

Međulaboratorijska usporedba rezultata umjeravanja mjerila tlaka u području 0 do 1 bar

Korade, Tomislav

Undergraduate thesis / Završni rad

2012

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:235:711453>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-31**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Tomislav Korade

Zagreb, 2012.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

doc. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec, dipl. ing.

Student:

Tomislav Korade

Zagreb, 2012.

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

Zahvaljujem se mentorici doc. Dr. Sc. Lovorki Grgec Bermanec na stručnim savjetima i vodstvu kroz završni rad.

Također zahvaljujem Joži Zelku na pomoći pri radu laboratorijskih mjerenja.

Tomislav Korade



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
 Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
 procesno-energetski, konstrukcijski, brodoštrojarski i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

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

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Tomislav Korade** Mat. br.: 0035169219

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Međulaboratorijska usporedba rezultata umjeravanja mjerila tlaka u području 0 do 1 bar**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Interlaboratory comparison of pressure gauges calibration results in the range from 0 up to 1 bar**

Opis zadatka:

Uspješni rezultati sudjelovanja u međulaboratorijskim usporedbama postali su temeljni kriterij za praćenje kvalitete rada umjernih laboratorija. U ovom radu je potrebno opisati postupak i obraditi rezultate međulaboratorijske usporedbe nekoliko akreditiranih laboratorija za umjeravanje mjerila tlaka u području 0 do 1 bar koja koriste plin kao radni medij.

Potrebno je izraditi:

- Pregled normi i uputa za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata
- Pregled statističkih metoda za ocjenu rezultata umjeravanja
- Opisati izbor prijenosnog etalona, mjernog područja i postupka umjeravanja
- Izbor učesnika i referencijskog laboratorija, plan kruženja
- Opisati provedbu mjerenja i procjenu mjerne nesigurnosti
- Analizu rezultata

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
30. travnja 2012.

Rok predaje rada:
2. rok: 6. srpnja 2012.
3. rok: 14. rujna 2012.

Predvideni datumi obrane:
2. rok: 9., 10. i 11. srpnja 2012.
3. rok: 19., 20. i 21. rujna 2012.

Zadatak zadao:

Doc. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Zvonimir Guzović

SADRŽAJ

SADRŽAJ	II
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA	V
SAŽETAK.....	VI
1. UVOD.....	1
2. HRVATSKI NACIONALNI MJERITELJSKI SUSTAV	2
2.1. Državni zavod za mjeriteljstvo	2
2.2. Hrvatski mjeriteljski institut (HMI)	2
2.3. Hrvatska akreditacijska agencija (HAA)	3
2.4. Hrvatski zavod za norme (HZN).....	4
2.5. Hrvatski laboratorij, CROLAB	4
2.6. Hrvatsko mjeriteljsko društvo	4
3. TEORIJSKE OSNOVE	6
3.1. Općenito o mjerenju tlaka	6
3.2. Tlačne vage	7
3.3. Općenito o međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima	10
3.4. Osiguranje kvalitete ispitnog rezultata HRN EN ISO/TEC 17025	12
3.5. Sljedivost i umjeravanje	13
3.6. Mjerna nesigurnost.....	15
3.7. Postupak umjeravanja	19
3.8. Pregled osnovnih statističkih metoda za ocjenu rezultata umjeravanja.....	21
4. POSTUPAK MJERENJA.....	23
5. REZULTATI MJERENJA	26
5.1. Laboratorij za procesna mjerenja – LPM.....	26
5.2. Laboratorij 1	27
5.3. Laboratorij 2.....	28
5.4. Laboratorij 3.....	29
5.5. Laboratorij 4.....	31
6. ANALIZA REZULTATA MJERENJA	33
7. ZAKLJUČAK.....	42
LITERATURA.....	43

POPIS SLIKA

Slika 1. Organizacija hrvatskog nacionalnog mjeriteljskog sustava	5
Slika 2. Shema tlaka	6
Slika 3. Shema tlačne vage	8
Slika 4. Shema kružnog tipa	11
Slika 5. Shema zvjezdastog tipa	11
Slika 6. Lanac sljedivosti	14
Slika 7. Shema umjeravanja	15
Slika 8. Mjerna nesigurnost	15
Slika 9. Tlačna vaga TVAG-09	19
Slika 10. Mjerna linija referentnog laboratorija	23
Slika 11. Pretvornik tlaka s kalibratorom DPI 615	24
Slika 12. Odstupanje za 0 mbar	34
Slika 13. Odstupanje za 100 mbar	34
Slika 14. Odstupanje za 200 mbar	35
Slika 15. Odstupanje za 300 mbar	35
Slika 16. Odstupanje za 400 mbar	36
Slika 17. Odstupanje za 500 mbar	36
Slika 18. Odstupanje za 600 mbar	37
Slika 19. Odstupanje za 700 mbar	37
Slika 20. Odstupanje za 800 mbar	38
Slika 21. Odstupanje za 900 mbar	38
Slika 22. Odstupanje za 1000 mbar	39

POPIS TABLICA

Tablica 1. Neke od razdioba vjerojatnosti za B tip mjerne nesigurnosti.....	17
Tablica 2. Mjerne nesigurnosti za LPM	19
Tablica 3. Postupci umjeravanja prema DKD-R 6-1	20
Tablica 4. Plan kruženja	25
Tablica 5. Uvjeti umjeravanja	25
Tablica 6. Rezultati mjerenja LPM	27
Tablica 7. Rezultati mjerenja Laboratorij 1.....	28
Tablica 8. Rezultati mjerenja Laboratorij 2.....	29
Tablica 9. Rezultati mjerenja Laboratorij 3.....	30
Tablica 10. Rezultati mjerenja Laboratorij 4.....	32
Tablica 11. E_n vrijednosti za Laboratorij 1	39
Tablica 12. E_n vrijednosti za Laboratorij 2	40
Tablica 13. E_n vrijednosti za Laboratorij 3	40
Tablica 14. E_n vrijednosti za Laboratorij 4	41
Tablica 15. E_n vrijednosti za sve laboratorije.....	41

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
A_0	m^2	površina sklopa klip/cilindar
A_e	m^2	efektivna površina
E_n	[bar]	E_n vrijednost
g	$[m/s^2]$	lokalno ubrzanje sile teže (gravitacija)
k	-	faktor pokrivanja
m	kg	masa klipa i utega
t_0	$[^{\circ}C]$	temperatura sklopa klip/cilindar
$U(y)$	[bar]	proširena nesigurnost
U_X	[bar]	proširena nesigurnost referentne vrijednosti
U_x	[bar]	proširena nesigurnost rezultata laboratorija
u	[bar]	standardna nesigurnost
$u(b')$	[bar]	nesigurnost ponovljivosti
$u(etalon)$	[bar]	nesigurnost etalona
$u(f_0)$	[bar]	nesigurnost nultočke
$u(h)$	[bar]	nesigurnost histereze
$u_i(y)$	[bar]	dodatak nesigurnosti vezan za nesigurnost samog uzorka mjerenja
$u(rez)$	[bar]	rezolucija
$u(y)$	[bar]	standardna mjerna nesigurnost
p	[Pa]	apsolutni tlak
p_0	[Pa]	barometarski tlak
p_e	[Pa]	efektivni tlak
p_j	[Pa]	tlak u košuljici cilindra tlačne vage
p_p	[Pa]	pretlak
p_v	[Pa]	potlak
X	[bar]	referentna vrijednost
x	[bar]	rezultat laboratorija
z	[bar]	z vrijednost
α_c	$[^{\circ}C^{-1}]$	koeficijent temp. ekspanzije cilindra
α_k	$[^{\circ}C^{-1}]$	koeficijent temp. ekspanzije klipa
Γ	m	opseg klipa
Δh	m	razlika visina do mjesta priključka
λ	$[MPa^{-1}]$	koeficijent elastične deformacije
ρ_{fl}	$[kg/m^3]$	gustoća ulja
ρ_m	$[kg/m^3]$	gustoća utega
ρ_z	$[kg/m^3]$	gustoća zraka okoline
σ	$[N/m]$	površinska napetost ulja

SAŽETAK

U radu je prikazan postupak međulaboratorijske usporedbe umjeravanja mjerila tlaka, te analiza rezultata usporedbe. Međulaboratorijske usporedbe su postupak kojim se osigurava kvalitetan rad umjernih laboratorija.

Predmet umjeravanja je pretvornik tlaka sa kalibratorom DPI 615 u mjernom području od 0 do 1 bar. Kao etalon referentnog laboratorija se koristila tlačna vaga TLVAG-09 sa odgovarajućim utezima.

Mjerenja su provedena prema smjernicama DKD-R 6-1. Odabran je B tip mjerenja. Svi laboratoriji su izvršili mjerenja u jedanaest unaprijed dogovorenih točaka (0, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000 mbar). Svaki laboratorij je proveo dva uzlazna i jedno silazno mjerenje. Mjerenja su počela u referentnom laboratoriju, zatim su obavljena u ostalim laboratorijima te se usporedba završila ponovljenim mjerenjem u referentnom laboratoriju.

1. UVOD

Mjerenje je jedna od najvažnijih ljudskih djelatnosti još od ranih početaka civilizacije, a jedan od preduvjeta razvoje iste jest sposobnost čovjeka da razvija i unaprijeđuje postupke mjerenja. Ne može se živjeti bez mjerenja - raspodjela ulova, uroda, razmjena dobara i ratnog plijena, sve to zahtijeva odgovarajuća mjerenja. Širenje civilizacije i umrežavanje ljudi u veće organizacijske cjeline postavlja još veće zahtjeve za što efikasnijim i opće prihvaćenim postupcima mjerenja radi jednostavnije trgovine. U današnjem svijetu globalne razmjene dobara i zahtjevima za mikronski precizno izrađenim proizvodima, potreba za kvalitetnim mjerenjima je veća nego ikad.

Kvaliteta proizvoda i usluga ovisi o točnosti i pouzdanosti mjerenja, provjere i ugađanja tijekom proizvodnog procesa i kontrola. Točnost mjerenja nemoguće je postići bez redovitog umjeravanja mjerne/ispitne opreme, budući da se njene značajke mijenjaju tijekom vremena zbog različitih vanjskih čimbenika (npr. vlage, temperature, istrošenosti, pogrešnog rukovanja). Osiguranje točnosti i pouzdanosti mjerenja i ispitivanja, tj. redovito umjeravanje višestruko se isplati:

- omogućava ispunjenje zahtjeva međunarodnog sustava za stavljanje robe/usluga na tržište
- osigurava da kvaliteta proizvoda i usluga uvijek ispunjava ili premašuje zahtjeve i očekivanja kupca
- pomaže da se izbjegnu skupe pogreške tijekom proizvodnog/uslužnog procesa ili nakon njega
- omogućava korištenje proizvodne i mjerne opreme s najvećom mogućom pouzdanošću, te najmanjom mjernom nesigurnošću, međusobnu povezanost i usporedivost mjernih postupaka i rezultata na međunarodnoj razini, te sljedivost do međunarodno priznatih etalona pojedinih fizikalnih veličina

2. HRVATSKI NACIONALNI MJERITELJSKI SUSTAV

2.1. Državni zavod za mjeriteljstvo

Državni zavod za mjeriteljstvo je državna i upravna organizacija koja je zadužena za obavljanje mjeriteljskih djelatnosti u skladu s odredbama Zakona o mjeriteljstvu. Najvažnije aktivnosti su sljedeće:

- donošenje mjeriteljskih propisa
- provedba mjeriteljskih nadzora
- obavljanje mjeriteljskih aktivnosti i predstavljanje Republike Hrvatske u međunarodnim mjeriteljskim organizacijama

DZM je odgovoran za proglašavanje državnih etalona i ovlašćivanje nacionalnih laboratorija nositelja etalona te pravnih osoba koje djeluju u području primjene zakonskog mjeriteljstva, a ujedno i usklađuje te nadzire njihove aktivnosti.

DZM je član OIML-a, EUROMET-a i DUNAMET-a, a pridruženi je član CGPM-a i WELMEC-a, te potpisnik CIPM MRA.

2.2. Hrvatski mjeriteljski institut (HMI)

Hrvatski mjeriteljski institut je javna ustanova koja se bavi poslovima i zadaćama nacionalnog mjeriteljskog instituta. Neke od djelatnosti HMI-a su:

- proglašavanje državnih etalona, obavljanje upravnih i stručnih poslova u vezi s državnim etalonima i usklađivanje rada nacionalnih umjernih laboratorija
- planiranje, organiziranje, koordiniranje i provođenje poslova razvoja nacionalnog sustava temeljnog mjeriteljstva
- osiguranje sljedivosti mjerenja u RH i provođenje umjeravanja etalona i mjerila
- obavljanje poslova nacionalnih umjernih laboratorija unutar i izvan okvira HMI-a
- predstavljanje RH u međunarodnim mjeriteljskim organizacijama za temeljno mjeriteljstvo

Laboratoriji nositelji nacionalnih etalona bitna su sastavnica nacionalnog mjeriteljskog sustava kao laboratoriji koji ostvaruju, čuvaju i održavaju državne etalone te osiguravaju mjernu sljedivost na najvišoj razini u zemlji. Zasada u sustavu djeluje šest nacionalnih laboratorija nositelja etalona (dva unutar DZM-a i četiri ovlaštena na Sveučilištu u Zagrebu).

Svi nacionalni laboratoriji imaju međunarodnu akreditaciju (njemačkog DKD-a ili talijanskog SIT-a) za odgovarajuća područja i opseg svoga djelovanja.

2.3. Hrvatska akreditacijska agencija (HAA)

Hrvatska akreditacijska agencija (HAA) neovisna je javna ustanova koja je osnovana radi provedbe hrvatskog tehničkog zakonodavstva koje je usklađeno s pravnom stečevinom Europske unije. Tehničkim se propisima uređuje sigurnost proizvoda i sloboda kretanja na unutarnjem tržištu, zaštita zdravlja građana, zaštita potrošača, zaštita okoliša i druga područja od javnog interesa. Ocjenu sukladnosti proizvoda, procesa i usluga s tehničkim propisima i normama provode stručno i tehnički osposobljeni laboratoriji, inspekcijska i certifikacijska tijela. Djelatnost HAA:

- akreditiranje ispitnih i umjernih laboratorija (HRN EN ISO/IEC 17025) i medicinskih laboratorija (HRN EN ISO 15189)
- akreditiranje certifikacijskih organizacija za proizvode (HRN EN 45011)
- akreditiranje certifikacijskih organizacija za sustave upravljanja kvalitetom (HRN EN ISO/IEC 17021)
- akreditiranje certifikacijskih organizacija za sustave upravljanja okolišem (HRN EN ISO/IEC 17021)
- akreditiranje certifikacijskih organizacija za osobe (HRN EN ISO/IEC 17024)
- akreditiranje inspekcijskih/nadzornih organizacija (HRN EN ISO/IEC 17020)
- ocjenjivanje i potvrđivanje osposobljenosti tijela za ocjenu sukladnosti u skladu s tehničkim propisima
- nadzor nad akreditacijskim organizacijama
- uspostava i vođenje registra akreditiranih organizacija i tijela za ocjenu sukladnosti
- tehnička potpora tijelima državne uprave za provedbu politike akreditacije u području ocjene sukladnosti
- promicanje akreditacije i izobrazba na području akreditacije

HAA je punopravna članica EA i pridružena članica ILAC-a. Ima ukupno 100 akreditiranih tijela u 7 akreditacijskih shema: ispitni laboratoriji, umjernih laboratoriji, inspekcijska tijela, certifikacijska tijela za proizvode, osobe i sustave upravljanja kvalitetom i okolišem.

2.4. Hrvatski zavod za norme (HZN)

Hrvatski zavod za norme je neovisna i neprofitna javna ustanova osnovana kao nacionalno normirno tijelo Republike Hrvatske radi ostvarivanja ciljeva normizacije:

- povećanje razine sigurnosti proizvoda i procesa
- čuvanja zdravlja i života ljudi te zaštite okoliša
- promicanje kvalitete proizvoda, procesa i usluga
- osiguranje svrsishodne uporabe rada, materijala i energije
- poboljšanja proizvodne učinkovitosti
- ograničenja raznolikosti, osiguranja spojivosti i zamjenjivosti
- otklanjanja tehničkih zapreka u međunarodnoj trgovini

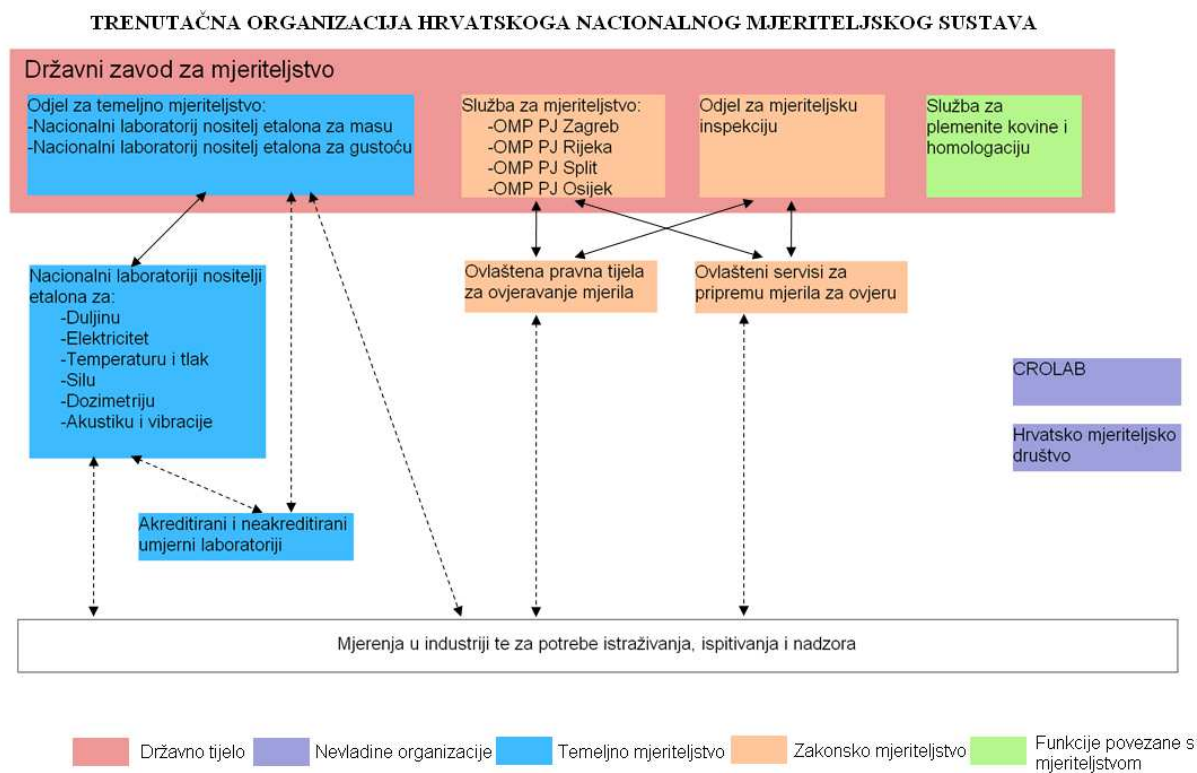
HZN je započeo s radom 1. srpnja 2005. godine i predstavlja RH u međunarodnim organizacijama za normizaciju ISO (International Organization for Standardization) i IEC (International Electrotechnical Commission) kao punopravni član; u Europskom institutu za telekomunikacijske norme ETSI (European Telecommunications Standards Institute) u statusu nacionalnog normirnog tijela; a u europskim organizacijama za normizaciju CEN (European Committee for Standardization) i CENELEC (European Committee for Electrotechnical Standardization) kao priručni član.

2.5. Hrvatski laboratorij, CROLAB

Udruga nacionalnih mjeriteljskih, ispitnih i analitičkih laboratorija, koja se naziva Hrvatski laboratorij CROLAB osnovana je 2003. godine kao pravna osoba i neprofitna nacionalna organizacija. Cilj je CROLAB-a udruživanje laboratorija radi unaprijeđivanja sustava kakvoće svakoga pojedinog laboratorija i radi olakšavanja njihova uključivanja na europsko tržište uporabom zajedničkih sredstava i potencijala. Više od 100 laboratorija članovi su CROLAB-a. Ta je organizacija član EUROLAB-a i EUROCHEM-a.

2.6. Hrvatsko mjeriteljsko društvo

Hrvatsko mjeriteljsko društvo je nedržavna, neprofitna udruga, osnovana radi ostvarivanja ciljeva i djelatnosti utvrđenih Statutom i Zakonom o udrugama. Od njegovog osnutka prije trideset godina (1978. godine) pristupilo mu je tristotinjak fizičkih osoba te pedesetak pravnih osoba koje se zanimaju za mjeriteljstvo, ali i srodne djelatnosti koje su katkad nerazdvojno povezane s mjeriteljstvom, npr. normizaciju, akreditaciju, tehničku propisnost i druge.



Slika 1. Organizacija hrvatskog nacionalnog mjeriteljskog sustava

3. TEORIJSKE OSNOVE

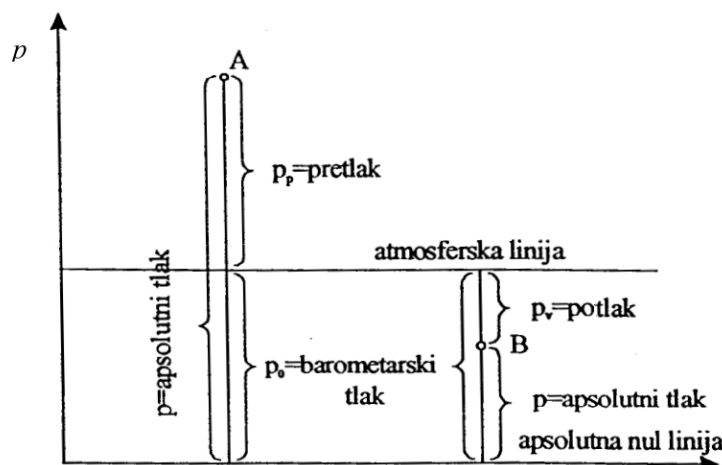
3.1. Općenito o mjerenju tlaka

Tlak se definira kao normalna sila koja djeluje na jedinicu površine sustava. Za fluidne sustave (kapljevite i plinovite) tlak na površinu spremnika ili površinu mjerne membrane posljedica je kumulativnog efekta djelovanja molekula koje udaraju na stijenku spremnika, izazivajući pri tomu normalnu silu na stijenku. Za ravnotežni fluid tlak je definiran jednadžbom:

$$p = \frac{dF_n}{dA} \approx \frac{F}{A}$$

Pri čemu je diferencijal površine dA najmanja površina ploštine za koju su efekti fluida isti kao i u cijelome kontinuumu.

U proračunima je važno pripaziti da li se tlak iskazuje kao apsolutni ili relativni, iskazan najčešće u odnosu na tlak okoline (barometarski tlak). Ako je promatrani tlak veći od barometarskog, njihovu razliku zovemo pretlak, a ako je manji njihovu razliku zovemo potlakom ili vakuumom. Apsolutna nul linija predstavlja nepostojanje bilo kakvog tlaka.



Slika 2. Shema tlaka

Pretlak:

$$p_p = p - p_0$$

Potlak:

$$p_v = p_0 - p$$

gdje je: p_p - pretlak (Pa)

p - apsolutni tlak (Pa)

p_0 - barometarski tlak (Pa)

p_v - potlak (Pa)

U SI sustavu mjera, jedinica za tlak je 1 Pa (Pascal) = 1 N/m². Prema tomu, tlak od 1 Pa je onaj tlak koji producira sila od 1 N na površini od 1m². To je vrlo mala jedinica za tlak. Stoga se definira tlak za 1 bar, koji ima 10⁵ Pa. Jedinica bar pripada iznimno dopuštenim jedinicama za mjerenje tlaka izvan SI sustava mjera s posebnim nazivima i znakovima, kao i milimetar stupca žive mmHg = 133,322 Pa.

3.2. Tlačne vage

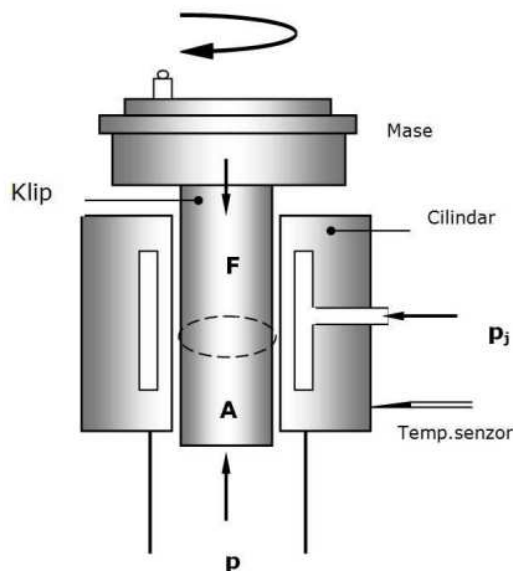
Tlačne vage predstavljaju jedno od najtočnijih mjerila tlaka. Korištenje sličnih oblika tlačnim vagama počelo je otprilike prije 150 godina. To su bili razni uređaji na kojima je tlak generiran kao djelovanje poznate sile na poznatu površinu. Stimulirajući faktori za razvoj tlačnih vaga su bili industrijska primjena parnih strojeva te potreba za razumijevanjem termodinamičkih svojstava plinova i tekućina pri različitim temperaturama i tlakovima. Danas se tlačne vage najčešće koriste kao etaloni za umjeravanje različitih vrsta mjerila tlaka.

Tlačne vage rade na principu promjene hidrostatskog tlaka. Sastoje se od sklopa klip/cilindar, sustava za ostvarivanje vertikalne sile na klip te sustava za generiranje tlaka u radnom fluidu. Najvažniji element tlačne vage je sklop klip/cilindar koji je realiziran kao precizno izrađeni okomiti klip umetnut u blisko prilagođeni cilindar. Ta dva elementa određuju površinu koja se zove efektivna površina A_e . Pojam efektivne površine sklopa je uveden da eliminiira nepoznatu silu koja je posljedica viskoznog toka fluida između klipa i cilindra, ali ne mora nužno odgovarati ni jednoj posebnoj dimenzionalnoj površini sklopa.

Osnovna formula za izračunavanje tlaka:

$$p = \frac{F}{A_s}$$

Princip rada tlačne vage je sljedeći. Mase poznate težine postavljaju se na vrh slobodnog klipa koji je također dio opterećenja. Na donji kraj klipa dovodi se fluid pod tlakom (najčešće dušik ili bijelo ulje) sve dok se ne razvije dovoljna sila koja će podići klip s utezima. Kada klip slobodno rotira u cilindru, vaga je u ravnoteži s nepoznatim tlakom u sustavu. U sustavu postoji i istjecanje fluida kroz procjep između klipa i cilindra. Film fluida omogućuje neophodno podmazivanje između te dvije površine, a klip rotira da eliminiira trenje. Zbog istjecanja fluida kroz procjep, tlak u tom sustavu mora biti kontinuirano dodavan da bi se klip s utezima održavao u plutajućem stanju.



Slika 3. Shema tlačne vage

p_j – tlak u košuljici cilindra tlačne vage [Pa]

Zahtjevi koji se postavljaju na tlačnu vagu:

- materijali koji se koriste za izradu sklopa klip/cilindar moraju biti sposobni izdržati visoka dinamička tlačna opterećenja i moraju imati mali koeficijent temperaturne ekspanzije (volfram karbid, čelik, keramika)

- završna obrada i izrada cilindra moraju biti s tolerancijama na razini ispod μm , a zazor između njih ne smije biti veći od $0,5 - 1 \mu\text{m}$ i mora biti približno konstantan duž cijele granice
- potrebno je ostvariti apsolutnu nepropusnost sustava što se ostvaruje upotrebom spojnih elemenata i brtvi
- potrebno je imati termometar u sklopu klip/cilindar radi mjerenja temperature klipa i cilindra, jer ona znatno utječe na efektivnu površinu
- konstrukcija sklopa klip/cilindar mora biti takva da se izbjegne skupljanje tekućine u gornjem dijelu cilindra

Kod određivanja efektivnog tlaka uzimaju se u obzir korekcije koje se odnose na:

- površinu (utjecaj temperature tj. temperaturno rastezanje klipa i cilindra te pojavu elastične deformacije zbog djelovanja tlaka)
- silu (varijacije gravitacijskog ubrzanja, uzgonsko djelovanje zraka i radnog fluida, površinsku napetost radnog fluida, te razliku u visini stupca fluida)
- tlak okoline (korekcije ovise o režimu rada koji može biti pretlak ili apsolutni tlak)

Efektivni tlak za tlačne vage koje koriste ulje kao tlačni medij računa se prema sljedećoj jednadžbi:

$$p_e = \frac{\sum m_i g \left(1 - \frac{\rho_z}{\rho_{mi}}\right) + \sigma \cdot \Gamma}{A_0 \cdot (1 + \lambda \cdot p) \cdot [1 + (\alpha_k + \alpha_c)(t - 20)]} + \rho_{fl} \cdot g \cdot \Delta h$$

gdje je:

p_e - efektivni tlak [bar]

A_0 - površina sklopa klip/cilindar [mm^2]

λ - koeficijent elastične deformacije [MPa^{-1}]

α_k - koeficijent temp. ekspanzije klipa [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]

α_c - koeficijent temp. ekspanzije cilindra [$^{\circ}\text{C}^{-1}$]

m - masa klipa i utega [kg]

ρ_m - gustoća utega [kg/m^3]

ρ_{fl} - gustoća ulja [kg/m^3]

σ - površinska napetost ulja [N/m]

$\Gamma = 2 \cdot r \cdot \pi$ - opseg klipa [m]

Δh - razlika visina do mjesta priključka [m]

t_0 - temperatura sklopa klip/cilindar [°C]

p - tlak okoline [bar]

ρ_z - gustoća zraka okoline [kg/m³]

g - lokalno ubrzanje sile teže (gravitacija) [m/s²]

Mase utega tlačne vage su označene brojkama koje označavaju tlak koji se generira kada su postavljene na određeni klip. Pri mjerenju je potrebno računati stvarni efektivni (ispitni) tlak za svaku točku mjerenja posebno ili naknadno raditi korekciju nazivnog tlaka.

3.3. Općenito o međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima

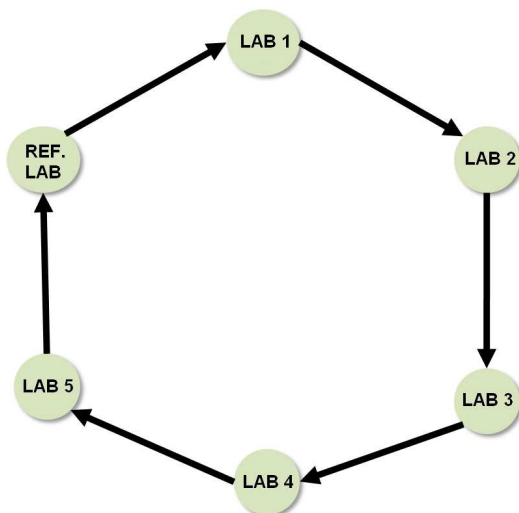
Međulaboratorijsko se ispitivanje provodi u svrhu određivanja preciznosti metode ili u svrhu ocjene osposobljenosti laboratorija za provođenje određene metode ispitivanja. Važno je za postizanje i/ili poboljšanje osposobljenosti laboratorija te osiguravanje kvalitete rezultata ispitivanja.

Rezultat međulaboratorijskog ispitivanja može upozoriti na problem u laboratoriju, ali i na problem vezan za samu metodu ispitivanja, a može biti važan kupcu ili akreditacijskom tijelu za usporedbu rada laboratorija s drugim laboratorijima. Uspjeh provedenog međulaboratorijskog ispitivanja tj, dobivanje svrsishodnog rezultata ovisi o dobroj organizaciji koja uključuje:

- program ispitivanja
- izbor ispitnog tijela
- određivanje razreda ispitivanja
- broja uzoraka
- upute i način provedbe
- izbor laboratorija sudionika
- distribuciju uzoraka
- prikupljanje rezultata ispitivanja

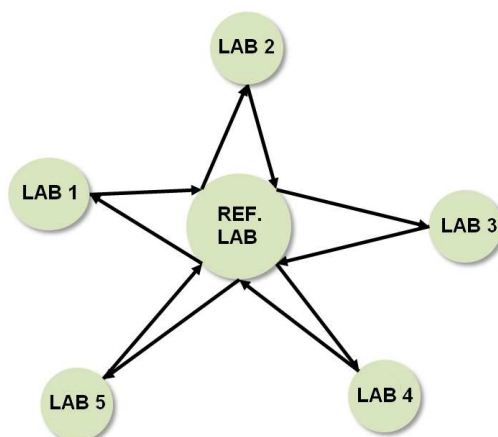
Postoje dva tipa usporedbi: kružni (ovaj tip smo koristili u našem umjeravanju pretvornika tlaka) i zvjezdasti.

Kod *kružnog tipa* se početno i krajnje mjerenje provode u referentnom laboratoriju, a u ostalim mjerenjima mjerni uređaj kruži među ostalim sudionicima.



Slika 4. Shema kružnog tipa

Kod *zvjezdastog tipa* se mjerni uređaj nakon svake usporedbe vraća u referentni laboratorij ili svaki sudionik usporedbe dobiva uzorak mjerenja koji je prethodno izmjeren u referentnom laboratoriju.



Slika 5. Shema zvjezdastog tipa

3.4. Osiguranje kvalitete ispitnog rezultata HRN EN ISO/TEC 17025

Norma ISO/IEC 17025 je međunarodna norma koja definira zahtjeve koje ispitni i umjerni laboratoriji moraju ispuniti kako bi dokazali da imaju i provode sustav upravljanja da su tehnički osposobljeni te da su sposobni izdavati tehnički pouzdane rezultate. Ova norma može se općenito podijeliti na dva glavna poglavlja, na zahtjeve koji se odnose na upravljanje i tehničke zahtjeve.

Zahtjevi koji se odnose na upravljanje utemeljeni su na načelima norme ISO 9001 i prilagođeni su primjeni u laboratoriju.

Tehnički zahtjevi odnose se na edukaciju osoblja, validaciju i umjeravanje opreme, primjenu potvrđenih referentnih materijala, vrednovanje ispitnih metoda, procjenu mjerne nesigurnosti i kontrolu kvalitete ispitnih rezultata, sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima i izdavanje izvještaja o ispitivanju.

Prvo izdanje ove norme prihvaćeno je u prosincu 1999 godine. U Republici Hrvatskoj prihvaćena je kao HRN EN ISO/IEC 17025 u siječnju 2000. Drugo izmjenjeno izdanje izašlo je u svibnju 2005 godie. U novom izdanju norme zahtjevi koji se odnose na upravljanje usklađeni su s osnovnim načelima norme ISO 9001:2000.

Laboratorij mora imati kvalitetne kontrolne procedure za nadgledanje valjanosti obavljenih ispitivanja i umjeravanja. To nadgledanje uključuje sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama ili programima stručnog ispitivanja, ali i redovnu upotrebu certificiranog referentnog materijala ili repliciranih testova, odnosno umjeravanje po istim ili sličnim metodama. Tim sredstvima laboratorij može predočiti dokaz stručnosti klijentima i akreditacijskom tijelu.

Ovo pravilo navodi zahtjeve za akreditacijska tijela za aktivnost stručnog ispitivanja i procesa ovlašćivanja kao smjernicu u procesu usklađivanja multilaterarnih i bilaterarnih dogovora.

Osiguranje kvalitete ispitnog rezultata jedan je od zahtjeva norme HRN EN ISO/IEC 17025 koja je podloga za akreditaciju laboratorija i definirano je u točki 5.9 te norme:

„5.9.1. Laboratorij mora imati postupke za upravljanje kvalitetom koji služe za nadzor nad valjanošću poduzetih ispitivanja i umjeravanja. Dobiveni podaci moraju se zabilježiti tako da se mogu otkriti težnje, a gdje je to praktično moguće, za ocjenu rezultata moraju se primjenjivati statističke metode. Taj se nadzor mora planirati i ocjenjivati, a može uključivati, ali se ne mora ograničiti na to:

- a) *Redovitu upotrebu potvrđenih referentnih materijala i/ili unutrašnjeg upravljanja kvalitetom uporabom sekundarnih referentnih materijala*
- b) *Sudjelovanje u programima međulaboratorijskih usporedaba ili ispitivanja osposobljenosti*
- c) *Ponovno ispitivanje zadržanih uzoraka*
- d) *Međuodnos rezultata za različita svojstva predmeta ispitivanja*
- e) *Sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama*

5.9.2. Podaci kontrole kvalitete moraju se analizirati i kad se ustanovi da su izvan unaprijed utvrđenih kriterija, mora se poduzeti planirana radnja za ispravak problema i sprječavanje prikazivanja neispravnih rezultata.“

Tijela za ovlašćivanje koja se žele priključiti ili zadržati među potpisnicima multilateralnog sporazuma 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.

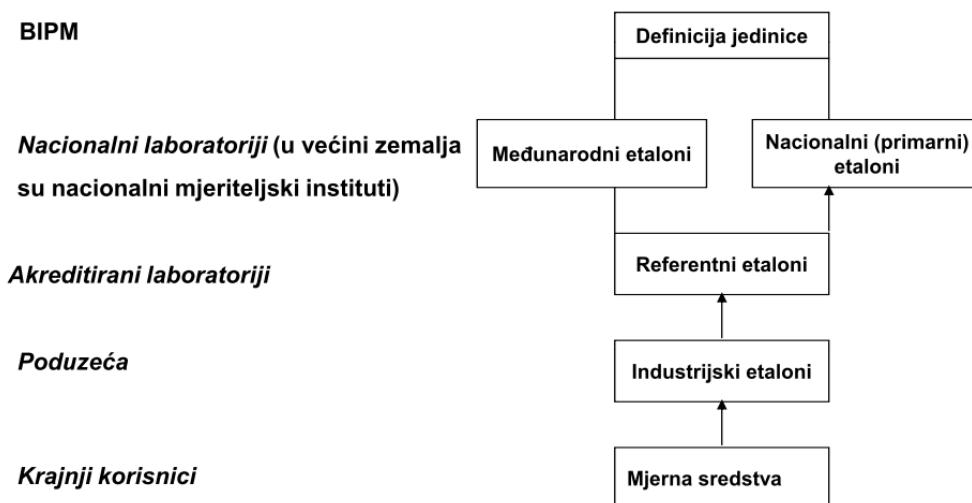
Ukoliko je laboratorij zatražen da sudjeluje u odgovarajućim PT aktivnostima, on može izabrati PT program ili ILC u konzultaciji sa svojim akreditacijskim tijelom.

3.5. Sljedivost i umjeravanje

Lanac sljedivosti neprekidan je lanac usporedaba, od kojih svaka ima utvrđenu mjernu nesigurnost. Time se osigurava da mjerni rezultat, ili vrijednost etalona, bude povezan s referentnim etalonima na višoj razini, koji u konačnici završavaju primarnim etalom.

Krajnji korisnik može postići sljedivost do najviše međunarodne razine izravno od nacionalne mjeriteljske ustanove (NMI) ili od sekundarnog umjernog laboratorija, u pravilu akreditiranog laboratorija. Kao rezultat različitih sporazuma o međusobnom priznavanju, sljedivost se može dobiti od laboratorija izvan države korisnika.

LANAC SLJEDIVOSTI



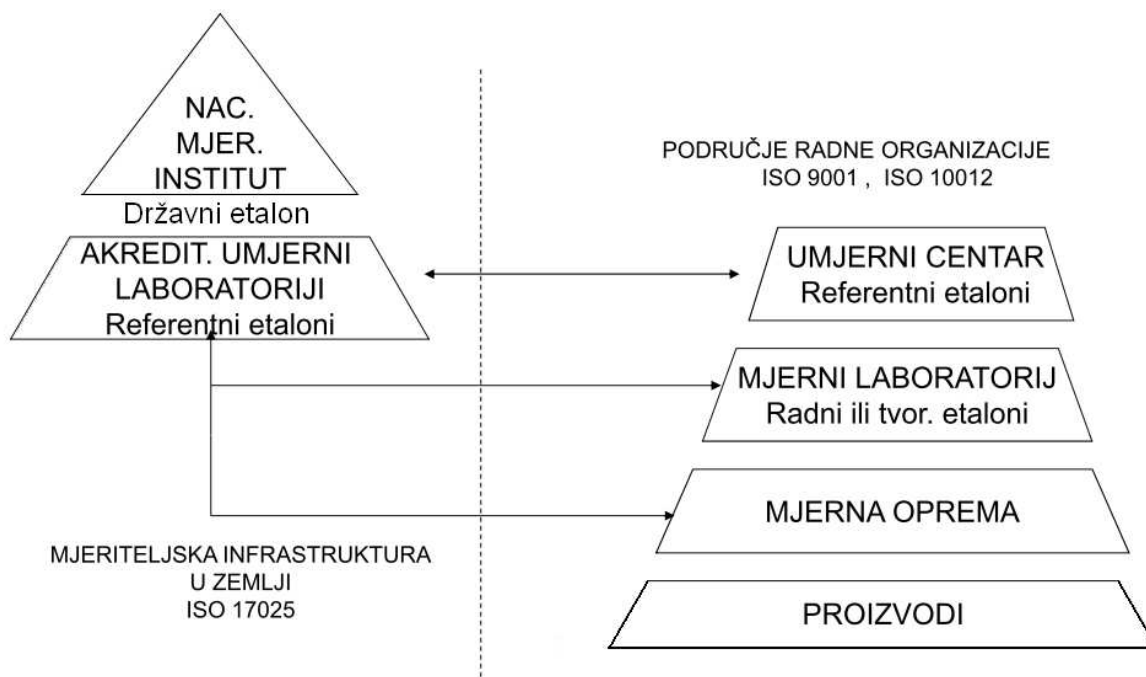
Slika 6. Lanac sljedivosti

Umjeravanje je skup postupaka kojima se u određenim uvjetima uspostavlja odnos između vrijednosti veličina koje pokazuje neko mjerilo / mjerni sustav / materijalizirana mjera / referencijska tvar i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih etalonima.

Umjeravanje mjerila temeljni je mehanizam za osiguranje mjerne sljedivosti. To umjeravanje obuhvaća određivanje metrolozijskih značajki mjerila. Ono se postiže izravnom usporedbom s etalonima. O umjeravanju se izdaje potvrda, a na mjerila se stavlja i naljepnica. Na temelju tih podataka korisnik može odlučiti je li mjerilo prikladno za dotičnu primjenu.

Četiri su glavna razloga za umjeravanje mjerila:

1. uspostavljanje i prikaz sljedivosti
2. osiguravanje da očitavanja mjerila budu sukladna s drugim mjerenjima
3. određivanje točnosti očitavanja mjerila
4. utvrđivanje pouzdanosti mjerila, tj. može li mu se vjerovati



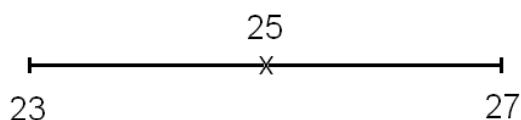
Slika 7. Shema umjeravanja

3.6. Mjerna nesigurnost

Mjerenje predstavlja dodjeljivanje neke vrijednosti fizikalnoj veličini. Samo u idealnom slučaju vrijednost dodijeljena mjerenjem može upravo odgovarati stvarnoj vrijednosti fizikalne veličine. U realnosti svako mjerenje sadrži neku nesigurnost, nema apsolutno točnog mjerenja niti apsolutno sigurnog mjernog rezultata. Rezultat mjerenja je potpun samo ako postoji podatak o mjernoj nesigurnosti.

Mjerna nesigurnost definirana je kao parametar pridružen rezultatu mjerenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini uz određenu vjerojatnost.

Rezultat mjerenja: $d = 25\mu\text{m}$
Proširena mjerna nesigurnost: $U = 2\mu\text{m}$, $k = 2$, $P = 95\%$



Slika 8. Mjerna nesigurnost

Mjerenja nisu savršena kako zbog djelovanja slučajnih utjecaja (trenutna promjena temperature, , tlaka i vlage ili neiskustvo mjeritelja, nesavršenost uređaja i osjetila) tako i zbog ograničenih mogućnosti korekcije sustavnih djelovanja (promjena karakteristike instrumenta između dva umjeravanja, utjecaj mjeritelja pri očitavanju analogne skale, nesigurnost vrijednosti referentnog etalona itd.). Mjerna nesigurnost je upravo posljedica djelovanja slučajnih utjecaja i ograničenih mogućnosti korekcije sustavnih djelovanja.

Mjernu nesigurnost procjenjujemo zbog:

- nedvosmislenog iskazivanja i usporedbe mjernih rezultata dobivenih u različitim umjernim i ispitnim laboratorijima
- usporedbe rezultata mjerenja sa specifikacijama proizvođača ili zadanom tolerancijom

Identifikacija izvora mjerne nesigurnosti jest prvi korak u izračunu mjerne nesigurnosti.

Izvori mjerne nesigurnosti mogu biti:

- mjerni instrument
- pomoćna oprema
- objekt mjerenja
- metoda mjerenja
- nesigurnosti samih mjerila
- način na koji je objekt odabran za mjerenje
- uvjeti okoliša

Procjena mjerne nesigurnosti za svaki izvor se dijeli u dvije kategorije:

- tip A – standardna nesigurnost se računa iz standardne devijacije podataka više mjerenja (statistički)
- tip B – procjena se temelji na drugim podacima (podaci iz umjernica, specifikacije, izračuni i sl.)

Razdioba	Standardna nesigurnost
Pravokutna	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$
Trokutasta	$u = \frac{a}{\sqrt{6}}$
U-oblik	$u = \frac{a}{\sqrt{2}}$

Tablica 1. Neke od razdioba vjerojatnosti za B tip mjerne nesigurnosti

Određivanje sastavljene mjerne nesigurnosti odgovarajućim sastavljanjem standardnih nesigurnosti procjena ulaznih veličina.

$u(x_i)$ – standardna nesigurnost vezana za ulazni podatak mjerenja

Faktor osjetljivosti c_i se računa prema formuli:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

Dodatak nesigurnosti vezan za nesigurnost samog uzorka mjerenja $u_i(y)$ računa se prema formuli:

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$$

Standardna mjerna nesigurnost dodana rezultatu $u(y)$ se računa se prema formuli:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)}$$

Proširena nesigurnost $U(y)$ je veličina koja određuje interval oko mjernog rezultata za koji se može očekivati da obuhvaća veliki dio razdiobe vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini i računa se prema formuli:

$$U(y) = k \cdot u(y)$$

Gdje je:

k – faktor pokrivanja

Nesigurnost etalona je zadana u podacima o etalonu:

$$u(\text{etalon}) = 0,5 \cdot 10^{-4} \cdot p$$

Nul točka se postavlja prije svakog ciklusa mjerenja koji se sastoji od uzlazne i silazne serije, te se mora zabilježiti prije i nakon svakog ciklusa mjerenja. Odstupanje od nul točke f_0 računa se prema sljedećoj formuli:

$$f_0 = x_{2,0} - x_{1,0}$$

$$u(f_0) = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot \left(\frac{f_0}{2}\right)^2}$$

Rezolucija:

Mjerilo tlaka je električno, pa je nesigurnost uslijed rezolucije jednaka koraku na skali:

$$u(\text{rez})=0,001\text{bar}$$

Ponovljivost se računa prema sljedećoj formuli:

$$b' = |(x_{3,j} - x_{3,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})|$$

$$u(b') = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot \left(\frac{b'}{2}\right)^2}$$

Histereza se računa prema sljedećoj formuli:

$$h = \frac{1}{n} \cdot |(x_{2,j} - x_{2,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})|$$

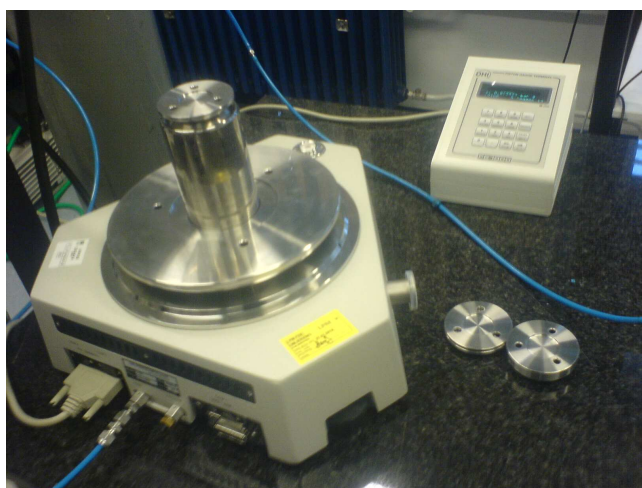
$$u(h) = \sqrt{\frac{1}{3} \cdot \left(\frac{h}{2}\right)^2}$$

Mjerna nesigurnost LPM							
Red. br.	Nesigurnost etalona	Odstupanje od nul-točke	Rezolucija	Histereza	Ponovljivost	Standardna mjerna nesigurnost	Proširena mjerna nesigurnost
	u(etalon)	u(f ₀)	u(rez)	u(h)	u(b')	u(y)	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	0,00	0	0,001	0,03	0,0	0,0285	0,057
2	0,005	0	0,001	0,10	0,0	0,0029	0,058
3	0,01	0	0,001	0,20	0,0	0,0295	0,059
4	0,015	0	0,001	0,25	0,1	0,0415	0,083
5	0,02	0	0,001	0,35	0,1	0,031	0,062
6	0,025	0	0,001	0,42	0,0	0,032	0,064
7	0,03	0	0,001	0,50	0,0	0,0335	0,067
8	0,035	0	0,001	0,60	0,0	0,035	0,070
9	0,04	0	0,001	0,67	0,1	0,0465	0,093
10	0,045	0	0,001	0,75	0,1	0,048	0,096
11	0,05	0	0,001	0,82	0,0	0,05	0,1

Tablica 2. Mjerne nesigurnosti za LPM

3.7. Postupak umjeravanja

Umjeravanje se provodi direktnom usporedbom rezultata mjerenja mjernog uređaja sa referentnim vrijednostima etalona čija se sljedivost može pratiti izravno ili neizravno do nacionalnog standarda. Kao referentni uređaji se koriste uređaji velike stabilnosti kao tlačne vage i manometri s tekućom fazom. Referentni uređaji su umjereni u standardnim uvjetima. Korekcije je potrebno vršiti kada se umjeravanje vrši izvan standardnih uvjeta. Referentni uređaj u našem umjeravanju je bila tlačna vaga TLVAG-09, prikazana na slici.



Slika 9. Tlačna vaga TVAG-09

Umjeravanje podrazumijeva da je stanje uređaja takvo da se uređaj može umjeravati, drugim riječima - uređaj mora biti umjerljiv. Umjerljivost se osigurava vanjskim provjerama i funkcijskim testovima.

Primjerna vanjskih provjera:

- vizualna procjena štete
- kontaminacija i zaprljanost
- vizualna provjera natpisa, čitljivost indikatora
- provjera potrebne dokumentacije

Primjerna funkcijskih testova:

- provjera prohodnosti / začepljenosti cijevi umjernog uređaja
- postavljanje elemenata u definirane pozicije

Potrebno je zabilježiti i uvjete okoline u kojoj se provodi umjeravanje – temperaturu, vlažnost i tlak okoline. Umjeravanje se može provesti tek kada temperatura okoline i uređaja bude u rasponu od ± 1 K; ta temperatura mora biti između 18°C i 28°C .

Mjerenje se provodi po definiranim mjernim točkama, u nekoliko serija ako je potrebno. Treba proći najmanje 30 sekundi da se mjerni uređaj potpuno optereti i rastereti, te između dva koraka mjerenja. Rezultat treba biti očitao tek nakon 30 sekundi nakon promjene tlaka. Isto vrijeme treba proći za očitavanje nulte vrijednosti nakon završetka zadnjeg niza mjerenja.

Prema DKD-R 6-1 postoje 3 tipa umjeravanja: A, B i C. Za svaki tip je dana ciljana mjerna nesigurnost, broj mjernih točaka, vrijeme zamjene opterećenja, broj serija mjerenja kako je prikazano u tablici 3.

Postupak umjeravanja	Ciljana mjerna nesigurnost	Broj mjernih točaka	Vrijeme zamjene opterećenja + vrijeme čekanja	Vrijeme čekanja na gornjoj granici raspona mjerenja	Broj serija mjerenja	
			sekunde	minute	uzlazno	silazno
A	< 0,1	9	> 30	2	2	2
B	0,1 ... 0,6	9	> 30	2	2	1
C	> 0,6	5	> 30	2	1	1

Tablica 3. Postupci umjeravanja prema DKD-R 6-1

Referentni laboratorij u našem slučaju koristio je B tip umjeravanja, kod kojeg se mjerenja izvode u 2 uzlazne i 1 silaznoj seriji, s vremenom opterećenja i rasterećenja od 30 sekundi. Ukupna mjerna nesigurnost kreće se u rasponu od 0,1 do 0,6 %. B tip nije pogodan za mjerenja koja prelaze 2500 bara, već se ta mjerenja provode isključivo po A metodi.

3.8. Pregled osnovnih statističkih metoda za ocjenu rezultata umjeravanja

Izračun z i/ili E_n vrijednosti jest metoda preračunavanja rezultata mjerenja u standardnu formu na temelju koje možemo ocijeniti uspješnost mjerenja.

Uspješnost mjerenja laboratorija se ocjenjuje tako da se rezultati mjerenja pojedinih laboratorija uspoređuju sa referentnom vrijednošću koristeći z i/ili E_n vrijednosti.

Rezultati mjerenja za koje se može utvrditi da nisu valjani (npr. ako su izraženi u krivim mjernim jedinicama) mogu se zanemariti i oni ne ulaze u statističku analizu.

z vrijednost – pokazuje koliko se mjereni rezultat razlikuje od referentne vrijednosti. Referentna vrijednost X i željena standardno odstupanje σ imaju ključan utjecaj na izračun z vrijednosti i moraju biti pažljivo odabrane ukoliko želimo realističnu ocjenu uspješnosti mjerenja laboratorija.

Formula za računanje z vrijednosti:

$$z = \frac{(x - X)}{\delta}$$

gdje je:

z – z vrijednost

x – rezultat laboratorija

X – referentna vrijednost

σ – željeno standardno odstupanje

interpretacija z vrijednosti:

- $|z| \leq 2$ zadovoljavajuće
- $2 < |z| < 3$ upitno
- $|z| \geq 3$ nezadovoljavajuće

E_n vrijednost - alternativa z vrijednosti. Pokazuje koliko su blizu rezultati laboratorija u odnosu na referentnu vrijednost uzimajući u obzir nesigurnost rezultata i referentne vrijednosti. Ukoliko laboratorij ne pruži podatak o nesigurnosti, u proračunu E_n vrijednosti uzimamo da je njegova vrijednost 0.

Pomoću E_n vrijednosti možemo na objektivan način utvrditi je li rezultat laboratorija u skladu sa referentnom vrijednošću. Za razliku od z vrijednosti, za proračun E_n vrijednosti nam nije potrebna željeno standardno odstupanje.

Formula za računanje E_n vrijednosti:

$$E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{(U_x^2 + U_X^2)}}$$

gdje je:

E_n – E_n vrijednost

x – rezultat laboratorija

X – referentna vrijednost

U_x – proširena nesigurnost rezultata laboratorija

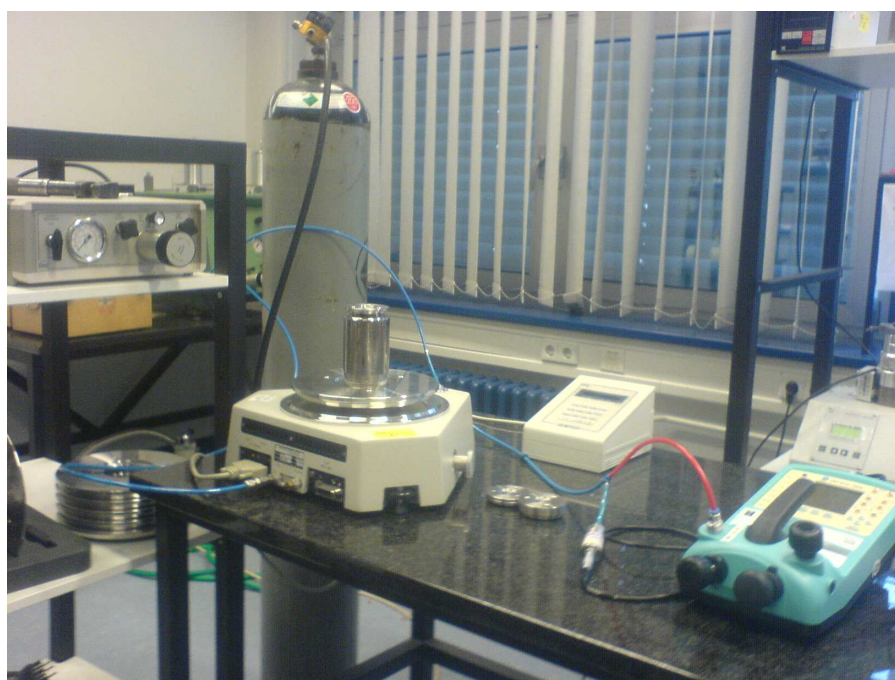
U_X – proširena nesigurnost referentne vrijednosti

interpretacija E_n vrijednosti:

- $|E_n| \leq 1$ zadovoljavajuće
- $|E_n| > 1$ nezadovoljavajuće

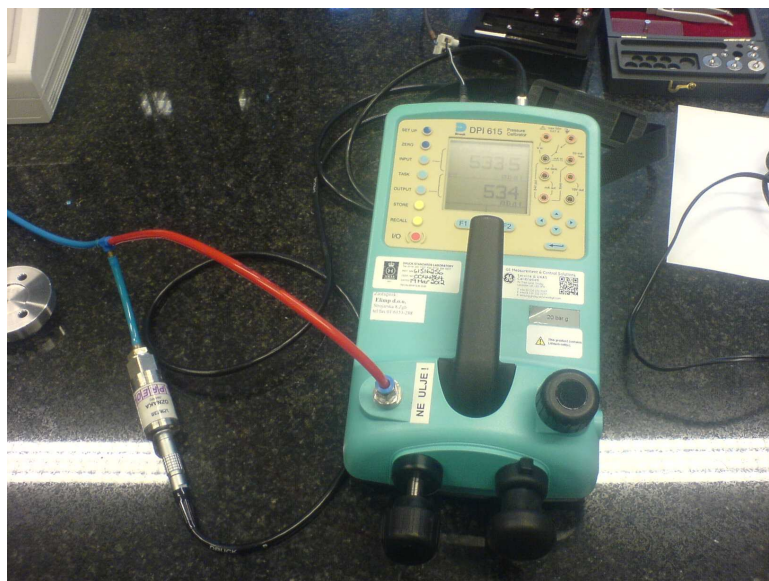
4. POSTUPAK MJERENJA

Referentni laboratorij u ovoj međulaboratorijskoj usporedbi je bio Laboratorij za procesna mjerenja (LPM) na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Zadaća referentnog laboratorija u postupku međulaboratorijske usporedbe jest da odredi uvjete usporedbe, uređaj na kojem se vrše mjerenja, metodu mjerenja i smjernice za ostale laboratorije. Postupak mjerenja u referentnom laboratoriju se provodio prema smjernicama DKD-R 6-1. Odabran je B tip mjerenja. Kao etalon je odabrana tlačna vaga TLVAG-09. Na slici je prikazana mjerna linija referentnog laboratorija sa tlačnom vagom i pretvornikom tlaka sa kalibratorom.



Slika 10. Mjerna linija referentnog laboratorija

Predmet umjeravanja je pretvornik tlaka sa kalibratorom DPI 615 u mjernom području od 0 do 1 bar.



Slika 11. Pretvornik tlaka s kalibratorom DPI 615

U međulaboratorijskoj usporedbi su uz referentni sudjelovala još četiri laboratorija sa kojima je dogovoren plan kruženja ispitnog tijela, te su im dostavljene upute za provođenje mjerenja. Svi laboratoriji su izvršili mjerenja u jedanaest mjernih točaka (0, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000 mbar). Svaki laboratorij je proveo dva uzlazna i jedno silazno mjerenje. Radila se kružna usporedba, što znači da su mjerenja počela u referentnom laboratoriju, zatim su obavljena u ostalim laboratorijima da bi se završno mjerenje obavilo u referentnom laboratoriju.

U međulaboratorijskoj usporedbi su sudjelovali sljedeći laboratoriji:

- Petrokemija d.d.
- MARUS–ATM d.o.o.
- Metron Instruments d.o.o.
- BMB Laboratorij Brcković d.o.o.

Plan kruženja:

Redni broj	Laboratorij	Datum mjerenja
1	LPM	07.05.2012.
2	Petrokemija d.d.	18.05.2012.
3	MARUS-ATM d.o.o.	24.05.2012.
4	Metron Instruments d.o.o.	25.05.2012.
5	BMB Laboratorij Brcković d.o.o.	19.06.2012.
6	LPM	05.09.2012.

Tablica 4. Plan kruženja

U sljedećoj tablici prikazani su uvjeti umjeravanja:

Fizikalna vrijednost koja se mjeri	Tlak
Mjerno područje	0-1 bar
Mjerne točke	0,100,200,300,400,500,600,700,800,900,1000 mbar
Tlačni medij	Dušik
Tip usporedbe	Kružna
Mjerna procedura	DKD-R 6-1
Predmet umjeravanja	Pretvornik tlaka s kalibratorom DPI 615
Proizvođač	Druck
Tvornički broj	1947034
Podjela skale	0,1 mbar
Razred točnosti	0,025% F.G.

Tablica 5. Uvjeti umjeravanja

5. REZULTATI MJERENJA

U nastavku su prikazani rezultati mjerenja pojedinih laboratorija u tablicama. Laboratoriji su označeni brojkama od jedan do četiri. Redoslijed laboratorija nužno ne odgovara redoslijedu stvarnih mjerenja.

5.1. Laboratorij za procesna mjerenja – LPM

Podaci o umjeravanom mjerilu tlaka:

- Vrsta mjerila: Pretvornik tlaka s indikacijom
- Mjerno područje: 0-1 bar
- Razred točnosti: 0,03%
- Dopušteno odstupanje: 0,3 mbar
- Podjela skale: 0,1 mbar
- Jedinica tlaka: mbar

Podaci o etalonu:

- Naziv etalona: Tlačna vaga „Budenberg“
- Interna oznaka: TLVAG-09
- Nesigurnost etalona: $0,5 \cdot 10^{-4} \cdot p$
- Sljedivost: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

Umjerna procedura:

Instrument je umjeren pomoću etalonskih mjernih sustava Laboratorija za procesna mjerenja. Korištena je interna procedura umjeravanja metodom usporedbe CPTL-02 temeljena na DKD-R6-1 (Tip B) proceduri.

Uvjeti okoliša:

- Temperatura okoline: 22,2 °C
- Tlak okoline 1019 mbar
- Rel. vlažnost zraka: 34 %

LPM									
Red. br.	tlak etalona	Očitavanje			Srednja vrijednost	Mjerni odmak	Ponovljivost	Histereza	Mjerna nesig.
	p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M3-M1	M2-M1	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	0,00	0,0	0,0	0,0	0,0	0,03	0,0	0,0	0,057
2	100,00	100,1	100,1	100,1	100,1	0,10	0,0	0,0	0,058
3	200,00	200,2	200,2	200,2	200,2	0,20	0,0	0,0	0,059
4	300,00	300,2	300,3	300,2	300,3	0,25	0,1	0,1	0,083
5	400,00	400,3	400,4	400,3	400,4	0,35	0,1	0,1	0,062
6	500,00	500,4	500,4	500,4	500,4	0,42	0,0	0,0	0,064
7	600,00	600,5	600,5	600,5	600,5	0,50	0,0	0,0	0,067
8	700,00	700,6	700,6	700,6	700,6	0,60	0,0	0,0	0,070
9	800,00	800,6	800,7	800,7	800,7	0,67	0,1	0,0	0,093
10	900,00	900,7	900,7	900,8	900,8	0,75	0,1	0,0	0,096
11	1000,00	1000,8	1000,8	1000,8	1000,8	0,82	0,0	0,0	0,1

Tablica 6. Rezultati mjerenja LPM

5.2. Laboratorij 1

Podaci o predmetu umjeravanja:

- Naziv mjernog uređaja: Pretvornik tlaka
- Proizvođač: Druck
- Mjerno područje: 0-1 bar
- Rezolucija: 0,0001 bar

Podaci o etalonu:

- Naziv etalona: Tlačna vaga sa zrakom „Budenberg“, tip 452
- Interna oznaka: INAK-401/3
- Mjerno područje: 0,1 – 7 bar
- Nesigurnost etalona: $3 \cdot 10^{-4} \cdot p$
- Sljedivost: FSB/LPM 2-0120/09-11

Uvjeti okoliša:

- Temperatura okoline: 21,7 °C
- Tlak okoline 1006,2 mbar
- Rel. vlažnost zraka: 41,5 %

Umjerni postupak:

Primjenjen je potpuni postupak umjeravanja po uputi 03-08-1-5-9-435 koji se temelji na EURAMET/cg-17/v01. Umjeravanje je obavljeno s etalonima čija je sljedivost prema međunarodnim/nacionalnim etalonima provjerena s etalonima akreditiranih laboratorija.

Laboratorij 1								
Red. br.	Trak etalona	Očitanje			Srednja vrijednost	Odstupanje	Histereza	Mjerna nesig.
	p_e	M1	M2		M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M1-M2	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]		[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	0,00	0,0	0,0		0,0	0,00	0,0	0,21
2	100,00	100,1	100,1		100,1	0,10	0,0	0,22
3	200,00	200,2	200,2		200,2	0,20	0,0	0,22
4	300,00	300,3	300,3		300,3	0,30	0,0	2
5	400,00	400,3	400,3		400,3	0,30	0,0	0,22
6	500,00	500,4	500,4		500,4	0,40	0,0	0,22
7	600,00	600,5	600,5		600,5	0,50	0,0	0,22
8	700,00	700,5	700,6		700,6	0,55	-0,1	0,23
9	800,00	800,6	800,6		800,6	0,60	0,0	0,25
10	900,00	900,7	900,7		900,7	0,70	0,0	0,28
11	1000,00	1000,7	1000,7		1000,7	0,70	0,0	0,31

Tablica 7. Rezultati mjerenja Laboratorij 1

5.3. Laboratorij 2

Podaci o predmetu umjeravanja:

- Naziv mjernog uređaja: Kalibrator tlaka s eksternim pretvornikom
- Proizvođač: Druck
- Tip: DPI 615
- Serijski broj: 1947034
- Mjerno područje: 0-1 bar
- Razred točnosti: 0,025%
- Podjela skale: 0,1 bar

Podaci o etalonu:

- Naziv etalona: Kalibrator tlaka MicroCal20 IS, Eurotron,
- serijski broj: 146216
- Sljedivost: Potvrda o umjeravanju A-1175/12-05, BMB Laboratorij Brcković, Hrvatska akreditacijska agencija 2275
- Tlačni medij: zrak

Uvjeti okoliša:

- Temperatura okoline: 25,2 °C
- Tlak okoline 1015 hPa
- Rel. vlažnost zraka: 49 %

Umjerni postupak:

Umjeravanje je obavljeno prema akreditiranom postupku PS-05/09 umjeravanja mjerila tlaka. Postupak je sukladan uputom EURAMET/cg-17/v.02 Guidelines on the Calibration of Electromechanical Manometers i DKD-R 6-1 Calibration of Pressure Gauges, procedurom B u 11 točaka.

Laboratorij 2									
Red. br.	Tlak etalona	Očitanje			Srednja vrijednost	Mjerni odmak	Ponovljivost	Histereza	Mjerna nesig.
	p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M3-M1	M2-M1	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	0,00	0,0	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	0,0	1,00
2	100,00	100,0	100,1	100,0	100,03	0,03	0,0	0,1	1,00
3	200,00	200,1	200,1	200,1	200,10	0,10	0,0	0,0	1,00
4	300,00	300,1	300,2	300,1	300,13	0,13	0,0	0,1	1,00
5	400,00	400,1	400,2	400,2	400,17	0,17	0,1	0,1	1,00
6	500,00	500,2	500,3	500,3	500,27	0,27	0,1	0,1	1,00
7	599,98	600,3	600,3	600,4	600,33	0,35	0,1	0,0	1,00
8	700,00	700,3	700,3	700,4	700,33	0,33	0,1	0,0	1,00
9	800,02	800,4	800,4	800,4	800,40	0,38	0,0	0,0	1,00
10	900,03	900,5	900,5	900,5	900,50	0,47	0,0	0,0	1,00
11	1000,05	1000,5	1000,5	1000,6	1000,53	0,48	0,1	0,0	1,00

Tablica 8. Rezultati mjerenja Laboratorij 2

5.4. Laboratorij 3

Podaci o predmetu umjeravanja:

- Predmet umjeravanja: pretvornik tlaka s kalibratorom
- Proizvođač: Druck
- Tip: DPI 615
- Serijski broj: 1947034
- Mjerno područje: 0 - 1 bar
- Razred točnosti: 0,025%

- Podjela skale: 0,1 bar

Podaci o etalonu:

- Naziv etalona: digitalni pretvornik tlaka „WIKA“
- Serijski broj 5214405
- Mjerni opseg: 0 - 2,5 bar
- Nesigurnost: 0,00125 bar
- Sljedivost: DKD-K-03701
- Tlačni medij: zrak

Uvjeti okoliša:

- Temperatura okoline: 23,9 °C
- Tlak okoline 1002 mbar

Umjerni postupak:

Za umjeravanje je korištena preporuka DAkKS-DKD-R 6-1 – tip B

Laboratorij 3									
Red. br.	Tlak etalona	Očitavanje			Srednja vrijednost	Mjerni odmak	Ponovljivost	Histereza	Mjerna nesig.
	p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M3-M1	M2-M1	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	-0,30	0,0	0,0	0,0	0,00	-0,30	0,0	0,0	1,251
2	100,00	100,1	100,2	100,1	100,10	-0,10	0,0	0,1	1,252
3	200,00	200,0	200,0	200,0	200,00	0,00	0,0	0,0	1,251
4	300,00	299,9	299,8	299,9	299,89	0,11	0,0	0,1	1,252
5	400,00	399,9	400,0	399,8	399,89	0,11	0,1	0,1	1,253
6	500,00	499,9	499,9	499,8	499,86	0,14	0,1	0,0	1,252
7	600,00	599,7	599,7	599,6	599,68	0,32	0,1	0,0	1,252
8	700,00	699,7	699,7	699,6	699,67	0,33	0,1	0,0	1,252
9	800,00	799,6	799,6	799,6	799,57	0,43	0,0	0,0	1,251
10	900,00	899,6	899,6	899,5	899,54	0,46	0,1	0,0	1,252
11	1000,00	999,6	999,5	999,5	999,48	0,52	0,1	0,1	1,253

Tablica 9. Rezultati mjerenja Laboratorij 3

5.5. Laboratorij 4

Podaci o predmetu umjeravanja:

- Naziv mjernog uređaja: El. pretvornik tlaka sa pokazivačem 0/1000 mbar
- Proizvođač: Druck
- Tip: DPI 615/TLPRE04
- Serijski broj: 1947034
- Mjerno područje: 0-1 bar
- Razred točnosti: 0,025%
- Podjela skale: 0,1 bar

Podaci o etalonu:

- Naziv etalona: Tlačna vaga DH-Budenberg 15/1000 mbar, tip 551
- Mjerna nesigurnost $1,5 \cdot 10^{-4} \cdot p$
- Sljedivost: naljepnica N 883-09-02
- Tlačni medij: dušik

Uvjeti okoliša:

- Temperatura okoline: 20,2 °C
- Tlak okoline 1006,4 hPa
- Rel. vlažnost zraka: 48,5 %

Umjerni postupak:

Predmet je umjeravan prema odobrenom postupku UP13 sukladnom sa Uputom DKD-R 6-1, Umjeravanje mjerila tlaka.

Laboratorij 4									
Red. br.	Trak etalona	Očitanje			Srednja vrijednost	Mjerni odmak	Ponovljivost	Histereza	Mjerna nesig.
	p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M3-M1	M2-M1	U
	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
1	0,00	0,0	0,0	0,0	0,00	0,00	0,0	0,0	0,10
2	100,00	100,1	100,1	100,1	100,10	0,10	0,0	0,0	0,10
3	200,00	200,1	200,1	200,1	200,10	0,10	0,0	0,0	0,10
4	300,00	300,2	300,2	300,2	300,20	0,20	0,0	0,0	0,10
5	400,00	400,3	400,3	400,3	400,30	0,30	0,0	0,0	0,10
6	500,00	500,3	500,4	500,4	500,37	0,37	0,1	0,1	0,12
7	600,00	600,4	600,5	600,5	600,47	0,47	0,1	0,1	0,13
8	700,00	700,5	700,5	700,5	700,50	0,50	0,0	0,0	0,14
9	800,00	800,6	800,6	800,6	800,60	0,60	0,0	0,0	0,16
10	900,00	900,6	900,6	900,6	900,60	0,60	0,0	0,0	0,18
11	1000,00	1000,7	1000,7	1000,7	1000,70	0,70	0,1	0,0	0,20

Tablica 10. Rezultati mjerenja Laboratorij 4

6. ANALIZA REZULTATA MJERENJA

Rezultati mjerenja će biti prikazani pomoću E_n vrijednosti, kako bi se na objektivan način mogli utvrditi jesu li rezultati laboratorija u skladu sa referentnom vrijednošću. E_n vrijednost pokazuje koliko su blizu rezultati laboratorija u odnosu na referentnu vrijednost uzimajući u obzir nesigurnost rezultata i referentne vrijednosti.

Formula za računanje E_n vrijednosti:

$$E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{(U_x^2 + U_X^2)}}$$

gdje je:

E_n – E_n vrijednost

x – rezultat laboratorija

X – referentna vrijednost

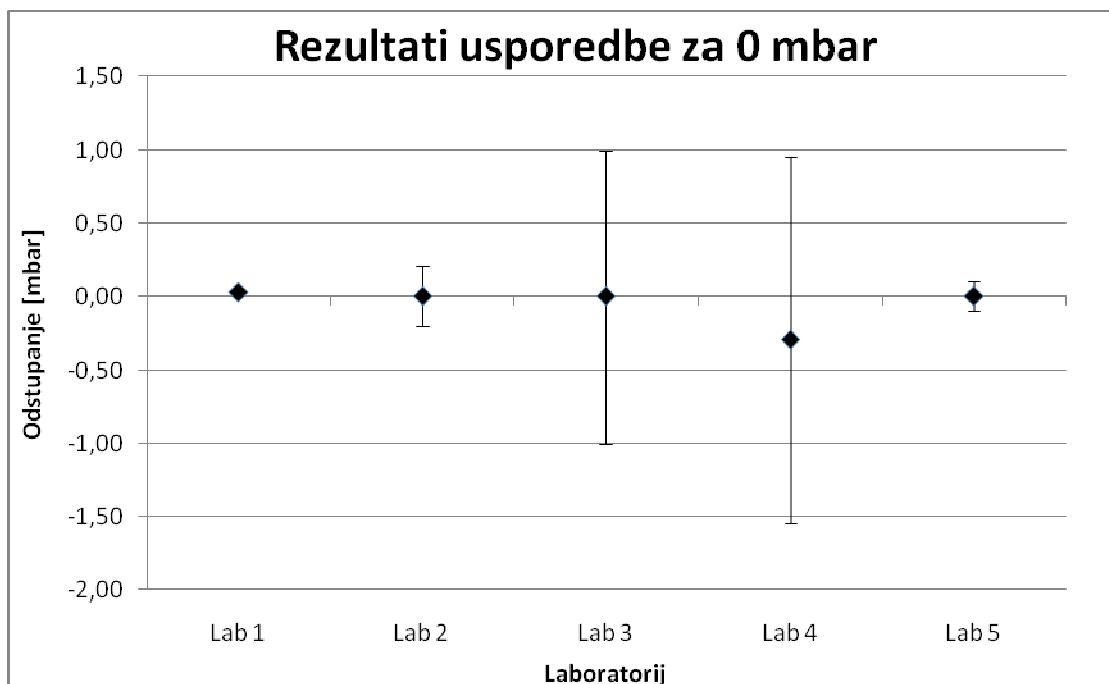
U_x – proširena nesigurnost rezultata laboratorija

U_X – proširena nesigurnost referentne vrijednosti

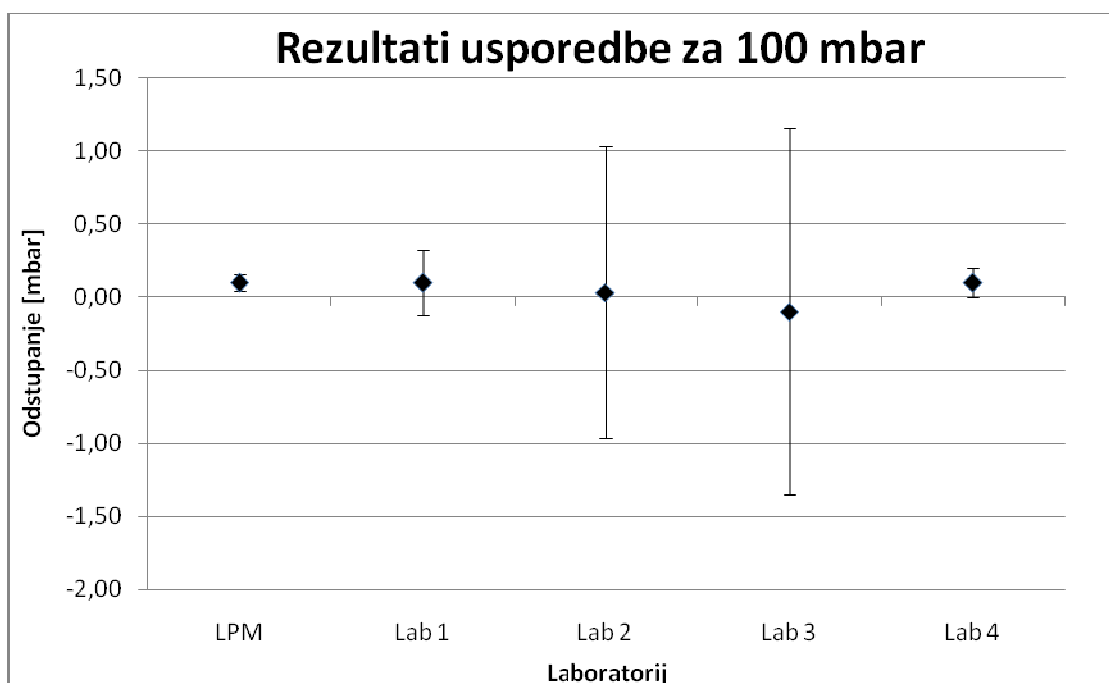
interpretacija E_n vrijednosti:

- $|E_n| \leq 1$ zadovoljavajuće
- $|E_n| > 1$ nezadovoljavajuće

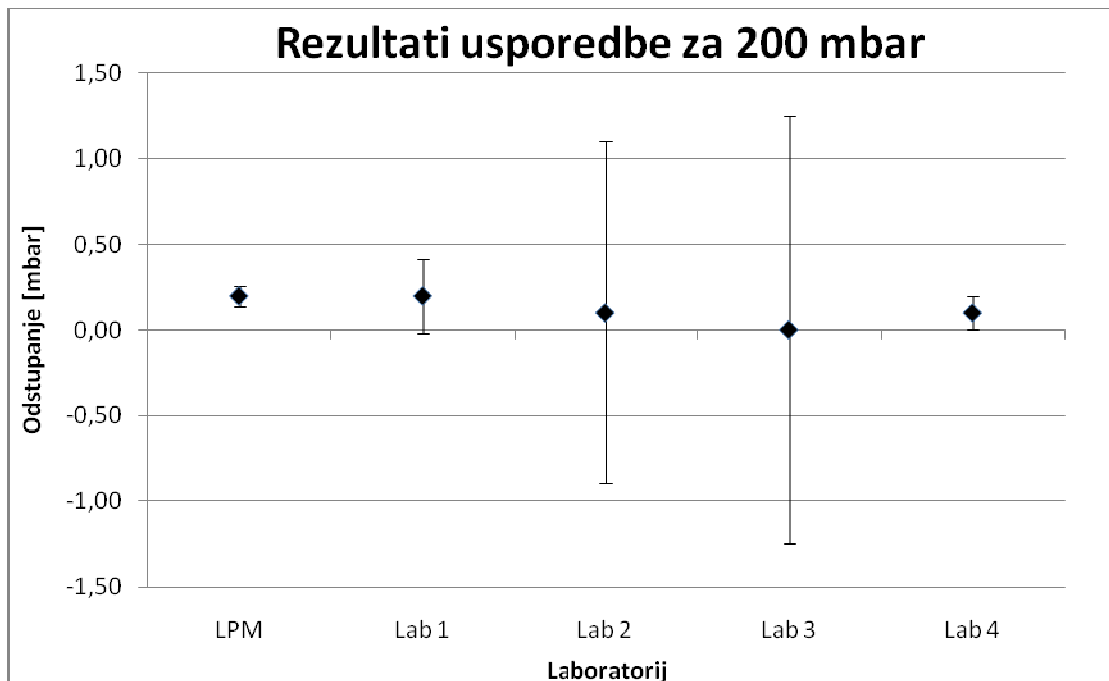
Odstupanja mjernih laboratorija koji su sudjelovali u međulaboratorijskom uspoređivanju će biti prikazana grafički u sljedećim dijagramima.



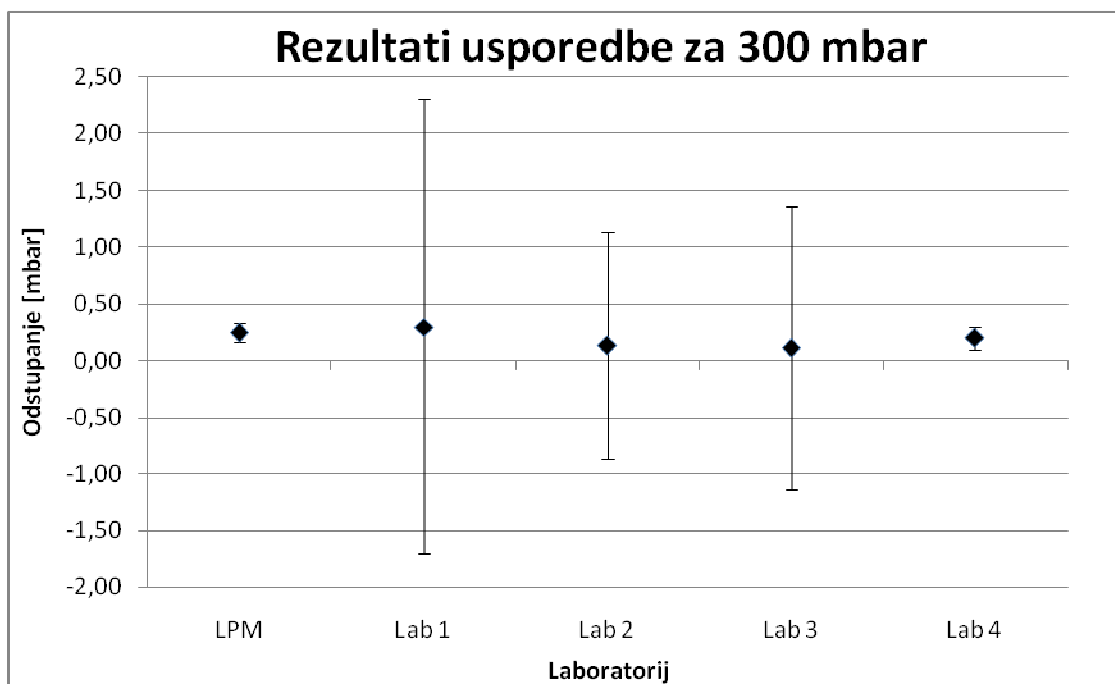
Slika 12. Odstupanje za 0 mbar



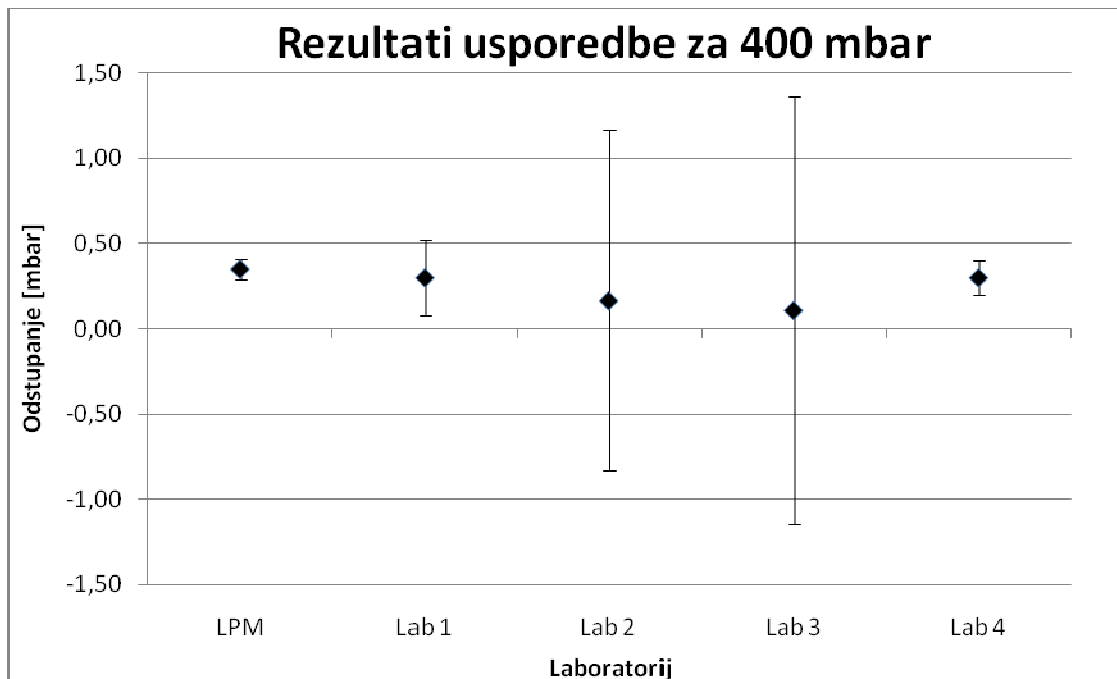
Slika 13. Odstupanje za 100 mbar



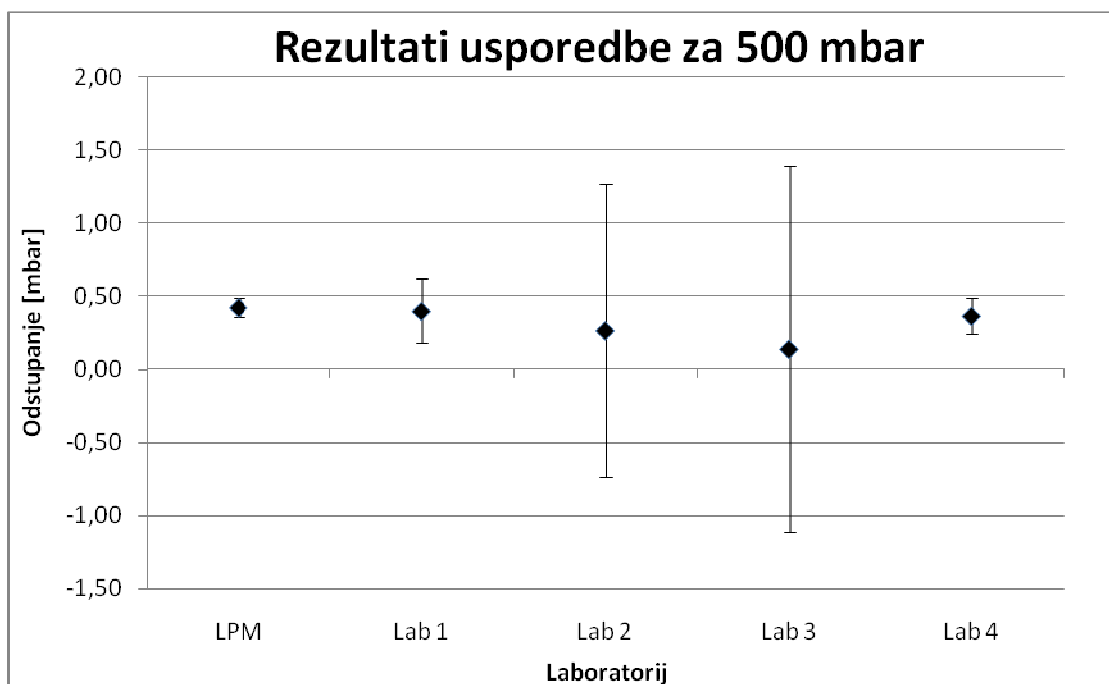
Slika 14. Odstupanje za 200 mbar



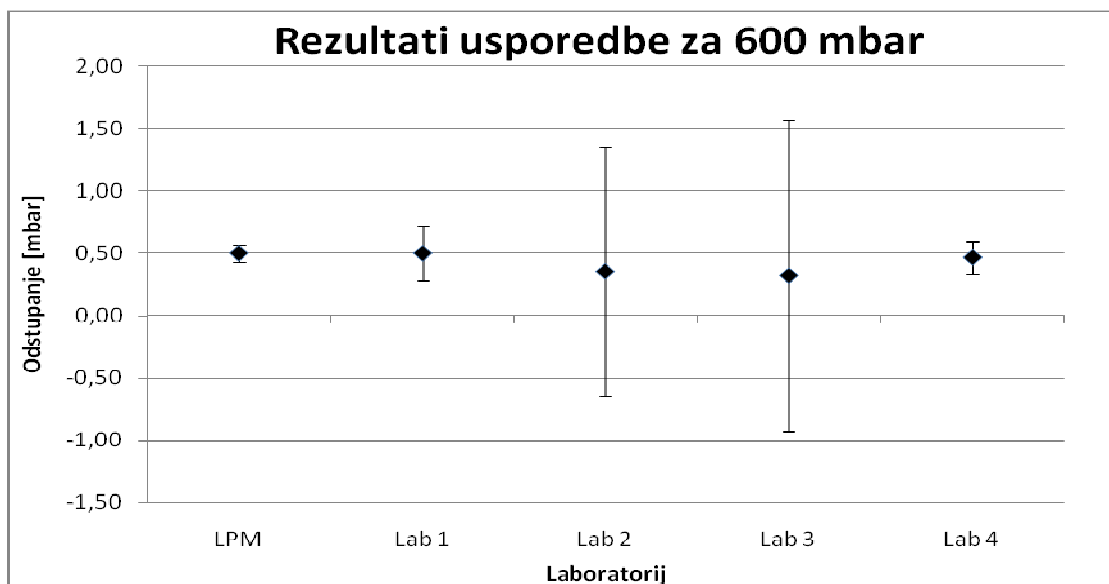
Slika 15. Odstupanje za 300 mbar



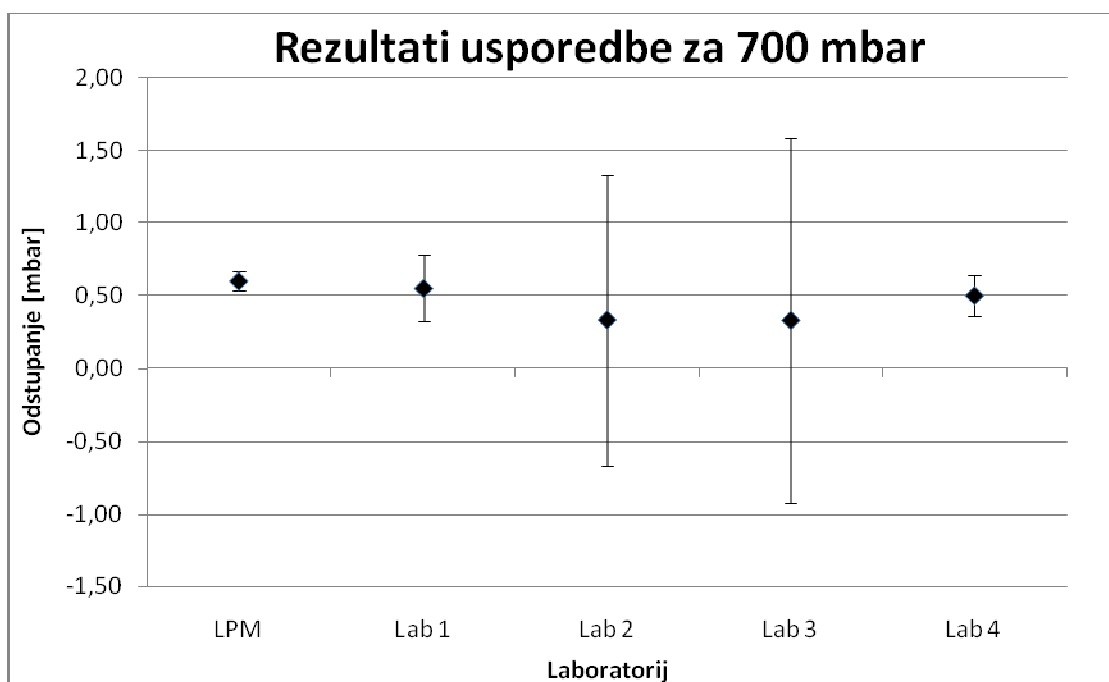
Slika 16. Odstupanje za 400 mbar



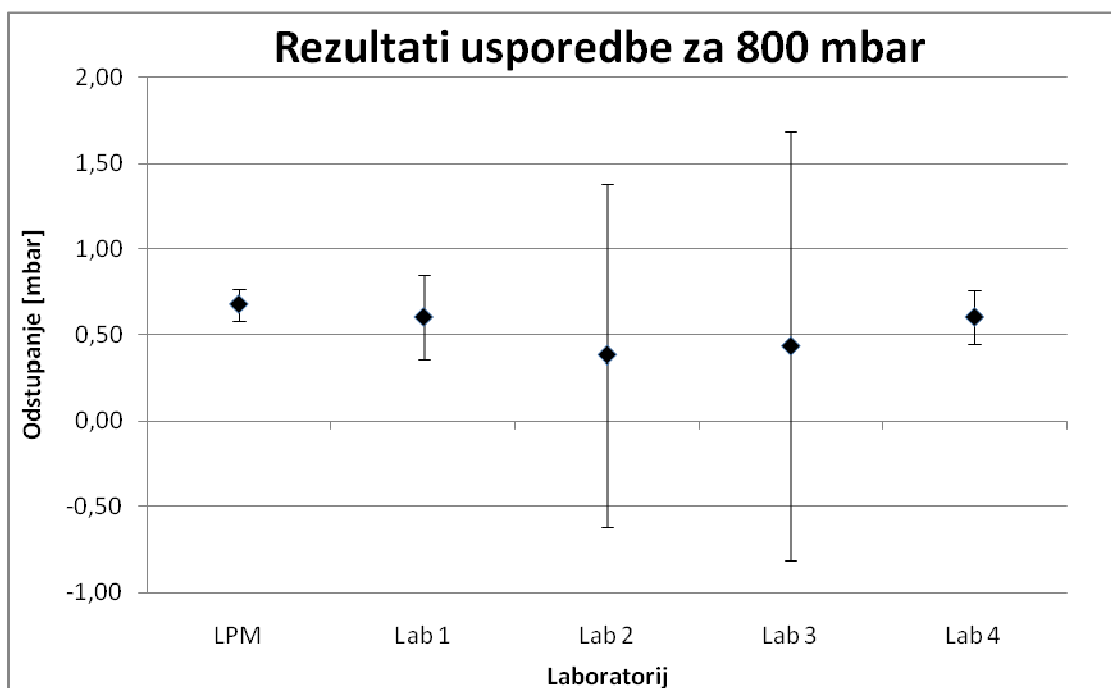
Slika 17. Odstupanje za 500 mbar



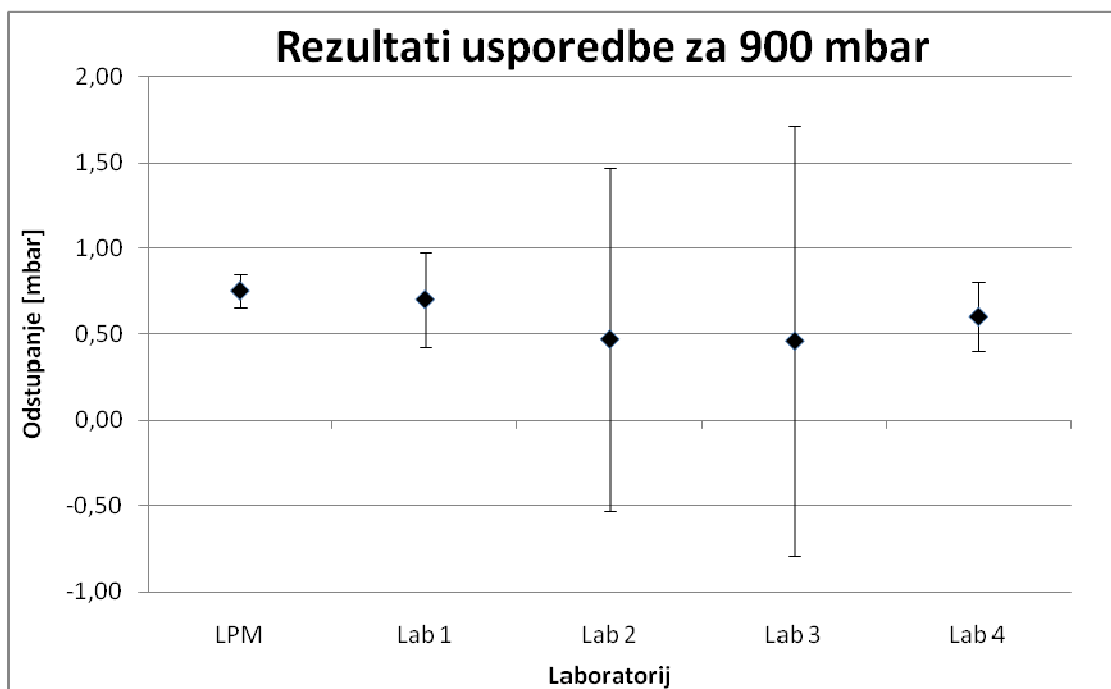
Slika 18. Odstupanje za 600 mbar



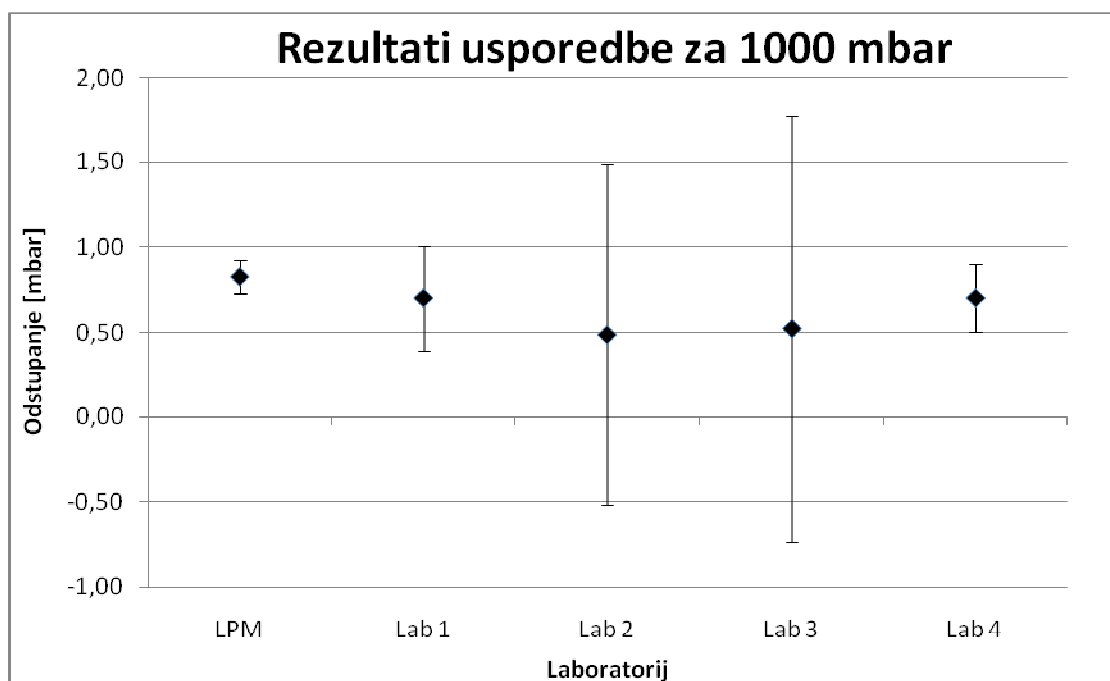
Slika 19. Odstupanje za 700 mbar



Slika 20. Odstupanje za 800 mbar



Slika 21. Odstupanje za 900 mbar



Slika 22. Odstupanje za 1000 mbar

Tablice E_n vrijednosti:

E _n vrijednosti za Laboratorij 1					
Tlak	Odstupanje	Odstupanje	Mjerna nesigurnost	Mjerna nesigurnost	E _n vrijednost
p _e	Δp _{LAB1}	Δp _{LPM}	U _{LAB1}	U _{LPM}	
[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
0	0,00	0,03	0,21	0	-0,11905
100	0,10	0,10	0,22	0,058	0
200	0,20	0,20	0,22	0,059	0
300	0,30	0,25	2	0,083	0,024978
400	0,30	0,35	0,22	0,062	-0,21875
500	0,40	0,42	0,22	0,064	-0,10911
600	0,50	0,50	0,22	0,067	0
700	0,55	0,60	0,23	0,07	-0,20797
800	0,60	0,67	0,25	0,093	-0,28118
900	0,70	0,75	0,28	0,096	-0,16892
1000	0,70	0,82	0,31	0,1	-0,38375

Tablica 11. E_n vrijednosti za Laboratorij 1

E _n vrijednosti za Laboratorij 2					
Tlak	Odstupanje	Odstupanje	Mjerna nesigurnost	Mjerna nesigurnost	E _n vrijednost
p _e	Δp _{LAB2}	Δp _{LPM}	U _{LAB2}	U _{LPM}	
[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
0	0,00	0,03	1,00	0	-0,025
100	0,10	0,10	1,00	0,058	0
200	0,20	0,20	1,00	0,059	0
300	0,30	0,25	1,00	0,083	0,049829
400	0,30	0,35	1,00	0,062	-0,0499
500	0,40	0,42	1,00	0,064	-0,02495
600	0,50	0,50	1,00	0,067	0
700	0,55	0,60	1,00	0,07	-0,04988
800	0,60	0,67	1,00	0,093	-0,07468
900	0,70	0,75	1,00	0,096	-0,04977
1000	0,70	0,82	1,00	0,1	-0,12438

Tablica 12. E_n vrijednosti za Laboratorij 2

E _n vrijednosti za Laboratorij 3					
Tlak	Odstupanje	Odstupanje	Mjerna nesigurnost	Mjerna nesigurnost	En vrijednost
p _e	Δp _{LAB3}	Δp _{LPM}	U _{LAB3}	U _{LPM}	
[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
0	-0,30	0,03	1,25	0	-0,2597922
100	-0,10	0,10	1,25	0,058	-0,1595733
200	0,00	0,20	1,25	0,059	-0,1596946
300	0,11	0,25	1,25	0,083	-0,1115762
400	0,11	0,35	1,25	0,062	-0,1913062
500	0,14	0,42	1,25	0,064	-0,227339
600	0,32	0,50	1,25	0,067	-0,1435645
700	0,33	0,60	1,25	0,07	-0,2153187
800	0,43	0,67	1,25	0,093	-0,1953044
900	0,46	0,75	1,25	0,096	-0,2309515
1000	0,52	0,82	1,25	0,1	-0,2426443

Tablica 13. E_n vrijednosti za Laboratorij 3

E _n vrijednosti za Laboratorij 4					
Tlak	odstupanje	odstupanje	Mjerna nesigurnost	Mjerna nesigurnost	E _n vrijednost
p _e	Δp _{LAB4}	Δp _{LPM}	U _{LAB4}	U _{LPM}	
[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
0	0,00	0,03	0,10	0	-0,25
100	0,10	0,10	0,10	0,058	-1,229E-13
200	0,20	0,20	0,10	0,059	-0,8612693
300	0,30	0,25	0,10	0,083	-0,3847406
400	0,30	0,35	0,10	0,062	-0,4249513
500	0,40	0,42	0,12	0,064	-0,4289216
600	0,50	0,50	0,13	0,067	-0,2279206
700	0,55	0,60	0,14	0,07	-0,6388766
800	0,60	0,67	0,16	0,093	-0,4052633
900	0,70	0,75	0,18	0,096	-0,7352941
1000	0,70	0,82	0,20	0,1	-0,559017

Tablica 14. E_n vrijednosti za Laboratorij 4

E _n vrijednosti za sve laboratorije				
Tlak	E _n Lab 1	E _n Lab 2	E _n Lab 4	E _n Lab 4
[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]	[mbar]
0	-0,11905	-0,025	-0,2597922	-0,25
100	0	0	-0,1595733	-1,229E-13
200	0	0	-0,1596946	-0,8612693
300	0,024978	0,049829	-0,1115762	-0,3847406
400	-0,21875	-0,0499	-0,1913062	-0,4249513
500	-0,10911	-0,02495	-0,227339	-0,4289216
600	0	0	-0,1435645	-0,2279206
700	-0,20797	-0,04988	-0,2153187	-0,6388766
800	-0,28118	-0,07468	-0,1953044	-0,4052633
900	-0,16892	-0,04977	-0,2309515	-0,7352941
1000	-0,38375	-0,12438	-0,2426443	-0,559017

Tablica 15. E_n vrijednosti za sve laboratorije

Iz tablica se vidi da su sve E_n vrijednosti zadovoljavajuće.

7. ZAKLJUČAK

Ciljevi ovog rada bili su prikazivanje postupka umjeravanja pretvornika tlaka s kalibratorom prema smjernicama iz DKD-R 6-1, tip B, u kontekstu kružne međulaboratorijske usporedbe, te analiza dobivenih rezultata.

U međulaboratorijskoj usporedbi su uz referentni sudjelovala još četiri laboratorija. Svi laboratoriji su izvršili potrebna mjerenja i uredno poslali mjerne rezultate.

Usporedba je započela mjerenjem u referentnom laboratoriju 07.05.2012., a završila mjerenjem u istom laboratoriju 05.09.2012., nakon što su mjerenja izvršena u ostalim laboratorijima unutar tog vremenskog perioda.

Analizom mjernih rezultata iz svih laboratorija utvrđeno je da su svi rezultati zadovoljavajući, jer su E_n vrijednosti za sve rezultate manje od jedan (to je uvjet da rezultati budu zadovoljavajući).

U slučaju kada međulaboratorijska ispitivanja pokažu da laboratorij nije zadovoljio kriterij prihvatljivosti, važno je pokrenuti popravne radnje uz analizu uzroka: umjeriti postojeću opremu, provjeriti metodu kontrolnim uzorkom, ponovno sudjelovati u međulaboratorijskom ispitivanju.

LITERATURA

- [1] Vuković, M.: Metrologija ukratko, DZNM, Zagreb, 2000.
- [2] Molnar, M.: Mjeriteljstvo ukratko, DZNM, Zagreb, 2010.
- [3] Nacionalna strategija za mjeriteljstvo, 2007.
- [4] Zvizdić, D., Grgec Bermanec, L.: Predavanja iz kolegija toplinska i procesna mjerenja (mjerenja u energetici), FSB-LPM, 2010./2011.
- [5] Zvizdić, D., Grgec Bermanec, L.: Vježbe iz kolegija toplinska i procesna mjerenja (mjerenja u energetici), FSB-LPM, 2010./2011.
- [6] Galović, A.: Termodinamika 1, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2004
- [7] DKD-R-6-1, Guideline (Calibration of Pressure Gauges), Edition 01/2003
- [8] EAL-P7, EAL Interlaboratory Comparisons, edition 1, 1996.
- [9] EA-4/02 Izražavanje mjerne nesigurnosti pri umjeravanju, DZM, Zagreb, 2008.
- [10] EA-2/10 EA policy for participation in National and International Proficiency Testing Activities
- [11] EA-2/03, EA međulaboratorijske usporedbe, Zagreb, 2000
- [12] EA-2/07, Strategija EAL-a za postizanje usporedivosti rezultat u umjeravanju i ispitivanju, Zagreb, 2000
- [13] Mudronja, V., Runje, B.: Predavanja iz kolegija Mjeriteljstvo, Laboratorij za precizna mjerenja dužine (LFSB), 2011./2012.
- [14] EURAMET/cg-17/v.01 Guidelines on the Calibration of Electromechanical Manometers, July 2007
- [15] Iavetz, R.: Statistical manual – Chemical Proficiency Testing, AG-NMI, 2012.
- [16] Vuković, M.: Metrologija ukratko, DZNM, Zagreb, 2000.
- [17] Pavlović, B.: Razvoj etalonskog mjernog sustava za male protoke plina, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2000.