

Međulaboratorijska usporedba rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama do 10 MPa

Kučko, Lavoslav

Master's thesis / Diplomski rad

2018

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:235:045499>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-31**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Lavoslav Kučko

Zagreb, 2018.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

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

Student:

Lavoslav Kučko

Zagreb, 2018.

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

Zahvaljujem se prof. dr. sc. Lovorki Grgec Bermanec na strpljenju i pruženoj pomoći tijekom izrade rada. Zahvaljujem se i g. Alenu Jurišincu za pomoć prilikom provedbe mjerenja.

Lavoslav Kučko



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



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

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

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Lavoslav Kučko** Mat. br.: 0035186185

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Međulaboratorijska usporedba rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama do 10 MPa**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Interlaboratory comparison of pressure measurements on gas deadweight testers up to 10 MPa**

Opis zadatka:

Mjerenje i umjeravanje je proces koji zahtijeva stalno potvrđivanje rezultata i iskazanih mjernih nesigurnosti. S ciljem otkrivanja sustavnih pogrešaka, dokazivanja mjeriteljskih sposobnosti te dobivanja i održavanja akreditacije, umjerni laboratoriji uvode odgovarajuće mjere osiguranja kvalitete rezultata kao što su: sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama, ponavljanje mjerenja, praćenje i ocjenjivanje rezultata umjeravanja.

Svrha ovog rada je organizirati, provesti i analizirati međulaboratorijsku usporedbu umjernih laboratorija za tlak koji koriste plinske tlačne vage kao etalone. U radu koristiti etalonsku mjernu opremu Laboratorija za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (FSB-LPM).

Potrebno je izraditi:

- Pregled osnova mjerenja tlaka plinskim tlačnim vagama.
- Pregled normi i uputa za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata.
- Protokol usporedbe za tlak u području 0 do 10 MPa.
- Opis provedenih mjerenja u laboratorijima koji sudjeluju.
- Opis provedenih mjerenja u FSB-LPM-u i procjenu mjerne nesigurnosti.
- Analizu rezultata usporedbe određivanjem En vrijednosti.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

3. svibnja 2018.

Datum predaje rada:

5. srpnja 2018.

Predvideni datum obrane:

11., 12. i 13. srpnja 2018.

Zadatak zadao:

Izv. prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Predsjednica Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Tanja Jurčević Lulić

SADRŽAJ

| | |
|---|-----|
| SADRŽAJ | I |
| POPIS SLIKA | III |
| POPIS TABLICA..... | IV |
| POPIS OZNAKA | V |
| SAŽETAK..... | VI |
| SUMMARY | VII |
| 1. UVOD..... | 1 |
| 1.1. Tlak | 1 |
| 1.2. Mjeriteljstvo | 2 |
| 2. TLAČNE VAGE | 4 |
| 2.1. Princip rada | 5 |
| 2.2. Podjela..... | 6 |
| 2.3. Proračun efektivnog tlaka | 8 |
| 3. PRAVILA UMJERAVANJA MJERILA TLAKA | 10 |
| 3.1. Metode umjeravanja..... | 10 |
| 4. MEĐULABORATORIJSKE USPOREDBE | 15 |
| 4.1. Općenito o međulaboratorijskim usporedbama | 15 |
| 4.2. Mjerna nesigurnost..... | 20 |
| 4.3. Norme..... | 23 |
| 5. PROTOKOL BILATERALNE MEĐULABORATORIJSKE USPOREDBE | 25 |
| 5.1. Tehnički protokol za bilateralnu međulaboratorijsku usporedbu rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama u rasponu do 7 MPa | 26 |
| 5.1.1. Sažetak | 26 |
| 5.1.2. Opseg | 26 |
| 5.1.3. Sudjelujući laboratoriji..... | 27 |
| 5.1.4. Oprema..... | 27 |
| 5.1.5. Kruženje prijenosnog standarda..... | 29 |
| 5.1.6. Metode mjerenja i upute | 29 |

| | |
|---|----|
| 5.1.7. Rezultati | 30 |
| 5.1.8. Troškovi | 30 |
| 6. OPIS PROVEDENIH MJERENJA I REZULTATI..... | 31 |
| 6.1. Mjerenja u pilot laboratoriju | 31 |
| 6.1.1. Izračun efektivnog tlaka tlačne vage..... | 34 |
| 6.1.2. Rezultati mjerenja pilot laboratorija | 36 |
| 6.2. Mjerenja u sudjelujućem laboratoriju | 38 |
| 6.2.1. Rezultati mjerenja sudjelujućeg laboratorija | 39 |
| 7. ANALIZA REZULTATA | 43 |
| 8. ZAKLJUČAK..... | 45 |
| LITERATURA..... | 46 |
| PRILOZI..... | 47 |

POPIS SLIKA

| | | |
|-----------|--|----|
| Slika 1. | Kvalitativni prikaz tlakova | 2 |
| Slika 2. | Kategorije mjeriteljstva | 3 |
| Slika 3. | Sklop klip/cilindar | 4 |
| Slika 4. | Podjela tlačnih vaga prema konstrukciji sklopa klip/cilindar | 6 |
| Slika 5. | Područje primjene određene vrste tlačnih vaga..... | 7 |
| Slika 6. | Metoda A | 12 |
| Slika 7. | Detalj Z..... | 13 |
| Slika 8. | Metoda B | 13 |
| Slika 9. | Metoda C | 13 |
| Slika 10. | Kružni tip međulaboratorijske usporedbe | 17 |
| Slika 11. | Zvezdasti tip međulaboratorijske usporedbe..... | 17 |
| Slika 12. | Pretvornik tlaka Druck DPI 515 | 28 |
| Slika 13. | Mjerna linija - LPM..... | 31 |
| Slika 14. | Shema mjerne linije..... | 32 |
| Slika 15. | Mjerna linija - BMB | 38 |
| Slika 16. | Potvrda o umjeravanju, BMB (1/4)..... | 39 |
| Slika 17. | Potvrda o umjeravanju, BMB (2/4)..... | 40 |
| Slika 18. | Potvrda o umjeravanju, BMB (3/4)..... | 41 |
| Slika 19. | Potvrda o umjeravanju, BMB (4/4)..... | 42 |
| Slika 20. | Grafički prikaz odstupanja i mjernih nesigurnosti | 44 |

POPIS TABLICA

| | |
|---|----|
| Tablica 1. Metode umjeravanja | 12 |
| Tablica 2. Mjere kontrole kvalitete | 16 |
| Tablica 3. Kriteriji prihvatljivosti..... | 18 |
| Tablica 4. Uobičajene statistike za kvantitativne rezultate | 19 |
| Tablica 5. Podaci o sudjelujućim laboratorijima..... | 27 |
| Tablica 6. Tehnički podaci za pretvornik tlaka Druck DPI 515..... | 28 |
| Tablica 7. Raspored mjerenja | 29 |
| Tablica 8. Okolišni uvjeti | 32 |
| Tablica 9. Mjerne točke..... | 33 |
| Tablica 10. Podaci o etalonu | 34 |
| Tablica 11. Podaci o utezima | 35 |
| Tablica 12. Vrijednosti očitavanja | 36 |
| Tablica 13. Rezultati LPM | 37 |
| Tablica 14. Usporeba rezultata LPM / BMB | 43 |

POPIS OZNAKA

| Oznaka | Jedinica | Opis |
|-----------------|---------------------|--|
| A | m ² | površina |
| A ₀ | m ² | efektivna površina sklopa pri nultom tlaku |
| b | bar | obnovljivost |
| b' | bar | ponovljivost |
| c | N/m | površinska napetost |
| E _n | - | E _n vrijednost |
| F | N | sila |
| f ₀ | bar | odstupanje u ništici |
| g | m/s ² | gravitacijska konstanta |
| h | bar | histereza |
| h _g | m | visinska razlika etalonskog i ispitivanog sklopa |
| m _i | kg | masa i-tog utega |
| p | Pa | tlak |
| p _e | Pa | efektivni tlak |
| p _j | Pa | promjenjivi tlak |
| p _{ok} | Pa | tlak okoliša |
| t | °C | temperatura sklopa |
| t _{ok} | °C | temperatura okoliša |
| u | bar | standardna mjerna nesigurnost |
| U | bar | proširena mjerna nesigurnost |
| v | m ³ | volumen |
| α _c | °C ⁽⁻¹⁾ | koeficijent temperaturnog rastezanja cilindra |
| α _k | °C ⁽⁻¹⁾ | koeficijent temperaturnog rastezanja klipa |
| λ | bar ⁽⁻¹⁾ | koeficijent distorzije |
| Γ | m | opseg klipa |
| ρ _a | kg/m ³ | gustoća zraka okoline |
| ρ _f | kg/m ³ | gustoća radnog medija |
| ρ _{mi} | kg/m ³ | gustoća i-tog utega |
| θ | rad | kut nagiba osi klipa u odnosu na vertikalu |

SAŽETAK

U okviru ovog rada, dani su pregled osnova mjerenja tlaka plinskim tlačnim vagama, pravila umjeravanja mjernih instrumenata te pregled normi i uputa za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata zajedno s konceptom određivanja mjerne nesigurnosti. Osim toga, prikazan je protokol za međulaboratorijsku usporedbu. Rad opisuje provedbu bilateralne međulaboratorijske usporedbe rezultata mjerenja tlaka u rasponu od 0 do 7 MPa. Cilj usporedbe je ocijeniti učinkovitost umjeravanja laboratorija primjenom proračuna mjerne nesigurnosti i E_n vrijednosti. Laboratoriji koji sudjeluju u usporedbi su Laboratorij za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (LPM) te BMB laboratorij Brcković. Korišteni prijenosni standard je pretvornik tlaka visokog razreda točnosti. Prikaz rezultata je dan tablično i grafički.

Ključne riječi: plinska tlačna vaga, mjerenje, umjeravanje, mjerna nesigurnost, međulaboratorijska usporedba, E_n vrijednost

SUMMARY

In this diploma thesis, an overview of gas deadweight tester pressure measurement methodology is given, as well as calibration guidelines for measuring instruments and overview of norms and guidelines for the implementation of interlaboratory comparisons and processing of results together with the concept of measurement uncertainty determination. Furthermore, the technical protocol for interlaboratory comparison is presented. The paper describes a bilateral interlaboratory comparison of pressure measurements on gas deadweight testers in the range of 0 to 7 MPa. The purpose of the comparison was to evaluate the efficiency of laboratory calibration by calculating specific measurement uncertainties and corresponding E_n scores. The participant laboratories in the bilateral comparison are Laboratory for process measurement (LPM) at Faculty of mechanical engineering and naval architecture and BMB Laboratory Brcković. The transfer standard which is used is high precision pressure controller. Results are presented via table and diagram.

Key words: gas deadweight tester, measurement, calibration, measurement uncertainty, interlaboratory comparison, E_n score

1. UVOD

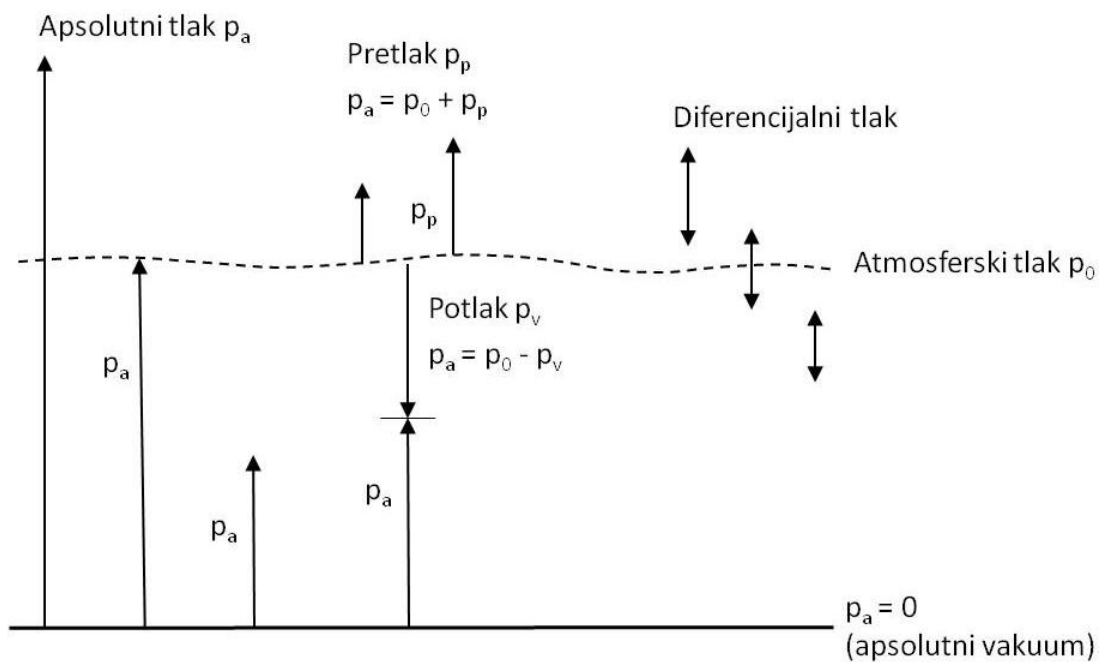
1.1. Tlak

Tlak je definiran kao normalna sila koja djeluje na jedinicu površine sustava. Definiran je jednadžbom:

$$p = \frac{dF}{dA}. \quad (1)$$

Prema Međunarodnom sustavu mjernih jedinica (SI) jedinica za tlak je paskal (Pa) i izvedena je iz jednadžbe (1). Tlak od 1 Pa predstavlja silu od 1 N na površini od 1 m². Kod fluidnih sustava (kapljevitih i plinovitih) 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 [1]. Kada neko tijelo ne bi sadržavalo nikakve molekule, tlak bi bio jednak nuli.

Tlakovi se mogu mjeriti različitim mehaničkim ili električnim uređajima, a često se za mjerenje tlaka koristi i visina stupca neke tekućine. Instrument koji mjeri tlak okoliša naziva se barometar, stoga se okolišnji tlak naziva i barometarski ili atmosferski tlak. Ukoliko je tlak u nekom spremniku veći od atmosferskog, tada se govori o pretlaku ili nadtlaku koji predstavlja koliko je tlak veći od atmosferskog. Stvarni tlak spremnika naziva se apsolutni tlak i jednak je zbroju barometarskog tlaka i pretlaka. Analogno tome, potlak predstavlja koliko je tlak u nekom spremniku manji od atmosferskog, dok je apsolutni tlak jednak razlici barometarskog tlaka i potlaka. Postoje i primjene u kojima je potrebno poznavati razliku tlaka između dvije točke sustava (poput sustava cjevovoda) i gdje referentni tlak ne mora biti nula ili atmosferski tlak. Ta razlika naziva se diferencijalnim tlakom. Slikom 1 kvalitativno su prikazani spomenuti tlakovi. [1]

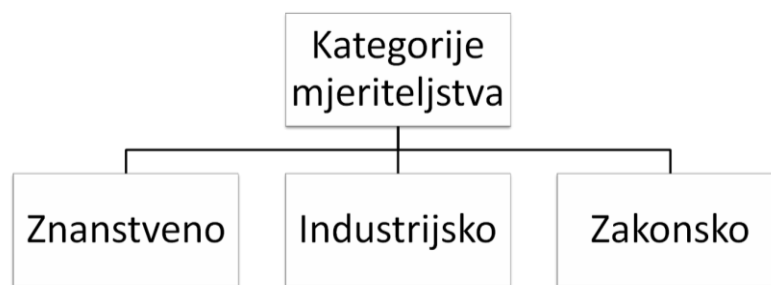


Slika 1. Kvalitativni prikaz tlakova

1.2. Mjeriteljstvo

Metrologija, odnosno mjeriteljstvo je znanost koja se bavi mjerenjem i njegovim primjenama te obuhvaća sve teoretske i praktične aspekte mjerenja. Točna i precizna mjerenja danas su potrebna u svakom području ljudske djelatnosti i zbog neprestanog rasta kompleksnosti tehničkih sustava u industriji ključna su za trgovinu, učinkovitost, sigurnost, kontrolu procesa te kvalitetu. Stoga je potrebno poticati istraživanja i razvoj mjeriteljstva, prijenos znanja te podizanje svijesti o važnostima mjerenja i ispitivanja. [2]

Mjeriteljstvo se dijeli u tri kategorije [Slika 2].



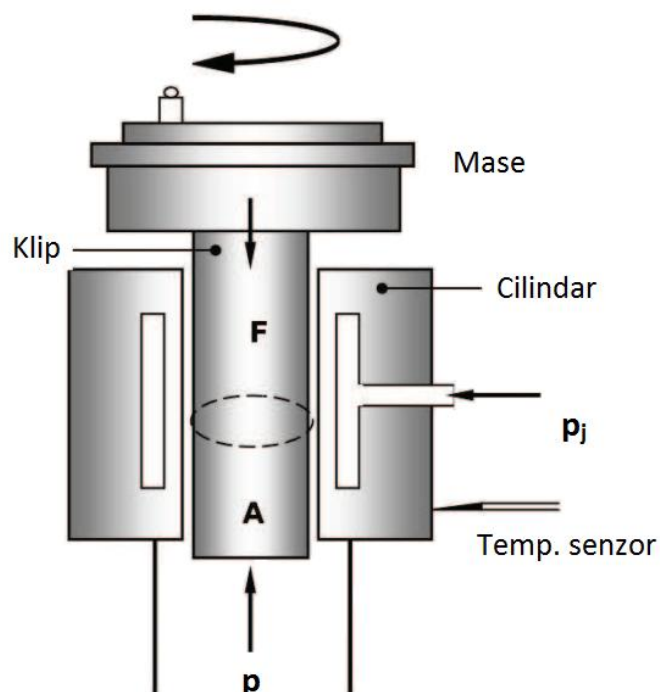
Slika 2. Kategorije mjeriteljstva

Znanstveno mjeriteljstvo bavi se općim, teoretskim i praktičnim problemima koji se tiču mjernih jedinica. Ono obuhvaća definiranje međunarodno prihvaćenih mjernih jedinica, njihova ostvarenja, prenošenja znanstvenim metodama, utvrđivanje lanaca sljedivosti, probleme mjernih pogrešaka i nesigurnosti kao i probleme mjeriteljskih svojstava mjerila. Najviša grana znanstvenog mjeriteljstva naziva se temeljno mjeriteljstvo i označava najvišu razinu točnosti u nekom području. Zakonsko mjeriteljstvo uređeno je zakonom i glavni cilj mu je zaštita građana od posljedica pogrešnih mjerenja u radnom okolišu, zaštiti na radu i sigurnosti, ali i u službenim i trgovačkim poslovima. Zadaća industrijskog mjeriteljstva je osigurati da mjerila koja se koriste u industrijskim procesima funkcioniraju prikladno. [2]

2. TLAČNE VAGE

Dominantna mjerila srednjeg i visokog tlaka su tlačne vage, vrlo osjetljivi i precizni instrumenti koji predstavljaju jedna od najtočnijih mjerila tlaka. Slični oblici ovakvih mjerila, na kojima je tlak bio generiran kao djelovanje poznate sile na poznatu površinu, počeli su se koristiti prije otprilike 150 godina. Tlačne vage razvijale su se uslijed početka primjene parnih strojeva te potrebama za razumijevanjem termodinamičkih svojstava tekućina pri različitim temperaturama te tlakovima. U današnje vrijeme njihova najčešća primjena je kao etaloni za umjeravanje različitih vrsta mjerila tlaka.

Najvažniji dio svake tlačne vage jest sklop klip/cilindar. Osim toga, tlačne vage sadrže i sustav za ostvarivanje vertikalne sile na klip te sustav za generiranje tlaka u radnom fluidu. Sklop klip/cilindar sastoji se od precizno izrađenog okomitog klipa koji je umetnut u blisko prilagođen cilindar. Površine poprečnih presjeka oba dijela su poznate i zajedno određuju efektivnu površinu (eng. *effective area*), a sam sklop izrađen je s najfinijim strojarskim tolerancijama. [2]



Slika 3. Sklop klip/cilindar

2.1. Princip rada

Princip rada tlačnih vaga temelji se na zakonu promjene hidrostatskog tlaka. Cilindrični utezi poznatih težina postavljaju se na vrh slobodnog klipa. Pozicioniranje utega može se vršiti ručno ili automatski. S donje strane klipa dovodi se radni fluid pod tlakom sve dok se ne postigne ravnoteža između postavljenih utega i narinutog tlaka. Postizanje ravnoteže očituje se slobodnim rotiranjem klipa u cilindru i tada je vaga u ravnoteži s tlakom koji se mjeri. Klip i cilindar međusobno su podmazani filmom radnog fluida, koji istječe iz sustava kroz procjep između klipa i cilindra, stoga je potrebno kontinuirano dodavati radni fluid iz spremnika kako bi se klip održavao u "plutajućem" stanju. Najčešći radni fluidi su dušik te bijelo ulje. Viskoznost samog radnog fluida utječe na tlačnu vagu u vidu toga da će viskoziji fluid teže iscuriti kroz procjep, no odziv takvog sustava je sporiji. Osnovna formula za izračunavanje tlaka u konačnici se svodi na definiciju fizikalne veličine tlaka prikazane jednadžbom (1).

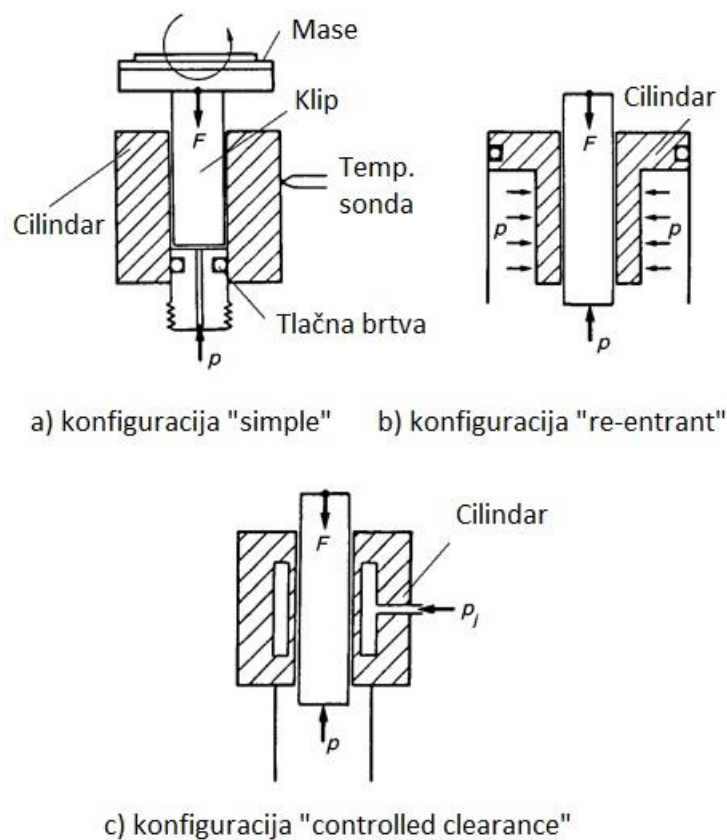
Tlačna vaga mora zadovoljiti određene zahtjeve:

- materijal od kojeg je izrađen sklop treba biti u stanju izdržati visoka dinamička tlačna opterećenja u elastičnom području (najčešće se koriste materijali poput volframovih karbida, s različitim primjesama),
- površine pomičnih dijelova trebaju biti izrađene u mikronskim tolerancijama, a procjep između površina klipa i cilindra trebao bi biti konstantan i veličine 0,5 - 1 μm ,
- efektivna površina treba pri atmosferskom tlaku biti približno konstantna duž cijele granice,
- brtvljenje treba biti učinkovito, posebno na dnu cilindra,
- konstrukcija sklopa treba osigurati da se fluid ne skuplja u gornjem dijelu cilindra kako bi se izbjegli negativni efekti poput uzgonskog djelovanja,
- sklop treba biti opremljen termometrom kojim se tijekom mjerenja može vršiti očitavanje temperature sklopa koja utječe na veličinu efektivne površine,
- utezi trebaju biti načinjeni od nemagnetičnog i nehrđajućeg čelika,
- automatski sustav pozicioniranja utega ne smije opterećivati tlačnu vagu nikakvom silom kako ne bi došlo do smanjenja preciznosti mjerenja,
- ako se za vrtnju utega koriste elektromotori, moraju biti štice i daleko od sklopa kako bi se izbjegao utjecaj na točnost mjerenja. [2]

2.2. Podjela

Postoji nekoliko podjela prema kojima se mogu razvrstati tlačne vage. S obzirom na konstrukciju sklopa klip/cilindar mogu se podijeliti na [Slika 4]:

- tlačne vage s jednostavnom konfiguracijom (eng. *simple*),
- tlačne vage s uvučenom konfiguracijom sklopa (eng. *re-entrant*),
- tlačne vage s tlakom kontroliranim zazoromc (eng. *controlled clearance*).



Slika 4. Podjela tlačnih vaga prema konstrukciji sklopa klip/cilindar

Kod tlačnih vaga s jednostavnom konfiguracijom mjereni tlak djeluje samo na bazu klipa. Klip i cilindar izloženi su slobodnoj elastičnoj deformaciji ovisnoj o tlaku, geometriji klipa i cilindra, elastičnim konstantama klipa i cilindra te o fizikalnim svojstvima radnog fluida. Ovakav tip tlačnih vaga se najčešće koristi.

Kod tlačnih vaga s uvučenom konfiguracijom sklopa mjereni tlak djeluje ne samo na donju bazu klipa/cilindra već i na oplošje cilindra. Na taj način se kompenziraju velike distorzije klipa i cilindra izloženih visokim tlakovima.

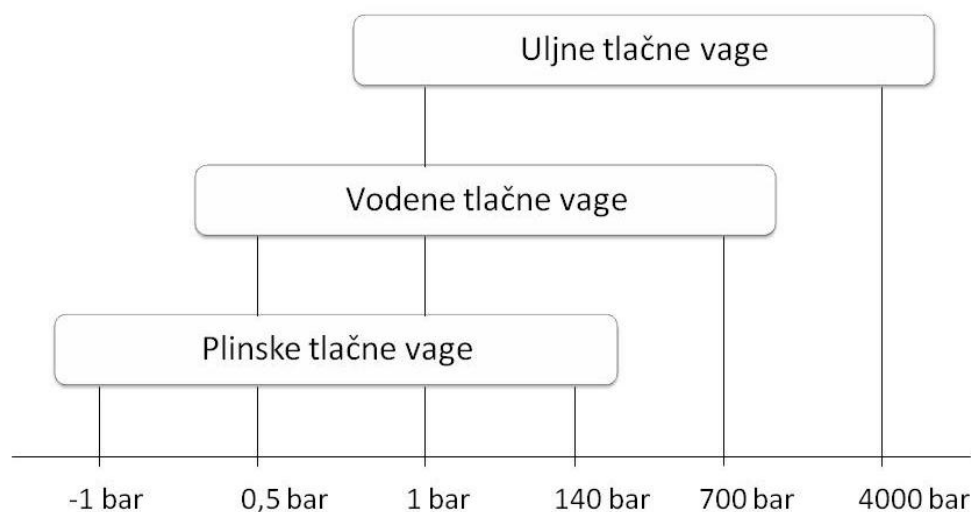
Kod tlačnih vaga s tlakom kontroliranim zazorom u košuljici cilindra djeluje promjenjivi tlak, p_j (eng. *jacket pressure*) koji utječe na veličinu zazora između klipa i cilindra. Taj se tlak generira, mjeri i kontrolira neovisnim sustavom i njegovim pravilnim odabirom moguće je održavati konstantu vrijednost veličine zazora između klipa i cilindra. Veličina zazora ovisi o konstrukcijskoj geometriji sustava, inicijalnom zazoru između klipa i cilindra, vrijednostima tlakova p i p_j , elastičnim konstantama klipa i cilindra te o svojstvima radnog fluida.

Tlačne vage s uvučenom konfiguracijom sklopa te one s tlakom kontroliranim zazorom konstruirane su prvenstveno za područje primjene iznad 100 MPa, pri čemu su vage s kontroliranim zazorom češće u upotrebi zbog toga što su operativne i na srednjim tlakovima. [4]

S obzirom na vrstu radnog medija tlačne vage dijele se na:

- uljne,
- plinske,
- vodene.

Uljne tlačne vage koriste se za rad u području viših tlakova, dok se plinske i vodene koriste za rad u području nižih tlakova [Slika 5].



Slika 5. Područje primjene određene vrste tlačnih vaga

2.3. Proračun efektivnog tlaka

S obzirom da u stvarnosti ne postoji idealni sklop ne postoji, potrebno je u obzir uzeti određene korekcije poput elastične deformacije, uzgonskog djelovanja zraka i radnog fluida, površinske napetosti radnog fluida, razlike u visini stupca fluida i tlaka okoline te utjecaja temperature i temperaturnog rastezanja klipa. Formula za izračun efektivnog tlaka proširena spomenutim korekcijama glasi:

$$p_e = \frac{\left[\sum_{i=0}^n \left[m_i \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{mi}} \right) \right] + (h_g \cdot A_0 - v) \cdot (\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot \cos \theta + \Gamma \cdot c \right]}{A_0 \cdot (1 + \lambda \cdot p_e) \cdot [1 + (\alpha_k + \alpha_c) \cdot (t - 20)]} \quad (2)$$

gdje je:

p_e – efektivni tlak,

m_i – prava masa i-tog utega postavljenog na sklop,

ρ_a – gustoća zraka okoline,

ρ_{mi} – gustoća i-tog utega,

h_g – razlika visina etalonskog i ispitivanog sklopa,

A_0 – efektivna površina sklopa pri nultom tlaku,

v – volumen za koji se radi korekcija zbog uzgonskog djelovanja fluida,

ρ_f – gustoća radnog medija,

g – iznos lokalnog gravitacijskog ubrzanja,

θ – kut nagiba osi klipa u odnosu na vertikalu,

Γ – opseg klipa,

c – površinska napetost radnog medija,

λ – koeficijent elastične deformacije,

α_k – koeficijent temperaturnog rastezanja klipa,

α_c – koeficijent temperaturnog rastezanja cilindra,

t – temperatura sklopa za vrijeme ispitivanja.

Korekcija zbog uzgonskog djelovanja okolnog zraka definirana je faktorom

$$\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{mi}}\right),$$

i obuhvaća uzgonsko djelovanje okolnog zraka na klip, nosač utega i dodanu masu.

Gustoća okolnog zraka računa se prema formuli:

$$\rho_a = \frac{0,34848 \cdot p_{ok} - 0,009024 \cdot RH \cdot e^{0,0612 \cdot t_{ok}}}{273,15 + t_{ok}}, \quad (3)$$

dok je gustoća pojedinog dijela ρ_{mi} obično zadana u podacima za tlačnu vagu i u umjericama mase dodatnih utega.

Korekcija radnog fluida $(hA_0 - v) \cdot (\rho_f - \rho_a)$ može se rastaviti na dva dijela:

$hA_0 \cdot (\rho_f - \rho_a)$ predstavlja korekciju zbog razlike u visini od referentnog položaja do položaja klipa u trenutku kada je vaga u ravnoteži, tj. kada se očitava mjereni tlak (obuhvaća razliku težine stupca radnog fluida i stupca okolnog zraka),

dok dio $-v \cdot (\rho_f - \rho_a)$ predstavlja uzgonsku silu radnog fluida na potopljene dijelove klipa.

Kako u stvarnosti nije moguće dobiti savršeno vertikalnu silu, kut θ pokazuje odstupanje od vertikale, tj. umnožak njegova kosinusa i težine daje pravu vertikalnu komponentu sile kojom se opterećuje klip.

$\Gamma \cdot c$ je korekcija zbog površinske napetosti koja djeluje u smjeru težine na mjestu gdje klip „izranja“ iz fluida.

$(1 + \lambda \cdot p_e)$ je faktor kojim je dana (linearna) ovisnost promjene efektivne površine u ovisnosti o mjerenoj tlaku; moguće je i uvrstiti nominalni tlak umjesto efektivnog.

$[1 + (\alpha_k + \alpha_c) \cdot (t - 20)]$ korigira promjenu ploštine radne površine zbog odmaka od referentne temperature (u ovom slučaju referentna temperatura iznosi 20 °C).

3. PRAVILA UMJERAVANJA MJERILA TLAKA

Njemačka služba za umjeravanje DKD (njem. Deutscher Kalibrierdienst) osnovana je 1977. godine, a danas je dio njemačkog metrološkog instituta PTB (njem. Physikalisch-Technische Bundesanstalt). DKD je izdao vodič DKD-R 6-1 koji obuhvaća zahtjeve norme DIN EN ISO/IEC 17025 u kojoj se definiraju opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija. U vodiču se nalaze smjernice i opisi različitih postupaka kojih se trebaju pridržavati akreditirani umjerni laboratoriji poput minimalnih zahtjeva za provedbu postupka umjeravanja i procjene mjerne nesigurnosti mjernih instrumenata. Primjena tih smjernica osigurava ravnopravno umjeravanje uređaja u različitim laboratorijima te mogućnost njihove međusobne usporedivosti. Mjerila tlaka koja su obuhvaćena vodičem DKD-R 6-1 su Bourdonove cijevi, električna mjerila tlaka te pretvornici tlaka s električnim izlazom. [5]

Provedba umjeravanja treba osigurati sukladnost, odnosno zadovoljiti tehnološka pravila i posebnosti za objekt umjeravanja navedene u dokumentaciji proizvođača. Navedeno se postiže vanjskim provjerama poput vizualnog pregleda za oštećenja, provjere čistoće i kontaminiranosti, provjere čitljivosti znakovlja i proučavanja tehničke dokumentacije te funkcionalnim ispitivanjima poput provjere ispravnosti brtvi, rada upravljačkih elemenata i funkcije električnih elemenata. [6]

3.1. Metode umjeravanja

Prema DKD-R 6-1 vodiču prilikom umjeravanja je potrebno ispuniti sljedeće zahtjeve:

- mjerilo tlaka se umjerava kao cjelina (ako je moguće),
- mjerilo se postavlja u odgovarajući položaj ugradnje,
- umjeravanje se vrši po unaprijed zadanim i jednoliko raspoređenim točkama mjerenja duž cijelog raspona,
- broj provedenih mjernih serija odabire se ovisno o ciljanoj mjernoj nesigurnosti.

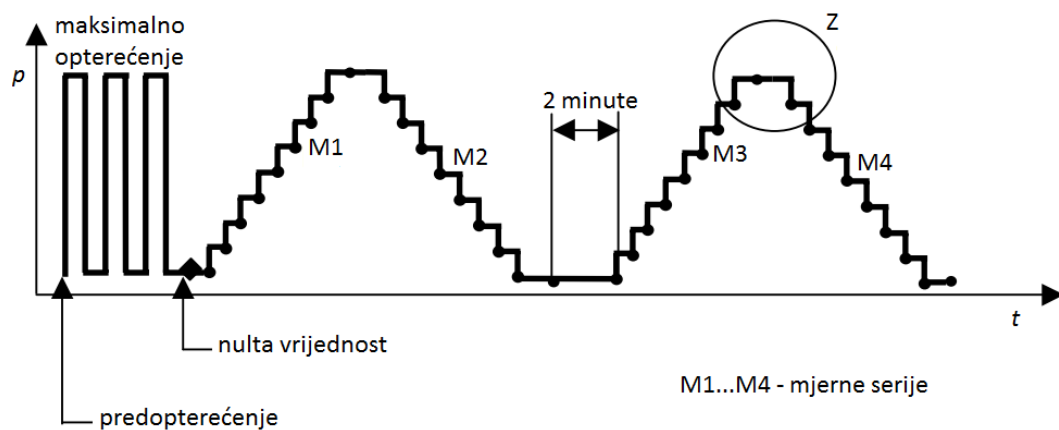
Umjeravanje je potrebno provesti nakon što se uspostavi temperaturna ravnoteža između objekta i okoline. U obzir treba uzeti i zagrijavanje uređaja koji su pod naponom. Temperatura okoline mora biti između 18°C i 28°C, a njezinu postignutu temperaturu je potrebno zadržavati u granici ± 1 K. Ukoliko gustoća zraka ima utjecaj na rezultat umjeravanja potrebno je uz temperaturu zabilježiti i atmosferski tlak i relativnu vlažnost okoline. [5]

Usporedba vrijednosti izmjerenih na umjeravanom mjerilu tlaka i referentnom etalonu ostvaruje se tako da se tlak prilagodi indikaciji jednog od ta dva instrumenta. Mjerenja se obavljaju kroz uzlazne i silazne mjerne serije koje prolaze kroz mjerne točke. Broj mjernih serija i mjernih točaka ovisi o odabranoj proceduri umjeravanja. Mjerilo se na početku treba predopteretiti na najveći iznos tlaka njegovog mjernog područja. Broj predopterećenja također ovisi o odabranoj proceduri umjeravanja. Trajanje i period između predopterećenja treba iznositi barem 30 sekundi. Nakon što se obave potrebna predopterećenja i postigne stacionarno stanje u sustavu, podešava se nulto stanje instrumenta te se odmah očitava tlak prve mjerne točke. Vremenski korak između dviju promjena tlaka u sustavu i njihovog očitavanja trebao bi biti svaki put jednak i trajati barem 30 sekundi kako bi se tlak potpuno ustalio. Najveća vrijednost mjernog područja očitava se dva puta: kao zadnja mjerna točka uzlazne mjerne serije te kao prva mjerna točka iduće, silazne mjerne serije. Između ta dva očitavanja potrebno je postupno povećati tlak i držati ga na maksimumu 2 minute te nakon toga krenuti u rasterećivanje [Slika 7].

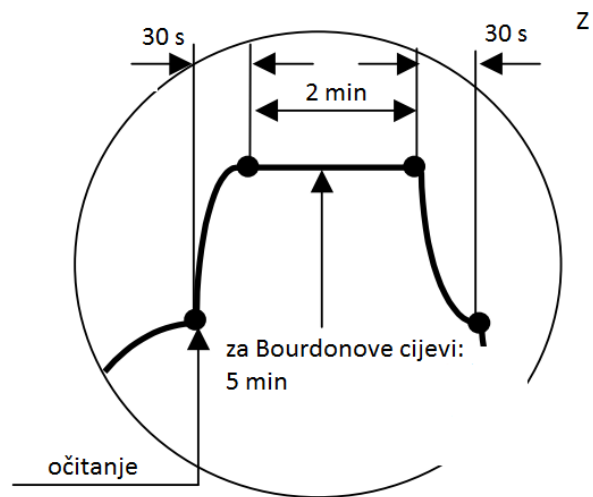
Postoje tri metode umjeravanja prema DKD-u, koje se razlikuju u iznosu ciljane mjerne nesigurnosti, broju mjernih točaka, broju predopterećenja i broju serija mjerenja, a njihove karakteristike prikazane su Tablicom 1 i Slikama 6, 8 i 9. [5]

Tablica 1. Metode umjeravanja

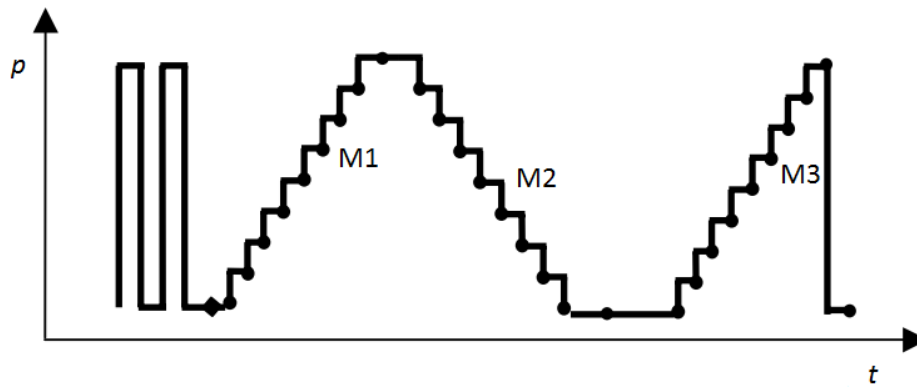
| Metoda umjeravanja | A | B | C |
|---|-------|-----------|-------|
| Ciljana mjerna nesigurnost (% mjernog područja) | < 0,1 | 0,1 - 0,6 | > 0,6 |
| Broj mjernih točaka (s nulom, uzlazno/silazno) | 9 | 9 | 5 |
| Broj predopterećenja | 3 | 2 | 1 |
| Promjena opterećenja + vrijeme čekanja [s] | > 30 | > 30 | > 30 |
| Vrijeme čekanja u konačnoj vrijednosti mjernog područja [min] | 2 | 2 | 2 |
| Broj mjernih serija uzlazno | 2 | 2 | 1 |
| Broj mjernih serija silazno | 2 | 1 | 1 |



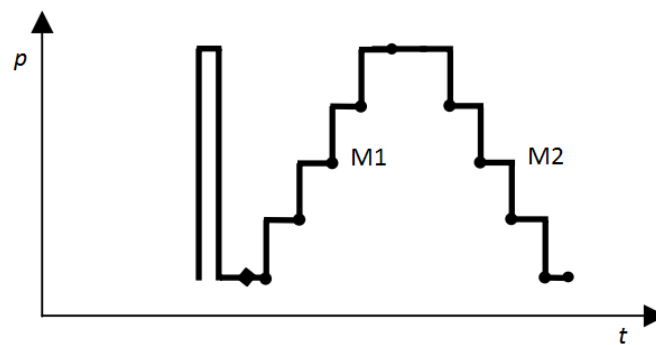
Slika 6. Metoda A



Slika 7. Detalj Z



Slika 8. Metoda B



Slika 9. Metoda C

Metoda A je najzahtjevnija i daje najkvalitetnije rezultate. Glavni cilj ove metode je utvrđivanje sistemske greške i ponovljivosti ispitivanog mjerila tlaka te je upravo ta metoda korištena u međulaboratorijskoj usporedbi koju obrađuje ovaj rad. S druge strane, metoda C je najjednostavnija za provedbu, ali su sukladno tome rezultati dobiveni tom metodom i najmanje pouzdani. Ukoliko se traži provedba umjeravanja ovom metodom, može se pretpostaviti da nije potrebna visoka točnost rezultata.

4. MEĐULABORATORIJSKE USPOREDBE

4.1. Općenito o međulaboratorijskim usporedbama

Najprikladnije sredstvo kojim se prati kvaliteta rezultata tijela za ocjenjivanje sukladnosti je njihovo uključivanje u programe ispitivanja sposobnosti, vanjske procjene kvalitete ili sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama. [7]

Laboratoriji sudjeluju u usporedbenim mjerenjima u cilju stalnog potvrđivanja iskazanih mjernih nesigurnosti rezultata mjerenja. Mjeriteljska praksa svakodnevno potvrđuje da je nužno provođenje usporedbenih mjerenja na svim razinama koje uključuju nacionalne, akreditirane i tvorničke laboratorije. Svakim sudjelovanjem u usporedbenim mjerenjima dobivaju se nova saznanja o korištenim mjernim postupcima i metodama u laboratoriju. Budući da se na osnovi rezultata usporedbenih mjerenja donose važne odluke o statusu i kvaliteti laboratorija posebna pažnja posvećuje se statističkim metodama koje se koriste u analizi rezultata mjerenja. U tom svjetlu razvijene su različite statističke metode koje imaju za cilj objektivno analiziranje rezultata. [8]

Definicija međulaboratorijske usporedbe prema Hrvatskoj akreditacijskoj agenciji je organizacija, izvedba i vrednovanje mjerenja ili ispitivanja istih ili sličnih predmeta ispitivanja u dva ili više laboratorija prema unaprijed određenim uvjetima. Međulaboratorijske usporedbe su vanjske mjere kontrole kvalitete rezultata, a laboratorij u svojim postupcima osiguranja kvalitete treba razmotriti i primjenu unutrašnjih mjera kontrole kvalitete [Tablica 2]. [7]

Tablica 2. Mjere kontrole kvalitete

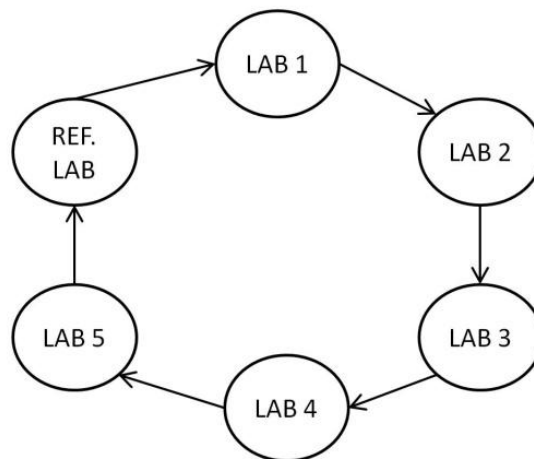
| Vanjske mjere kontrole kvalitete | Unutrašnje mjere kontrole kvalitete |
|---|--|
| - ispitivanja sposobnosti | - uporeba certificiranih referentnih materijala |
| - vanjska procjena kvalitete | - ponavljanje ispitivanja/umjeravanja istom metodom |
| - ključne usporedbe | - ponavljanje ispitivanja/umjeravanja različitim metodom |
| - usporedba s drugim laboratorijem/laboratorijima | - unutarlaboratorijska usporedba |
| - mjeriteljski audit | - primjena kontrolnih karata |

Uobičajene primjene međulaboratorijskih usporedbi u svrhu ispitivanja sposobnosti obuhvaćaju:

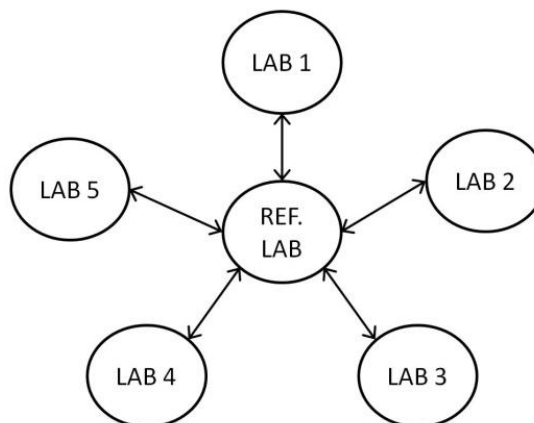
- vrednovanje izvedbi sudionika za određena ispitivanja,
- otkrivanje problema u radu i pokretanje radnji za poboljšanje,
- utvrđivanje učinkovitosti i usporedivosti ispitnih i mjernih metoda,
- pružanje dodatnog povjerenja korisnicima usluga,
- usporedbu metoda i otkrivanje razlika između raznih laboratorija,
- usporedbu sposobnosti osoblja laboratorija,
- edukaciju sudionika na temelju rezultata usporedbe,
- validaciju granica nesigurnosti.

Međulaboratorijske usporedbe nisu primjenjive u svim slučajevima, no HAA potiče njihovu primjenu u slučajevima gdje su primjenjive.

Postoje dva osnovna tipa usporedbi - kružni i zvjezdasti [Slike 10 i 11]. Kod kružnog se tipa početno i krajnje mjerenje provode u referentnom laboratoriju, a u ostalim mjerenjima mjerni uređaj cirkulira među ostalim sudionicima usporedbe. Kod zvjezdastog se tipa mjerni uređaj nakon svake usporedbe vraća u referentni laboratorij ili svaki sudionik usporedbe dobiva uzorak mjerenja koji je prethodno izmjeren u referentnom laboratoriju. [9]



Slika 10. Kružni tip međulaboratorijske usporedbe



Slika 11. Zvjezdasti tip međulaboratorijske usporedbe

Moguća je i kombinacija navedenih tipova usporedbi, kao na primjer u međunarodnim usporedbama, ako se mjerni uređaj vraća u referentni laboratorij nakon što završe ispitivanja u određenoj državi. Ukoliko se radi o samo dva laboratorija, tada se govori o bilateralnoj međulaboratorijskoj usporedbi pri kojoj pilot laboratorij šalje mjerni uređaj drugom laboratoriju, a nakon provedenih mjernja on se vraća natrag u pilot laboratorij.

Uobičajeno je da shema ispitivanja sposobnosti definira kriterije prihvatljivosti rezultata koji se unaprijed dogovore. Za to se koriste neke uobičajene statistike za kvantitativne rezultate [Tablica 4]. Cilj je utvrditi odstupanje od dodijeljene vrijednosti kako bi se omogućila usporedba. Kod statističkog određivanja rezultata koriste se z-vrijednost i E_n -broj. Vrijednost tih kriterija [Tablica 3] određuje zadovoljava li laboratorij ili ne. Vrednovanje z' i ζ vrijednosti identično je kao i za z-vrijednost. Umjerni laboratoriji za usporedbu uobičajeno koriste E_n -broj.

Tablica 3. Kriteriji prihvatljivosti

| Vrijednost kriterija | Status |
|----------------------|-------------------|
| $ z \leq 2$ | zadovoljavajuće |
| $2 < z < 3$ | upitno |
| $ z \geq 3$ | nezadovoljavajuće |
| $ E_n \leq 1$ | zadovoljavajuće |
| $ E_n > 1$ | nezadovoljavajuće |

Tablica 4. Uobičajene statistike za kvantitativne rezultate

| | | | |
|------------------------------|----------|--|--|
| razlika | D | $D = (x - X)$ | x – rezultat sudionika X - dodijeljena vrijednost |
| postotna razlika | $D_{\%}$ | $D_{\%} = \frac{(x - X)}{X} \cdot 100$ | |
| z vrijednost | z | $z = \frac{(x - X)}{\hat{\sigma}}$ | $\hat{\sigma}$ - standardno odstupanje ocjenjivanja sposobnosti |
| z' vrijednost | z' | $z' = \frac{(x - X)}{\sqrt{\hat{\sigma}^2 + u_x^2}}$ | u_x – mjerna nesigurnost dodijeljene vrijednosti |
| zeta vrijednost | ζ | $\zeta = \frac{(x - X)}{\sqrt{u_x^2 + u_x^2}}$ | u_x – procjena mjerne nesigurnosti sudionikova rezultata x |
| E_n broj | E_n | $E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{U_x^2 + U_x^2}}$ | U_x – proširena mjerna nesigurnost dodijeljene vrijednosti X (utvrđena u referentnom laboratoriju) U_x – proširena mjerna nesigurnost sidionikova rezultata x |
| E_z broj | E_z | $E_{z-} = \frac{x - (X - U_x)}{U_x}$ $E_{z+} = \frac{x - (X + U_x)}{U_x}$ | |

Postoji mogućnost da laboratorij u pojedinim situacijama ostvari nezadovoljavajuće rezultate. Ti rezultati mogu ukazivati na privremenu ili trajnu onesposobljenost za provedbu određenih ispitivanja ili mjerenja, na pogrešku u nekoj fazi ispitivanja ili mjerenja ili na neki drugi problem. Problem je potrebno jasno definirati te istražiti njegove uzroke.

Mogući uzroci neispravnih rezultata su:

- slučajne pogreške (uporaba krivih jedinica, pogreške u prepisivanju),
- tehnički problemi (skladištenje, oprema, uvjeti smještaja i okoliša),
- problemi sheme ispitivanja sposobnosti (razlika između predmeta ispitivanja sposobnosti i rutinskih uzoraka, neispravan unos podataka od strane organizatora).

U slučaju neispravnih rezultata laboratorij može poduzeti neke od sljedećih radnji:

- provesti edukaciju osoblja,
- umjeriti ili zamjeniti dijelove opreme,
- osigurati odgovarajuće uvjete rukovanja, smještaja i okoliša,
- ponoviti izračune i provjeriti programsku podršku,
- usporediti ispitivanja s nekim drugim laboratorijem.

Nakon provedbe popravnih radnji, potrebno je utvrditi je li problem otklonjen. [7]

4.2. Mjerna nesigurnost

Mjerenje predstavlja dodjeljivanje neke vrijednosti fizikalnoj veličini. Budući da ne postoji apsolutno točno mjerenje, uvodi se pojam mjerne nesigurnosti. Mjerna nesigurnost je pozitivan parametar pridružen rezultatu mjerenja, a koji karakterizira rasipanje vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjernoj veličini uz određenu vjerojatnost. Nesigurnost odražava pomanjkanje znanja o mjerenoj veličini. Mjerni je rezultat u konačnici, uslijed nesavršenosti ispravka sustavnih djelovanja te nesigurnosti koja potječe od slučajnih djelovanja, samo procjena vrijednosti mjerne veličine. U praksi postoji mnogo mogućih izvora nesigurnosti u mjerenju:

- nepotpuno određivanje mjerene veličine,
- izmjereni uzorak ne mora predstavljati točno određenu mjernu veličinu, - nedovoljno poznavanje djelovanja okolišnih uvjeta na mjerenje ili nesavršeno mjerenje istih,
- osobna pristranost mjeritelja u očitavanju analognih instrumenata,
- razlučivost instrumenata,
- netočne vrijednosti mjernih etalona i referentnih tvari, konstanti i drugih parametara dobivenih iz vanjskih izvora,

- približna određenja i pretpostavke uključene u mjernu metodu i postupak,
- promjene rezultata ponovljenih mjerenja u istovjetnim uvjetima.

Mjerna nesigurnost se procjenjuje radi nedvosmislenog iskazivanja i usporedbe mjernih rezultata dobivenih u različitim umjernim i ispitnim laboratorijima te usporedbe mjernih rezultata sa specifikacijama proizvođača ili zadanom tolerancijom. [8]

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.).

Nesigurnosti tipa A treba iskazivati u obliku empirijskih standardnih odstupanja. Kod mjerila koja imaju histerezu i gdje je potrebno odvojeno određivati mjerne vrijednosti u smjeru povećanja odnosno smanjenja tlaka, u svakoj točki umjeravanja na raspolaganju su najviše tri izmjerene vrijednosti, a to često nije dovoljno da bi se opravdala pretpostavka da su te vrijednosti raspodijeljene normalno. Stoga se koriste neke jednostavne formule koje predstavljaju korisne zamjene za standardna odstupanja. U tim formulama prvi indeks označuje mjernu seriju, dok drugi indeks označuje mjernu točku. [6]

Razlučivanje ili rezolucija (r) odgovara koraku promjene znamenaka (digitalnom) pod uvjetom da se pokazivanje ne promijeni za više od jedne znamenke kada se rastereti uređaj za mjerenje tlaka. Kod analognih uređaja ona je definirana podjelom skale.

Pogreška (odstupanje) u ništici (f_0), može se namjestiti prije svakog mjernog ciklusa te se mora zabilježiti prije i nakon svakog ciklusa. Očitanje se vrši u rasterećenom stanju. Izračunava se prema jednadžbi (4), a indeksi označavaju izmjerene vrijednosti u ništici pojedine mjerne serije.

$$f_0 = \max\{|x_{2,0} - x_{1,0}|, |x_{4,0} - x_{3,0}|\} \quad (4)$$

Ponovljivost (b') je najveća razlika između rezultata mjerenja za neku točku pri identičnim uvjetima što uključuje istog promatrača, istu metodu mjerenja, iste postavke instrumenta, istu lokaciju te ponavljanje u kratkom vremenskom roku i izračunava se prema jednadžbama (5), (6) i (7).

$$b'_{rastući,j} = |(x_{3,j} - x_{3,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})| \quad (5)$$

$$b'_{padajući,j} = |(x_{4,j} - x_{4,0}) - (x_{2,j} - x_{2,0})| \quad (6)$$

$$b'_{srednja\ vrijednost,j} = \max\{b'_{rastući,j}, b'_{padajući,j}\} \quad (7)$$

Obnovljivost (b) je najveća razlika između rezultata mjerenja za neku točku pri različitim mjernim uvjetima, odnosno indikator sposobnosti ponavljanja tuđih mjerenja i izračunava se prema jednadžbama (8), (9) i (10).

$$b_{rastući,j} = |(x_{3,j} - x_{3,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})| \quad (8)$$

$$b_{padajući,j} = |(x_{4,j} - x_{4,0}) - (x_{2,j} - x_{2,0})| \quad (9)$$

$$b_{srednja\ vrijednost,j} = \max\{b_{rastući,j}, b_{padajući,j}\} \quad (10)$$

Histereza (h) se određuje iz razlike između izlaznih vrijednosti neke mjerne točke pri rastućim i padajućim tlakovima kako je prikazano jednadžbom (11).

$$h_j = \frac{1}{2} \{ |(x_{2,j} - x_{1,j})| + |(x_{4,j} - x_{3,j})| \} \quad (11)$$

U konačnici se proširena mjerna nesigurnost izračunava prema jednadžbi (12). Faktor pokrivanja k iznosi 2 što znači da granice odgovaraju razini pouzdanosti od 95%. [6]

$$U = k \cdot \sqrt{u_{etalona}^2 + u_{razlučivanja}^2 + u_{pogreške\ u\ ništici}^2 + u_{ponovljivosti}^2 + u_{histereze}^2} \quad (12)$$

4.3. Norme

- HRN EN ISO/IEC 17011:2005, *Ocjena sukladnosti – Opći zahtjevi za akreditacijska tijela koja akreditiraju tijela za ocjenu sukladnosti*

Ova međunarodna norma određuje opće zahtjeve za akreditacijska tijela koja ocjenjuju i akreditiraju tijela za ocjenu sukladnosti. Primjenjiva je i kod provedbi međusobnih ocjenjivanja akreditacijskih tijela, u svrhu postizanja sporazuma o uzajamnom priznavanju. Akreditacijska tijela koja djeluju u skladu s ovom međunarodnom normom ne moraju pružati usluge akreditacije za sve vrste tijela za ocjenu sukladnosti. Za potrebe ove međunarodne norme, tijela za ocjenu sukladnosti definiraju se kao organizacije koje pružaju sljedeće usluge ocjene sukladnosti: ispitivanje, umjeravanje, inspekciju, certifikaciju sustava upravljanja, certifikaciju osoblja, certifikaciju proizvoda i ispitivanje sposobnosti.

- HRN EN ISO/IEC 17025:2007, *Opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija*

Ova norma utvrđuje opće zahtjeve za osposobljenost za provedbu ispitivanja i umjeravanja, uključujući i uzorkovanje, a primjenjiva je za sve organizacije koje provode ispitivanja i umjeravanja bez obzira na vrste ispitivanja i umjeravanja, veličinu organizacije i opseg ispitivanja i umjeravanja.

- HRN EN ISO/IEC 17020:2005, *Opći zahtjevi za rad različitih vrsta tijela koja provode inspekciju*

Ova norma je izrađena s ciljem promicanja povjerenja u inspekcijska tijela. Njome se trebaju koristiti inspekcijska tijela koja provode razne oblike inspekcijskih poslova. Norma propisuje zahtjeve koje mora ispunjavati uprava Inspekcijsko tijelo, ili organizacija čiji je tijelo dio, mora imati pravni identitet. Inspekcijsko tijelo mora imati dokumentaciju koja opisuje njezine djelatnosti i tehničko područje za koje je mjerodavno. Točan opseg inspekcije mora biti određen posebnim ugovorom ili radnim nalogom. Inspekcijsko tijelo mora imati prikladno osiguranje od odgovornosti, osim ako je tu odgovornost preuzela država u skladu s nacionalnim zakonom ili organizacija čiji je tijelo dio.

- HRN EN ISO/IEC 17043:2010, *Ocjenjivanje sukladnosti – Opći zahtjevi za ispitivanje sposobnosti*

Ova norma utvrđuje opće zahtjeve za osposobljenost organizatora shema ispitivanja sposobnosti te za razvoj i izvedbu shema ispitivanja sposobnosti. Ovi zahtjevi namijenjeni su

da budu općeniti za sve vrste shema ispitivanja sposobnosti, te mogu biti upotrijebljeni kao osnova za specifične tehničke zahtjeve u pojedinom području primjene.

- ISO 13528:2005, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*

Norma HRN ISO 13528:2012 (ISO 13528:2005), *Statističke metode pri ispitivanju sposobnosti putem međulaboratorijskih usporedbi*, jedan je od glavnih alata pomoću kojih organizatori ispitivanja sposobnosti statistički obrađuju podatke dobivene tijekom provedbe ispitivanja sposobnosti.

Ono što svaka shema ispitivanja sposobnosti ima jest statistička obrada podataka, o čemu, zapravo, govori HRN ISO 13528.

Struktura norme HRN ISO 13528 takva je da obrađuje:

- statističke upute za dizajniranje i tumačenje ispitivanja sposobnosti,
- određivanje dodijeljene vrijednosti i njene nesigurnosti,
- određivanje standardnog odstupanja ocjenjivanja sposobnosti,
- statistički izračun izvedbe i vrednovanje rezultata,
- grafičke metode obrade rezultata kruga ispitivanja sposobnosti,
- grafičke metode obrade rezultata više krugova iste sheme ispitivanja sposobnosti. [10]

5. PROTOKOL BILATERALNE MEĐULABORATORIJSKE USPOREDBE

Koordinatori međulaboratorijske usporedbe dužni su izraditi tehnički protokol. Tehnički protokol je bitan dio usporedbe i detaljno navodi postupke koje je potrebno slijediti. Svrha usporedbe jest usporediti rezultate mjerenja između sudionika, a ne zahtijevati da svaki sudionik usvoji točno iste uvjete realizacije mjerenja. Protokolom je potrebno odrediti postupke koji su potrebni za usporedbu, ali ne i uspoređivati postupke koji se koriste za ostvarivanje standarda. Točke koje obrađuje protokol trebaju uključivati sljedeće:

- detaljan opis uređaja (izrada, tip, serijski broj) i tehničke informacije potrebne za njihov rad,
- radnje koje sudionici trebaju poduzeti prilikom prijenosa etalona,
- uvjete korištenja prijenosa etalona tijekom mjerenja,
- savjete za korištenje transportnih normi, što uključuje raspakiravanje i naknadno pakiranje i slanje sljedećem sudioniku,
- testove koje je potrebno obaviti prije mjerenja,
- upute za prijavljivanje rezultata,
- popis utjecajnih veličina u postupku procjene mjerne nesigurnosti,
- raspored za slanje rezultata pilot laboratoriju,
- financijske uvjete usporedbe. [11]

5.1. Tehnički protokol za bilateralnu međulaboratorijsku usporedbu rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama u rasponu do 7 MPa

HRVATSKI MJERITELJSKI INSTITUT (HMI)
FAKULTET STOJARSTVA I BRODOGRADNJE
SVEUČILIŠTE U ZAGREBU

Laboratorij za procesna mjerenja (LPM)

Prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Adresa:

Ivana Lučića 5

10000, Zagreb

Hrvatska

Telefon: 01 6168 488

Fax: 01 6118 714

e-mail: lovorka.grgec@fsb.hr

5.1.1. Sažetak

Predmetna bilateralna usporedba organizira se između Laboratorija za procesna mjerenja Hrvatskog mjeriteljskog instituta (HMI) i BMB laboratorija Brcković – laboratorija za umjeravanje mjerila tlaka i relativne vlažnosti. Laboratorij za procesna mjerenja HMI-a u ovoj bilateralnoj usporedbi djeluje kao pilot laboratorij. Cilj usporedbe je procijeniti stupanj podudaranja u rezultatima mjerenja, uzimajući u obzir odgovarajuće nesigurnosti dvaju laboratorija za umjeravanje mjerila tlaka, s dušikom kao prijenosnim medijem, u rasponu 0 – 7 MPa.

5.1.2. Opseg

Predmetna međulaboratorijska usporedba bilateralnog je tipa. Između dvaju laboratorija razmjeniti će se pretvornik tlaka. Mjerenja će se izvršiti prvo u pilot laboratoriju, zatim u drugom sudjelujućem laboratoriju te na kraju opet u pilot laboratoriju.

5.1.3. Sudjelujući laboratoriji

Podaci o laboratorijima koji sudjeluju u međulaboratorijskoj, zajedno s odgovornim osobama usporedbi dani su u Tablici 5.

Tablica 5. Podaci o sudjelujućim laboratorijima

| Laboratorij | Adresa | Odgovorna osoba |
|---|---|---|
| Hrvatski mjeriteljski institut (HMI), Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Laboratorij za procesna mjerenja (pilot laboratorij) | Ivana Lučića 5 10000 Zagreb, Hrvatska | Prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec Tel : 01/6168-488 e-mail : lovorka.grgec@fsb.hr |
| BMB laboratorij Brcković | Čulinečka cesta 87, 10040 Zagreb, Hrvatska | Davor Matavulj Tel : 01/2866-893 e-mail: davor.matavulj@bmb- laboratorij.hr |

5.1.4. Oprema

Svaki od laboratorija koristi svoju vlastitu plinsku tlačnu vagu, dok je standard koji se razmjenjuje između dvaju laboratorija pretvornik tlaka DPI 515, proizvođača "Druck" [Slika 12]. Sažetak osnovnih karakteristika prijenosnog standarda dan je u Tablici 6. [12]

Tablica 6. Tehnički podaci za pretvornik tlaka Druck DPI 515

| | |
|--------------------------|--|
| Model | Druck DPI 515 |
| Tvornički broj | 51502404 |
| Mjerno područje | 0-100 bar |
| Preopterećenje | 10% iznad vršne vrijednosti tlaka (samo u mjernom načinu rada) |
| Radni medij | suh, nezauljen i nekorozivan plin (preporuka zrak ili dušik) |
| Točnost | - 0,01% cijele skale za tlakove 0,7-210 bar, - 0,03% cijele skale za tlakove ispod 0,7 bar, - dodatnih 0,004% cijele skale za temperature između 10°C i 45°C. (uključeni nelinearnost, histereza, ponovljivost i utjecaj temperature između 18°C i 28°C, uz pretpostavku redovitog nuliranja) |
| Stabilnost | - 0,01% od očitavanja godišnje za tlakove između 0,7 i 210 bar, - 0,002% od očitavanja godišnje za tlakove ispod 0,7 bar. |
| Radna temperatura | 5°C – 50°C |
| Temperatura skladištenja | -20 °C – 60°C |

**Slika 12. Pretvornik tlaka Druck DPI 515**

5.1.5. Kruženje prijenosnog standarda

Određeno vrijeme za mjerenja svakog laboratorija iznosi tri tjedna. Dodatno su predviđena dva tjedna za prijevoz predmeta. Vremenski raspored usporedbe prikazan je tablicom 3. Oprema koja kruži prilikom transporta treba biti zapakirana u odgovarajuće kutije kako ne bi došlo do oštećenja. Laboratorij treba predgledati opremu odmah po primitku te poslati e-mail pilot laboratoriju u kojem treba naznačiti datum primitka prijenosnog standarda, postoje li kakva fizička oštećenja standarda, ima li nedostajućih dijelova ili bilo kakvih drugih problema. Nakon završetka mjerenja prijenosni standard je potrebno pažljivo zapakirati i poslati pilot laboratoriju.

Tablica 7. Raspored mjerenja

| Laboratorij | Period u kojem se vrše mjerenja | Opis radnje |
|-------------|---------------------------------|---|
| HMI – LPM | 17.4.2018. - 8.5.2018. | Prva kalibracija prijenosnog standarda pilot laboratorija |
| BMB | 9.5.2018. - 31.5.2018. | Kalibracija prijenosnog standarda sudjelujućeg laboratorija |
| HMI – LPM | 15.6.2018. - 6.7.2018. | Druga kalibracija prijenosnog standarda pilot laboratorija |

5.1.6. Metode mjerenja i upute

Laboratorij se prilikom mjerenja treba pridržavati sljedećih uputa:

- Mjerenja se vrše po A tipu umjeravanja prema DKD, što podrazumijeva tri predopterećenja te po dvije uzlazne i silazne serije.
- Najkasnije dvadeset i četiri sata prije početka mjerenja prijenosni standard treba biti postavljen na istom mjestu s referentnim instrumentom gdje će se mjerenja provesti.
- Prijenosni standard, kao i referentni instrument trebaju biti instalirani daleko od poremećaja zraka i što je bliže moguće laboratorijskim standardima.
- Referentna temperatura usporedbe treba biti 20°C. Ako se mjerenja provede pri temperaturi koja odstupa od 20°C, efektivna površina referentnog instrumenta treba se

preračunati na 20°C korištenjem iznad navedenog koeficijenta toplinske ekspanzije klipa/cilindra.

- Potrebno je zabilježiti okolišne uvjete ispitivanja (temperaturu, tlak i relativnu vlažnost zraka).
- Razlika visine između referentnih nivoa dviju ravnoteža tlaka bit će što je moguće niža ili jednaka nuli.
- Budući da je motor tlačnih vaga glavni izvor topline, rotacija klipa treba biti uključena barem 30 minuta prije početka mjerenja kako bi se dobila kvazistacionarna raspodjela temperature u ravnoteži tlaka. U vremenu između uzimanja mjernih točaka preporučeno je da motor ostane uključen. Jedino ako vrijeme do sljedećeg mjerenja premašuje otprilike dva sata, motor se smije isključiti. Međutim, u tom slučaju treba se uključiti najmanje 30 minuta prije sljedećeg mjerenja.
- Sva mjerenja moraju se izvršiti u roku od 24 sata.
- Mjerenje će se provoditi pri sljedećim nominalnim tlakovima (mjernim točkama):
 - 0 bar, 10 bar, 20 bar, 30 bar, 40 bar, 50 bar, 60 bar i 70 bar.

5.1.7. Rezultati

Tri tjedna nakon završetka mjerenja sudjelujući laboratorij treba dostaviti svoje rezultate kalibracije u formi EXCEL listova, koje je za tu svrhu pripremio pilot laboratorij. Pilot laboratorij treba pripremiti finalni izvještaj usporedbe četiri tjedna nakon primitka rezultata od strane sudjelujućeg laboratorija.

5.1.8. Troškovi

Prilikom odvijanja međulaboratorijske usporedbe svaki laboratorij sam pokriva svoje vlastite troškove.

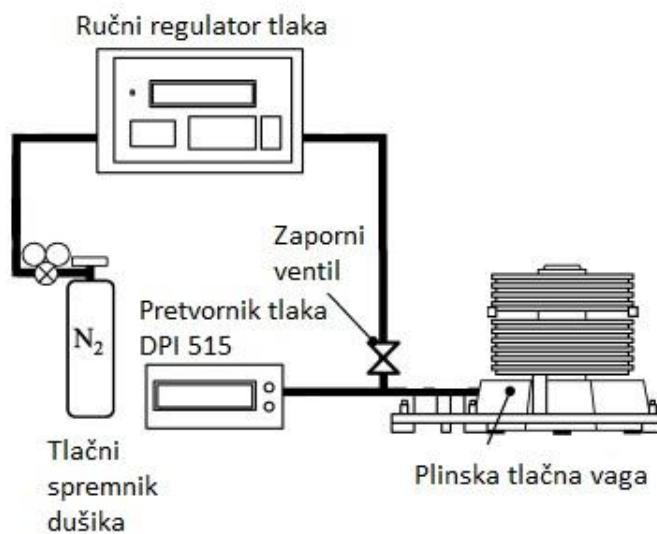
6. OPIS PROVEDENIH MJERENJA I REZULTATI

6.1. Mjerenja u pilot laboratoriju

Inicijalno mjerenje provedeno je u Laboratoriju za procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, 4. svibnja 2018. Mjerenje je izvedeno po A metodi prema DKD-u, što znači da je sadržavalo dvije uzlazne i dvije silazne serije mjerenja. Mjerna linija sastojala se od spremnika radnog medija (dušika), ručnog regulatora tlaka, plinske tlačne vage s terminalom za upravljanje, pretvornika tlaka DPI 515 te spojnog cjevovoda [Slike 13 i 14]. Korištena plinska tlačna vaga je model PG-7601 proizvođača Fluke Calibration i serijskog broja 703.



Slika 13. Mjerna linija - LPM



Slika 14. Shema mjerne linije

Okolišni uvjeti koji su vladali tijekom mjerenja prikazani su Tablicom 8.

Tablica 8. Okolišni uvjeti

| | |
|---------------------------|-------------|
| Temperatura okoline, [°C] | 25 ± 1 |
| Tlak okoline, [mbar] | 997 ± 1 |
| Relativna vlaga, [%] | 50 ± 5 |

Prije početka mjerenja provedene su pripremne radnje koje su uključivale rastavljanje i provjeru čistoće sklopa klip-cilindar, spajanje boce s dušikom (izvora radnog medija) s etalonom i spajanje etalona s pretvornikom tlaka DPI 515 te puštanje radnog medija u sustav preko ručnog regulatora. Također, izvršena su i tri potrebna predopterećanja.

U skladu s uputama DKD-a, odabrane su mjerne točke koje su prikazane Tablicom 9.

Tablica 9. Mjerne točke

| Mjerna točka | Tlak [bar] |
|--------------|------------|
| 1 | 0 |
| 2 | 10 |
| 3 | 20 |
| 4 | 30 |
| 5 | 40 |
| 6 | 50 |
| 7 | 60 |
| 8 | 70 |

Tablica prikazuje kombinacije utega koji su korišteni na tlačnoj vagi za odabranu mjernu točku. Kombinacije utega pojedine silazne i uzlazne serije su jednake.

Preko ručnog regulatora tlaka namještan je tlak za pojedinu mjernu točku te su bilježena očitavanja koja je pokazivao pretvornik tlaka DPI 515.

Zbog zauzetosti laboratorija, u trenutku pisanja ovog rada pilot laboratorij još nije izvršio drugo mjerenje te se zbog toga prikazani rezultati LPM-a i korišteni podaci u analizi odnosne samo na prvo mjerenja.

6.1.1. Izračun efektivnog tlaka tlačne vage

Efektivni tlak tlačne vage izračunava se prema jednadžbi (2). Budući da je korišten radni medij dušik, čija je gustoća pri atmosferskom tlaku slična zraku, zanemarene su korekcije uslijed uzgorskog djelovanja i površinske napetosti radnog medija. Osim toga, smatra se da je os klipa paralelna s vertikalnom osi, a tlačna vaga i pretvornik tlaka bili su vertikalno poravnati tako da nije bilo razlike u visinama između njih. Posljedično jednadžba za izračun efektivnog tlaka glasi:

$$p_e = \frac{\left[\sum_i \left[m_i \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{mi}} \right) \right] \right] \cdot g}{A_0(20; 0) [1 + (\alpha_k + \alpha_c)(t - 20)] \cdot (1 + \lambda \cdot p_e)} \quad (13)$$

Podaci o etalonu koji su korišteni za izračun efektivnog tlaka tlačne vage prikazani su Tablicama 10 i 11.

Tablica 10. Podaci o etalonu

| Podaci o etalonu | Oznaka | Iznos | Jedinica |
|-------------------------------------|----------------|---------------------------|-------------------------|
| Efektivna površina | A_0 | $4,901904 \cdot 10^{-5}$ | m^2 |
| Koeficijent distorzije | λ | $-2,350000 \cdot 10^{-7}$ | bar^{-1} |
| Volumen za koji se radi korekcija | v | $0,000000 \cdot 10^0$ | m^3 |
| Ubrzanje sile teže za LPM | g | 9,806650 | m/s^2 |
| Opseg klipa | Γ | $2,481288 \cdot 10^{-2}$ | m |
| Koeficijent temperaturne ekspanzije | α_{k+c} | $9,00 \cdot 10^{-6}$ | $^{\circ}\text{C}^{-1}$ |

Tablica 11. Podaci o utezima

| Oznaka na utegu | Masa utega, m [g] | Nesigurnost mase, u_m [g] | Nominalni tlak, p_n [bar] | Gustoća utega, ρ_m [kg/m ³] | Nesigurnost gustoće, $u_{\rho m}$ [kg/m ³] |
|-----------------|-------------------|-----------------------------|-----------------------------|--|--|
| o.u. | 200,00140 | 0,1000 | 0,400 | 10080 | 75 |
| dodatak | 299,99320 | 0,0000 | 0,600 | 7975 | 75 |
| 1 | 100,00110 | 0,0004 | 0,200 | 7975 | 75 |
| 2 | 199,99820 | 0,0006 | 0,400 | 7975 | 75 |
| 3 | 200,00160 | 0,0006 | 0,400 | 7975 | 75 |
| 4 | 500,00310 | 0,0015 | 1,000 | 7975 | 75 |
| 5 | 1000,01300 | 0,0025 | 2,001 | 7975 | 75 |
| 6 | 2000,02600 | 0,0058 | 4,001 | 7975 | 75 |
| 7 | 2000,02600 | 0,0046 | 4,001 | 7975 | 75 |
| 8 | 4500,02400 | 0,0067 | 9,003 | 7975 | 75 |
| 9 | 5000,04400 | 0,0089 | 10,003 | 7975 | 75 |
| 10 | 5000,06200 | 0,0086 | 10,003 | 7975 | 75 |
| 11 | 5000,01100 | 0,0072 | 10,003 | 7975 | 75 |
| 12 | 5000,04400 | 0,0077 | 10,003 | 7975 | 75 |
| 13 | 5000,03500 | 0,0090 | 10,003 | 7975 | 75 |

6.1.2. Rezultati mjerenja pilot laboratorija

Rezultati mjerenja su očitavanja vrijednosti tlaka na pretvorniku tlaka za svaku točku mjerne serije [Tablica 12]. Iz tih vrijednosti izračunati su srednja vrijednost očitavanja, odstupanje, histereza i ponovljivost [Tablica 13].

Tablica 12. Vrijednosti očitavanja

| Tlak etalona [bar] | Seriya M1 [bar] | Seriya M2 [bar] | Seriya M3 [bar] | Seriya M4 [bar] |
|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 0 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 |
| 10 | 10,002 | 10,003 | 10,003 | 10,003 |
| 20 | 20,005 | 20,004 | 20,005 | 20,005 |
| 30 | 30,007 | 30,006 | 30,007 | 30,006 |
| 40 | 40,009 | 40,009 | 40,009 | 40,008 |
| 50 | 50,011 | 50,010 | 50,011 | 50,011 |
| 60 | 60,013 | 60,013 | 60,013 | 60,013 |
| 70 | 70,016 | 70,016 | 70,015 | 70,015 |

Tablica 13. Rezultati LPM

| Tlak etalona [bar] | Efektivni tlak [bar] | Srednja vrijednost očitavanja [bar] | Odstupanje [bar] | Histereza [bar] | Ponovljivost [bar] |
|--------------------|----------------------|-------------------------------------|------------------|-----------------|--------------------|
| 0 | 0,00000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| 10 | 10,00105 | 10,0028 | 0,0017 | 0,0005 | 0,0010 |
| 20 | 20,00221 | 20,0048 | 0,0025 | 0,0005 | 0,0010 |
| 30 | 30,00344 | 30,0065 | 0,0031 | 0,0010 | 0,0000 |
| 40 | 40,00462 | 40,0088 | 0,0041 | 0,0005 | 0,0010 |
| 50 | 50,00592 | 50,0108 | 0,0048 | 0,0005 | 0,0010 |
| 60 | 60,00724 | 60,0130 | 0,0058 | 0,0000 | 0,0000 |
| 70 | 70,00867 | 70,0155 | 0,0068 | 0,0000 | 0,0010 |






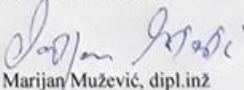
6.2. Mjerenja u sudjelujućem laboratoriju

Mjerenja u sudjelujućem laboratoriju, BMB laboratoriju Brcković, izvršena su 10. svibnja 2018. godine. Ovaj laboratorij osnovan je 1987. godine i akreditirani je umjerni laboratorij prema normi HRN EN ISO/IEC 17025:2007 od strane Hrvatske akreditacijske agencije u područjima tlaka temperature i relativne vlažnosti (potvrda o akreditaciji broj 2275). Korištena plinska tlačna vaga je model CPS 5000, proizvođača WIKA i tvorničkog serijskog broja 50320(45027). Procedura samog mjerenja bila je jednaka kao i za inicijalno mjerenje, a mjera linija je prikazana na Slici 15. Dobiveni rezultati mjerenja sudjelujućeg laboratorija zajedno s uvjetima okoline prikazani su Slikama 16, 17, 18 i 19.



Slika 15. Mjerna linija - BMB

6.2.1. Rezultati mjerenja sudjelujućeg laboratorija

| | | | | | | | |
|--|--|---|--|---|--|--|--|
|  | | BMB Laboratorij Brcković Umjerni laboratorij <i>BMB Laboratory Brcković - Calibration laboratory</i> | |  | | 17025 · HAA  | |
| Laboratorij za umjeravanje mjerila tlaka, temperature i relativne vlažnosti <i>Laboratory for the calibration of pressure, temperature and relative humidity devices</i> | | | | | | | |
| Potvrda o umjeravanju <i>Calibration certificate</i> | | | | Umjerna naljepnica <i>Calibration label</i> | |  | |
| Predmet umjeravanja <i>Object</i> | | El. pretvornik tlaka sa pokazivačem, 0 do 100 bar | | Potvrda o umjeravanju dokazuje sljedivost prema nacionalnim etalonima koji ostvaruju mjerne jedinice u skladu s Međunarodnim sustavom jedinica (SI). Korisnik se obvezuje na ponovno umjeravanje u odgovarajućim vremenskim razmacima. Umjeravanje je provedeno u skladu s akreditacijom i mjernim mogućnostima laboratorija. Dobivena mjerna nesigurnost ne uzima u obzir moguće promjene predmeta umjeravanja kroz dulje razdoblje. <i>This calibration certificate documents the traceability to national standards, which realise the units of measurement according to the International System of Units (SI). The user is obliged to have the object recalibrated at appropriate intervals. The calibration is performed according to the accreditation and measurement capabilities of the laboratory. The reported uncertainty does not include an estimation of long-term variations.</i> | | | |
| Proizvođač <i>Manufacturer</i> | | DRUCK | | | | | |
| Tip <i>Type</i> | | DPI 515 | | | | | |
| Tvornički broj <i>Serial number</i> | | 51502404 | | | | | |
| Naručitelj <i>Customer</i> | | Fakultet strojarstva i brodogradnje - Laboratorij za procesna mjerenja Ivana Lučića 5 10000 Zagreb | | | | | |
| Vlasnik <i>Owner</i> | | | | | | | |
| Oznaka zahtjeva <i>Order no.</i> | | 15606_MLU | | | | | |
| Ukupan broj stranica potvrde <i>Number of pages of the certificate</i> | | 4 | | | | | |
| Datum umjeravanja <i>Date of calibration</i> | | 10.05.2018. | | | | | |
| <p>Mjerna nesigurnost navedena u ovoj potvrdi o umjeravanju odgovara vrijednosti složene nesigurnosti pomnožene s faktorom pokrivanja $k = 2$. Ona je određena prema EA-4/02. Navedeni rezultat mjerenja normalno se nalazi u naznačenim granicama vrijednosti s područjem povjerenja od približno 95 %.</p> <p>Potvrda o umjeravanju smije se umnožavati samo u cijelosti, osim uz odobrenje BMB Laboratorija Brcković. Potvrda o umjeravanju nije valjana bez potpisa i žiga.</p> <p><i>There is stated that expanded uncertainty of measurement results from combined standard uncertainty by multiplying with the coverage factor $k = 2$. It was determined according to EA-4/02. The value of the measurand is normally within the assigned interval of values with a confidence level of approximately 95 %.</i></p> <p><i>This calibration certificate may be reproduced only in full, except with the permission of BMB Laboratory Brcković. Calibration certificates without signature and seal are not valid.</i></p> | | | | | | | |
| Žig Seal | |  | | Datum Date | | Voditelj laboratorija Head of the laboratory | |
| | | 11.05.2018. | |  | | Marijan Mužević, dipl.inž | |
| BMB Laboratorij Brcković – Umjerni laboratorij 10040 ZAGREB, Čulinečka cesta 87, tel.: ++385 (1) 2866-893, 2865-184, fax: ++385 (1) 2866-892 IBAN: HR2623400091160428706 Privredna banka, MBO: 90741587, OIB: 47590958254 e-mail: info@bmb-laboratorij.hr, www.bmb-laboratorij.hr | | | | | | | |

Slika 16. Potvrda o umjeravanju, BMB (1/4)

stranica 2 od 4
page from 4

B-5753
18 - 05

Metoda umjeravanja: Predmet je umjeravan prema odobrenom postupku UP13 Umjeravanje mjerila tlaka (Izdanje 9, 2016) sukladnom sa Uputom DKD-R 6-1, Umjeravanje mjerila tlaka (Ed. 3, 2014).

Calibration method: Item is calibrated according to the approved procedure UP13 Calibration of pressure devices (Issue 9, 2016) compatible with the Guideline DKD-R 6-1, Calibration of Pressure Gauges (Ed. 3, 2014).

Podaci klime okoliša:
Environment conditions:

| | Temperatura zraka <i>Air temperature</i> (°C) | Relativna vlažnost <i>Humidity</i> (%) | Tlak zraka <i>Air pressure</i> (hPa) |
|---|---|--|--|
| Mjereno <i>Measured</i> | 23,2 ... 23,4 | 40,7 ... 39,1 | 997,1 |
| Mjer. nesigurnost (U) <i>Uncertainty</i> | 0,3 | 2,5 | 0,2 |

Opis predmeta umjeravanja:
Item description: El. pretvornik tlaka sa pokazivačem, mjernog područja 0 do 100 bar, najmanjeg podjeljka 0,001 bar

Etalonska oprema:
Used standards: – Tlačna vaga WIKA; 0,4/100 bar, tip CPS 5000, tv.br. 50320(45027), mjerne nesigurnosti ($k=2$) $U = 5 \times 10^{-5} \times p$, ali ne manje od 0,4 mbar, umjerena u SMU, tlačni medij plin, naljepnica 04061-630-017-17

Mjerni uvjeti:
Measurement conditions: Mjerilo je umjeravano u laboratoriju.
Položaj tijekom umjeravanja: horizontalan.
Referentni nivo u centru priključka mjerila.
Tlačni medij dušik.

Zapažanja:
Notes: Mjerenja su provedena za potrebe medulaboratorijske usporedbe.

Rezultati umjeravanja odnose se na navedeno mjerilo i uvjete pri umjeravanju.
The results of calibration are referred to specific object and conditions.

BMB Laboratorij Breković – Umjerni laboratorij
10040 ZAGREB, Čulinečka cesta 87, tel.: ++385 (1) 2866-893, 2915-987, fax: ++385 (1) 2866-892
IBAN: HR2623400091160428706 Privredna banka, MBO: 90741587, OIB: 47590958254
e-mail: info@bmb-laboratorij.hr, www.bmb-laboratorij.hr

BMB Laboratorij Breković
2275
Umjerni laboratorij

UF19/11

Slika 17. Potvrda o umjeravanju, BMB (2/4)

stranica 3 od 4
page from



Rezultati mjerenja:
Measurement results:

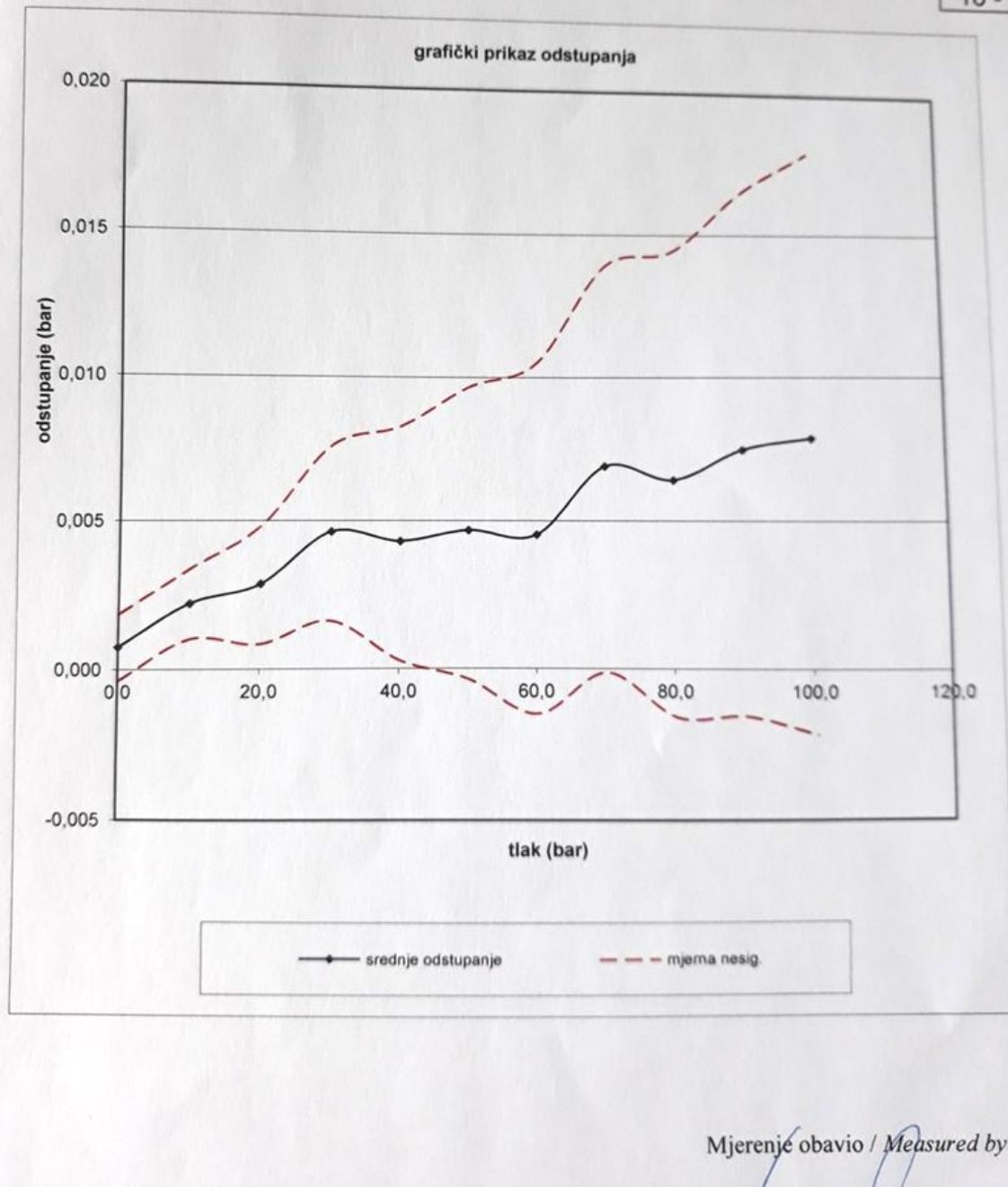
| Red. br. | Etalonski tlak p_e (bar) | Očitavanje na umjeravanom mjerilu | | | |
|----------|----------------------------------|-----------------------------------|---------|---------|---------|
| | | uzlazno | silazno | uzlazno | silazno |
| | | M1 | M2 | M3 | M4 |
| 1 | 0,0000 | 0,001 | 0,000 | 0,001 | 0,001 |
| 2 | 9,9625 | 9,964 | 9,964 | 9,966 | 9,965 |
| 3 | 19,9250 | 19,928 | 19,929 | 19,928 | 19,927 |
| 4 | 29,8877 | 29,893 | 29,892 | 29,893 | 29,892 |
| 5 | 39,8502 | 39,855 | 39,856 | 39,854 | 39,853 |
| 6 | 49,8127 | 49,818 | 49,819 | 49,816 | 49,817 |
| 7 | 59,8131 | 59,815 | 59,819 | 59,817 | 59,819 |
| 8 | 69,8134 | 69,823 | 69,822 | 69,816 | 69,820 |
| 9 | 79,8136 | 79,819 | 79,820 | 79,820 | 79,821 |
| 10 | 89,8139 | 89,823 | 89,819 | 89,823 | 89,821 |
| 11 | 99,8142 | 99,825 | 99,820 | 99,823 | 99,821 |

| Red. br. | Etalonski tlak p_e (bar) | Srednja vrijednost | Mjerni odmak | Histereza h | Ponovljivost b | Mjerna nesigurnost U |
|----------|----------------------------------|--------------------|----------------|-------------|----------------|----------------------|
| | | M_{sr} | $M_{sr} - p_e$ | | | |
| | | (bar) | (bar) | (bar) | (bar) | (bar) |
| 1 | 0,0000 | 0,0008 | 0,0008 | 0,0005 | 0,0010 | 0,0011 |
| 2 | 9,9625 | 9,9647 | 0,0022 | 0,0005 | 0,0011 | 0,0012 |
| 3 | 19,9250 | 19,9279 | 0,0028 | 0,0010 | 0,0017 | 0,0020 |
| 4 | 29,8877 | 29,8923 | 0,0046 | 0,0009 | 0,0007 | 0,0030 |
| 5 | 39,8502 | 39,8545 | 0,0043 | 0,0011 | 0,0034 | 0,0040 |
| 6 | 49,8127 | 49,8174 | 0,0047 | 0,0010 | 0,0028 | 0,0050 |
| 7 | 59,8131 | 59,8176 | 0,0045 | 0,0027 | 0,0017 | 0,0060 |
| 8 | 69,8134 | 69,8203 | 0,0069 | 0,0019 | 0,0061 | 0,0070 |
| 9 | 79,8136 | 79,8200 | 0,0064 | 0,0011 | 0,0009 | 0,0080 |
| 10 | 89,8139 | 89,8214 | 0,0075 | 0,0027 | 0,0019 | 0,0090 |
| 11 | 99,8142 | 99,8221 | 0,0079 | 0,0036 | 0,0013 | 0,0100 |

BMB Laboratorij Brcković – Umjerni laboratorij
10040 ZAGREB, Čulinečka cesta 87, tel.: ++385 (1) 2866-893, 2915-987, fax: ++385 (1) 2866-892
IBAN: HR2623400091160428706 Privredna banka, MBO: 90741587, OIB: 47590958254
e-mail: info@bmb-laboratorij.hr, www.bmb-laboratorij.hr



Slika 18. Potvrda o umjeravanju, BMB (3/4)

stranica 4 od 4
page from 4B-575
18-0

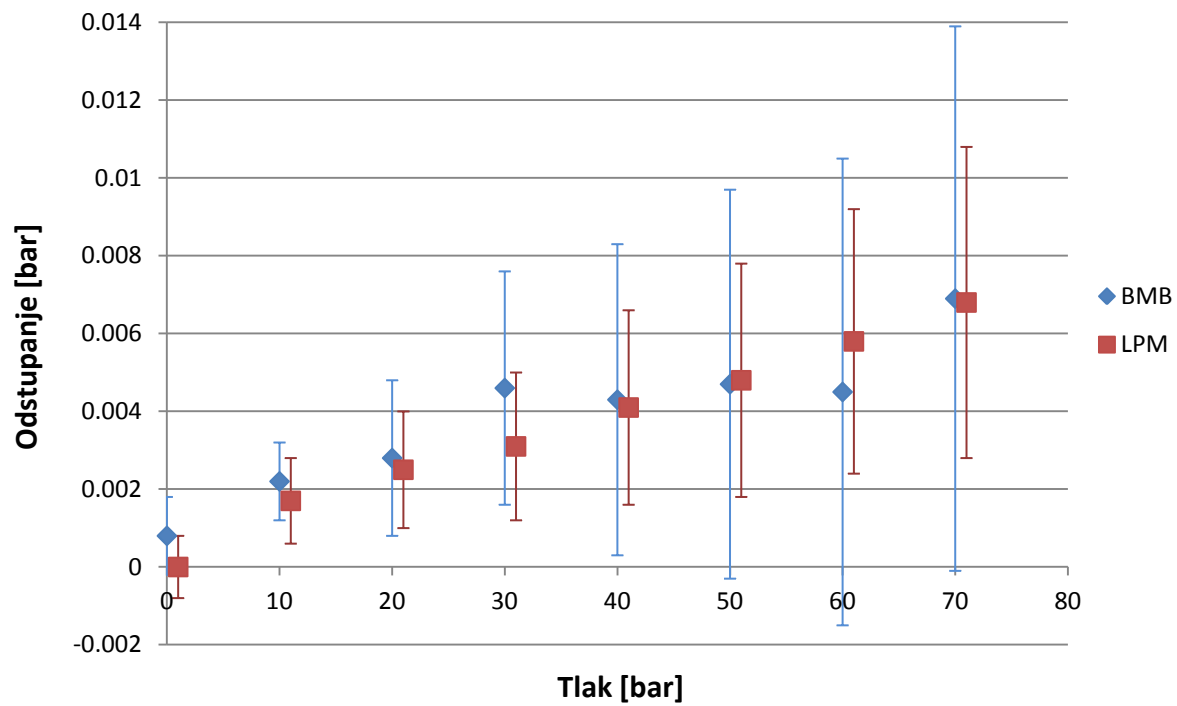
Slika 19. Potvrda o umjeravanju, BMB (4/4)

7. ANALIZA REZULTATA

U sklopu analize rezultata uspoređene su vrijednosti dobivene mjerenjem u Laboratoriju za procesna mjerenja (LPM) te u BMB laboratoriju Brcković. Uspoređivana su mjerna odstupanja, mjerne nesigurnosti, vrijednosti ponovljivosti i histereze, izračunate su E_n vrijednosti te su svi ti podaci prikazani Tablicom 14 i Slikom 20.

Tablica 14. Usporeba rezultata LPM / BMB

| Tlak [bar] | Etalon LPM / BMB | Odstupanje (BMB) [bar] | Odstupanje (LPM) [bar] | Razlika (BMB - LPM) [bar] | Mjerna nesigurnost (LPM) [bar] | Mjerna nesigurnost (BMB) [bar] | E_n [-] |
|------------|------------------|------------------------|------------------------|---------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------|
| 0 | tlačna vaga | 0,0008 | 0,0000 | 0,0008 | 0,0008 | 0,001 | 0,625 |
| 10 | tlačna vaga | 0,0022 | 0,0017 | 0,0005 | 0,0011 | 0,001 | 0,336 |
| 20 | tlačna vaga | 0,0028 | 0,0025 | 0,0003 | 0,0015 | 0,002 | 0,120 |
| 30 | tlačna vaga | 0,0046 | 0,0031 | 0,0015 | 0,0019 | 0,003 | 0,422 |
| 40 | tlačna vaga | 0,0043 | 0,0041 | 0,0002 | 0,0025 | 0,004 | 0,042 |
| 50 | tlačna vaga | 0,0047 | 0,0048 | -0,0001 | 0,0030 | 0,005 | 0,017 |
| 60 | tlačna vaga | 0,0045 | 0,0058 | -0,0013 | 0,0034 | 0,006 | 0,189 |
| 70 | tlačna vaga | 0,0069 | 0,0068 | 0,0001 | 0,0040 | 0,007 | 0,012 |



Slika 20. Grafički prikaz odstupanja i mjernih nesigurnosti

Analiza rezultata pokazala je kako je prema iznosu vrijednosti laboratorij BMB Brković zadovoljio u svim mjernim točkama, odnosno da je E_n vrijednost u svim mjernim točkama manja od 1.

8. ZAKLJUČAK

Mjerenje i umjeravanje su procesi koji zahtijevaju stalno potvrđivanje rezultata i iskazanih mjernih nesigurnosti. S ciljem otkrivanja sustavnih pogrešaka kao i dokazivanja mjeriteljskih sposobnosti, umjerni laboratoriji uvode odgovarajuće mjere osiguranja kvalitete rezultata kao što je sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama. Međulaboratorijske usporedbe su najprikladnije sredstvo kontrole kvalitete rezultata nekog laboratorija te dobar alat za provjeru svih elemenata umjeravanja. Zahtijevaju velik utrošak vremena, a zahtijeva ih i norma HRN EN ISO/IEC 17025:2007. Jedan od bitnih razloga zašto laboratoriji primjenjuju navedenu normu je postizanje statusa akreditiranog tijela čime stječu prednost na tržištu, dokazujući svoju osposobljenost. Svrha ovog rada bila je organizirati, provesti i analizirati međulaboratorijsku usporedbu umjernih laboratorija za tlak koji koriste plinske tlačne vage kao etalone. Tlačne vage su dominantna mjerila srednjeg i visokog tlaka i to su vrlo osjetljivi i precizni instrumenti koji predstavljaju jedna od najtočnijih mjerila tlaka. Provedena je bilateralna međulaboratorijska usporedba rezultata mjerenja tlaka u rasponu od 0 do 7 MPa. Sudionici su Laboratorij za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (pilot laboratorij) i BMB laboratorij Brcković (sudjelujući laboratorij). Korišteni prijenosni standard je pretvornik tlaka visokog razreda točnosti. Mjerenja u svakom od laboratorija izvedena su po A metodi prema DKD-u što znači da su sadržavala dvije uzlazne i dvije silazne serije uz tri predopterećenja na samom početku mjerenja. Rezultati su pokazali kako je mjerna nesigurnost BMB laboratorija Brcković veća od mjerne nesigurnosti Laboratorija za procesna mjerenja (LPM) te da su kod oba laboratorija najveća odstupanja zabilježena kod najvećih tlakova, a najmanja odstupanja kod najmanjih tlakova. Analizom rezultata dva su laboratorija uspoređena preko E_n vrijednosti, što je uobičajeno za umjerne laboratorije. E_n vrijednosti su manje od 1 u svim mjernim točkama što znači da je sudjelujući laboratorij zadovoljio.

LITERATURA

- [1] Galović, A.: Termodinamika 1, Zagreb, 2011.
- [2] Grgec Bermanec L., Zvizdić, D.: Predavanja iz kolegija mjerenja u energetici, FSB-LPM, Zagreb, 2015.
- [3] Molnar, M.: Mjeriteljstvo ukratko, Državni zavod za mjeriteljstvo, Zagreb, 2010.
- [4] Pavese, F., Molinar Min Beciet, G.: Modern Gas-Based Temperature and Pressure Measurements, Springer, New York, 2012.
- [5] DKD-R 6-1 Guideline, Calibration of Pressure Gauges, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig 2003
- [6] EURAMET Upute za umjeravanje elektromehaničkih manometara, EURAMET cg-17, 2017.
- [7] HAA, Pravila za međulaboratorijske usporedbe, HAA-Pr-2/6, 2015.
- [8] Runje B.: Predavanja iz kolegija Mjeriteljstvo, Zagreb, 2013.
- [9] Drijarkara, A. P., Sanetra, C.: Inter-laboratory Comparisons for Emerging National Metrology Institutes, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig, 2012.
- [10] www.svijet-kvalitete.com, 4.7.2018.
- [11] EURAMET Guide on Comparisons No.4, Version 1.1, EURAMET, Braunschweig, 2016.
- [12] Druck Precision Pressure Controller/Calibrator Datasheet, GE Sensing, 2008.

PRILOZI

I. CD-R disc