentna veličina, a etalon kojeg je potvrdila država da može služiti kao osnova za dodjeljivanje vrijednosti drugim etalonima neke veličine je državni etalon.

## 2.1. Relevantne metrologijske ustanove

S obzirom da se umjeravanje organizira na nacionalnoj i međunarodnoj razini, bitno je spomenuti neke relevantne institucije vezane za ovo područje.

### *Međunarodna razina*

Još u 19. stoljeću radi potrebe za organizacijom univerzalnog metričkog sustava zemlje potpisnice "dogovora o metru" ustanovile su i financirale BIPM-odnosno Međunarodni ured za utege i mjere (Bureau International des Poids et Mesures).

BIPM se bavi međunarodnim mjeriteljskim organizacijama, odnosno upravlja međulaboratorijskim usporedbama nacionalnih laboratorija, a sudjeluje i u međunarodnom istraživanju u području fizikalnih jedinica i etalona.

Opća konferencija za utege i mjere, CGPM ( Conference Generale des Poids et Mesures), nadgleda rad nacionalnih mjeriteljskih institucija i BIPM-a te donosi preporuke o novim temeljnim metrolozijskim određivanjima i važnijim pitanjima BIPM-a.

ISO je međunarodna agencija za normizaciju propisuje norme,

OIML je organizacija koja se bavi zakonskom metrologijom.

### *Europska razina*

EUROMET je glavna organizacija za metrologiju u Europi koja se bavi nacionalnim metrolozijskim ustanovama na području Europe te tehničkim projektima i međulaboratorijskim usporedbama, a u svojoj bazi sadrži i popis nacionalnih mjeriteljskih ustanova u Europi.

EA je europska suradnja na ovlašćivanju u Europi, glavna organizacija tijela za ovlašćivanje u Europi utemeljena na višestranom sporazumu, u koju je uključeno preko petnaest nacionalnih tijela za ovlašćivanje i međunarodni sprazumi s odogvarajućim tijelima drugih zemalja. a ciljem da ispitivanja i umerevanja svih članica mogu međusobno odgovarati, a po strukturi sastoji se od nacionalnih mjeriteljskih instituta, referencijskih laboratorija i ovlaštenih laboratorija, koji su za svoj rad ocijenjeni i od treće strane.

EUROlab je savez nacionalnih organizacija laboratorija koji obuhvaća preko 2000 laboratorija, koji imaju utjecaj na eutropsku normizaciju i međunarodna pitanja, a organizira i seminare i simpozije te provodi tehničke izvještaje.

EURACHEM je udruga europskih analitičkih laboratorija vezanih za sljedivost i osiguravanje kvalitete u području kemije, a surađuju i s EUROMET-om .

COOMET-euromet-u slična organizacija, čiji su članovi uglavnom iz srednje i istočne Europe

CEN je europski odbor za normizaciju koji se bavi nacionalnim normizacijskim tijelima, a europskom WELMEC.

## *Nacionalna razina*

NMI-nacionalne mjeriteljske ustanove, koje čuvaju i ostvaruju nacionalne etalone jedne ili više veličina

*Nacionalni mjeriteljski institut* predstavlja zemlju u međunarodnim razmjerima u odnosu prema nacionalnim metrolozijskim ustanovama drugih zemalja, regija i, konačno, BIPM-a.

primarni ,referencijski i ovlaštene laboratoriji

*Primarni laboratorij* je laboratorij imenovan od strane nacionalne mjeriteljske ustanove koji je međunarodno priznat za ostvarivanje osnovne ili izvedene mjerne jedinice na primarnoj razini ili najvišoj postizivoj međunarodnoj razini, koji provodi međunarodno priznato istraživanje u svom podpodručju te sudjeluje u usporedbama na najvišoj međunarodnoj razini, a objavljeni su na web stranici EUROMET-a. Oni drže strane i/li nacionalne etalone određenih fizikalnih veličina.

*Referentni laboratoriji* su imenovani laboratoriji sposobni za umjeravanje za danu mjernu veličinu na najvišoj razini točnosti u zemlji, sljedivi prema primarnom laboratoriju.

*Ovlaštene laboratorij*-posjeduje priznanje za svoju djelatnost od strane tijela za ovlašćivanje, koje se daje na temelju ocjene laboratorija i redovitog pregleda u skladu sa europskim normama ISO/IEC 17025.

U području umjeravanja relevantna institucija je Europska organizacija za akreditaciju laboratorija (EAL), koja je naslijedila Zapadnoeuropsku organizaciju za umjeravanje (WECC) i autor je brojnih publikacija vezanih za to područje. Kriteriji za stručnost ispitivanja dani su u publikaciji WELAC-a, odnosno Zapadnoeuropske organizacije za akreditaciju laboratorija, koju je također naslijedila organizacija EAL.

Međulaboratorijske usporedbe započele su 1975. godine i provode se do danas a rezultati međulaboratorijskih usporedbi tog vremena izdani u publikaciji EAL-S6, a iscrpne upute za organizaciju i provedbu usporedbi, kao i za utvrđivanje odgovornosti pri organizaciji istih, izdane su u dokumentu WECC-a 15-1992, koji je revidiran na document EAL-P7. Načela i zahtjevi za sudjelovanje u nacionalnim i međunarodnim aktivnostima za stručno ispitivanje dane su u publikaciji EA-2/10.



### 3. Međulaboratorijske usporedbe

#### 3.1. Ciljevi i osnovne vrste

##### Osnovni pojmovi

PT-stručno testiranje (proficiency testing) predstavlja određivanje stručnosti (performansi) umjeravanja ili testiranja laboratorija, sa strane inspekcijskog tijela sredstvima međulaboratorijske usporedbe.

ILC (Interlaboratory comparison)-međulaboratorijska usporedba jest organizacija, sposobnost i evaluacija (kontrola) umjeravanja, ispitivanja istih ili sličnih umjernih ili ispitnih predmeta od strane dva ili više laboratorija po unaprijed određenim uvjetima.

Osnovni ciljevi međulaboratorijskih usporedbi su:

1. Provjeriti osposobljenost ovlaštenog laboratorija kao i navedenu mjernu nesigurnost, gdje god je to moguće
2. Provjeriti rad akreditacijskih tijela nacionalnog umjernog laboratorija

Osnovne vrste usporedbi su:

1. Kružni tip, gdje mjerni uređaj cirkulira, odnosno kruži među sudionicima usporedbe, pri čemu se početno i završno mjerenje provode u referentnom laboratoriju
2. Zvezdasti tip, gdje se mjerni uređaj nakon svake usporedbe vraća u referentni laboratorij, ili svaki sudionik usporedbe dobiva uzorak mjerenja koji je prethodno izmjeren u referentnom laboratoriju, a također je moguća i kombinacija navedenih tipova usporedbi. Primjerice, mjerni se uređaj može vratiti u referentni laboratorij svaki put kad se navedeni tip ispitivanja u određenoj državi završi.

Laboratoriji koji mogu sudjelovati u ispitivanjima su ovlašteni laboratoriji i to od strane nacionalne ustanove za ovlašćivanje kao i oni za koje ista nadležna ustanova smatra da imaju potrebne kvalifikacije za određeno ispitivanje. U takvoj usporedbi ne sudjeluju nacionalni

mjeriteljski instituti, osim ako nije nužno, već umjerna laboratoriji, zbog čega međulaboratorijske usporedbe ne predstavljaju međunarodnu usporedbu mjerila etalona.

Članice EAL-a trebaju navesti sve umjerne laboratorije koji sudjeluju u zadanoj aktivnosti, a imaju ovlaštenje u tom mjernom području.

Sama mjerna usporedba smatra se redovnom djelatnošću ustanove za ovlašćivanje, koja snosi sve troškove vezane za organizaciju usporedbi.

### 3.2. Planiranje i priprema usporedbi unutar EA

Glavna odgovornost za organizaciju i odabir usporedbi ima Opća skupština EAL-a, odnosno odgovarajuća tehnička i radna skupina. Međulaboratorijske usporedbe moraju se planirati za sva područja mjerenja za koja postoji dovoljan broj akreditacijskih tijela, a oni moraju zadovoljiti sljedeće kriterije:

1. Da se mjerenja provode u većini laboratorije navedene institucije i da ona čine znatan udio djelatnosti laboratorija
2. Da se specijalizirana mjerenja provode na mjestima na kojima je praktičnije i ekonomičnije za akreditacijsko tijelo, vezano za posudbu opreme za međulaboratorijsku usporedbu

Pritom je navedeno i vrijeme potrebno za različite korake međulaboratorijske usporedbe.

Prijedlozi za za mjerne usporedbe dostavljaju se u pisanom obliku Općoj skupštini EAL-a, koja u suradnji sa Stručnom skupinom I EAL/C2 taj prijedlog može prihvatiti, odbaciti ili izmijeniti. Ukoliko je prijedlog prihvaćen, dodjeljuje mu se identifikacijski broj od jednog ili dva znaka, a odnosi se na mjernu veličinu i serijski broj.

Taj prijedlog mora sadržavati sljedeće: fizikalnu veličinu koja će se mjeriti, mjerni uređaj, propisane mjerne točke ili korake, postupak mjerenja, referentni laboratorij, razlučivost i stabilnost uređaja (ukoliko je to potrebno), ustanovu za ovlašćivanje koja je organizator istoga, način prijevoza, prijedlog datuma početka i kraja usporedbi te datum predaje završnog izvještaja.

Preporuča se da referentni laboratorij bude nacionalni mjeriteljski institut države koja je podnijela zahtjev (prijedlog), i u kojoj se nalazi ustanova za akreditaciju ili ovlašteni laboratorij.

Također treba izabrati uređaj koji je stabilan i čvrst tijekom mjerenja, a prednost je i da je korišten u iste svrhe u zemljama sudionicama, a također s njim mora biti moguće provesti mjerenje u maksimalnom roku od osam sati. Rezultate mjerenja treba prikazati u pojedinačnom rezultatu a ne u rasponu a potrebno je i izbjegavati zaokružene decimalne vrijednosti, kako bi se olakšalo računanje pogreške u mjerenju. Rezultati moraju biti obrađeni u roku od tjedan dana, a vrstu usporedbe ( zvjezdasta ili kružna) određuje stručna ili radna skupina EAL-a.

Svaka ustanova za akreditaciju treba od laboratorija koji sudjeluju zatražiti rezultate mjerenja u roku od dva tjedna od završetka mjerenja, kako bi se eventualne greške mogle otkloniti.

Odabir referentne vrijednosti za umjeravanje uređaja važna je značajka međulaboratorijske usporedbe, jer se prema njoj vrednuju rezultati dobiveni usporedbama. Referentnu vrijednost određuje referentni laboratorij, koji je najčešće nacionalni mjeriteljski institut zemlje organizatora, ali može biti i ovlaštenu laboratorij ili nacionalni mjeriteljski institut neke druge zemlje. Ta se vrijednost dostavlja laboratorijima koji sudjeluju u umjeravanju u roku od dva tjedna od primitka potvrda sudionika u umjeravanju. Ako stabilnost referentnog uređaja odgovarajuća, te se referentne vrijednosti mogu koristiti i u nacionalnim izvještajima i korekciji mjerenja i ne smiju biti dostupne izvan nacionalne ustanove za ovlašćivanje sve dok se ne objavi konačni izvještaj.

Nacrt izvještaja objavljuje ustanova za ovlašćivanje u roku od šest mjeseci nakon završetka međulaboratorijske usporedbe, a on mora sadržavati : referentne vrijednosti, popis zemalja sudionica, datume otpreme određenih zemalja, identifikacijski broj svakog laboratorija kao i mjernu nesigurnost, naznaku laboratorija koji nisu bili ovlašćeni u trenutku provedbe mjerenja, primjerak uputa za mjerenje, očitovanje o svakom rezultatu mjerenja koji se smatra nezadovoljavajućim, zajedno s komentarima i korekcijom ustanove za ovlašćivanje, odstupanja od unaprijed dogovorenog rasporeda, ako ga ima te kriterije za sudjelovanje nacionalnog mjeriteljskog instituta. Taj se nacrt izvještaja dostavlja ustanovama za ovlašćivanje , voditelju stručne ili radne skupine i članovima EAL/C2. Eventualne primjedbe na isti se u roku od dva mjeseca dostavljaju organizatoru te se o njemu u roku od tri mjeseca raspravlja na sastanku stručne skupine. Konačni izvještaj se priprema u roku od tri mjeseca na temelju nacrt koji se dopunjava dodatnim informacijama vezanim za sastanak kao i izjavom kojom Opća skupština EAL-a postavlja dodatne zahtjeve na buduće radnje na temelju rezultata dobivenih međulaboratorijskom usporedbom. Presliku tog izvještaja ovlašteno tijelo dostavlja sudionicima zajedno sa identifikacijskim brojem i to u točno jednom primjerku. Zahtjevi i upute akreditacijskim tijelima za aktivnosti stručnog testiranja u procesu ovlašćivanja kao smjernica u procesu ujednačavanja multilateralnih i bilateralnih dogovora, odobren od Generalne skupštine Europskog udruženja za akreditaciju u lipnju 2001.

Prema ISO/EC 17025 normi laboratorij mora imati kvalitetne kontrolne procedure za nadgledanje valjanosti obavljenih ispitivanja i umjeravanja. To nadgledanje uključuje sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama ili programima stručnog ispitivanja, no također i ostalim sredstvima, npr. redovnoj upotrebi certificiranog referentnog materijala ili repliciranih testova ili umjeravanja po istim ili sličnim metodama. Tim sredstvima laboratorij može predočiti dokaz stručnosti klijentima i akreditacijskom tijelu.

Ovo pravilo navodi zahtjeve za akreditacijska tijela za aktivnosti stručnog ispitivanja i procesa ovlašćivanja kao smjernicu u procesu usklađivanja multilateralnih i bilateralnih dogovora.

Tijela za ovlašćivanje koje se žele priključiti ili zadržati multilateralni sporazum od Europske agencije za akreditaciju, moraju odgovarajućim sredstvima dokazati tehničku stručnost svojih ovlaštenih laboratorija za umjeravanje i/ili ispitivanje, i to zadovoljavajućim sudjelovanjem u aktivnostima stručnih ispitivanja gdje su takva ispitivanja moguća. Isto vrijedi i za tijela za ovlaštenu kontrolu vezano za njihov tip ispitivanja.

Pritom se pokazalo da postoje određena područja gdje stručno ispitivanje nije praktično. Aktivnosti stručnog ispitivanja smatraju se moćnim i efektivnim sredstvom za određivanje sposobnosti pojedinih laboratorija za specifična ispitivanja ili mjerenja te za nadgledanje kontinuiranog rada laboratorija.

Tijela za ovlašćivanje trebaju imati pravilo za takve aktivnosti, pri čemu treba uzeti u obzir i ekonomski utjecaj na laboratorij. Dobar radni učinak u aktivnostima stručnog ispitivanja treba biti posebno razmatran kod postavljanja drugih nadzornih mjera, kao to je navedeno u publikaciji EA-3/09.

Ako je laboratorij zatražen da sudjeluje u odgovarajućim PT aktivnostima on može izabrati odgovarajući PT program ili ILC u konzultaciji sa svojim akreditacijskim tijelom.

Preporučeni minimum odgovarajućih aktivnosti stručnog ispitivanja pojedinog laboratorija su (članak 2.):

1. jedna aktivnost prije dobivanja akreditacije (članak 3.)

2. jedna aktivnost po svakoj podskupini laboratorijskog popisa akreditiranih djelatnosti (članak 4.) u periodu između dodavanja podskupina djelatnosti (članak 5.)

Članak 2.: Odgovarajuća PT aktivnost uključuje bilo koju međulaboratorijsku usporedbu ili mjeriteljsku djelatnost koja nadgleda performansu laboratorija, primjerice one vođene od

strane nacionalnih ili regionalnih ovlaštenih tijela ili udruženja, vlade, industrije ili trgovačkih ponuđača ili formalne sheme PT testiranja.

Članak 3.: Nacionalna akreditacijska tijela ( za ovlašćivanje) trebaju identificirati područja u akreditacijskom rasponu koja su pogodna za dokazivanje stručnosti laboratorija za područje djelatnosti i to stručnim ispitivanjem, prije ovlašćivanja.

Članak 4.: Primjeri poddisciplina:

- analiza okoliša: zemlja ( kruti otpad, kompost, sludge?)
- analiza okoliša: voda ( otpadna voda, podzemne vode, pitka voda)
- analiza okoliša: zrak ( zračenje )
- ispitivanje materijala: kemijski parametri
- ispitivanje materijala: fizički parametri
- ispitivanje materijala: nerazorno ispitivanje
- mikrobiologija

Članak 5.: Ako postoje značajne promjene u postavi laboratorija, ili rasponu akreditacije, ta vremenski raspon se može smanjiti sa strane akreditacijskih tijela.

5. Akreditacijska tijela moraju detaljno bilježiti svoja pravila I procedure vezano za aktivnosti stručnog ispitivanja ( članak 6.). Konkretno, moraju provjeriti da je sudjelovanje njihovih ovlaštenih laboratorija u zadanom stručnom ispitivanju efektivno i da se izvršavaju korektivne mjere ako je to potrebno (članak 7.).

Članak 6.: Akreditacijska tijela trebaju podržati upotrebu odgovarajućih programa za stručno ispitivanje koji odgovaraju preporukama ISO/EC-a 43-1 ili ILAC-G13, gdje se to može primijeniti. Za dalje informacije treba pogledati EA-2/09.

Članak 7.: Relevantne upute dane su u ISO/IEC vodiču 43-2.

Reference:

1	ISO/IEC 17025:1999	Opći zahtjevi za valjanost laboratorija za ispitivanje I umjeravanja
2	EN 45003:1995	Sustavi za ovlašćivanje laboratorija za umjerevanje I ispitivanje-generalni zahtjevi za rad I prepoznavanje (ISO/IEC vodič 58:1993)
3	ILAC-P1:2001	ILAC zajednički dogovor o prepoznavanju: zahtjevi na evaluaciju akreditacijskih tijela
4	EA-2/07:1997	Strategija EAL-a za postizanje uskladjivosti rezultata umjerevanja i ispitivanja
5	EA-3/04:2001	Korištenje stručnog ispitivanja kao aktivnosti za ovlašćivanje u ispitivanju
6	EA-3/09:1999	Nadzor I preorganizacija ovlaštenih organizacija
7	ISO/IEC vodič 43-1:1997	Stručno testiranje međulaboratorijskim usporedbama-1.dio: Razvoj i izrada shema stručnog ispitivanja
8	ILAC-G13:2000	Vodiči za zahtjeve stručnosti ponuđača shema stručnog ispitivanja
9	EA-2/09:2000	Pravila EA za akreditaciju ponuđača shema za stručno ispitivanje
10	ISO/IEC vodič 43-2:1997	Stručno ispitivanje međulaboratorijskim usporedbama

### 3.3. Statističke metode koje se koriste u stručnom ispitivanju putem međulaboratorijskih usporedbi ( prema dokumentu ISO/DIS 13528)

#### Definicije

Međulaboratorijske usporedbe-organizacija, izvršavanje i kontrola ispitivanja dvaju ili više laboratorija prema unaprijed određenim uvjetima

*Stručno ispitivanje*-određivanje učinkovitosti laboratorija sredstvima međulaboratorijske usporedbe

*Dodijeljena vrijednost*-vrijednost dodijeljena određenoj veličini koja prema dogovoru ima nesigurnost za neko mjerenje

*Standardno odstupanje* - odstupanje korišteno u procjeni stručnosti vezano za ponovljivost standardnog odstupanja

*z-vrijednost*-standardizirana mjera za utjecaj laboratorija na mjerenja, izračunata preko dodijeljene vrijednosti i standardnog odstupanja za stručnu procjenu

*Koordinator*-organizacija ili osoba sa odgovornošću za koordinaciju svih aktivnosti uključenih u izvedbu stručne sheme

#### Kriteriji za interpretaciju ispitivanja

ISO standard daje grafičke i numeričke kriterija za obradu rezultata mjerenja da bi se vidjelo da li odgovaraju standardu. Čak i u stručnim laboratorijima s velikim iskustvom u mjerenju može doći do odstupanja koja su alarmantna neovisno os stručnosti osoblja i upravo su za takve uvjete zamišljena i organizirana ispitivanja, kako bi se iste greške detektiralo i uklonilo. O korektivnom mjerama odlučuje laboratorij u suradnji sa koordinatorom akreditacijskog tijela ako je to potrebno, kako se iste greške ne bi ponovile, a sam laboratorij će sudjelovati u narednim ispitivanjima kako bi dokazao efikasnost poduzetih mjera. Neke korektivne mjere:

- provjera procedure sa strane osoblja i postupaka mjerenja
- provjera točnosti mjerne procedure
- provjera mjerne aparature i sastava reagensa
- zamjena sumnjivih sastojaka i reagensa
- provjera laboratorija, tima, opreme i/ili reagensa sa drugim laboratorijem

### Upute za smanjenje nesigurnosti dodijeljene vrijednosti

Dodijeljena vrijednost  $X$  ima standardna nesigurnost  $u_x$  koja ovisi o metodi iz koje je dobivena a također i o broju laboratorijima koji su sudjelovali u ispitivanju, a može ovisiti i o drugim faktorima.

Standardno odstupanje stručnog ispitivanja  $\hat{\sigma}$  koristi se za procjenu laboratorija. Ako je standardna nesigurnost  $u_x$  puno veća od standardnog odstupanja laboratorijskog mjerenja  $\hat{\sigma}$ , postoji mogućnost greške u mjerenju, zbog čega je taj odnos limitiran na:

$$u_x < 0,3 \hat{\sigma}.$$

### Određivanja broja ponavljanja mjerenja

Ovaj broj ovisi o veličini utjecaja laboratorija na rezultat mjerenja odnosno na odstupanje mjerenja vezano za sam laboratorij u stručnom ispitivanju. Zbog toga se broj ispitivanja po laboratoriju limitira na:

$\sigma_r/\sqrt{n} \leq 0,3 \sigma$ , pri čemu je  $\sigma_r$  ponovljivost standardnog odstupanja određena na temelju međulaboratorijskog eksperimenta.

### z-vrijednosti

$$z = (x - X) / \hat{\sigma}$$

Broj koji služi za ocjenu laboratorija na način da mora biti unutar određenih vrijednosti. Primjerice, kada je  $z$  vrijednost veća od 3, odnosno manja od -3 predstavlja akcijski signal za zadano mjerenje, a kada je u rasponu -2 i 2 predstavlja također vrijednost koju treba razmotriti da bi se održala ili postigla odgovarajuća kvaliteta mjerenja.

### $E_n$ -brojevi

Dio su statistike za računanje učinkovitosti laboratorija:

$$E_n = \frac{|x - X|}{\sqrt{u_{lab}^2 - u_{ref}^2}}$$



pri čemu se dodijeljena vrijednost  $X$  određuje u referentnom laboratoriju,  $U_{ref}$  je proširena nesigurnost od  $X$ , a  $U_{lab}$  predstavlja proširenu nesigurnost od rezultata sudionika mjerenja (laboratorija), označena sa  $x$ . Kritična vrijednost za  $E_n$ -broj je 1.

## 4. Postupak umjeravanja

### 4.1. Umjeravanje po B metodi DKD-a

Upute DKD-a kao i DIN EN ISO/IEC 17025 opisuju tehničke i organizacijske postupke za organizaciju i provedbu mjerenja, daju opće kriterije i procedure koje služe kao model laboratorijima pri provedbi istih.

#### Kako se mjeri

Mjerenje se provodi direktnom usporedbom mjernih vrijednosti za mjerni uređaj sa referentnim vrijednostima koje su preuzete direktno ili indirektno iz nacionalnog standarda.

Referentni uređaji su tlačne vage i manometri s tekućom fazom, koji su umjereni u referentnim uvjetima. Za sve druge uvjete potrebno je izvršiti korekciju mjerenja.

Da bi se mjerenje korektno provelo mjerno sredstvo mora biti umjerljivo, a to znači da mora odgovarati standardima za tu vrstu mjerenja. Primjerice, treba provjeriti čistoću mjernog uzorka, provjeriti moguća oštećenja i slične vizualne provjere.

Potrebno je zabilježiti i uvjete okoline u kojoj se mjerenje provodi, odnosno treba navesti temperaturu okoline a isto tako treba proći neko vrijeme kako bi se temperature uređaja i okoline uskladila. Tek kada temperature okoline i uređaja bude u rasponu od  $\pm 1K$  i to između  $18$  i  $28^{\circ}C$  mjerenje se može provesti. Ako na mjerenje utjecaja ima i gustoća zraka treba uzeti u obzir i atmosferski tlak i relativnu vlažnost.

#### Mjerne metode

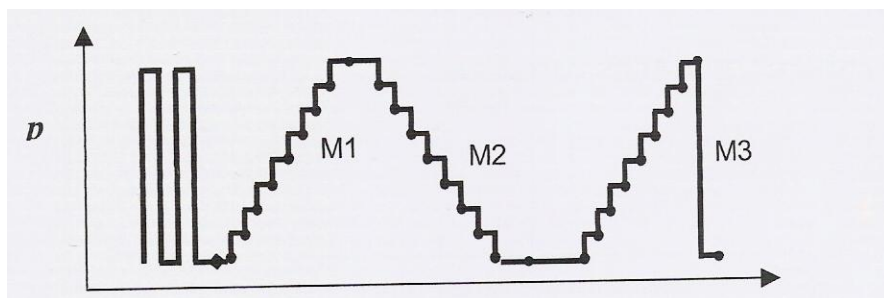
Mjerenje se provodi po jednako raspoređenim mjernim točkama unutar mjernog raspona, u nekoliko serija ako je to potrebno, a također treba proći neko vrijeme da se mjerni uređaj potpuno optereti i rastereti, a to vrijeme inosi pola minute minimalno, i tada bi mjerni

uređaj trebao pokazivati na nulu. Također mora proći vrijeme između dva koraka mjerenja i to vrijeme ne smije biti kraće od 30 sekundi, a rezultat se treba očitati 30 s nakon promjene tlaka, nipošto prije, a isto vrijeme treba proći i za očitavanje nulte vrijednosti nakon završetka zadnjeg niza mjerenja.

Po DKD-u postoje tri niza mjerenja: A, B i C, a za svaki je dana mjerna nesigurnost i zadan broj niza mjerenja kao i vrijeme potrebno za provedbi istih.

U B metodi mjerenja izvodi sa devet mjerenja sa nultom vrijednosti kao početnom, vrijeme opterećenja i rasterećenja iznosi trideset sekundi, postoje dva preopterećenja, dva uzlazna niza mjerenja i jedan silazni, a ukupna mjerna nesigurnost kreće se u rasponu od 0,1 pa do 0,6 %.

B metoda nije pogodna za mjerenja koja prelaze 2500 bara, već se takva vrsta mjerenja provode isključivo po A metodi.



slika1.primjer B metode mjerenja

### Mjerna nesigurnost

Mjerna nesigurnost je općenito broj koji je opredružen vrijednosti rezultata mjerenja a označava razred točnosti mjerenog uzorka, odnosno daje informaciju o mjernom rasponu danog uzorka za koji mjerenje ima smisla, ili daje najbolje rezultate.

### Procedura

Po DKD-u mjere se dvije vrste nesigurnosti, standardna i proširena mjerna nesigurnost.

Standardna mjerna nesigurnost u objedinjuje nekoliko faktora, a to su:

$u(x_i)$ -nesigurnost vezana za ulazni podatak mjerenja

$c_i$ -faktor osjetljivosti

$u_i(y) = u(x_i) * c_i$  –dodatak nesigurnosti vezana za nesigurnost samog uzorka mjerenja

$u(y)$ - standardna mjerna nesigurnost dodana rezultatu, a koja se računa po formuli:

$$u(y) = \sqrt{\sum u_i^2}$$

### Proširena nesigurnost U

Proširena mjerna nesigurnost mjeri se iz standardne mjerne nesigurnosti umnožene za faktor prekrivanja  $k$ , po sljedećoj formuli:

$U(y) = k u(y)$ , gdje je faktor prekrivanja  $k=2$  za mjerni uzorak normalne raspodjele i vjerojatnost pokrivenosti od 95%.

### Ulazne vrijednosti

Za B metodu ulazne vrijednosti i pripadajuće mjerne nesigurnosti određuju se ili na temelju prijašnjih rezultata mjerenja, kataloga proizvođača, iskustva ili ostalih certifikata.

U većini slučajeva mogu se odrediti samo gornja i donja granica mjerenja, dok su svi rezultati u tom rasponu jednako vjerojatni, a takva se raspodjela naziva pravokutnom.

Pri tome je:

granica  $a_+ - a_- = 2a$ ,

ulazna vrijednost  $x_i = 1/2(a_+ + a_-)$ ,

a pripadajuća standardna mjerna nesigurnost  $u(x_i) = a/\sqrt{3}$ .

Pri tome je razumno razmotriti u kojem se rasponu kreće većina rezultata i tome prilagoditi tip raspodjele. Ako se, primjerice, rezultati kreću uglavnom po rubovima interval može se iskoristiti i trokutna ili U-raspodjela, za koje su nesigurnosti sljedeće:

za trokutnu distribuciju (raspodjelu):  $u = a/\sqrt{6}$ ,

a za U-raspodjelu:  $u = a/\sqrt{2}$ , itd.

## 5. Međulaboratorijska usporedba umjernih laboratorija

Kako je za dobivanje akreditacije pojedinog laboratorija potrebno provoditi mjerenja i održati rezultate u zadanim granicama, time je važnost umjeravanja pojedinog laboratorija i uspoređivanja njegovih rezultata sa drugima time veća. U ovom paragrafu opisat ću postupak mjerenja tlaka za četiri akreditirana laboratorija, te analizirati dobivene rezultate, te prikazati njihovo najbolje područje mjerenja.

Sva mjerenja provesti će se po B metodi iz DKD kataloga: Svaki laboratorij će provesti isti broj mjerenja, od čega dva uzlazna niza i jedan silazni, a dobiveni podaci zabilježiti će se u tablici kao i dobivena nesigurnost svakog laboratorija. U toj laboratorijskoj usporedbi koja će biti kružnog tipa, što znači da isti mjerni uređaj cirkulira od laboratorija do laboratorija a mijenjaju se etaloni, pri čemu mjerenje počinje i završava u baznom odnosno referentnom laboratoriju.

Analiza rezultata temeljit će se na određivanju jerne nesigurnosti i odstupanja normaliziranog u odnosu na iskazanu mjernu nesigurnost  $E_n$ . Sva mjerenja provode se na temelju pravilnika navedenih u prvom dijelu rada a svi rezultati iskazani su u barima.

Prema kružnom tipu usporedbe koja se provodi, mjerni se uređaj šalje iz referentnog laboratorija u niz ostalih laboratorija i vraća u prvobitni laboratorij. Na temelju dobivenih rezultata mjerenja ali i mjernih nesigurnosti točnije proširene mjerne nesigurnosti računa se vrijednost koja istu uspoređuje sa referentnom, a to je tzv.  $E_n$ -vrijednost. Ta vrijednost mora biti unutar vrijednosti  $\pm 1$ . Ukoliko ona odstupa od navedenih, potrebno je izvršiti korekciju mjerenja, odnosno ta nam je vrijednost signal da sa mjerenjem nešto ne valja.

Sama  $E_n$ -vrijednost računa se po formuli:

$$E_n = \frac{|x - X|}{\sqrt{u_{lab}^2 - u_{ref}^2}}$$



Tip mjernog uređaja: kalibrator tlaka (digitalni manometar)

Proizvođač: Druck

Tvornički broj: DPI 615 615 16256

Podjela skale: 0,001 bar

Razred točnosti: 0,025% (dobiveno iz kataloga) od 20 bara

Etalon: tlačna vaga TLVAG 06

## 5.2. Rezultati LPM-a

U prvom laboratoriju počinjemo s umjeravanjem tlačne vage TLVAG 06 na zadane tlakove, a mjerenje je podijeljeno na devet točaka, što odgovara broju potrebnih mjerenja po B metodi preka DKD-R 6-1.

Prije samog mjerenja potrebno je definirati uvjete u kojima se samo mjerenje odvija:

Radni etalon: TLVAG 06

Temperatura: 24,3 °C

Tlak: 993,3 bar

Na samom početku mjerenja potrebno je tlačnu vagu opteretiti i rasteretiti, da bi se vidjelo koliki je razred točnosti vage i da li on odgovara navedenoj vrijednosti na uređaju.

Dobiveni su sljedeći rezultati:

Probni tlak: 0,000 bar

Rasterećeno stanje: -0,001 bar

Efektivni tlak dobiven je iz težine utega i efektivne površine za zadano stanje.

mjerenje	tlak etalona p	efektivni tlak p <sub>e</sub>	Očitanje M1 (uzlazno)	Očitanje M2 (silazno)	Očitanje M3 (uzlazno)
bar	bar	bar	bar	bar	bar
1	0	0	0	0	0
2	2	2	2	2,001	2,001
3	4	3,999	4	4	4
4	6	5,999	5,999	5,999	5,999
5	8	7,998	7,998	7,999	8
6	10	9,998	9,999	9,999	10
7	14	13,997	13,998	13,998	14
8	16	15,997	15,998	15,998	16
9	20	19,996	19,997	19,997	20,001

Srednja vrijednost izračunata je kao  $M_{iw} = ((M1+M3)/2+M2)/2$ ,

odstupanje  $\Delta p = M_{iw} - p_e$ ,

ponovljivost  $b' = (M3 - M1)$ , te

histereza  $h = (M2 - M1)$ .

Iz navedenih podataka računa se mjerna nesigurnost u, na temelju sljedećih podataka:

mjerenje	srednja vrijednost M <sub>iw</sub>	odstupanje Δp	ponovljivost b'	histereza h
bar	bar	bar	bar	bar
1	0	0	0	0
2	2,001	0,001	0,001	0,001
3	4	0,001	0	0
4	5,999	0	0	0
5	7,999	0,001	0,002	0,001
6	9,999	0,001	0,001	0
7	13,999	0,002	0,002	0
8	15,999	0,002	0,002	0
9	19,998	0,002	0,004	0

Ukupna mjerna nesigurnost rezultat je mjerne nesigurnosti tri slučaja: mjernog uređaja , načina mjerenja i samog standarda za nesigurnost. Iz tih vrijednosti računa se proširena mjerna nesigurnost  $U=ku$ .

mjerenje	efektivni tlak $p_e$	nesigurnost $u = \sqrt{\sum u_i^2}$	proširena nesigurnost $U=ku=2u$
bar	bar	bar	bar
1	0	0,0005	0,001
2	2	0,0005	0,001
3	3,999	0,0005	0,001
4	5,999	0,0005	0,001
5	7,998	0,001	0,002
6	9,998	0,0005	0,001
7	13,997	0,001	0,002
8	15,997	0,001	0,002
9	19,996	0,0015	0,003



### 5.3. Rezultati prvog laboratorija

Drugi laboratorij sudionik ove usporedbe proveo je umjeravanje digitalnog manometra sa gore navedenim mjernim uređajem mjernog raspona od 0 do 20 bara, a čija je mjerna nesigurnost 0,001 bar, a rezultati ovog umjeravanja dani su niže tablično i grafički.

#### Uvjeti mjerenja:

temperatura okolišnog zraka: 20,2 °C

mjesto mjerenja: laboratorij

predmet umjeravanja: digitalni manometar

mjerno područje: 0 do 20 bar

podjela skale: 0,001 bar

Etalon: šifriran kao ET.R-03, umjeren u LPM-u, s mjernim područjem od 0 do 20 bara.

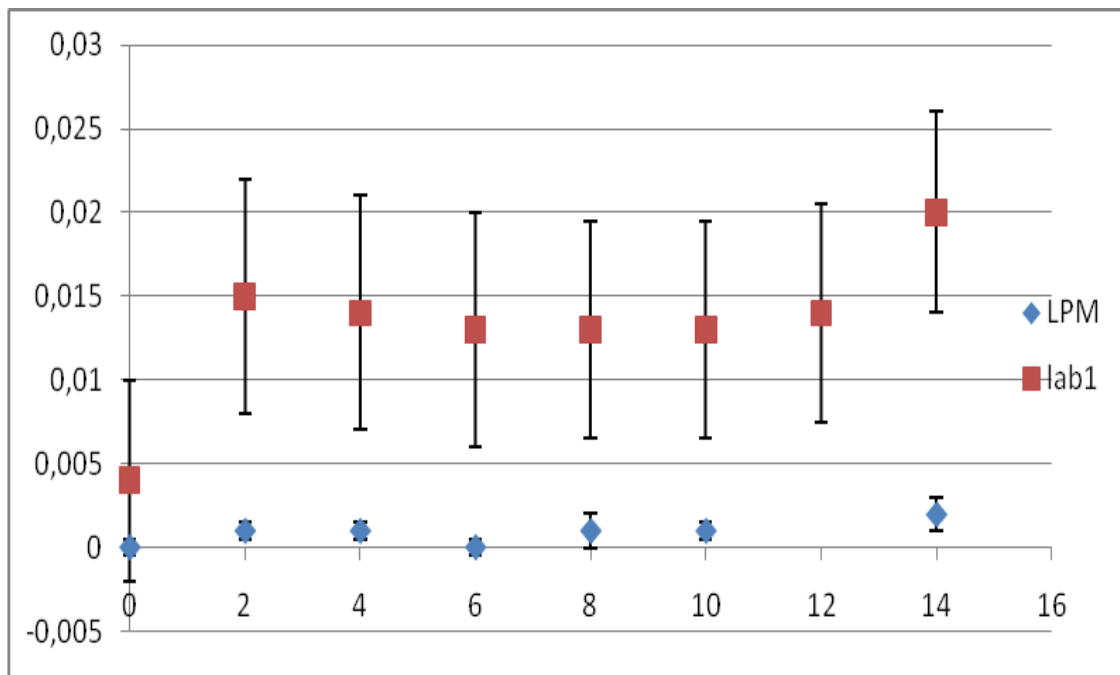
S obzirom da se mjerenje provodi po B metodi DKD-a, kao i kod prvog mjerenja, imat ćemo dva uzlazna i jedno silazno mjerenje, pri čemu se void računa i o barem pola minute pauze između opterećenja i rasterećenja mjernog uređaja, kao i o minimalnom vremenu koje mora proći između dva slijeda mjerenja.

#### Rezultati mjerenja

mjerenje	efektivni tlak $p_e$	Očitanje M1 (uzlazno)	Očitanje M2 (silazno)	Očitanje M3 (uzlazno)	Srednja vrijednost Miw
bar	bar	bar	bar	bar	bar
0	0	0,003	0,004	0,004	0,004
2	2	2,007	2,022	2,008	2,015
4	3,999	4,007	4,020	4,006	4,013
6	5,999	6,006	6,018	6,004	6,012
8	7,999	8,007	8,017	8,007	8,012
10	9,998	10,006	10,017	10,004	10,011
12	11,998	12,007	12,016	12,008	12,012
14	13,998	14,018	14,018	14,015	14,017

odstupanje $\Delta p$	ponovljivost $b'$	histereza $h$	mjerna nesigurnost $U$
bar	bar	bar	bar
0,004	0,001	0,001	0,012
0,015	0,001	0,015	0,014
0,014	0,001	0,013	0,014
0,013	0,002	0,012	0,014
0,013	0,000	0,01	0,013
0,013	0,002	0,011	0,013
0,014	0,001	0,009	0,013
0,020	0,003	0,000	0,012

Mjerno odstupanje i nesigurnost može se pokazati i usporedbom s prvim laboratorijem grafički, i to za tlakove za koje s emjerenje izvršilo, na temelju čega će biti izračunate En vrijednosti.



Dijagram 1. mjerno odstupanje lab1 i LPM-a

## 5.4. Rezultati drugog laboratorija

Treći laboratorij koji je sudjelovao u umjeravanju umjeravao je digitalni manometar s dva mjerna područja i to u rasponu od 0 do 20 bara, a tlačni medij je pritom bio zrak.

### Uvjeti mjerenja:

tlak zraka: 1029 hPa

temperatura zraka: 22°C

relativna vlažnost: 33,4

### Predmet umjeravanja: kalibrator tlaka

mjerno područje: 0 do 2 bar

podjela skale: 0,001 bar

razred točnosti: 0,025

Etalon: pretvornik tlaka "MicroCal" dvojnog mjernog područja, rasponu od 0 do 20 bara, sa mjernom nesigurnosti 0,0001, sa zrakom kao tlačnim medijem.



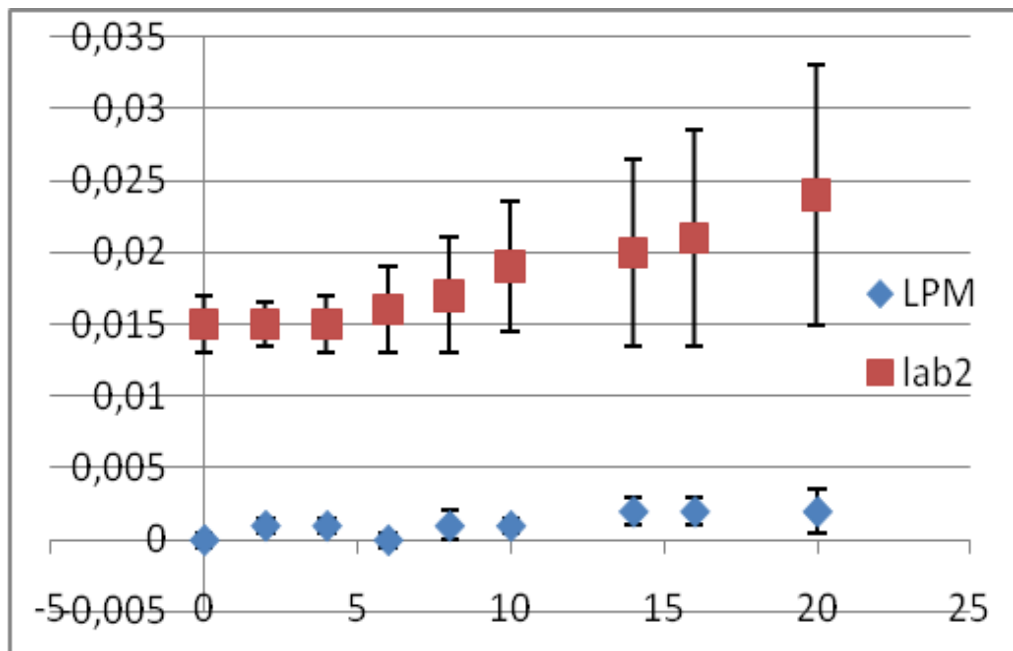
Slika 3.: Microcal kalibrator tlaka

Rezultati mjerenja:

mjerenje	efektivni tlak $p_e$	Očitanje M1 (uzlazno)	Očitanje M2 (silazno)	Očitanje M3 (uzlazno)	Srednja vrijednost Miw
bar	bar	bar	bar	bar	bar
0	-0,016	0,000	-0,002	-0,002	-0,001
2	1,983	1,998	1,998	1,998	1,998
4	3,892	3,998	3,997	3,997	3,997
6	5,981	5,997	5,997	5,997	5,997
8	7,980	7,997	7,997	7,997	,997
10	9,979	9,998	9,998	9,998	9,998
14	13,978	13,998	13,998	13,998	13,998
16	15,977	15,998	15,998	15,998	15,998
20	19,975	19,999	19,999	19,999	19,999

odstupanje $\Delta p$	ponovljivost $b'$	histereza $h$	mjerna nesigurnost $U$
bar	bar	bar	bar
0,015	-0,002	-0,002	0,004
0,015	0,000	0,000	0,003
0,015	-0,001	-0,001	0,004
0,016	0,000	0,000	0,006
0,017	0,000	0,000	0,008
0,019	0,000	0,000	0,009
0,020	0,000	0,000	0,013
0,021	0,000	0,000	0,015
0,024	0,000	0,000	0,018

Na temelju rezultata dobivenih mjerenjem može se konstruirati dijagram koji će pokazati ovisnost odstupanja mjerenja i nesigurnost ovog laboratorija o odnosu na LPM laboratorij, i to za relevantne tlakove:



Dijagram 2. mjerno odstupanje i nesigurnost drugog laboratorija u odnosu na LPM

## 5.5. Rezultati trećeg laboratorija

Prema kružnom tipu usporedbe mjerni uređaj se šalje nakon mjerenja u referentnom laboratoriju u ostale laboratorije gdje se pomoću njega ujeravaju drugi etaloni. Tako se u trećem laboratoriju pomoću kalibratora tlaka umjeravao pretvornik tlaka, a uvjeti su bili sljedeći:

### Uvjeti mjerenja:

Tlak okoline: 1011 hPa

Temperatura okoline: 24,6 °C

Etalon: pretvornik tlaka "WIKA" mjernog područja 0 do 10 bara, sa nesigurnosti od 0,02 bara i zrakom kao tlačnim medijem.

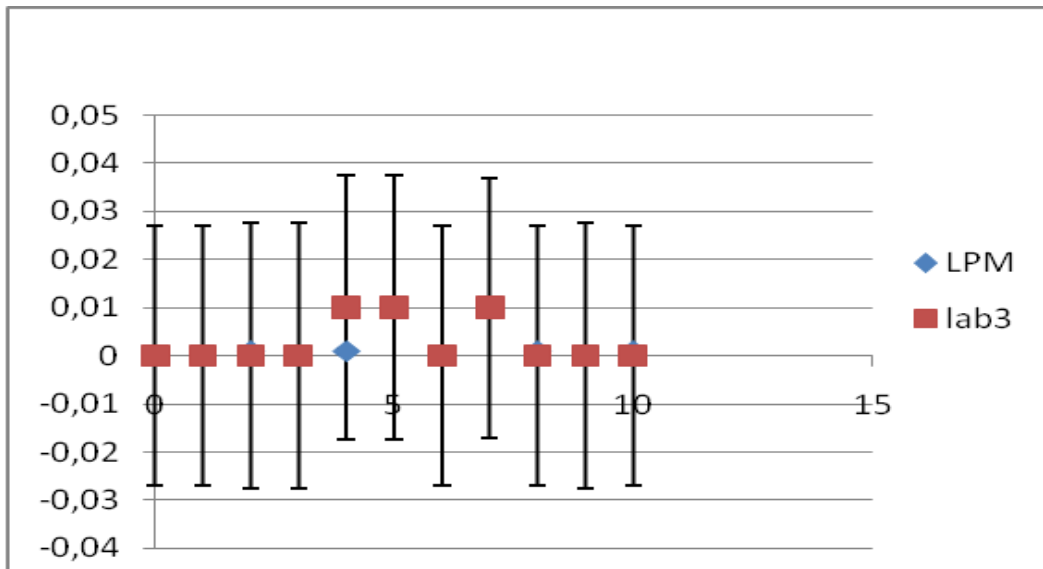


Slika 4.: Kalibrator tlaka "WIKAI"

mjerenje	efektivni tlak $p_e$	Očitanje M1 (uzlazno)	Očitanje M2 (silazno)	Očitanje M3 (uzlazno)
bar	bar	bar	bar	bar
0	0,000	0,00	0,00	0,00
1	1,000	1,00	1,00	1,00
2	2,000	1,99	2,00	2,00
3	3,000	3,00	3,01	3,01
4	4,000	4,00	4,01	4,01
5	5,000	5,00	5,01	5,01
6	6,000	6,00	6,01	6,01
7	7,000	7,00	7,00	7,01
8	8,000	8,00	8,01	8,01
9	9,000	9,00	9,01	9,01
10	10,000	9,99	10,00	10,00

Srednja vrijednost $M_{iw}$	odstupanje $\Delta p$	ponovljivost $b'$	histereza $h$	mjerna nesigurnost $U$
bar	bar	bar	bar	bar
0,00	0,00	0,00	0,00	0,054
1,00	0,00	0,00	0,00	0,054
2,00	0,00	0,01	0,01	0,055
3,00	0,00	0,01	0,01	0,055
4,01	0,01	0,01	0,01	0,055
5,01	0,01	0,01	0,01	0,055
6,00	0,00	0,00	0,01	0,054
7,01	0,01	0,00	0,01	0,054
8,00	0,00	0,01	0,00	0,054
9,00	0,00	0,01	0,01	0,055
10,00	0,00	0,01	0,00	0,054

Iz navedenih rezultata može se grafički prikazati raspon mjerne nesigurnosti u ovisnosti o tlaku i odstupanju odnosno mjernom odmaku, a sve uspoređujem sa referentnim laboratorijem, odnosno LPM-om:



Dijagram 3.: Mjerno odstupanje i nesigurnost trećeg laboratorija u odnosu na referentni laboratorij



## 5.6. Rezultati četvrtog laboratorija

Umjeravanje u četvrtom laboratoriju provedeno je po mjernoj metodi UP-2 za tlakove od 0 do 20 bara sa etalonskim kalibratorom tlaka FLUKE DHI, pri čemu je kao tlačni medij korišteno Sebatha ulje i zrak.

### Uvjeti mjerenja:

Tlak okoline: 998 hPa

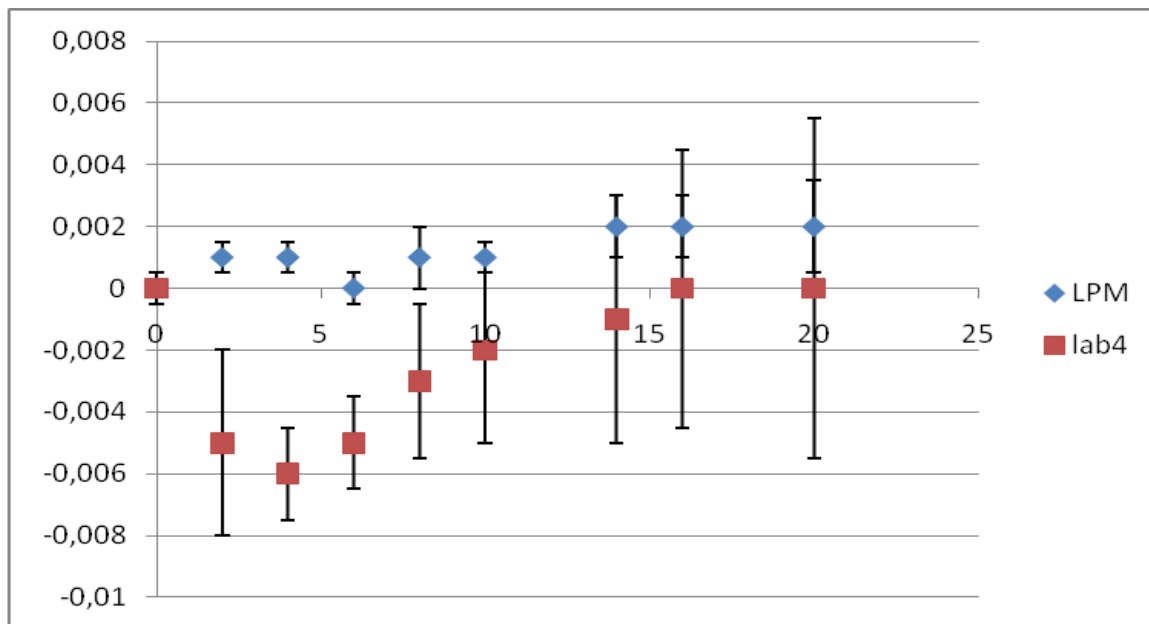
Temperatura okoline: 22°C

Relativna vlažnost: 23%

Etalon: kalibrator tlaka E DWH-H, mjernog područja 0-70 i 0-700 bara, sa mjernim rasponom 0 do 100% za svako područje, uz standardnu nesigurnost od 0,00% MP ili 0,02% očitavanja.

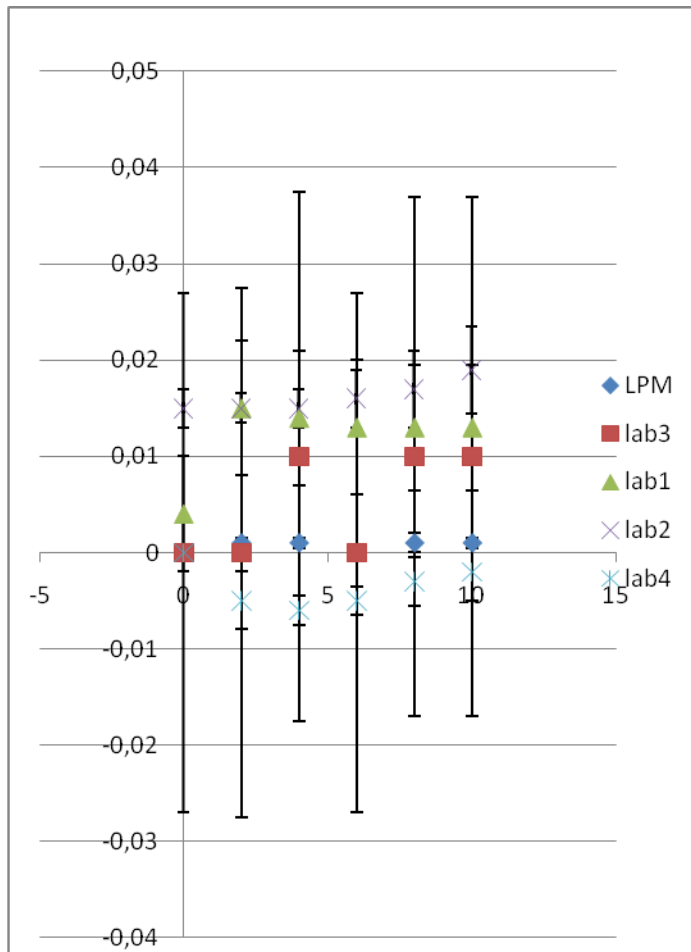
mjerenje	efektivni tlak $p_e$	Očitanje M1 (uzlazno)	Očitanje M2 (silazno)	Očitanje M3 (uzlazno)
bar	bar	bar	bar	bar
0	0	0,000	0,000	0,000
2	1,999	1,996	1,997	1,995
4	3,999	3,994	3,995	3,994
6	5,999	5,994	5,995	5,995
8	7,999	7,995	7,997	7,997
10	9,999	9,996	9,999	9,998
14	14	13,997	13,999	13,9987
16	16	15,999	15,999	15,9997
20	20	19,999	19,999	19,9997

Srednja vrijednost $M_{iw}$	odstupanje $\Delta p$	ponovljivost $b'$	histereza $h$	mjerna nesigurnost $U$
bar	bar	bar	bar	bar
0,000	0	0,000	0,000	0,001
1,995	-0,005	0,004	0,005	0,006
3,994	-0,006	0,001	0,002	0,003
5,995	-0,005	0,002	0,001	0,003
7,997	-0,003	0,004	0,002	0,005
9,998	-0,002	0,003	0,003	0,006
13,999	-0,001	0,003	0,002	0,008
15,999	0	0,002	0,002	0,009
19,999	0	0,002	0,002	0,011

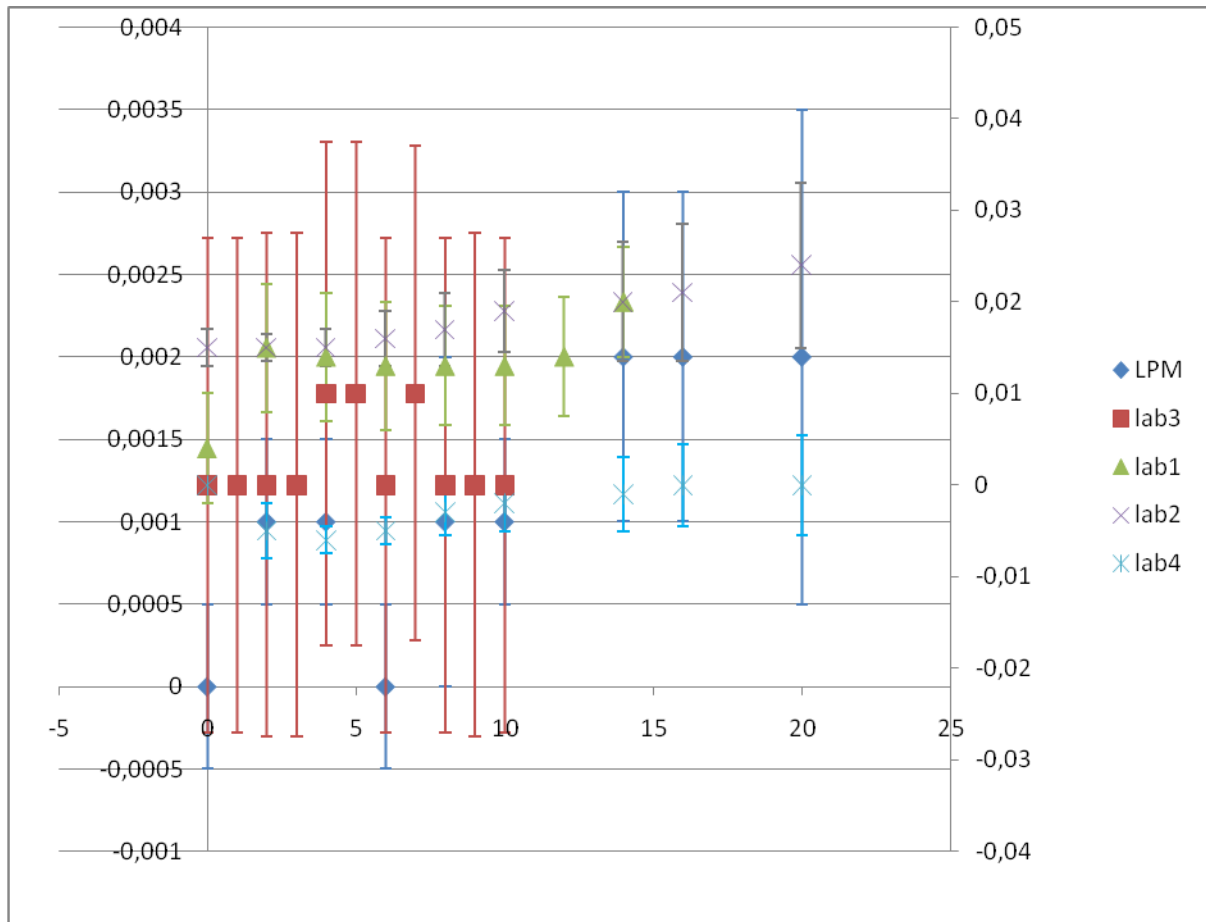


Dijagram 4.: Usporedba mjernih nesigurnost četvrtog laboratorija u odnosu na LPM

## 5.7. Usporedba rezultata



Dijagram 5.: Odstupanje mjerenja i mjerna nesigurnost laboratorija 1,2,3 i 4 u usporedbi sa LPM laboratorijem za tlakove do 10 bara



Dijagram 6.: Mjerna nesigurnost laboratorija 1,2,3 i 4 u usporedbi sa LPM referentnim laboratorijem za cjelokupno područje mjerenja svakog laboratorija

Pregled En-vrijednosti pojedinih laboratorija

tlak $p_e$	odstupanje $\Delta p_{LAB1}$	odstupanje $\Delta p_{LPM}$	mjerna nesigurnost $U_{LAB1}$	mjerna nesigurnost $U_{LPM}$	$E_{nLAB1}$
bar	bar	bar	bar	bar	bar
0	0,004	0	0,012	0,001	0
2	0,015	0,001	0,014	0,001	0
3,999	0,014	0,001	0,014	0,001	0
5,999	0,013	0	0,014	0,001	0
7,999	0,013	0,001	0,013	0,002	0,08
9,998	0,013	0,001	0,013	0,001	0
11,998	0,014				
13,998	0,02	0,002	0,013	0,002	0,08

tlak $p_e$	odstupanje $\Delta p_{LAB2}$	odstupanje $\Delta p_{LPM}$	mjerna nesigurnost $U_{LAB2}$	mjerna nesigurnost $U_{LPM}$	$E_{nLAB2}$
bar	bar	bar	bar	bar	bar
-0,016	0,015	0	0,004	0,001	3,88
1,983	0,015	0,001	0,003	0,001	5,38
3,982	0,015	0,001	0,004	0,001	4,12
5,981	0,016	0	0,006	0,001	2,96
7,98	0,017	0,001	0,008	0,002	2,18
9,979	0,019	0,001	0,009	0,001	2,09
13,978	0,02	0,002	0,013	0,002	1,44
15,977	0,021	0,002	0,015	0,002	1,32
19,975	0,024	0,002	0,075	0,003	1,15

tlak $p_e$	odstupanje $\Delta p_{LAB3}$	odstupanje $\Delta p_{LPM}$	mjerna nesigurnost $U_{LAB3}$	mjerna nesigurnost $U_{LPM}$	$E_{nLAB3}$
bar	bar	bar	bar	bar	bar
0	0	0	0,054	0,001	0
1	0		0,054		
2	0	0,001	0,055	0,001	0
3	0		0,055		
4	0,01	0,001	0,055	0,001	0,02
5	0,01		0,055		
6	0	0,000	0,054	0,002	0,02
7	0,01		0,054		
8	0	0,002	0,054	0,002	0,04
9	0		0,055		
10	0	0,001	0,054	0,003	0,04

tlak $p_e$	odstupanje $\Delta p_{LAB4}$	odstupanje $\Delta p_{LPM}$	mjerna nesigurnost $U_{LAB4}$	mjerna nesigurnost $U_{LPM}$	$E_{nLAB4}$
bar	bar	bar	bar	bar	bar
0	0	0	0,001	0,001	0
1,999	-0,005	0,001	0,006	0,001	0,17
3,999	-0,006	0,001	0,003	0,001	0
5,999	-0,005	0	0,003	0,001	0
7,999	-0,003	0,001	0,005	0,002	0,2
9,999	-0,002	0,001	0,006	0,001	0,17
14	-0,001	0,002	0,008	0,002	0,38
16	0	0,002	0,009	0,002	0,33
20	0	0,002	0,011	0,003	0,36

Prikaz ukupnih En-vrijednosti laboratorija

tlak $p_e$	$E_{nLAB1}$	$E_{nLAB2}$	$E_{nLAB3}$	$E_{nLAB4}$
bar	bar	bar	bar	bar
0	0	3,88	0	0
2	0	5,38	0	0,17
4	0	4,12	0,02	0
6	0	2,96	0,02	0
8	0,08	2,18	0,04	0,2
10	0	2,09	0,04	0,17
14	0,08	1,44		0,38
16		1,32		0,33
20		1,15		0,36

Konačni pregled etalona pojedinih laboratorija s pripadajućim mjernim područjima

tlak (bar)	etaloni i njihova nesigurnost po pojedinom laboratoriju				
	LPM	lab1	lab2	lab3	lab4
0-10	tlačna vaga TLVAG06, u=0,01bar	pretvornik tlaka, u=0,01bar	pretvornik tlaka "MicroCal", u=0,002bar	pretvornik tlaka "WIKA", u=0,02bar	kalibrator tlaka "E DWT-H", u=0,002bar
10-14					
14-20					

Popis laboratorija koji su sudjelovali u umjeravanju u nasumičnom redosljedu:

1. Inspekt Metrolab; Augusta Šenoe 32, 10000 Zagreb
2. Marus –atm d.o.o.; 9. južna obala 18, 10020 Zagreb
3. LTR- Ravnoteža; Putine 5, 10292 Šenkovec
4. LPM, Ivana lučića 5, 100000 Zagreb
5. Metron Instruments d.o.o., Zavrtnica 17, 10000 Zagreb

Popis korištenih mjernih jedinica SI sustava mjera:

Osnovna jedinica:

masa (kg)

Izvedena jedinica:

tlak (Pa)-izražen preko sile na površini  $\text{N/mm}^2$ ,

tj. izraženo preko mjernih jedinica SI sustava:  $\text{m}^{-1}\text{kg s}^{-1}$



## 6. Zaključak

Četiri laboratorija umjeravala su kalibrator tlaka LPM laboratorija, Druck, i to na svoje etalone i tlakove u zadanom rasponu tlakova. Sva umjeravanja su se provela po B metodi DKD-R 6-1, i to za tlakove do 20 bara. Tlačni medij bio je plin a uređaj koji se umjeravao kalibrator tlaka DRUCK.

Svi rezultati prikazani su tablično i grafički, a i iz njih je vidljivo da je najmanju mjernu nesigurnost imao LPM laboratorij, a slijede 2.,1., 4. i treći laboratorij sa svojim nesigurnostima. Sve nesigurnosti za zadane tlakove i sa pripadajućim odstupanjima prikazane su u zajedničkom dijagramu, a iz svega je izračunata En-vrijednost, kao ocjena kakvoće mjernog rezultata laboratorija. Ukoliko je En-vrijednost veća od jedan, taj rezultat je potrebno provjeriti i prijaviti te poduzeti korektivne radnje po pravilniku. Kao što se vidi iz dobivenih rezultata, jedan laboratorij daleko premašuje ove vrijednosti, te je iste potrebno korigirati a mjerenje ponoviti. Iako taj laboratorij nije imao ni najveća odstupanja ni najveće mjerne nesigurnosti u odnosu na LPM, na koji se računala En vrijednost to mjerenje nije zadovoljilo. Razlog takvog rezultata proizlazi iz razlike efektivnog tlaka koja ostupa najviše od svih laboratorija, a iz čega proizlazi i takav rezultat En vrijednosti.

Općenito najbolje rezultate imali su laboratorij 1 i 3 po En-vrijednostima, od čega je prvi prednjačio u tlakovima od 4 bara, a treći u tlakovima od oko 2 bara.

S obzirom da je na temelju nesigurnosti i odstupanja pojedinog laboratorija teško procijeniti kvalitetu rada laboratorija, što je vidljivo i iz rezultata dobivenih računanjem En-vrijednosti, vidljivo je da je samo međusobnom usporedbom laboratorija moguće donijeti valjani zaključak o kvaliteti pojedinog laboratorija.

## 7. Popis literature

1. Vuković M.,Vukojević L.: Metrologija ukratko, listopad 2000.,1.izdanje
2. EAL-P7: EAL Interlaboratory Comparisons, Edition 1., March 1996.
3. EA-03/04: Use of Proficiency Testing as a Tool for Accreditation in Testing, Edition 1.,August 2001.
4. EA-2/03: EA međulaboratorijske usporedbe, DZNM, Zagreb, 2000.
5. EA-2/07: Strategija EAL-a za postizanje usporedivosti rezultata u umjeravanju i ispitivanju, DZNM, Zagreb, 2000.
6. EA-2/10: EA policy for participation in National and International Proficiency Testing Activities
7. ISO/TC 69/SC 6: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, 2002.
8. DKD-R 6-1 :Calibration of Pressure Gauges, Edition 1.,2003.
9. Certifikati:  
Calibration Certificate HAA-2078  
Calibration report No. 01/0020  
Calibration report No. XX1/2010  
Calibration report No.XXX/2010