

# Povezivanje ključne i nacionalne međulaboratorijske usporedbe

---

**Pakšec, Dora**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2020**

*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:235:650362>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-11-12**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

**Dora Pakšec**

Zagreb, 2020.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# DIPLOMSKI RAD

Mentori:

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

Student:

Dora Pakšec

Zagreb, 2020.

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

Zahvaljujem se prof. dr. sc. Lovorki Grgec Bermanec na strpljenju, razumijevanju, vremenu i pruženoj pomoći tijekom izrade rada. Zahvaljujem se i g. Alenu Jurišincu za pomoć i tumačenje prilikom provedbe mjerenja te asistentu Ivanu Matasu i Danijelu Šestanu.

Dora Pakšec



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, brodostrojarski i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

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

## DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Dora Pakšec**

Mat. br.: 0035198541

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Povezivanje ključne i nacionalne međulaboratorijske usporedbe**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Linking of key-comparison and national interlaboratory comparison**

Opis zadatka:

Ključne usporedbe za pojedinu fizikalnu veličinu definira savjetodavni odbor Međunarodnog ureda za utege i mjere (BIPM-a) i u njima mogu sudjelovati samo nacionalni mjeriteljski laboratoriji. Laboratorij za procesna mjerenja, kao nacionalni laboratorij Republike Hrvatske sudjelovao je nedavno u ključnoj usporedbi 24 nacionalna etalona tlaka u rasponu 0,7 MPa do 7 MPa. Svrha ovog rada je dati pregled ključnih usporedbi te organizirati, provesti i analizirati međulaboratorijsku usporedbu umjernih laboratorija za tlak koji mogu umjeravati mjerila tlaka u navedenom području. U radu koristiti mjernu opremu Laboratorija za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje.

Potrebno je izraditi:

- Pregled ključnih usporedbi za fizikalnu veličinu - tlak.
- Pregled normi i uputa za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata.
- Protokol usporedbe za tlak od 0 do 20 bar.
- Opis i rezultate provedenih mjerenja u laboratorijima koji sudjeluju.
- Opis provedenih mjerenja u LPM-u i procjenu mjerne nesigurnosti.
- Analizu rezultata usporedbe određivanjem  $E_n$  vrijednosti i povezivanje rezultata sa ključnom usporedbom.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

14. studenoga 2019.

Datum predaje rada:

16. siječnja 2020.

Predviđeni datum obrane:

20. – 24.1.2020.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Predsjednica Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Tanja Jurčević Lulić

## SADRŽAJ

SADRŽAJ .....	I
POPIS SLIKA .....	III
POPIS TABLICA .....	V
POPIS OZNAKA .....	VI
SAŽETAK .....	VII
SUMMARY .....	VIII
1. UVOD .....	1
2. MJERENJE .....	3
2.1. Povijest mjerenja .....	3
2.2. Međunarodni sustav jedinica SI .....	4
2.3. Mjeriteljstvo i infrastruktura .....	7
2.4. Umjeravanje mjernih instrumenata .....	10
3. TLAČNE VAGE .....	11
3.1. Tlak .....	11
3.1.1. Važnosti mjerenja tlaka .....	13
3.1.2. Vrste mjerenja tlaka .....	14
3.2. Tlačne vage .....	15
3.2.1. Općenito .....	15
3.2.2. Princip rada .....	16
3.2.3. Podjela s obzirom na konstrukciju sklopa klip – cilindar .....	17
4. USPOREDBENA MJERENJA .....	18
4.1. Usporedbena mjerenja .....	18
4.2. Međulaboratorijske usporedbe .....	18
4.3. Međunarodni ured za utege i mjere .....	21
4.4. Ključne usporedbe .....	22
4.5. Sudjelovanje LPM-a u ključnoj usporedbi .....	26

5. PREGLED NORMI I UPUTA ZA PROVEDBU MEĐULABORATORIJSKIH	
USPOREDBI I OBRADU REZULTATA .....	29
5.1. CROLAB .....	29
5.2. Norme.....	30
5.3. Upute za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata .....	31
5.3.1. DKD i upute za umjeravanje .....	31
5.3.1.1. Metode umjeravanja.....	34
5.3.2. Euramet.....	36
5.3.2.1. Organizacija i upute za provođenje međulaboratorijskih usporedbi .....	37
5.3.3. HAA norme i pravila za međulaboratorijske usporedbe .....	41
5.3.3.1. Norma HRN EN ISO/IEC 17043:2010, Ocjenjivanje sukladnosti – Opći zahtjevi za ispitivanje sposobnosti .....	43
5.3.3.2. Norma ISO IEC 17025 .....	46
6. PROTOKOL USPOREDBE ZA TLAK OD 0 DO 20 BAR.....	48
6.1. Tehnički protokol za međulaboratorijsku usporedbu rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama u rasponu do 2 MPa .....	48
6.2. Protokol za međulaboratorijske usporedbe do 2 MPa proveden između LPM-a i sudjelujućih laboratorija .....	49
7. OPIS MJERENJA I REZULTATI.....	55
7.1. Mjerenja u pilot laboratoriju .....	55
7.2. Rezultati mjerenja u pilot laboratoriju .....	57
7.3. Rezultati sudjelujućih laboratorija.....	58
8. ANALIZA REZULTATA .....	63
8.1. Stabilnost pretvornika .....	70
9. ZAKLJUČAK.....	72
LITERATURA .....	73
PRILOZI .....	75

## POPIS SLIKA

Slika 1.	Prototip kilograma .....	6
Slika 2.	Mjerenje tlaka stupcem tekućine .....	11
Slika 3.	Kaotično gibanje čestica u posudi .....	12
Slika 4.	Satelitska snimka izljeva nafte, 24. svibnja 2010.....	13
Slika 5.	Naftna platforma Deepwater Horizon nakon eksplozije .....	14
Slika 6.	Vrste i područja primjene tlačnih vaga .....	15
Slika 7.	Plinska tlačna vaga .....	16
Slika 8.	Sklop klip – cilindar, osnovne konfiguracije tlačne vage .....	17
Slika 9.	Kružni tip međulaboratorijske usporedbe .....	20
Slika 10.	Zvezdasti tip međulaboratorijske usporedbe .....	20
Slika 11.	Organizacijska shema ključnih usporedni .....	24
Slika 12.	Eksperimentalna postava usporedbe .....	27
Slika 13.	Stupnjevi ekvivalencije i proširena mjerna nesigurnost za 4,10 MPa.....	28
Slika 14.	Stupnjevi ekvivalencije i proširena mjerna nesigurnost za 6,79 MPa.....	28
Slika 15.	Prikaz metode A .....	35
Slika 16.	Prikaz dodatne dvije mjerne serije metode A .....	35
Slika 17.	Detalj Z iz vizualnog prikaza metode A .....	35
Slika 18.	Prikaz metode B.....	36
Slika 19.	Prikaz metode C.....	36
Slika 20.	Mjerena linija referentnog laboratorija .....	49
Slika 21.	Pretvornik tlaka s kalibratorom Druck DPI 615 – prijenosni etalon.....	50
Slika 22.	Shema mjerne linije.....	55
Slika 23.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 0 bar .....	65
Slika 24.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 2 bar .....	66
Slika 25.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 0 bar .....	66
Slika 26.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 8 bar .....	67
Slika 27.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 10 bar .....	67
Slika 28.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 12 bar .....	68
Slika 29.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 14 bar .....	68
Slika 30.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 17 bar .....	69



---

Slika 31.	Usporedba laboratorija pri tlaku od 20 bar .....	69
Slika 32.	Grafički prikaz mjernih rezultata svih laboratorija .....	70
Slika 33.	Odstupanje pretvornika tlaka DPI 615 .....	71

## POPIS TABLICA

Tablica 1. Osnovne jedinice Međunarodnog sustava [4].....	5
Tablica 2. Pregled ključnih usporedbi za fizikalnu veličinu - tlak.....	26
Tablica 3. Metode umjeravanja A, B i C .....	34
Tablica 4. Korektivne mjere u slučaju problema prilikom mjerenja .....	39
Tablica 5. HAA upute za međulaboratorijske usporedbe .....	42
Tablica 6. Osnovne karakteristike radnog etalona TLVAG10.....	51
Tablica 7. Podaci o utezima.....	51
Tablica 8. Tehnički podaci za pretvornik tlaka Druck DPI 615.....	52
Tablica 9. Popis sudjelujućih laboratorija .....	53
Tablica 10. Raspored kruženja pretvornika.....	53
Tablica 11. Okolišni uvjeti .....	55
Tablica 12. Mjerne točke .....	56
Tablica 13. Kombinacije utega.....	56
Tablica 14. Podaci o etalonu.....	57
Tablica 15. Vrijednosti očitavanja pilot laboratorija .....	57
Tablica 16. Rezultati LPM-a .....	58
Tablica 17. Vrijednosti očitavanja za LAB1 .....	58
Tablica 18. Rezultati LAB1 .....	59
Tablica 19. Vrijednosti očitavanja za LAB2 .....	59
Tablica 20. Rezultati LAB2 .....	60
Tablica 21. Vrijednosti očitavanja za LAB3 .....	60
Tablica 22. Rezultati LAB3 .....	61
Tablica 23. Vrijednosti očitavanja za LAB4 .....	61
Tablica 24. Rezultati LAB4 .....	62
Tablica 25. Usporedba rezultata LAB1/LPM.....	63
Tablica 26. Usporedba rezultata LAB2/LPM.....	63
Tablica 27. Usporedba rezultata LAB3/LPM.....	64
Tablica 28. Usporedba rezultata LAB4/LPM.....	64
Tablica 29. Rezultati završnog i početnog mjerenja .....	70

## POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
A	$m^2$	površina
$A_0$	$m^2$	efektivna površina
b	bar	ponovljivost
c	N/m	površinska napetost
$E_n$	-	$E_n$ vrijednost
F	N	sila
p	Pa	tlak
$p_e$	bar	tlak etalona
$p_{ok}$	bar	tlak okoliša
$p_{pr}$	bar	pretlak
g	$m/s^2$	gravitacijska konstanta
h	bar	histereza
H	m	visina
M	bar	srednja vrijednost
t	°C	temperatura
$t_{ok}$	°C	temperatura okoliša
u	bar	standardna mjerna nesigurnost
U	bar	proširena mjerna nesigurnost
v	$m^3$	volumen
$\alpha_c$	°C <sup>-1</sup>	koeficijent temperaturnog rastezanja cilindra
$\alpha_k$	°C <sup>-1</sup>	koeficijent temperaturnog rastezanja klipa
$\alpha_{k+c}$	°C <sup>-1</sup>	koeficijent temperaturene ekspanzije
$\rho$	$kg/m^3$	gustoća
$\lambda$	$bar^{-1}$	koeficijent distorzije
$\Gamma$	m	opseg klipa

## **SAŽETAK**

U ovom radu su opisane ključne usporedbe, norme i upute za provedbu međulaboratorijskih usporedbi, protokol usporedbi te opis sudjelovanja Laboratorija za procesna mjerenja u ključnoj usporedbi na području od 0 do 70 bar. Laboratorij za procesna mjerenja (LPM), kao nacionalni laboratorij Republike Hrvatske, napisao je protokol, proveo je, organizirao međulaboratorijsku usporedbu u kojoj je sudjelovalo četiri hrvatska laboratorija a na kraju su analizirani rezultati mjerenja. Cilj usporedbi bio je ocijeniti učinkovitost umjeravanja ostalih laboratorija u usporedbi s LPM-om. Sudjelovala su četiri akreditirana laboratorija iz Hrvatske. Kako bi podaci o rezultatima laboratorija ostali u tajnosti, oni će u ovome radu biti samo objašnjeni i navedeni bez naznake kome pripadaju ti rezultati. Mjerenje je izvršeno u rasponu od 0 do 20 bara pomoću tlačne vage i prijenosnog standarda.

Ključne riječi: međulaboratorijska usporedba, tlačna vaga, mjerenje, umjeravanje, prijenosni standard, En vrijednost

## **SUMMARY**

This paper describes key comparisons, standards and instructions for interlaboratory comparisons, the protocol of comparison and a description of the participation of the Process measurement laboratory in the key comparison, ranging from 0 to 70 bars. The Laboratory for Measurement Processing (LPM), as the national laboratory of the Republic of Croatia, has wrote the protocol, organized an interlaboratory comparison involving four Croatian laboratories and in the end the measurement results are analyzed. The aim of the comparison was to evaluate the calibration efficiency of other laboratories compared to LPM. Four accredited laboratories from Croatia participated. In order to keep the results of the laboratory confidential, they will only be published and cited in this paper without indicating to whom the results belong. Measurements were made in the range of 0 to 20 bar with pressure balance and portable standard.

Keywords: interlaboratory comparison, pressure balance, measurement, calibration, portable standard, En value

## 1. UVOD

Svakoga dana svjesno ili nesvjesno susrećemo se s mjerenjem. Koristimo vage za mjerenje tjelesne mase, vaganje sastojaka za pripremu hrane, mjerenje temperature zraka ili tjelesne temperature itd. Takvim mjerenjima ne dajemo preveliku važnost jer nemaju veliki utjecaj na naše zdravlje ili troškove. No, takva su mjerenja u nekim industrijskim procesima od velikog značenja.

Primjerice, bitno je znati temperaturu nafte prilikom punjenja postaje jer promjenom temperature dolazi do promjene u gustoći, dakle i promjene u volumenu. Budući da nafta ima cijenu po volumenu od velike je važnosti poznavanje njezine temperature. Također, u proizvodnji lijekova bitno je znati točnu masu određenih sastojaka ili točnu temperaturu prostorije prilikom proizvodnje. Temeljno istraživanje mjerenja elektrolitske električne vodljivosti poboljšava kakvoću mjerenja elektrolitske električne vodljivosti, a to izravno utječe na kakvoću života pacijenata na hemodijalizi i trošak tretmana zdravstvene zaštite. Nadalje, mjerenje nano čestica u zraku u okolišu i na radnome mjestu može pomoći u poboljšanju kakvoće zraka i zdravlja. Mjerenje vrijednosti prirodnog plina mora biti jednoznačno i pouzdano širom Europe u cilju zaštite potrošača i fiskalnog prihoda. Plin je skup artikl kojim se trguje diljem Europe i podliježe fiskalnim opterećenjima, tako da je važno da potrošači, zemlje uvoznici / izvoznici i porezne vlasti mogu vjerovati da su mjerenja učinjena pošteno, dosljedno i pouzdano.

Iz tog razloga, da se poveća točnost mjerenja, velika se važnost daje umjeravanju i radi se na unaprjeđivanju mjerenja i umjeravanja. Javlja se potreba za sve točnijim podacima mjerenja kako bi procesi u industriji bili kvalitetniji, pa se javlja i potreba za sve kvalitetnijim mjernim instrumentima. Da bi mjerni instrumenti davali točne rezultate sa što manjom greškom oni se moraju umjeravati s drugim mjernim instrumentom koji se naziva etalon. Ako se svaki mjerni instrument umjeri prema tom etalonu svi instrumenti će davati rezultate u odnosu na isti etalon, dakle uvjeti i rezultati će biti jednaki za svaki proces mjerenja u svijetu.

Tema ovog diplomskog rada temelji se na jednoj takvoj provjeri umjernih laboratorija u Hrvatskoj. Naime, u Hrvatskoj postoje laboratoriji, industrije itd. kojima je od velike važnosti da su instrumenti za mjerenje tlaka dobro podešeni u cilju postizanja akreditacije i što točnijih rezultata. Budući da je tlačna vaga LPM-a najbolja u Hrvatskoj na njoj će se umjeriti LPM-ov pretvornik tlaka i on će se koristiti u svim tim laboratorijima kao prijenosni etalon. Najprije se

ispitivanje, u nekoliko točaka do 20 bara, izvršilo u LPM-u na FSB-u a onda se taj isti pretvornik tlaka nosio u mjeriteljske laboratorije kao putujući etalon. Nakon njihovih ispitivanja pomoću putujućeg etalona on se ponovo vraća u LPM gdje se vrši isto ispitivanje. Za sada su četiri laboratorija obavila usporedbu svojeg mjernog instrumenta za tlak s onime iz LPM-a no ispitivanje će se nastaviti provoditi u svim laboratorijima Hrvatske.

Provedba ovih usporedbi potaknuta je projektom u kojem je sudjelovalo dvadeset i četiri laboratorija a trajao je deset godina. Radi se o ključnim usporedbama koje su organizirane na europskoj razini i u toj usporedbi je sudjelovao Laboratorij za procesna mjerenja, kao nacionalni laboratorij Republike Hrvatske. On se pokazao vrlo uspješnim u tim usporedbama i upravo zbog svoje visoke točnosti i kompetencije LPM, kao pilot laboratorij, je odlučio provesti takve usporedbe u cijeloj Hrvatskoj.

## 2. MJERENJE

### 2.1. Povijest mjerenja

Dužina je najpotrebnija mjera u svakodnevnom životu a mjerne jedinice za dužinu u mnogim zemljama još uvijek odražavaju prve elementarne metode čovječanstva. Lakat se već u Noino doba koristio za mjerenje dužine jer je takvo mjerilo uvijek lako dostupno i ne može se zagubiti. Temelji se na podlaktici izmjerenoj od lakta do vrha srednjeg prsta. Kad se duljina poput ove standardizira, obično se uzima kraljeva dimenzija kao prva norma. Uz lakat, za mjerenje dužine koristili su se i ostali dijelovi ljudskog tijela kao što su: palac, stopa, ruka itd. a zahvaljujući tome otkriveni su zanimljivi odnosi između dijelova ljudskog tijela. Duljina koja odgovara prosječnoj širini ljudskog palca je inch (25,4 mm) je također duljina od vrha prsta do prvog zgloba četvrtog prsta na ruci. Inch se još i danas koristi u angloameričkim zemljama kao jedinica. Jedna stopa je dvanaest palaca, tri stope su udaljenost od vrha ljudskog nosa do kraja ispružene ruke. Za složene civilizacijske probleme mjerenja (poput istraživanja zemljišta radi upisa vlasničkih prava ili prodaja robe po dužini) bila je potrebna preciznija jedinica. Rješenje je bila šipka, točno određene dužine, koja se drži na središnjem javnom mjestu. Iz tog „standarda“ se mogu kopirati i distribuirati drugi identični štapovi kroz zajednicu. U Egiptu i Mezopotamiji ti se standardi čuvaju u hramovima. Istraživanja pokazuju da su Babilonci prvi imali jedinstven sustav mjera propisan od strane vladara. Bakreni štap duljine 1103,5 mm mase 41,5 kg je bio pramjerilo duljine koje potječe iz doba oko 2000 godina prije Krista. Babilonci osim što su imali normiranu mjeru za duljinu, imali su i za masu i za volumen. Za mjerenje težine, ljudsko tijelo ne pruža tako jednostavne aproksimacije kao za duljinu. Ovdje nastupa priroda i kao rješenje nudi zmo pšenice koje je razumno standardne veličine. Težina se može s velikom točnošću izraziti preko broja zrna i to je mjera koju draguljari još uvijek koriste. Kao i kod mjerenja duljine, grumen metala se može čuvati u hramu kao službeni standard za određeni broj žitarica.

Metrički mjerni sustav te decimalni sustav mjera ozakonjen je, zbog lakšeg preračunavanja, zakonima iz 1795. i 1799. godine. Osim metra uveden su i kvadratni i kubični metar, jedinica za težinu (težina  $1\text{cm}^2$  čiste vode kod  $4^{\circ}\text{C}$ ) i jedinica za vrijeme sekunda, koja definira  $1/86400$ -ti dio srednjeg dana. Masa od jednog kilograma i duljina od jednog metra materijalno su utjelovljene iz platine i 1799. godine pohranjene u arhivu Francuske Republike. Zbog toga su dobile naziv i arhivski ki i arhivski metar. Kako se razvijala znanost i kako su napredovale



tehnologija i trgovina, javila se potreba za uvođenjem jedinstvenog metarskog sustava. S ciljem da se definiraju mjerne jedinice koje će biti zajedničke svim zemljama Europe zasjedala se prva Međunarodna komisija za metar 1870. godine. Na 20. svibnja 1875. godine u Parizu je potpisan Dogovor o metru. Kasnije je dogovoreno da će se osnovati i održavati Međunarodni ured za utege i mjere (BIPM) kojemu će sjedište biti Pariz, a biti će pod vodstvom Međunarodnog odbora za utege i mjere (CIPM) kojeg čine zastupnici svih vlada potpisnica ugovora. Male dopune i izmjene dogovor je doživio 6. listopada 1921. godine, kada su dodane i jedinice električnih veličina. Tim dogovorima je postavljen temelj današnjem Međunarodnom sustavu jedinica SI. [1][2][3]

## 2.2. Međunarodni sustav jedinica SI

Godine 1960. održana je jedanaesta Opća konferencija za utege i mjere (CGPM) te je tamo nastao naziv Međunarodni sustav jedinica i kratica SI (od francuskog naziva *Système International d'Unités*). Osnovne veličine se dogovorno smatraju neovisnima a one su: masa, duljina, vrijeme, termodinamička temperatura, električna struja, količina tvari i svjetlosna jakost. CGPM je odlučio da odgovarajuće osnovne jedinice budu: kilogram, metar, sekunda, kelvin, amper, mol i kandela. Izvedene SI jedinice tada se tvore kao umnošci potencija osnovnih jedinica u skladu s algebarskim odnosima kojima su definirane odgovarajuće izvedene veličine pomoću osnovnih veličina. Vrijednost neke veličine se piše kao umnožak broja i jedinica. Broj s kojim se množi jedinica brojčana je vrijednost veličine koja je izražena tom jedinicom. Time je brojčana vrijednost te veličine neovisna o odabiru jedinice no brojčane vrijednosti će se razlikovati u različitim jedinicama. Na primjer ista vrijednost mase od 1 kilograma se može dati kao zapis od 1000 grama, pri čemu je 1 brojčana vrijednost mase u kilogramima a 1000 brojčana vrijednost mase u gramima. Jedinice Međunarodnog sustava, tzv. jedinice SI mogu biti:

- osnovne
- izvedene s posebnim nazivima i znakovima
- izvedene bez posebnih naziva i znakova

Zakonite mjerne jedinice u Republici Hrvatskoj uređene su Zakonom o mjeriteljstvu (Narodne novine br. 163/03 od 1. listopada 2003.) te Pravilnikom o mjernim jedinicama NN

2/07 i hrvatskim normama (HRN ISO 1000 i HRN ISO 31). U tablici ispod su sve osnovne veličine s pripadajućim jedinicama. [4]

**Tablica 1. Osnovne jedinice Međunarodnog sustava [4]**

Osnovna veličina		Osnovna SI jedinica	
Naziv osnovne veličine	Znak	Naziv osnovne SI jedinice	Znak
Duljina	$l$	Metar	m
Masa	$m$	Kilogram	kg
Vrijeme	$t$	Sekunda	s
Termodinamička temperatura	$T$	Kelvin	K
Električna struja	$I$	Amper	A
Količina tvari	$n$	Mol	mol
Svjetlosna jakost	$I_v$	Kandela	$C_d$

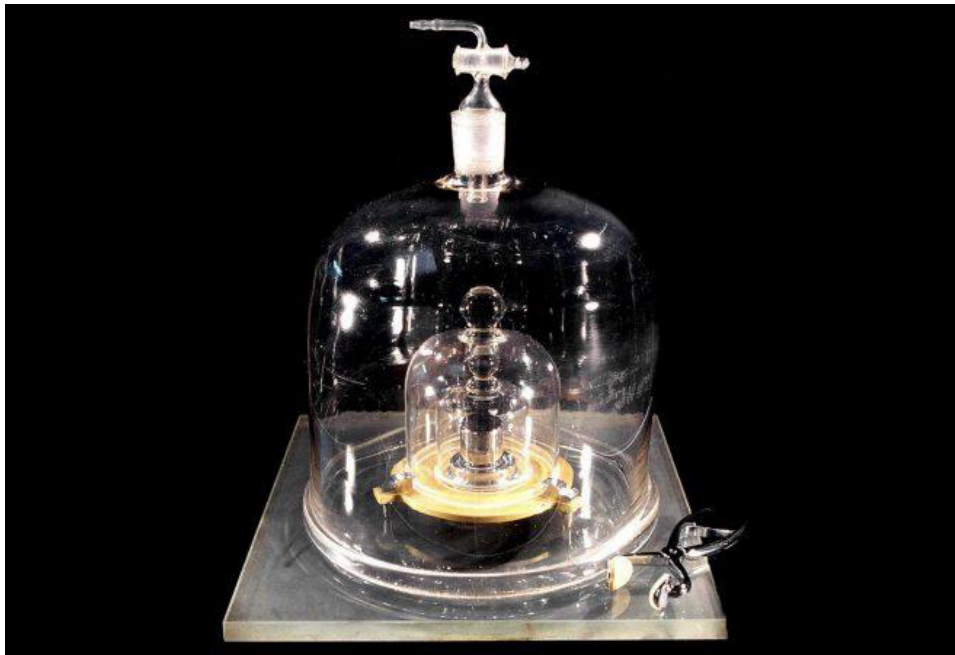
Definicije osnovnih jedinica:

**Metar** je duljina puta koju svjetlost prijeđe u vakuumu za vrijeme 299 792 458 – og dijela sekunde.

Prvobitna definicija metra iz 1889. temeljena na prototipu šipke od platin-iridija doživjela je nekoliko modifikacija tijekom povijesti a ova definicija je posljednja i usvojena je 1983. godine.

**Kilogram** je jednak masi međunarodne pramjere kilograma.

Krajem 18. stoljeća kilogram je bio masa kubnog decimetra vode. Međunarodni prototip kilograma, napravljen od platin-iridija, proglašen je 1889. riječima: "Ovaj prototip se od sada treba smatrati jedinicom mase". Na slici ispod je prikazan originalni prototip koji se čuva u Međunarodnom uredu za utege i mjere (Bureau International des Poids et Mesures) koji se nalazi u Sèvres-u, predgrađu Pariza.



**Slika 1. Prototip kilograma**

**Sekunda** je trajanje 9 192 631 770 perioda zračenja koje odgovara prijelazu između dviju hiperfinskih razina osnovnog stanja atoma cezija 133.

Ta definicija usvojena je 1967. a odnosi se na atom cezija u njegovom osnovnom stanju pri temperaturi 0 K.

**Ampere** je ona stalna struja koja prolazi dvama ravnim, paralelnim, neizmjereno dugačkim vodičima, zanemarivo malenog poprečnog presjeka, razmaknutim jedan metar u vakuumu te prouzrokuje između njih silu od  $2 \times 10^{-7}$  N po metru duljine.

**Kelvin** je 273,16 – ti dio termodinamičke temperature trojne točke vode.

**Mol** je množina (količina tvari) sustava koji sadrži toliki broj elementarnih jedinica koliko ima atoma u 12 g ugljika 12C (jedinke mogu biti ioni, elektroni, atomi, molekule i dr.).

**Kandela** je svjetlosna jakost koja u određenom smjeru izvora emitira monokromatsko zračenje frekvencije  $540 \times 10^{12}$  Hz i čija je jakost zračenja u tom smjeru 1/683 vata po steradianu. [5][6]

### 2.3. Mjeriteljstvo i infrastruktura

Mjeriteljstvo (metrologija) je znanstvena disciplina koja se bavi mjerenjem. Obuhvaća mjerne jedinice i njihove etalone, mjerila i njihovo područje primjene te sve teoretske i praktične probleme vezane s mjerenjem. Razlog zbog kojeg se javila takva disciplina je ljudska potreba za mjerenjem nekih stvari odnosno potreba za pridavanje brojčanih vrijednosti nekoj tvari ili pojavi. Ta potreba se javlja od početaka ljudske civilizacije, primjerice, kod Egipćana i Perzijanaca kao osnovne mjere za dužinu koristili su se dijelovi ljudskog tijela (kraljevska stopa i lakat).

Kategorije mjeriteljstva su:

- Zakonsko
- Znanstveno
- Temeljno
- Industrijsko

Znanstveno mjeriteljstvo obuhvaća opće, teoretske i praktične probleme koji se tiču mjernih jedinica, uključujući njihova ostvarenja i njihovo prenošenje znanstvenim metodama, probleme mjernih pogrešaka i nesigurnosti te probleme mjeriteljskih svojstava mjerila. Prema Međunarodnom uredu za utege i mjere dijeli se na devet tehničkih područja: masa, elektricitet, duljina, vrijeme i frekvencija, termometrija, ionizacijsko zračenje i radioaktivnost, fotometrija i radiometrija, protok, akustika i količina tvari.

Zakonsko mjeriteljstvo je dio mjeriteljstva koji ima svrhu osigurati da mjerila jamče ispravne mjerne rezultate u danim radnim uvjetima, u cjelokupnom razdoblju uporabe te u granicama dopuštenih odstupanja. Odnosi se na djelatnosti koje su rezultat zahtjeva iz propisa kao što su mjerenja, mjerne jedinice, mjerila i mjerne metode koje provode mjerodavna tijela. Glavni cilj zakonskog mjeriteljstva je zaštititi građane od posljedica pogrešnih mjerenja kako u službenim i trgovačkim poslovima tako i u radnom okolišu, zaštititi na radu i sigurnosti. Zakonsko mjeriteljstvo je treća kategorija mjeriteljstva. Nastalo je iz potrebe da se osigura poštena trgovina, posebno u području utega i mjera. Zakonsko se mjeriteljstvo u prvome redu bavi mjerilima koja podliježu zakonskom nadzoru i njegov je glavni cilj osigurati građanima ispravne mjerne rezultate kad se upotrebljavaju u službenim i trgovačkim poslovima. OIML je Međunarodna organizacija za zakonsko mjeriteljstvo.

Industrijsko mjeriteljstvo bavi se mjerenjima u proizvodnji i upravljanju kakvoćom. Obuhvaća postupke umjeravanja, razdoblja umjeravanja, upravljanje mjernim procesima i upravljanje mjerilima i industriji kako bi se osiguralo da ona budu u skladu sa zahtjevima za njihovu predviđenu uporabu.

Za temeljno mjeriteljstvo ne postoji međunarodno prihvaćena definicija ali ona označuje najvišu razinu točnosti u danome području. Može se opisati kao najviša grana znanstvenog mjeriteljstva. [2][7]

Nacionalni zakoni o mjeriteljstvu obično uređuju sljedeća područja:

- Zakonite mjerne jedinice
- Upravljanje proizvodnjom, uvoz, popravak i prodaju mjerila
- Mjeriteljski nadzor nad mjerilima
- Ustrojstvo i organizaciju za zakonsko mjeriteljstvo, odnosno osiguranje mjeriteljske infrastrukture
- Fizička ostvarenja zakonitih mjernih jedinica
- Hijerarhija mjernih etalona
- Tehničke propise o mjerilima
- Mjeriteljski nadzor nad pretpakiranim potrošačkim robama [8]

Mjerenje se izvodi mjernim instrumentom kojim se dobi mjerni rezultat, brojana vrijednost koja opisuje koliko je puta neka mjerna veličina veća ili manja od mjerne jedinice. Vrijednost se određuje u međunarodnom sustavu mjernih jedinica (SI sustavu). Dakle, to je postupak određivanja vrijednosti neke mjerne veličine. Mjerenje fizikalnih veličina kao što su duljina ili masa svodi se na uspoređivanje s etalonima (pramjerama) duljine (metar) odnosno mase (kilogram). Cilj mjerenja je dobivanje pouzdanog rezultata o nepoznatim podacima predmeta. [9] [46]

### **Hrvatska mjeriteljska infrastruktura**

Hrvatsku mjeriteljsku infrastrukturu čine:

- Državni zavod za mjeriteljstvo
- Hrvatski mjeriteljski institut
- Hrvatska akreditacijska agencija
- Hrvatski zavod za norme

**Državni zavod za mjeriteljstvo DZM** je državna upravna organizacija koja je zadužena za obavljanje mjeriteljskih djelatnosti u skladu s odredbama Zakona o mjeriteljstvu. Najvažnije aktivnosti su donošenje mjeriteljskih propisa, provedba mjeriteljskog nadzora, obavljanje mjeriteljskih aktivnosti i predstavljanje Republike Hrvatske u međunarodnim mjeriteljskim organizacijama. Organiziran je u službe i odjele a odgovoran je za proglašavanje državnih etalona i ovlašćivanje nacionalnih laboratorija nositelja etalona i pravnih osoba koje djeluju u području primjene zakonskog mjeriteljstva. Usklađuje i nadzire njihove aktivnosti.

**Hrvatska akreditacijska agencija (HAA)** je javna ustanova osnovana na temelju Zakona o akreditaciji a započela je sa samostalnim radom 1. srpnja 2005. godine. Ima ukupno 100 akreditiranih tijela u 7 akreditacijskih shema: ispitni laboratorij, umjerni laboratoriji, inspeksijska tijela, certifikacijska tijela za proizvode, osobe i sustave upravljanja kvalitetom i okolišem. Dosada je za područje umjeravanja prema normi HRN EN ISO/IEC 17025 akreditirano osam laboratorija čiju akreditaciju je provela Hrvatska akreditacijska agencija.

**Hrvatski zavod za norme (HZN)** je nacionalno normirno tijelo Republike Hrvatske kojeg je osnovala Vlada RH Uredom o osnivanju Hrvatskog zavoda za norme.

### **Hrvatski mjeriteljski institut HMI**

Djelatnost HMI-a je:

1. Proglašavanje državnih etalona, obavljanje upravnih i stručnih poslova u vezi s državnim etalonima i usklađivanje rada nacionalnih umjernih laboratorija.
2. Planiranje, organiziranje, koordiniranje i provođenje poslova razvoja nacionalnog sustava temeljnog mjeriteljstva.
3. Osiguravanje sljedivosti mjerenja u Republici Hrvatskoj i provođenje umjeravanja etalona i mjerila.
4. Ostvarivanje, čuvanje i održavanje državnih mjernih etalona i osiguravanje njihove sljedivosti prema međunarodnim etalonima.
5. Obavljanje poslova istraživanja i razvoja u području temeljnog mjeriteljstva.
6. Obavljanje poslova nacionalnih umjernih laboratorija koji se po potrebi uspostavljaju u okviru HMI-a.
7. Usklađivanje i nadzor nad nacionalnim umjernim laboratorijima koji su izvan HMI-a.
8. Predstavljanje Republike Hrvatske u međunarodnim mjeriteljskim organizacijama za temeljno mjeriteljstvo i osiguravanje izvršenja zadaća koje proizlaze iz članstva u tim organizacijama.

Nacionalni laboratoriji u okviru Hrvatskog mjeriteljskog instituta:

- Laboratorij za masu (u okviru Državnog zavoda za mjeriteljstvo - DZM)
- Laboratorij za gustoću (u okviru DZM-a)
- Nacionalni laboratorij za duljinu (u okviru Fakulteta strojarstva i brodogradnje - FSB)
- Laboratorij za procesna mjerenja (u okviru FSB-a)
- Laboratorij za ispitivanja mehaničkih svojstava (u okviru FSB-a)
- Primarni laboratorij za elektromagnetske veličine (u okviru Fakulteta elektronike i računalstva - FER)
- Sekundarni standardni dozimetrijski laboratorij (u okviru Instituta Ruđer Bošković - IRB). [10] [46]

#### **2.4. Umjeravanje mjernih instrumenata**

Umjeravanje (kalibriranje, baždarenje), skup postupaka kojima se u određenim uvjetima uspostavlja odnos između vrijednosti mjernih veličina koje pokazuje neko mjerilo, neka tvarna mjera, neka usporedbena tvar ili neki mjerni sustav i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih pramjerama. To bi bila usporedba s etalonom uz utvrđivanje odnosa i mjerne nesigurnosti proizišlih iz takve usporedbe.

Četiri razloga za umjeravanje mjerila i obrazloženje:

1. uspostavljanje i prikaz mjerne sljedivosti odnosi se na etalon, koji je osnovni alat da bi se nešto uopće moglo umjeravati; bez etalona nema ni umjeravanja;
2. osiguranje da očitavanja budu sukladna s drugim mjerenjima postiže se podešavanjem/ugađanjem jer se tako uspostavlja ispravan odnos mjernoga signala s mjernom veličinom i očitavanja postaju smisljena;
3. određivanje točnosti očitavanja mjerila postiže se usporedbom s etalonom poznatih karakteristika i utvrđenom mjernom sljedivošću;
4. utvrđivanje pouzdanosti mjerila može se ostvariti s pomoću ispitivanja karakteristika mjerila. [11]

### 3. TLAČNE VAGE

#### 3.1. Tlak

Tlak je fizikalna veličina a definira se 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 uzajamnog efekta djelovanja molekula koje udaraju na stijenku spremnika, izazivajući pri tomu normalnu silu na stijenku. Za ravnotežni fluid tlak je definiran jednadžbom (1):

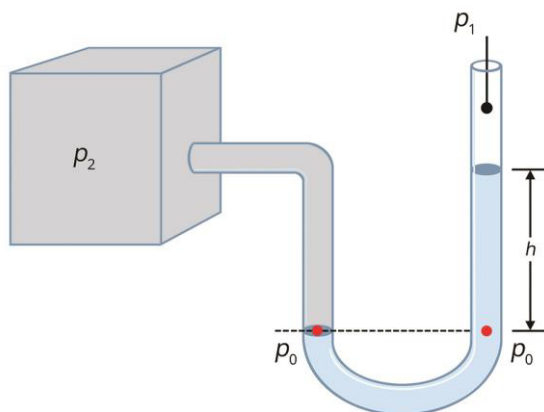
$$p = \frac{dF_n}{dA} \quad (1)$$

pri čemu je diferencijal površine  $dA$  najmanja površina ploštine za koju su efekti fluida isti kao i u cijelome kontinuumu. U SI sustavu mjera, jedinica za tlak je  $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$ . Dakle, tlak od  $1 \text{ Pa}$  je onaj tlak koji vrši sila od  $1 \text{ N}$  na površini od  $1 \text{ m}^2$ . To je vrlo mala jedinica za tlak pa se definira jedinica tlak  $1 \text{ bar}$ :

$$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Tlak se može mjeriti različitim električnim ili mehaničkim uređajima. Od mehanički poznatih uređaja tu su Bourdonovi manometri, jednostavne mehaničke naprave kalibrirane za izravno očitavanje tlaka. Električni uređaji konvertiraju progib fleksibilne dijafragme u električni izlazni signal kalibriranog naponskog manometra.

Visina stupca neke tekućine također se često koristi za mjerenje tlaka a princip određivanja tlaka je ilustriran na idućoj slici.



Slika 2. Mjerenje tlaka stupcem tekućine



Uređaj koristi cijev djelomično ispunjenu tekućinom gustoće  $\rho$ . Cijev je spojena na spremnik u kojem se nalazi fluid pod tlakom  $p_2$ . Razliku tlakova između dviju površina u fluidu na razmaku  $h$  može se dovesti u vez s gustoćom fluida u cijevi primjenjujući Newtonov zakon o ravnoteži sila. Nakon što se postave jednadžbe ravnoteže sila i izvrši se integriranje izraz za tlak glasi:

$$p_1 - p_2 = \rho g H \quad (2)$$

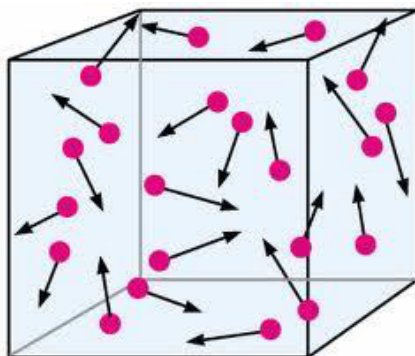
Dakle, razlika tlakova ovisi o gustoći i visini stupca  $h$ , a nikako o površini i u obliku presjeka. Ova pojava je u fizici poznata kao hidrostatski paradoks.

Svaki tlakomjer uređen je tako da mjeru tlak u odnosu na tlak okoliša. Instrument kojim se mjeri tlak okoliša zove se barometar. Barometarski tlak odnosno tlak okoliša označavamo s  $p_{ok}$ . Tlak u nekom spremniku može biti manji, jednak ili veći od tlaka okoliša. Instrument koji pokazuje koliko je tlak u nekom spremniku veći od tlaka okoliša naziva se manometar a tlak koji pokazuje zove se pretlak ili nadtlak i označava se s  $p_{pr}$ . Apsolutni ( $p_A$ ) tlak je zbroj pretlaka i okolišnog tlaka odnosno barometra i manometra:

$$p_A = p_{ok} + p_{pr} \quad (3)$$

U SAD-u je tradicionalna jedinica za tlak psi. Tlak se također može izraziti u smislu standardnog atmosferskog tlaka. U tom slučaju jedna atmosfera (atm) označava tlak od 101325 Pa. U povijesti se za normalan tlak zraka uzimala vrijednost od 760 mmHg. To je bila razlika visina žive u stupcu.

Tlak je rezultat gibanja čestica nekog fluida. Čestice u svojem kaotičnom gibanju sudaraju se sa stijenkom posude u kojoj se nalaze te zbog svoje kinetičke energije odnosno sudara one vrše pritisak (tlak) na posudu. [12][13][14]



**Slika 3. Kaotično gibanje čestica u posudi**

### 3.1.1. Važnosti mjerenja tlaka

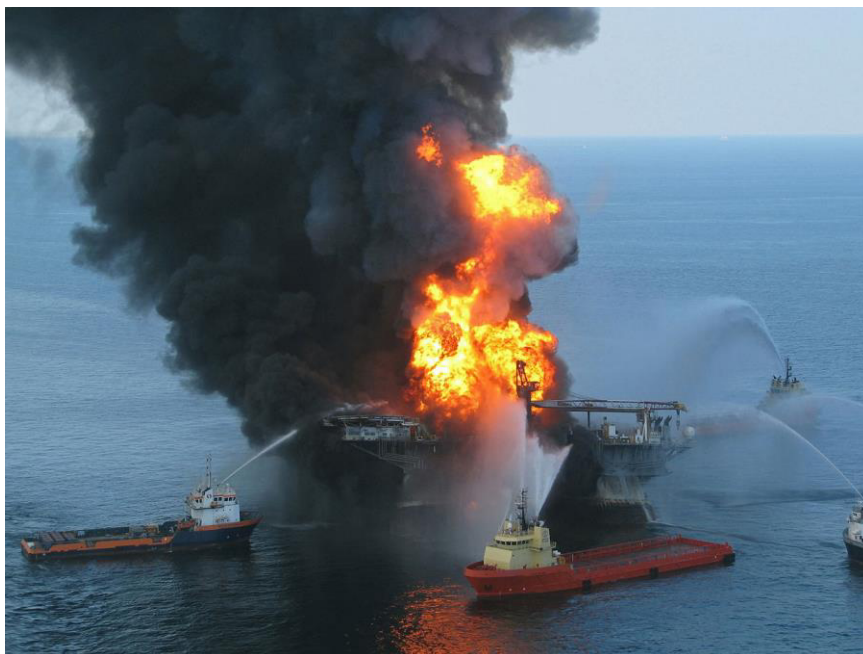
Tko god je otvorio gazirano piće nakon što ga je protresao, upoznat je s udarom koji nastaje zbog tlaka. No, malo ljudi je svjesno važnosti mjerenja tlaka npr. u industriji. U travnju 2010. godine dogodila se katastrofa na bušotini plina i nafte koja je dobar pokazatelj važnosti ispravnog mjerenja tlaka. Prije eksplozije i tokom testa potlaka u Meksičkom zaljevu na bušotini, dva mjerna instrumenta za tlak su pokazivala dva različita tlaka. Jedan je detektirao stanje atmosferskog tlaka (tlaka nema) dok je drugi detektirao povećanje tlaka. Zbog neslaganja rezultata test je ponovljen i posada se složila da je bunar stabilan pa su ga zatvorili. Nakon zatvaranja, radeći dalje, Joseph Keith je osjetio nelagodu. Njegova uloga u praćenju instrumenata za mjerenje tlaka je presudna jer otkrivaju eksplozije. Curenje nije zapaženo ali nešto kasnije su nafta i plin curili u bunar i tlak je narastao. Dva sata kasnije prva eksplozija potresla je postrojenje i to je bio početak onoga što će postati poznato kao najveća naftna katastrofa u SAD-u tzv. Izljev nafte BP-a, Deepwater Horizon katastrofa i Macondo puknuće.



**Slika 4. Satelitska snimka izljeva nafte, 24. svibnja 2010.**

Od izvlačenja nafte i plina do danje obrade, od uravnoteženja temperatura reaktora s preciznom primjenom tlaka u kemijskim postrojenjima za maksimiziranje kogeneracije u visokotlačnim kotlovima itd., mjerenje tlaka je najbitnija komponenta za uspješne industrijske procese. Primjene nalazimo u svim granama industrije kao npr. nuklearnoj, plinskoj, petrokemijskoj, biološkoj, farmaceutskoj, automobilskoj, meteorološkoj, poluvodičkoj, optičkoj, zrakoplovnoj, vojnoj, klimatizacijskoj, filtracijskoj i u svim kontroliranim

procesima. Ispravnost mjerenja tlaka ključna je u osiguranju kvalitete i sigurnosti korisnika. Važnost mjerenja tlaka se vidi još iz industrijske revolucije. Strojevi su bili pokretani parom a tlak te pare je bio ključan za pokretanje stroja. [15]



**Slika 5. Naftna platforma Deepwater Horizon nakon eksplozije**

### **3.1.2. Vrste mjerenja tlaka**

Pretvornik tlaka služi za mjerenje različitih vrsta tlakova a koje su to vrste, ovisi o instrumentu. Postoje četiri vrste mjerenja tlaka:

1. Diferencijalni tlak
2. Relativni tlak
3. Mjerenje apsolutnog tlaka
4. Mjerenje vakuuma

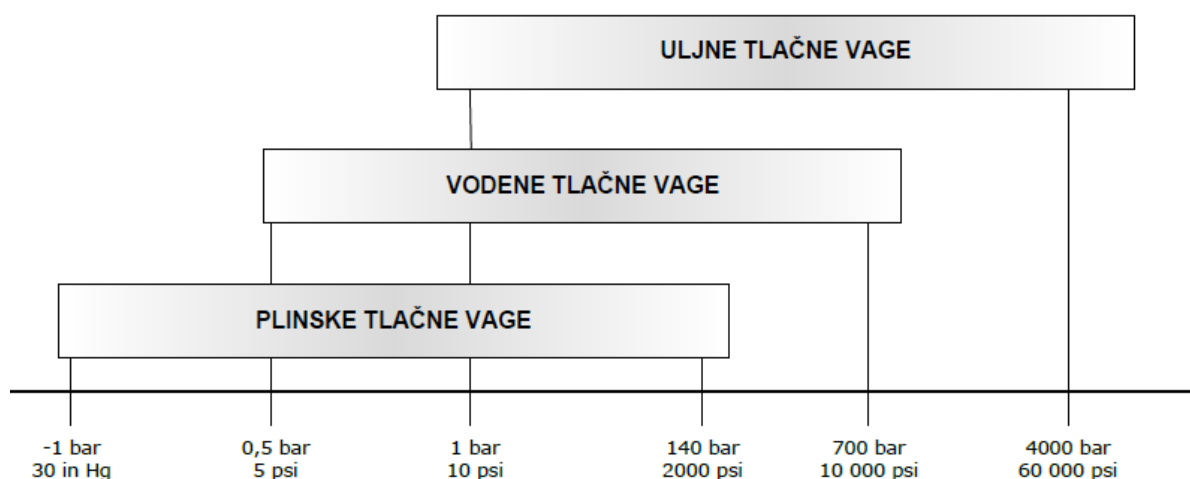
Kod pretvornika diferencijalnog tlaka cilj je utvrđivanja razlike između dvije različite razine tlaka. Instrumenti imaju takozvane pritiske na prednjem i stražnjem dijelu senzora a unosi su nužni za mjerenje. Koriste se kod praćenja rada pumpi i filtera te klimatizacijskih uređaja za grijanje i hlađenje odnosno kondicioniranje zraka. Pretvornici diferencijalnog tlaka su također sposobni mjeriti relativan tlak. Relativan tlak je mjerenje apsolutnog tlaka. On se bilježi pomoću transmitera. Mjerenje relativnog tlaka se koristi npr. kod mjerenja tlaka u gumama automobila, mjerenje razine vode, tlak posude, koristi se u hidraulici itd. Kada je riječ o agresivnim medijima, hrani i piću, potrebama industrije ili potrebama za ispiranjem, koristi se

mjerenje tlaka u odnosu na zatvorenu komoru pri atmosferskom tlaku. Apsolutni tlak se koristi za meteorološke potrebe primjerice u meteorološkim postajama a referenca mu je vakuum (0bar). [16]

## 3.2. Tlačne vage

### 3.2.1. Općenito

Tlačna vaga (često se naziva i mehaničkim ispitivačem težine ili primarnim standardom) najtočniji je referentni instrument za tlak. Njeno funkcionalno načelo temelji se na fizičkom principu tlaka = sila / područje. Mase poznate težine postavljene na vrh sustava klipa-cilindra zaslužne su za točno određenu silu koja djeluje na neku površinu. Stvaranjem određenog tlaka unutar tlačne vage postiže se ravnoteža: mase, uključujući klip koji se slobodno giba (dio sklopa klip-cilindar), plutaju odnosno lebde, što će dovesti do vrlo točnog tlaka na ispitnom otvoru.



Slika 6. Vrste i područja primjene tlačnih vaga

Tlačne vage su ujedno najtočnija mjerila tlaka koja se koriste kao etaloni za ostala mjerila a korištenje takvih je započelo prije otprilike 150 godina. Razvoj tlačnih vaga bio je potaknut industrijskom primjenom parnih strojeva i potrebom za razumijevanjem termodinamičkih svojstva plinova i tekućina pri različitim temperaturama i tlakovima. [17][18]



**Slika 7. Plinska tlačna vaga**

### **3.2.2. Princip rada**

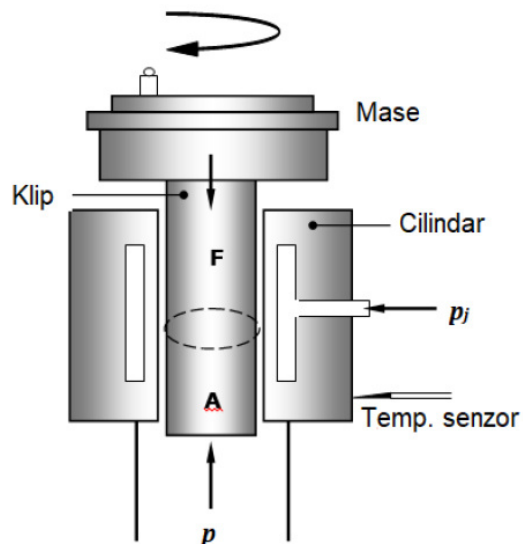
Tlačne vage rade na principu promjene hidrostatičkog tlaka. Klip je precizno izrađen na mikronske tolerancije i umetnut je u blisko prilagođeni cilindar. I klip i cilindar imaju poznatu poprečno presječnu površinu te određuju "efektivnu površinu". Na klip, koji je također dio opterećenja, postavljaju se mase poznate težine. Fluid pod tlakom se dovodi s donje strane klipa, najčešće dušik ili ulje, sve dok se ne stvori dovoljna sila koja će podići klip s utezima. Vaga je u ravnoteži s nepoznatim tlakom u sustavu tek kada klip slobodno rotira. Između klipa i cilindra se nalazi procjep kroz koji istječe fluid iz sustava a film fluida omogućava podmazivanje između te dvije površine. Klip se rotira da bi eliminirao trenje u sustavu a zbog istjecanja fluida tlak u sustavu mora biti kontinuirano dodavan kako bi se klip s utezima održavao u plutajućem stanju. Najčešće se to postiže upotrebom promjenjivog volumena koji funkcionira na principu Boyle-ovog zakona. Kada klip rotira slobodno unutar cilindra kompenziraju se, uz trenje, i druge greške. Na primjer kada dođe do curenja, umjesto da dođe do pada tlaka, klip će plutati niže. Kada dođe do povećanja temperature, tlak neće porasti već će klip plutati više. Dvije su velike pretpostavke na mase postavljene na klip. A to su temperatura klipa i gravitacija. Zato se mora održavati ona radna temperatura koja je propisana u uputama i vaga se mora nalaziti na istoj lokalnoj gravitaciji na kojoj su mase proizvedene. Zato sklop mora biti opremljen termometrom kojim se tijekom mjerenja može vršiti očitavanje temperature sklopa jer ona utječe na veličinu efektivne površine. Za izradu samog sklopa se najčešće koristi volframov karbid je sklop mora biti u stanju izdržati visoka

dinamička tlačna opterećenja u elastičnom području. Pomični dijelovi moraju imati površine izrađene u mikronskim tolerancijama. Brtvljenje mora biti učinkovito, osobito na dnu cilindra a konstrukcija sklopa mora osigurati da se fluid ne skuplja u gornjem dijelu cilindra kako bi se izbjegli negativni efekti poput uzgonskog djelovanja. Utezi se rade od nemagnetičnog i nehrđajućeg čelika. [19][20]

### 3.2.3. Podjela s obzirom na konstrukciju sklopa klip – cilindar

Postoje tri osnovne konfiguracije koje danas prevladavaju, a to su:

1. Jednostavna konfiguracije (eng. simple): ( $p_j = 0$ )
2. Uvučena konfiguracija (eng. re-entrant): ( $p_j = p$ )
3. Tlakom kontrolirani zazor (eng. controlled-clearance): ( $p_j \neq p$ )



Slika 8. Sklop klip – cilindar, osnovne konfiguracije tlačne vage

## 4. USPOREDBENA MJERENJA

### 4.1. Usporedbena mjerenja

Kako bi se potvrdile iskazane mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja, laboratoriji već godinama sudjeluju u usporedbenim mjerenjima. U praksi je pokazano da kada je riječ o mjeriteljstvu da je nužno provođenje usporedbenih mjerenja na svim razinama koje uključuju nacionalne, akreditirane i tvorničke laboratorije. Zahvaljujući usporedbenim mjerenjima dobivaju se nova saznanja o korištenim mjernim postupcima i metodama u laboratoriju. Na osnovu rezultata usporedbenih mjerenja donose se između ostalog i važne odluke o statusu i kvaliteti laboratorija pa se posebna pažnja posvećuje statističkim metodama koje se koriste u analizi rezultata mjerenja. Dakle, svrha usporedbenih mjerenja je vidjeti gdje se laboratorij nalazi u odnosu na druge laboratorije. Cilj je postići točne i precizne rezultate sa što manjom mjernom nesigurnosti. Na taj način se utvrđuje kvaliteta uspostavljenog mjernog sustava. Rezultati usporedbenih mjerenja su izjave o mjernoj sposobnosti (CMC) pojedinog nacionalnog mjeriteljskog instituta. Sposobnosti se nalaze u BIPM–ovoj bazi podataka ključnih usporedbi, poznatijoj kao KCDB baza. Područja usporedbenih mjerenja su:

- Akustika, ultrazvuk i vibracija
- Količina materije
- Elektricitet i magnetizam
- Ionizirajuća radijacija
- Duljina
- Masa
- Fotometrija i radiometrija
- Vrijeme i frekvencija
- Temperatura

Ovaj diplomski rad temelji se na usporedbama na području mase. [2]

### 4.2. Međulaboratorijske usporedbe

Jedan od načina za praćenje kvalitete rezultata tijela za ocjenjivanje sukladnosti jest sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama. Hrvatska akreditacijska agencija (HAA) vjeruje da je sudjelovanje u programima međulaboratorijskih usporedbi važno i učinkovito sredstvo za dokazivanje osposobljenosti tijela za ocjenjivanje sukladnosti za provedbu njegovih aktivnosti. Međulaboratorijska usporedba je organizacija, izvedba i vrednovanje

mjerenja ili ispitivanja istih ili sličnih predmeta ispitivanja u dva ili više laboratorija prema unaprijed određenim uvjetima. Ako međulaboratorijsku usporedbu nije moguće provesti, laboratorij mora primijeniti druge mjere kontrole kvalitete kojima će u potpunosti dokazati svoju tehničku osposobljenost.

Međulaboratorijske usporedbe (interlaboratory comparisons, ILC) predstavljaju organiziranje, provedbu i vrednovanje mjerenja ili ispitivanja istih ili sličnih predmeta provedenih u dva ili više laboratorija u skladu s prethodno utvrđenim uvjetima. [21]

Uobičajene primjene međulaboratorijskih usporedbi u svrhu ispitivanja sposobnosti prema HRN EN ISO/IEC 17043 obuhvaćaju:

- detektiranje problema u radu i pokretanje radnji poboljšanja
- uspoređivanje postupaka ili metoda i otkrivanje razlika između laboratorija
- vrednovanje izvedbi sudionika za određene aktivnosti i praćenje kontinuiteta tih izvedbi
- pružanje povjerenja kupcima usluga
- utvrđivanje granica nesigurnosti
- utvrđivanje učinkovitosti i usporedivosti ispitnih ili mjernih metoda
- usporedba sposobnosti osoblja koje provodi ispitivanja ili mjerenja
- obrazovanje sudionika temeljeno na rezultatima provedene usporedbe.

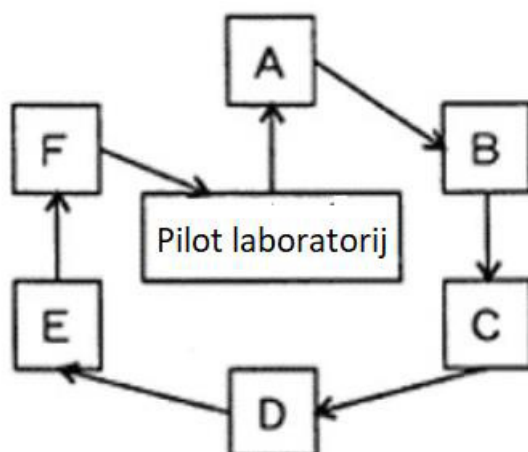
Druge primjene međulaboratorijskih usporedbi, u kojima sudjeluju sudionici koji imaju dokazanu osposobljenost, obuhvaćaju:

- vrednovanje značajki izvedbe metode – suradnički pokusi (collaborative trials)
- certificiranje referentnih materijala
- podupiranje izjava o ekvivalentnosti mjerenja nacionalnih mjeriteljskih instituta kroz ključne usporedbe (key comparisons).

Međulaboratorijske usporedbe mogu provoditi dva ili više laboratorija na njihovu vlastitu inicijativu s drugim definiranim ciljem usporedbe. [22]

Postoje dva osnovna tipa usporedbi: kružni i zvjezdasti tip. Ako se provodi kružni tip usporedbe onda se početno i krajnje mjerenje provodi u referentnom laboratoriju, a u ostalim mjerenjima mjerni uređaj cirkulira među ostalim sudionicima usporedbe. Ovaj test se obično koristi za uređaje za koje se zna da imaju bolju dugoročnu stabilnost.

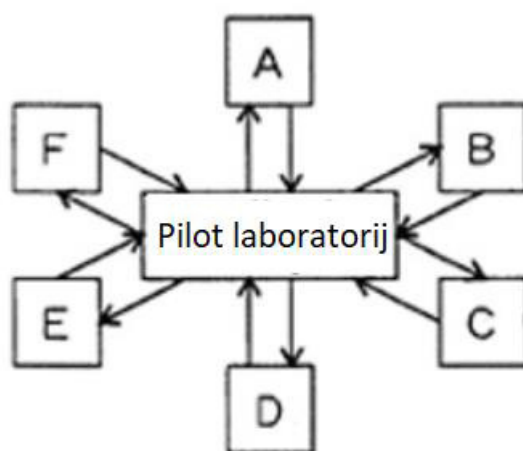




Slika 9. Kružni tip međulaboratorijske usporedbe

Kod zvjezdastog tipa mjerni se uređaj nakon svake usporedbe vraća u referentni laboratorij ili svaki sudionik usporedbe dobiva uzorak mjerenja koji je prethodno izmjeren u referentnom laboratoriju. Obično se koristi za uređaje s kratkoročnom stabilnošću ili kada su sudionici nacionalni mjeriteljski zavodi.

Ako se radi o usporedbi između dva laboratorija tada se to zove bilateralna međulaboratorijska usporedba pri kojoj pilot laboratorij šalje mjerni uređaj drugom laboratoriju, a nakon provedenih mjernja on se vraća natrag u pilot laboratorij. Moguća je i kombinacija oba tipa usporedbi, npr. u međunarodnim usporedbama, ako se mjerni uređaj vraća u referentni laboratorij nakon što završe ispitivanja u određenoj državi. [23]



Slika 10. Zvjezdasti tip međulaboratorijske usporedbe

### 4.3. Međunarodni ured za utege i mjere

BIPM (Bureau International de Poids et Mesures - Međunarodni ured za utege i mjere) je međunarodna mjeriteljska znanstvena ustanova koja je osnovana Dogovorom o metru 20. svibnja 1875., sa sjedištem u dvorcu Pavillon de Breteuil u Sèvresu kraj Pariza. [24]

U istu svrhu su uz njega osnovane organizacije CGPM (fra. Conférence générale des poids et mesures) i CIPM (fra. Comité international des poids et mesures). Od 2008. godine Republika Hrvatska je članica Međunarodnog ureda za mjere i utege. [25]

U Parizu je od 17. do 18. listopada 2019. godine održan 20. sastanak direktora nacionalnih mjeriteljskih instituta i predstavnika država članica (20th meeting of NMI Directors and Member State Representatives) Međunarodnog ureda za utege i mjere (BIPM). Glavna ravnateljica gđa. Brankica Novosel na sastanku je zastupala Državni zavod za mjeriteljstvo, koji je nadležno nacionalno tijelo za temeljno mjeriteljstvo u Republici Hrvatskoj.

Na sastanku je novoimenovani predsjednik Međunarodnog odbora za utege i mjere (CIPM) dr. Wynand Louw predstavio novosti vezane uz rad Međunarodnog odbora kao i njegove nove članice (Maroko i Ekvador). Ujedno je direktor BIPM-a, g. Martin Milton, sudionike upoznao s najvažnijim aktivnostima vezanim uz znanstveni i tehnički rad tajništva BIPM-a. Naglasak sastanka je posebno stavljen na izazove u primjeni novih definicija jedinica Međunarodnoga sustava SI te na njihov utjecaj. BIPM trenutno ima 61 punopravnu i 41 pridruženu državu članicu. [26]

BIPM-a ima zadatak osigurati svjetsko ujednačivanje fizikalnih mjera. Zadužen je za:

- provođenje usporedbi međunarodnih i nacionalnih etalona,
- uspostavljanje temeljnih etalona i mjernih ljestvica glavnih fizikalnih veličina,
- provođenje i usklađivanje mjerenja temeljnih fizikalnih stanica koje su bitne za te djelatnosti,
- pružanje institucionalne veze s drugim tijelima koja pružaju potporu međunarodnoj infrastrukturi kvalitete i drugim međunarodnim tijelima,
- izgradnju kapaciteta i programa prijenosa znanja koji imaju za cilj povećati učinkovitost unutar svjetske mjeriteljske zajednice,
- centar resursa koji pruža bazu podataka i publikaciju za međunarodno mjeriteljstvo

- znanstvene i tehničke djelatnosti u četiri odjela: ionizirajuće zračenje, kemija, fizikalna mjeriteljstva i vrijeme,
- osiguranje usklađivanja odgovarajućih mjernih metoda.

BIPM djeluje isključivo pod nadzorom Međunarodnog odbora za utege i mjere (CIPM), koji djeluje pod okriljem Opće konferencije za utege i mjere (CGPM) te izvješćuje ju o radu koji provodi BIPM.

Djelatnost BIPM-a je na početku bila ograničena na mjere duljine i mase te mjeriteljska proučavanja koja se odnose na veličine. Djelatnost je 1927. godine proširena na mjerne etalone u području elektriciteta, zatim 1937. na mjerne etalone u području fotometrije i radiometrije. Godine 1960. djelatnost je proširena na mjerne etalone u području ionizacijskih zračenja, 1988. vremenske ljestvice i 2000. godine područje kemije.

U laboratorijima BIPM-a radi oko 40 stručnjaka koji provode mjeriteljska istraživanja. [27][28]

Prilikom usporedbenih mjerenja BIPM-ovi etaloni se uspoređuju s nacionalnim etalonima, ili individualno ili kao grupa te se uspoređuju sa sličnim etalonima ostalih nacionalnih instituta. Etaloni se dijele na primarne i sekundarne nacionalne etalone. BIPM-ovi putujući primarni etaloni se donose u primarne nacionalne mjeriteljske institute za usporedbu s etalonima tog instituta, ili češće, s etalonima od grupe nacionalnih etalona iz iste zemljopisne regije. Sekundarni BIPM-ovi putujući etaloni se šalju u nacionalne mjeriteljske institute za usporedbu s nacionalnim etalonima tog instituta. [2]

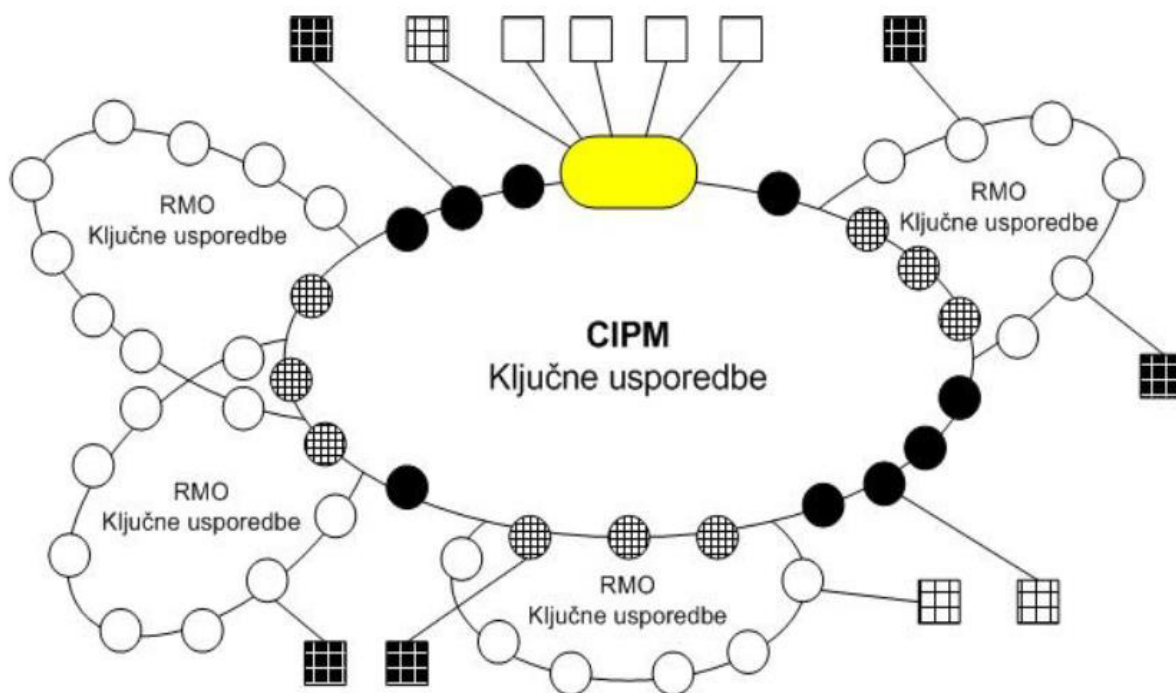
#### **4.4. Ključne usporedbe**

Ključne usporedbe su međulaboratorijske usporedbe između Nacionalnih mjeriteljskih instituta (NMI) unutar okvira sporazuma CIPM MRA (sporazum se ostvaruje između nacionalnih mjeriteljskih instituta s ciljem uspostavljanja stupnja jednakosti nacionalnih etalona te na priznavanje potvrda o umjeravanju i mjerenju koje izdaju nacionalni mjeriteljski instituti). U međuvremenu 98 instituta je potpisalo Sporazum o međusobnom priznavanju (MRA). Omogućuje međusobno prepoznavanje kalibracija, mjerenja i certifikata o ispitivanju te predstavlja glavni korak u potpori međunarodnoj trgovini, komercijalizmu i regulatornim poslovima. Kako bi se osigurala kompatibilnost mjernih mogućnosti pruženih od NMI-a, MRA propisuje da se ključne usporedbe provode redovito. Na temelju analize podataka iz ključne usporedbe, odgovarajuće sposobnosti kalibracije i mjerenja NMI-a su potvrđene.

Završno izvješće i prateći tehnički podaci svake ključne usporedbe pohranjuju se i objavljuju u bazi podataka o ključnim usporedbama Međunarodnog ureda za utege i mjere (BIPM-a).

Cilj analize podataka ključne usporedbe je procijeniti rezultate koje su prijavili laboratoriji koji sudjeluju. Prema MRA, obično se izračunava takozvana referentna vrijednost (eng. KCRV – key comparisons reference value). KCRV se zatim koristi za izračunavanje stupnjeva ekvivalencije (eng. DoE – degrees of equivalence) kao razlike između rezultata koji su laboratoriji prijavili i referentne vrijednosti, zajedno s nesigurnostima povezanim s tim razlikama. DoE-ovi kvantificiraju u kojoj su mjeri laboratoriji kompatibilni, a mogu se promatrati i kao mjere za ocjenu jesu li laboratoriji dobri koliko tvrde. Kad se stupanj ekvivalencije značajno razlikuje od nule, smatra se da odgovarajući laboratorij nije odobren. Općenito gledano, analiza ključnih usporedbi može se promatrati kao metaanaliza u kojoj se ocjenjuju rezultati o kojima su izvještavali laboratoriji koji sudjeluju. Ključne usporedbe su najopširnije i daju najkvalitetnije prikaze međulaboratorijskih usporedbi. CIPM ključne usporedbe se provode od strane nacionalnih i odabranih mjeriteljskih instituta država članica Savjetodavnog odbora. RMO (eng. Regional Metrology Organization) ključne usporedbe su usporedbe koje se provode na razini regije. Članovi regionalnih mjeriteljskih organizacija, ali i drugi laboratoriji mogu sudjelovati u usporedbenim mjerenjima. Rezultat RMO ključne usporedbe se povezuje s CIPM ključnom usporedbom preko nacionalnih mjeriteljskih instituta odnosno laboratorija koji sudjeluju u CIPM ključnoj usporedbi. Rezultati ključnih usporedbi nužan su uvjet za proglašavanje i objavljivanje CMC vrijednosti. [29] [32]

Međunarodni odbor za utege i mjere (CIPM) je u izradi Sporazuma o međusobnom priznavanju (MRA) osmislio shemu za organizaciju ključnih usporedbi. Zbog oblika sheme često se naziva shema Mickey-evih ušiju.



**Slika 11. Organizacijska shema ključnih usporedni**

- nacionalni mjeriteljski institut koji sudjeluje u CIPM ključnim usporedbama
- ◐ nacionalni mjeriteljski instituti koji sudjeluju i u CIPM ključnim usporedbama i o ključnim usporedbama regionalnih mjeriteljskih institucija (RMO)
- nacionalni mjeriteljski institut koji sudjeluje u ključnim usporedbama regionalnih mjeriteljskih institucija (RMO)
- nacionalni mjeriteljski institut koji sudjeluje u trenutnim BIPM ključnim usporedbama
- nacionalni mjeriteljski institut koji sudjeluje u bilateralnoj ključnoj usporedbi
- ▣ međunarodna organizacija potpisnik MRA

Ključne usporedbe se dijele na dvije vrste:

1. CIPM ključne usporedbe – međunarodnog opsega, provode ih oni sudionici koji imaju najvišu razinu vještine u mjerenju i ograničeni su na laboratorije država članica. CIPM ključne usporedbe donose "referentnu vrijednost" za odabranu ključnu veličinu.

2. RMO ključne usporedbe - regionalnog opsega, organizirane su na razini regije (iako mogu uključivati dodatne sudionike iz drugih regija) i otvorene su laboratorijima suradnicima kao i državama članicama. Ove ključne usporedbe donose dopunske informacije bez mijenjanja referentne vrijednosti.

Često se kao treća vrsta usporedbenih mjerenja spominju pilot studije ili dodatna usporedbena mjerenja. [30]

Razlika između međunarodnih i regionalnih usporedbenih mjerenja je između ostalog i u rezultatima. Referentna vrijednost ključne usporedbe (eng. key comparison reference value) se iskazuje na osnovu mjerenja koja su provedena u usporedbi zajedno s pripadnom standardnom nesigurnosti. Za ključne usporedbe koje se odvijaju na regionalnoj razini, veza na referentnu vrijednost se iskazuje kao referenca na rezultate onih instituta koji sudjeluju i u međunarodnim ključnim usporedbama. Za određivanje referentne vrijednosti koristi se metoda koja je dio protokola usporedbe i određena je od strane Savjetodavnog odbora ili nadležne radne grupe kojoj je Savjetodavni odbor dao taj zadatak.

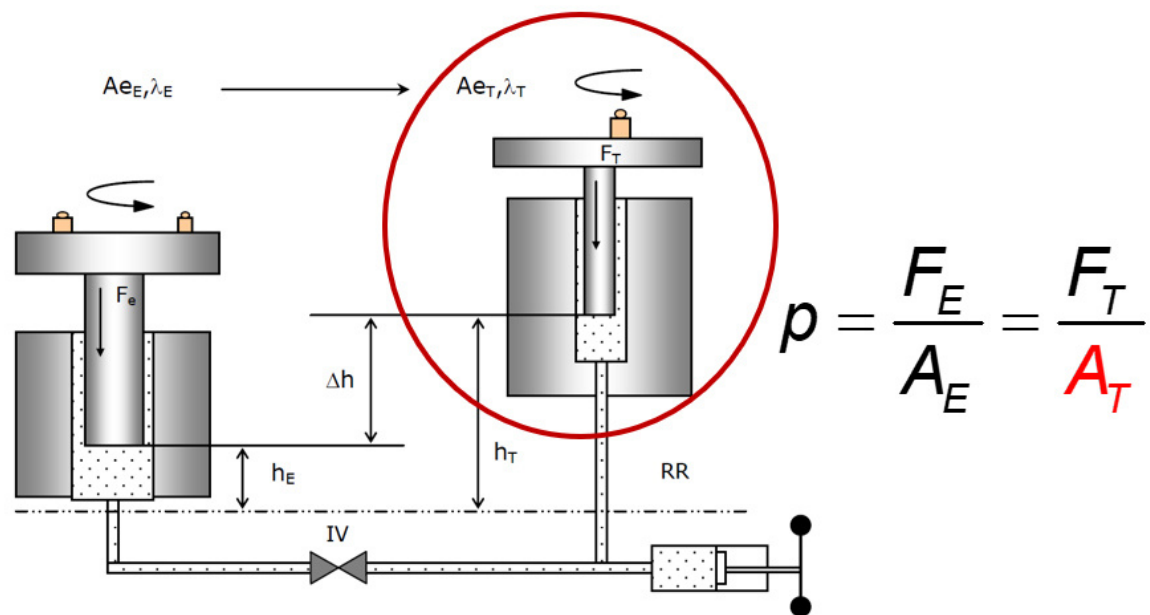
Da bi se zadovoljile specijalne potrebe koje nisu pokriveno ključnim usporedbama osim međunarodnih i regionalnih usporedbi postoje i dodatne usporedbe, koje obično izvode regionalne mjeriteljske organizacije. Kada postoji mali broj sudionika sposoban provesti određeno mjerenje ili kada je distribucija mjernih uzoraka ograničena, Savjetodavni odbori mogu odlučiti pokrenuti dodatnu usporedbu. CIPM zadužuje svoje savjetodavne odbore (CC) za organizaciju usporedbenih mjerenja a regionalni mjeriteljski instituti (RMO) organiziraju odgovarajuće RMO ključne usporedbe sa zajedničkim sudionicima i s protokolima u kojem su njihovi rezultati povezani s podacima iz CC ključnih usporedbi. [31]

**Tablica 2. Pregled ključnih usporedbi za fizikalnu veličinu - tlak**

Oznaka	Medij	Mjerno područje
EURAMET.M.P-K3.a	plin	50 kPa – 1000 kPa 0,5 bar – 10 bar
COOMET.M.P-K1	neagresivni plin	0,05 MPa – 0,5 MPa 0,5 bar – 5 bar
CCM.P-K1.a	plin	0,05 MPa – 1 MPa 0,5 bar – 10 bar
CCM.P-K5	dušik	1 Pa – 1000 Pa $10^{-5}$ bar – 0,1 bar
CCM.P-K13	ulje	50 MPa – 500 MPa 500 bar – 5000 bar
COOMET.M.P-K2	ulje	10 MPa – 100 MPa 100 bar – 1000 bar
EURAMET.M.P-K7	ulje	50 MPa – 500 MPa 500 bar – 5000 bar
CCM.P-K1.c	plin	80 kPa to 7 MPa 0,8 – 70 bar

#### 4.5. Sudjelovanje LPM-a u ključnoj usporedbi

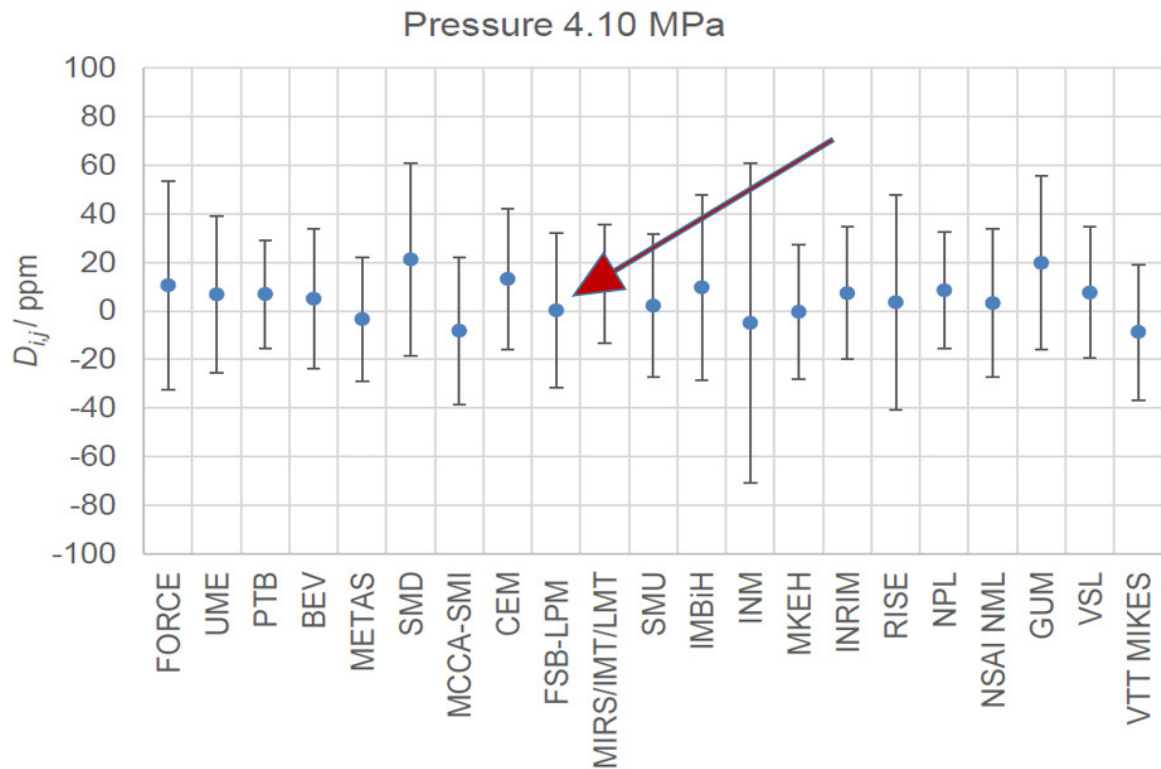
Na sastanku EURAMET TC-M 2010. odlučeno je uspostaviti usporedbu s plinom kao medijem. LPM je 2011. godine sudjelovao u toj usporedbi u kojoj je sudjelovalo dvadeset i četiri laboratorija a usporedba je bila od 0 do 70 bar i trajala je deset godina. Radilo se o Euramet projektu broj 1179 koji je koordiniran od strane DANIAMetFORCE i TÜBITAK UME. Cilj je bio potvrditi mogućnost kalibracije i mjerenja laboratorija koji sudjeluju. Pretvornika tlaka DHI PG7601, s postavljenom masom koju osigurava TÜBITAK UME, predstavljao je prijenosni etalon. Nadzor nad performanse prijenosnog standarda imao je TÜBITAK UME, djelujući kao kopilot usporedbe. U svakoj točki kalibracije parametar koji se uspoređivao bio je efektivna površina sklopa klipa i cilindra koju određuje svaki sudionik korigiran na 20 °C. Efektivna površina je dakle bila nepoznanica koji je svaki laboratorij određivao a ona je prikazana na slici ispod. Također, utvrđivali su se i efektivna površina pri tlaku od 0 bar ( $A_0$ ) i koeficijent izobličenja s pripadajućim nesigurnostima.



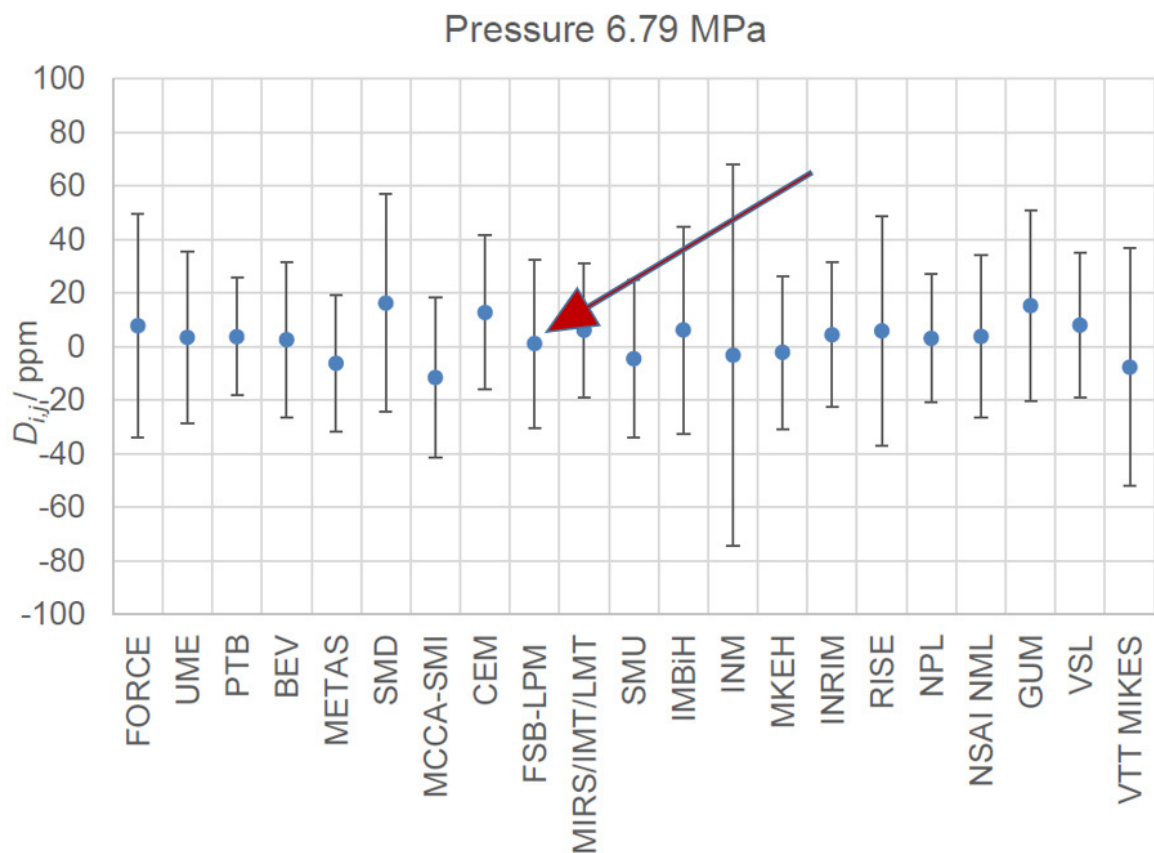
Slika 12. Eksperimentalna postava usporedbe

Ova usporedba u tablici 2. je registrirana kao CCM.P-K1.c. a rezultati LPM-a su se pokazali vrlo dobri u usporedbi s ostalim europskim laboratorijima. Neki od rezultata prikazani su ispod na slici.





Slika 13. Stupnjevi ekvivalencije i proširena mjerna nesigurnost za 4,10 MPa



Slika 14. Stupnjevi ekvivalencije i proširena mjerna nesigurnost za 6,79 MPa

## **5. PREGLED NORMI I UPUTA ZA PROVEDBU MEĐULABORATORIJSKIH USPOREDBI I OBRADU REZULTATA**

Ispitivanja sposobnosti i ostale međulaboratorijske usporedbe najbolji su alat u osiguravanju kvalitete rezultata laboratorija. Uspješno sudjelovanje laboratorija u shemama ispitivanja sposobnosti ili programima međulaboratorijskih usporedbi dokaz su tehničke osposobljenosti laboratorija za provedbu ispitivanja ili umjeravanja iz njegovog područja rada. Dokazana tehnička osposobljenost olakšava laboratorijima stjecanje i održavanje akreditacije prema zahtjevima norma HRN EN ISO/IEC 17025 i HRN EN ISO 15189. Hrvatska akreditacijska agencija (HAA) razvila je pravila za međulaboratorijske usporedbe za sve laboratorije koji su u postupku stjecanja akreditacije ili su akreditirani. [32]

### **5.1. CROLAB**

S ciljem razvoja hrvatskih laboratorija kao infrastrukture razvoja proizvodnje i gospodarstva osnovana je 16.6.2003. udruga Hrvatski laboratoriji CROLAB. CROLAB je udruga osnovana slobodnim i dragovoljnim udruživanjem laboratorija koji djeluju na području Republike Hrvatske. Registriran je pri Gradskom uredu za opću upravu Grada Zagreba.

Kvaliteti je kao značajnom faktoru razvoja gospodarstva i poboljšavanja usluga u svakodnevnom životu CROLAB dao značajan doprinos tokom zadnjih deset godina. Cilj CROLAB-a je trajno unaprijediti kvalitetu i kompetentnost laboratorija kako bi se podigao standard i kvaliteta življenja u cjelini, udruživanje laboratorija u interesu unapređenja sustava kvalitete svakog pojedinog laboratorija, te lakšeg pridruživanja europskom tržištu korištenjem zajedničkih resursa i potencijala. Djeluje na području obrazovanja, znanosti i istraživanja. Aktivnosti se provode putem seminara, predavanja, konferencija i okruglih stolova sa svrhom razmjene iskustva, sticanja novih znanja i međusobnog obavješćivanja. Izdavanjem publikacija daje se doprinos istraživačkoj struci i znanosti iz područja djelatnosti udruge.

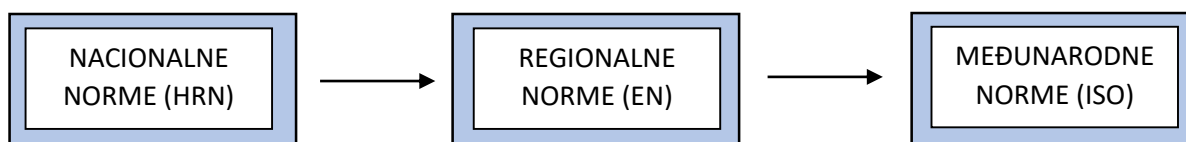
Ciljeve predviđene člankom 9. ovog Statuta CROLAB ostvaruje sljedećim djelatnostima: povezivanje u radu temeljem zajedničkog interesa sa znanstveno-nastavnim institucijama, trgovačkim društvima, tijelima uprave te osobama koje obavljaju privatnu laboratorijsku praksu, umrežavanjem i međunarodnom znanstvenom i stručnom suradnjom s nacionalnom normiranom ustanovom, nacionalnom službom za ovlašćivanje/akreditaciju i nacionalnim mjeriteljskim institutom, organizacijom nacionalnih shema međulaboratorijskih ispitivanja, mjerenja i umjeravanja, izdavanjem glasila s obavijestima o radu udruge i njenih članica,

izdavanjem tehničkih dokumenata udruge o zajedničkim stavovima u svezi s tehničkim pitanjima itd. Članovi CROLAB-a mogu biti: laboratoriji registrirani kao pravne osobe, laboratoriji kao dio pravne osobe, inspeksijska i certifikacijska tijela, druge fizičke i pravne osobe prema odluci Skupštine na prijedlog Upravnog odbora a status člana CROLAB-a može biti: redoviti, pridruženi, podupirući ili počasní. [33]

## 5.2. Norme

Norma (standard) je dokument koji je donesen konsenzusom i odobren je od priznatog tijela koji za opću i višekratnu uporabu daje pravila, upute ili značajke za djelatnosti ili njihove rezultate. Cilj je postići najbolji stupanj uređenosti u danome kontekstu. Norma je poznata i priznata mjera za određenu kvantitativnu ili kvalitativnu veličinu u okviru određene socijalne zajednice. Normativni dokument je dokument koji daje pravila, upute ili značajke za različite djelatnosti ili njihove rezultate.

Normizacija je djelatnost uspostavljanja odredaba za opću i opetovanu uporabu koje se odnose na postojeće ili moguće probleme kako bi se postigao najbolji stupanj uređenosti u danome kontekstu. Normizacija olakšava naručivanje i dogovaranje proizvoda te omogućuje da proizvod zadovolji zahtjeve kupca.



Pod normom se najčešće podrazumijeva niz precizno i sažeto danih definicija, tehničkih specifikacija, kriterija, mjera, pravila i karakteristika koji opisuje materijale, proizvode, procese i sustave.

Akreditacija je priznanje tehničke sposobnosti, sustava kakvoće i nepristranosti laboratorija, koje daje treća strana. Akreditirani se mogu javni i privatni laboratoriji. Ona je dragovoljna, ali većina međunarodnih, europskih i nacionalnih vlasti osigurava kakvoću laboratorija za ispitivanje i umjeravanje zahtjevom da u svojem području budu akreditirani od strane tijela za akreditaciju. U nekim se zemljama, naprimjer, zahtijeva za laboratorije koji rade u području prehrane ili umjeravanja utega koji se upotrebljavaju u trgovinama. Akreditacija se dodjeljuje na temelju ocjene laboratorija i redovitih pregleda. Akreditacija se općenito temelji

na regionalnim i međunarodnim normama, npr. na normi ISO/IEC 17025, „Opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija“, te na tehničkim specifikacijama i uputama koje su bitne za pojedinačni laboratorij.

Namjera je da ispitivanja i umjeravanja koja provode akreditirani laboratoriji u jednoj državi članici prihvaćaju vlasti i industrija u svim ostalim državama članicama. Neke od najpoznatijih normi na ovom području su:

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

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

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

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

HRN ISO 13528:2012, Statističke metode pri ispitivanju sposobnosti putem međulaboratorijskih usporedbi. [32]

### **5.3. Upute za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata**

#### **5.3.1. DKD i upute za umjeravanje**

Godine 1977. osnovana je njemačka služba za umjeravanje pod nazivom Deutscher Kalibrierdienst (DKD). 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.

Smjernice za umjeravanje sadrže opis tehničkih, procesnih i organizacijskih postupaka koje akreditirani umjerni laboratoriji koriste kao model za definiranje unutarnjih procesa i propisa. DKD smjernice mogu postati ključni dio priručnika za upravljanje kvalitetom umjernih laboratorija. Ne bi trebale ometati daljnji razvoj postupaka i procesa umjeravanja. Odstupanja

od smjernica i novih postupaka dopuštena su u dogovoru s akreditacijskim tijelom ako postoje tehnički razlozi za podupiranje ove akcije. [34]

Glavni cilj DKD-a je promicanje umjeravanja u smislu širenja jedinica. To se posebno odnosi na promicanje razmjene informacija između članova i razvoj smjernica za umjeravanje (DKD-R), koje predstavljaju najnovije stanje i mogu se koristiti kao podloga za postupke i ocjene akreditacije. Ciljevi se trebaju postići posebno izvršavanjem sljedećih zadataka su:

1. Informacije članova o novim domaćim i međunarodnim događajima u umjeravanju, na sastancima ili na drugi prikladan način,
2. aktivno sudjelovanje u pripremi propisa za umjeravanje na nacionalnoj, europskoj i međunarodnoj razini,
3. objavljivanje dokumenata
4. sudjelovanje na sastancima i forumima njemačkog nacionalnog akreditacijskog tijela (DAkS),
5. promocija tečajeva za zaposlenike iz sektora umjeravanja,
6. informiranje javnosti o aktivnostima DKD-a,
7. promicanje međulaboratorijskih usporedbi / usporedbenih mjerenja

Rukovanje nalogom za umjeravanje zahtijeva sposobnost umjeravanja (prikladnost) stavka za umjeravanje, tj. Umjeravanje treba slijediti općenito poznata tehnološka pravila kao i specifikacije prema proizvođačevim upute. Sposobnost umjeravanja mora se utvrditi vanjskim pregledima i funkcionalnim testovima.

Mjerenja se provode pri standardnim uvjetima. Pod te uvjete se misli na gravitaciju, temperaturu od 20 °C i na tlak od 1 bar. Referentni standard podliježe nadzoru i dokumentaciji od strane akreditacijskog tijela. Ako se umjeravanje ne provodi u standardnim uvjetima, za proračun tlaka primjenjuju se ispravke.

Postupak kalibracije zahtijeva sposobnost kalibracije (prikladnost) stavka za kalibraciju, tj. trenutni status predmeta kalibracije trebao bi slijediti tehnološka pravila kao i specifikacije proizvođača. Sposobnost umjeravanja mora se utvrditi vanjskim pregledima i funkcionalnim testovima.

Vanjske inspekcije obuhvaćaju, na primjer:

- vizualni pregled oštećenja (pokazivač, navoji, brtvena površina, tlačni kanal)
- zagađenje i čistoća
- vizualni pregled u pogledu označavanja, čitljivosti indikacija
- dostupnost dokumenata za umjeravanje (tehnički podaci, radni upute)

Funkcionalna ispitivanja obuhvaćaju, na primjer:

- propusna debljina sustava linije kalibracijskog predmeta
- električna operativnost
- pravilno funkcioniranje upravljačkih elemenata (npr. podešavanje nula)
- podešavanje elemenata u definiranom položaju
- nesmetano izvršavanje funkcija samotestiranja i/ili samopodešavanja
- ovisnost momenta (nula signal) tijekom montaže

Umjeravanje se provodi nakon izjednačavanja temperature između uređaja za umjeravanje i okoline unutar dopuštenog temperaturnog područja (18 °C do 28 °C). Vrijeme zagrijavanja uređaja za umjeravanje ili moguće zagrijavanje kalibracijskog predmeta naponom kojim se napaja mora se uzeti u obzir. Razdoblje zagrijavanja ovisi o osobnom iskustvu ili specifikacijama koje je osigurao proizvođač. Umjeravanje se vrši na stalnoj temperaturi okoline. Preporučene promjene temperature tijekom kalibracije ograničene su na  $\pm 1\text{K}$ . Prilikom dostizanja maksimalnih granica tolerancije biti će potrebno uzeti u obzir dodatnu nesigurnost. Temperatura mora biti između 18 °C i 28 °C i mora se zabilježiti. Pri korištenju plinskih tlačnih vaga gustoća zraka može imati značajan utjecaj na rezultat umjeravanja (masa uzgona zraka i hidrostatski tlak). Dakle, osim temperature okoline i atmosferske tlak i relativna vlaga moraju se zabilježiti i uzeti u obzir.

Općenito za umjeravanje po bilo kojoj metodi od 3 moguće:

- potreban je položaj za ugradnju
- umjeravanje se provodi na jednako raspoređenim mjernim točkama preko mjernog područja
- ovisno o željenoj mjernoj nesigurnosti, jedna ili više mjernih serija su potrebne
- ako ponašanje uređaja kalibracije u pogledu utjecaja momenta nije dovoljno poznatih tijekom ugradnje, obnovljivost se mora utvrditi dodatnim stezanje. U ovom slučaju treba dokumentirati vrijednost zakretnog momenta
- razlika u visini između referentnih visina standarda i uređaja za umjeravanje treba svesti na najmanju moguću mjeru ili se izračunati ispravak

Usporedba izmjerene vrijednosti između umjeravanog uređaja i radnog standarda je izvediva na dva načina:

1. Prilagodba tlaka prema naznaci uređaja za umjeravanje
2. Prilagodba tlaka prema naznaci standarda

Vrijeme predopterećenja na najvišoj vrijednosti i vrijeme između dva predopterećenja trebaju biti najmanje 30 sekundi. Nakon predopterećenja i nakon postizanja stalnih radnih uvjeta, indikacija kalibracijskog uređaja postavljena je na nulu. Očitavanja za nulu provode se odmah nakon toga. Što se tiče koraka mjernog niza za tlak, vrijeme između dva uzastopna koraka opterećenja trebalo bi biti isto i ne kraće od 30 sekundi, a čitanje ne treba obaviti prije 30 sekundi nakon početka promjene tlaka. Posebno Bourdonovi manometri moraju biti lagano taknuti kako bi se minimalizirao bilo kakav efekt trenja pokazivača sustava. Izmjerena vrijednost za gornju granicu opsega kalibracije treba se registrirati prije i nakon vremena čekanja. Nulto očitavanje na kraju mjernog niza je izvršeno najranije 30 sekundi nakon potpunog ispuštanja tlaka. [35]

#### 5.3.1.1. Metode umjeravanja

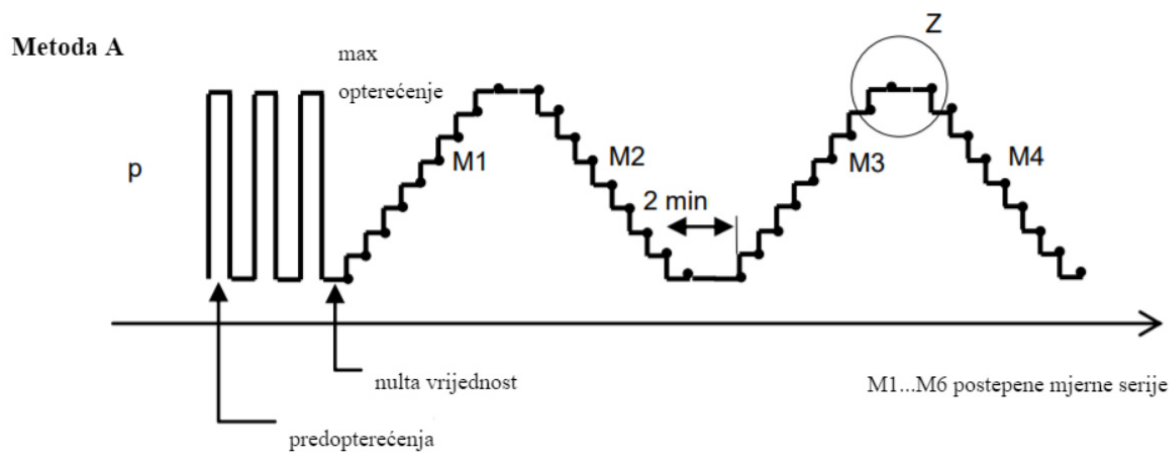
Zbog različitih zahtjeva kupaca i ovisno o pretpostavljenoj točnosti uređaja za umjeravanje postoje tri različite metode umjeravanja:

- Metoda A
- Metoda B
- Metoda C

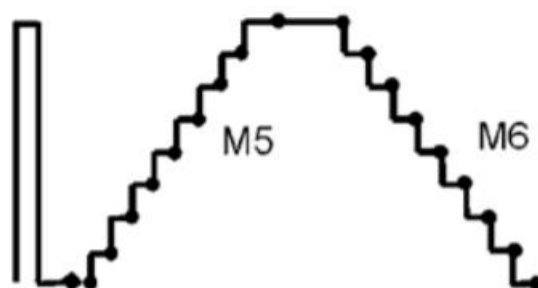
Razlikuju se u broju ponavljanja ulaznih i silaznih mjerenja tlaka te u broju točaka. Najduža je metoda A jer se sastoji od najviše izmjerenih točaka i to ju čini najpouzdanijom ali traje najduže. Metoda C je najkraća i njeni rezultati su najmanje pouzdani. Između te dvije metode je metoda B i ona je korištena prilikom mjerenja provedenih u ovom diplomskom radu.

**Tablica 3. Metode umjeravanja A, B i C**

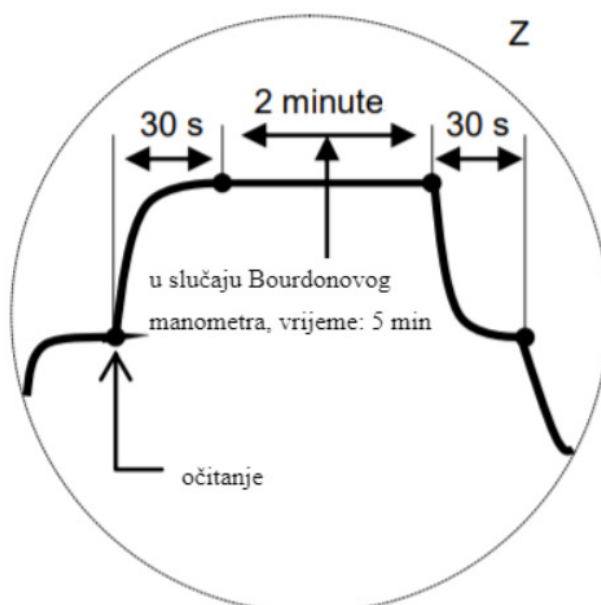
Metoda	Klasa točnosti u %	Minimalni broj mjernih točaka s nulom uzlaz/silaz	Broj pred-opterećenja	Promjena opterećenja + stacionarno vrijeme (s)	Vrijeme zastoja u gornjoj vrijednosti mjernog područja (min)	Broj mjernih serija	
						uzlazno	silazno
A	<0.1	9	3	>30	2	2	2
B	0.1...0.6	9	2	>30	2	2	1
C	>0.6	5	1	>30	2	1	1



Slika 15. Prikaz metode A



Slika 16. Prikaz dodatne dvije mjerne serije metode A

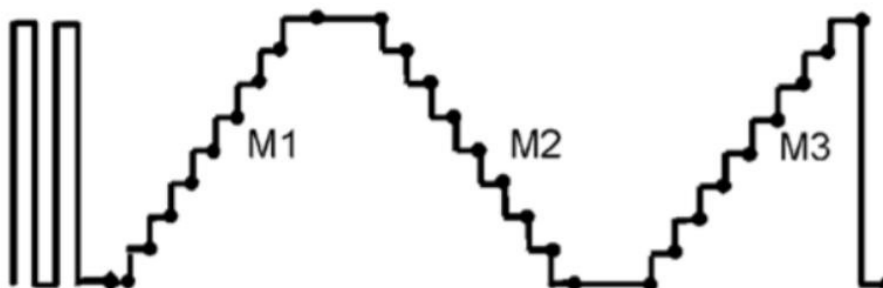


Slika 17. Detalj Z iz vizualnog prikaza metode A



Metoda koja je korištena u provedenim mjerenjima je Metoda B. Ona se sastoji od dva ponavljanja predopterećenja s narinutim maksimalnim tlakom umjeravanja za razliku. Kod metode A se to radi tri puta. Zatim, vrše se tri mjerne serije. Potrebno je dodati volumen za korekciju uzgona fluida kada je to potrebno. To su glavne razlike u odnosu na metodu A. Rezultati metode B su manje sigurnosti, ali mjerenja vremenski kraće traju.

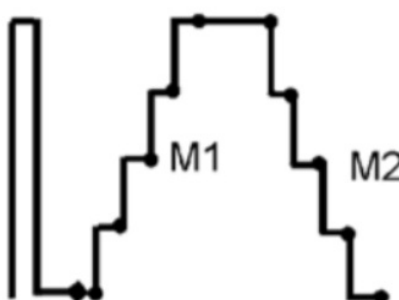
Metoda B



Slika 18. Prikaz metode B

Metoda C se sastoji od jednog predopterećenja s maksimalnim narinutim tlakom umjeravanja i vraćanja na nultu vrijednost. Vršiti se samo jedno uzlazno i jedno silazno mjerenje. Zbog toga je ta metoda najjednostavnija i najkraće traje. Koristi se uglavnom u edukacijske svrhe za prikaz umjeravanja studentima. [35]

Metoda C



Slika 19. Prikaz metode C

### 5.3.2. Euramet

EURAMET (European Association of National Metrology Institutes, Europsko udruženje nacionalnih mjeriteljskih zavoda) suradnički je savez nacionalnih mjeriteljskih organizacija iz država članica Europske unije (EU) i Europske udruge za slobodnu trgovinu (EFTA) čija svrha je postići veću učinkovitost koordinacijom i dijeljenjem mjeriteljskih aktivnosti i službi. Osnovan je u Berlinu 11.1.2007.

Kako bi potaknuo međunarodno usklađivanje tehničkih postupaka u mjeriteljstvu, EURAMET inzistira na upotrebi vodiča za kalibraciju i tehničkih vodiča od strane drugih organizacija, npr. Nacionalni mjeriteljski Institut, regionalne mjeriteljske organizacije, nacionalna tijela za akreditaciju ili organizacije za regionalne akreditacije izvan Europe.

Tehnički protokol sastavlja pilot laboratorij u dogovoru sa sudionicima usporedbe. Kako bi mjerenja bila što kvalitetnija treba se pridržavati protokola. EURAMET nalaže da tehnički protokol sadrži sljedeće podatke:

- uvod u temu i točnu definiciju mjernih veličina u usporedbi
- opis sheme usporedbe
- provjeru stabilnosti prijenosnih standardnih uređaja mjerenjem standarda na početku i na kraju u istom laboratoriju
- vremenski raspored, posebice datum početka i predviđeni datum završetka usporedbe
- opis prijenosnih standardnih uređaja: proizvod, vrstu, serijski broj, tehničke podatke potrebne za rad, izjava o stabilnosti itd.
- savjete za rukovanje i organiziranje transporta prijenosnog standarda
- ispitivanje treba provesti prije mjerenja
- rukovanje prijenosnim standardnim uređajem pri primitku i tijekom mjerenja
- opis korištene metode umjeravanja, mjernih uvjeta i umjeravanih točaka
- prikaz rezultata
- popis glavnih sastavnica proračuna mjerne nesigurnosti
- tablični prikaz rezultata mjerenja
- načelo vrednovanja rezultata i način povezivanja s odgovarajućim etalonskim vrijednostima
- financijske aspekte kao što su putni troškovi ili troškovi za prienos standarda
- upućivanje na korisne dokumente. [36][37][38]

#### *5.3.2.1. Organizacija i upute za provođenje međulaboratorijskih usporedbi*

Dokument za organizaciju međulaboratorijskih usporedbi opisuje posebne aspekte EURAMET-a u planiranju, pokretanju i provođenju međulaboratorijskih usporedbi, sa svrhom davanja smjernica za provođenje usporedbi unutar EURAMET-a i usklađivanja kriterija između različitih tehničkih odbora. Prilikom korištenja dokumenta potrebno je

koristiti i dokumente: CIPM MRA-D-05 (usporedbena mjerenja unutar CIPM MRA) i s uputama od savjetodavnih odbora. Prema CIPM MRA-D-05 postoje tri kategorije usporedbenih mjerenja:

1. Ključne usporedbe
2. Dodatne usporedbe
3. Pilot studije

Mogu se iznijeti na regionalnom ili međunarodnom nivou.

Pilot laboratorij mora organizirati prijevoz prijenosnog standarda ili prijenosne instrumente i mora osigurati da sudionici pravilno organiziraju transportne formalnosti. To uključuje i upute za rukovanje opremom prilikom carine. Za kruženje standarda moguće su još i slijedeće opcije:

1. Svaki sudjelujući laboratorij organizira prijevoz mjernih instrumenata do idućeg sudjelujućeg laboratorija na svoj trošak i svoju odgovornost
2. Zaduži se tim za organizaciju kruženja opreme a svaki sudionik snosi svoj trošak. Na taj način su spriječene moguće komplikacije za sudjelujuće laboratorije.

Mjerenja moraju provoditi sudionici usporedbe pridržavajući se tehničkog protokola. Ako iz nekog tehničkog razloga neki od laboratorija ne može provesti mjerenja prema protokolu a želi i dalje sudjelovati u usporedbi, onda taj laboratorij treba mjerenja konzultirati se s pilot laboratorijem. Ukoliko neki od sudjelujućih laboratorija ne može izvršiti mjerenja prema zakazanom rasporedu onda će pilot laboratorij pokušati naći drugi termin koji im odgovara.

Laboratoriji moraju svoje rezultate usporedbe podnijeti kroz šest tjedana nakon što je izvršeno mjerenje.

Svaki laboratorij mora informirati pilot laboratorij o primitku opreme odmah nakon što su primili prijenosni standard. Kad god se pojavi problem, poput dolaska standarda u neprikladnom obliku ili nemogućnosti za provođenje mjerenja u roku, pilot laboratorij mora biti obaviješten odmah. Trenutni status usporedbi treba biti poznat pilot laboratoriju u svakome trenutku. Ukoliko dođe do problema treba pratiti smjernice koje su napisane u tablici.

**Tablica 4. Korektivne mjere u slučaju problema prilikom mjerenja**

<b>Problem</b>	<b>Korektivne mjere</b>
Mjerenja nisu napravljena ispravno ali je obavješten pilot laboratorij o problemu	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Laboratorij dobi priliku za ponovnim mjerenjem</li> <li>- Isključivanje laboratorija iz usporedbe ako je problem nerješiv</li> </ul>
Mjerenja nisu izvršena unutar rasporeda/ prijenosni standard nije poslan idućem laboratoriju	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pilot laboratorij šalje podsjetnik</li> <li>- Ako laboratorij ne odgovara bit će isključen iz usporedbe nakon zadnjeg upozorenja</li> </ul>
Prijenosni standard je oštećen ili pokazuje znakove nestabilnosti	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Zamjena i povezivanje prema originalnom standardu</li> <li>- Zamjena standarda i ponavljanje svih mjerenja</li> </ul>
Rezultati mjerenja nisu poslani pilot laboratoriju do roka	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pilot laboratorij šalje podsjetnik</li> <li>- Ako laboratorij ne odgovara bit će isključen iz usporedbe nakon zadnjeg upozorenja</li> </ul>
Pilot laboratorij kasni s izvješćem	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Grupa za podršku se ponudi biti podrška pilot laboratoriju</li> <li>- Izvješće priprema neki drugi laboratorij</li> </ul>

Pilot laboratorij je odgovoran za pisanje izvještaja o rezultatima ključne usporedbe. Izvještaj prolazi kroz brojne faze prije nego što se objavi. Spominju se kao Nacrt A, Nacrt B i Konačni izvještaj. Nacrt A se priprema kada su svi rezultati zaprimljeni od sudionika te pilot laboratorij ima dva mjeseca da ga pripremi. Uključuje rezultate sudionika, koji su identificirani po imenu te prvi izračun referentne vrijednosti ključne usporedbe. Rezultati se ne objavljuju ako postoji laboratorij čiji rezultati značajno odstupaju od ostalih. Laboratorij se kontaktira kako bi se sigurno znalo da nema aritmetičkih, tipografskih ili pogrešaka u prijepisu. Ako se dogodi da neki rezultati značajno odstupaju od referentne vrijednosti, sudionicima nije dopušteno povući svoje rezultate iz izvještaja osim ako postoji razlog koji se

ne može pripisati izvedbi u laboratoriju. Pojedinačne vrijednosti i nesigurnosti se mogu mijenjati, ukloniti ili potpuno napustiti, samo uz slaganje svih sudionika. Kao primjer može se navesti oštećenje ili promjena karakteristike etalona u transportu ili nekog drugog fenomena koji čini usporedbu ili neki njen dio nevažecom.

Nacrt A se mora smatrati povjerljivim i distribuirati se samo među sudionicima. Sve dok se svi sudionici nisu složili oko izvještaja, smatra se da je izvještaj u fazi Nacrta A.

U izračunu referentne vrijednosti ključne usporedbe, pilot laboratorij koristi metodu predviđenu protokolom. Oko metode su se prethodno složili sudionici, te radna grupa ključne usporedbe i Savjetodavni odbor. Nakon izračuna referentne vrijednosti ključne usporedbe i njene nesigurnosti, za svaki od rezultata se utvrđuje odstupanje od referentne vrijednosti i proširena nesigurnost uz vjerojatnost od 95% ( $k = 2$  za beskonačan broj stupnjeva slobode). Nakon što su sudionici odobrili finalnu verziju Nacrta A, koja uključuje predloženu referentnu vrijednost ključne usporedbe i faktore slaganja, izvještaj se smatra Nacrtom B. Nakon toga Nacrt se predaje na odobrenje odgovarajućem Savjetodavnom odboru.

Izvješće o ključnim i dopunskim usporedbama mora sadržavati najmanje (kada je primjenjivo):

1. Uvod u predmet i točnu definiciju mjerila za usporedbu
2. Opis sheme / topologije usporedbe
3. Sudionici
4. Opis prijenosnog standarda i rukovanje opremom
5. Opis korištene metode umjeravanja i kalibracijskih točaka
6. Uvjeti mjerenja i oprema svakog sudionika
7. Određivanje stabilnosti prijenosnog standarda i potrebne korekcije
8. Rezultati sudionika
9. Izračun referentne vrijednosti usporedbe
10. Stupanj ekvivalencije s referentnom vrijednošću svakog sudionika
11. Proračun nesigurnosti svakog sudionika
12. Zaključci
13. Prikladna analiza kojom se provjerava odgovara li tvrdnja o nesigurnosti onima objavljenim
14. Reference [39]

### **5.3.3. HAA norme i pravila za međulaboratorijske usporedbe**

Hrvatska akreditacijska agencija (HAA) smatra da je sudjelovanje u programima međulaboratorijskih usporedbi važno i djelotvorno sredstvo za dokazivanje osposobljenosti tijela za ocjenjivanje sukladnosti za provedbu njegovih aktivnosti. Pravilima koje je izdala HAA opisuju se politika i pravila HAA u pogledu sudjelovanja ispitnih (uključujući medicinske) i umjernih laboratorija kao i inspekcijskih i certifikacijskih tijela, tamo gdje je to primjenjivo, u programima međulaboratorijskih usporedbi. U ovom poglavlju pod pojmom laboratoriji podrazumijevaju se sva tijela za ocjenjivanje sukladnosti (ispitni, umjerni i medicinski laboratoriji, inspekcijska tijela i certifikacijska tijela) kojih se na bilo koji način tiču međulaboratorijske usporedbe. Akreditirani laboratorij ili onaj koji to želi postati mora dokazati svoju tehničku osposobljenost. Tehnička osposobljenost laboratorija može se dokazati unutrašnjim i vanjskim mjerama kontrole kvalitete rezultata a najbolji način dokazivanja jest uspješno sudjelovanje u shemama ispitivanja sposobnosti ili vanjske procjene kvalitete. Osim toga, može se dokazati i u uspješnim sudjelovanjima u međulaboratorijskim usporedbama. Prije dodjeljivanja statusa akreditiranog tijela, laboratorij mora pružiti dokaz uspješnog sudjelovanja u nekoj shemi ispitivanja sposobnosti tamo gdje je to moguće i primjenjivo. Laboratorij je dužan jedanput godišnje izvještavati HAA o svojim sudjelovanjima u međulaboratorijskim usporedbama, kao i u slučajevima kad neispravni rezultati sudjelovanja dovode u pitanje tehničku osposobljenost laboratorija. Za pojedina tehnička područja u kojima je otežano provođenje ispitivanja sposobnosti ili međulaboratorijskih usporedbi, HAA može pružiti informacije u obliku okružnica koje su dostupne na njejoj internet stranici. Okružnice upućuju na primjenu mjera kontrole kvalitete rezultata u pojedinim tehničkim područjima. HAA ne organizira međulaboratorijske usporedbe ali preporučuje svojim laboratorijima sheme ispitivanja sposobnosti ili vanjske procjene kvalitete organizatora ispitivanja sposobnosti. Sve međulaboratorijske usporedbe, koje HAA prihvaća za dokazivanje tehničke osposobljenosti laboratorija moraju biti provedeni u skladu s načelima norme HRN EN ISO/IEC 17043. Zapisi o međulaboratorijskim usporedbama najmanje moraju sadržavati zapise o planiranju, statističkom dizajnu, vrednovanju i izvještaju. Akreditirani umjerni laboratoriji, i oni koji to žele postati, dužni su sudjelovati u regionalnim međulaboratorijskim usporedbama koje koordinira radna skupina EA LC wg ILC-C, kada su takve usporedbe dostupne za područje umjeravanja obuhvaćeno akreditacijom ili prijavom za akreditaciju. HAA je dužna obavijestiti organizatora regionalne

međulaboratorijske usporedbe o broju laboratorija koji su akreditirani u zadanom području umjeravanja i osigurati sudjelovanje odgovarajućeg broja laboratorija. [40]

**Tablica 5. HAA upute za međulaboratorijske usporedbe**

<b>KRATICE i OZNAKE</b>	
<b>GODINA</b>	Odnosi se na godinu u kojoj je provedeno/su provedene međulaboratorijske usporedbe.
<b>REDNI BROJ</b>	Koristi se za kao brojač programa po godini.
<b>MJERENA VELIČINA; PARAMETAR (MATERIJAL)</b>	Paramter koji se određuje na međulaboratorijskoj usporedbi, te ako je prikaldnu u kojem materijali ili matriksu. Ako se na međulaboratorijskoj uspredbi određivalo više parametara ili više materijala ili matriksa posebno navesti svaki od njih.
<b>BROJ SUDIONIKA</b>	Broj sudionika odnosi se na ukupan broj sudionika koji je sudjelovao u usporedbi. Nekad taj podatak nije moguće precizno navesti pa se preporuča neka okvirna vrijednost (npr. cca 100). Također, u godišnjim programima taj broj može varirati
<b>IME SCHEME / ORGANIZATOR</b>	Određuje naziv programa, ukoliko takav postoji. Odnosi se na organizatora programa, a to može biti bilo koji komercijalni (eventualno akreditirani) PT organizator, akreditacijsko tijelo (npr. APLAC), laboratorij koji je samostalno organizirao međulaboratorijsku usporedbu ili slično. Navesti ukoliko je organizator akreditiran prema normi HRN EN ISO/IEC 17043.
<b>REZULTATI LABORATORIJA</b>	Navesti rezultate laboratoriju u međulaboratorijskoj uspredbi (z vrijednost ili neki drugi način na koji je organiozator vrednovao rezultate uspredbe)
<b>KOMENTAR O REZULTATIMA</b>	Navesti da li rezultati zadovoljavaju kriterije Laboratorija. Ako ne, navesti koje su radnje pokrenute.
<b>ZA UMJERNE LABORATORIJE</b>	
<b>MJERNA VELIČINA, MJERILO</b>	Koja mjerna veličina te na kojem mjerilu se provela međulaboratorijska uspredba

<b>RASPON</b>	U kojemu mjernom području je laboratorij proveo mjerenja za međulaboratorijsku usporedbu
<b>PRIJAVLJENI CMC</b>	Proširena mjerna nesigurnost mjerenja laboratorija učesnika

### 5.3.3.1. Norma HRN EN ISO/IEC 17043:2010, Ocjenjivanje sukladnosti – Opći zahtjevi za ispitivanje sposobnosti

ISO (Međunarodna organizacija za standardizaciju) i IEC (Međunarodna odbor za elektrotehniku) čine specijalizirani sustav za svjetsku standardizaciju. Nacionalna tijela koja su članovi ISO ili IEC sudjeluju u razvoju međunarodnih standarda putem tehničkih odbora koju je osnovala odgovarajuća organizacija koja se bavi određenim područjima tehničke djelatnosti. ISO i IEC tehnički odbori surađuju na područjima zajedničkog interesa. Druge međunarodne organizacije, vladine i nevladine organizacije, u suradnji s ISO-om i IEC-om, također sudjeluju u radu.

#### UVOD

Međulaboratorijske usporedbe široko su rasprostranjene i koriste se u više svrha a njihova se upotreba povećava. Tipične svrhe međulaboratorijskih usporedbi uključuju:

- a) procjena rada laboratorija za određene testove ili mjerenja i praćenje djelovanja laboratorija
- b) utvrđivanje problema u laboratorijima i pokretanje aktivnosti za unaprjeđenje koje, na primjer, mogu biti povezane s neadekvatnim postupcima ispitivanja ili mjerenja, učinkovitosti obuke i nadzora osoblja ili umjeravanje opreme
- c) utvrđivanje učinkovitosti i usporedivosti metoda ispitivanja ili mjerenja
- d) pružanje dodatnog povjerenja korisnicima laboratorijskih usluga
- e) utvrđivanje međulaboratorijskih razlika
- f) edukacija laboratorija koje sudjeluju na temelju rezultata takvih usporedbi
- g) potvrda tvrdnji o nesigurnosti
- h) ocjenjivanje karakteristika izvedbe metode
- i) dodjeljivanje vrijednosti referentnim materijalima i procjena njihove prikladnosti za uporabu u određenom ispitivanju ili postupcima mjerenja
- j) podrška izjavama o ekvivalentnosti mjerenja Nacionalnih mjeriteljskih zavoda putem ključnih usporedbi i dopunske usporedbe provedene u ime Međunarodnog ureda za utege i mjere te pridružene regionalne mjeriteljske organizacije.



Provjera stručnosti uključuje uporabu međulaboratorijskih usporedbi za određivanje performansi laboratorija, kako je navedeno u točkama a) do g). Provjera stručnosti obično se ne odnosi na h), i) i j) jer se u tim točkama podrazumijeva laboratorijska kompetencija, ali se one mogu koristiti za pružanje neovisne demonstracije laboratorijske kompetencije. Zahtjevi ovog međunarodnog standarda mogu se primijeniti na mnoge tehnički planirane i operativne aktivnosti za h), i) i j).

### Procjena sukladnosti - Opći zahtjevi za testiranje stručnosti

#### 1. Područje

Ovaj međunarodni standard utvrđuje opće zahtjeve za kompetencijom pružatelja stručnih znanja shema testiranja i za razvoj i rad programa provjere stručnosti. Ovi zahtjevi su namijenjeni općenito za sve vrste programa provjere stručnosti i mogu se koristiti kao podloga za posebne tehničke zahtjeve za određeno područje primjene.

#### 2. Normativne reference

Sljedeći referentni dokumenti neophodni su za primjenu ovog dokumenta. Za datirane reference, primjenjuje se samo citirano izdanje. Za nedatirane reference, najnovije izdanje referenciranog dokumenta se primjenjuje (uključujući sve izmjene i dopune).

ISO/IEC 17000: 2004, Ocjenjivanje sukladnosti - Rječnik i opća načela

ISO / IEC Guide 99:2007, Međunarodni rječnik metrologije - Osnovni i opći koncepti i povezani pojmovi

#### 3. Izrazi i definicije

Dodijeljena vrijednost - vrijednost koja se pripisuje određenom svojstvu predmeta ispitivanja stručnosti.

Koordinator – jedna ili više osoba zadužene za organizaciju i vođenje svih aktivnosti uključenih u funkcioniranje programa testiranja stručnosti.

Kupac - organizacija ili pojedinac za koji je program provjere stručnosti predviđen ugovorom.

Međulaboratorijska usporedba – organizacija, izvedba i procjena mjerenja ili testiranja na istim ili sličnim uređajima od strane dva ili više laboratorija u skladu s unaprijed određenim uvjetima.

Sudionik – laboratorij, organizacija ili pojedinac koji prima predmete provjere osposobljenosti i dostavlja rezultate na pregled od strane pružatelja ispitivanja stručnosti.

Provjera stručnosti - procjena uspješnosti sudionika prema unaprijed utvrđenim kriterijima pomoću sredstava međulaboratorijskih usporedbi.

Predmet provjere stručnosti - uzorak, proizvod, artefakt, referentni materijal, dio opreme, mjerni standard, skup podataka ili druge informacije koje se koriste za provjeru stručnosti.

Pružatelj ispitivanja stručnosti - organizacija koja preuzima odgovornost za sve zadatke u razvoju i provođenju provjere stručnosti.

Mjerna nesigurnost - negativni parametar koji karakterizira raspodjelu vrijednosti količine koja se pripisuje mjerilom, na temelju korištenih podataka.

#### 4. Tehnički zahtjevi

Razvoj i funkcioniranje programa provjere stručnosti provest će se od strane pružatelja provjere stručnosti koji su kompetentni za vođenje međulaboratorijskih usporedbi i imaju pristup stručnosti s određenom vrstom predmeta provjere osposobljenosti. Pružatelji usluga provjere stručnosti ili njihovi podizvođači također moraju imati kompetenciju za mjerenja svojstava koja se određuju.

Davatelj testa stručnosti mora imati rukovodeće i tehničko osoblje s potrebnim autoritetom, resursima i tehničkom osposobljenosti koja je potrebna za obavljanje njihovih dužnosti. Uprava definira minimalne razine kvalifikacije i iskustvo potrebno za ključne pozicije u svojoj organizaciji i osigurava ispunjenje tih kvalifikacija. Davatelj testa stručnosti bi trebao koristiti osoblje koje je ili zaposleno ili ima ugovor.

Davatelj testa stručnosti ovlašćuje određeno osoblje za:

- a) odabir odgovarajuće stavke testa stručnosti;
- b) planiranje programa provjere stručnosti;
- c) obavljanje određene vrste uzorkovanja;
- d) upravljanje određenom opremom;
- e) provođenje mjerenja radi utvrđivanja stabilnosti i homogenosti, kao i dodijeljenih vrijednosti i pridružene nesigurnosti mjernih jedinica predmeta ispitivanja stručnosti;
- f) pripremu, rukovanje i distribuiranje stavki testa stručnosti;
- g) upravljanje sustavom za obradu podataka;
- h) provođenje statističke analize;
- i) ocjenu performanse učesnika testiranja stručnosti;
- j) davanje mišljenja i tumačenja;
- k) izdavanje izvještaja o provjeri stručnosti.

Davatelj provjere stručnosti mora osigurati odgovarajući smještaj za testiranje stručnosti. To uključuje ustanovu i opremu za izradu testa, rukovanje, kalibraciju, testiranje, skladištenje i otprema, za obradu podataka, za komunikacije, i za pretraživanje materijala i zapisa.

Davatelj provjere stručnosti mora definirati okolišne uvjete kako bi osigurao da okolišni uvjeti ne ugrožavaju testiranje ili traženu kvalitetu primijenjene operacija. Posebno se treba paziti kada se operacije obavljaju na mjestima udaljenim od postrojenja pružatelja usluga provjere stručnosti ili ih poduzimaju podizvođači. Tehnički zahtjevi za smještaj i okolišni uvjeti koji mogu utjecati na provjeru stručnosti moraju se dokumentirati. Treba dati plan i dokumentirati plan prije testiranja.

Pružatelj testiranja stručnosti daje sudionicima najave dovoljno prije slanja predmeta provjere osposobljenosti, navodeći datum kada će vjerojatno stići ili biti otpremljena. Daje detaljne upute svim sudionicima koje govore kako tretirati opremu, uvjete koji bi mogli utjecati na testiranje ili umjeravanje, upute za pripremu i rukovanje, upute za pisanje, pohranjivanje i objavu rezultata itd. Također, zadužen je za sve vezano oko transporta, pakiranja, označavanja, dostave itd.

Sva oprema i softver za obradu podataka moraju biti validirani u skladu s procedurom prije stavljanja u upotrebu. Održavanje računalnog sustava uključuje postupak izrade sigurnosnih kopija i plana oporavka sustava. Rezultati takvih provjeravanja održavanja i rada se bilježe.

Analiza podataka generira sažetak statistike i performansi statistike, te pridružene informacije u skladu sa statističkim dizajnom programa provjere stručnosti. Izvješća o ispitivanju stručnosti moraju biti jasna i sveobuhvatna i moraju sadržati podatke koji pokrivaju rezultate svih sudionika, zajedno s naznakom izvedbe pojedinih sudionika. Ovlaštenje za završno izvješće ne smije biti podugovorno. [42]

#### 5.3.3.2. Norma ISO IEC 17025

ISO / IEC 17025 omogućuje laboratorijima da pokažu da rade kompetentno i da stvaraju valjane rezultate, promovirajući na taj način povjerenje u svoj rad kako u zemlji, tako i širom svijeta. Također pomaže u olakšanju suradnje između laboratorija i ostalih tijela stvarajući veće prihvaćanje rezultata između zemalja. Izvještaji o ispitivanju i potvrde mogu se prihvatiti od jedne zemlje za drugu bez potrebe za dodatnim testiranjem, što zauzvrat poboljšava međunarodnu trgovinu.

ISO / IEC 17025 koristan je za svaku organizaciju koja vrši testiranje, uzorkovanje ili umjeravanje i želi pouzdane rezultate. To uključuje sve vrste laboratorija, bilo da su u vlasništvu vlade ili da njima upravlja vlada, industrija ili, u stvari, bilo koja druga organizacija. Standard je također koristan univerzitetima, istraživačkim centrima, vladama,

regulatorima, inspekcijskim tijelima, organizacijama za certificiranje proizvoda i drugim tijelima za ocjenu sukladnosti s potrebom obavljanja ispitivanja, uzorkovanja ili umjeravanja. Posljednja verzija ISO / IEC 17025 objavljena je 2005. godine i od tada su se tržišni uvjeti i tehnologija promijenili. Nova verzija obuhvaća tehničke promjene, vokabular i razvoj tehnika. Uzima u obzir i najnoviju verziju ISO 9001. [43] [44]

## 6. PROTOKOL USPOREDBE ZA TLAK OD 0 DO 20 BAR

### 6.1. Tehnički protokol za međulaboratorijsku usporedbu rezultata mjerenja tlaka na plinskim tlačnim vagama u rasponu do 2 MPa

Tehnički protokol sastavlja pilot laboratorij u dogovoru sa sudionicima usporedbe. Kako bi mjerenja bila što kvalitetnija treba se pridržavati protokola. EURAMET nalaže da tehnički protokol sadrži sljedeće podatke:

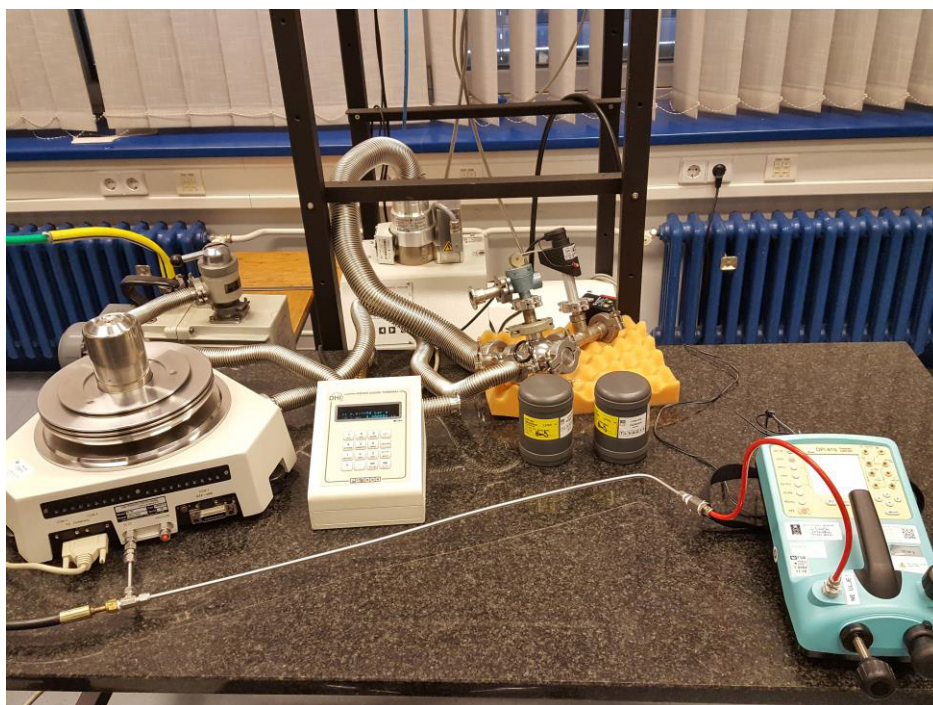
- uvod u temu i točnu definiciju mjernih veličina u usporedbi
- opis sheme usporedbe
- provjeru stabilnosti prijenosnih standardnih uređaja mjerenjem standarda na početku i na kraju u istom laboratoriju
- vremenski raspored, posebice datum početka i predviđeni datum završetka usporedbe
- opis prijenosnih standardnih uređaja: proizvod, vrstu, serijski broj, tehničke podatke potrebne za rad, izjava o stabilnosti itd.
- savjete za rukovanje i organiziranje transporta prijenosnog standarda
- ispitivanje treba provesti prije mjerenja
- rukovanje prijenosnim standardnim uređajem pri primitku i tijekom mjerenja
- opis korištene metode umjeravanja, mjernih uvjeta i umjeravanih točaka
- prikaz rezultata
- popis glavnih sastavnica proračuna mjerne nesigurnosti
- tablični prikaz rezultata mjerenja
- načelo vrednovanja rezultata i način povezivanja s odgovarajućim etalonskim vrijednostima
- financijske aspekte kao što su putni troškovi ili troškovi za prijenos standarda
- upućivanje na korisne dokumente. [45]

## 6.2. Protokol za međulaboratorijske usporedbe do 2 MPa proveden između LPM-a i sudjelujućih laboratorija

### Uvod

Međulaboratorijska usporedba organizira se između Laboratorija za procesna mjerenja Hrvatskog mjeriteljskog instituta (HMI) i četiri hrvatska mjeriteljska laboratorija: LAB 1, LAB 2, LAB 3 i LAB 4 a cilj usporedbi je procijeniti stupanj podudaranja u rezultatima mjerenja, uzimajući u obzir odgovarajuće nesigurnosti svih laboratorija za umjeravanje mjerila tlaka, s dušikom kao prijenosnim medijem, u rasponu 0 – 2 MPa. Ispitivanje se vršilo u devet mjernih točaka i u svakoj točki parametar uspoređivanja je efektivna površina sklopa klipa i cilindra.

LPM kao pilot laboratorij zadužen je da osigura opremu za umjeravanje, odlučuje koji laboratoriji sudjeluju i u kojem periodu, kontrolira stabilnost prijenosnog standarda, računa rezultate i priprema izvješće.



Slika 20. Mjerena linija referentnog laboratorija

### Oprema

Svaki od laboratorija koristi svoju vlastitu plinsku tlačnu vagu a prijenosni etalon je pretvornik tlaka s indikacijom, proizvođača Druck, koji pripala Laboratoriju za procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Sva oprema mora biti pažljivo rukovana,

najbolje da ju koristi samo kvalificirano osoblje. Dodatnu opremu koja se ne prenosi s pretvornikom moraju osigurati laboratoriji koji sudjeluju u usporedbi.

Prilikom korištenja utega moraju se koristiti rukavice. Upute proizvođača se šalju zajedno s uređajem.



**Slika 21. Pretvornik tlaka s kalibratorom Druck DPI 615 – prijenosni etalon**

**Tablica 6. Osnovne karakteristike radnog etalona TLVAG10**

<b>Tlačna vaga</b>	
Tvornički broj	703
Tip	PG-7601
DH Instruments broj dijela	400480-CE
Efektivna površina	4.901904 e-05 m <sup>2</sup>
Opseg klipa	2.481288 e-02 m

**Tablica 7. Podaci o utezima**

Oznaka na utegu	Masa utega [g]	Nesigurnost mase [g]	Nominalni tlak [bar]	Gustoća utega [kg/m <sup>3</sup> ]	Nesigurnost gustoće [kg/m <sup>3</sup> ]
o.u.	200.00140	0.1000	0.400	10080.0	75
Dodatak	299.99320	0.0000	0.600	7975.0	75
1	100.00110	0.0004	0.200	7975.0	75
2	199.99820	0.0006	0.400	7975.0	75
3	200.00160	0.0006	0.400	7975.0	75
4	500.0031	0.0015	1.000	7975.0	75
5	1000.013	0.0025	2.001	7975.0	75
6	2000.026	0.0058	4.001	7975.0	75
7	2000.026	0.0046	4.001	7975.0	75
8	4500.024	0.0067	9.003	7975.0	75
9	5000.044	0.0089	10.003	7975.0	75
10	5000.062	0.0086	10.003	7975.0	75
11	5000.011	0.0072	10.003	7975.0	75
12	5000.044	0.0077	10.003	7975.0	75
13	5000.035	0.0090	10.003	7975.0	75



**Tablica 8. Tehnički podaci za pretvornik tlaka Druck DPI 615**

Model	Druck DPI 615
Tvornički broj	61516256
Mjerno područje	0 – 70 bar
Preopterećenje	10% iznad vršne vrijednosti tlaka (samo u mjernom načinu rada)
Radni medij	zrak ili dušik
Točnost	0.025% za cijelu skalu i sve podjele
Stabilnost	0.015% od očitavanja
Radna temperatura	od -10 do 40 °C
Temperatura skladištenja	od -10 do 40 °C
Vlaga	0 – 90%

### **Sudjelujući laboratoriji i raspored**

Pilot laboratorij, u ovom slučaju LPM, kontaktira sve sudjelujuće laboratorije nekoliko dana prije nego što se pošalje prijenosni etalon kako bi potvrdili da su u stanju primiti ga i na vrijeme provesti mjerenje. Ukoliko laboratorij nije u mogućnosti odraditi zakazano mjerenje, prijenosni etalon se šalje dalje. Svaki laboratorij mora svoje rezultate napisati na pripremljeno izvješće kako bi pilot laboratorij bio obaviješten o rezultatima na način koji zahtijevaj sukladno metodi za koju se opredijelio. Ukoliko dođe do bilo kakvih problema, pilot laboratorij se mora odmah obavijestiti.

**Tablica 9. Popis sudjelujućih laboratorija**

<b>Laboratorij</b>	<b>Adresa</b>	<b>Kontakt osoba</b>
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
LAB 1		
LAB 2		
LAB 3		
LAB 4		

Oprema koja kruži prilikom transporta treba biti zapakirana u odgovarajuće kutije kako ne bi došlo do oštećenja. Odmah po primitku opreme, laboratorij mora obavijestiti pilot laboratorij i treba naznačiti datum primitka prijenosnog standarda te provjeriti 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 vratiti pilot laboratoriju.

**Tablica 10. Raspored kruženja pretvornika**

<b>Laboratorij</b>	<b>Datum</b>	<b>Radnja</b>
LPM	19.11.2019.	Prva kalibracija prijenosnog standarda pilot laboratorija
LAB 1	25.11.2019.	Kalibracija prijenosnog standarda prvog sudjelujućeg laboratorija
LAB 2	4.12.2019.	Kalibracija prijenosnog standarda drugog sudjelujućeg laboratorija
LAB 3	5.12.2019.	Kalibracija prijenosnog standarda trećeg sudjelujućeg laboratorija
LAB 4	9.12.2019.	Kalibracija prijenosnog standarda četvrtog sudjelujućeg laboratorija
LPM	20.12.2019.	Druga kalibracija prijenosnog standarda pilot laboratorija

## **Transport standarda i protokol usporedbe**

Digitalni pretvornik tlaka Druck 615 kao prijenosni standard visoke točnosti osigurao je LPM. Mjereno područje je od 0 do 20 bara s devet točaka. Prijenosni standard je obišao četiri laboratorija a transportirao se autom. Protokol koji su slijedili laboratoriji je slijedeći:

-medij koji se koristio za tlak je dušik

-nakon postavljanja opreme mora proći dovoljno vremena da oprema poprimi okolnu temperaturu

- površina gornje razine adaptera smatra se referentnom razinom za mjerenje tlaka

-očitanja rezultata mjerenja moraju biti u barima

Umjeravanje je izvedeno u tri serije mjerenja prema B proceduri kako slijedi:

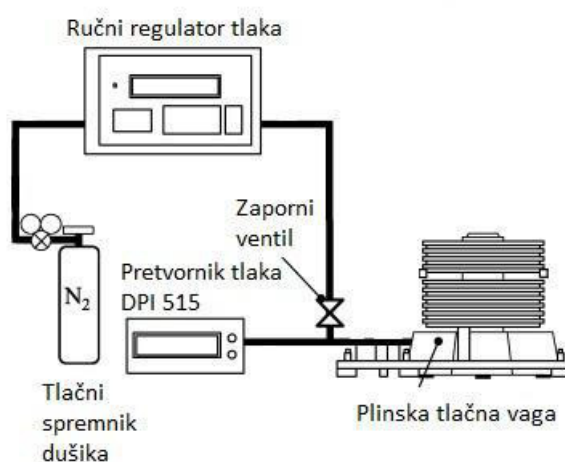
1. Nakon otvaranja referentne strane tlaka pretvarača u atmosferu, očitavanje je napravljeno.
2. Kalibracijska jedinica digitalne mjerne jedinice koristi se za postavljanje čitanja na nulu. Tlak okoline i temperatura se tada očitaju i zabilježe.
3. Tlak koji odgovara maksimalnom tlaku uređaja koji se testira, ali ne više od 25 bara, doseže se unutar dvije minute. Zatim, tlak se pušta da padne na nulu a to se ponavlja dva puta nakon dvije minute. Vrijednost točke nula se mora očitati i zabilježiti.
4. Moraju se dobiti tlakovi od 2, 5, 8, 10, 12, 14, 17 i 20 bara.
5. Prethodni korak se ponavlja u obrnutom smjeru.
6. Sudjelujući laboratoriji dužni su zapisati svoje rezultate u osigurati izvješće.

Ovisno o vrsti standarda tlaka, primijenjene su korekcije za nazivni tlak. Proračun efektivnog tlaka je vršio svaki laboratorij prema njihovom vlastitom postupku.

## 7. OPIS MJERENJA I REZULTATI

### 7.1. Mjerenja u pilot laboratoriju

Na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Laboratoriju za procesna mjerenja provedeno je inicijalno mjerenje. Provedena su dva uzlazna i jedno silazno mjerenje odnosno mjerenje je izvedeno po B metodi prema DKD-u. Mjernu liniju su činili spremnik radnog medija (dušika), ručni regulator tlaka, plinska tlačna vage s terminalom za upravljanje, pretvornik tlaka DPI 615 te spojni cjevovoda.



**Slika 22. Shema mjerne linije**

Prije provedbe mjerenja očitani su okolišni uvjeti a oni su navedeni u tablici 10.

**Tablica 11. Okolišni uvjeti**

Temperatura okoline, [°C]	26±1
Tlak okoline, [mbar]	998±1
Relativna vlaga, [%]	32±3

Osim očitavanja okolišnih uvjeta, prije mjerenja provele su se pripreme koje su uključivale rastavljanje i provjeru čistoće sklopa klip-cilindar, spajanje boce s dušikom s etalonom i spajanje etalona s pretvornikom tlaka DPI 615 te puštanje radnog medija u sustav preko ručnog regulatora. Također, izvršeno je i predopterećenja. Odabrane mjerne točke prikazane su u tablici 11.

**Tablica 12. Mjerne točke**

Mjerna točka	Tlak, [bar]
1	0
2	2
3	5
4	8
5	10
6	12
7	14
8	17
9	20

Kombinacije utega koji su korišteni na tlačnoj vagi nalaze se u tablici 12. Kombinacije utega su jednake za uzlazne i silazne serije a njihovi podaci opisani su u prethodnom poglavlju. Za svaku točku tlak se namješta ručno peko regulatora tlaka a očitavanja koja pokazuje pretvornik tlaka DPI 615 bilježe se na papir.

Nakon što su svi laboratoriji završili s mjerenjem, mjerenje se opet provodi u pilot laboratoriju radi utvrđivanja stabilnosti.

**Tablica 13. Kombinacije utega**

Tlak etalona [bar]	Broj utega
0	-
2	osnovni uteg, 4
5	osnovni uteg, 6
8	osnovni uteg, 4, 5, 6
10	osnovni uteg, 8
12	osnovni uteg, 5, 8
14	osnovni uteg, 6, 8
17	osnovni uteg, 4, 5, 6, 8
20	osnovni uteg, 5, 6, 7, 8

**Tablica 14. Podaci o etalonu**

Podaci o etalonu	Oznaka	Iznos	Jedinica
Efektivna površina	$A_0$	4,901904E-05	$m^2$
Koeficijent distorzije	$\lambda$	-2,350000E-07	$bar^{-1}$
Koeficijent temperaturne ekspanzije	$\alpha_{k+c}$	9,00E-06	$^{\circ}C^{-1}$
Opseg klipa	$\Gamma$	2,481288E-02	m
Ubrzanje sile teže za LPM	$g$	9,806622	$m/s^2$
Volumen za koji se radi korekcija	$v$	0,00000E+00	$m^3$

## 7.2. Rezultati mjerenja u pilot laboratoriju

Dobiveni rezultati su očitane vrijednosti tlaka na pretvorniku tlaka za svaku točku mjerne serije (dvije uzlazno i jedna silazno).

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

**Tablica 15. Vrijednosti očitavanja pilot laboratorija**

Tlak etalona bar	Uzlazno bar	Silazno bar	Uzlazno bar
0	0,000	0,000	0,000
2	2,004	2,003	2,003
5	5,007	5,007	5,007
8	8,010	8,010	8,010
10	10,013	10,013	10,013
12	12,015	12,015	12,016
14	14,017	14,017	14,018
17	17,020	17,020	17,022
20	20,024	20,024	20,026

**Tablica 16. Rezultati LPM-a**

Tlak etalona [bar]	Srednja vrijednost [bar]	Odstupanje [bar]	Ponovljivost [bar]	Histereza [bar]	Nesigurnost umjeravanja [bar]
0,0000	0,000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0008
2,0002	2,003	0,0030	-0,0010	-0,0010	0,0011
5,0006	5,007	0,0064	0,0000	0,0000	0,0008
8,0009	8,010	0,0091	0,0000	0,0000	0,0009
10,0011	10,013	0,0119	0,0000	0,0000	0,0009
12,0014	12,015	0,0139	0,0010	0,0000	0,0012
14,0016	14,017	0,0156	0,0010	0,0000	0,0012
17,0020	17,021	0,0185	0,0020	0,0000	0,0017
20,0024	20,025	0,0221	0,0020	0,0000	0,0018

### 7.3. Rezultati sudjelujućih laboratorija

**Tablica 17. Vrijednosti očitavanja za LAB1**

Tlak etalona [bar]	Uzlazno [bar]	Silazno [bar]
0,0000	0,001	0,000
2,0000	2,004	2,004
5,0000	5,007	5,007
8,0000	8,009	8,009
10,0000	10,011	10,011
12,0000	12,012	12,012
14,0000	14,012	14,012
17,0000	17,013	17,014
20,0000	20,015	20,015

**Tablica 18. Rezultati LAB1**

Tlak etalona [bar]	Srednja vrijednost [bar]	Odstupanje [bar]	Mjerna nesigurnost [bar]	Histereza [bar]
0,0000	0,000	0,0010	0,002	-0,0010
2,0000	1,503	0,0040	0,002	0,0000
5,0000	3,755	0,0070	0,003	0,0000
8,0000	6,007	0,0090	0,004	0,0000
10,0000	7,508	0,0110	0,004	0,0000
12,0000	9,009	0,0120	0,005	0,0010
14,0000	10,509	0,0120	0,005	0,0000
17,0000	12,760	0,0140	0,006	0,0000
20,0000	15,011	0,0150	0,007	0,0000

**Tablica 19. Vrijednosti očitavanja za LAB2**

Tlak etalona [bar]	Uzlazno [bar]	Silazno [bar]
0,0000	0,000	0,000
2,0000	2,002	2,000
5,0000	5,001	5,001
8,0000	8,001	8,001
10,0000	10,001	10,001
12,0000	12,001	12,001
14,0000	14,000	14,000
17,0000	17,000	17,000
20,0000	20,000	20,000



**Tablica 20. Rezultati LAB2**

Tlak etalona [bar]	Srednja vrijednost [bar]	Odstupanje [bar]	Histereza [bar]	Mjerna nesigurnost [bar]
0,0000	0,000	0,0000	0,0000	0,015
2,0000	1,501	-0,0020	-0,0010	0,015
5,0000	3,751	-0,0010	0,0000	0,015
8,0000	6,001	-0,0010	0,0000	0,015
10,0000	7,501	-0,0010	0,0000	0,015
12,0000	9,001	-0,0010	0,0000	0,015
14,0000	10,500	0,0000	0,0000	0,015
17,0000	12,750	0,0000	0,0000	0,015
20,0000	15,000	0,0000	0,0000	0,015

**Tablica 21. Vrijednosti očitavanja za LAB3**

Tlak etalona bar	Uzlazno bar	Silazno bar	Uzlazno bar	Silazno bar
0,0000	0,000	0,000	0,000	-0,001
1,9925	1,995	1,994	1,994	1,994
4,9812	4,984	4,983	4,984	4,983
7,9700	7,974	7,973	7,973	7,972
9,9626	9,967	9,966	9,966	9,966
11,9551	11,960	11,959	11,960	11,959
14,0971	14,103	14,102	14,102	14,101
17,0859	17,092	17,091	17,092	17,091
19,9253	19,932	19,932	19,932	19,931

**Tablica 22. Rezultati LAB3**

Tlak etalona [bar]	Srednja vrijednost [bar]	Odstupanje [bar]	Ponovljivost [bar]	Histereza [bar]	Mjerna nesigurnost [bar]
0,0000	-0,0003	-0,0003	0,0010	0,0005	0,011
1,9925	1,994	0,0017	0,0010	0,0005	0,011
4,9812	4,984	0,0023	0,0000	0,0010	0,011
7,9700	7,973	0,0030	0,0010	0,0010	0,012
9,9626	9,966	0,0037	0,0010	0,0050	0,012
11,9551	11,960	0,0044	0,0000	0,0010	0,012
14,0971	14,102	0,0049	0,0010	0,0010	0,014
17,0859	17,092	0,0056	0,0000	0,0010	0,017
19,9253	19,932	0,0064	0,0010	0,0005	0,02

**Tablica 23. Vrijednosti očitavanja za LAB4**

Tlak etalona bar	Uzlazno bar	Silazno bar	Uzlazno bar
0,0000	0,001	0,001	0,001
2,0000	2,004	2,004	2,003
5,0010	5,004	5,003	5,002
8,0010	8,005	8,004	8,003
10,0010	10,005	10,004	10,004
12,0020	12,005	12,004	12,004
14,0010	14,005	14,004	14,004
17,0010	17,005	17,005	17,004
20,0010	20,005	20,005	20,003

**Tablica 24. Rezultati LAB4**

Tlak etalona [bar]	Srednja vrijednost [bar]	Odstupanje [bar]	Ponovljivost [bar]	Histereza [bar]	Mjerna nesigurnost [bar]
0,0000	0,001	0,0010	0,0000	0,0000	0,003
2,0000	2,004	0,0037	-0,0010	0,0000	0,003
5,0010	5,003	0,0020	-0,0020	-0,0010	0,003
8,0010	8,004	0,0030	-0,0020	-0,0010	0,003
10,0010	10,004	0,0033	-0,0010	-0,0010	0,003
12,0020	12,004	0,0023	-0,0010	-0,0010	0,003
14,0010	14,004	0,0033	-0,0010	-0,0010	0,003
17,0010	17,005	0,0037	-0,0010	0,0000	0,003
20,0010	20,005	0,0033	-0,0020	0,0000	0,003

## 8. ANALIZA REZULTATA

Analizom rezultata uspoređivana su mjerna odstupanja, mjerne nesigurnosti, ponovljivost, histereza te su izračunate En vrijednosti a svi ti podaci su prikazani u idućim tablicama.

**Tablica 25. Usporedba rezultata LAB1/LPM**

Tlak [bar]	Odstupanje (LAB1) [bar]	Odstupanje (LPM) [bar]	Razlika (LAB1- LPM) [bar]	Mjerna nesigurnost (LAB1) [bar]	Mjerna nesigurnost (LPM) [bar]	En [-]
0	0,0010	0,0000	0,001	0,002	0,0008	0,464
2	0,0040	0,0030	0,001	0,002	0,0011	0,419
5	0,0070	0,0064	0,0006	0,003	0,0008	0,185
8	0,0090	0,0091	-0,0001	0,004	0,0009	-0,018
10	0,0110	0,0119	-0,0009	0,004	0,0009	-0,218
12	0,0120	0,0139	-0,0019	0,005	0,0012	-0,369
14	0,0120	0,0156	-0,0036	0,005	0,0012	-0,709
17	0,0140	0,0185	-0,0045	0,006	0,0017	-0,726
20	0,0150	0,0221	-0,0071	0,007	0,0018	-0,988

**Tablica 26. Usporedba rezultata LAB2/LPM**

Tlak [bar]	Odstupanje (LAB2) [bar]	Odstupanje (LPM) [bar]	Razlika (LAB2- LPM) [bar]	Mjerna nesigurnost (LAB2) [bar]	Mjerna nesigurnost (LPM) [bar]	En [-]
0	0,0000	0,0000	0	0,015	0,0008	0
2	-0,0020	0,0030	-0,005	0,015	0,0011	-0,335
5	-0,0010	0,0064	-0,0074	0,015	0,0008	-0,495
8	-0,0010	0,0091	-0,0101	0,015	0,0009	-0,670
10	-0,0010	0,0119	-0,0129	0,015	0,0009	-0,858
12	-0,0010	0,0139	-0,0149	0,015	0,0012	-0,99
14	0,0000	0,0156	-0,0156	0,015	0,0012	-1,04

17	0,0000	0,0185	-0,0185	0,015	0,0017	-1,227
20	0,0000	0,0221	-0,0221	0,015	0,0018	-1,466

**Tablica 27. Usporedba rezultata LAB3/LPM**

Tlak [bar]	Odstupanje (LAB3) [bar]	Odstupanje (LPM) [bar]	Razlika (LAB3- LPM) [bar]	Mjerna nesigurnost (LAB3) [bar]	Mjerna nesigurnost (LPM) [bar]	En [-]
0	-0,0003	0,0000	-0,0003	0,011	0,0008	-0,027
2	0,0017	0,0030	-0,0013	0,011	0,0011	-0,122
5	0,0023	0,0064	-0,0041	0,011	0,0008	-0,374
8	0,0030	0,0091	-0,0061	0,012	0,0009	-0,505
10	0,0037	0,0119	-0,0082	0,012	0,0009	-0,681
12	0,0044	0,0139	-0,0095	0,012	0,0012	-0,787
14	0,0049	0,0156	-0,0107	0,014	0,0012	-0,765
17	0,0056	0,0185	-0,0129	0,017	0,0017	-0,757
20	0,0064	0,0221	-0,0157	0,02	0,0018	-0,783

**Tablica 28. Usporedba rezultata LAB4/LPM**

Tlak [bar]	Odstupanje (LAB4) [bar]	Odstupanje (LPM) [bar]	Razlika (LAB4- LPM) [bar]	Mjerna nesigurnost (LAB4) [bar]	Mjerna nesigurnost (LPM) [bar]	En [-]
0	0,0010	0,0000	0,001	0,003	0,0008	0,322
2	0,0037	0,0030	0,0007	0,003	0,0011	0,205
5	0,0020	0,0064	-0,0044	0,003	0,0008	-1,432
8	0,0030	0,0091	-0,0061	0,003	0,0009	-1,94
10	0,0033	0,0119	-0,0086	0,003	0,0009	-2,743
12	0,0023	0,0139	-0,0116	0,003	0,0012	-3,589
14	0,0033	0,0156	-0,0123	0,003	0,0012	-3,821
17	0,0037	0,0185	-0,0148	0,003	0,0017	-4,300
20	0,0033	0,0221	-0,0188	0,003	0,0018	-5,386

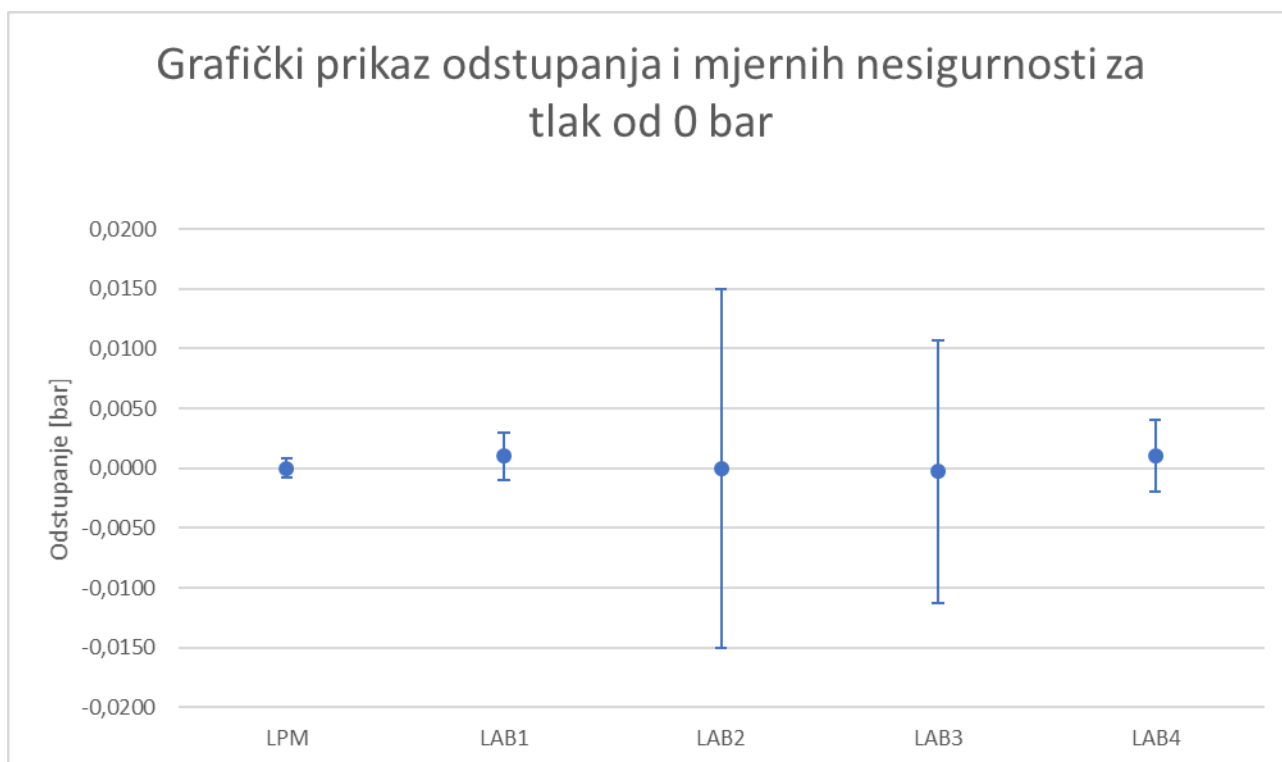
Prije međulaboratorijskih usporedbi definira se kriterij prihvatljivosti temeljen na unaprijed dogovorenim graničnim vrijednostima a za mjerenja provedena u ovome radu korištena je En vrijednost kao kriterij prihvatljivosti. Faktor slaganja (En) jedan je od ključnih kriterija za prihvaćanje međulaboratorijske usporedbe. Proračunava se za svaku izmjerenu točku mjerenja u koju ulazi rezultat referentnog i umjeravanog laboratorija. Osnovni uvjeti za prihvatljivost kriterija En vrijednosti su:

- $|En| \leq 1$  kriterij se prihvaća
- $|En| > 1$  kriterij se ne prihvaća

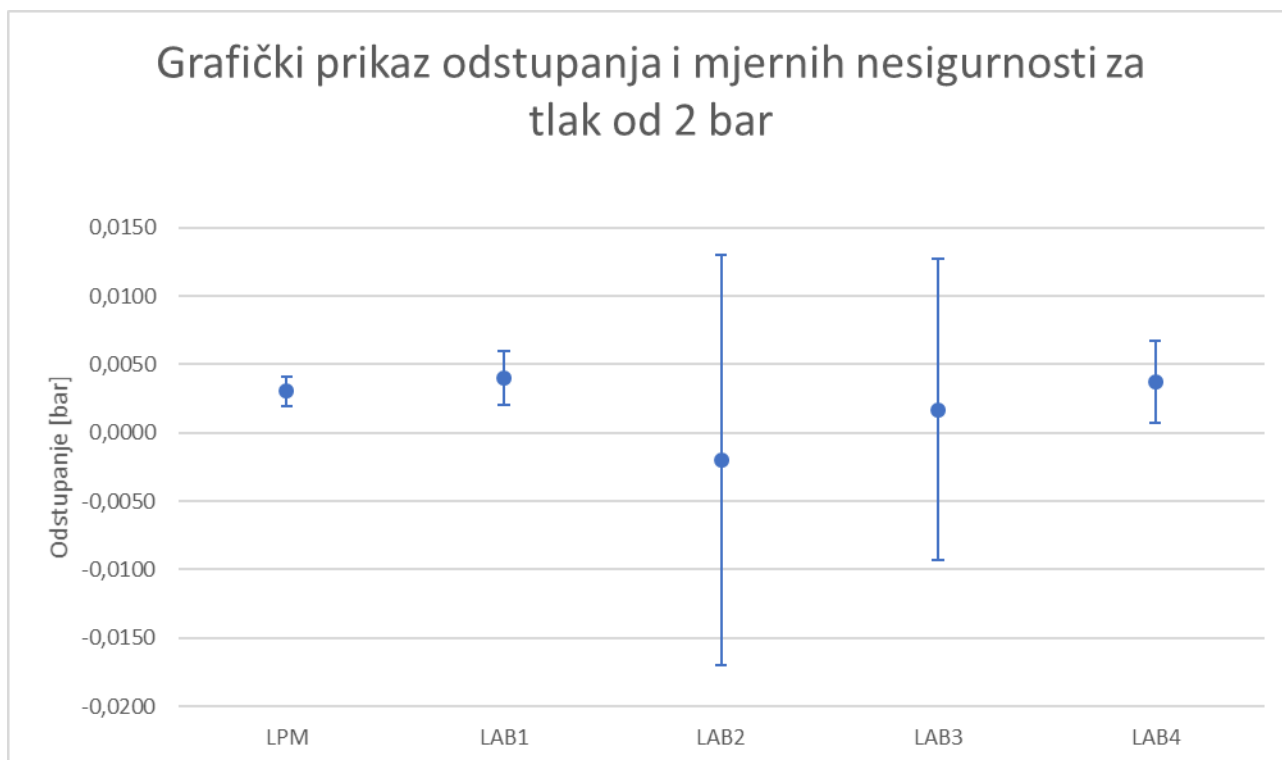
Izraz prema kojem se računa, u ovom primjeru između BMB Laboratorija i LPM-a, je slijedeći:

$$En = \frac{x_{BMB} - x_{LPM}}{\sqrt{U_{BMB}^2 + U_{LPM}^2}}$$

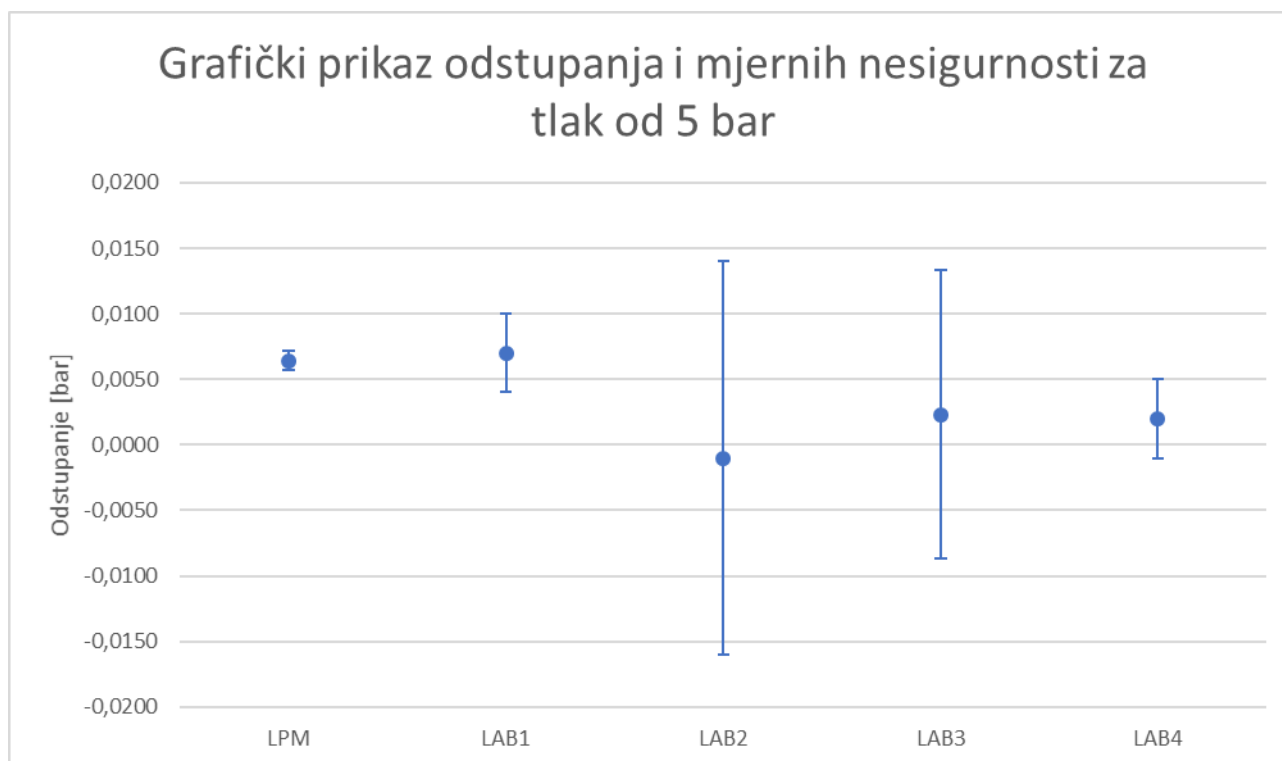
Prema rezultatima En vrijednosti, jedan laboratorij nije zadovoljio kriterij a na idućim slikama grafički je prikazano odstupanje svakog laboratorija od pilot laboratorija.



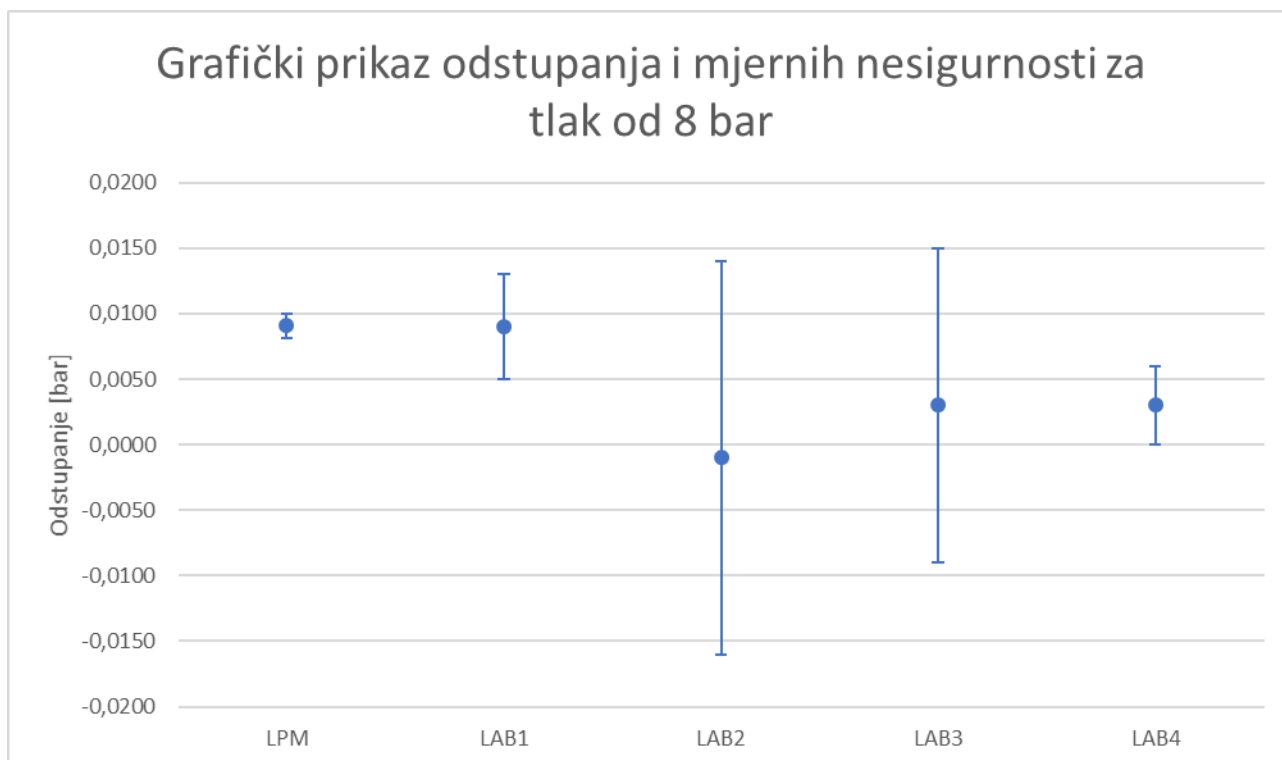
**Slika 23. Usporedba laboratorija pri tlaku od 0 bar**



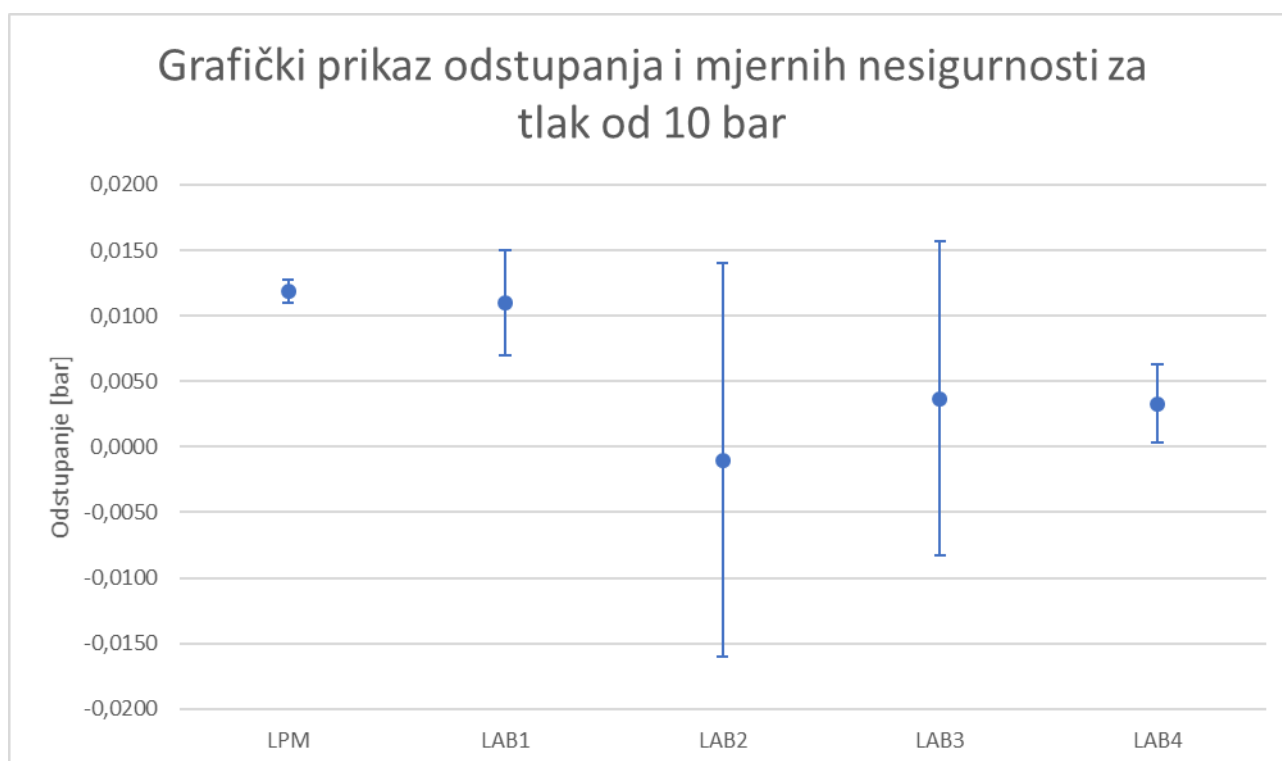
**Slika 24. Usporedba laboratorija pri tlaku od 2 bar**



**Slika 25. Usporedba laboratorija pri tlaku od 0 bar**

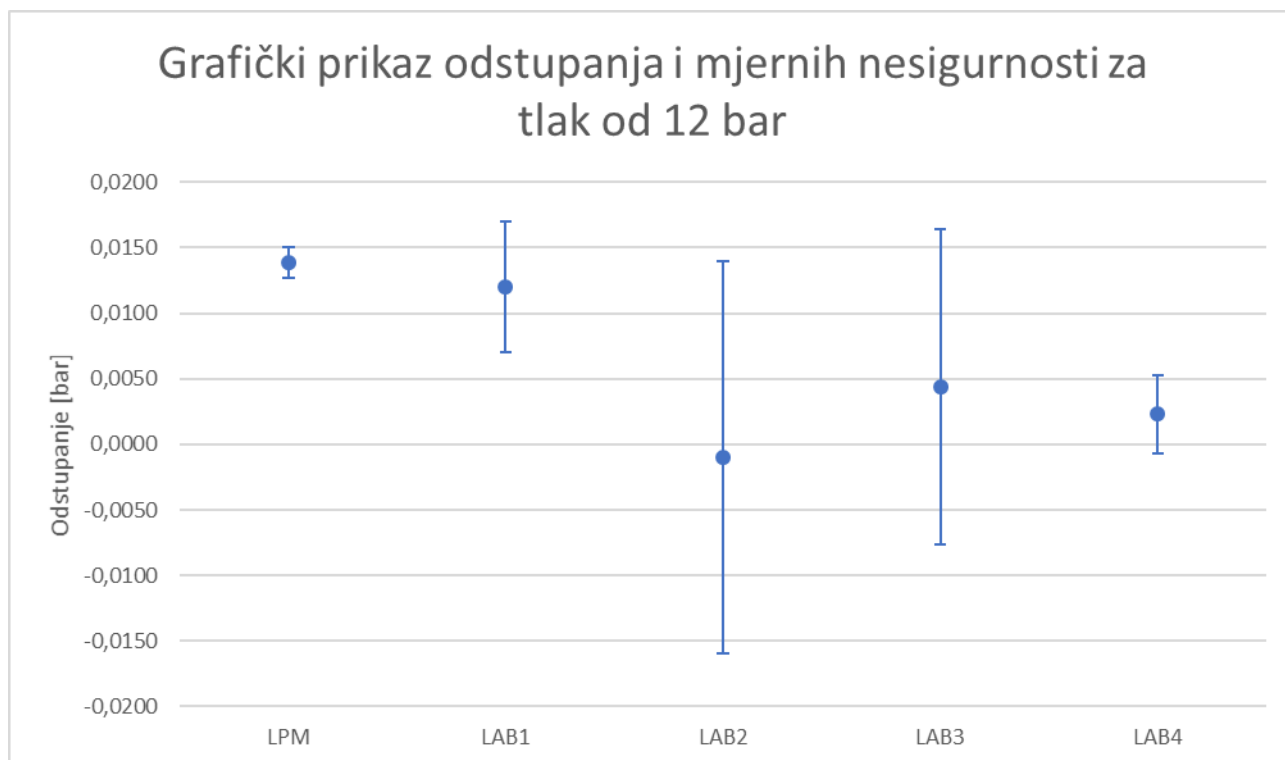


Slika 26. Usporedba laboratorija pri tlaku od 8 bar

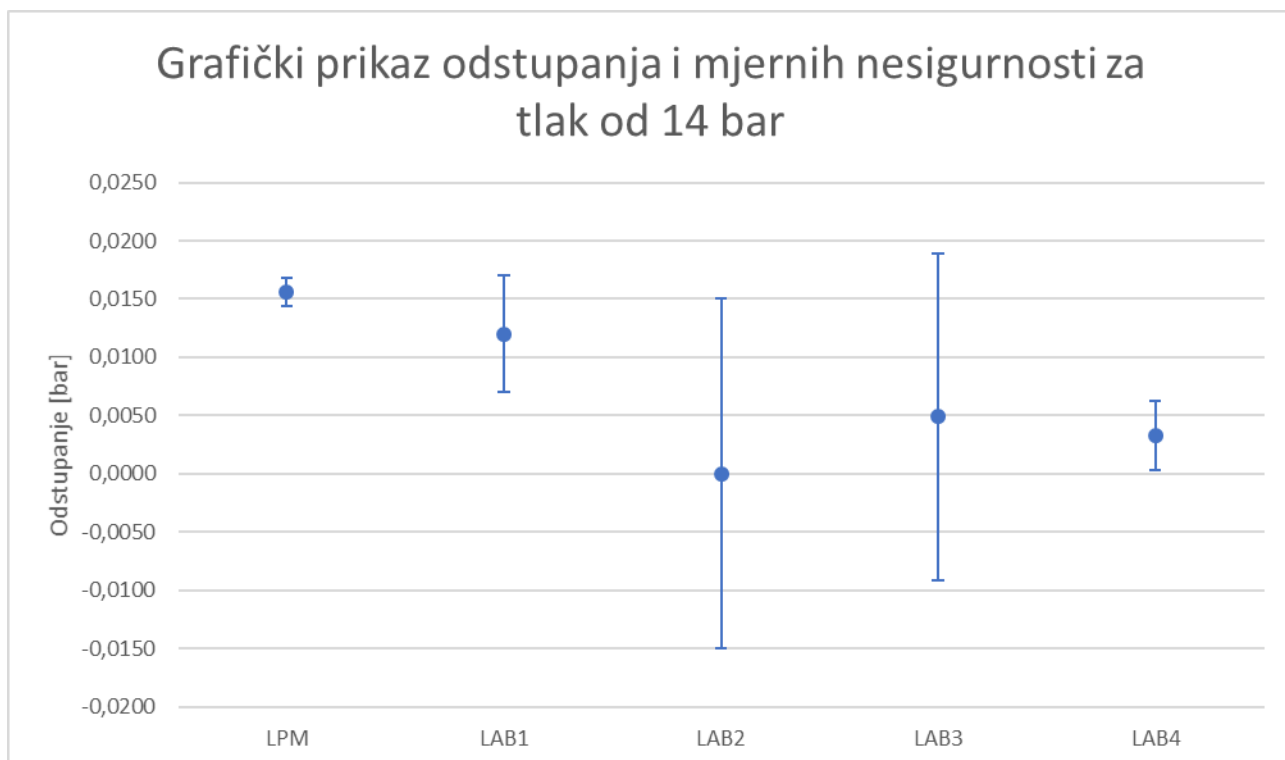


Slika 27. Usporedba laboratorija pri tlaku od 10 bar

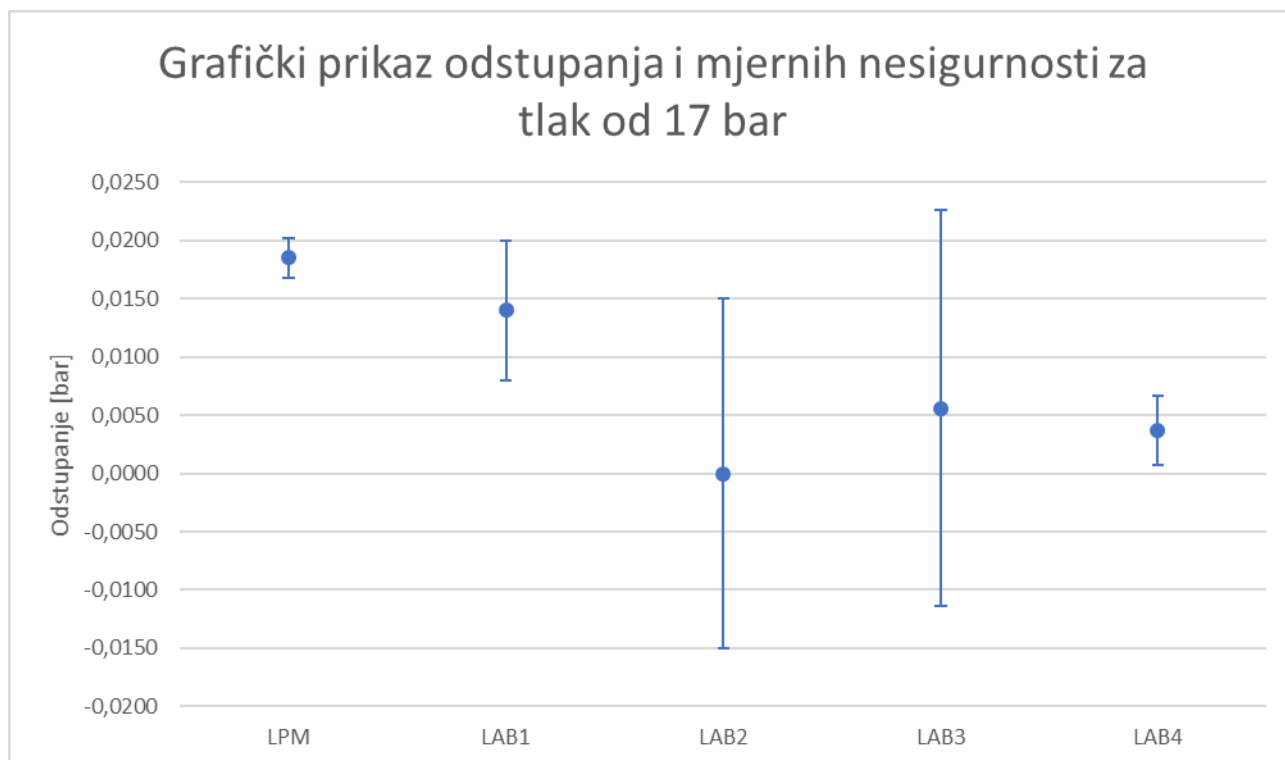




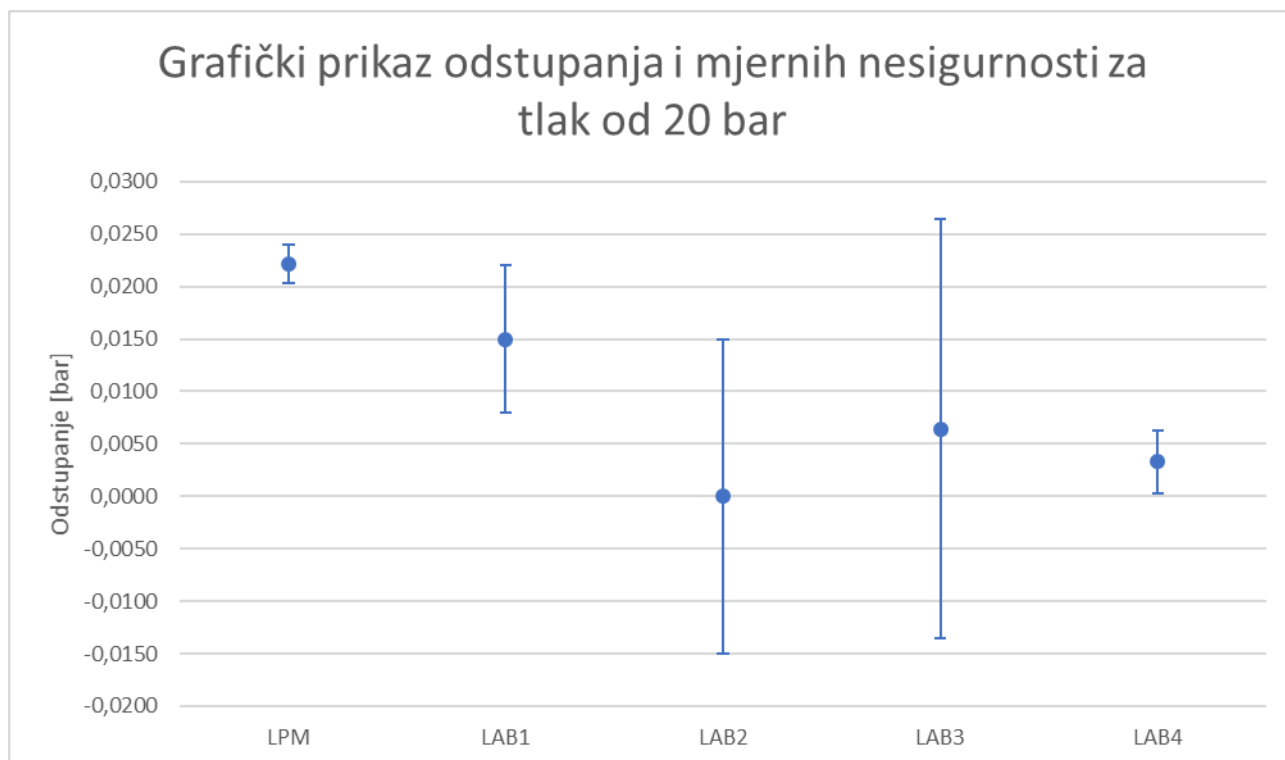
Slika 28. Usporedba laboratorija pri tlaku od 12 bar



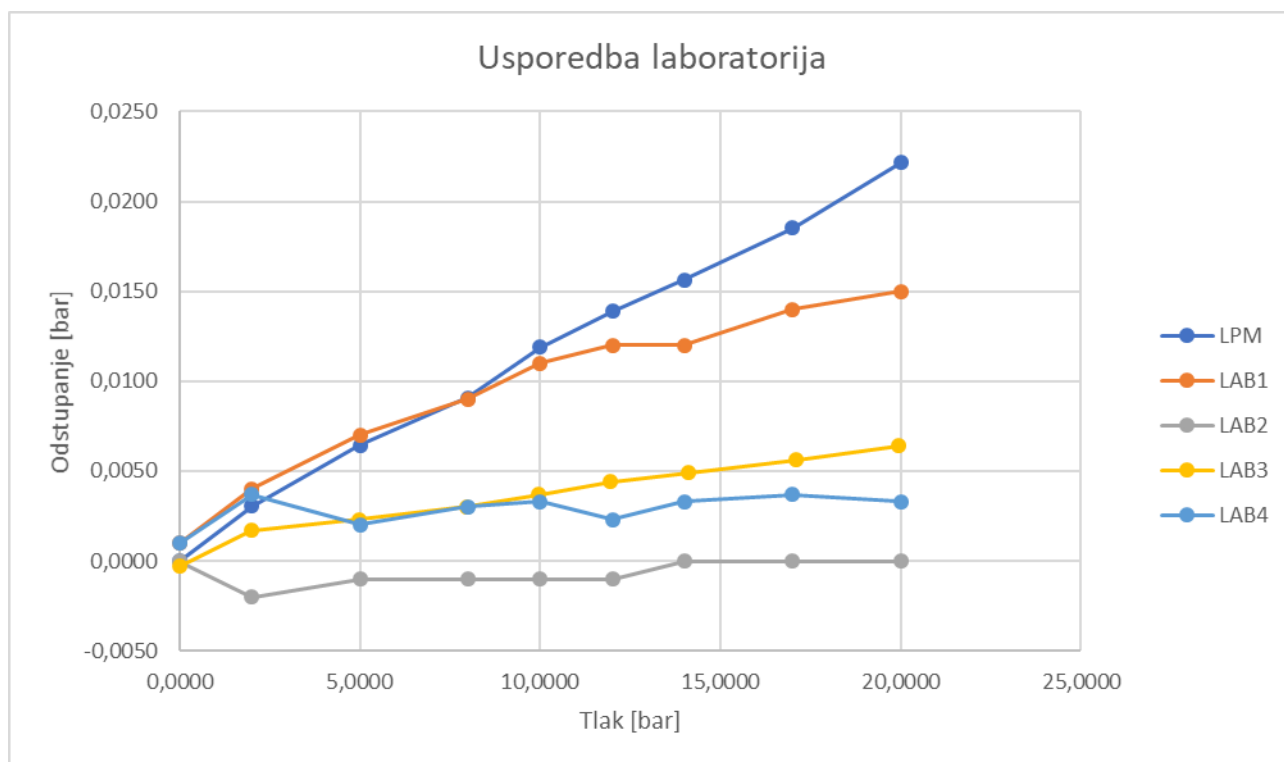
Slika 29. Usporedba laboratorija pri tlaku od 14 bar



**Slika 30. Usporedba laboratorija pri tlaku od 17 bar**



**Slika 31. Usporedba laboratorija pri tlaku od 20 bar**



Slika 32. Grafički prikaz mjernih rezultata svih laboratorija

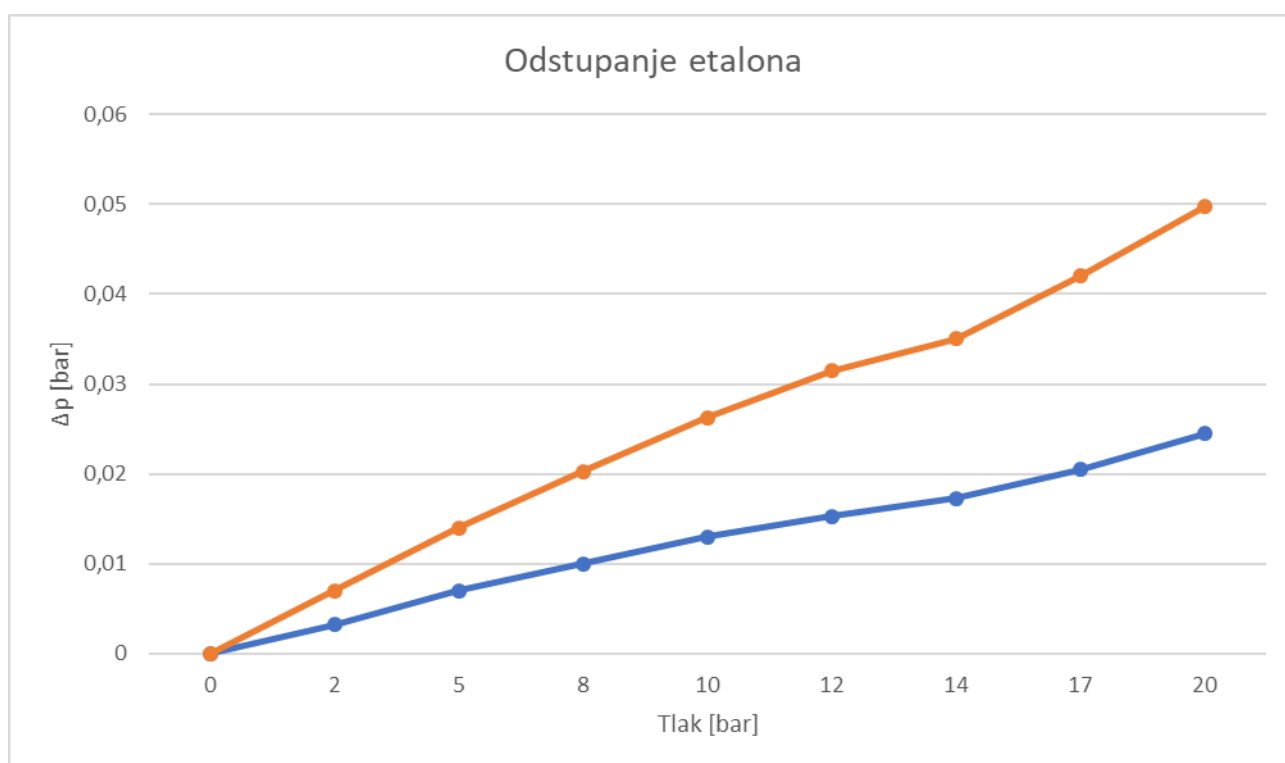
### 8.1. Stabilnost pretvornika

Nakon što su svi laboratoriji završili sa svojim mjerenjem, završno mjerenje se ponavlja u pilot laboratoriju kako bi se utvrdilo da li je došlo do kakvih odstupanja u radu pretvornika nakon njegovog korištenja. Završno mjerenje pokazuje zadovoljavajuću stabilnost pretvornika tijekom međulaboratorijske usporedbe a odstupanje je prikazano na slici ispod tablice s rezultatima.

Tablica 29. Rezultati završnog i početnog mjerenja

Tlak etalona	Srednja vrijednost [bar] – početno mjerenje	Srednja vrijednost [bar] – završno mjerenje
0	0	0
2	2,00325	2,00375
5	5,007	5,007
8	8,01	8,01
10	10,013	10,013

12	12,01525	12,01625
14	14,01725	14,01775
17	17,0205	17,0215
20	20,0245	20,0253



Slika 33. Odstupanje pretvornika tlaka DPI 615

## 9. ZAKLJUČAK

Međulaboratorijske usporedbe se koriste kao sredstvo za dokazivanje točnosti i kompetencije rezultata nekog laboratorija. Ukoliko neki laboratorij želi imati status akreditiranog tijela mora se dokazati kroz međulaboratorijske usporedbe koje govore o kvaliteti laboratorija prema normi EN ISO/IEC 17025:2007. Cilj ovog rada bio je organizirati, provesti i analizirati međulaboratorijske usporedbe umjernih laboratorija za tlak u Hrvatskoj. Do sada je usporedba provedena između četiri laboratorija i nacionalnog laboratorija Republike Hrvatske. Nacionalni laboratorij je Laboratorij za procesna mjerenja a ostala četiri akreditirana laboratorija nisu imenovana. U svaki od četiri navedena laboratorija, kružio je prijenosni standard koji je prvo i zadnje mjerenje imao u Laboratoriju za procesna mjerenja. Mjerenja su izvršena po DKD B metodi umjeravanja. Kao prijenosni standard koristio se pretvornik tlaka s kalibratorom Druck DPI 615 a on je umjeravan pomoću tlačne vage. Tlačne vage predstavljaju najtočnija mjerila tlaka. Usporedba je izvršena u devet točaka: 0, 2, 5, 8, 10, 12, 14, 17 i 20 bara. Svi rezultati prikazani su u zadnjem poglavlju te je izračunata En vrijednost pomoću koje se vidi da li svi laboratoriji zadovoljavaju kriterij.

Iz rezultata se vidi da se u nekim točkama pojavljuju En vrijednosti koje su veće od jedan. Laboratoriji kojima je En vrijednost veća od jedan ponovit će svoja mjerenja no ona neće biti obuhvaćeno u ovome radu.

## LITERATURA

- [1] [historyworld.net/wrldhis/plaintexthistories.asp?historyid=ac07](http://historyworld.net/wrldhis/plaintexthistories.asp?historyid=ac07)
- [2] Runje B.: Predavanja iz kolegija Mjeriteljstvo, Zagreb, 2013.
- [3] [bipm.org/en/worldwide-metrology/metre-convention/](http://bipm.org/en/worldwide-metrology/metre-convention/)
- [4] [periodni.com/hr/medunarodni\\_sustav\\_mjernih\\_jedinica.html](http://periodni.com/hr/medunarodni_sustav_mjernih_jedinica.html)
- [5] [fizika.unios.hr/pof1/wp-content/uploads/sites/43/2011/02/SI\\_sustav.pdf](http://fizika.unios.hr/pof1/wp-content/uploads/sites/43/2011/02/SI_sustav.pdf)
- [6] [dnevno.hr/magazin/techno/znanost/kilogram-kao-mjerna-jedinica-vise-nije-dovoljno-dobar-ovih-dana-stize-nova-promjena-1247950/](http://dnevno.hr/magazin/techno/znanost/kilogram-kao-mjerna-jedinica-vise-nije-dovoljno-dobar-ovih-dana-stize-nova-promjena-1247950/)
- [7] [szp.hr/UserDocsImages/dokumenti/publikacije/MjeriteljstvoUkratko3.pdf](http://szp.hr/UserDocsImages/dokumenti/publikacije/MjeriteljstvoUkratko3.pdf)
- [8] [dzm.gov.hr/istaknute-teme/zakonsko-mjeriteljstvo/o-mjeriteljstvu/431](http://dzm.gov.hr/istaknute-teme/zakonsko-mjeriteljstvo/o-mjeriteljstvu/431)
- [9] [en.wikipedia.org/wiki/Measurement](http://en.wikipedia.org/wiki/Measurement)
- [10] [vlada.gov.hr/UserDocsImages//2016/Sjednice/Arhiva//22\\_12.pdf](http://vlada.gov.hr/UserDocsImages//2016/Sjednice/Arhiva//22_12.pdf)
- [11] [svijet-kvalitete.com/index.php/umjeravanje/3740-muke-po-umjeravanju-ili-kalibraciji](http://svijet-kvalitete.com/index.php/umjeravanje/3740-muke-po-umjeravanju-ili-kalibraciji)
- [12] [khanacademy.org/science/physics/fluids/density-and-pressure/a/pressure-article](http://khanacademy.org/science/physics/fluids/density-and-pressure/a/pressure-article)
- [13] [toppr.com/guides/physics/force-and-pressure/introduction-to-pressure](http://toppr.com/guides/physics/force-and-pressure/introduction-to-pressure)
- [14] Galović, A.: Termodinamika 1, Zagreb, 2011.
- [15] [wika.us/solutions\\_gauge\\_innovation\\_why\\_it\\_matters\\_en\\_us.WIKA](http://wika.us/solutions_gauge_innovation_why_it_matters_en_us.WIKA)
- [16] [appmeas.co.uk/resources/pressure-measurement-notes/what-are-the-different-types-of-pressure-measurement/](http://appmeas.co.uk/resources/pressure-measurement-notes/what-are-the-different-types-of-pressure-measurement/)
- [17] [wika.com/products\\_pressure\\_balances\\_en\\_co.WIKA](http://wika.com/products_pressure_balances_en_co.WIKA)
- [18] Zvizdić, D., Grgec Bermanec, L.: Podloge za predavanja iz kolegija Mjerenje u energetici, 2017.
- [19] Grgec Bermanec L., Zvizdić, D.: Predavanja iz kolegija mjerenja u energetici, FSB-LPM, Zagreb, 2015.
- [20] [us.flukecal.com/blog/how-pressure-balance-works](http://us.flukecal.com/blog/how-pressure-balance-works)
- [21] HAA, Pravila za međulaboratorijske usporedbe, HAA-Pr-2/6, 2015.
- [22] [svijet-kvalitete.com/index.php/ispitivanje/1580-ispitivanja-sposobnosti-i-medulaboratorijske-usporedbe](http://svijet-kvalitete.com/index.php/ispitivanje/1580-ispitivanja-sposobnosti-i-medulaboratorijske-usporedbe)
- [23] [isobudgets.com/proficiency-testing-and-interlaboratory-comparisons/](http://isobudgets.com/proficiency-testing-and-interlaboratory-comparisons/)
- [24] [enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=7822](http://enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=7822)
- [25] [wikipedia.org/wiki/Me%C4%91unarodni\\_ured\\_za\\_utege\\_i\\_mjere](http://wikipedia.org/wiki/Me%C4%91unarodni_ured_za_utege_i_mjere)

- [26] [dzm.gov.hr/vijesti/17-18-listopada-2019-20-sastanak-direktora-nacionalnih-mjeriteljskih-instituta-pariz/544](http://dzm.gov.hr/vijesti/17-18-listopada-2019-20-sastanak-direktora-nacionalnih-mjeriteljskih-instituta-pariz/544)
- [27] [wikipedia.org/wiki/International\\_Bureau\\_of\\_Weights\\_and\\_Measures](http://wikipedia.org/wiki/International_Bureau_of_Weights_and_Measures)
- [28] [svijet-kvalitete.com/index.php/mjeriteljstvo/436-bipm-medunarodni-ured-za-utege-i-mjere](http://svijet-kvalitete.com/index.php/mjeriteljstvo/436-bipm-medunarodni-ured-za-utege-i-mjere)
- [29] [mathmet.org/research/kc/](http://mathmet.org/research/kc/)
- [30] [bipm.org/en/cipm-mra/key\\_comparisons/](http://bipm.org/en/cipm-mra/key_comparisons/)
- [31] [ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4844517/](http://ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4844517/)
- [32] <https://www.svijet-kvalitete.com/>
- [33] [crolab.hr/web/33\\_88\\_0\\_-1\\_-1\\_-1\\_podizbornik\\_default.aspx](http://crolab.hr/web/33_88_0_-1_-1_-1_podizbornik_default.aspx)
- [34] [ptb.de/cms/fileadmin/internet/dienstleistungen/dkd/archiv/Publications/Guidelines/DKD-R\\_6-1\\_2016\\_englisch.pdf](http://ptb.de/cms/fileadmin/internet/dienstleistungen/dkd/archiv/Publications/Guidelines/DKD-R_6-1_2016_englisch.pdf)
- [35] [ptb.de/cms/en/metrological-services/dkd/about-us.html](http://ptb.de/cms/en/metrological-services/dkd/about-us.html)
- [36] [euramet.org/about-euramet/](http://euramet.org/about-euramet/)
- [37] [euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004\\_Guide\\_on\\_Comparisons\\_web.pdf](http://euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004_Guide_on_Comparisons_web.pdf)
- [38] Guidelines on the Calibration of Electromechanical and Mechanical Manometers EURAMET Calibration Guide No. 17 Version 4.0 (04/2019)
- [39] [euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004\\_Guide\\_on\\_Comparisons\\_web.pdf](http://euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004_Guide_on_Comparisons_web.pdf)
- [40] [akreditacija.hr/wp-content/uploads/agencija/pravila/HAA\\_Pr\\_2\\_\\_6\\_Me%C4%91ulaboratorijske\\_ustoredb\\_e\\_rev\\_5.pdf](http://akreditacija.hr/wp-content/uploads/agencija/pravila/HAA_Pr_2__6_Me%C4%91ulaboratorijske_ustoredb_e_rev_5.pdf)
- [41] [staging.akreditacija.hr/pravila-i-upute/](http://staging.akreditacija.hr/pravila-i-upute/)
- [42] [mwa.co.th/download/prd01/reference\\_ISO17025/ISO-17043-2010.pdf](http://mwa.co.th/download/prd01/reference_ISO17025/ISO-17043-2010.pdf)
- [43] [iso.org/ISO-IEC-17025-testing-and-calibration-laboratories.html](http://iso.org/ISO-IEC-17025-testing-and-calibration-laboratories.html)
- [44] [iso.org/files/live/sites/isoorg/files/store/en/PUB100424.pdf](http://iso.org/files/live/sites/isoorg/files/store/en/PUB100424.pdf)
- [45] [euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004\\_Guide\\_on\\_Comparisons\\_web.pdf](http://euramet.org/Media/news/G-GNP-GUI-004_Guide_on_Comparisons_web.pdf)
- [46] Zvizdić, Davor and Grgec Bermanec, Lovorka (2013) HMI – Znanstveno i/ili temeljno mjeriteljstvo

## **PRILOZI**

I. CD-R disc