

# **Analiza utjecajnih faktora na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera**

---

**Alar, Željko**

**Doctoral thesis / Disertacija**

**2008**

*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:235:172597>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-05-18**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

**ANALIZA UTJECAJNIH FAKTORA  
NA MJERNU NESIGURNOST ETALONSKOG  
TVRDOMJERA**

Doktorska disertacija

Željko Alar

Zagreb, 2008.

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

**ANALIZA UTJECAJNIH FAKTORA NA  
MJERNU NESIGURNOST  
ETALONSKOG TVRDOMJERA**

**Doktorska disertacija**

Mentor: Prof. dr. sc. Mladen Franz      Pristupnik: Mr. sc. Željko Alar, dipl. ing.

Zagreb, 2008.

## **PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU**

**UDK:** 539.53 : 53.08

**Ključne riječi:** tvrdoća, Vickers metoda, mjerna nesigurnost, etalonski tvrdomjer, referentne etalonske pločice

**Znanstveno područje:** TEHNIČKE ZNANOSTI

**Znanstveno polje:** Strojarstvo

**Znanstvena grana:** Proizvodno strojarstvo

**Institucija u kojoj je rad izrađen:**

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

**Mentor rada:** Prof. dr. sc. Mladen Franz

**Broj stranica:** 177

**Broj tablica:** 44

**Broj korištenih bibliografskih jedinica:** 56

**Datum obrane:**

**Povjerenstvo:**

dr.sc. Vedran Mudronja, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Mladen Franz, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Vinko Ivušić, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Mladen Stupnišek, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Antun Benčić, Državni zavod za mjeriteljstvo, u mirovini

**Institucija u kojoj je rad pohranjen:**

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

NACIONALNA I SVEUČILIŠNA KNJIŽNICA, ZAGREB

## **ZAHVALA**

Zahvaljujem se mentoru prof.dr.sc. Mladenu Franzu, članovima Povjerenstva te svim kolegama koji su mi svojim savjetima, podrškama ali i primjedbama pomogli pri izradi ovog rada.

Posebna zahvala obitelji na strpljenju i razumijevanju.

## S A D R Ž A J

<b>PREDGOVOR</b>	VII
<b>SAŽETAK</b>	VIII
<b>SUMMARY</b>	IX
<b>POPIS OZNAKA</b>	X
<b>POPIS SLIKA</b>	XVI
<b>POPIS TABLICA</b>	XIX
<b>1. UVOD.....</b>	1
1.1 Problematika etalonskih tvrdomjera .....	1
1.2 Hipoteza rada .....	3
1.3 Organizacija istraživanja .....	4
<b>2. MJERENJE TVRDOĆE .....</b>	5
<b>2.1 Općenito .....</b>	5
2.1.1 Povijesni razvoj mjerena sile .....	6
2.1.2 Povijesni razvoj mjerne jedinice duljine .....	8
2.1.3 Povijesni razvoj mjerena tvrdoće .....	9
2.1.4 Metode ispitivanja tvrdoće .....	11
<b>2.2 Mjerenje tvrdoće po Vickersu .....</b>	13
2.2.1 Princip .....	13
2.2.2 Oprema za mjerenje tvrdoće metodom Vickers .....	16
<b>2.3 Sljedivost mjerena tvrdoće .....</b>	18
<b>2.4 Postupak umjeravanja tvrdomjera .....</b>	21
2.4.1 Direktna metoda umjeravanja .....	21
2.4.1.1 Provjera sila opterećivanja .....	21
2.4.1.2 Provjera dijamantnog indentora .....	22
2.4.1.3 Provjera sustava za očitanje veličine otiska .....	23
2.4.1.4 Provjera ispitnog ciklusa .....	24
2.4.2 Indirektna metoda umjeravanja .....	24
<b>2.5 Postupak umjeravanja etalonskih pločica .....</b>	25
<b>3. MJERNA NESIGURNOST I SLJEDIVOST MJERENJA .....</b>	26
<b>3.1. Opće značenje mjerne nesigurnosti .....</b>	26
3.1.1. Izvori mjerne nesigurnosti .....	29
<b>3.2. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti.....</b>	29

---

3.2.1 Opći prikaz.....	29
3.2.1.1 Statistički temelj za proračun mjerne nesigurnosti .....	31
3.2.2. Proračun standardne nesigurnosti procjene ulazne veličine .....	32
3.2.2.1 Proračun standardne nesigurnosti A-vrste .....	32
3.2.2.2 Proračun standardne nesigurnosti B-vrste .....	35
3.2.3 Proračun standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine .....	36
3.2.4 Određivanje povećane nesigurnosti .....	38
<b>3.3 Postupak izračunavanja mjerne nesigurnosti .....</b>	<b>41</b>
<b>3.4 Sljedivost mjerena .....</b>	<b>41</b>
3.4.1 Značenje mjerne sljedivosti .....	41
3.4.2 Elementi sljedivosti .....	42
3.4.3 Osiguranje sljedivosti .....	42
<b>3.5 Umjeravanje opreme .....</b>	<b>44</b>
<b>3.6 Najveća mjerna sposobnost .....</b>	<b>45</b>
<b>4. NESIGURNOSTI MJERENJA TVRDOĆE .....</b>	<b>46</b>
4.1 Općenito .....	46
<b>4.2 Parametri koji utječu na nesigurnost mjerena tvrdoće .....</b>	<b>47</b>
4.2.1 Ispitni uzorak .....	49
4.2.2 Uređaj za mjerjenje tvrdoće .....	49
4.2.3 Okoliš .....	52
4.2.4 Mjeritelj .....	53
<b>4.3 Postupak izračuna mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoće .....</b>	<b>56</b>
4.3.1 Općenito .....	56
4.3.2 Proračun mjerne nesigurnost etalonskog tvrdomjera .....	59
4.3.2.1 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom .....	59
4.3.2.2 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom .....	61
4.3.3 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica ..	63
<b>5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA .....</b>	<b>64</b>
5.1 Općenito .....	64
<b>5.2 Plan istraživanja .....</b>	<b>65</b>
<b>5.3 Istraživanja na sustavu opterećivanja .....</b>	<b>66</b>
5.3.1 Sustav za opterećivanje .....	66
5.3.2 Gravimetrijska mjerena .....	66
5.3.3 Ispitivanja sustava za opterećivanje .....	69
5.3.3.1 Provjera ispitnih sila .....	70
5.3.3.1.1 Novi model utvrđivanja sila opterećivanja .....	75
5.3.3.2 Provjera dijamantnog indentora .....	83
5.3.3.3 Provjera ciklusa opterećivanja .....	85

5.3.3.4 Provjera ispitnog stola .....	85
5.3.4 Ispitivanje sila opterećivanja u radijalnom smjeru .....	87
<b>5.4 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska .....</b>	<b>89</b>
5.4.1 Optički mjerni mikroskop I/G-258 .....	89
5.4.2 Opto-električni sustav CCD-LFSB-a .....	93
5.4.3 Problem očitanja dijagonale otiska .....	95
<b>5.5 Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera .....</b>	<b>97</b>
<b>5.6 Interkomparacijska mjerena .....</b>	<b>101</b>
5.6.1 Provjera kvalitete etalonskih pločica .....	101
5.6.1.1 Provjera ravnoće .....	102
5.6.1.2 Provjera hrapavosti .....	103
5.6.1.3 Provjera planparalelnosti površina .....	104
5.6.2 Rezultati interkomparacijskih mjerena .....	105
5.6.2.1 Interkomparacijska mjerena u laboratoriju INDENTEC-a .....	106
5.6.2.2 Interkomparacijska mjerena u laboratoriju PTB-a .....	106
5.6.2.3 Interkomparacijska mjerena u laboratorijima FSB-a .....	107
5.6.3 Dodatno ispitivanje površine etalonskih pločica za interkomparacijska mjerena .....	112
<b>6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA .....</b>	<b>116</b>
<b>6.1 Analiza sustava opterećivanja .....</b>	<b>116</b>
6.1.1 Analiza sila opterećivanja .....	116
6.1.2 Analiza ostalih komponenti sustava opterećivanja .....	126
<b>6.2 Analiza sustava za očitanje veličine otiska .....</b>	<b>127</b>
<b>6.3 Analiza indirektne metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera .....</b>	<b>129</b>
<b>6.4 Analiza interkomparacijskih mjerena .....</b>	<b>137</b>
<b>7. ZAKLJUČAK .....</b>	<b>146</b>
<b>8. LITERATURA .....</b>	<b>150</b>
<b>ŽIVOTOPIS / BIOGRAPHY.....</b>	<b>153</b>
<b>PRILOZI .....</b>	<b>154</b>
<b>Prilog 1:</b> Rezultati ispitivanja sila opterećivanja .....	156
<b>Prilog 2:</b> Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja .....	163
<b>Prilog 3:</b> Rezultati indirektnog umjeravanja primarnim etalonskim pločicama .....	164
<b>Prilog 4:</b> Rezultati ispitivanja etalonskih pločica .....	174
<b>Prilog 5:</b> Rezultati interkomparacijskih mjerena .....	175

## P R E D G O V O R

Na temelju mjerjenja upravlja se procesima, namještaju alarmi, predviđaju putanje planeta, praktično, život na današnjoj razini bez mjerjenja bio bi nezamisliv. Sustavno mjerjenje s poznatim stupnjevima nesigurnosti jedan je od temelja industrijskog upravljanja kakvoćom i, općenito govoreći, u većini suvremenih industrija troškovi mjerjenja čine 10 % – 15 % troškova proizvodnje. Konačno, znanost je potpuno ovisna o mjerjenju. Dostupnost mjerne opreme i mogućnost njezine primjene bitno je kako bi znanstvenici mogli objektivno dokumentirati rezultate koje dobivaju. Znanost o mjerjenju – metrologija – vjerojatno je najstarija znanost u svijetu, te je znanje o tome kako se ona primjenjuje temeljna potreba u praktično svim znanstveno utemeljenim zanimanjima. Današnja globalna ekonomija ovisi o pouzdanim mjerjenjima i ispitivanjima kojima se može vjerovati i koja su međusobno prihvaćena na međunarodnoj razini. Ona ne smiju stvarati tehničke zapreke trgovini. Preduvjet za to je šire upotrebljavana čvrsta metrološka infrastruktura.

Mjerena raznih fizikalnih i ostalih veličina ne mogu se provesti apsolutno točno jer sva mjerena su podložna pogreškama, čime se mjerni rezultat razlikuje od istinite vrijednosti mjerene veličine. Uz dano vrijeme i sredstva, većina se izvora mjerne pogreške može identificirati, a mjerne se pogreške mogu količinski odrediti i ispraviti. Međutim rijetko ima dovoljno vremena a pogotovo sredstava za određivanje i potpun ispravak tih mjernih pogrešaka.

Mehanička svojstva zajedno s ostalim svojstvima materijala predstavljaju osnovna eksploracijska svojstva materijala pa stoga i ispitivanja mehaničkih svojstava zauzimaju visoko mjesto u lancu sustava kvalitete nekog proizvoda. Jedno od mehaničkih svojstava čije se mjerjenje najčešće provodi je tvrdoča. Danas postoji velik broj metoda za mjerjenje tvrdoče, no Vickersova metoda zauzima posebno mjesto jer se najčešće uporabljuje u znanstveno istraživačkim radovima. S obzirom, da se radi o metodi koja zahtijeva specifičnu opremu i puno mjeriteljskog iskustva, istraživanje novih izvora pogrešaka te procjena njihova utjecaja na ovu metodu je kompleksan i mukotrpan proces, koji često puta završi i s nepovoljnim rezultatima. Stoga je i jako mali broj istraživačkih laboratorija na svjetskoj razini koji se bave poboljšavanjem mjeriteljske infrastrukture za veličinu tvrdoča po Vickers-u. Na tom tragu je i ovaj rad s glavnim ciljem produbljenja saznanja o procjeni mjernih nesigurnosti etalonskih mjerila tvrdoče po metodi Vickers.

## SAŽETAK

Jedan od bitnih parametara osiguranja sljedivosti rezultata mjerena tvrdoće je procjena i proračun vrijednosti mjernih nesigurnosti koje su proizašle iz utjecajnih veličina na samo mjerene. Često puta i sama definicija pojedine utjecajne veličine predstavlja problem, a kamoli još i kvantitativno određenje njenog utjecaja na rezultat mjerena. Osnovni cilj ove disertacije je bio odrediti koji su to utjecajni faktori na mernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera te uspostava modela za procjenu i proračun kvantitativnih vrijednosti tih utjecaja.

U teoretskom dijelu rada obrađena su dva glavna područja, a to su merna nesigurnost i tvrdoća. Na području mjerne nesigurnosti je dano njeno značenje te osnovni statistički temelji za njenu procjenu i proračun. Tvrdoća kao jedna fizikalna veličina čija je jedinica proizašla iz mjerena drugih fizikalnih veličina (sila i duljina) je obrađena kroz njezin povijesni razvoj i njezino fizikalno značenje. Ovdje je posebno pojašnjen današnji dogovorno uspostavljeni model za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti koji je proizašao iz pojedinih značajnijih istraživanja svjetskih nacionalnih laboratorijskih.

U eksperimentalnom dijelu provedena su istraživanja utjecaja pojedinih veličina na mernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera 5030TKV po metodi Vickers. Osnova je bila razdvajanje sustava za opterećivanje i sustava za mjerene veličine otiska kako bi se mogli analizirati pojedini utjecajni faktori s ciljem smanjenja njihove nesigurnosti mjerena. Kod sustava za opterećivanje provedena su istraživanja i analiza pojedinih utjecaja na veličinu sile opterećivanja te je primjenjen novi model za procjenu i proračun mernih nesigurnosti. Kao sustavi za mjerene veličine otiska primjenjena su dva različita merna uređaja s procijenjenim i proračunatim mernim nesigurnostima. Ovdje je također izmjenjen model za procjenu i proračun nesigurnosti na temelju rezultata istraživanja. Na kraju su provedena interlaboratorijska usporedna mjerena s dva europska laboratorijskih od kojih je jedan nositelj nacionalnog i primarnog etalona a drugi referentnog etalona tvrdoće po metodi Vickers.

Iz ovih istraživanja i njihove analize doneseni su određeni zaključci koji će u mnogome pomoći laboratorijsima koji imaju referentne i primarne etalone tvrdoće po metodi Vickers pri procjeni i proračunu njihove mjerne nesigurnosti. Osim toga novi modeli za određivanje nesigurnosti koji su primjenjeni u radu bit će vjerojatno predmet istraživanja i u drugim laboratorijsima te će možda imati neko značenje pri izmjeni modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoće po metodi Vickers.

**Ključne riječi:** tvrdoća, Vickers metoda, merna nesigurnost, etalonski tvrdomjer, referentne etalonske pločice

**S U M M A R Y**

One of the significance parameters for ensuring the traceability of hardness measurement results is the estimation and calculation of measurement uncertainty due to influence quantities on the measurement itself. Frequently, a definition of influence quantities represents a problem, especially the quantitative determination of its influence on the measurement result. The basic goal of this dissertation was to determine the influence factors on the measurement uncertainty of hardness calibration machines and to establish a model to estimate and calculate the quantitative values of those influences.

Two primary areas have been elaborated in the theoretical part of the dissertation: measurement uncertainty and hardness. The meaning of measurement uncertainty and the basic statistical foundation for its estimation and calculation are presented in the part on measurement uncertainty. Hardness is analyzed through historical development and physical significance. This section examines especially the today's agreed model for estimation and calculation of measurement uncertainty, which has arisen from the important research of individual global and national laboratories.

In the experimental part of the dissertation, the research has been carried out regarding the influences of individual quantities influences on the measurement uncertainty of the Vickers hardness calibration machine 5030TKV. The basis was the separation of the hardness tester load realization system and the system for measuring the quantity of the indentation in order to analyze the individual influence factors with the goal of reducing their measurement uncertainty. The research and analysis of individual influences on the load of the hardness tester was carried out and the new model for estimation and calculation of the measurement uncertainty was applied.

Two different measuring devices with calculated and estimated measurement uncertainties were applied as the systems for indentation analysis. The model for estimation and calculation of uncertainties on the basis of research results was also modified. In the end, interlaboratory comparison measurements were carried out by two European laboratories, one of which is the holder of national and primary standard, and the other one is the holder of the reference Vickers calibration machine.

On the basis of this research and its analysis certain conclusions have been adopted which will help the laboratories that have reference and primary Vickers hardness calibration machines in estimation and calculation of measurement uncertainties. Moreover, new models which are applied in the dissertation for uncertainties determination will probably be subject of research in other laboratories and perhaps have significance in modification of models for the estimation and calculation of measurement uncertainty of Vickers hardness.

**Key words:** hardness, Vickers hardness method, measurement uncertainty, hardness calibration machines, hardness reference blocks

## POPIS OZNAKA

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE
$a_+$ ; $a_-$		poluširina intervala pojavljivanja određene vrijednosti ulazne veličine
$a_{\text{CCD-LFSB}}$	mm	rezolucija sustava za očitanje CCD-LFSB
$a_e$	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške ekscentričnosti prijenosnog etalona sile
$a_{\max}$	mm	maksimalna dozvoljena rezolucija sustava za očitanje
$a_{I/G}$	mm	rezolucija sustava za očitanje I/G-258
$a_t$	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja temperaturne pogreške prijenosnog etalona sile
$a_s$	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške osjetljivosti prijenosnog etalona sile
$a_d$	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške dodatne linearne aproksimacije prijenosnog etalona sile
$b_F$	%	ponovljivost mjerena sila opterećivanja
$b_z$	%	ponovljivost aksijalnih sila opterećivanja u smjeru osi z
$b_x$	%	ponovljivost radijalnih komponenti sila opterećivanja u smjeru osi x
$b_y$	%	ponovljivost radijalnih komponenti sila opterećivanja u smjeru osi y
$c_i$		koeficijent osjetljivosti
$d$	mm	duljina dijagonale otiska tvrdoće
$\bar{d}$	mm	aritmetička sredina duljine dijagonale otiska
$d_i$	mm	i-ta vrijednost duljine dijagonale otiska
$d_z$	kg/m <sup>3</sup>	gustoća zraka
$D$	kg/m <sup>3</sup>	gustoća utega
$\delta_{ms}$	mm	rezolucija uređaja za očitavanje veličine otiska
$f$		funkcijski odnos između ulazne i izlazne veličine
$F$	N	sila
$F_{RS}$	N	sila očitana na prijenosnom etalonu sile
$\Delta F$	N	odstupanje sila opterećivanja

$F_{HV10}$	N	Sila opterećivanja za metodu HV10
$\Delta F_{max}$	N	maksimalno odstupanje sila opterećivanja
$\Delta F_{rel}$	N	Relativno odstupanje pokazivanja sile
$\bar{F}$	N	srednja vrijednost sile
$F_{max}$	N	maksimalni iznos sile opterećivanja
$F_{min}$	N	minimalni iznos sile opterećivanja
$F_H$	N	sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera
$F_z$	N	aksijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi z
$F_x$	N	radijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi x
$F_y$	N	radijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi y
$g$	$m/s^2$	ubrzanje sile teže
$g_n$	$m/s^2$	lokalno ubrzanje sile teže
$H$	HV	vrijednost izmjerene tvrdoće
$\bar{H}$	HV	srednja vrijednost izmjerene tvrdoće
$H_c$	HV	vrijednost tvrdoće etalonske pločice
$\Delta H_{HTMmax}$	%	maksimalno dozvoljeno odstupanje etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{I/G}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava I/G-258 kao etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{CCD-LFSB}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava CCD-LFSB kao etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{I/G-mod}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava I/G-258 kao etalonskog tvrdomjera uz modificiranu vrijednost sile opterećivanja
$\Delta H_{CCD-LFSB-mod}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava CCD-LFSB kao etalonskog tvrdomjera uz modificiranu vrijednost sile opterećivanja
$k$		faktor pokrivanja
$L$	mm	duljina
$L_{RS}$	mm	vrijednost duljina očitana na objektmikrometru
$\Delta L$	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
$\Delta L_{I/G}$	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska I/G-258
$\Delta L_{CCD-LFSB}$	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska CCD-LFSB

$\Delta L_{\max}$	mm	maksimalno odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
$\Delta L_{\text{rel}}$	mm	relativno odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
$\bar{L}$	mm	srednja vrijednost izmjereneh duljina
$L_{\text{cor}}$	mm	ispravljena vrijednost $L_{\text{RS}}$ uslijed sustavne pogreške
$M$	kg	masa utega
$n$		broj opetovanih opažanja
$N$		broj ulaznih veličina $X_i$
$P$	%	razina povjerenja
$q$		slučajna veličina koju opisuje razdioba vjerojatnosti
$\bar{q}$		aritmetička sredina
$q_F$	%	relativno odstupanje pokazane sile
$\bar{q}_F$	%	aritmetička sredina relativnih odstupanja sila
$q_{F-\max}$	%	maksimalno relativno odstupanje pokazane sile
$q_{F-\min}$	%	minimalno relativno odstupanje pokazane sile
$q_{F-\text{sred}}$	%	aritmetička sredina relativnih odstupanja pokazane sile
$r(x_i, x_j)$		procijenjeni koeficijent korelacijske vrijednosti
$R_a$	$\mu\text{m}$	hrapavost površine
$R_{a-A}$	$\mu\text{m}$	hrapavost ispitne površine etalonske pločice
$R_{a-B}$	$\mu\text{m}$	hrapavost naliježne površine etalonske pločice
$R_H$	$\mu\text{m}$	odstupanje od ravnoće etalonske pločice
$R_{a-A\_max}$	$\mu\text{m}$	maksimalna dozvoljena hrapavost ispitne površine etalonske pločice
$R_{a-B\_max}$	$\mu\text{m}$	maksimalna dozvoljena hrapavost naliježne površine etalonske pločice
$R_{H\_max}$	$\mu\text{m}$	maksimalna dozvoljeno odstupanje od ravnoće etalonske pločice
$P_p$	$\mu\text{m}$	odstupanje od planparalelnosti etalonske pločice
$P_{p\_max}$	$\mu\text{m}$	maksimalna dozvoljeno odstupanje od planparalelnosti etalonske pločice
$s$		standardno odstupanje
$s_{Li}$	$\mu\text{m}$	standardno odstupanje vrijednosti duljine

$s_{F_i}$	mV/V	standardno odstupanje vrijednosti sila
$s_p^2$		sastavljena ili skupna procjena varijancije
$s_p$		združeno eksperimentalno odstupanje
$s^2(\bar{q})$		eksperimentalna varijancija srednje vrijednosti
$s(\bar{q})$		eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti
$s_{x_{CRM-1}}$	HV	standardno odstupanje izmjerene vrijednosti tvrdoča
$t_p(v)$		t-faktor iz Studentove razdiobe
$u(x_i)$		standardna nesigurnost procjene $x_i$
$u(x_i, x_j)$		procijenjena kovarijancija procjena $x_i$ i $x_j$
$u^2(x_i)$		procijenjena varijancija pridružena procjeni $x_i$ ulazne veličine $X_i$
$u^2(y_i)$		procijenjena varijancija pridružena procjeni $y_i$ izlazne veličine $Y_i$
$u(y_i)$		standardna nesigurnost procjene $y_i$
$u_c^2(y)$		sastavljena varijancija pridružena procjeni $y$ izlazne veličine
$u_c(y)$		sastavljena standardna nesigurnost procjene $y$
$u(H_i)$	HV	doprinos standardnoj nesigurnosti povezan uz tvrdoču $H$
$u_F$	%	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja sile opterećivanja
$U_F$	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja sile opterećivanja
$u_{FRS}$	%	relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile
$u_{FHTM}$	%	relativna mjerna nesigurnost izmjerene sile opterećivanja
$u_L$	%	sastavljena relativna mjerna nesigurnost optičkog mjernog sustava
$U_L$	%	proširena mjerna nesigurnost optičkog mjernog sustava
$u_{LRS}$	%	relativna mjerna nesigurnost objektmikrometra
$u_{LHTM}$	%	relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
$u_{ms}$	%	relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije optičkog mjernog sustava
$u_{CM}$	%	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
$U_{CM}$	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
$u_{CRM-P}$	HV	mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica
$u_{x_{CRM-1}}$	HV	standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera

$U_{xCRM-D}$	HV	standardna mjerna nesigurnost obnovljivosti za primarne etalonske pločice
$U_{CRM}$	HV	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
$U_{CRM}$	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
$U_{CCD-LFSB}$	%	proširena mjerna nesigurnost sustava za očitanje CCD-LFSB
$U_{I/G}$	%	proširena mjerna nesigurnost sustava za očitanje I/G-258
$U_{xCRM-2}$	%	standardna mjerna nesigurnost izmjerenih vrijednosti tvrdoča na etalonskoj pločici
$U_{HTM}$	%	proširena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
$U_{PTB}$	%	standardna mjerna nesigurnost posredničkih etalona sile dobivena pri umjeravanju u PTB-u
$U_{dod}$	mV/V	dodata standardna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile pri umjeravanju sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera
$u_t$	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed promjene temperature prijenosnog etalona sile
$u_s$	mV/V	standardna mjerna nesigurnost osjetljivosti prijenosnog etalona sile
$u_e$	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed ekscentričnosti prijenosnog etalona sile
$u_d$	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed aproksimacije krivulje umjeravanja prijenosnog etalona sile
$u(b_F)$	%	standardna nesigurnost uslijed ponovljivosti sila opterećivanja
$u(q)$		standardna nesigurnost A-vrste
$u_c$	%	sastavljena standardna mjerna nesigurnost
$u_{RS}$	%	mjerna nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile
$U$	%	proširena nesigurnost procjene $y$ izlazne veličine $Y$
$x_i$		procjena i-te mjerene ulazne veličine
$X_i$		i-ta mjerena ulazna veličina
$y$		procjena mjerene izlazne veličine $Y$
$y_i$		procjena mjerene veličine $Y_i$ kada se određuju istim mjeranjem više mjernih veličina
$Y$		mjerena izlazna veličina
$\bar{Y}$		aritmetička sredina vrijednosti izlazne veličine
$\mu_q$		očekivanje srednje vrijednosti razdiobe vjerojatnosti veličine $q$

$v$	broj stupnjeva slobode
$V_{\text{eff}}$	stvarni broj stupnjeva slobode
$R_m$	N/mm <sup>2</sup> vlačna čvrstoća

**POPIS SKRACENICA**

DKD	Deutsche Kalibrier Dienst
FSB	Fakultet strojarstva i brodogradnje
GUM	Guide to the expression of uncertainty in measurement
HBW	Tvrdoća po metodi Brinell gdje je indentor kuglica od tvrdog metala
LFSB	Laboratorij za precizna mjerena duljine Fakulteta strojarstva i brodogradnje
LIMS	Laboratorij za ispitivanje mehaničkih svojstava
MPA -NRW	Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen
NPL	National Physical Laboratory
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt
EA	European co-operation for Accreditation
UKAS	United Kingdom Accreditation Service

**POPIS SLIKA**

- Slika 2.1 Ideja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice (Leonardo da Vinci) [5]  
Slika 2.2 Ispitivanje nosivosti grede (Galileo Galilei) [5]  
Slika 2.3 Nacionalni etalon sile Njemačke u PTB-u  
Slika 2.4 Povijesni razvoj metra [10]  
Slika 2.5 Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala [12]  
Slika 2.6 Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera [12]  
Slika 2.7 Dijamantna piramida kao indentor za Vickers metodu  
Slika 2.8 Otisak pri mjerenu tvrdoće po metodi Vickers [14]  
Slika 2.9 Grafički prikaz izbora kuta 136° [12]  
Slika 2.10: Primarni etalon tvrdoće u PTB-u [12]  
Slika 2.11 Referentni etaloni tvrdoće  
Slika 2.12 Tvrdomjeri u ispitnim mjeriteljskim laboratorijima  
Slika 2.13 Mjerna sljedivost za mjernu veličinu tvrdoća [16]  
Slika 2.14 Dozvoljena odstupanja kuta nasuprotno ležećih stranica piramide  
Slika 2.15 Dozvoljena odstupanja površina piramide od kvadratnog oblika [20]  
Slika 2.16: Vrh dijamantne piramide  
Slika 3.1: Prikaz intervala nesigurnosti procjene mjerene veličine  
Slika 3.2: Grafički prikaz vrijednosti mjerene veličine, pogreške i nesigurnosti [2]  
Slika 3.3: Skalarni odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine  
Slika 3.4: Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine  
Slika 3.5: Normalna razdioba mjerenih vrijednosti [25]  
Slika 3.6: Razdiobe pojedinačnih očitanja i aritmetičkih sredina [26]  
Slika 3.7: Koeficijent osjetljivosti [10]  
Slika 3.8 Shematski prikaz proračuna proširene mjerne nesigurnosti GUM metodom [10]  
Slika 3.9 Lanac mjerne sljedivosti [30]  
Slika 3.10 Hiperarhija umjeravanja [31]  
Slika 4.1 Razlika u mjerenu veličine otiska između dva laboratorija [37]  
Slika 4.2 Pogreške očitanja s obzirom na razlike numeričke aperture [38]  
Slika 4.3 Razlike očitanja uslijed subjektivnosti mjeritelja [42]  
Slika 4.4 Distribucija mjerjenja otiska Vickersove tvrdoće različitim mjeriteljima [45]  
Slika 5.1: Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske  
Slika 5.2: Relativni gravimetar Scintrex CG-5  
Slika 5.3: Apsolutna točka AGT03 – Puntjarka (Sljeme)  
Slika 5.4: Točka gravimetrijskih i nivelmanskih mjerena u LIMS-u  
Slika 5.5: Osnovni dijelovi sustava za opterećivanje etalonskog tvrdomjera  
Slika 5.6: Raspored pozicija za mjerena sila opterećivanja na sustavu za opterećivanje 5030TKV  
Slika 5.7: Dijamantni indentor oznake 05281  
Slika 5.8: Izgled vrha indentora na scanning elektronском mikroskopu  
Slika 5.9: Provjera odstupanja ravnoće površine stranice indentora 05281  
Slika 5.10: Ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV  
Slika 5.11: Rezultati ispitivanja hrapavosti ispitnog stola  
Slika 5.12: Mjerjenje aksijalnih i radijalnih komponenti sile opterećivanja za metodu HV50  
Slika 5.13: Uređaj za očitanje veličine otiska I/G-258

- Slika 5.14: Način očitanja vrijednosti dijagonale otiska na sustavu I/G-258
- Slika 5.15: Referentna mjerna skala
- Slika 5.16: Opto-električni sustav CCD-LFSB za mjerjenje duljine
- Slika 5.17: Prikaz otiska na opto-električnom sustavu CCD-LFSB
- Slika 5.18: Rub otiska pri različitim izoštrenjima okulara
- Slika 5.19: Pogreška uslijed rotacije otiska
- Slika 5.20: Pogreška tvrdoče s obzirom na krivu orijentaciju izmјerenog otiska [57]
- Slika 5.21: Tipovi etalonskih pločica [20]
- Slika 5.22: Interferencijski mikroskop Carl Zeiss
- Slika 5.23: Ispitivanje hrapavosti etalonskih pločica
- Slika 5.24: Položaj mjesta na kojima su provedena ispitivanja hrapavosti
- Slika 5.25: Mjerjenje planparalelnosti etalonskih pločica
- Slika 5.26: Raspored otisaka po etalonskoj pločici
- Slika 5.27: Njemački nacionalni etalon tvrdoče za metodu HV1
- Slika 5.28: Nacionalni etalon tvrdoče Njemačke za metode HV3 do HV50
- Slika 5.29: Scanning elektronski mikroskop TESCAN
- Slika 5.30: Pogreške na ispitnoj površini etalonske pločice
- Slika 5.31: Nehomogenosti na površini etalonske pločice
- Slika 5.32: Nečistoće na etalonskoj pločici
- Slika 6.1: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u INDENTEC-u
- Slika 6.2: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u LIMS-u
- Slika 6.3: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV10 primjenom novog modela provjere sila
- Slika 6.4: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV10 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja
- Slika 6.5: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV50 primjenom novog modela provjere sila
- Slika 6.6: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV50 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja
- Slika 6.7: Dijagramska prikaz rasipanja srednjih vrijednosti aksijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.8: Ponovljivost mjerjenja aksijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.9: Dijagramska prikaz srednjih vrijednosti i ponovljivosti radijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.10: Rezolucije i maksimalno odstupanje sustava za očitanje veličine otiska
- Slika 6.11: Razlike uslijed subjektivnosti mjeritelja na mjernom sustavu I/G-258
- Slika 6.12: Dijagramska prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u absolutnim iznosima)
- Slika 6.13: Dijagramska prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u relativnim iznosima)
- Slika 6.14: Grafički prikaz promjene maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera uslijed uvrštavanja stvarnih vrijednosti sile u izračun vrijednosti tvrdoče
- Slika 6.15: Interpolacijske krivulje proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera
- Slika 6.16: Dijagramska prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV10

- Slika 6.17: Dijagramske prikaze proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV30
- Slika 6.18: Analiza rezultata provjere hraptavosti, ravnoće i planparalelnosti etalonskih pločica za interkomparacijska mjerjenja
- Slika 6.19: Dijagramske prikaze rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN40211G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerjenjima
- Slika 6.20: Dijagramske prikaze rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN60115G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerjenjima
- Slika 6.21: Histogramski prikaz srednjih vrijednosti tvrdoća kroz interkomparacijska mjerjenja
- Slika 6.22: Histogramski prikaz proširene mjerne nesigurnosti kroz interkomparacijska mjerjenja
- Slika 6.23: Nejednolika deformacije otiska u svim smjerovima na pločici IN40219G pri opterećenju  $F= 294,41 \text{ N}$  (HV 30)
- Slika 6.24: Topografija površine etalonske pločice nakon mjerena tvrdoće
- Slika 6.25: Ilustracija "piling-up" i "skining-in" problema [11]
- Slika 6.26: Odstupanje od kvadratičnosti kod otiska na etalonskoj pločici 33P1831 pri primjeni metode HV3

**POPIS TABLICA**

Tablica 2.1	Značajne godine u razvoju jedinice metra te postignute netočnosti [10]
Tablica 2.2	Prve publikacije o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama [11]
Tablica 2.3	Povijesni razvoj metoda mjerena tvrdoće [12]
Tablica 2.4	Mohs-ova skala tvrdoće za minerale [13]
Tablica 2.5	Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [15]
Tablica 2.6	Dozvoljene dužine brida na vrhu dijamantne piramide [20]
Tablica 2.7	Rezolucija sustava za očitanje i dozvoljena odstupanja [20]
Tablica 2.8	Zahtjevi na ispitni ciklus [20]
Tablica 2.9	Maksimalno dozvoljeno rasipanje vrijednosti umjeravanja etalonske pločice [20]
Tablica 4.1	Izvori mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoće [23]
Tablica 4.2:	Prikaz srednjeg rasporeda veličina procjena, standardnih nesigurnosti, koeficijenata osjetljivosti i doprinosa nesigurnosti koji se primjenjuje u analizi nesigurnosti kod mjerena tvrdoće [23]
Tablica 5.1	Preliminarna mjerena sila opterećivanja u tvrtki INDENTEC
Tablica 5.2	Mjeriteljski i okolišni uvjeti pri provjeri sila opterećivanja u LIMS-u
Tablica 5.3	Ispitivanja sila opterećivanja u LIMS-u nakon instalacije sustava 5030-TKV
Tablica 5.4	Mjeriteljski uvjeti umjeravanja sile opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.5	Rezultati umjeravanja sila opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.6	Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.7	Rezultati provjere indentora serijski broj 05281
Tablica 5.8	Rezultati ispitivanja aksijalnih i radijalnih komponenti sila opterećivanja za metodu HV50 na etalonskoj pločici IN40452G
Tablica 5.9	Rezultati provjere optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 u INDENTEC-u
Tablica 5.10	Rezultati umjeravanja sustava za očitanje I/G-258 s LFSB-ovom mernom skalom
Tablica 5.11	Rezultati umjeravanja sustava za očitanje I/G-258 s LFSB-ovom mernom skalom s izvršenom korekcijom
Tablica 5.12	Rezultati drugog dana umjeravanja sustava za očitanje I/G-258
Tablica 5.13	Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

## POPIS TABLICA

---

Tablica 5.14	Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10
Tablica 5.15	Utjecaj korekcije sile opterećivanja na rezultate indirektnog umjeravanja primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10
Tablica 5.16	Osnovni podaci o etalonskoj pločici IN60115G za metodu HV10
Tablica 5.17	Rezultati mjerjenja odstupanja od ravnosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.18	Rezultati ispitivanja hrapavosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.19	Rezultati ispitivanja planparalelnosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.20	Mjerne sposobnosti Nacionalnog laboratorija Njemačke za tvrdoču [12]
Tablica 5.21	Rezultati interkomparacijskih mjerjenja za metodu HV10 u INDENTEC-u
Tablica 5.22	Rezutati interkomparacijskih mjerjenja za metodu HV10 u PTB-u
Tablica 5.23	Rezultati interkomparacijskih mjerjenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV - I/G-258
Tablica 5.24	Rezultati interkomparacijskih mjerjenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV – CCD-LFSB
Tablica 6.1:	Rezultati umjeravanja ostalih opterećenja primjenom novih modela ispitivanja i procjene mjerne nesigurnosti
Tablica 6.2:	Usporedba utjecaja sila opterećivanja na izračun vrijednosti tvrdoće
Tablica 6.3:	Vrijednosti sila te njihova ponovljivost po z, x i y osi
Tablica 6.4:	Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30
Tablica 6.5:	Srednje vrijednosti dijagonalna očitanih sustavom I/G-258 kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera
Tablica 6.6:	Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30 s primjenjenom korekcijom sile i ubrzanja sile teže
Tablica 6.7:	Proširena merna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
Tablica 6.8:	Rezultati interlaboratorijskih mjerjenja za metode HV10 i HV30
Tablica 6.9:	Ostali rezultati interlaboratorijskih mjerjenja

### 1. UVOD

#### 1.1 Problematika etalonskih tvrdomjera

Po definiciji tvrdoča je otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatnije tvrdog tijela. Ispitivanje tvrdoče je vjerojatno najčešće uporabljeno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva, unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoče nisu fizikalno jednoznačne veličine. Ispitivanje tvrdoče tek neznatno oštećuje površinu ispitivanog predmeta pa se općenito može svrstati među nerazorna ispitivanja. Osnovni princip mjerjenja kod većine metoda je mjerjenje veličine ili dubine otiska što ga indentor, opterećen nekom silom, načini u ispitivanom materijalu.

Tvrdoča je primjer fizikalnog pojma koji se ne može kvantificirati bez referencijske ljestvice za mjernu metodu odnosno ona nema jedinicu koja je neovisna o takvoj metodi. Stoga se veličina "tvrdoča" razlikuje od klasičnih mjerljivih veličina (masa, duljina, itd.) po tome što se ne može uvrštavati u jednadžbe za određivanje drugih mjerljivih veličina (iako se katkad upotrebljava u iskustvenim jednadžbama). Iskazana vrijednost tvrdoče je najčešće funkcija (ovisno o referencijskoj ljestvici) dimenzije otiska indentora.

Jedan od najvećih problema postizanja mjerne sljedivosti kod metoda za mjerjenje tvrdoče je ostvarenje etalonskog uređaja. Poznato je da se etalon definira kao mjerilo ili mjerni sustav namijenjen definiranju, ostvarenju ili obnavljanju jedinice odnosno jedne ili više poznatih vrijednosti fizikalne veličine radi prenošenja usporedbom tih vrijednosti na druga mjerila [1]. Kako je tvrdoča veličina koja nema međunarodno priznati etalon (kao npr. 1 kilogram ili 1 metar), mnoge zemlje da bi ostvarile mjernu sljedivost na području mjerjenja tvrdoče izrađuju nacionalne etalone

te ih provjeravaju prema modelu međulaboratorijske usporedbe. S obzirom na sve veće zahtjeve na razinu točnosti pri mjerenu tvrdoće te potrebom za ostvarivanje sljedivosti, neophodno je postojanje etalonskog tvrdomjera i u Hrvatskoj.

Etalonski uređaji za tvrdoću u principu se sastoje od dvije mjerne komponente koje mjere ili ostvaruju vrijednosti različitih fizikalnih veličina (sila i duljina), a kao jedna cjelina u konačnici daju vrijednost treće fizikalne veličine (tvrdoća). Prema tome te dvije komponente moraju ostvarivati slijedeće:

1. odgovarajuće opterećenje (silu) i
2. mogućnost mjerene učinka ostvarenog djelovanjem opterećenja preko indentora na ispitni uzorak.

Odgovarajuće opterećenje se postiže konstrukcijski različitim sustavima za opterećivanje, čiji je primarni zadatak da aksijalno opterećenje prenesu preko indentora na ispitivani uzorak. Kvaliteta ovih sustava ovisi u prvom redu o konstrukcijskom rješenju ostvarivanja opterećenja (kao npr. utezi, polužni sustavi, deformacijsko tijelo, opruge). Sustav za mjerenu veličinu otiska ili dubine prodiranja indentora, ovisno o metodi mjerena tvrdoće, je komponenta etalonskog tvrdomjera kojom se mjere dimenzije otiska što ga je ostvario sustav za opterećivanje utiskivanjem indentora u ispitni uzorak (veličina promjera kalote, dijagonale baze otiska četverostrane piramide ili dubina prodiranja indentora u materijal).

Općenito, mjerni rezultat bilo koje veličine je potpun samo ako on sadrži vrijednost pridruženu mjerenoj veličini i mernu nesigurnost pridruženu toj vrijednosti [2]. Mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera ovisi o čitavom nizu utjecajnih veličina od kojih su ovdje nabrojene samo neke:

- sustav za opterećivanje:
  - mjerna metoda,
  - mogućnosti ostvarenja sile (nesigurnost ostvarivanja sile, brzina opterećivanja, odstupanje od vertikalne osi, vibracije),
  - konstrukcijski utjecaji (okvir, deformacija i kvaliteta površine postolja za smještaj ispitnog uzorka),
- indentor:
  - geometrija,
  - hrapavost,
  - odstupanje od oblika;
- sustav za mjerenu veličinu otiska:
  - odstupanje mjerena duljine,
  - povećanje,
  - zakrivljenost slike otiska,
  - nesigurnost optičkog sustava;
- okolišni uvjeti (temperatura, vlaga);
- mjeritelj (subjektivnost mjerena).

Iz ovog je vidljivo da na mernu nesigurnost etalonskog uređaja za mjerenu tvrdoće djeluje velik broj utjecajnih veličina. Utjecaj nekih ovih veličina je moguće procijeniti i

kvantificirati kroz provođenje opetovanih mjerena u uvjetima ponovljivosti, dok kod drugih je potrebno dati znanstvenu prosudbu koja bi se temeljila na svim mogućim raspoloživim podacima.

Nesigurnost mjernog rezultata, dobivenog na etalonskom uređaju za tvrdoču, odražava pomanjkanje potpuna znanja o vrijednosti mjerene veličine. Kako se ovdje radi o uporabi dva sustava od kojih svaki pridonosi određenu nesigurnost, postavlja se pitanje koliko usavršavanje jednog od njih, kao zasebne cjeline, pospješuje poboljšanju mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera, ali isto tako koliko pridonose i pojedine utjecajne veličine svakog sustava.

Poznato je da se trenutno najbolja postiziva vrijednost relativne mjerne nesigurnosti mjerila sile kreće u granicama do  $2 \times 10^{-5}$ . No zbog konstrukcijskog rješenja danas postojeći sustavi opterećivanja etalonskih uređaja za tvrdoču tu vrijednost nisu u stanju dostići. S druge strane sustavi za mjerjenje veličine otiska, odnosno sustavi za mjerjenje duljine koji su namijenjeni za mjerjenje veličine otiska, postižu vrijednosti mjerne nesigurnosti unutar jednog mikrometra.

Analizirajući sposobnosti etalonskih tvrdomjera akreditiranih laboratorija te nacionalnih etalona tvrdoče na međunarodnoj razini došlo se do slijedećih saznanja:

- da je vrlo mali broj etalonskih uređaja s razdvojenim sustavima, a neki od njih su trenutno u fazi izrade;
- sustav za opterećivanje - najbolje trenutno postizive karakteristike moguće je postići primjenom mehanizma s direktnim opterećivanjem pomoću utega ali i da se konstrukcijskim rješenjima znatno može utjecati na mjeru sposobnost tog sustava;
- određivanja veličine otiska - ovisi o sustavu za mjerjenje duljine. Primjenom novijih generacija optičkih sustava za mjerjenje duljine, može se postići znatno smanjenje vrijednosti mjerne nesigurnosti mjerjenja tvrdoče.

### 1.2 Hipoteza rada

U principu, današnji etalonski tvrdomjeri (koje posjeduje vrlo mali broj zemalja) izrađeni su kao jedna cjelina. Ovo otežava provedbu rekonstrukcije takvih uređaja u cilju poboljšanja mjeriteljskih sposobnosti odnosno smanjenju utjecaja pojedinih veličina te smanjenju nesigurnosti koje one proizvode. Analizom mogućnosti opreme za mjerjenje tvrdoče u Republici Hrvatskoj, došlo se do saznanja da nema uređaja koji bi barem i svojom rekonstrukcijom mogao postići karakteristike nacionalnog etalona.

Iz ovih razmatranja te samog postupka mjerjenja tvrdoče, postavlja se slijedeća hipoteza predložene disertacije:

*Razdvajanjem sustava za opterećivanje i sustava za mjerjenje veličine otiska kao zasebnih cjelina moguće je postići odnosno približiti se graničnim vrijednostima mjerne nesigurnosti za pojedinu fizikalnu veličinu koju oni određuju. Ovim pristupom će biti omogućena analiza pojedinih utjecajnih veličina te kvantifikacija mjerne nesigurnosti uslijed tih utjecaja na sile opterećivanja i vrijednosti izmjerene duljine dijagonale otiska pri mjerjenju*

*tvrdoće Vickers metodom. Na temelju postavke o razdvajaju sustava opterećivanja i sustava za očitanje veličine otiska moguće je postići bolju mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera te odrediti opravdanost usavršavanja pojedinog sustava kako bi u konačnici etalonski tvrdomjer postigao manju mjernu nesigurnost mjerjenja tvrdoće.*

### 1.3 Organizacija istraživanja

Osmišljen je sustav istraživanja koji osigurava podatke i rezultate potrebne za provedbu procjene i proračuna mjernih nesigurnosti pojedinih utjecaja na rezultate mjerjenja tvrdoće etalonskog tvrdomjera te time i provjeru pretpostavljenih hipoteze. Za dobivanje tih podataka nužna je provedba određenih laboratorijska ispitivanja.

U teorijskom dijelu ovog rada prikazan je opći pregled značenja pojmove tvrdoće i mjerne nesigurnosti. Prvenstveno je dan naglasak na metodu po Vickersu te procjenu i proračun mjernih nesigurnosti uslijed utjecaja pojedinih faktora na mjerjenje tvrdoće ovom metodom. U eksperimentalnom dijelu provedena je analiza pojedinih utjecajnih faktora na nesigurnost mjerjenja etalonskog tvrdomjera instaliranog u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. S obzirom na provedene analize i ispitivanja, rad bi se mogao podijeliti na karakteristične faze u kojima je provedeno slijedeće:

- Analiza konstrukcijskih rješenja sustava za opterećivanje - ovdje će se razmatrati postojeći sustavi te mogućnosti njihova poboljšanja kako bi se približili graničnoj vrijednosti nesigurnosti postizanja određene vrijednosti sile.
- Provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustave za opterećivanje te procjena i proračun njihovih mjernih nesigurnosti. Primjena novih matematičkih modela te njihova usporedba s postojećim.
- Analiza različitih sustava za očitanje veličine otiska. Primjena video sustava Olympus, koji i u svjetskim razmjerima na području mjerjenja duljine ima veliki značaj u osiguranju lanca mjerne sljedivosti.
- Procjena i proračun mjernih nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina na sustav za očitanje veličine otiska.
- Razrada matematičkog modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera s uvedenim novim modelima za procjenu i proračun utjecaja pojedinih izvora nesigurnosti. Verifikacija odnosno validacija postignutih rezultata kroz međulaboratorijska usporedna mjerjenja na međunarodnoj razini.
- Analiza svih rezultata te donošenje zaključaka o udjelima pojedinih mjernih nesigurnosti, posebno o udjelima mjernih nesigurnosti procijenjenih na temelju znanstvene prosudbe.

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

### 2.1 Općenito

Prema jednoj općoj definiciji, tvrdoča je otpornost materijala prema prodiranju drugog znatnije tvrđeg tijela. Ispitivanje tvrdoče je vjerojatno najčešće uporabljeno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva, unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoče ne predstavljaju fizikalno jednoznačno definirane veličine. Tvrdoča je u korelaciji s nekim drugim mehaničkim svojstvima što se prvenstveno odnosi na vlačnu čvrstoču (posebice kod općih konstrukcijskih čelika i sivog lijeva) te otpornost na abrazijsko trošenje i druga. Tako postoje izrazi koji na temelju izmjerene vrijednosti tvrdoče daju procjenu vrijednosti pojedinih mehaničkih svojstava (za čelike izrazi 3.1 i 3.2) [3]:

$$R_m \approx 3,55 \times HB \quad (HB \leq 175) \quad (2.1)$$

$$R_m \approx 3,38 \times HB \quad (HB > 175) \quad (2.2)$$

Ovdje je potrebno napomenuti da ovi izrazi vrijede za tvrdoče izmjerene uz primjenu sile opterećivanja od 29420 N (3000 kg).

Vrijednost tvrdoče je rezultat mjerenja provedenog na ispitnom uzorku pod standardnim uvjetima i zasnovana je na dogovorenim konvencijama. Određivanje tvrdoče se u osnovi obavlja u dva koraka:

1. utiskivanje indentora u ispitni uzorak pod propisanim uvjetima i
2. određivanje karakterističnih dimenzija otiska (srednja vrijednost promjera, srednja vrijednost dijagonale ili dubina otiska).

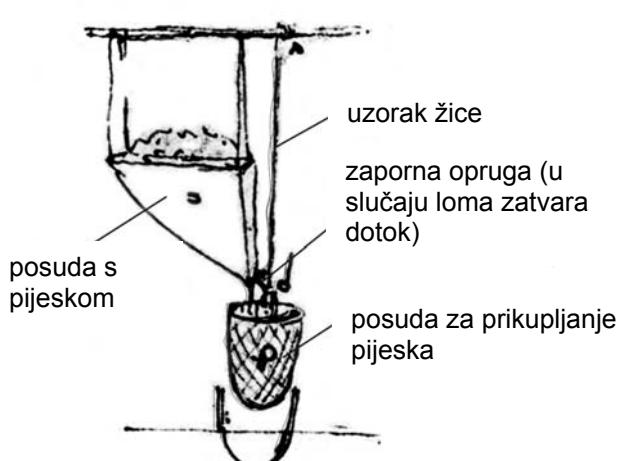
Ispitivanje tvrdoće tek neznatno oštećuje površinu ispitivanog predmeta pa se općenito može svrstati među nerazorna ispitivanja. Za samo ispitivanje ne treba izraditi posebnu epruvetu (ispitni uzorak) nego samo odgovarajuće pripremiti plohe uzorka ili strojnog dijela. Uređaji za mjerjenje tvrdoće (tvrdomjeri) u pravilu su jednostavniji i jeftiniji od nekih drugih uređaja za ispitivanje mehaničkih svojstava (na primjer kidalica). Osnovni princip mjerjenja kod većine metoda je mjerjenje veličine ili dubine otiska što ga načini indentor (penetrator ili utiskivač) u ispitivanom materijalu opterećen nekom silom. Te su metode pogodne za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala kod kojih je moguća neka plastična (trajna) deformacija.

Indentori su oblika kuglice, stošca ili piramide, a izrađeni su od tvrdih materijala (kaljeni čelik, tvrdi metal ili dijamant). Kod materijala koji imaju vrlo malu ili nikakvu mogućnost plastične deformacije (polimeri odnosno guma) razvili su se postupci mjerjenja tvrdoće gdje se deformacija materijala mjeri u trenutku djelovanja sile [4].

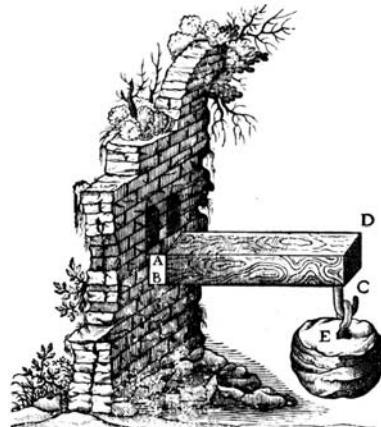
Većina danas korištenih metoda mjerjenja tvrdoće bazira se na mjerenu veličine otiska ili dubine prodiranja indentora određenog oblika pa je i mjerjenje tvrdoće direktno povezano s mjeranjem dviju fizikalnih veličina, a to su duljina i sila. No ovdje se može postaviti pitanje da li se fizikalna veličina tvrdoća razvila na temeljima mjerjenja duljine i sile odnosno proizašla iz njih ili se je samostalno razvijala. Stoga je zgodno dati prikaz povijesnog razvoja svih triju mjernih veličina, te danas najbolje postizive mjerne nesigurnosti pri mjerenu tih veličina.

### 2.1.1 Povijesni razvoj mjerjenja sile

Prvi pisani tragovi o mjerjenjima sile datiraju još iz 15.stoljeća kada je umjetnik Leonardo da Vinci izradio studiju o opterećenju savijanjem, koja polazi od pokušaja objašnjenja savijanja užeta preko koluta. Svoja razmišljanja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice prikazao je skicom (slika 2.1). Gotovo stotinu godina kasnije Galileo Galilei ispituje nosivost grede jednostrano pričvršćene užetom za zid (slika 2.2) a svoje rezultate formulirao je u fizikalnoj rečenici: "Čvrstoća raste proporcionalno širini, ali s kvadratom visine grede". R. Hooke 1678. godine, nakon odgovarajućih pokusa s čeličnim oprugama, spoznaje zakon proporcionalnosti između sile i promjene oblika [5].



Slika 2.1: Ideja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice (Leonardo da Vinci) [5]



Slika 2.2: Ispitivanje nosivosti grede (Galileo Galilei) [5]

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

Sila je matematički predstavljena kao vektor koji djeluje u određenoj točki. Stoga mjerjenje sile uključuje određivanje njene veličine i smjera djelovanja. Mjerjenje sile može se provesti jednom od ove dvije metode:

- direktna ili
- indirektna [6].

Direktna metoda obuhvaća izravnu usporedbu s poznatom gravitacijskom silom utega standardne mase. Vrijednosti mase i gravitacije moraju biti točno poznate. Indirektna metoda obuhvaća mjerjenje učinka sile na neko tijelo. Primjeri primjene ove metode su:

- mjerjenja akceleracije tijela s poznatom masom koje je izloženo djelovanju sile,
- mjerjenje rezultantnog učinka (deformacije) kada se silom djeluje na elastične elemente.

Današnji primarni etaloni sile isključivo koriste mehanizam opterećivanja direktno utezima (direktna metoda). Na slici 2.3 je prikazan jedan takav nacionalni etalon sile Njemačke.



Slika 2.3: Nacionalni etalon sile Njemačke u PTB-u

Sila koju uteg određene mase ostvaruje na zraku izračunava se pomoću jednadžbe [7]:

$$F = \frac{M \times g}{9,80665} \times \left( 1 - \frac{d_z}{D} \right) \quad (2.3)$$

gdje je :

$F$  – sila, N

$M$  - masa utega, kg

$g$  - lokalna akceleracija zbog gravitacije,  $m/s^2$

$d_z$  - gustoća zraka,  $kg/m^3$

$D$  - gustoća utega,  $kg/m^3$

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

---

Nesigurnosti mjerena sile, koja je ostvarena na nacionalnim institutima za metrologiju, derivirane su iz osnove SI jedinica i osigurane pomoću nekoliko međunarodnih usporedbi koje su provedene diljem svijeta u posljednja dva desetljeća. Relativna nesigurnost mjerena sile može biti realizirana utezima kao mehanizmom ostvarenja sile i utemeljena u različitim nacionalnim laboratorijima, iznosi kao vrijednost  $\leq 2 \times 10^{-5}$ . Ovo je i dokazano na međunarodnim laboratorijskim usporedbama koje su provedene 1987. i 1991. godine [8 i 9].

### 2.1.2 Povijesni razvoj mjerne jedinice duljine

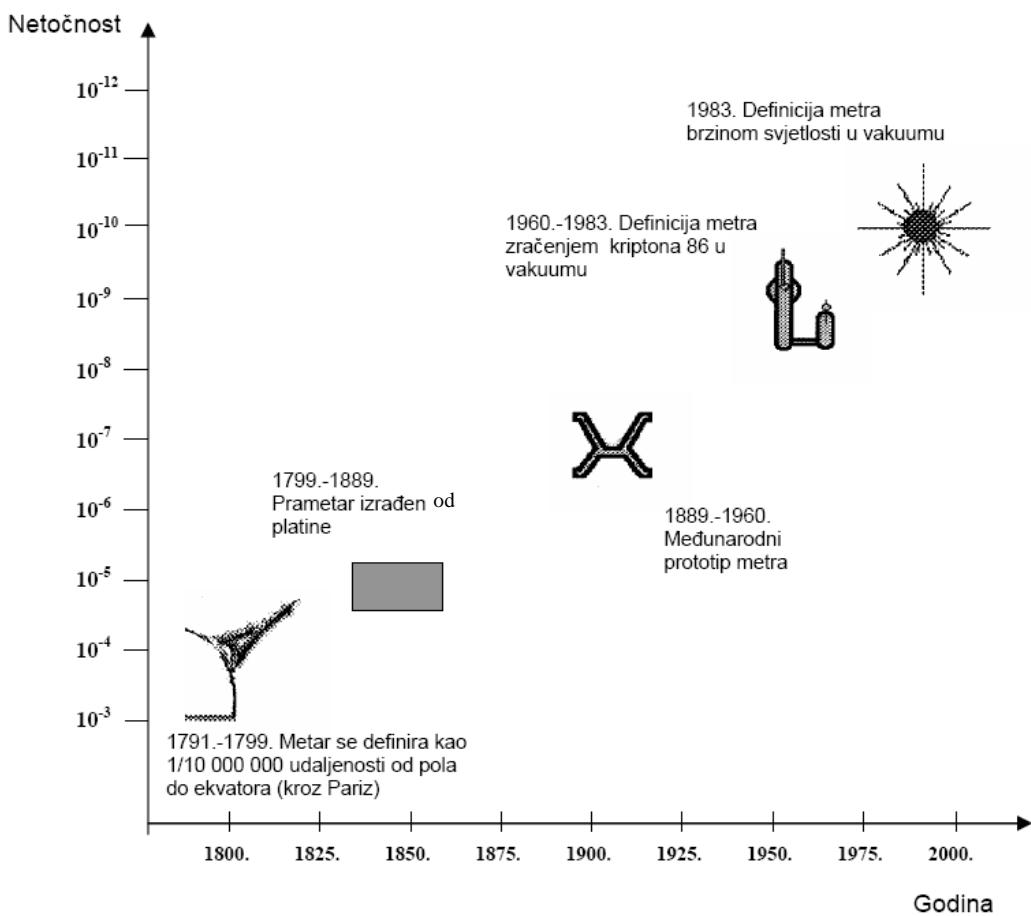
U razvoju ljudske civilizacije potreba za mjerenjem duljine javila se u dalekoj povijesti. Već se u Noino doba lata koristio za mjerjenje duljine. Tako definirano mjerilo puno puta je bilo vrlo korisno jer je bilo uvijek dostupno i nije se moglo zagubiti. Osim lata za mjerjenje dužine koristili su se i ostali dijelovi ljudskog tijela kao što su: stopa, ruka, palac i dr. U cilju unifikacije mjera, godine 1790, francuska Akademija pokreće projekt jedinstvenog sustava mjera. Posebna komisija najuglednijih učenjaka predložila je decimalni metrički sustav jedinica koji se oslanja na prirodne pramjere.

"Odlučeno je da se za jedinicu duljine metričkog sustava odabere 10-milijunti dio zemaljskog meridijana između sjevernog pola i ekvatora, koji prolazi kroz Pariz" [10].

Duljina od jednog metra materijalno je izrađena od platine (arhivski metar) i 1799. godine pohranjena u arhivu Republike Francuske. Tokom vremena metarski sustav, utemeljen na prirodi i prirodnim pojavama, pokazao se kao neprihvatljiv. Kako su se razvijale mjerne metode i merni uređaji povećavala se i točnost mjerena pa je trebalo vršiti nova mjerena duljine zemaljskog meridijana, a to dovodi i do novih vrijednosti materijalnih pramjera. Najznačajniji događaji u povijesti metra prikazani su tablicom 2.1 i slikom 2.4.

Tablica 2.1: Značajne godine u razvoju jedinice metra te postignute netočnosti [10]

Redni broj	Godina	Definicija	Netočnost
1.	1791.	Metar je jednak 10-milijuntom dijelu zemaljskog meridijana između sjevernog pola i ekvatora, koji prolazi kroz Pariz.	$\pm(150-200) \mu\text{m}$
2.	1799.	Platinski prametar je štap pravokutnog presjeka čiji su krajevi udaljeni točno 1 metar pri temperaturi $0^\circ\text{C}$ .	$\pm(10-20) \mu\text{m}$
3.	1889.	Jedinica duljine je metar koji je pri temperaturi $0^\circ\text{C}$ definiran razmakom između dvije srednje crtice na pramjeru metra, pohranjenoj u Međunarodnom birou u Sevrusu.	$\pm(0,2) \mu\text{m}$
4.	1960.	Metar je duljina jednaka $1650763,73$ duljine vala u vakuumu zračenja koje odgovara prijelazu između razina $2 p_{10}$ i $5 d_5$ atoma kriptona 86.	$\pm(0,004) \mu\text{m}$
5.	1983.	Metar je jednak duljini puta koji svjetlost prijede u vakuumu za vrijeme od $1/299\ 792458$ dijela sekunde.	$\pm(0,0001) \mu\text{m}$
	2000.		$\pm(0,000025) \mu\text{m}$



Slika 2.4: Povijesni razvoj metra [10]

### 2.1.3 Povijesni razvoj mjerjenja tvrdoće

Mjerenje tvrdoće je relativno stari postupak i prva mjerena tvrdoća datiraju još iz 17. stoljeća. Tijekom vremena stalno su se razvijale nove metode ili poboljšavale (modificirale) stare metode. U tablici 2.2 je prikazan kronološki nastanak prvih publikacija o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama svijeta, a u tablici 2.3 dan je pregled povijesnog razvoja mjerjenja tvrdoće. Iz navedenih činjenica povijesnog razvoja pojedinih mjernih veličina može se zaključiti da se veličina tvrdoća, iako ovisna o mjerenu veličina sile i duljine, samostalno razvijala.

Tablica 2.2: Prve publikacije o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama [11]

Metoda	Njemačka	Velika Britanija	SAD	Francuska	ISO
Brinell	1942	1937	1924	1946	1981
Rockwell	1942	1940	1932	1946	1986
Vickers	1940	1931	1952	1946	1982
Knoop	-	-	1969	-	1993

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

Tablica 2.3: Povijesni razvoj metoda mjerjenja tvrdoće [12]

Godina	Opis
1640	Barba: ocjenjivanje tvrdoće čelika pomoću turpije
1722	Reaumur: određivanje tvrdoće čelika kroz pravljenje ureza pomoću različitih minerala
1801	Hauy: Sistem tvrdoće pomoću riseva sa skalom od četiri stupnja
1820	Mohs postavlja risnu skalu tvrdoće s 10 stupnjeva
1874	Uchatius: ocjenjuje tvrdoću bronce s 25 centimetara visokim padajućim dljetom (dinamička metoda mjerjenja tvrdoće)
1900	Brinell: otkriva metodu gdje je indentor kuglica, po njemu je ova metoda i dobila ime
ca. 1905	Martens: otkriva princip penetracije indentora u ispitni uzorak s istovremenim mjerenjem sile i dubine prodiranja indentora
1907	Shore: odskočni postupak za čelike
1920	Rockwell: Postupak mjerjenja tvrdoće s uporabom preopterećenja i mjerjenja dubine prodiranja indentora
1925	Smith i Sandland otkrivaju Vickers metodu mjerjenja tvrdoće
1939	Knoop
1950	Berkovich: trokutna piramida

Prvu metodu za mjerjenje tvrdoće, koja je klasificirala različite materijale u određene razrede tvrdoće, razvio je još početkom devetnaestog stoljeća Friedrich Mohs (1773 – 1839) njemački geolog/mineralog. U tablici 2.4 prikazano je svrstavanje materijala u razrede tvrdoće 1 do 10 po Mohs-u.

Tablica 2.4: Mohs-ova skala tvrdoće za minerale [13]

Tvrdoća	Mineral	Primjeri materijala odgovarajuće tvrdoće iz svakodnevne primjene
10	Dijamant (C)	Sintetički dijamant
9	Korund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	Rubin
8	Topaz ( $\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{OH},\text{F})_2$ )	Brusni papir
7	Kvarc ( $\text{SiO}_2$ )	Čelični nož
6	Ortoklas / Feldspat ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ )	Oštrica džepnog nožića
5	Apatit ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH},\text{Cl},\text{F})$ )	Staklo
4	Fluorit ( $\text{CaF}_2$ )	Čelični čavao
3	Kalcit ( $\text{CaCO}_3$ )	Brončana kovanica
2	Gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	Nokat na prstu
1	Talk ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ )	Milovka

Prema Mohsovoj skali materijali su svrstani u 10 razreda tvrdoće, ali ona vrijedi samo za minerale. Podjela je načinjena na takav način da se materijal (mineral) u nekom razredu dade zastrugati s materijalom iz višeg razreda tvrdoće koji slijedi. Mohsova metoda odnosno skala ne primjenjuje se za mjerjenje tvrdoće tehničkih materijala. Na tom području razvijen je čitav niz metoda ispitivanja tvrdoće.

Kako svaka metoda mjerjenja tvrdoće ima svoju mjernu skalu odnosno jedinicu, vrlo veliki su problemi pri ostvarenju sljedivosti za tu fizikalnu veličinu. U stvarnosti to znači da svaka metoda ima svoj lanac sljedivosti. S obzirom na današnji broj metoda mjerjenja tvrdoće za mnoge od njih nisu još uspostavljeni međunarodno priznati etaloni. Kada se govori o nesigurnosti mjerjenja tvrdoće ona je vezana uz primjenjenu metodu i vrijednosti iste moguće je uspoređivati samu unutar mjerne skale za tu metodu. Kako se ovaj rad odnosi na metodu Vickers, onda će o etalonima tvrdoće za ovu metodu te njihovim mjernim sposobnostima biti više objašnjeno u poglavlju 2.2.

### 2.1.4 Metode ispitivanja tvrdoće

Na području mjerjenja tvrdoće koristi se veliki broj metoda i opreme, a izbor metode kojom će biti provedena ispitivanje tvrdoće najčešće se provodi prema vrsti materijala. Mjerjenje tvrdoće je korisno ako su dobiveni rezultati na različitim mjestima kompatibilni u okviru određenog intervala mjerne nesigurnosti.

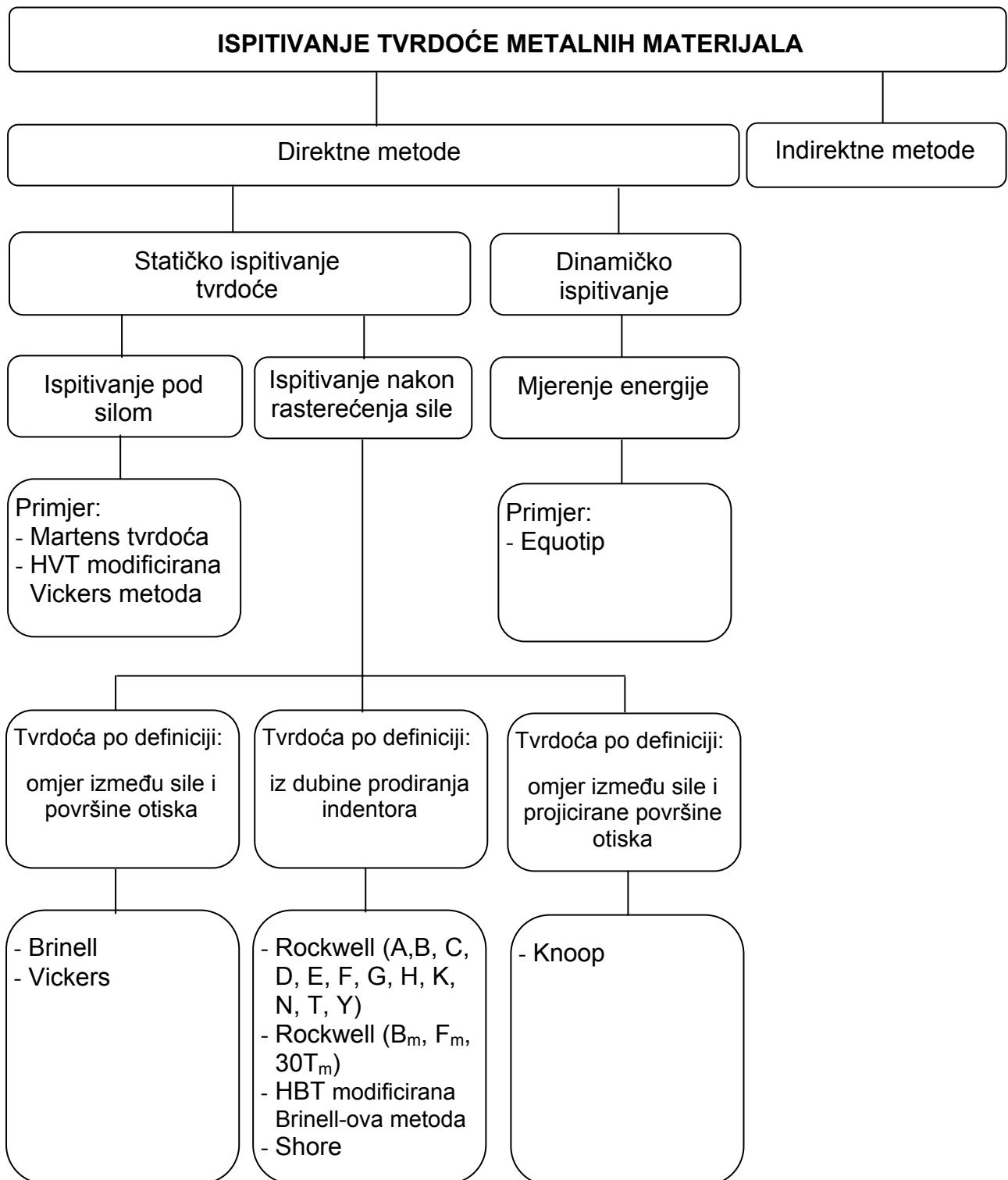
S ozirom na materijale za koje se primjenjuju, metode za ispitivanje tvrdoće mogu se svrstati u dvije osnovne skupine:

- a) metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala
- b) metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera.

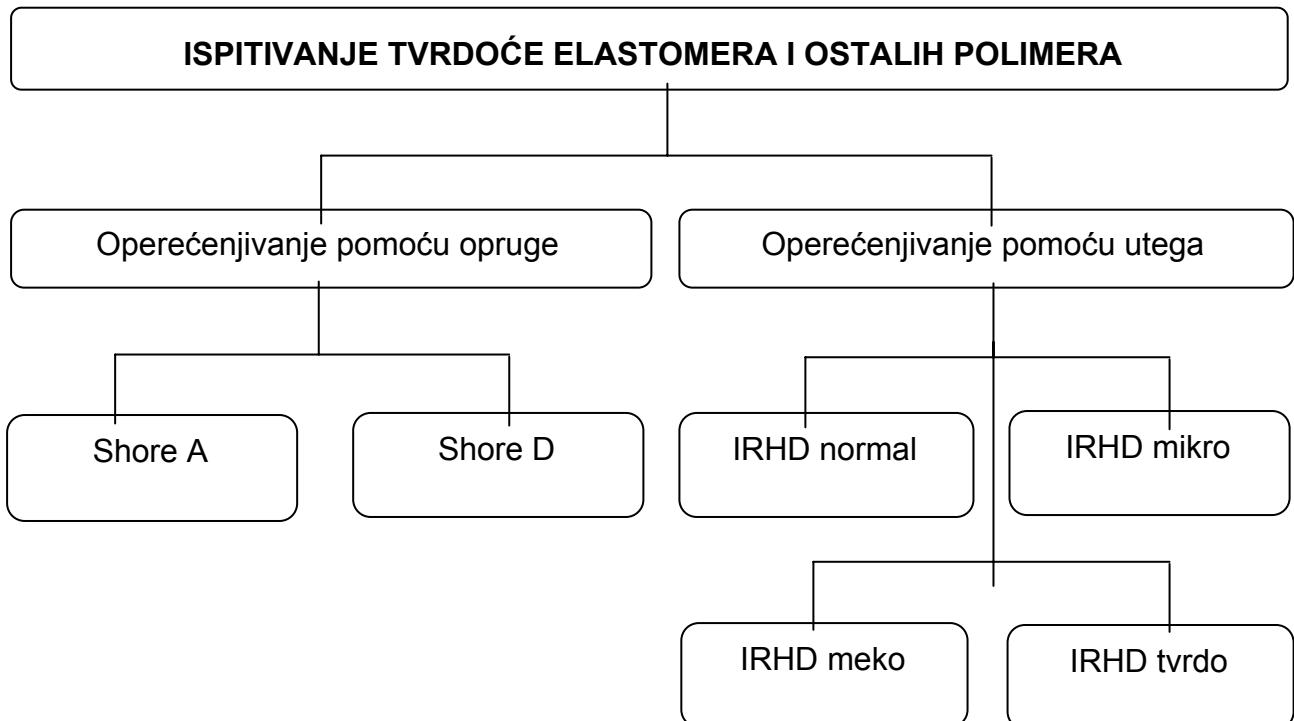
Na slikama 2.5 i 2.6 su prikazane metode za svaku ovu grupu materijala.

Danas najčešće primjenjivane metode za mjerjenje tvrdoća su Brinell, Vickers i Rockwell kod kojih je osnova statičko djelovanje sile. Kod nekih drugih rjeđe primjenjivanih postupaka mjerjenja tvrdoće, djelovanje sile je dinamičko (Baumann, Poldi, Shore) [4].

## 2. MJERENJE TVRDOĆE



Slika 2.5: Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala [12]



Slika 2.6: Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera [12]

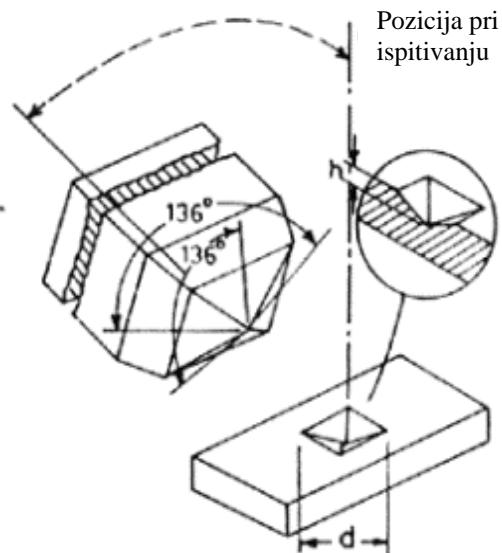
## 2.2 Mjerenje tvrdoće po Vickersu

### 2.2.1 Princip

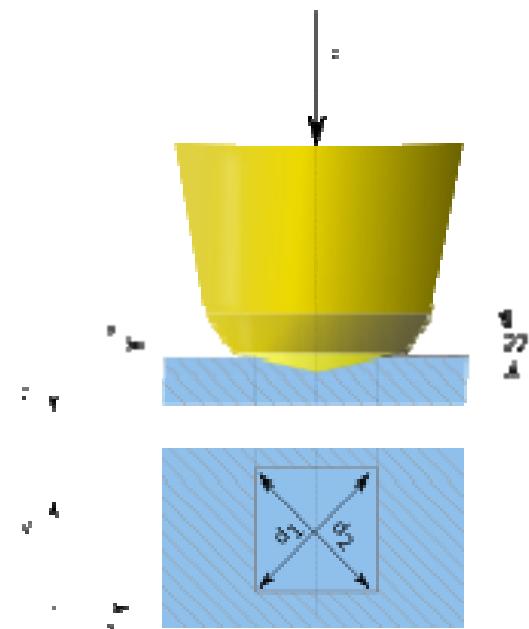
Prema povijesnom razvoju (tablica 2.3) metoda po Vickersu nastala je kasnije od ostalih metoda. Do ove metode se došlo pri uklanjanju pojedinih nedostataka koji su prisutni kod Brinellove metode. Dva osnovna nedostatka Brinellove metode su ograničenost područja mjerena do 700 HBW, te ovisnost iznosa tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja kuglice. Kod Vickersove metode ovi su nedostatci uklonjeni. Prvi nedostatak uklonjen je uporabom najtvrdjeg materijala za indentor - dijamant, a drugi oblikom indentora. To je kod Vickersove metode četverostrana piramida s vršnjim kutem između nasuprotnih stranica od  $136^\circ$  (slika 2.7). Piramida na ispitnom uzorku ostavlja otisak oblika koji je prikazan na slici 2.8.

Kut od  $136^\circ$  nije odabran slučajno. Iz poznate metode po Brinell-u, izmjerena vrijednost promjera otiska smije biti unutar granica  $0,25 - 0,5$  promjera indentora (kuglice). Srednja vrijednost tog raspona je  $0,375$ . Kut od  $136^\circ$  zatvaraju tangencijalne ravnine na Brinellovu kuglicu pri optimalnoj veličini otiska  $d = 0,375 \cdot D$  (slika 2.9).

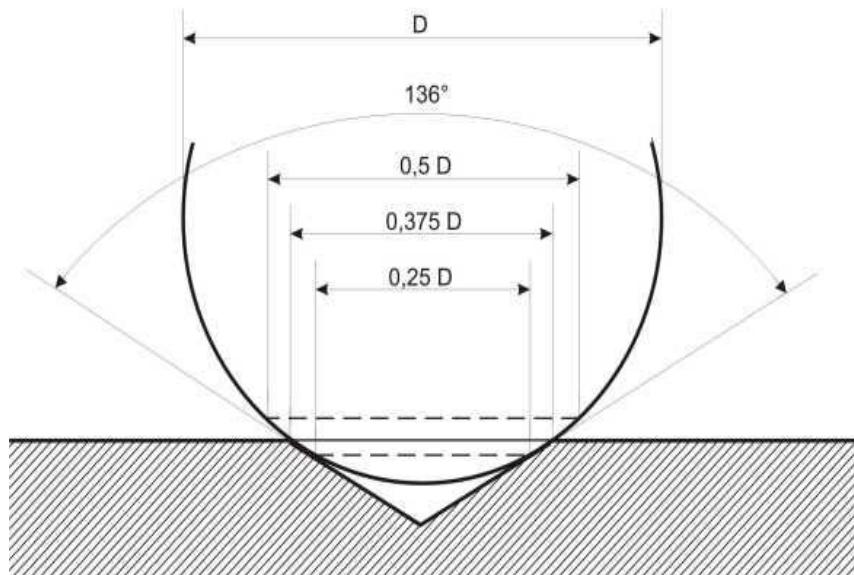
## 2. MJERENJE TVRDOĆE



Slika 2.7: Dijamantna piramida  
kao indentor za Vickers metodu



Slika 2.8: Otisak pri mjerenu tvrdoće  
po metodi Vickers [14]



Slika 2.9: Grafički prikaz izbora kuta 136° [12]

Po definiciji, tvrdoća po Vickersu približna je onoj Brinellovoj, a izračunava se izrazom:

$$HV = \text{Konstanta} \times \frac{\text{Ispitna sila}}{\text{Površina otiska}} \quad (2.4)$$

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

Konstanta je dobivena iz slijedećeg izraza:

$$\text{Konstanta} = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} \approx 0,102 \quad (2.5)$$

Tako matematički izraz za izračun vrijednosti Vickersove tvrdoće poprima slijedeći oblik:

$$HV = 0,102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (2.6)$$

gdje je  $F$ , N sila, a  $d$ , mm<sup>2</sup> srednja vrijednost dijagonale otiska (šuplje piramide) nakon rasterećenja.

Uobičajene vrijednosti sile kod Vickersove metode iznose od 49 do 980 N. No kod Vickersove metode koriste se i niža opterećenja (tablica 2.5). Ukoliko primjenjena sila utiskivanja iznosi od 1,96 do 49 N govori se o semimikrotvrdoći. Mjerjenje semimikrotvrdoće provodi se prvenstveno pri ispitivanju tvrdoće tankih uzoraka te tankih slojeva. Za mjerjenje tzv. mikrotvrdoće rabe se opterećenja niža od 1,96 N. Na taj način omogućeno je mjerjenje tvrdoća pojedinih faza, npr. kristalnih zrna u mikrostrukturi materijala.

Tablica 2.5: Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [15]

Konvencionalna tvrdoća <sup>1)</sup>		Semimikrotvrdoća		Mikrotvrdoća <sup>2)</sup>	
Oznaka	Ispitna sila $F$ , N	Oznaka	Ispitna sila $F$ , N	Oznaka	Ispitna sila $F$ , N
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,147
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

<sup>1)</sup> Ispitne sile >980,7 N smiju se primjenjivati  
<sup>2)</sup> Ispitne sile za mikro tvrdoću su preporučljive

Trajanje optrećivanja penetratora standardno iznosi od 10 -15 s, no za pojedine materijale može biti i duže.

Vickersova tvrdoća je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i sila optrećivanja, npr. 430 HV10, što znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 430 HV i da je dobivena utiskivanjem indentora silom od 10·9,81 N u trajanju od 10-15 s. Ukoliko je trajanje utiskivanja produljeno, navodi se također u oznaci (npr. 28 HV1/30 znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 28 HV, sila utiskivanja 1·9,81 N a trajanje utiskivanja 30 s. Minimalna debljina uzorka mnogo je manja nego kod Brinellove metode jer se primjenjuju niža opterećenja i u pravilu iznosi  $(1,2 - 1,5) \cdot d$  ( $d$  je dijagonala otiska). Kod Vickersove metode je potrebna brižljiva priprema mjerne površine koja, pogotovo za mjerjenje semimikro- i mikrotvrdoće, uključuje i poliranje uzorka. Također je zbog sitnog otiska za mjerjenje dijagonale potreban mjeri mikroskop.

### 2.2.2 Oprema za mjerjenje tvrdoće metodom Vickers

Osnovne komponente svakog tvrdomjera su mehanizam za ostvarivanje odgovarajuće sile opterećivanja i dio za mjerjenje duljine otiska ili dubine prodiranja indentora u ispitni uzorak. Prema ovomu, u dalnjem tekstu kao osnovne komponente tvrdomjera smatrat će se sustav za opterećivanje i sustav za mjerjenje koji su najčešće povezani u jedan sklop (tvrdomjer).

Glavni elementi sustava za opterećivanje su: postolje, mehanizam za opterećivanje i indentor. Sustavi za opterećivanje kod tvrdomjera po metodi Vickers prvenstveno se razlikuju po načinu ostvarivanja potrebnog opterećenja. Danas se najviše primjenjuju sustavi opterećivanja pomoću utega (bolje mjerne sposobnosti) ili pomoću deformacijskog tijela. Prema mehanizmu prijenosa opterećenja na indentor sustavi opterećivanja pomoću utega to ostvaruju na dva načina:

- ostvarivanje opterećenja direktnim dijelovanjem utega ili
- ostvarivanje opterećenja utezima preko polužnog sustava.

Sustavi opterećivanja pomoću odgovarajućeg deformacijskog tijela omogućuju izrade tvrdomjera manjih dimenzija i lakše povezivanje sa sustavima za direktno očitavanje veličine otiska. S obzirom na funkciju sustava za opterećivanje s jedne strane ih se može smatrati mjerilima sile odnosno preciznije rečeno davateljima točno određene vrijednosti sile (princip stabilnih etalona sile). Stoga slično kao i kod etalonskih mjerila sile, najbolje mjerne sposobnosti daju sustavi s direktnim opterećenjem pomoću utega a to znači da su njihove najbolje postizive mjerne nesigurnosti  $\leq 0,002\%$ .

Sustavi za očitanje mjere veličinu otiska ili dubinu prodiranja indentora ovisno o vrsti metode. Danas se najčešće primjenjuju različiti mjeri mikroskopi za sustave očitanja kod metoda koje mjeri veličinu otiska, dok kod metoda gdje se mjeri dubina prodiranja u primjeni su laserski mjerači, mjerne trake ili deformacijska tijela. Sustavi za očitanje veličine otiska za Vickers metodu su mjeri mikroskopi visoke rezolucije s mjerom nesigurnošću i od nekoliko nanometara ako se radi o mjerenjima mikrotvrdoće ili nanotvrdoće.

Za primarne etalone tvrdoće primjenjuju se sustavi opterećivanja koji opterećenje ostvaruju direktnim djelovanjem utega. Razlog tomu je što se tako može postići najmanja merna nesigurnost djelovanja sila opterećivanja. Na slici 2.10 je prikazan primarni etalon tvrdoće za Vickers, Brinell i Rockwell metodu u PTB-u, Njemačka.

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

---



Slika 2.10: Primarni etalon tvrdoće u PTB-u [12]

Kod referentnih etalona tvrdoće primjenjuju se podjednako oba sustava opterećivanja. Na slici 2.11 su prikazani referentni etalon sile s direktnim opterećivanjem pomoću uteza (a) i referentni etalon tvrdoće sa sustavom opterećivanja pomoću deformacijskog tijela (b).



Slika 2.11: Referentni etaloni tvrdoće

- sa sustavom opterećivanja direktno utezima (MPA NRW, Dortmund)
- sa sustavom opterećivanja pomoću deformacijskog tijela (Wolpert)

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

---

Tvrdomjeri u mjeriteljskim laboratorijima također koriste oba sustava opterećivanja (slika 2.12).



Slika 2.12: Tvrdomjeri u ispitnim mjeriteljskim laboratorijima

- pomoću deformacijskog tijela (Emco)
- pomoću utega (Zwick)

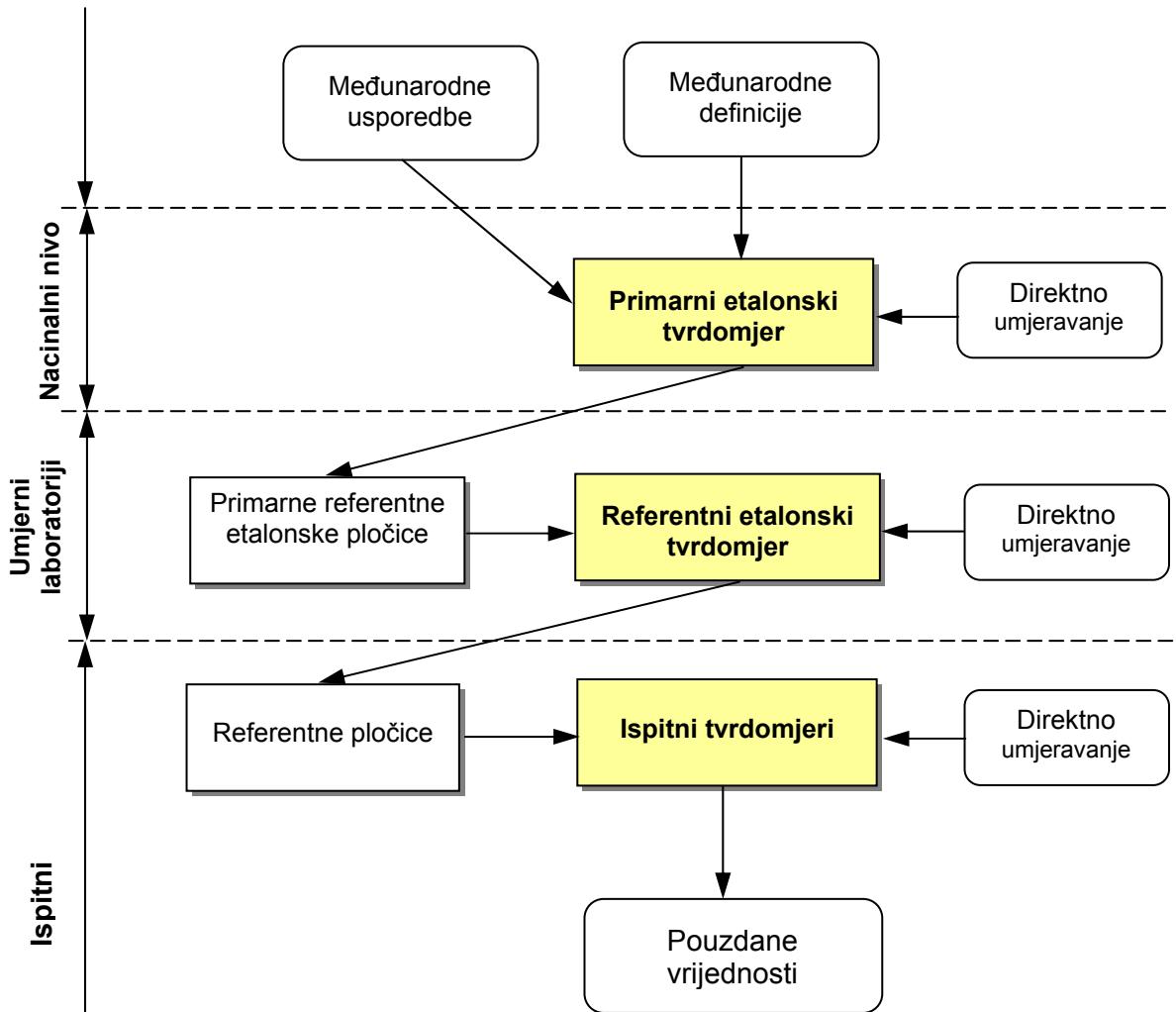
### 2.3 Sljedivost mjerjenja tvrdoće

Kao i kod svih drugih mjernih veličina povjerenje u rezultat mjerjenja tvrdoće može se postići jedino ostvarivanjem sljedivosti mjerjenja sve do primarnog etalona. Stoga umjeravanja i ispitivanja opreme za mjerjenje tvrdoće trebaju biti u skladu s nacionalnim mjeriteljskim normama.

Područje skala tvrdoće je zasnovano na tri osnovna elementa [16]:

- Definicija skale tvrdoće:** Opis mjerne metode, odgovarajuće tolerancije veličina koje su uključene i ograničavajući uvjeti okoline.
- Referentni uređaj za mjerjenje tvrdoće:** Metrološki uređaji, koji materijaliziraju definiciju skale tvrdoće. Treba razlikovati primarne etalone tvrdoće, koji utvrđuju najbolju moguću realizaciju definicije skale tvrdoće i referentne etalone tvrdoće, koji se koriste pri proizvodnji referentnih pločica tvrdoće.
- Referentna pločica tvrdoće:** Može se razlikovati između primarnih etalonskih pločica za tvrdoću - umjeravanih putem primarnih etalona i koje se koriste kada je zahtijevana najveća točnost, napr. za verifikaciju i umjeravanje referentnih etalona tvrdoće i referentnih pločica za tvrdoću - namijenjenih pretežno za verificiranje i umjeravanje industrijskih ispitnih tvrdomjera.

Na slici 2.13 je prikazana četveroslojna struktura metrološkog niza, potrebnog za definiciju i utvrđivanje opsega skale tvrdoće.



Slika 2.13: Mjerna sljedivost za mjernu veličinu tvrdoća [16]

Treba uočiti, da se na svakom stupnju traži direktna i indirektna metoda umjeravanja. Direktna metoda umjeravanja daje moguće reference za masu, duljinu i trenutne nacionalne standarde, te ispituje sukladnost tolerancija koje zahtijeva definicija skale. Indirektna metoda umjeravanja zahtijeva se zato što cijeli niz čimbenika, koji još do sada nisu potpuno definirani (napr. ponašanje i veza pomak - vrijeme tijekom utiskivanja, nepravilnosti oblika i mehaničke karakteristike indentora), nije moguće procijeniti direktnom metodom umjeravanja. Usporedbe, kao što su međunarodne usporedbe za primarne etalonske uređaje, usporedbe sa standardnim etalonskim pločicama primarne tvrdoće za referentne etalonske uređaje i napokon usporebe s referentnim pločicama za ispitne tvrdomjere, uzimaju se u obzir kao indirektna metoda umjeravanja. Direktna i indirektna metoda umjeravanja daju, kao što je to prije pokazano, različite doprinose mjerenoj nesigurnosti tako da se mogu dobiti različiti izrazi za mjerenu nesigurnost s različitim značenjima. Stoga nesigurnosti kod mjerene veličine tvrdoća mogu se podijeliti na [17]:

- Nesigurnost definicije skale, koju uzrokuju prihvaćene tolerancije i nedostatak definicije nekih utjecajnih čimbenika.

- b) Nesigurnost nominalne materijalizacije definicije skale, koju uzrokuje nesigurnost čimbenika definiranih kod definicije skale (uzima se u obzir kod direktnog umjeravanja).
- c) Nesigurnost učinkovite materijalizacije definicije skale, koju uzrokuju čimbenici, koji nisu definirani definicijom skale (uzima se u obzir kod indirektnog umjeravanja).

Treba primijetiti da je a) inherentan samoj definiciji, te ga uvijek treba kombinirati s doprinosima navedenim pod b) i c), koji se djelomično preklapaju, tako da se može uzeti maksimalna vrijednost dviju različitih procjena.

Prema slici 2.13 metrološki niz započinje na međunarodnoj razini i koristi međunarodne definicije različitih skala tvrdoće i služi za međunarodne usporedbe. No ne postoji međunarodni standard za ovaj prvi korak u materijalizaciji skala tvrdoće što je jedan od najvećih problema ostvarivanja sljedivosti. S druge strane zbog malog broja primarnih etalona tvrdoće jedini način očuvanja skale tvrdoće je kroz međunarodne usporedbe. Rad ovih etalona regulira se internim postupcima za primarne etalone i naravno, propisima za međunarodnu usporedbu [18 i 19]. Naravno, da direktno umjeravanje i provjeru ovih uređaja treba obavljati uz najveću moguću točnost. Određeni broj primarnih etalonskih tvrdomjera na nacionalnoj razini "proizvodi" primarne etalonske pločice tvrdoće za umjeravanje na razini laboratorija. To ne odgovara četveroslojnoj strukturi sa slike 2.13, no za to postoje i dobri razlozi. U metrologiji tvrdoće, u mnogo slučajeva se ne može primjeniti klasično pravilo "procjene od oka" – naime, da referentni etalon treba biti za red veličine bolji ili u najmanju ruku za faktor 3 bolji od uređaja kojeg kontrolira. Razlika u mjernoj nesigurnosti između nacionalne razine i korisničke je dovoljno malena, a svaki prijelaz s jedne razine na drugu doprinosi ukupnoj mjernoj nesigurnosti, zbog toga ova četveroslojna hijerarhija može dovesti do prevelikih mjernih nesigurnosti za pouzdane vrijednosti tvrdoće na korisničkoj razini. Većina metroloških problema pri usporedbi tvrdoće, kao što su prenošenje pogreške i mogućnost praćenja prema normama, proističe iz ove činjenice.

Na razini umjernih laboratorijskih koriste se referentni etaloni tvrdoće, koji se umjeravaju direktnom i indirektnom metodom pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoće. Ti uređaji se zatim koriste za umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće koje se koriste na razini korisnika za umjeravanje industrijskih tvrdomjera nakon što su isti bili umjeravani direktnom metodom.

Glavni zahtjevi na etalonske pločice tvrdoće su stabilnost tijekom vremena i jednoobraznost ispitne površine pločice.

### 2.4 Postupak umjeravanja tvrdomjera

Stabilnost skale tvrdoće se u osnovi potvrđuje ovim postupkom za umjeravanje i to u dva koraka:

- a) Direktna metoda umjeravanja - osigurava da tvrdomjeri funkciraju pravilno, shodno definiciji tvrdoće i uzimajući u obzir odgovarajuće parametre.
- b) Indirektna metoda umjeravanja s etalonskim pločicama tvrdoće - obuhvaća provjeru karakteristika tvrdomjera kao cjeline.

#### 2.4.1 Direktna metoda umjeravanja

Ovdje će biti prikazan postupak umjeravanja samo primarnih i referentnih etalonskih tvrdomjera, te koje zahtjeve oni moraju ispunjavati sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 [20]. Razlog tomu je što su ti zahtjevi različiti u odnosu na ispitne tvrdomjere a ova doktorska radnja prvenstveno se odnosi na primarne i referentne etalone tvrdoće.

Provođenje umjeravanja, bez obzira da li se radi o etalonskom ili ispitnom tvrdomjeru, mora imati vezu s međunarodnim sustavom jedinica (SI). Direktna metoda se provodi u temperaturnom intervalu  $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  a ako to nije, onda se to mora posebno naglasiti te provesti procjenu utjecaja temperature na sve parametre.

Direktna metoda umjeravanja se sastoji od:

- a) provjere sila opterećivanja,
- b) provjere dijamantnog indentora,
- c) provjere sustava za očitanje veličine otiska,
- d) provjere ispitnog ciklusa.

##### 2.4.1.1 Provjera sila opterećivanja

Provjera sila opterećivanja provodi se, kad je god to moguće, u tri različita položaja sustava za opterećivanje. Provjera mora biti provedena pomoću uređaja za provjeru sile koji mora ispunjavati kriterije klase 0,5 prema normi HRN EN ISO 376 [21]. Ako se koristi neki drugi postupak njegova mjerna nesigurnost mora biti najmanje jednaka onom ostvarenom s uređajem klase 0,5. Svaka izmjerena sila ne smije prokoračiti dozvoljene vrijednosti od nazivne sile:

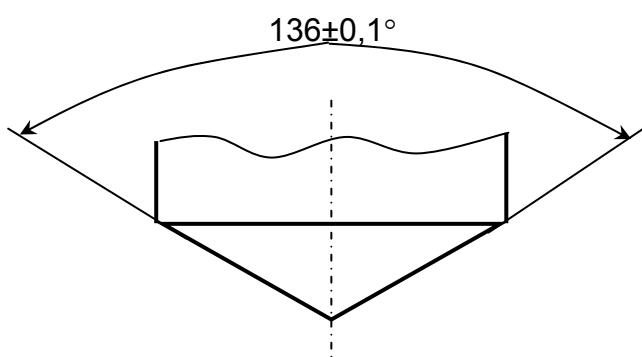
- a) za konvencionalnu i semimikro tvrdoću  $\pm 0,1\%$ ,
- b) za mikrotvrdoću  $\pm 0,5\%$ .

Za svaku silu i za svaki položaj sustava za opterećivanje potrebno je provesti niz od barem tri mjerenja.

#### 2.4.1.2 Provjera dijamantnog indentora

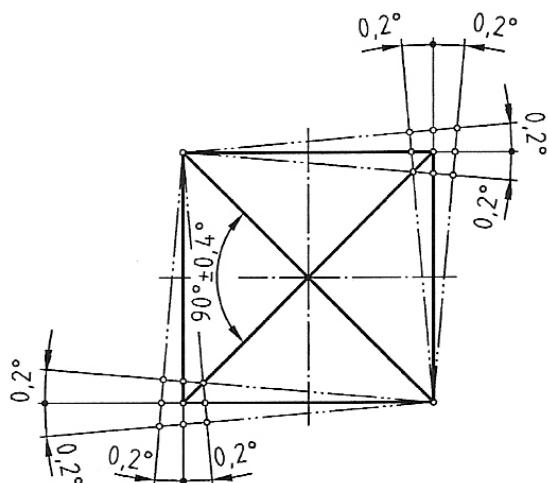
Provjera dijamantnog indentora provodi se kroz:

- Provjeru površina četverostrane piramide, koje moraju biti polirane i ne smiju na sebi imati nikakve pogrešake ili oštećenja. Sve četiri površine stranica dijamantne piramide moraju biti tako polirane i slobodne od površinskih grešaka da odstupanje ravnoće ne smije prekoračiti vrijednost  $0,000\text{3 mm}$ .
- Provjeru kuteva:
  - kut između nasuprotno položenih površina mora biti  $136\pm0,1^\circ$  (slika 2.14)



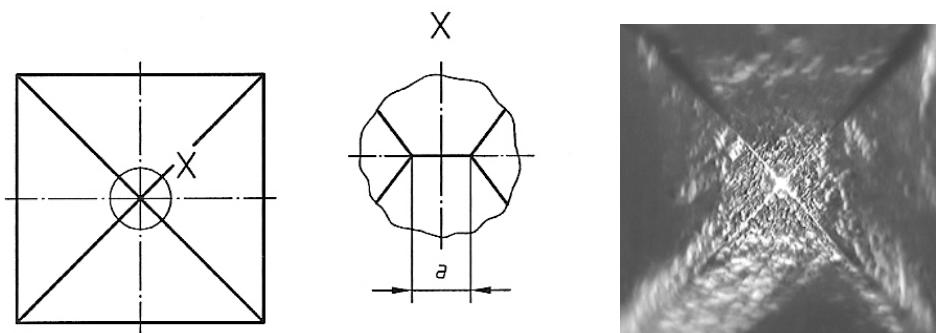
Slika 2.14: Dozvoljena odstupanja kuta nasuprotno ležećih stranica piramide

- kut između osi dijamantne piramide i osi držača indentora (okomito na referentnu površinu) mora biti unutar  $0,3^\circ$ .
- osnovne stranice piramide međusobno moraju zatvarati kut od  $90^\circ$  a odstupanje tog kuta ne smije biti veće od  $\pm 0,2^\circ$  (slika 2.15).



Slika 2.15: Dozvoljena odstupanja površina piramide od kvadratnog oblika [20]

- c) Provjeru vrha - sve četiri stranice piramide na vrhu moraju završiti u jednoj točki. Zbog specifičnosti izrade dijamantnih piramida, ovaj zahtjev će biti zadovoljen ako se dvije nasuprotno ležeće stranice sijeku te tako nastaje brid (slika 2.16). Dužina brida ne smije prijeći određene dimezije koje su navedene u tablici 2.6. Vrh dijamantne piramide mora se provjeriti pomoću interferencijskog ili visokorazlučivog mjernog mikroskopa.



Slika 2.16: Vrh dijamantne piramide

Tablica 2.6: Dozvoljene dužine brida na vrhu dijamantne piramide [20]

Sila opterećivanja, N	Maksimalno dozvoljena dužina brida, mm
$F \geq 49,03$	0,001
$1,961 \leq F < 49,03$	0,000 5
$0,098 \leq F < 1,961$	0,000 25

#### 2.4.1.3 Provjera sustava za očitanje veličine otiska

Provjera ovog sustava provodi se s obzirom na mogućnosti očitanja na mjernoj skali i određuje se prema veličini mjerena najmanjeg otiska. Skala mjernog uređaja mora biti tako podijeljena da omogućuje mjerena dijagonala prema zahtjevima koji su navedeni u tablici 2.7.

Tablica 2.7: Rezolucija sustava za očitanje i dozvoljena odstupanja [20]

Duljina dijagonale $d$ , mm	Rezolucija mjernog uređaja	Maksimalno dozvoljeno odstupanje
$d \leq 0,040$	0,000 1 mm	0,000 2 mm
$0,040 < d \leq 0,200$	0,25 % od $d$	0,5 % od $d$
$d > 0,200$	0,000 5 mm	0,000 1 mm

Mjerni uređaj mora biti provjeren u najmanje pet točaka ravnomjerno raspodijeljenih po cijelom mjernom području. Ova provjera se najčešće provodi pomoću objektmikrometra.

#### 2.4.1.4 Provjera ispitnog ciklusa

Sustav za opterećivanje mora osigurati da vrijeme od početka djelovanja sile opterećivanja pa do postignuća odgovarajuće vrijednosti bude u granicama danim u tablici 2.8. Isto tako vrijedi i za brzinu približavanja indentora ispitnoj površini.

Tablica 2.8: Zahtjevi na ispitni ciklus [20]

Područje sile $F$ , N	Vrijeme opterećivanja, s	Brzina približavanja indentora ispitnoj površini, mm/s
$F \geq 49,03$	$\leq 10$	0,05 do 0,2
$1,961 \leq F < 49,03$	$\leq 10$	0,05 do 0,2
$0,098 \leq F < 1,961$	6 do 8	0,05 do 1

Trajanje opterećivanja iznosi 13 do 15 s a provjera ispitnog ciklusa provodi se s tolerancijom od  $\pm 1$  s.

#### 2.4.2 Indirektna metoda umjeravanja

Indirektna metoda umjeravanja se provodi pomoću etalonskih pločica tvrdoće u temperaturnom intervalu  $23 \pm 5$  °C sukladno normi DIN EN ISO 6507-2 [22]. Etalonske pločice moraju biti umjerene sukladno normi HRN EN ISO 6507-3. Ukoliko temperatura nije unutar granica kako je navedeno, onda je to potrebno posebno naglasiti i procjeniti utjecaj temperature na ostale parametre. Etalonski tvrdomjer mora biti umjeren ovom metodom za sve sile opterećivanja koje se primjenjuju ili ako se ne upotrebljavaju sve onda najmanje dvije. Za svaku silu opterećivanja moraju biti upotrijebljene najmanje dvije različite etalonske pločice iz slijedećih različitih područja:

- $\leq 225$  HV
- 400 HV do 600 HV
- $> 700$  HV

Na svakoj etalonskoj pločici potrebno je provesti niz od pet mjeranja koja se provode u skladu s normom HRN EN ISO 6507-1. Za svako mjerjenje dobije se srednja vrijednost izmjerenih dviju dijagonala otiska a na kraju se dobije niz mjernih rezultata  $d_1; d_2; d_3; d_4; d_5$  poredan po rastućem iznosu. Na temelju toga se računa srednja vrijednost prema izrazu:

$$\bar{d} = \frac{d_1 + d_2 + \dots + d_5}{5} \quad (2.7)$$

Ponovljivost tvrdomjera  $r$  računa se prema izrazu:

$$r = d_5 - d_1 \quad (2.8)$$

Vrijednost tvrdoće za svako mjerjenje dobije se uvrštavanjem izmjerene vrijednosti dijagonale otiska u izraz 2.6.

## 2. MJERENJE TVRDOĆE

Odstupanje pokazivanja tvrdomjera  $E$  računa se prema izrazu:

$$E = \bar{H} - H_c \quad (2.9)$$

gdje je

$$\bar{H} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_5}{5} \quad (2.10)$$

a vrijednosti  $H_1, H_2, \dots, H_5$  su vrijednosti tvrdoće koje odgovaraju srednjim vrijednostima dijagonala  $d_1, d_2, \dots, d_5$ .  $H_c$  je vrijednost tvrdoće referentne pločice.

Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih tvrdomjera opisan je u poglavlju 4.

### 2.5 Postupak umjeravanja etalonskih pločica

Etalonske pločice tvrdoće moraju svojom izradom ispunjavati određene zahtjeve na ravnoću, planparalelnost i hrapavost sukladno normi HRN EN ISO 6507-3 [20]. Umjeravanje etalonskih pločica provodi se na primarnom ili referentnom etalonskom tvrdomjeru ovisno u koje svrhe će pločica biti upotrijebljena. Na pločici treba biti provedeno pet mjerjenja a srednja vrijednost izmjerenih rezultata se računa prema izrazu 2.7. Vrijednost tvrdoće za svako mjerjenje dobije se uvrštavanjem izmjerene vrijednosti dijagonale otiska u izraz 2.6.

Širina rasipanja rezultata mjerjenja  $U_{rel}$  računa se prema izrazu:

$$U_{rel} = \frac{100 \times (d_5 - d_1)}{\bar{d}} [\%] \quad (2.11)$$

Maksimalna dozvoljena širina rasipanja definirana je normom DIN EN ISO 6507-3 a prikazana su u tablici 2.9.

Tablica 2.9: Maksimalno dozvoljeno rasipanje vrijednosti umjeravanja etalonske pločice [20]

Tvrdoća referentne pločice	Maksimalna dozvoljena širina rasipanja %		
	< HV 0,2	HV 0,2 ≤ HV 5	HV 05 do HV 100
≤ 225 HV <sup>a</sup>	4,0 ili 0,001 mm <sup>b</sup>	3,0	2,0
> 225 HV		2,0	1,0

<sup>a</sup> za tvrdoće <150 HV maksimalno dozvoljena ponovljivost je 8% ili 0,001 mm (dozvoljena je veća vrijednost)  
<sup>b</sup> dozvoljena je veća vrijednost

Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica opisan je u poglavlju 4.

### 3. MJERNA NESIGURNOST I SLJEDIVOST MJERENJA

#### 3.1 Opće značenje mjerne nesigurnosti

Svrha svakog mjerjenja je određivanje vrijednosti mjerene veličine, tj. vrijednosti posebne veličine koju treba mjeriti. Mjerjenje počinje s odgovarajućom specifikacijom:

- mjerne veličine,
- mjerne metode i
- mjernog postupka.

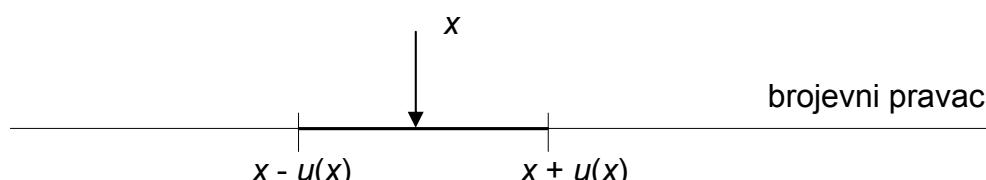
Općenito, mjerni je rezultat samo približenje ili procjena vrijednosti mjerene veličine, te je potpun samo onda kad ga prati iskaz o nesigurnosti te procjene [2]. Nesigurnost mjerenog rezultata odražava pomanjkanje točnog znanja vrijednosti mjerene veličine. Mjerni rezultat je i nakon ispravaka utvrđenih sustavnih djelovanja, zbog nesigurnosti koja potječe od slučajnih djelovanja i zbog nesavršenosti ispravaka rezultata u sustavnih djelovanja, još uvijek samo procjena vrijednosti mjerene veličine. Mjerni rezultat može nakon ispravaka biti neodredivo blizu "istinite" vrijednosti, ali može biti i daleko, pa prema tome se ne smije nesigurnost mjernog rezultata proglašiti preostalom nepoznatom pogreškom. Pod "istinitom" vrijednošću se smatra vrijednost sukladna definiciji određene posebne veličine koja bi se dobila savršenim mjerjenjem, a po prirodi je neodrediva [2].

Prema ovomu *mjernu nesigurnost* bi se mogla *definirati kao parametar pridružen rezultatu nekog mjerjenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno moglo pripisati mjerenoj veličini* [2].

Izraz mjerna nesigurnost usko je povezan s točnošću mjerjenja. Dok je nesigurnost kvantitativni parametar mjerjenja, točnost mjerjenja koristi se u kvalitativnom smislu i općenito opisuje bliskost slaganja mjernog rezultata s pravom vrijednošću mjerene veličine. Od dva mjerena iste veličine točnije je ono kojemu je pridružena manja mjerna nesigurnost. Isto tako potrebno je razlikovati izraz pogreška od izraza nesigurnost. Po definiciji pogreška mjerena je mjerni rezultat umanjen za pravu vrijednost mjerene veličine. Iz ovog je vidljivo da se mjernu nesigurnost može opisati kao mjerom moguće pogreške rezultata [2].

Jedan od primarnih problema u mjeriteljstvu jest kako procijeniti mjernu nesigurnost rezultata mjerjenja. Tradicionalne metode procijene mjerne nesigurnosti temeljile su se na iskustvu i ugledu osobe koja je provodila mjerjenje. Posljednjih su godina širom svijeta uloženi ogromni napor s ciljem iznalaženja matematičkih modela i općih pravila za proračun i iskazivanje mjerne nesigurnosti. Tako je 1993 godine skupina stručnjaka iz međunarodnih organizacija s područja mjeriteljstva (ISO, IEC, BIPM, OIML, IUPAP, IUPAC, IFCC), u skladu sa zahtjevima od strane CIPM-a, izradila Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement [2].. Prihvaćanjem međunarodnog dogovora za iskazivanje mjerne nesigurnosti omogućeno je nedvosmisленo iskazivanje i usporedba mjerne rezultata dobivenih u različitim institutima, mjeriteljskim i ispitnim laboratorijima. U skladu s GUM-om, godine 1999. europska organizacija European co-operation for Accreditation (EA) izdaje dokument EA-4/02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration [23]. Dok je GUM utemeljio opća pravila za proračun i iskazivanje mjerne nesigurnosti sa svrhom da budu primjenjiva na širokom spektru mjerjenja, EA dokument koncentrirao se na metode koje se koriste u umjernim laboratorijima, te nedvosmisleno opisao i uskladio način proračuna i iskazivanja nesigurnosti rezultata mjerjenja prema GUM-u.

Nesigurnost se iskazuje statistički određenim područjem ili intervalom u kojem se s navedenom vjerojatnošću (razinom povjerenja) očekuje da leži vrijednost mjerene veličine. U statistici se takav odsječak naziva intervalom povjerenja (također se naziva i područjem mjerne nesigurnosti). Te se granice intervala povjerenja oko procjene  $x$  (mjerne veličine  $X$ ) izražavaju kao  $x \pm u(x)$ ; veličina  $u(x)$  ovisi o slučajnoj promjenljivosti mjerjenja, nepoznatim sustavnim djelovanjima i razini povjerenja. Kako bi izgledao interval povjerenja na brojevnom pravcu prikazano je na slici 3.1.

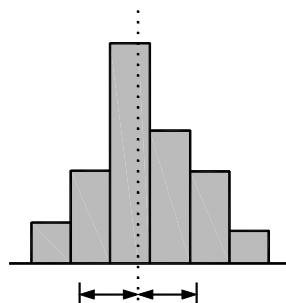


Slika 3.1 – Prikaz intervala nesigurnosti procjene mjerene veličine

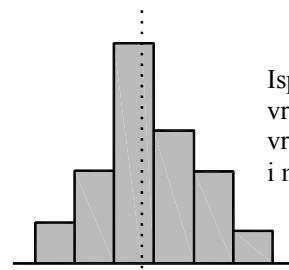
Procjena mjerne nesigurnosti temelji se na procjenama iz nepoznatih razdoba vjerojatnosti koje su određene pomoću ponovljenih, odnosno obnovljenih mjerena ili iz subjektivnih ili apriornih razdoba koje se temelje na sveukupnim raspoloživim podacima, uključujući ispravke zbog utvrđenih sustavnih djelovanja zajedno s njihovim standardnim nesigurnostima. Grafički to izgleda kao što je prikazano na slici 3.2.

Pojmovi koji se temelje na mjerljivim veličinama

Neispravljena aritmetička sredina  
rezultata mjerjenja



Ispravljena aritmetička sredina  
rezultata mjerjenja



Ispravljena srednja  
vrijednost procijenjena je  
vrijednost mjerene veličine  
i mjernog rezultata

Standardna nesigurnost  
neispravljene srednje  
vrijednosti nastala zbog  
sustavnih djelovanja  
rasipanja mjerjenjem  
dobivenih vrijednosti (zbog  
ilustrativnosti ovdje je  
prikazana kao interval)

Ispravak zbog svih utvrđenih  
sustavnih djelovanja

Sastavljena standardna  
nesigurnost ispravljene  
srednje vrijednosti.  
Ona obuhvaća nesigurnost  
neispravljene srednje  
vrijednosti nastalu zbog  
rasipanja mjerjenjem  
dobivenih vrijednosti i  
nesigurnosti primjenjenog  
ispravka

Idealni pojmovi koji se temelje na neodredivim veličinama

Nepoznata razdioba  
(ovdje se prepostavlja  
da je približno  
normalna razdioba)  
cijele populacije  
mogućih neispravljenih  
rezultata mjerjenja

Srednja vrijednost  
nepoznate populacije  
(očekivanja) s nepoznatim  
standardnim odstupanjem  
(prikazanim tamnjim  
osjenčanjem)

Nepoznata  
"slučajna" pogreška  
neispravljene srednje  
vrijednosti rezultata  
mjerjenja

Nepoznata razdioba  
cjelokupne populacije  
mogućih ispravljenih  
rezultata mjerjenja

Nepoznata pogreška nastala  
zbog svih utvrđenih sustavnih  
djelovanja

Nepoznata pogreška  
ispravljene srednje  
vrijednosti nastala zbog  
nepoznate "slučajne"  
pogreške neispravljene  
srednje vrijednosti i  
nepoznate pogreške  
primjenjenog ispravka

Preostala nepoznata  
pogreška ispravljene  
srednje vrijednosti nastala  
zbog neutvrđenih sustavnih  
djelovanja

*Nepoznata  
VRIJEDNOST  
MJERNE VELIČINE*

Slika 3.2 – Grafički prikaz vrijednosti, pogreške i nesigurnosti [2]

#### 3.1.1 Izvori mjerne nesigurnosti

Pojave koje doprinose mjernoj nesigurnosti i prema tomu činjenici da se mjerni rezultat ne može opisati jednom vrijednošću nazivaju se izvorima nesigurnosti. U praksi postoje mnogi mogući izvori mjerne nesigurnosti. Najčešći od tih izvora su [24]:

- nepotpuno određenje mjerene veličine,
- nesavršeno ostvarenje određenja mjerene veličine,
- nesavršenost uzorkovanja (mjereni uzorak može ne prikazivati definiranu mjerenu vrijednost),
- neodgovarajuće poznavanje djelovanja okolnih uvjeta na mjerni postupak ili nesavršeno mjerjenje okolnih uvjeta,
- osobna pristranost motritelja (očitanje analognog mjerila),
- razlučivanje mjerila ili prag pokretljivosti,
- vrijednosti pridružene mjernom etalonu,
- vrijednosti stalnica i drugih parametara dobivene iz vanjskih izvora koje se upotrebljavaju u algoritmima za obradbu podataka,
- približenja i pretpostavke ugrađene u mjernu metodu i mjerni postupak te
- promjene opetovanih opažanja mjerene veličine pod očigledno istovjetnim uvjetima.

#### 3.2 Proračun i procjena mjerne nesigurnosti

##### 3.2.1 Opći prikaz [2]

Proračun i procjena mjerne nesigurnosti rezultata mjerjenja u ovom radu temelji se na ISO: "Guide to the expression of uncertainty in measurement". Ove upute daju samo smjernice pri proračunu i procjeni mjerne nesigurnosti te se na njih još nadopunjavaju kritička mišljenja, intelektualno poštenje i profesionalna uvježbanost. Prema tome kvaliteta i upotrebljivost iskazane mjerne nesigurnosti mjernog rezultata konačno ovisi o razumijevanju, kritičkoj analizi i poštenju onih koji doprinose određenju njezine vrijednosti.

Najbolja metoda za proračun i izražavanje mjerne nesigurnosti mjernog rezultata trebala bi biti sveobuhvatna, odnosno trebala bi biti primjenljiva na sve vrste mjerjenja i sve vrste ulaznih podataka koji se upotrebljavaju pri mjerjenju. Stvarna veličina koja se upotrebljava za izražavanje nesigurnosti mora biti:

- **unutarnje povezana**: izravno izvediva iz sastavnica koje joj doprinose i neovisna o tome kako su te sastavnice svrstane u skupine,
- **prenosiva**: mogućnost izravne uporabe mjerne nesigurnosti proračunate za jedan rezultat kao sastavnice u proračunu mjerne nesigurnosti drugog mjerjenja u kojem se upotrebljava taj prvi rezultat.

Prema ovim uputama mjerena nesigurnost općenito se sastoje od više sastavnica. Sastavnice se prema načinu na koji se određuju njihove brojčane vrijednosti trebaju razvrstavati u dva razreda:

- **sastavnice A-vrste** – izračunavaju se statističkim metodama i

- **sastavnice B-vrste** - izračunavaju se na neki drugi način.

Svaki iscrpan izvještaj o nesigurnosti treba sadržavati potpun popis tih sastavnica navodeći za svaku sastavnicu metodu upotrijebljenu za njezino određivanje.

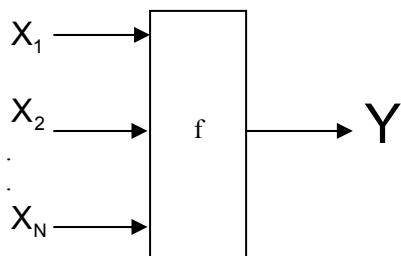
Prema uputama mjerna nesigurnost se može iskazati kao:

- standardna nesigurnost;
- sastavljena standardna nesigurnost;
- proširena nesigurnost.

Standardna nesigurnost je nesigurnost mjernog rezultata izražena standardnim odstupanjem (devijacijom). Sastavljena standardna nesigurnost je standardna nesigurnost mjernog rezultata kad se taj rezultat dobije iz vrijednosti nekoliko drugih veličina. Proširena nesigurnost je veličina kojom se određuje raspon mjernog rezultata za koji se očekuje da obuhvaća značajnu širinu razdiobe vrijednosti koje se smiju pripisati mjernej veličini.

Mjerna nesigurnost uobičajeno se procjenjuje iz matematičkog modela mjerjenja i zakona rasprostiranja nesigurnosti. Stupanj razvijenosti matematičkog modela ovisi o potrebnoj točnosti mjerjenja. U većini slučajeva mjerena veličina  $Y$  ne mjeri se izravno, nego se određuje iz ulaznih veličina  $X_i$  ( $i=1,2,3,\dots,N$ ) na temelju funkcionskog odnosa (izraz 3.1) koji predstavlja osnovni matematički model za potpuno određenje mjerene veličine (slika 3.3).

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (3.1)$$



Slika 3.3: Skalarni odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine

Ulagane veličine  $X_1, X_2, \dots, X_N$  o kojima ovisi izlazna veličina  $Y$  mogu se same promatrati kao mjerene veličine i mogu same ovisiti o drugim veličinama, uključujući ispravke i faktore ispravka zbog sustavnih djelovanja dovodeći tako do složenog funkcionskog odnosa koji se ne mora uvijek moći eksplicitno napisati (slika 3.4).

$$\begin{array}{ccc}
 f_1(X_1, X_2, \dots, X_N) & \longrightarrow & Y_1 \\
 f_2(X_1, X_2, \dots, X_N) & \longrightarrow & Y_2 \\
 \vdots & & \vdots \\
 f_N(X_1, X_2, \dots, X_N) & \longrightarrow & Y_M \\
 & & \longrightarrow Y
 \end{array}$$

Slika 3.4: Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine

Procjena mjerene veličine  $Y$ , koja se označuje s  $y$ , dobije se iz jednadžbe (3.1) uporabom procjena ulaznih veličina  $x_i$  za vrijednosti ulaznih veličina  $X_i$ . Prema tome, procjena izlazne veličine  $y$  tog mjernog rezultata daje se izrazom:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (3.2)$$

U nekim slučajevima ta procjena se uzima kao aritmetička sredina ili prosjek  $n$  neovisnih određivanja  $Y_j$  veličine  $Y$ .

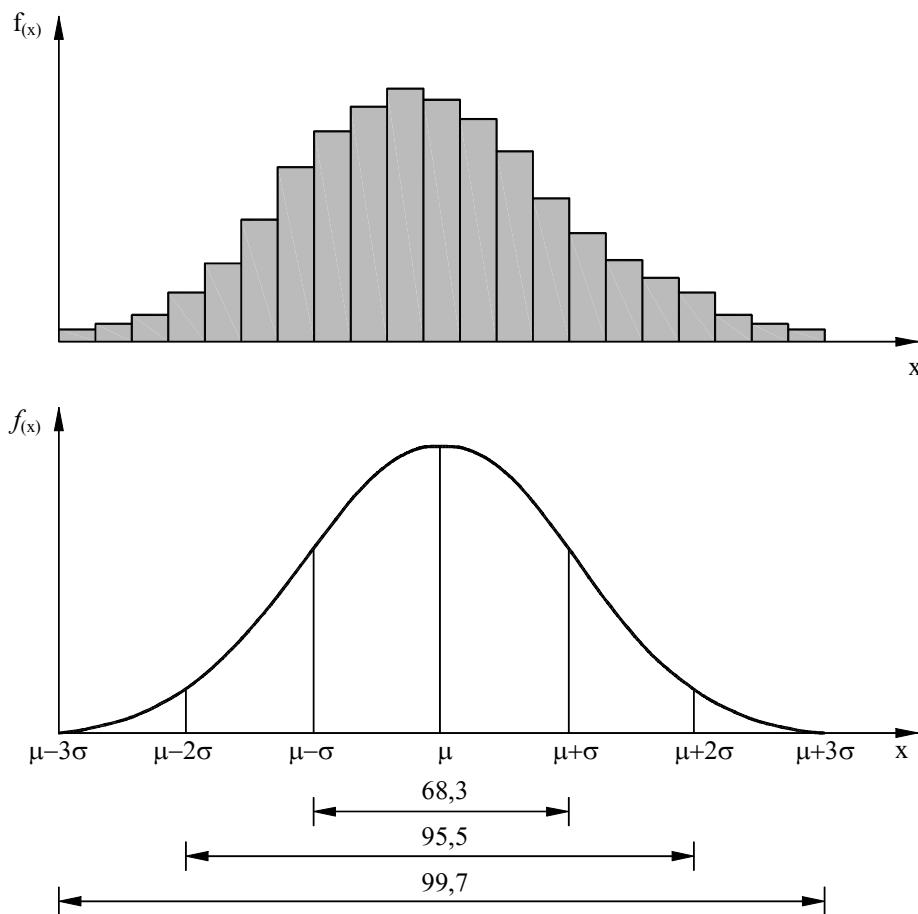
$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \bar{Y}_j = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n f(X_{1,j}, X_{2,j}, \dots, X_{n,j}) \quad (3.3)$$

Procijenjeno standardno odstupanje pridruženo procjeni izlazne veličine ili mjernog rezultata  $y$  određuje se iz procijenjenog standardnog odstupanja pridruženog procjeni ulazne veličine  $x_i$ . Svaka procjena ulazne veličine  $x_i$  i njezina pridružena standardna nesigurnost  $u(x_i)$  dobivaju se iz razdiobe mogućih vrijednosti ulazne veličine. Ta razdioba vjerojatnosti može se temeljiti na frekvenciji, tj. na nizu mjerena veličine  $X_i$  ili to može biti kakva apriorna razdioba. Varijanca razdiobe ili pozitivni drugi korijen varijance su mjera rasipanja vrijednosti slučajne varijable.

### 3.2.1.1 Statistički temelj za proračun mjerne nesigurnosti

Dobro je poznato da se pri ponavljanju mjerena jedne te iste mjerene veličine, koja se provode istim mjernim uređajem i s istom pozornošću, nikada ne dobiju isti rezultati. Čak i ako se posebnim ispitivanjem i provjerom mjerne metode isključi mogućnost postojanja sustavnih djelovanja, na mjerena će ipak utjecati mnogobrojni čimbenici koje nije moguće nadzirati i koji se mijenjaju od jednog do drugog mjerena. Iako rezultat svakog pojedinačnog mjerena zbog ovih čimbenika nije moguće unaprijed predskazati, ti rezultati se podvrgavaju nekoj zakonomjernosti. Ta zakonomjernost se opisuje poznatom normalnom krivuljom razdiobe (slika 3.5), a njezin oblik ovisi o vrijednostima parametra srednje vrijednosti  $\mu$  i standardnog odstupanja  $\sigma$ . Ovo je praktično potvrđeno ogromnim mjeriteljskim iskustvom, a teoretsko opravdanje za ovo dano je uporabom srednjeg graničnog teorema [2].

Pri provođenju opetovanih mjerena iste mjerene veličine u uvjetima ponovljivosti i uz isključena sustavna djelovanja mjeri će se rezultati gomilati oko središnje vrijednosti  $\mu$ , kojoj odgovara nepoznata istinita vrijednost mjerene veličine. Kako je još prije bilo navedeno da istinita vrijednost predstavlja vrijednost koja bi se dobila savršenim mjerenjem, onda se ona za normalnu razdiobu poistovjećuje s vrijednošću parametra  $\mu$  razdiobe, koji se prema zakonu velikih brojeva najbolje aproksimira srednjom vrijednošću mjernih rezultata. Točnu vrijednost mjerene veličine kao slučajne veličine općenito nije moguće odrediti, nego se određuje interval u kojemu se s velikom vjerojatnošću očekuje da će se gomilati mjeri rezultati. Zato se kod proračuna mjerne nesigurnosti koristi dobro razrađena teorija statističkih intervalnih procjena.



Slika 3.5: Normalna razdioba mjerenih vrijednosti [25]

### 3.2.2 Proračun standardne nesigurnosti procjene ulazne veličine

#### 3.2.2.1 Proračun standardne nesigurnosti A-vrste [2]

Primjenom središnjeg graničnog teorema dokazano je da razdioba vjerojatnosti aritmetičke sredine  $\bar{q}$  dobivene iz  $n$  opažanja  $q_j$  slučajne varijable  $q$  s očekivanjem  $\mu_q$  i konačnim standardnim odstupanjem  $\sigma$  kad  $n \rightarrow \infty$  približuje normalnoj razdiobi sa srednjom vrijednošću  $\mu_q$  i standardnim odstupanjem  $\sigma/n^{1/2}$ , bez obzira kakva bila razdioba vjerojatnosti veličine  $q$ . No, kako parametri  $\mu_q$  i  $\sigma$  nisu poznati oni se mogu procijeniti samo iz podataka dobivenih eksperimentom, odnosno iz srednje vrijednosti i eksperimentalnog standardnog odstupanja.

Prema tome, u većini slučajeva, najbolja raspoloživa procjena očekivanja ili očekivane vrijednosti  $\mu_q$  veličine  $q$ , koja se mijenja na slučajan način i za koju je u istim mjernim uvjetima dobiveno  $n$  neovisnih mjerena  $q_j$ , je aritmetička sredina ili srednja vrijednost  $\bar{q}$  tih  $n$  mjerena. Izraz za računanje srednje vrijednosti je slijedeći:

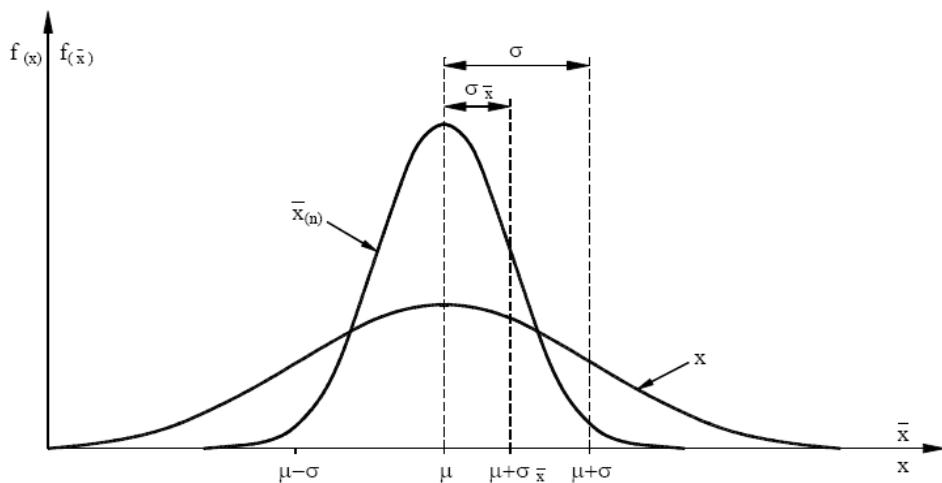
$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad (3.4)$$

Ukoliko su mjerena izvedena u više mjernih nizova sa po  $n_1=n_2=\dots=n_i\dots=n_p$  ponovljenih mjerena, aritmetička sredina svih mjerena jednaka je:

$$\bar{q} = \frac{1}{p} \sum_{l=1}^p \bar{q} \quad (3.5)$$

gdje je  $p$  - broj mjernih nizova.

Koje su razlike između razdiobe pojedinačnih očitanja i razdiobe aritmetičkih sredina od  $n$  očitanja najbolje su vidljive na slici 3.6.



Slika 3.6: Razdiobe pojedinačnih očitanja i aritmetičkih sredina [26]

Mjerna nesigurnost pridružena procjeni  $\bar{q}$  određuje se prema jednoj od ovih metoda:

- a) Pojedinačna mjerena razlikuju se po vrijednostima zbog slučajnih promjena utjecajnih veličina ili slučajnih djelovanja. Eksperimentalna varijanca tih mjerena koja daje procjenu varijance razdiobe vjerojatnosti veličine  $q$ , dana je izrazom:

$$s^2(q) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2 \quad (3.6)$$

Ta procjena varijance i njezin pozitivni drugi korijen  $s(q)$ , koji se naziva eksperimentalnim standardnim odstupanjem opisuju promjenljivost mjernih vrijednosti  $q_j$ , ili točnije njihovo rasipanje oko njihove srednje vrijednosti  $\bar{q}$ .

Najbolja procjena varijance srednje vrijednosti dana je izrazom:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q)}{n} \quad (3.7)$$

Eksperimentalna varijanca srednje vrijednosti  $s^2(\bar{q})$  i eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti  $s(\bar{q})$  količinski određuju mjeru koliko dobro  $\bar{q}$  procjenjuje očekivanje  $\mu_q$  veličine  $q$ , a oboje se može koristiti kao mjera nesigurnosti srednje vrijednosti  $\bar{q}$ . Standardna nesigurnost  $u(\bar{q})$  pridružena procjeni  $\bar{q}$  ulazne veličine je eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) \quad (3.8)$$

i može se nazvati standardnom nesigurnošću A-vrste.

- b) Za mjerena koja su dobro opisana tj. izvedena u  $p$  mjernih nizova s po  $n$  ponovljenih mjerena u mjernom nizu, koristi se zbirna procjena varijance  $s_p^2$ , a koja se dobiva iz izraza:

$$s_p^2 = \frac{\sum_{l=1}^p v_l s_l^2}{\sum_{l=1}^p v_l} \quad (3.9)$$

gdje je  $s_l^2$  eksperimentalna varijanca  $l$ -og mjernog niza od  $n_l$  neovisnih ponovljenih mjerena s brojem stupnjeva slobode jednakim  $v_l = n_l - 1$ . Zbirna procjena varijance  $s_p^2$  nije ništa drugo do varijanca ponovljivosti.

Ako je u ovom slučaju ulazna veličina procijenjena aritmetičkom sredinom malog broja  $n$  neovisnih opažanja najbolja procjena ove varijance dana je slijedećim izrazom:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s_p^2}{n} \quad (3.10)$$

Standardna nesigurnost računa se dalje prema izrazu (3.8).

Često se procjena  $x_i$  ulazne veličine  $X_i$  dobiva iz krivulje koja je dobivena prilagođenjem eksperimentalnim podacima metodom najmanjih kvadrata. Procijenjene varijance i rezultirajuće standardne nesigurnosti prilagođenih parametara koji opisuju tu krivulju te svih pretkazanih točaka obično se mogu izračunati s pomoću dobro poznatih statističkih postupaka.

Broj opažanja  $n$  trebao bi biti dostatno velik da bi se osiguralo da  $\bar{q}$  daje pouzdanu procjenu očekivanja  $\mu_q$  slučajne varijable  $q$  i da  $s^2(\bar{q})$  daje pouzdanu procjenu varijance  $s^2(\bar{q}) = s^2/n$ . Ako se procjena ulazne veličine temelji na malom broju podataka ili ponovljenih mjerena ( $< 30$ ), standardna nesigurnost dobiva se iz Studentove razdiobe uz faktor Studentove razdiobe  $t_{95}(n)$ , koji ovisi o broju tih podataka i traženoj vjerojatnosti (obično 95 %). Svođenje procijenjenog standardnog odstupanja na razinu standardne nesigurnosti izvodi se dijeljenjem s  $t$ -faktorom Studentove razdiobe. Varijabla  $t$  ovisi o broju stupnjeva slobode.

U slučaju kad  $v \rightarrow \infty$  (većem broju stupnjeva slobode)  $t$  – razdioba se približava normalnoj razdiobi, a

$$t_p(v) \approx \sqrt{\left(1 + \frac{2}{v}\right) \cdot k} \quad (3.11)$$

gdje je  $k$  faktor pokrivanja za normalnu raspodjelu uz vjerojatnost  $P$ .

### 3.2.2.2 Proračun standardne nesigurnosti B-vrste [2]

Za procjenu ulazne veličine, koja nije dobivena iz ponovljenih ili obnovljenih mjerjenja, pridružena procjena varijance ili standardna nesigurnost proračunava se znanstvenom prosudbom koja se temelji na svim raspoloživim podacima o mogućoj promjenljivosti ulazne veličine. Takav skup podataka može uključivati:

- prijašnje mjerne podatke,
- iskustvo s instrumentima ili opće poznavanje njihovog ponašanja i svojstava,
- proizvođačke specifikacije,
- podatke dane u potvrdomama o umjeravanju i drugim potvrdomama,
- nesigurnosti dodijeljene referentnim podacima uzetim iz priručnika.

Radi pogodnosti, ovaj način proračunate nesigurnosti  $u^2(x_i)$  i  $u(x_i)$  katkad se nazivaju redom varijancom B-vrste i standardnom nesigurnošću B-vrste. Procjena sastavnica mjerne nesigurnosti B-vrste temelji se na apriornim razdiobama.

Ovdje postoje različiti slučajevi s obzirom na ulaznu veličinu. Ako je poznata samo jedna vrijednost ulazne veličine, tada se ona i upotrebljava za procjenu ulazne veličine. U ovom slučaju merna se nesigurnost treba odrediti na temelju iskustva ako ona nije nigdje navedena. Ako se za veličinu  $X_i$  može pretpostaviti razdioba vjerojatnosti, tada kao procjenu  $x_i$  ulazne veličine i pridruženu standardnu nesigurnost  $u(x_i)$  treba uzeti redom odgovarajuće očekivanje ili očekivanu vrijednost i drugi korijen varijance te razdiobe. Ako se procjena ulazne veličine temelji na procjeni granica intervala pojavljivanja (od  $-a$  do  $+a$ ), uz jednaku vjerojatnost pojavljivanja unutar cijelog procijenjenog intervala i vjerojatnost da ulazna veličina leži izvan tog intervala koja je jednaka nuli, tada se standardna nesigurnost dobiva iz apriorne pravokutne razdiobe mogućih vjerojatnosti. Izrazi za procjenu ulazne veličine i kvadrat standardne nesigurnosti su slijedeći:

$$x_i = \frac{1}{2}(a_+ + a_-) \quad (3.12)$$

$$u^2(x_i) = \frac{1}{12}(a_+ - a_-)^2 \quad (3.13)$$

Ako se s  $2a$  označi razlika između graničnih vrijednosti jednadžba (2.13) poprima slijedeći oblik:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{3}a^2 \quad (3.14)$$

Bolji model od apriorne pravokutne razdiobe je apriorna simetrična trokutna razdioba u slučaju kada je poznato da su vrijednosti ulazne veličine bliže raspoređene oko središta intervala promjenljivosti nego granicama.

Izraz za nesigurnost procijenjenu trokutnom razdiobom je slijedeći:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{6}a^2 \quad (3.15)$$

Ako su vrijednosti bliže granicama intervala pojavljivanja tada se koristi U oblik apriorne razdiobe. Varijanca te razdiobe jednaka je:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{2}a^2 \quad (3.16)$$

Ispravna uporaba raspoloživih podataka za proračun standardne nesigurnosti B-vrste zahtjeva sposobnost opažanja koja se temelji na iskustvu i općem znanju, a to je vježba koja se praksom može naučiti. Trebalo bi priznati da proračun standardne nesigurnosti B-vrste može biti isto tako pouzdan kao i proračun A-vrste, posebno u mjernim situacijama gdje se proračun A-vrste temelji na razmjerno malom broju statistički neovisnih mjerena.

### 3.2.3 Proračun standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine

Standardna nesigurnost veličine  $y$ , gdje je  $y$  procjena mjerene veličine  $Y$  pa prema tome i mjernog rezultata, dobiva se odgovarajućim sastavljanjem standardnih nesigurnosti procjena ulaznih veličina  $x_1, x_2, \dots, x_N$ .

Ulagane veličine  $X_1, X_2, \dots, X_N$  mogu biti:

- međusobno neovisne (nekorelirane),
- međusobno ovisne ili korelirane.

Ako promjena jedne ulazne veličine ne izaziva promjenu niti jedne druge, kvadrat sastavljene standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine  $y$  dan je izrazom:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (3.17)$$

Standardna nesigurnost  $u_i(y)$  pridružena procjeni izlazne veličine dobiva se iz standardne nesigurnosti pridružene procjeni  $x_i$  ulazne veličine, a njen kvadrat se računa prema slijedećem izrazu:

$$u_i^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) \quad (3.18)$$

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (3.19)$$

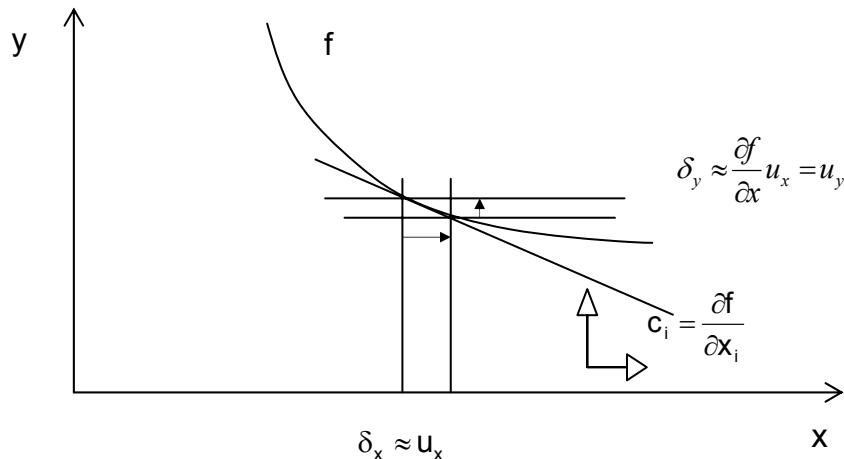
gdje je  $c_i$  - koeficijent osjetljivosti. Ovaj koeficijent osjetljivosti opisuje u kojoj mjeri na procjenu  $y$  izlazne veličine utječe promjena procjene  $x_i$  ulazne veličine.

U slučaju kada je nelinearnost funkcije  $f$  značajna u izraz za sastavljenu varijancu moraju se uključiti i članovi višeg reda njezina razvoja u Taylerov red prema izrazu 3.20.

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left( \frac{1}{2} c_{ij}^2 + c_i \cdot c_{ij} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad (3.20)$$

gdje su:  $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$ ,  $c_{ij} = \frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_j}$ ,  $c_{ijj} = \frac{\partial^3 f}{\partial x_i \partial x_j^2}$  koeficijenti osjetljivosti.

Derivacije, koje se nazivaju koeficijenti osjetljivosti, opisuju kako se procjena vrijednosti izlazne veličine  $y$  mijenja s promjenama vrijednosti procjena ulaznih veličina  $x_1, x_2, \dots, x_N$ , (slika 3.7).



Slika 3.7: Koeficijent osjetljivosti [10]

Kada su ulazne veličine korelirane, u proračun se moraju uzeti i te korelacije. Tada se sastavljenoj varijanci dodaju i kovarijantni članovi pa se sastavljena standardna nesigurnost procjene izlazne veličine računa prema izrazu:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (3.21)$$

gdje su  $x_i$  i  $x_j$  procjene veličina  $X_i$  i  $X_j$ , a  $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$  procijenjena je kovarijanca pridružena procjenama  $x_i$  i  $x_j$ .

Stupanj međusobne ovisnosti ulaznih veličina određuje procijenjeni korelacijski koeficijent  $r(x_i, x_j)$ :

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)} \quad (3.22)$$

S pomoću korelacijskih koeficijenata  $r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)}$  i koeficijenata osjetljivosti

$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$  izraz (3.21) postaje:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (3.23)$$

Ove korelacije ne smiju se neoprezno zanemarivati i treba ih procjenjivati na temelju iskustva ili ispitivanja njihovog stvarnog djelovanja, pri čemu je potrebno rabiti sve raspoložive podatke.

### 3.2.4 Određivanje povećane nesigurnosti

Povećana mjerna nesigurnost je veličina koja određuje interval oko mjernog rezultata za koji se može očekivati da obuhvaća veliki dio razdiobe vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini. Povećana nesigurnost dobiva se množenjem sastavljene standardne nesigurnosti faktorom pokrivanja  $k$ , a označuje se s  $U$ .

$$U = k \times u_c(y) \quad (3.24)$$

Vrijednost faktora pokrivanja  $k$  može se naći samo ako postoji široko znanje o razdiobi vjerojatnosti svake ulazne veličine i ako se te razdiobe sastavljaju da bi se dobila razdioba izlazne veličine. Procjene  $x_i$  ulaznih veličina i njihove standardne nesigurnosti  $u(x_i)$  same nisu prikladne za tu svrhu. Stoga se zahvaljujući centralnom graničnom teoremu pretpostavlja da je razdioba vjerojatnosti veličine  $(y - Y) / u_c(y)$ ,  $t$ -razdioba. Pri tome je faktor pokrivanja  $k = t_p(\nu_{eff})$ , s  $t_p$  faktorom koji se temelji na stvarnom broju stupnjeva slobode  $\nu_{eff}$  nesigurnosti  $u_c(y)$  dobivene iz Welch – Satterthwaiteove formule (3.24).

$$\nu_{eff} = \frac{\frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}}}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}} \quad (3.24)$$

Za mnoga praktična mjerjenja faktor pokrivanja  $k$  će biti u području između 2 i 3 [2]. U slučajevima gdje je razdioba vjerojatnosti opisana s  $y$  i  $u_c(y)$  približno normalna, a broj stupnjeva slobode sastavljene standardne nesigurnosti  $u_c(y)$  značajan po iznosu, može se pretpostaviti da uzimanje  $k=2$  daje interval uz vjerojatnost od približno  $P=95\%$ . Međutim čak i ako razdiobe veličina  $X_i$  nisu normalne, razdioba veličine  $y$  često se približno opisuje normalnom razdiobom uz primjenu centralnog graničnog teorema. Međutim, za posebne primjene  $k$  može biti i izvan tog područja. U određenim

slučajevima u praksi može se dogoditi da određeni uvjeti koje zahtijeva centralni granični teorem nisu ispunjeni, te njegova primjena može dovesti do neprihvatljivih rezultata. Također ako je funkcionalni odnos između  $y$  i njegovih ulaznih veličina nelinearan, a razvoj te funkcije u Taylorov red uz zadržavanje samo prvih članova razvoja nije prihvatljivo približno određenje, razdioba vjerojatnosti izlazne veličine  $Y$  ne može se dobiti konvolucijom razdioba ulaznih veličina. U takvim slučajevima zahtijevaju se druge analitičke ili numeričke metode. Shematski prikaz proračuna mjerne nesigurnosti dat je na slici 3.8.

Iskazivanje mjernog rezultata treba prilagoditi namjeni. Ne može se očekivati da se mjeri rezultati jednako iskazuju u znanstvenim radovima i izveštajima svakodnevnih rutinskih mjerena. U znanstvenim radovima i dokumentima vrhunskog mjeriteljstva mjeri rezultat treba sadržavati sve relevantne podatke koji omogućuju upotrebu, provjeru i obnavljanje navedenog rezultata i njegove mjerne nesigurnosti. Najmanje što treba navesti je [27]:

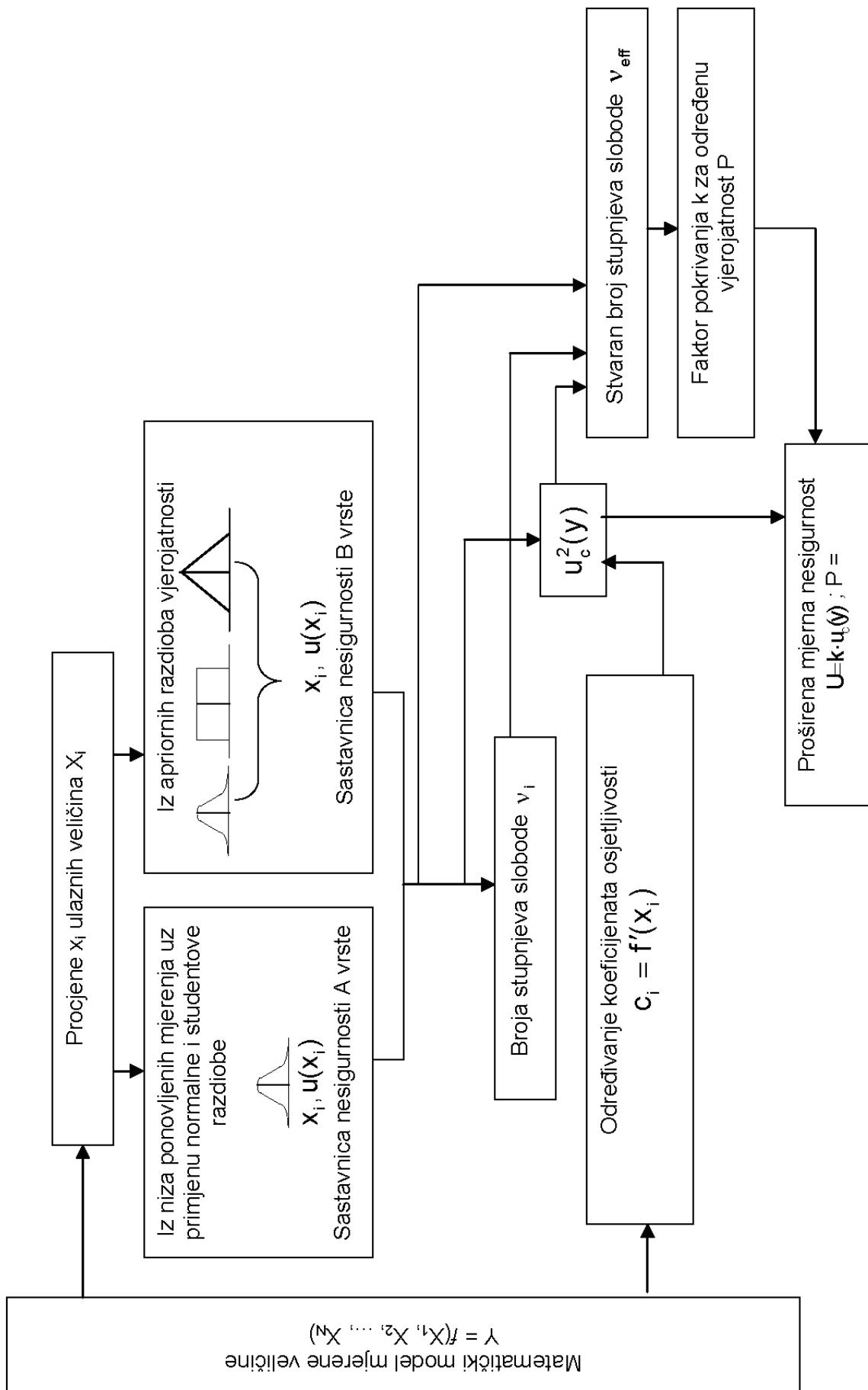
- opis postupka mjerena,
- opis postupka izračunavanja mjernog rezultata na temelju izmjerene vrijednosti i ostalih ulaznih podataka (uključujući primijenjene prepostavke),
- vrijednosti svih komponenti nesigurnosti, način procjene ukupne nesigurnosti mjernog rezultata,
- dovoljno detaljno sve korake obrade mjerena (tako da se mogu pratiti i ponoviti),
- sve ispravke i procjene njihove nesigurnosti,
- sve konstante, koje su upotrebljavane pri obradi mjerena, i njihove nesigurnosti.

U krajnjem iskazu dovoljno je mjeru nesigurnost iskazivati dvjema značajnim brojkama, a vrijednost mjernog rezultata zaokružiti na razini vrijednosti zadnje značajne brojke nesigurnosti. U međurezultatima preporučuje se zadržati jednu znamenku više. Mjerne nesigurnosti mogu se iskazati u relativnim, postotnim ili apsolutnim iznosima.

Kada postoje opravdani razlozi, merna nesigurnost rezultata se može iskazati proširenom nesigurnošću  $U$  kao što je prikazano u izrazu (3.25).

$$Y = y \pm U \quad (k, P) \quad (3.25)$$

Tada je potrebno navesti faktor pokrivanja  $k$  i razinu povjerenja  $P$ .



3.8: Shematski prikaz proračuna proširene mjerne nesigurnosti GUM metodom [10]

#### 3.3 Postupak izračunavanja mjerne nesigurnosti

Ovo je postupak koji treba slijediti pri procjenama mjerne nesigurnosti [28]:

1. Izraziti matematičku ovisnost mjerene (izlazne) veličine  $Y$  o ulaznim veličinama  $X_i$  prema jednadžbi  $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ . Funkcija  $f$  mora sadržavati sve veličine, uključivo ispravke i korekcijske faktore, koji mogu značajnije pridonijeti nesigurnosti mjernog rezultata.
2. Odrediti  $x_i$ , koji je procijenjena vrijednost ulaznih veličina  $X_i$ , bilo na temelju statističke analize niza opažanja ili na neki drugi način.
3. Procijeniti standardnu nesigurnost  $u(x_i)$  za svaki procijenjeni  $x_i$ . Mjeritelj mora procijeniti i odabrat postupak prema A ili B vrsti procjene nesigurnosti.
4. Procijeniti kovarijance pridružene svakoj ulaznoj veličini za koju se procjenjuje da korelira s nekom drugom.
5. Proračunati mjerni rezultat, tj. njegovu procjenu  $y$  mjerene veličine  $Y$  iz funkcionalnog odnosa  $f$  tako da se za ulazne veličine  $X_i$  rabe procijenjeni  $x_i$ .
6. Odrediti sastavljenu standardnu mjeru nesigurnost  $u_c(y)$  mjernog rezultata  $y$  uporabivši standardne nesigurnosti i kovarijance pridružene procijenjenim ulaznim veličinama. Ako mjerjenje određuje više od jedne izlazne veličine, odrediti njihove kovarijance.
7. Ako je potrebno, iskazati proširenu mjeru nesigurnost  $U$ , s nakanom da se odredi raspon  $y-U$  do  $y+U$ , za koji se može očekivati da će sadržavati veliki dio razdiobe vrijednosti koja se razborito pripisuje mjerenoj veličini  $Y$ .
8. Iskazati rezultat  $y$  zajedno sa sastavljenom standardnom mjerom nesigurnošću  $u_c(y)$  ili proširenom mjerom nesigurnošću  $U$ . Potrebno je opisati postupak kako su dobivene ove nesigurnosti.

#### 3.4 Sljedivost mjerjenja

##### 3.4.1 Značenje mjerne sljedivosti

Upravljanje, umjeravanje i održavanje mjerne i ispitne opreme osigurava "ispravnost" mjerjenja u svim proizvodnim procesima. Umjeravanje mjerne i ispitne opreme i sljedivost mjerjenja prema nacionalnim etalonima također su važni zahtjevi za rad mjeriteljskog i ispitnog laboratorijskog, te predstavljaju osnovne preduvjete za ovlašćivanje laboratorijskog.

Pod sljedivošću podrazumijeva se postupak kojim se pokazivanje mjerila (ili tvarne mjerene) može usporediti s nacionalnim etalonom dotične mjerne veličine u jednom ili više koraka (stupnjeva). Formalno sljedivost se određuje kao "svojstvo mjerennog rezultata ili vrijednosti kojeg etalona po kojem se on može dovesti u vezu s navedenim referencijskim etalonima neprekinitim lancem usporedaba koje imaju utvrđene nesigurnosti" [1]. U svim tim stupnjevima umjeravanje se provodi etalonom čija je metrologijska kakvoća već određena umjeravanjem etalonom na višoj razini.

Koncepcija sljedivosti može imati jedno od tri osnovna značenja:

- u odnosu na proizvod - ona se odnosi na porijeklo materijala ili dijelova, ili naslijed obrade proizvoda ili na raspodjelu i smještaj proizvoda nakon isporuke;
- kod umjeravanja - ona povezuje mjerne uređaje s nacionalnim ili međunarodnim etalonima, primarnim etalonima, temeljnim fizikalnim konstantama i značajkama ili s referencijskim materijalom;
- u odnosu na obuhvaćene podatke - dovode se u vezu svi izračuni i podaci sa zahtjevima na kakvoću.

Sljedivost ispitivanja i mjerjenja ne obuhvaća samo tehničke mjere poput umjeravanja, već i organizacijske u provedbi ispitivanja i mjerjenja. S tog stajališta moraju se moći identificirati sve osobe koje su planirale i izvodile mjerjenja ili su na neki drugi način sudjelovale u njima.

#### 3.4.2 Elementi sljedivosti

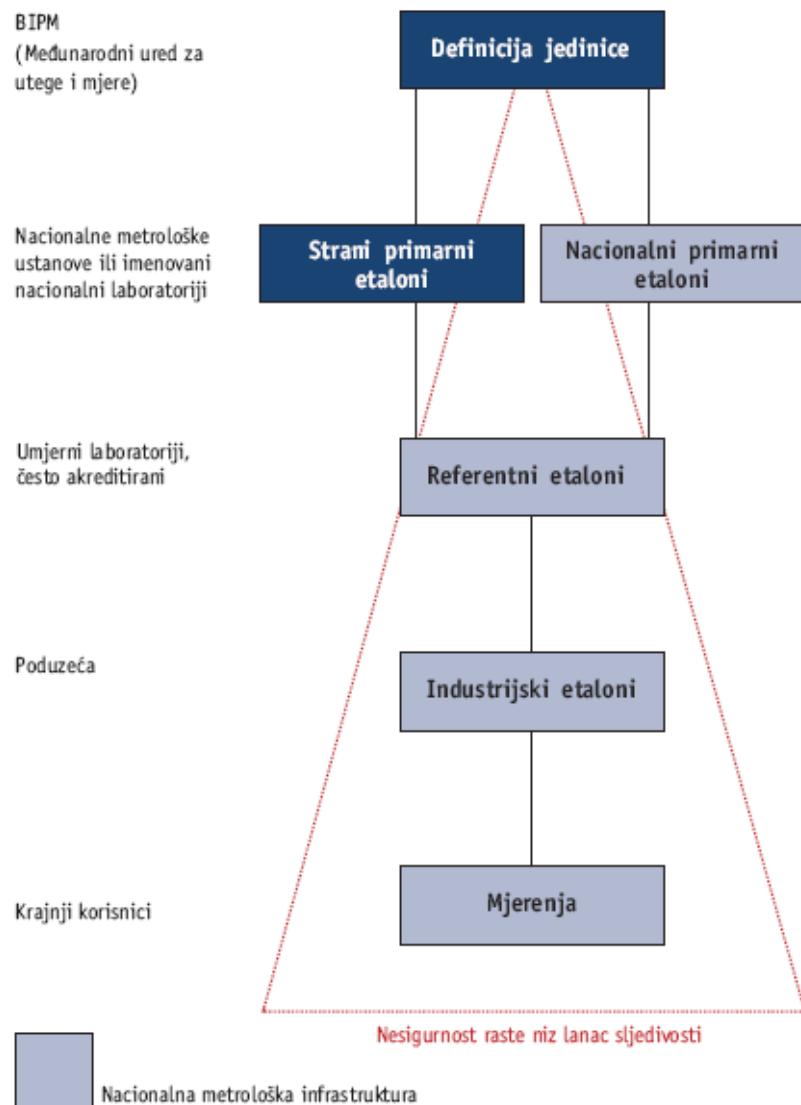
Prema dokumentu EAL – G12 sljedivost se sastoji od više sastavnica koje ju karakteriziraju. Tako se sljedivost sastoji od slijedećih elemenata [29]:

- *Neprekiniti lanac usporedaba* – kojima se može doći do etalona prihvatljiva za sve strane, obično nacionalnog ili međunarodnog etalona.
- *Mjerna nesigurnost* – mjerna se nesigurnost mora računati za svaki korak u lancu sljedivosti u skladu s određenim metodama, te mora biti iskazana tako da se za cijeli lanac može izračunati sveukupna mjerna nesigurnost.
- *Dokumentacija* – svaki se korak u lancu mora provoditi u skladu s dokumentima i općenito prihvaćenim postupcima; rezultati se moraju dokumentirati na isti način.
- *Mjerodavnost* – laboratorij i tijela koja provode jedan ili više koraka u lancu umjeravanja moraju pružiti dokaz o svojoj tehničkoj mjerodavnosti (npr. dokazom o ovlašćivanju).
- *Upućivanje na SI jedinice* – lanac usporedaba mora završavati primarnim etalonima za ostvarenje SI jedinica.
- *Ponovna umjeravanja* – umjeravanja se moraju opetovati u odgovarajućim vremenskim odsječcima; duljine tih odsječaka ovise o nizu varijabla (npr. zahtjevanoj nesigurnosti, čestoći uporabe, načinu uporabe, stabilnosti opreme).

#### 3.4.3 Osiguranje sljedivosti

Osiguranje sljedivosti postiže se prvenstveno umjeravanjem i/ili verifikacijom mjerne i ispitne opreme u laboratorijima koji mogu pokazati svoju sljedivost i sposobljenost. Laboratorijski moraju imati razvijen umjerni sustav za svu opremu koja se nalazi u laboratoriju. Za opremu koja podliježe umjeravanju, laboratorij mora uspostaviti i provoditi program umjeravanja i/ili verifikacije opreme kako bi osigurao,

gdje je to moguće, sljedivost mjerena koja provodi do državnog, međunarodnog ili definicijskog etalona. S obzirom na svoje mogućnosti, svaka zemlja će napraviti svoj ustroj za osiguranje sljedivosti za određenu mjernu veličinu. Kako izleda lanac sljedivosti na međunarodnoj razini najbolje prikazuje slika 3.9.



Slika 3.9: Lanac mjerne sljedivosti [30]

U slučajevima kada se ne može dokazati sljedivost ispitnog/mjernog rezultata, kao što su:

- ne postoje odgovarajući viši etaloni,
- ukupnoj nesigurnosti doprinose više neki drugi uzroci nego upotrijebljena oprema,
- mjerena i ispitivanja gdje sljedivost do SI jedinica nije relevantna,

tada se usporedivost takovih rezultata ostvaruje na slijedeće načine:

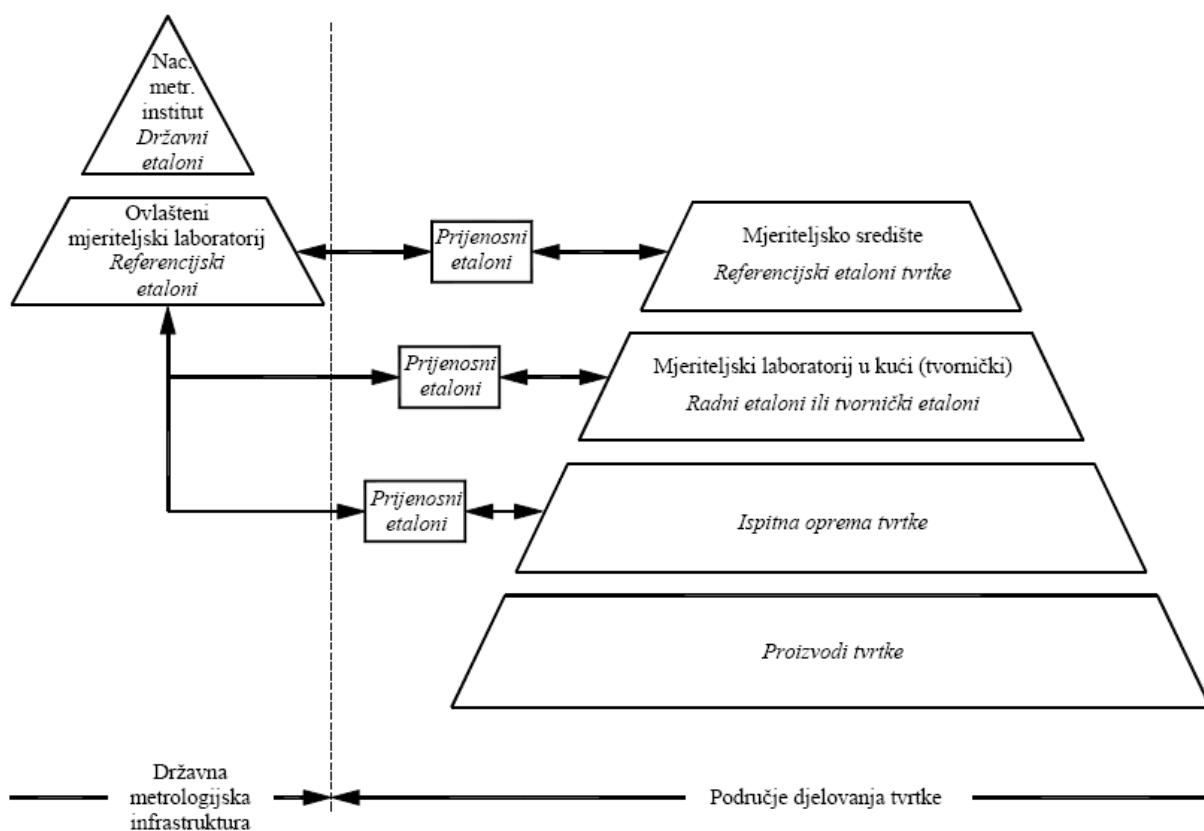
- sudjelovanje u prikladnim programima međulaboratorijske usporedbe,

- uporabom prikladnih referencijskih etalona koji su sljedivi do SI mjernih jedinica ili do međunarodno ili državno certificiranih referencijskih materijala.

### 3.5 Umjeravanje opreme

Umjeravanje znači određivanje i dokumentiranje odstupanja pokazivanja mjerila (ili utvrđene vrijednosti tvarne mjere) od dogovorene "istinite" vrijednosti mjerene veličine. To je skup postupaka kojim se u određenim uvjetima uspostavlja odnos između vrijednosti veličina koje pokazuje neko mjerilo ili mjereni sustav ili vrijednosti koje pokazuje neka tvarna mjera ili neka referencijska tvar i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih etalonima [1]. To se dokazuje dokumentom – Potvrda o umjeravanju. Postavlja se pitanje koja je svrha umjeravanja a time i provođenja mjerne sljedivosti. Osnovni razlog je da bi se osigurala ujednačenost mjerjenja u tvrtki proizvođača proizvoda i kupca koji taj proizvod ugrađuje, odnosno mora postojati jamstvo da proizvođač i kupac mjere "istom mjerom".

Na slici 3.10 je prikazana hijerarhija umjeravanja u jednoj zemlji gdje je uočljivo kako vlastiti sustav za umjeravanje može uzajamno djelovati s postojećom metrologijskom infrastrukturom.



Slika 3.10: Hijerarhija umjeravanja [31]

#### 3.6 Najveća mjerna sposobnost

Najveća mjerna sposobnost jedan je od parametara koji se upotrebljavaju za određivanje opsega djelovanja kojeg ovlaštenog laboratorija. U dokumentu Europske suradnje na ovlašćivanju EA-04/02: "Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration" najveća mjerna sposobnost (uvijek se odnosi na kakvu posebnu veličinu odnosno mjerenu veličinu) definira se kao najmanja mjerna nesigurnost koju kakav laboratorij može postići u okviru svog ovlaštenja kad provodi više ili manje svakodnevna umjeravanja gotovo idealnih mjernih etalona čija je svrha definirati, ostvarivati, čuvati ili obnavljati jedinicu te veličine ili jednu ili više njezinih vrijednosti ili kad provodi više ili manje svakodnevna umjeravanja gotovo idealnih mjerila oblikovanih za mjerjenje te veličine [23].

Ocjena najveće mjerne sposobnosti laboratorija ovlaštenih za umjeravanje treba se temeljiti na metodi opisanoj u dokumentu EA-4/02, ali se obično mora potkrijepiti ili potvrditi pokusom. Kako je najveća mjerna sposobnost jedan od najbitnijih podataka, njeno značenje je višestruko. Neka od važnijih značenja su:

- koristi mogućim korisnicima usluga ovlaštenih laboratorija da procijene prikladnost laboratorija da za njih provodi posebne poslove na umjeravanju u laboratoriju ili na terenu (ovisno o potrebnoj, za njih zadovoljavajućoj nesigurnosti),
- omogućava uspoređivanje sposobnosti različitih mjeriteljskih laboratorija, posebno laboratorija koje su ovlastila različita tijela za ovlašćivanje (u ovom slučaju moraju biti uskladeni iskazi najveće mjerne sposobnosti).

Najveća mjerna sposobnost mora se iskazivati na istoj razini koja se zahtijeva za potvrde o umjeravanju, tj. u obliku povećane nesigurnosti obično s faktorom pokrivanja  $k = 2$ . (Samo u onim iznimnim slučajevima gdje se ne može prepostaviti da se mjerni rezultati pokoravaju normalnoj razdiobi ili se ocjena temelji na ograničenim podacima, najveća se mjerna sposobnost treba iskazivati s vjerojatnošću pokrivanja od približno 95%).

Najveća mjerna sposobnost obično se iskazuje u programu ovlašćivanja ili drugoj dokumentaciji koja prati odluku o ovlašćivanju ili potvrdu o ovlašćivanju, koja se u mnogim slučajevima izdaje kao dokaz o ovlašćivanju, a mora se nalaziti u adresarima ovlaštenih laboratorija koje redovito izdaju tijela za ovlašćivanje. Najveća mjerna sposobnost obično se treba iskazivati brojčano. Gdje je najveća mjerna sposobnost funkcija veličine na koju se odnosi (ili kakva drugoga parametra), ona se treba davati u analitičkom obliku, ali u tom slučaju može biti prikladno prikazati je i kakvim dijagramom. Uvijek treba nedvosmisleno objasniti daje li se najveća mjerna sposobnost u apsolutnim ili relativnom iznosima [32].

### **4. NESIGURNOSTI MJERENJA TVRDOĆE**

#### **4.1 Općenito**

Vrijednost tvrdoće je rezultat mjerjenja provedenog na ispitnom uzorku pod standardnim uvjetima i zasnovana je na dogovorenim konvencijama. Određivanje tvrdoće se u osnovi obavlja u dva koraka:

1. stvaranje otiska pod propisanim uvjetima i
2. određivanje karakterističnih dimenzija otiska (srednja vrijednost promjera ili srednja vrijednost dijagonala; dubina utiskivanja).

Mjerenje tvrdoće je korisno ako su dobiveni rezultati na različitim mjestima kompatibilni u okviru određenog intervala mjerne nesigurnosti. Nesigurnost mjernog rezultata dobivenog na uređaju za mjerjenje tvrdoće odražava pomanjkanje potpuna znanja o vrijednosti mjerene veličine. Stoga je jako bitno definirati matematički model za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina na mjerjenje tvrdoće. Utjecaj nekih ovih veličina je moguće procijeniti i kvantificirati kroz provođenje opetovanih mjerjenja u uvjetima ponovljivosti, dok kod drugih je potrebno dati znanstvenu prosudu koja bi se temeljila na svim mogućim raspoloživim podacima.

Općenito pogreške koje utječu na mjerjenje vrijednosti tvrdoće, a mogu biti uzrokovane različitim utjecajnim faktorima, mogu se klasificirati kako slijedi:

- a) sustavne pogreške:
  - instrumenata;
  - mjeritelja;

- b) slučajne pogreške:
  - instrumenata;
  - mjeritelja.

Sustavne i slučajne pogreške mjernih instrumenata se često ne mogu razlučiti. Neki eksperimentalni postupci i rezultati daju samo naslutiti o prirodi i veličini tih pogrešaka.

#### 4.2 Parametri koji utječu na nesigurnost mjerjenja tvrdoće

Mjerenje tvrdoće utiskivanjem se često može smatrati nerazazarajućom metodom, jer se i nakon toga ispitani dio može koristiti. No, destrukcija u stvarnoj točki ispitivanja onemogućuje provjeru nesigurnosti postupka pomoću ponovljenog mjerjenja u istoj točki. Stoga je važno, da se svako pojedino mjerjenje provodi uz visok stupanj točnosti.

Razni parametri utječu na nesigurnost mjerjenja tvrdoće u većem ili manjem opsegu, a podijeljeni su u grupe prema mjestu nastanka:

1. ispitni uzorak,
2. uređaj za mjerjenje tvrdoće,
3. okoliš,
4. mjeritelj,

U tablici 4.1 se navodi više od dvadeset izvora nesigurnosti, koji svi značajno mogu doprinijeti ukupnoj nesigurnosti mjerjenja tvrdoće. Ti izvori nesigurnosti ne utječu na svako mjerjenje na svakoj razini u metrološkom nizu prikazanom na slici 2.13.

Tablica 4.1: Izvori nesigurnosti mjerenja tvrdoće [16]

Utjecajni faktori	Izvori nesigurnosti	Napomena	Parametar
<b>1. Ispitni uzorak</b>	Mala debљina ispitnog uzorka Krutost pomoćnih dijelova Hrapavost površine Veličina zrna u mikrostrukturi Nehomogena raspodjela tvrdoće Čistoća površina	Isključivo značajno, ako je izabrana ispitna metoda nije svojstvena.	
<b>2. Uredaj za mjerenje tvrdoće (tvrdomjer)</b>			
a) Okvir tvrdomjera	Gubici uslijed trenja Elastična odstupanja Nagib držača indentora		
b1) Sposobnost mjernog sustava	Greška pokazivanja Slaba rezolucija Nelinearnost Histeriza	Isključivo značajno samo za Rockwell Dubina prodiranja	$h$
b2) postrani mjerni sustav	Greška pokazivanja Slaba rezolucija Numerički otvor objektiva ili osvjetljenja Nehomogenost osvjetljenja otiska	Isključivo značajno samo za Brinell, Vickers, Knoop	
c) sustav opterećivanja	Odstupanje od nominalne sile Odstupanje od vremenskog intervala ciklusa	predopterećenje, glavno opterećenje trajanje predopterećivanja / glavnog opterećivanja	$F_0, F$ $t_0, t$
d) indentor	Uvođenje sile Prekoračenje vrijednosti sile Odstupanje od idealnog oblika Oštećenja	brzina utiskivanja polunjer i kut indentora	$r, \alpha$
<b>3. Okoliš</b>	Deformacija pod djelovanjem sile	Isključivo značajno za indentore od metala	
<b>4. Mjeritelj</b>	Temperaturna odstupanja ili strujanja zraka Vibracije i udarci Pogrešan izbor metode Rukovanje, ocitanje, procjena pogrešaka		

### 4.2.1 Ispitni uzorak

Tablica 4.1 pokazuje da ispitni uzorak materijala uvodi u igru značajan broj nesigurnosti. Na primjer, debljina ispitnog uzorka može utjecati na mjerenu tvrdoću ukoliko se odabere kriva metoda. Što je dublji otisak, to debljina ispitnog uzorka mora biti veća i za svaku metodu je definirana minimalna debljina uzorka. Pretanki uzorak će pokazati veću tvrdoću zbog efekta nakovnja. Uz to, ukoliko je uzorak pretanak kako bi podržao ispitnu silu tijekom mjerjenja, može se oštetiti i sam indentor, a to utječe na pouzdanost svih daljnjih mjerjenja koja se provode s tim indentorom.

Kvaliteta površine ispitnog uzorka također može značajno utjecati na rezultate mjerjenja tvrdoće. Grublja površina zahtijeva veću silu i/ili veći indentor, kako bi proizveo veći otisak. Brinell-ova metoda je najprikladnija, jer na nju manje utječe gruba površina, nego na Rockwell-ovu ili Vickers-ovu metodu. Iako Brinell-ova mjerjenja bolje podnose varirajuću završnu obradu, ipak i za ovu metodu postoje granice za dozvoljenu hrapavost površine. Općenito, jednoobraznost završne obrade površine je važna za ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerjenja.

Čistoća površine je također jedan od kritičnih faktora mjerjenja tvrdoće. Ukoliko se na površini nalaze masti, oksidi ili prašina, to može uzrokovati značajna odstupanja rezultata; štoviše, ispitni materijal ili referentna pločica se mogu ireverzibilno oštetiti.

### 4.2.2 Uređaj za mjerjenje tvrdoće

Konstrukcija, sastavljanje i uvjeti uređaja za mjerjenje tvrdoće (ovdje se podrazumijevaju i etalonski i ispitni tvrdomjeri) su vrlo značajni za pouzdanost dobivenih rezultata. Jako trenje pri dovođenju odgovarajućeg opterećenja može uzrokovati naprezanja i nemogućnosti ispravnog ponavljanja mjerjenja. Čak i uređaji koji pravilno rade mogu dati loše rezultate zbog jakog trenja u sustavu za primjenu sile. Slični doprinos nesigurnosti, zbog malog trenja, se može očekivati kod sustava za mjerjenje dubine otiska.

Jaka iskrivljenost okvira uređaja i sustav koji podržava ispitivani uzorak mogu također uzrokovati probleme. Odstupanja od 1 do 3 jedinice tvrdoće nisu rijetkost zbog nepravilnog pridržavanja ispitnog uzorka i jakih izobličenja okvira tvrdomjera.

Sustav za opterećivanje mora stalno davati točne sile. Vrlo kvalitetna mjerna oprema mora biti u stanju primjenjivati sile u granicama od  $\pm 1\% F$  na razini korisnika ili čak od  $\pm 0,1\% F$  nazivne sile kod etalonskih tvrdomjera. Pri procesu djelovanja opterećenja zahtijeva se da brzina i vrijeme zastoja, u kojem se opterećenje primjenjuje, budu definirani. Varijacije cikličkih parametara ispitivanja, koje se mogu javiti kod nekih ručno kontroliranih tvrdomjera, mogu dovesti do varijacija u rezultatu (npr. kod Rockwell metode do  $\pm 1$  HRC pri 60 HRC). Mekši materijali i materijali koji se podložni mehanizmu hladnog deformacijskog očvrsnuća, mogu dati značajno veće nesigurnosti. U tim slučajevima treba specifično procjenjivati nesigurnost vremena zastoja primjenjene sile i brzinu utiskivanja indentora.

Karakteristike indentora također utječu na nesigurnost mjerjenja tvrdoće. Relativno se jednostavno proizvodi kuglica željenih dimenzija za Brinell-ovu metodu. No, držač

kuglice je glavni izvor nesigurnosti. Dijamantni indentori se mnogo teže proizvode u željenom obliku. Potencijalni izvori nesigurnosti su značajni, no u tom kontekstu nije potrebno detaljno kategorizirati učinak svakoga. Ovdje se može primijetiti da na temelju posljednjih istraživanja više autora prikazanih u dokumentu [33], najbolji dijamantni Rockwell indentori, koji se danas proizvode, daju varijacije do  $\pm 0,5$  HRC, ako se uspoređuju na istom tvrdomjeru. Indentori slabije kvalitete će dati značajno veće odstupanje.

Nepouzdanost izmjerene Vickers-ove i Brinell-ove tvrdoće u najvećem dijelu je uzrokovana mjerenjem veličine otiska. Stvarna nesigurnost je često veća od one koja bi se mogla očekivati prema specifikacijama navedenim u normama. U nastavku su razmatrana neka istraživanja provođena u nacionalnim institutima i data neka osnovna zapažanja u pogledu utjecaja sustava za očitanje na izmjerenu vrijednost tvrdoće.

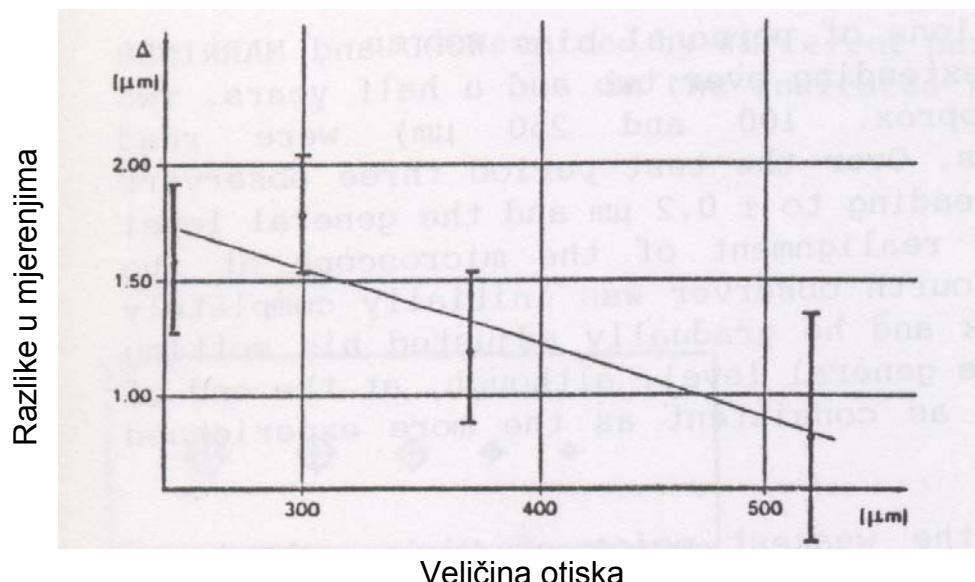
U dokumentu OIML RI br. 10 su propisani zahtjevi na optički sustav: "Mikroskop koji se namjerava koristiti za mjerjenje otiska mora biti podešen tako da je cijelo vidno polje jednolično osvjetljeno, kao i da je postignut maksimalni kontrast između otiska i površine ispitnog uzorka"[ 33].

Ratiu i Prexl [34] su ispitivali mjerni mikroskop s 10 različitim kombinacijama leća u objektivu i okularu i osvjetljenja vidnog polja. Otisci veličine dijagonale u opsegu 150-600  $\mu\text{m}$  su izmjereni s rezolucijom od 0,06 do 0,65  $\mu\text{m}$  (ukupno povećanje od 42x do 600x). Pri primjeni većih rezolucija izmjerene dijagonale su sustavno bile 3-4  $\mu\text{m}$  duže. Standardna devijacija mjerjenja dijagonale se smanjila s 1,5-4  $\mu\text{m}$  na 0,3-0,6  $\mu\text{m}$  kada su rezolucija i ukupno povećanje primjenjeni s boljim mogućnostima u navedenom opsegu rada. Niže vrijednosti u svakom predhodno navedenom rasponu se odnose na Vickers-ove dijagonale paralelne sa smjerom strojne obrade ispitnog uzorka ili one pod kutom od 45° na taj smjer, dok se više vrijednosti odnose na dijagonale okomite na smjer strojne obrade. U ovom posljednjem slučaju kutovi otiska nisu bili jasno definirani.

Meyer i Rossow [35] su izvršili daljnja ispitivanja utjecaja rezolucije na tri komercijalna mjerna mikroskopa. Nije utvrđen nikakav mjerljiv utjecaj. U nekim od serija mjerjenja je opažen efekt sličan onome opisanom u istraživanjima Ratiu i Prexl, ali su bili prisutni i pozitivni i negativni pomaci. Zaključak je da nema mjerljivog utjecaja visine povećanja i moći razlučivanja na izmjerene vrijednosti u slučaju ta tri komercijalna mikroskopa.

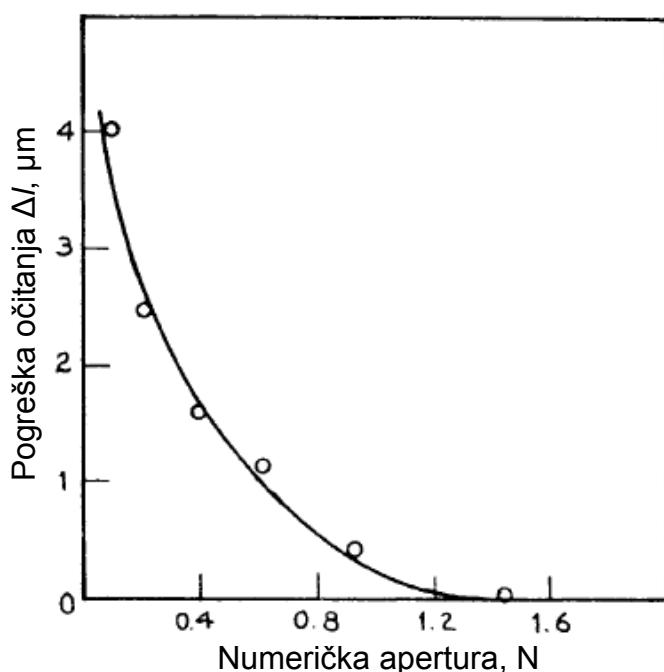
Utjecaj moći razlučivanja su također ispitivali Barbato i Desogus [36]. Izmjerene vrijednosti duljina dijagonala Vickersovih otiska kao funkcija rezolucije su prikazane na slici 4.1. Uzrok ove pojave nije jasno objašnjen. Optičke distorzije u objektivu mogu dovesti do različitih faktora povećanja u raznim dijelovima vidnog polja. U slučaju dobrih instrumenata ovaj efekt je manji od 1%. Drugi izvor pogrešaka je mikrometar koji pokazuje pomak položaja končanice. Ova pogreška može biti reda veličine  $\pm 2/N_{ob}$   $\mu\text{m}$  gdje je  $N_{ob}$  povećanje objektiva. Treći izvor pogrešaka se javlja pri namještanju povećanja mjerne končanice postavljene u ravninu slike. U slučaju dobrih mikroskopa ova pogreška ne prelazi  $\pm 2/N_{ob}$   $\mu\text{m}$ . Pažljivim podešavanjem instrumenta ova se vrijednost može smanjiti na  $\pm 0,5/N_{ob}$   $\mu\text{m}$ .

Razlike uslijed sistematskih pogrešaka do kojih su došli Barbato i Petik [37] pri mjerenuju istih otisaka ("identični ispitni uzorak") u dva različita laboratorijsu prikazane na slici 4.1. Te vrijednosti u sebi sadrže i pogreške instrumenata i pogreške mjeritelja.



Slika 4.1: Razlika u mjerenuju veličine otiska između dva laboratorijsa [37]

Leigh analizira utjecaj numeričke aperture na pogrešku očitanja (slika 4.2). Nadalje, Leigh zaključuje da pogreška mjerenuju otiska osim o numerickoj aperturi leće objektiva ovisi o osvjetljenju i odnosu objektiva i aperture (opisano u literaturi [38]).



Slika 4.2: Pogreške očitanja s obzirom na različite numeričke aperture [38]

Jedan od uvjeta naveden u definiciji, "identični ispitni uzorak", ne može se u potpunosti ispuniti jer ispitivanje tvrdoće oštećuje mali dio površine uzorka i mjerene se ne može

ponoviti na istom mjestu. Čak i površina najboljih uzoraka ili etalonskih uzoraka nije u potpunosti jednake tvrdoće, kao što je detaljno raspravljeno u publikaciji OIML-a "Hardness Standard Equipment" [38]. Shodno tome, rasipanje rezultata ponovljenih mjerena načinjenih na etalonskim tvrdomjerima je djelomično uzrokovano samim uređajima, a dijelom nejednolikom raspodjelom tvrdoće po ispitnoj površini uzorka. Ova dva parametra se trebaju razdijeliti pogodnim postupkom. Pomno planiranje eksperimenata i statističke metode analize rezultata omogućavaju uklanjanje posljedica proizašlih iz nesigurnosti uzrokovanih tvrdomjerom od nesigurnosti uzrokovanih uzorkom.

Prema definiciji, obnovljivost se razlikuje od ponovljivosti u uvjetima mjerena. Kada se govori o obnovljivosti mjerena tvrdoće, utjecaj duljeg protoka vremena je prevladavajući a i mjeritelj se može promijeniti. Međutim, oprema i laboratorij su isti.

U OIML-a "Hardness Standard Equipment" [38] detaljno je razmotreno pitanje stabilnosti tvrdoće kroz vremenski tijek te opisani eksperimenti koji su obavljeni u cilju ustanovljavanja rasipanja tijekom vremena. Zaključak je da nije moguće eksperimentalno izolirati vremenska rasipanja ispitnog uzorka i tvrdomjera. Prema mišljenju većine istraživača, koje se zasniva na iskustvu, ispitni uzorak je krivac za većinu rasipanja veličina tijekom protoka vremena. Petik [39] procjenjuje da se može uzeti da je nesigurnost tvrdomjera, do koje dolazi protokom vremena, jednaka parametru ponovljivosti uređaja. Marriner [40] drži da tvrdomjeri zadržavaju stabilnost u granicama  $\pm 0,5\%$  HV30 više od 10 godina.

### 4.2.3 Okoliš

Temperatura okoliša može značajno utjecati na rezultate mjerena tvrdoće, naročito kod manjih duljina dijagonala otiska. Na primjer, kod donje granice duljine dijagonale od 20  $\mu\text{m}$  za Vickers metodu ili minimalne dubine prodiranja indentora od samo 6  $\mu\text{m}$  do 7  $\mu\text{m}$  za Rockwell skale N i T utjecaj okoliša može dovesti do velikih rasipanja rezultata mjerena. Shodno odgovarajućim normama, propisano temperaturno područje za ispitna mjerena je  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  a za umjeravanje referentnih pločica je  $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Za neke skale tvrdoće su ove granice prevelike, no rad izvan tih granica u svakom slučaju treba zabrinjavati. Ukoliko se to ne može izbjegići, treba provesti komparativna mjerena, kako bi se procijenio utjecaj temperature.

Vibracije, električne interferencije i nedostatak čistoće mogu dovesti do značajnih problema koji se teško kvantificiraju. Mjerena mikro tvrdoće s ultra malom silom, zahtijevaju naravno potpunu odsutnost vibracija, dok zahtjevi za vibracijama pri ispitnim silama iznad 200 mN nisu tako kritični.

### 4.2.4 Mjeritelj

Položaj mjernih točaka ispitivanja na površini uzorka je vrlo važan u mnogo slučajeva. Mjerjenja blizu ruba uzorka ili na točkama koje su blizu jedna drugoj mogu prouzročiti velike nesigurnosti. Kod uređaja gdje mjeritelj direktno očitava veličinu otiska prisutna je subjektivnost mjeriteljeva očitanja. Ovo su samo neke od pogrešaka koje mogu nastati uslijed nestručnosti mjeritelja, njegova nepoznavanja metode mjerjenja tvrdoće ili subjektivnosti. Stoga je mjeritelj još jedan čimbenik koji može utjecati na nesigurnost mjerjenja tvrdoće. Neka današnja mjerila tvrdoće su tako koncipirana da cijeli postupak mjerjenja provode automatski kako bi utjecaj mjeritelja bio minimalan, no bez obzira na to, mjeritelj je još uvijek od bitnog značenja za uspješno mjerjenje tvrdoće.

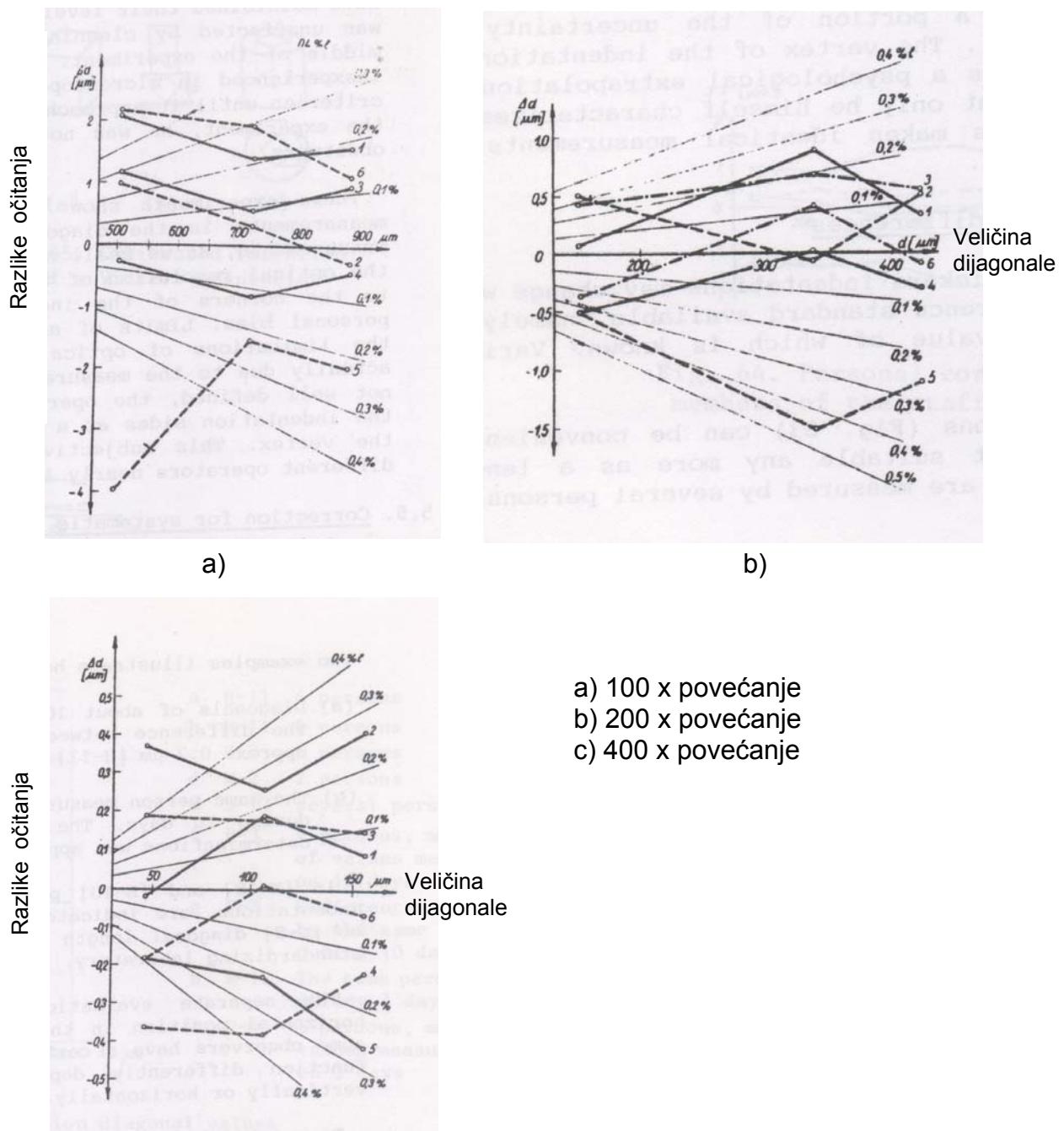
U cilju jasnog definiranja odnosa između vizualne procjene osobe koja rukuje mjernim instrumentima i točnosti mjerjenja, Yano [41] je proveo opsežno istraživanje o međudjelovanju mjeritelja i mjernog uređaja. Problem je postavljen kao proučavanje sustava čovjek-stroj. Mjerjenje Vickersovih otisaka je tipičan primjer gdje se pojavljuju individualne razlike u vizualnoj procjeni. Da bi se utvrdile te razlike načinjen je eksperiment koji analizira odstupanja u skladu sa slijedećim parametrima: individualne razlike, razina obučenosti mjeritelja, nepouzdanost pri ponovljenim mjerjenjima i međudjelovanju ovih parametara. Eksperiment je pokazao da individualne razlike između osoba imaju više različitih uzroka, koji su povezani jedan s drugim. Tako nije uvijek lako ispravno ocijeniti individualne razlike ili pokazati da one nisu ugrađene u izmjerene vrijednosti. Ne može se reći da je osoba s velikom vještinom uvijek u mogućnosti izvesti nepristrano mjerjenje. U skladu s njihovim ponašanjem na duži rok, mjeritelji koji rade s mikroskopima se mogu podijeliti u tri tipa:

- stabilne tipove,
- tipove koji se korigiraju i
- nestabilne tipove.

Veličina iskustva u mjerenu utječe na individualne razlike. Ova pojava je međutim u literaturi također analizirana sa stajališta karaktera mjeritelja. Opaženo je da psihološke reakcije, uključujući govor i ponašanje osoba koje obavljaju mjerjenja sadrži neke parametre koji su svojstveni za tu osobu, a ti parametri po svoj prilici imaju utjecaja na točnost mjerjenja. Promatrani mjeritelji su tako podvrgnuti testiranju karaktera (Moseleyev test karaktera). Testovi su pokazali da su emocionalno stabilne osobe i introvertni tipovi pogodniji za izvođenje mjerjenja i za tehnička zanimanja općenito. Emocionalno nestabilni, ekstrovertni i agresivni tipovi su čini se pogodniji za administrativna i rukovodeća zanimanja. U zaključku rezultata eksperimenata Yano-a tvrdi se da točnost mjerjenja, koje uključuje vizualnu procjenu, varira s mnogo parametara uključujući iskustvo, praksa, obučenost i karakter čovjeka kao senzora. Fizički poticaji mogu također na ovaj ili onaj način utjecati na mentalni odziv mjeritelja ali posljedice takvih poticaja redovito ne utječu na rezultate mjerjenja.

Također objavljeni su rezultati nekoliko eksperimenata koji su pokazali određeni stupanj individualnih razlika u mjerenu duljine dijagonale Vickersovog otiska. Rezultati nekih istraživanja na ovu temu su ovdje sažeto prikazani.

Petik i suradnici [42] su objavili rezultate eksperimenta u kojem je pet mjeritelja iz pet različitih nacionalnih laboratorija provedlo usporedna mjerjenja u istom laboratoriju, na istim mjernim mikroskopima i unutar kraćeg vremenskog razdoblja. Šesti mjeritelj je bio iz jednog od ovih laboratorija no njegovi rezultati nisu uzeti u obzir. Otisci su bili približne duljine dijagonale od 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$  a pripremljeni su na jednom ispitnom uzorku. Svaki mjeritelj je proveo po pet mjerena istoga dana na tri različita mjerna mikroskopa s različitim povećanjima. Mjerena su ponavljana slijedeća dva dana. Sistematske pogreške - razlike u očitanjima su prikazane na slici 4.3.



Slika 4.3: Razlike očitanja uslijed subjektivnosti mjeritelja [42]

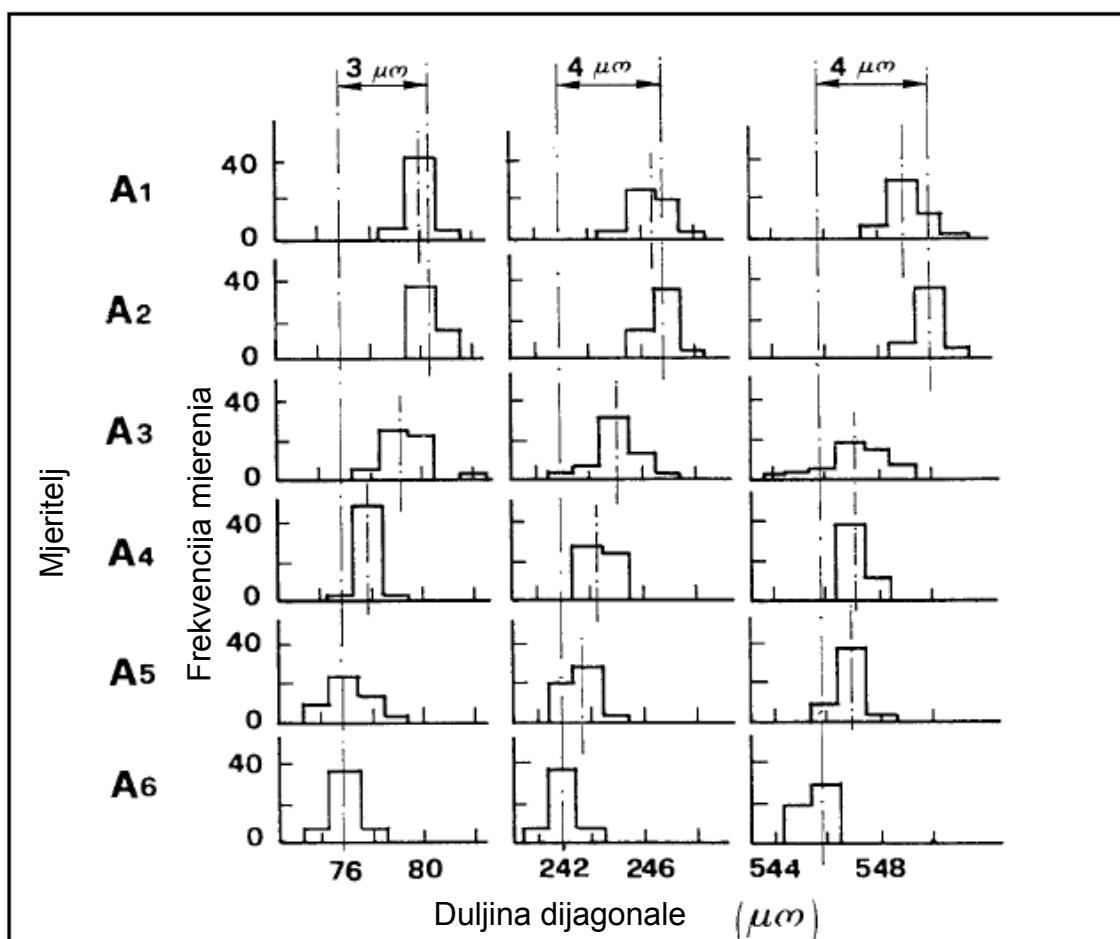
Izomljene linije predstavljaju srednje izmjerene vrijednosti pojedinih mjeritelja označenih s brojevima 1 do 5. Uz samo nekoliko izuzetaka, rezultati su bili u

granicama  $\pm 0,4\%$  (tj. najveća razlika od  $0,8\%$  u izmjerama dva mjeritelja). Ovdje treba napomenuti da su neki mjeritelji, sudionici u eksperimentu, radili kao gosti u tom laboratoriju na opremi na koju nisu navikli pa je u nekim slučajevima dolazilo i do većih odstupanja.

Još jedan eksperiment mjerjenja dijagonalala u okomitom i vodoravnom smjeru obzirom na vidno polje, koji je opisan u radu [43], je pokazao da neki mjeritelji na stanovali način preferiraju određeni smjer. Ljudske oči različito funkcioniraju u ovisnosti o tome da li promatraju vodoravni ili okomiti objekt.

Wood i Marriner [44] su organizirali projekt koji je trajao preko dvije i pol godine u cilju ustanovljavanja dugoročnog kretanja individualnih varijacija u subjektivnosti obavljanja mjerjenja. Dvije grupe od 10 otisaka (približno između  $100$  i  $250\text{ }\mu\text{m}$ ) su četiri mjeritelja mjerili naizmjence. Tijekom testiranja su tri mjeritelja održavali svoju razinu očitanja u granicama  $\pm 0,2\text{ }\mu\text{m}$  te čišćenje i ponovno podešavanje mikroskopa tijekom eksperimenta nije imalo utjecaja na tu razinu. Četvrti mjeritelj je prvo bio posve bez iskustva u radu s mikroskopom i postupno je izgrađivao kriterij očitanja dok se nije približio prosječnoj razini, iako ni pri kraju projekta nije bio tako konzistentan kao iskusniji kolege.

Odstupanje mjerjenja različitih mjeritelja istraživali su Hida i Yamamoto [45] a rezultati su prikazani na slici 4.4.



Slika 4.4: Distribucija mjerena otiska Vickersove tvrdoće različitih mjeritelja [45]

Istraživanje je provedeno s tri iskusna mjeritelja koji su mjerili isti otisak Vickersove tvrdoće, a kasnije je prošireno i na tri nova mjeritelja koji nemaju iskustva. Individualni mjeritelji pokazali su razlike do  $\pm 2 \mu\text{m}$  i razliku veću od  $3 \mu\text{m}$  između srednjih vrijednosti 50 mjerjenja koje su izvršili različiti mjeritelji. Pogreška za mjeritelje s iskustvom procijenjena je na otprilike  $0,6 \mu\text{m}$ .

Rezultati ovakvih eksperimenata omogućuju određivanje sustavnih pogrešaka osoba koje imaju stanovite prakse u mjerenu duljine otiska ili određivanje njihovih dnevnih odstupanja. Također ovi eksperimenti pokazuju da je najslabija točka postupka mjerjenja tvrdoće po Vickersu upravo određivanje duljine dijagonale otiska. Iako je višestrukost mjerjenja, kao što će se vidjeti u slijedećem poglavlju, često bolja od optičke rezolucije mikroskopa, postavljanje končanice u kuteve otiska je podložno relativno velikoj subjektivnosti mjeritelja. Točnost sasvim sigurno nije ograničena samo svojstvima optičkog sustava. Dio nesigurnosti dolazi i od samog mjeritelja. Vrhovi otiska nisu jasno definirani i mjeritelj čini ekstrapolaciju stranica utisnutog lika na psihološkoj osnovi u točci koja samo njemu predstavlja vrh. Ovaj subjektivni proces dovodi do nemogućnosti da se dobiju dvije jednake izmjere za dva mjetitelja.

U novije vrijeme provode se procjene i proračuni mjernih nesigurnosti pojedinih utjecaja koji su predhodno opisani. Tako je u radovima [46], [47], [48], [49] i [50] izvršena kvantifikacija pojedinih utjecaja čiji su rezultati korišteni u ovom radu.

### 4.3 Postupak izračuna mjerne nesigurnosti mjerjenja tvrdoće

#### 4.3.1 Općenito

Postupak procjene mjerne nesigurnosti mjerjenja tvrdoće je složeniji nego kod fizikalnih veličina koje imaju svoje osnovne jedinice u SI – sustavu ili nekih koje su izvedene iz osnovnih. Problem prijenosa vrijednosti tvrdoće etalonskim pločicama od primarnog do referentnog pa do ispitnog tvrdomjera svaki put generira novu nesigurnost uzrokovana nehomogenošću materijala etalonske pločice. Ako se ovdje još uključi i direktnu metodu umjeravanja te međunarodne usporedbe za primarne etalone, procjena i proračun mjernih nesigurnosti zahtijeva suradnju mjeritelja - eksperata za različite fizikalne veličine.

Stoga ovdje treba razdvojiti pojedine segmente nesigurnosti:

- samo mjerjenja tvrdoće,
- umjeravanje primarnih i referentnih etalonskih pločica,
- umjeravanje etalonskog tvrdomjera,
- provjere kod direktnog umjeravanja:
  - sile,
  - optičkog uređaja,
  - vremenskog ciklusa,
  - kuteva na indentoru (pojedina odstupanja).

Postupak za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti je zasnovan na temelju dokumenta EA/4-02 [23] i u sebi sadrži slijedeće korake:

- a) Izražavanje odnosa između mjerene tvrdoće  $H$  (izlazna veličina) i ulaznih iznosa  $X_i$  (funkcija modela), matematičkim izrazom :

$$H = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (4.1)$$

Treba primijetiti da u slučaju tvrdoće na današnjoj razini razvoja nije poznata matematička veza, koja povezuje ulazne veličine  $X_i$  s izlaznom veličinom  $H$ . Veza je dana putem definiranja skale, a to su empirički postupci. Funkcija modela stoga ne daje više nego sam popis čimbenika koji utječu na mjerne rezultate. U praksi je to dovoljno, kako bi se uspostavio postupak zasnovan na EA/4-02 uz uvjet da se posveti posebna pažnja procjeni standardnih nesigurnosti ulaznih veličina i koeficijenata osjetljivosti, kao što je to prikazano u nastavku.

- b) Utvrđivanje i primjenjivanje svih značajnih korekcija;  
c) Popisivanje izvora nesigurnosti u obliku analize nesigurnosti prema tablici 4.2.

Tablica 4.2: Prikaz sređenog rasporeda veličina procjena, standardnih nesigurnosti, koeficijenata osjetljivosti i doprinos nesigurnosti koji se primjenjuje u analizi nesigurnosti kod mjerjenja tvrdoće [23]

Veličina	Procjena	Standardna nesigurnost	Koeficijent osjetljivosti	Doprinos standardnoj nesigurnosti $u_i(H)$
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	$c_i$	
$X_1$	$X_1$	$u(x_1)$	$c_1$	$u_1(H)$
...	...	...	...	...
$X_n$	$X_n$	$u(x_n)$	$c_n$	$u_n(H)$
Tvrdoća	$H$			$u(H)$

Vrijednosti iz tablice 4.2 su definirane kako slijedi:

$X_i$  - veličine koje utječu na rezultat mjerjenja tvrdoće. Nesigurnost se može odrediti na dva odvojena načina: prvi način uključuje fizikalne veličine koje se koriste u definiranju skale (sila, duljina, vrijeme, brzina itd.) i odnose se na direktno umjeravanje. Drugi način koji uključuje sve čimbenike utjecaja je prisutan u praksi i odnosi se na indirektnu metodu umjeravanja. Treba primijetiti da bi se moglo pretpostaviti, kako ovaj drugi način sadrži sve doprinose nesigurnosti, pa bi on sam mogao dati traženu veličinu nesigurnosti, no to nije uvijek točno. Na primjer, moguće je provesti vrlo pažljivo indirektno umjeravanje, koje daje manju nesigurnost, nego što je nesigurnost uzrokovana prihvaćenim tolerancijama za direktno umjeravanje. Zbog toga treba primijeniti oba načina, a kao rezultat se uzima veća vrijednost nesigurnosti, koja se dobiva iz ta dva načina.

$x_i$  - procijenjene vrijednosti veličina  $X_i$ .

$u(x_i)$  - standardne nesigurnosti procijenjenih vrijednosti  $x_i$ . Za određivanje  $u(x_i)$  se može odabratи nekoliko načina. Za dio koji je povezan s nesigurnošću

definicije skale tvrdoće, treba uzeti polja tolerancija prema definiciji u normi EN ISO 6507-3, kao polja varijabilnosti, te procijeniti doprinos nesigurnosti tipa B. Tip B nesigurnosti se primjenjuje u svim slučajevima kada je na raspolaganju samo izjava o suglasnosti. Za dio povezan s direktnom metodom umjeravanja moguće je odrediti  $u(x_i)$  pomoću nesigurnosti deklariranih u certifikatima umjeravanja mjernih instrumenata, koji su upotrijebljeni za direktna umjeravanja. Za dio povezan s indirektnom metodom umjeravanja, a to je provedena usporedba uz korištenje etalonskih pločica tvrdoće, treba procijeniti relevantnu nesigurnost tipa A.

- c) je koeficijent osjetljivosti povezan s ulaznom procjenom  $x_i$ . Koeficijent osjetljivost  $c_i$  pokazuje iznos do kojega se utječe na tvrdoču  $H$  variranjem ulaznih procjena  $x_i$ . Kao što je prije rečeno, na današnjoj razini razvoja znanosti, nepoznata je matematička veza između  $x_i$  i  $H$ , pa koeficijente osjetljivosti treba eksperimentalno procjenjivati pomoću promjene tvrdoće  $H$  zbog promjene ulazne procjene  $x_i$  kako slijedi:

$$c_i \approx \frac{\Delta H}{\Delta x_i} | X_1 = x_1, \dots, X_n = x_n \quad (4.2)$$

Eksperimentalno vrednovanje koeficijenata osjetljivosti često uzima mnogo vremena, pa je obično prikladno koristiti eksperimentalne rezultate navedene u literaturi [4,5 iz EA 10/16], te ih usvojiti za primjere, no, uvijek treba biti oprezan, kada relevantni čimbenici ovise o karakteristikama ispitivanog materijala (vrijeme zastoja i brzina utiskivanja). U takvim slučajevima su nužni određeni eksperimenti na specifičnom materijalu.

$u(H)$ - je doprinos standardnoj nesigurnosti, povezanoj uz tvrdoču  $H$ , a rezultat je standardne nesigurnosti  $u(x_i)$ , povezane s ulaznom procjenom  $x_i$ :

$$u_i(H) = c_i \times u(x_i) \quad (4.3)$$

- d) Za nekorelirane ulazne veličine, kvadrat standardne nesigurnosti  $u(H)$  povezan je s mjerom tvrdočom  $H$  prema izrazu:

$$u^2(H) = \sum_{i=1}^n u_i^2(H) \quad (4.4)$$

- e) Izračunavanje za svaku ulaznu veličinu  $X_i$  doprinos,  $u_i(H)$  nesigurnosti pridružene tvrdoći  $H$ , a koja je rezultat procjene ulaza  $x_i$ , shodno jednadžbama (4.2) i (4.3), te zbrojene njihove kvadrate, kao što je to pokazano u jednadžbi (4.4), kako bi se dobio kvadrat standardne nesigurnosti  $u(H)$  tvrdoče  $H$ .
- f) Izračunavanje proširene mjerne nesigurnosti  $U$  množeći standardnu nesigurnost  $u(H)$  vezanu uz tvrdoču  $H$  pomoću faktora pokrivenosti  $k=2$ :

$$U = k \times u(H) \quad (4.5)$$

Ukoliko je efektivni stupanj slobode  $v_{\text{eff}}$  u iznimnim slučajevima manji od 15, tada izračunati faktor pokrivenosti  $k$  prema EA/4-02, Aneks E [23].

- g) Prikazivanje rezultata mjerena na slijedeći način: u certifikatima za umjeravanje navesti ukupan rezultat mjerena, koji sadrži procjene tvrdoće  $H$  mjerenog objekta i pridruženu proširenu nesigurnost  $U$  i to u obliku ( $H \pm U$ ). Uz to treba navesti koliki je faktor pokrivanja i nivo pouzdanosti.

##### 4.3.2 Proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera

Procjena i proračun mjerne nesigurnosti su osnova koja je definirana normama te dogovorima između nacionalnih laboratorija. Proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera sastoji se od slijedećih segmenata:

- procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom i
- procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom.

###### 4.3.2.1 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom

Nesigurnost umjeravanja direktnom metodom satoji od procjene i proračuna:

1. nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja i
2. nesigurnosti umjeravanja sustava za očitanje.

###### 1. Nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja

Pravilan postupak umjeravanja je primjena poznatih ulaznih veličina koji idu od minimalnih do maksimalnih vrijednosti za koje se treba koristiti mjerni sustav za mjerjenje sile. Time se definira operacijski raspon sustava. Prilikom umjeravanja uređaja za mjerjenje sile primjenjuje se sekvenčna varijacija vrijednosti ulazne veličine kroz željeni raspon odnosno mjerno područje. To se postiže povećavanjem (ili snižavanjem) vrijednosti ulazne veličine u određenim koracima. Tako da je bitno odrediti raspon mjernog područja i korak prirasta (pada) ulazne veličine.

Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja računa se prema slijedećem izrazu:

$$u_F = \sqrt{u_{FRS}^2 + u_{FHTM}^2} \quad (4.6)$$

gdje je:

- $u_{FRS}$  - relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile;  
 $u_{FHTM}$  - relativna standardna mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja na tvrdomjeru.

Relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile dobiva se njegovim umjeravanjem u referentnom ili primarnom etalonu sile i navedena je u njegovoj potvrdi o umjeravanju. Ovdje je potrebno još uvrstiti i dodatnu mjernu nesigurnost prijenosnog etalona sile koja je uzrokovana dodatnim utjecajnim veličinama:

- temperatura,
- stabilnost umjerne opreme kroz duži vremenski period,
- vrsta interpolacijske krivulje umjeravanja prijenosnog etalona sile.

Procjena te izračun nesigurnosti uslijed ovih utjecaja ovisi o tipu prijenosnog etalona sile.

Mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja na tvrdomjeru proračunava se na temelju izmjerenih vrijednosti sila. Provode se minimalno tri niza s po tri mjerena sila. Svaki niz mjerena mora biti na različitoj poziciji indentora od ispitnog stola etalonskog tvrdomjera. Iz dobivenih mjerena izračunava se srednja vrijednost sila opterećivanja za svaki niz, a relativno odstupanje za taj niz računa se prema izrazu:

$$\Delta F = \frac{\bar{F} - F_{\text{RS}}}{F_{\text{RS}}} \quad (4.7)$$

Relativna standardna mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja dobije se na temelju slijedeće jednadžbe:

$$u_{\text{FHTM}} = \frac{s_{\text{Fi}}}{\bar{F}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} , \quad (n = 3) \quad (4.8)$$

gdje je  $s_{\text{Fi}}$  - standardno odstupanje vrijednosti sila u sva tri niza mjerena sila i računa se prema izrazu 3.7.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja računa se prema izrazu:

$$U_F = k \times u_{\text{FHTM}} \quad (4.9)$$

gdje je faktor pokrivanja  $k=2$ .

Maksimalno odstupanje sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera izražava se na slijedeći način:

$$\Delta F_{\text{max}} = |\Delta F_{\text{rel}}| + U_F \quad (4.10)$$

## 2. Nesigurnost umjeravanja sustava za očitanje

Umjeravanje se provodi kroz tri niza mjerene, a svaki mjereni niz sadrži pet mjernih točaka podjednako raspodijeljenih u cijelom mjernom području sustava za očitanje.

Sastavljena relativna mjerna nesigurnost mjernega sustava za očitanje izračunava se prema izrazu:

$$u_L = \sqrt{u_{\text{LRS}}^2 + u_{\text{ms}}^2 + u_{\text{LHTM}}^2} \quad (4.11)$$

gdje je:

- $u_{\text{LRS}}$  – relativna mjerna nesigurnost objektmikrometra;
- $u_{\text{ms}}$  – relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava;
- $u_{\text{LHTM}}$  – relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera.

Mjerna nesigurnost objektmikrometra dobivena je umjeravanjem istog u referentnom ili primarnom etalonu duljine te je iskazana u potvrdi o umjeravanju. Ovdje je potrebno još uvrstiti i dodatnu mjeru nesigurnost koja je uzrokovana dodatnim utjecajnim veličinama:

- temperatura,
- stabilnost kroz duži vremenski period.

Relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava ( $u_{\text{ms}}$ ) izračunava se iz rezolucija uređaja za očitanje ( $\delta_{\text{ms}}$ ) primjenom apriorne pravokutne razdiobe.

Relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera računa se prema jednadžbi:

$$u_{\text{LHTM}} = \frac{s_{\text{Li}}}{L} \times \frac{1}{\sqrt{n}}, \quad (n = 3) \quad (4.12)$$

gdje je  $s_{\text{Li}}$  - standardno odstupanje vrijednosti duljine za mjerena na jednoj mjerenoj točki.

Relativno odstupanje pokazivanja mjernog sustava za očitanje se računa prema izrazu:

$$\Delta L_{\text{rel}} = \frac{\bar{L} - L_{\text{RS}}}{L_{\text{RS}}} \quad (4.13)$$

Proširena mjerna nesigurnost sustava za očitanje računa se prema izrazu:

$$U_L = k \times u_L \quad (4.14)$$

gdje je faktor pokrivanja  $k=2$ .

Maksimalno odstupanje sustava za očitanje izražava se kao:

$$\Delta L_{\text{max}} = |\Delta L_{\text{rel}}| + U_L \quad (4.15)$$

#### 4.3.2.2 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom

Izračun sastavljene relativne mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom provodi se prema slijedećem izrazu:

$$u_{\text{CM}} = \sqrt{u_{\text{CRM-P}}^2 + u_{\text{xCRM-I}}^2 + u_{\text{CRM-D}}^2 + u_{\text{ms}}^2} \quad (4.16)$$

gdje su:

- $U_{CRM-P}$  – mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica (uz  $k=1$ ),
- $U_{xCRM-1}$  – standardna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera,
- $U_{xCRM-D}$  – nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica kroz duže vremensko razdoblje,
- $U_{ms}$  – standardna mjerna nesigurnost proizašla iz rezolucije sustava za očitanje etalonskog tvrdomjera.

Mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica dobije se provedbom njihova umjeravanja. U poglavljiju 4.3.3 prikazan je matematički model procjene i proračuna mjerne nesigurnosti etalonskih pločica. Promjena vrijednosti tvrdoće etalonske pločice je procijenjena na temelju posljednjih umjeravanja ili na temelju iskustvenih podataka.

Standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti rezultata mjerjenja tvrdoće računa se prema izrazu:

$$u_{xCRM-1} = \frac{t \times s_{xCRM-1}}{\sqrt{n}} \quad (4.17)$$

gdje je:

- $t$  – varijabla studentove razdiobe ( $t=1,14$  za  $n=5$ );
- $s_{xCRM-1}$  – standardna devijacija izmjerениh rezultata;
- $n$  – broj mjerena.

Standardna devijacija izmjerениh rezultata tvrdoće računa se prema izrazu:

$$s_{xCRM-1} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2} \quad (4.18)$$

Nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica uslijed osjetljivosti dobije se na temelju mjerena kroz duži vremenski period na istim.

Standardna mjerna nesigurnost proizašla iz rezolucije sustava za očitanje etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$u_{ms} = \frac{2H}{d} \cdot \frac{\delta_{ms}}{2\sqrt{3}} \quad (4.19)$$

gdje su:

- $\delta_{ms}$  - rezolucija uređaja za očitanje;
- $H$  - vrijednost tvrdoće;
- $d$  - srednja vrijednost dijagonale za dobivenu vrijednost tvrdoće.

Ovdje treba napomenuti da dio izraza (4.19)  $2H/d$  predstavlja koeficijent osjetljivosti mjerne nesigurnosti uslijed rezolucije.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$U_{CM} = k \times u_{CM} \quad (4.20)$$

gdje je faktor pokrivanja  $k=2$ .

Da bi se moglo izračunati maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera potrebno je izračunati odstupanje etalonskog tvrdomjera kod umjeravanja etalonskim pločicama prema izrazu:

$$\bar{b} = \bar{H} - H_{CRM} \quad (4.21)$$

Na kraju maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera prikazuje se prema izrazu:

$$\Delta H_{HTM\ max} = U_{CM} + |\bar{b}| \quad (4.22)$$

#### **4.3.3 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica**

Standardna mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu:

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{xCRM-2}^2} \quad (4.23)$$

gdje je:

$u_{CM}$  – sastavljena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera;

$u_{xCRM-2}$  – nesigurnost standardnog odstupanja zbog nehomogenosti raspodjele mjerjenja tvrdoće po pločici

Standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti rezultata mjerjenja tvrdoće računa se prema izrazu:

$$u_{xCRM-2} = \frac{t \times s_{xCRM\_2}}{\sqrt{n}} \quad (4.24)$$

gdje je:

$s_{xCRM-2}$  – standardna devijacija izmjerenih rezultata.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu:

$$U_{CRM} = k \times u_{CM} \quad (4.25)$$

gdje je faktor pokrivanja  $k=2$ ,  $P= 95\%$ .

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

### 5.1 Općenito

Tvrdoča, kao fizikalna veličina, je primjer veličine koja se ne može kvantificirati bez referencijske ljestvice za određenu mjernu metodu tvrdoče, odnosno ona nema jednoznačnu jedinicu koja je neovisna o metodi. Jedan od najvećih problema postizanja mjerne sljedivosti kod metoda za mjerjenje tvrdoče je ostvarenje etalonskog uređaja. Poznato je da se etalon definira kao mjera, mjerilo ili mjerni sustav namijenjen definiranju, ostvarenju ili obnavljanju jedinice odnosno jedne ili više poznatih vrijednosti fizikalne veličine radi prenošenja usporedbom tih vrijednosti na druga mjerila. Da bi ostvarile mjernu sljedivost na području mjerjenja tvrdoče, mnoge zemlje izrađuju državne etalone te ih provjeravaju prema modelu međulaboratorijske usporedbе. S obzirom na sve veće zahtjeve na razinu točnosti pri mjerjenju tvrdoče neophodno je postojanje etalonskog tvrdomjera i u Hrvatskoj.

Sukladno ovomu u Hrvatskoj je pokrenut projekt izrade etalonskog tvrdomjera za tvrdoču po metodi Vickers u mjernom području od HV1 do HV50. Ovo mjerno područje je odabранo iz razloga što se najveći broj laboratorijskih ispitnih tvrdomjera u industriji i znanstvenim institucijama koristi u tom mjernom području. No da bi se osigurala odgovarajuća mjerna sposobnost takvog etalonskog tvrdomjera, potrebno je istražiti utjecajne veličine na mjeru nesigurnost etalonskog tvrdomjera te ih permanentno svoditi na što je moguće manju mjeru kroz konstrukcijska i mjeriteljska poboljšanja te poboljšanja procjene i proračuna mjernih nesigurnosti njihova mjerjenja. U cilju dobivanja što bolje mjerne sposobnosti etalonskog tvrdomjera proveden je čitav niz eksperimentalnih istraživanja, koja su bila tako koncipirana da bi se njihovom analizom mogla potvrditi ili odbaciti hipoteza ovog rada. Također tijekom istraživanja pojavljivali su se novi momenti u procjeni i proračunu mjerne nesigurnosti koji su morali biti na temelju analize ili znanstvene prosudbe obrađeni te kroz postupke umjeravanja i

interkomparacijskih mjerena potvrđeni. Stoga su u radu razvijeni i primjenjeni neki novi modeli za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina, pogotovo tamo gdje je procijenjeno da dosadašnji nisu dovoljno dobro opisivali pojedine utjecaje na nesigurnost mjerena etalonskog tvrdomjera. Isto tako na temelju rezultata istraživanja, iskustvenih i literturnih podataka provedena su poboljšanja nekih postojećih modela za procjenu pojedinih utjecaja, ali je i dan osvrt na mogućnosti novih poboljšanja koja će biti predmet budućih istraživanja.

### 5.2 Plan istraživanja

S obzirom na hipotezu rada, koja je dana u uvodu, osnovna ideja je bila razdvajanje sustava za opterećivanje od sustava za očitanje veličine otiska kako bi svaki sustav zasebno postigao što bolju mjernu sposobnost za svoju mjernu veličinu, a time bi ukupna nesigurnost mjerena tvrdoće mogla biti manja. Kako bi mogla biti ostvarena ova ideja napravljen je slijedeći plan istraživanja:

1. Istraživanja nesigurnosti sustava za opterećivanje:
  - analiza mogućih konstrukcijskih rješenja sustava za opterećivanje, kako bi se približili graničnoj vrijednosti nesigurnosti postizanja određene sile opterećivanja;
  - umjeravanje sustava za opterećivanje (umjeravanje sila);
  - provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustav za opterećivanje te procjena i proračun njihovih mjernih nesigurnosti. Primjena novog matematičkih modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti te njegova usporedba s postojećim.
  - analiza kako se promjene sile opterećivanja, uključujući i nesigurnosti istih, odražavaju na vrijednosti mjerena tvrdoće.
2. Istraživanja nesigurnosti sustava za očitanje veličine otiska:
  - primjena dva sustava za očitanje veličine otiska s različitim principima rada te analiza njihova utjecaja na mjerjenje duljine dijagonale otiska;
  - umjeravanje ovih sustava;
  - provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustave za očitanje te procjena i proračun njegovih mjernih nesigurnosti. Primjena novih matematičkih modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti te njihova usporedba s postojećim.
  - analiza kako se nesigurnosti mjerena dijagonala otiska odražavaju na vrijednosti mjerena tvrdoće.
3. Umjeravanje etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom (primarnim etalonskim pločicama).
4. Provedba interkomparacijskih mjerena:
  - verifikacija odnosno validacija postignutih rezultata kroz međulaboratorijska usporedna ispitivanja na međunarodnoj razini.
5. Analiza svih rezultata te donošenje zaključaka o udjelima pojedinih mjernih nesigurnosti, posebno o udjelima mjernih nesigurnosti procijenjenih na temelju znanstvene prosudbe.

Sukladno ovom planu provedena su određena istraživanja zasebno na svakom od sustava etalonskog tvrdomjera za njihove mjerne veličine a onda su provedena istraživanja kako se ti pojedini utjecaji odražavaju na rezultate mjerena tvrdoće.

### 5.3 Istraživanja na sustavu opterećivanja

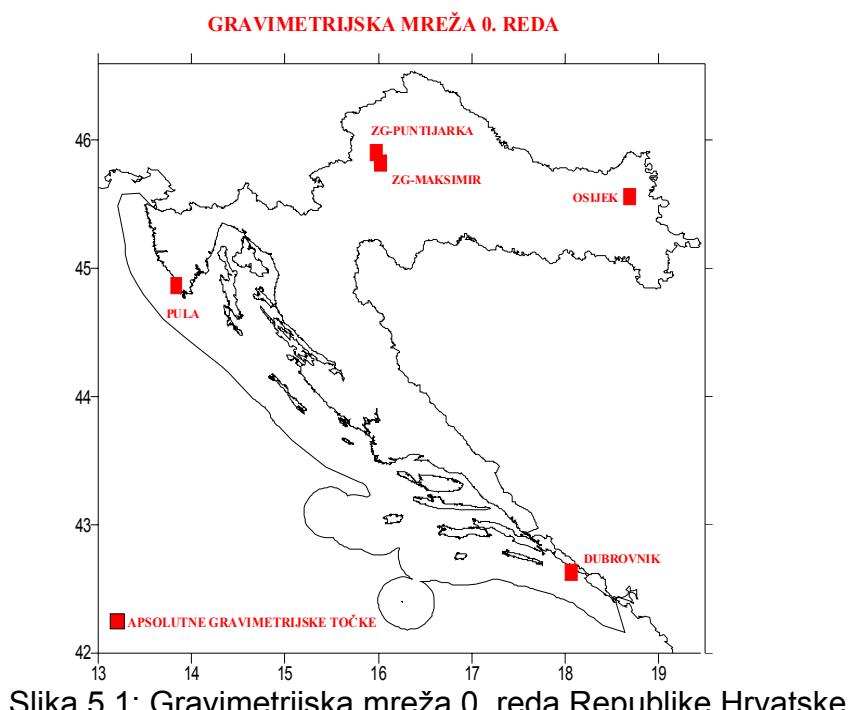
#### 5.3.1 Sustav za opterećivanje

Primjenjeni sustav opterećivanja je izrađen u tvrtki INDENTEC, Velika Britanija, a odgovarajuće opterećenje ostvaruje se utezima preko polužnog sustava. Ovakvi sustavi namijenjeni su za mjerena sile u najboljim svjetskim institutima te ostvaruju nesigurnost mjerena sile  $\leq 0,01\%$  što u potpunosti zadovoljava zahtjeve na opterećenje kod etalonskih tvrdomjera sukladno normi EN ISO 6507-3. No kako je po definiciji sila  $F = m \cdot g$ , da bi se postiglo odgovarajuće pojedino opterećenje masom utega, potrebno je bilo provesti gravimetrijska mjerena (ubrzanje sile teže) na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera i na temelju tih vrijednosti provesti izradu utega odgovarajuće mase.

#### 5.3.2 Gravimetrijska mjerena

U svrhu određivanja vrijednosti ubrzanja sile teže na mjestu instalacije sustava za opterećivanje (Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Laboratorij za ispitivanje mehaničkih svojstava) provedena su relativna gravimetrijska mjerena. Gravimetrijska, kao i nivelmanska mjerena provedena su u suradnji s djelatnicima Geodetskog fakulteta, Sveučilišta u Zagrebu.

Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske se sastoji od 5 točaka, a to su: Zagreb-Puntijarka, Zagreb-Maksimir, Pula, Osijek i Dubrovnik (slika 5.1).



Slika 5.1: Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske

Za provedbu gravimetrijskih mjerena primjenjen je relativni gravimetar CG-3M AutoGrav kanadske tvrtke Scintrex, koji je trenutno jedan od najsuvremenijih relativnih gravimetra (slika 5.2). To je kvarcni, mikroprocesorski kontroliran i visoko automatiziran instrument. Radni domet gravimetra je preko 7000 mGal-a ( $1 \text{ mGal} = 10^{-5} \text{ ms}^{-2}$ ), što obuhvaća područje cijele Zemlje, bez potrebe za resetiranjem, a standardna rezolucija gravimetra je  $1 \mu\text{Gal}$ -a ( $1 \mu\text{Gal} = 10^{-8} \text{ ms}^{-2}$ ). Mjerenje gravimetrom Scintrex CG-5 se obavlja automatski te se na taj način eliminira pogreška procjene mjeritelja, a podaci mjerenja se pohranjuju u memoriju gravimetra.



Slika 5.2: Relativni gravimetar Scintrex CG-5  
a) prikaz cijelog uređaja  
b) prikaz ekrana CG-5 gravimetra

Visoka točnost CG-5 Autograv automatskog gravimetra rezultat je automatizacije mjernog procesa, visokokvalitetne izrade, malog hoda gravimetra te preciznog podešavanja. Senzor CG-5 gravimetra je zasnovan na kvarcnom elastičnom sustavu. Sila koja se javlja zbog ubrzanja sile teže na mjernej masi je balansirana oprugom i relativno malom elektrostatskom silom. Gravimetar CG-5 konstantno obnavlja podatke s internog senzora nagiba. Na osnovi tih mjerena CG-5 automatski kompenzira mjerena zbog pogreške nagiba gravimetrijskog senzora. Na osnovi geografskog položaja i vremenske zone CG-5 automatski računa korekciju zbog utjecaja zemljinih plimnih valova u realnom vremenu i to za svako očitanje. Senzor CG-5 Autograv-a se nalazi u temperaturno stabiliziranoj vakumskoj posudi koja je zaštićena od varijacija tlaka zraka. Senzor je nemagnetičan i nije osjetljiv na varijacije zemljinih magnetskog polja. Gravimetar na ekranu prikazuje i sprema u memoriju slijedeće podatke: korigirano mjerena, standardno odstupanje, nagib oko x-osi, nagib oko y-osi, vrijednost temperaturnog senzora, korekciju za Zemljine plimne valove, trajanje mjerena, vrijeme početka mjerena te osnovne informacije o postavu parametara mjerena.

Pored navedene opreme, dodatni pribor su činili ručni GPS uređaj Garmin eTrex, merna vrpca, četka za čišćenje gravimetrijskih točaka te ručni instrument za mjerena tlaka i temperature zraka "Field Syscom" tvrtke Empex. Zbog potrebe preciznog

određivanja visine lokacije u prostoru, gdje je instaliran sustav opterećivanja, obavljena su nivelmanska mjerena preciznim nivelirom Leica NA3000 s dva najbliža repera u okolini navedene lokacije. Niveliranjem je dobivena visina **114,267 m ± 0,0133 m**, koja je kasnije korištena pri obveznim redukcijama gravimetrijskih mjerena.

Polazna točka gravimetrijskih mjerena bila je absolutna gravimetrijska točka AGT03 na Sljemenu (slika 5.3). Ova točka, pored preostalih absolutnih točaka koje čine gravimetrijsku mrežu 0. reda Republike Hrvatske, definira gravimetrijski datum Republike Hrvatske. Stoga, veza na ovu točku osigurava pouzdano određivanje gravimetrijskog podatka na lokaciji laboratorija.



Slika 5.3: Apsolutna točka AGT03 – Puntjarka (Sljeme)

U svrhu eliminiranja hoda gravimетra, korištena je metoda profila sa zaposjedanjem apolutne točke kao početne. Terenska mjerena su obrađena za korekcije pola Zemlje, visinu instrumenta i atmosferski tlak. Dobivene gravimetrijske razlike predstavljaju ulazne vrijednosti za provedeno jednodimenzionalno izjednačenje. Na slici 5.4 je prikazano mjesto na kojem su određena gravimetrijska i nivelmanska mjerena u laboratoriju.

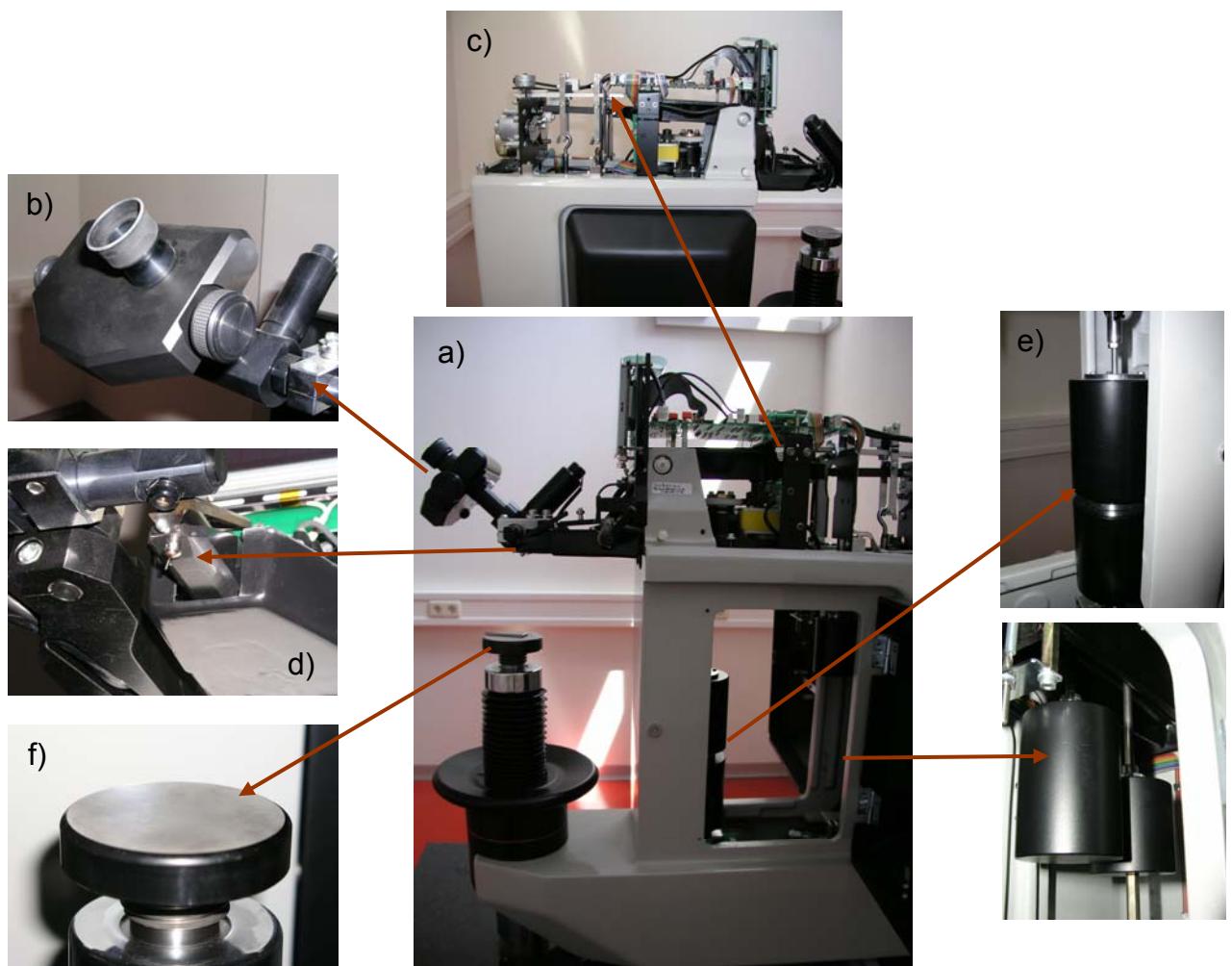


Slika 5.4: Točka gravimetrijskih i nivelmanskih mjerena u LIMS-u

Obradom i izjednačenjem dobivena je vrijednost ubrzanja sile teže od  $\mathbf{g} = 9,80663337 \text{ ms}^{-2} \pm 1,82 \cdot 10^{-8} \text{ ms}^{-2}$  gdje je nesigurnost mjerena preko standardne devijacije. Kako u datom trenutku nije bilo moguće procijeniti još neke utjecajne veličine na gravimetrijska mjerena, na temelju iskustvenih podataka zaključeno je da ovaj rezultat sasvim zadovoljava zahtijevanu razinu nesigurnosti mjerena. Ova vrijednost ubrzanja sile teže korištena je za proračun mase utega preko kojih se ostvaruje određeno vrijednost opterećenje za sustav opterećivanja.

### 5.3.3 Ispitivanja sustava za opterećivanje

U radu je upotrijebljen sustav za opterećivanje 5030TKV koji je izrađen u tvrtki INENTEC u Velikoj Britaniji. Na slici 5.5 je prikazan cijeli sustav s glavnim komponentama.



Slika 5.5: Osnovni dijelovi sustava za opterećivanje etalonskog tvrdomjera

- a) nosiva konstrukcija,
- b) sustav za očitanje veličine otiska,
- c) polužni prijenos sile opterećivanja,
- d) indentor,
- e) utezi,
- f) ispitni stol,

U normi EN ISO 6507-3 propisani je zahtjev da odstupanje sile opterećivanja mora biti u granicima od  $\pm 0,1\%$ . S obzirom da polužni sustavi mogu postići sposobnosti  $\leq 0,01\%$  za očekivati je da će primjenjeni sustav opterećivanja zadovoljiti zahtjev sukladno normi.

### 5.3.3.1 Provjera ispitnih sila

Prema normi DIN EN ISO 6507-3 svaka sila opterećivanja za svako opterećenje na etalonskom tvrdomjeru mora biti provjerena. S obzirom da se predviđeni sustav koristi slijedeće sile opterećivanja: 9,807; 29,42; 49,03; 98,07; 196,1; 294,2; 490,3 N (1; 3; 5; 10; 20; 30 i 50 kg sukladno britanskom sustavu mjernih jedinica) potrebno je provjeriti sile za svako opterećenje. Uređaji za provjeru sila moraju biti najmanje klase 0,5 sukladno normi DIN EN ISO 376. Dozvoljeno odstupanje sila odnosno opterećenja smije iznosići najviše  $0,1\%$ .

Provjera sila provedena je u dva ciklusa. Prva provjera je provedena od strane tvrtke Indentec – Velika Britanija pri izradi sustava za opterećivanje. Ta provjera je imala za cilj utvrditi ispravnost proračuna za masu utega na temelju izmjerjenog ubrzanja sile teže. Drugi ciklus ispitivanja je proveden u LIMS-u, na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera, s ciljem utvrđivanja stvarnih vrijednosti sila opterećivanja s kojima se provodi ispitivanje tvrdoće.

Preliminarna ispitivanja sila su provđena u laboratoriju tvrtke INDENTEC s prijenosnim etalonima sile klase 00. Tvrtka INDENTEC ima laboratorij za umjeravanje sile s najboljom mjernom sposobnošću od  $0,12\%$  što dokazuje akreditacijom UKAS-CALIBRATION 0232. Rezultati ispitivanja dani su u tablici 5.1. Ovdje treba naglasiti da je jedinica za silu u kgf iz razloga što je umjeravanje provedeno prema normi BS EN ISO 6507-2. Proširena mjerna nesigurnost je proračunata na temelju izraza za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja (poglavlje 4.3.2.1). Maksimalno odstupanje sila prema izrazu 4.15 ne prelazi granicu od  $0,1\%$  no, ovo je bila samo provjera proračuna mase utega odnosno provjera sila ostvarenih utezima preko poluga bez dodatnih komponenti koje utječu na konačni iznos sila opterećivanja. Proširena mjerna nesigurnost provjere je bila veća od  $0,12\%$  a uzrok tome je nesigurnost prijenosnog etalona sile kojim je provedeno umjeravanje.

Tablica 5.1: Preliminarna mjerena sila opterećivanja u tvrtki INDENTEC

Nazivno opterećenje $F$ , kgf	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Srednja vrijednost, $X_{SR}$ , mV/V			Odstupanje $q$ , %			Proširena mjerena nesigurnost, $U_F$ , %
				$F_{\min}$	$F_{\max}$	$F_{sr}$	$q_{\max}$	$q_{\min}$	$q_{sr}$	
50	0,00000 2,89324 0,00012	0,00000 2,89325 0,00010	0,00000 2,89188 0,00011	2,89279	50,023	49,999	50,015	0,05	0,00	0,03 0,12
	0,00000 1,73549 0,00005	0,00000 1,73562 0,00004	0,00000 1,73475 0,00005	1,73529	30,007	29,992	30,002	-0,03	-0,01	0,05 0,12
30	0,00000 1,15627 0,00002	0,00000 1,15644 0,00002	0,00000 1,15594 0,00002	1,15622	19,993	19,985	19,989	-0,03	-0,08	0,04 0,12
	0,00000 0,57830 0,00001	0,00000 0,57832 0,00002	0,00000 0,57820 0,00001	0,57827	9,998	9,996	9,997	-0,02	-0,04	0,02 0,12
20	0,00000 0,28918 0,00002	0,00000 0,28923 0,00002	0,00000 0,28921 0,00002	0,28921	5,000	4,999	5,000	0,01	-0,01	0,00 0,12
	0,00000 3	0,00000 0,17349 0,00001	0,00000 0,17351 0,00001	0,17353	3,000	3,000	3,000	0,01	-0,02	0,00 0,12
1	0,00000 1	0,05780 0,00001	0,00000 0,05779 0,00001	0,05780	1,000	0,999	1,000	-0,02	-0,05	0,04 0,14
									-0,05	0,03

<sup>1)</sup> Sobzirom da su mjerena provedena u Velikoj Britaniji, u rezultatima je jedinica za silu u kgf koja je preuzeta iz britanske norme BS 6507-1.

Ponovno ispitivanje sila opterećivanja provedeno je na mjestu instalacije sustava za opterećivanje u LIMS-u i to kada su na sustav opterećivanja postavljene dodatne komponente kao što su indentor, ispitni stol i ostali dijelovi konstrukcije. Svakako da ove dodatne komponente mogu utjecati na vrijednost sila opterećivanja. Ispitivanje je provedeno s prijenosnim etalonima sile Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava koji su klase 00 sukladno normi DIN EN ISO 376. Mjeriteljski i okolišni uvjeti za vrijeme provjere sila opterećivanja u LIMS-u dani su u tablici 5.2.

Tablica 5.2: Mjeriteljski i okolišni uvjeti pri provjeri sila opterećivanja u LIMS-u

Okolišni uvjeti:						
Temperatura		Tlak		Vlažnost		
$22^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$		1035 hPa		45 % rel.		
Mjerno pojačalo		Prijenosni etaloni sile				
Mjerno područje:	0,00000 – 2,00000 mV/V	Dinamometar Z30	Mjerno područje:	10 – 100 N		
Najbolja mjerna sposobnost:	$\leq 0,12\%$		Nul signal:	-0,00124 mV/V		
Očitavač:	AB12		Priključak:	6 - žilni		
Rezolucija:	0,00001 mV/V		Mjerna nesigurnost:	$\leq 0,12\%$		
Noseća frekvencija :	225 Hz	Dinamometar U1	Mjerno područje:	50 – 500 N		
			Nul signal:	0,00187		
			Priključak:	6 - žilni		
			Mjerna nesigurnost:	$\leq 0,12\%$		

Ovdje je svakako potrebno napomenuti da je mjerna sposobnost LIMS-a jednaka mjernoj sposobnosti labaratoriјa INDENTECA i iznosi  $\leq 0,12\%$  a potvrđena je akreditacijom DKD-K-35602. Rezultati ispitivanja su prikazani u tablici 5.3 a mjerna nesigurnost rezultata mjerenja je izračunata sukladno izrazima u poglavlu 4.3.2.1.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.3: Ispitivanja sila opterećivanja u LiMS-u nakon instalacije sustava

Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Sile $X$		$X_{sr}$	$X_{max}$	$X_{min}$	$q_{min}$	$q_{sr}$	$q$ , %	Odstupanje $q_i$ , %	Pomoćna vlijest $b$ , %	Nesigurnost $u$ (dlin) %	$u_c$ %	Proširena mj. nesig. $U_F$ , %	
					$X_{max}$	$X_{min}$												
9,807	0,19621	0,19602	0,19599	0,19604	0,19600	0,19599	0,196017	-0,087	-0,112	-0,098	0,026	0,00741	0,06	0,0605	0,0605	0,121		
29,42	0,58861	0,58873	0,58882	0,58882	0,00000	0,00001	0,58873	0,58879	0,036	0,021	0,031	0,015	0,00510	0,06	0,0602	0,0602	0,120	
49,03	0,98094	0,98139	0,98116	0,98221	0,00000	0,00005	0,98221	0,98116	0,981587	0,129	0,022	0,066	0,107	0,03246	0,06	0,0682	0,0682	0,136
98,07	1,96199	1,96305	1,96320	1,96320	0,00000	0,00002	1,96320	1,96309	0,062	0,052	0,056	0,009	0,00284	0,06	0,0601	0,0601	0,120	
196,1	0,79988	0,79962	0,79954	0,79943	0,00000	0,00001	0,79962	0,79943	0,79953	-0,032	-0,056	-0,043	0,024	0,00689	0,06	0,0604	0,0604	0,121
294,2	1,20000	1,20058	1,20069	1,20082	0,00000	0,00003	1,20082	1,20058	1,200697	0,068	0,048	0,058	0,020	0,00578	0,06	0,0603	0,0603	0,121
490,3	2,00005	2,00062	2,00064	2,00078	0,00000	0,00003	2,00062	2,00068	0,037	0,029	0,032	0,008	0,00252	0,06	0,0601	0,0601	0,120	

Ako se usporede tablice 5.1 i 5.3 i to kolone za srednje odstupanje i proširenu mjeru nesigurnost može se utvrditi da je došlo do određenih promjena u vrijednostima sila opterećivanja. Odstupanja su znatno manja prilikom preliminarnih mjerena u INDENTEC-u što se može opravdati činjenicom da prilikom tih mjerena nije bilo dodatnih komponenti na sustavu za opterećivanje nego su samo provjeravane mase utega odnosno da li one preko sustava poluga postižu željenu vrijednost opterećenja. Time je i dokazana kvaliteta provedenih gravimetrijskih mjerena u LIMS-u te proračun mase utega. Iz rezultata ispitivanja sila opterećivanja u LIMS-u, na mjestu instalacije sustava za opterećivanje, vidljivo je da se srednja vrijednost odstupanja nalazi ispod 0,1 % na svim točkama opterećenja. Kod opterećenja HV1 (9,807 N) je zamijećeno da minimalna vrijednost odstupanja pada ispod -0,1 % ali ovdje uzrok tomu može biti i primjenjeni dinamometar nazivne sile 100 N. Njegova donja granica mjernog područja je 10 N tako da postoji mogućnost da su ova odstupanja proizašla iz njegove nesigurnosti na toj mjerne točki.

Ako se usporede vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti, vidljivo je da ona iznosi oko 0,12 %. Usporedbom standardne nesigurnosti mjerena sila opterećivanja i standardne nesigurnosti umjeravanja dinamometra odmah upada u oči da je glavnina proširene nesigurnosti proizašla iz nesigurnosti umjeravanja prijenosnog etalona sile. Ovakav međusobni omjer ovih dviju standardnih nesigurnosti ukazuje da u proračunu nesigurnosti nije dobro izvršena procjena ili da postoji još dovoljno prostora za poboljšanje. Iz ovakvog razmišljanja proizlazi čitav niz pitanja a kojima je zajedničko: da li je te mjerne nesigurnosti moguće smanjiti?

Sagledavanjem komponenti utjecaja pojedinih faktora u predhodnom ispitivanju uočene su pojedine nekorektnosti te je ispitivanja prošireno. Proširenje ispitivanja sila temeljilo su se na slijedećim postavkama:

1. Da li je dovoljno samo jedan niz mjerena sile (tri mjerena) na jednom opterećenju? Ovdje se posebno to mora naglasiti iz razloga što indentor klizi određenom brzinom prema ispitnoj površini i za različite ispitne uzorce on nije uvijek na istoj poziciji (ispitni stol se pomiče ovisno o visini ispitnog uzorka).
2. Zbog prevelikog udjela nesigurnosti umjeravanja prijenosnog etalona sile u proširenoj nesigurnosti ispitivanja sila opterećivanja potrebno je taj udio smanjiti.
3. S obzirom da se ispitivanje sile provodi ostvarivanjem kontakta između indentora i deformacijskog tijela dinamometra, da li je to ispitivanje sile ekvivalentno silama koje se ostvaruju kontaktom indentora i ispitne površine uzorka (etalonske pločice). Pretpostavka je da se u ovom drugom slučaju pojavljuju određeni momenti koji dovode do klizanja između površina ispitnog stola i nalijegajuće površine etalonske pločice i kako ovise o kvaliteti izrade ovih površina. Da li te pojave utječu na iznos aksijalne sile opterećivanja?
4. Koliko procjena i proračun mjerne nesigurnosti ispitivanja sila opterećivanja, opisana u poglavlju 4.3.2.1, obuhvaća sve utjecaje proizašle iz predhodna tri pitanja?

Tragom ovih pitanja, osmišljena su i provedena određena istraživanja čiji osnovni cilj je bio smanjiti mjernu nesigurnost ispitivanja sila na sustavu opterećivanja. Na temelju toga su proizašli određeni modeli ispitivanja sila te procjene i proračuna mjernih nesigurnosti. Smjernice za daljnja istraživanja su bile slijedeće:

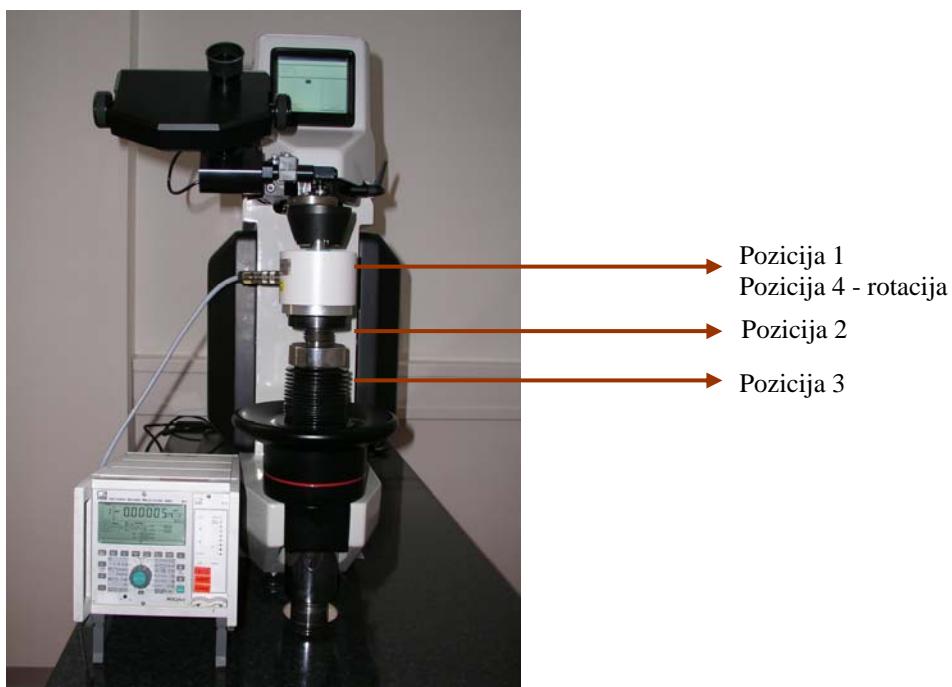
- promjena modela provjere sila opterećivanja;
- primjena posredničkih etalona sile pri provjeri sila opterećivanja;
- primjena novog modela procjene i poračuna mjernih nesigurnosti sila opterećivanja.

### 5.3.3.1.1 Novi model utvrđivanja sila opterećivanja

Prvi korak je bio primjena novog modela ispitivanja sila koji se sastojao od uvođenja provjere sila na četiri različite pozicije ispitnog stola etalonskog tvrdomjera. Razlog primjene ovakvog modela leži u tome što ispitni uzorak nije uvijek iste visine te se stoga ispitni stolić mora pomocići na različite pozicije. Iako polužni sustav čini isti hod pri opterećivanju, na silu opterećivanja može utjecati i ispitni stolić svojim nagibom, malim pomacima ili neravninama, što može dovesti do pojave smanjenja aksijalne sile opterećivanja odnosno pojave drugih komponenti sila. Stoga je provjera sila opterećivanja provedena na slijedećim razinama ispitnog stola:

- pozicija 1 – najviša razina ispitnog stola;
- pozicija 2 – srednja razina;
- pozicija 3 – najniža razina;
- pozicija 4 – pozicija 1 ispitnog stola ali pri svakom mjerenu sile izvršena je rotacija dinamometra;

Raspored mjernih pozicija prikazan je na slici 5.6. U odnosu na predhodna istraživanja povećan je broj mjerjenja s tri na pet.



Slika 5.6: Raspored pozicija za mjerjenja sila opterećivanja na sustavu za opterećivanje 5030TKV

S obzirom na uočene razlike standardnih nesigurnosti te veliki udio nesigurnosti prijenosnog etalona sile kod predhodnih istraživanja sila opterećivanja, u nastavku istraživanja primjenjen je tip posredničkih etalona sile. To znači da je provedeno umjeravanje prijenosnih etalona kao posredničkih etalona u primarnim etalonima sile u PTB-u Njemačka, čija najbolja mjerna sposobnost je  $U \leq 0,002\%$  uz  $k=2$ . Ovime je znatno smanjena mjerna nesigurnost umjeravanja etalona sile te je na svakoj mjernej točki sile uzeta vrijednost mjerne nesigurnosti dobivena za tu točku. Te vrijednosti su znatno manje i kao takve će biti direktno uvrštene u proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja referentnog etalona tvrdoće.

Slijedeći problem, koji je ovdje uočen, odnosi se na proračun i procjenu mjerne nesigurnosti umjeravanja sile opterećivanja koji se trenutno nalazi u normi (opisan u poglavlju 4.3.2.1) te se kao takav primjenjuje u određivanju nesigurnosti sila opterećivanja nacionalnih etalona tvrdoće. Iz iskustvenih spoznaja, koje su proizašle iz usporedbi rada [51] i dokumenta EA/LC(04)36 [52], ovaj model ne obuhvaća dovoljno dobro sve utjecajne faktore. Stoga je ovdje izrađen jedan novi model koji uzima u obzir više utjecajnih faktora te njihovu procjenu utjecaja. Ovaj model s obzirom na sve sastavne elemente procesa umjeravanja uzima u procjenu i proračun slijedeće dvije osnovne grupe nesigurnosti:

- a) nesigurnosti vezane za prijenosni etalon sile i
- b) nesigurnosti mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera.

Da bi se uopće mogao provesti proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja mehanizma opterećivanja, potrebno je postaviti matematički model funkcionalnog odnosa između ulaznih i izlaznih veličina. Postavkom da je ulazna veličina sila prijenosnog etalona ( $F_{RS}$ ), koja je dobivena iz njegove krivulje umjeravanja, onda je izlazna veličina vrijednost opterećenja dobivena na etalonskom tvrdomjeru. No te dvije vrijednosti neće nikada biti jednakе zbog raznih utjecaja okoline i opreme, gdje se njihov ukupni doprinos može prikazati kao produkt pojedinačnih utjecaja ( $c_i$ ). Prema tome matematički model funkcije za razmatranje je slijedeći [53]:

$$F_H = F_{RS} \prod_{i=1}^n c_i \quad (5.1)$$

Uz pretpostavku da je  $c_i = 1 - \Delta_i$  tada se jednadžba (5.1) može pisati kao:

$$F_H = F_{RS} \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i) \quad (5.2)$$

gdje je  $\Delta_i$  – relativna devijacija umjeravane sile prouzrokovane utjecajnim veličinama.

### a) Mjerna nesigurnost prijenosnog etalona

Procjena mjerne nesigurnosti prijenosnog etalona dobije se na temelju procjene mjerne nesigurnosti njegovog umjeravanja (krivulje umjeravanja), te procjena mjerne nesigurnosti uslijed djelovanja utjecajnih veličina pri umjeravanju. Isto tako u određenim mernim točkama izražena je proširena nesigurnost koja je prenosiva sastavnica pri slijedećem koraku proračuna mjerne nesigurnosti (u ovom slučaju

umjeravanje mehanizma opterećivanja kod etalonskog tvrdomjera). No postoje i dodatne nesigurnosti koje utječu na prijenosni etalon, a one nastaju kada se obavlja umjeravanje ispitne opreme tamo gdje se ona nalazi. Te utjecajne veličine treba uzeti u obzir i uvrstiti ih u proračun mjernih nesigurnosti.

Ovdje su obrađene slijedeće utjecajne veličine koje mogu doprinijeti dodatnoj nesigurnosti kod umjeravanja sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera:

- temperatura okoline;
- nestabilnost osjetljivosti etalona sile uslijed temperaturne promjene;
- utjecaj aproksimacije krivulje umjeravanja;
- ekscentričnost prilikom postavljanja dinamometra.

### Utjecaj temperaturne promjene

Prijenosni etaloni sile se obično umjeravaju na laboratorijskoj temperaturi (na primjer:  $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ). Temperaturne promjene prema EN ISO 376 mogu varirati od  $18^{\circ}\text{C}$  do  $25^{\circ}\text{C}$ . Doprinos nesigurnosti uslijed temperaturne promjene bit će procijenjen na temelju pravokutne razdiobe (nesigurnost B-vrste), a relativna standardna nesigurnost biti će razmatrana kao slijedeća:

$$u_t = \frac{\alpha \times a_t}{\sqrt{3}} \quad (5.3)$$

gdje je  $\alpha$  - temperaturni koeficijent koji utječe na promjenu osjetljivosti dinamometra prema tvorničkim specifikacijama, dok je  $a_t$  odstupanje od referentne temperature.

### Utjecaj duge temperaturne nestabilnosti na osjetljivost

Ovaj utjecaj može biti procijenjen na temelju tvorničkih specifikacija ili s promatranjem promjene otklona uslijed temperaturne promjene. Relativna standardna nesigurnost može biti procijenjena s pravokutnom distribucijom od relativne varijacije osjetljivosti ( $s$ ) kao slijedeća:

$$u_s = \frac{a_s}{\sqrt{3}} \quad (5.4)$$

Ovdje je  $a_s$  - pola širine od procijenjene varijacije relativne osjetljivosti (otklona) dinamometra, koja je dobivena iz tvorničkih specifikacija.

### Utjecaj aproksimacije

Iz rezultata umjeravanja prijenosnog etalona dobivena je krivulja umjeravanja, koja je opisana polinomom trećeg stupnja. Procjena i proračun utjecaja aproksimacije polinomom trećeg stupnja je već uračunata u nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile stoga je ne treba ponovno uvrštavati. No, ako se koristi neka druga

aproksimacija onda se mora uvrstiti i dodatna nesigurnost zbog nje. Tada se procjena provodi prema izrazu što slijedi:

$$u_d = a_d \quad (5.5)$$

gdje je  $a_d$  relativna devijacija kod određenog primjenjenog koraka sile dobivena iz razlike između vrijednosti polinoma i jednadžbe aproksimacije.

### Utjecaj ekscentričnosti

Pojava ekscentričnosti može kod mjerjenja tvrdoće imati vrlo veliku ulogu. Kada se razmatra cijeli sustav, koji je u kontaktu prilikom umjeravanja sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera, onda se mogu zamijetiti sljedeće komponente koje uzrokuju nesigurnost uslijed ekscentričnosti:

- ravnoća ispitnog stola te okomitost njegove površine s obzirom na aksijalnu liniju opterećivanja;
- odstupanje dinamometra od aksijalne linije opterećivanja;
- aksijalnost držača dijamantne piramide;
- odstupanje simentrale vrha indentora od simetrale njegova nosača.

Kako ni u literaturi a ni u istraživačkim radovima nije pronađena adekvatna procjena mjernih nesigurnosti uslijed ekscentričnosti sustava, ovaj utjecaj je procijenjen pravokutnom distribucijom na temelju tvorničkih specifikacija za dinamometar i rezultata ispitivanja indentora, te se njegova standardna nesigurnost računa na sljedeći način:

$$u_e = \frac{a_e}{\sqrt{3}} \quad (5.6)$$

gdje je  $a_e$  suma svih odstupanja prethodno navednih.

Iz ovog se može izraziti sastavljena standardna nesigurnost uslijed ovih dodatnih utjecajnih veličina na prijenosni etalon sile i ona se računa prema sljedećem izrazu:

$$u_{dod} = \sqrt{u_t^2 + u_s^2 + u_d^2 + u_e^2} \quad (5.7)$$

### b) Mjerna nesigurnost mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera

U skladu s parametrima za klasificiranje mehanizma opterećivanja kod aksijalnih mjerila sile, opisanim u normi DIN EN ISO 7500-1 [54], srednja relativna devijacija sila opterećivanja kod etalonskog tvrdomjera može biti određena jednadžbom [53]:

$$q = \frac{F_i - \bar{F}_{RS}}{\bar{F}_{RS}} \quad (5.8)$$

gdje je:

$q$  - relativna devijacija pokazane sile

$F_i$  – stvarna sila definirana metodom

$\bar{F}_{RS}$  - srednja aritmetička vrijednost sile, pokazana s prijenosnim etalonom.

Jednadžba (5.8) dobivena s jednadžbom (5.2) daje matematički model funkcije za određivanje nesigurnosti kao što slijedi:

$$q_c = \frac{F_i - \bar{F}_{RS} \times \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)}{\bar{F}_{RS} \times \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)} \quad (5.9)$$

Standardna nesigurnost relativne devijacije  $q_c$  je dobivena prema jednadžbi:

$$u(q_c) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial q_c}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)} \quad (5.10)$$

gdje su  $x_i$  unosi procjena za vrijednosti od unosa veličina jednadžbe (5.9), a  $u^2(x_i)$  procijenjene varijancije tih unosa. Standardna nesigurnost relativne devijacije  $q_c$  je onda ostvarena s jednadžbama (5.9) i (5.10) kao što slijedi:

$$u(q_c) = \sqrt{\left( \frac{F_i}{\bar{F}_{RS} \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)} \right)^2 \left[ u^2(F_i) + u^2(\bar{F}_{RS}) + \sum_{i=1}^n \frac{u^2(\Delta_i)}{(1 - \Delta_i)^2} \right]} \quad (5.11)$$

Nesigurnosti sile  $F_i$  se može zanemariti iz razloga što je ona definirana kao takva samim podešavanjem mase utega na temelju vrijednosti ubrzanja sile teže. Nesigurnost sile  $\bar{F}_{RS}$  odrediti će se na sljedeći način:

$$u^2(\bar{F}_{RS}) = u^2(b) + u^2(F_{RS}) \quad (5.12)$$

Standardna nesigurnost srednje vrijednosti pokazivanja prijenosnog etalona je grafički zbroj standardne nesigurnosti rasipanja vrijednosti uslijed ponavljanja  $u(b)$  i nesigurnosti prijenosnog etalona procijenjene prilikom njegovog umjeravanja. Standardna nesigurnost rasipanja ponovljenih opažanja  $u(b)$  određuje se kao standardna nesigurnost A-vrste pomoću eksperimentalnog standardnog odstupanja srednje vrijednosti.

Prepostavka da je  $F_i \approx \bar{F}_{RS}$ ,  $\Delta_i \ll 1$  te uvođenjem jednadžbe (5.12) u (5.11) dobije se sljedeći izraz:

$$u(q_c) = \sqrt{u^2(b) + u^2(F_{RS}) + \sum_{i=1}^n u^2(\Delta_i)} \quad (5.13)$$

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Pod pretpostavkom da druge utjecajne veličine nemaju značajniji doprinos (što je u ovom radu uzeto u obzir), standardna nesigurnost relativne devijacije rezultata se računa prema jednadžbi:

$$u(q_c) = \sqrt{u^2(b) + u^2(F_{RS})} \quad (5.14)$$

Kombinirana standardna nesigurnost prilikom umjeravanja mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$u_c = \sqrt{u^2(q_c) + u_{dod}^2} \quad (5.15)$$

Proširena mjerna nesigurnost se računa prema izrazu:

$$U = k \times u_c \quad (5.16)$$

gdje je  $k$  – faktor pokrivanja.

Sukladno novom modelu ispitivanja sila (četiri različite pozicije ispitnog stola) i novom modelu procjene i proračuna nesigurnosti provedeno je ponovno umjeravanje sile opterećivanja etalonskog tvrdomjera. U nastavku su prikazani rezultati umjeravanja sile opterećivanja za HV10. Umjeravanje je provedeno s dva različita prijenosna etalona za istu силу opterećivanja iz razloga što dinamometri imaju različitu konstrukciju koja također može utjecati na dobivene rezultate mjerjenja. Oba dinamometra su umjerena kao posrednički etaloni na mjernej točki 100 N. U tablici 5.4 su prikazani mjeriteljski uvjeti a u tablicama 5.5 i 5.6 rezultati umjeravanja i proračuna mjerne nesigurnosti.

Tablica 5.4: Mjeriteljski uvjeti umjeravanja sile opterećivanja za metodu HV10

Okolišni uvjeti				
Temperatura		Tlak		Vlažnost
$21^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$		1035 hPa		55 % rel.
Mjerno pojačalo				
Mjerno područje:	0,00000 – 2,00000 mV/V	Dinamometar Z30	Mjerno područje: 20 – 100 N	
			Nul signal: -0,00124 mV/V	
Najbolja merna sposobnost:	$\leq 0,00005$ mV/V	Dinamometar U1	Priklučak: 6 - žilni	
			Mjerna nesigurnost: 0,0015 %	
Očitavač:	AB12	Dinamometar U1	Mjerno područje: 100 – 500 N	
Rezolucija:	0,00001 mV/V		Nul signal: 0,00187 mV/V	
Noseća frekvencija :	225 Hz		Priklučak: 6 - žilni	
			Mjerna nesigurnost: 0,007 %	

Tablica 5.5: Umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV10

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V			Odstupanje $q$ , %
								$X_{SR}$	$X_{MAX}$	$X_{MIN}$	
Poz. 1	98,07	0,40005	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,40028	0,40022	0,400256	0,042
			0,40028	0,40023	0,40022	0,40028	0,40027	0,40028	0,40022	0,400256	0,051
Poz. 2	98,07	0,40005	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,40027	0,40030	0,400234	0,046
			0,40015	0,40003	0,40016	0,40029	0,40027	0,40030	0,40015	0,400234	0,046
Poz. 3	98,07	0,40005	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,40039	0,40024	0,400314	0,047
			0,40024	0,40032	0,40039	0,40038	0,40024	0,40039	0,40024	0,400314	0,047
Poz. 4	98,07	0,40005	0,00001	0,00001	0,00001	0,00001	0,00001	0,40028	0,40038	0,400296	0,047
			0,40032	0,40038	0,40026	0,40024	0,40028	0,40038	0,40024	0,400296	0,047
Poz. 1	98,07	1,96199	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,96258	1,96247	1,96235	0,030
			1,96235	1,96258	1,96255	1,96251	1,96247	1,96258	1,96247	1,96235	0,025
Poz. 2	98,07	1,96199	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,96304	1,96294	1,96318	0,048
			1,96301	1,96318	-0,00001	-0,00001	-0,00001	1,96304	1,96294	1,963042	0,060
Poz. 3	98,07	1,96199	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,96270	1,96263	1,96295	0,049
			1,96287	1,96295	1,96285	1,96270	1,96270	1,96263	1,96295	1,962800	0,032
Poz. 4	98,07	1,96199	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,96268	1,96240	1,96276	0,039
			1,96238	1,96254	-0,00001	-0,00003	-0,00003	1,96268	1,96240	1,96276	0,020

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu Hv10

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijedost $\bar{X}_{SR}$ , mV/V	$s(x)$ , %	$u(b)$ , %	$a_t$ , %	$u_t$ , %	$a_s$ , %	$u_s$ , %	$a_e$ , %	$u_e$ , %	$u_{\text{dod}}$ , %	$u_{PTB}$ , %	$u_c$ , %	$U_F$ , %
Poz. 1	98,07	0,40005	0,400256	1,288E-05	0,0032	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0245
Poz. 2	98,07	0,40005	0,400234	3,265E-05	0,0082	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0256
Poz. 3	98,07	0,40005	0,400314	3,25E-05	0,0081	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0256
Poz. 4	98,07	0,40005	0,400296	2,482E-05	0,0062	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0251
Poz. 1	98,07	1,96199	1,962492	4,005E-05	0,0020	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0092
Poz. 2	98,07	1,96199	1,963042	3,904E-05	0,0020	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0092
Poz. 3	98,07	1,96199	1,962800	5,865E-05	0,0030	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0095
Poz. 4	98,07	1,96199	1,962552	7,499E-05	0,0038	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0098

Za ostala opterećenja rezultati istraživanja sila opterećivanja navedeni su u Prilogu P-1. Zbog nemogućnosti prekrivanja svakog opterećenja s dva različita etalona sile, za metode HV1, HV3, HV5, HV20 i HV30 ispitivanja su provedena samo s jednim etalonom sile. Za metodu HV50 je uveden je još jedan etalon nazivne sile 5 kN i to kao prijenosni etalon čije je donje granično područje 500 N a što je na samom rubu sile opterećivanja za HV50. No kako će ovaj prijenosni etalon biti u nastavku istraživanja upotrijebljen zbog svojih mogućnosti mjerena radijalnih sila odmah su njime provedena mjerena i u ovom dijelu istraživanja.

### 5.3.3.2 Provjera dijamantnog indentora

Indentori, koji se koriste za primarne i referentne etalone tvrdoće, moraju svojim dimenzijama i karakteristikama ispunjavati zadane kriterije sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 (opisano u poglavlju 2.4.1.2). Indentor koji je korišten pri provedbi ispitivanja na sustavu opterećivanja 5030TKV je prikazan na slici 5.7.



Slika 5.7: Dijamantni indentor oznake 05281

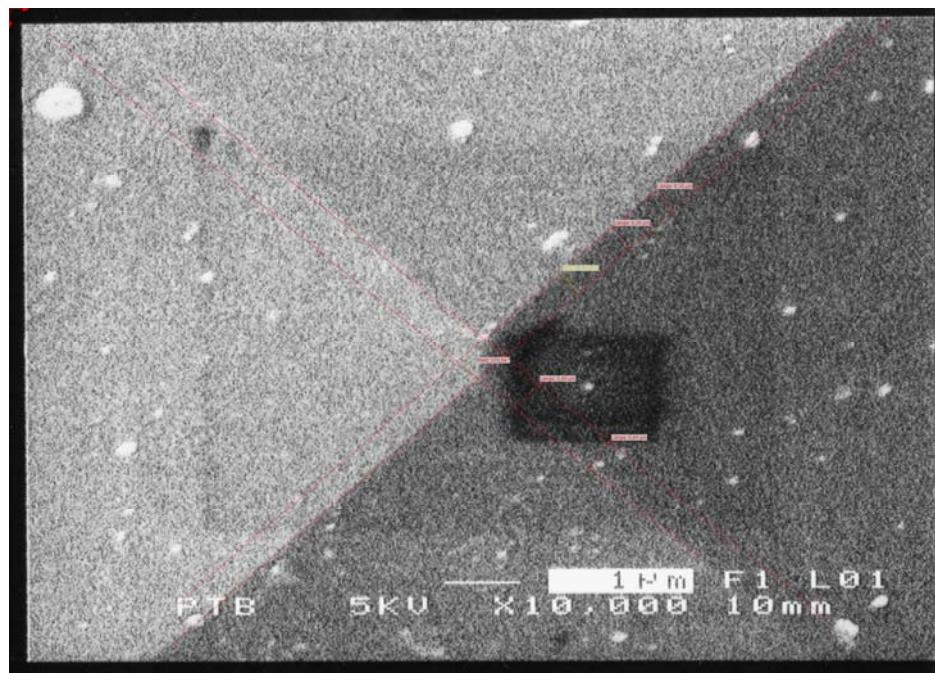
Provjera pojedinih dimenzija indentora provedena je nakon njegove izrade u tvrtki Star Industrial Tools Ltd, Birmingham, Velika Britanija, koja ima akreditirani laboratorij za provjeru indentora pod oznakom UKAS CALIBRATION 0131. Rezultati provjere indentora serijski broj 05281 prikazani su u tablici 5.7.

Iz dobivenih rezultata može se utvrditi da su sve vrijednosti unutar zahtijevanih granica propisanih normom. S obzirom na dostupnost opreme za provedbu ovakovih mjerena nije bilo mogućnosti za provedbu svih provjera nakon određenog vremena uporabe indentora. Naknadno je provedeno mjerjenje duljine linije sjecišta stranica na vrhu dijamantne piramide. To je provedeno na scanning elektronском mikroskopu u Laboratoriju za materijalografiju FSB-a a na slici 5.8 je prikazan vrha indentora. Iz rezultata mjerena ( $a=0,00067$  mm) moglo se zaključiti da je duljina linije i dalje unutar propisanih granica.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.7: Rezultati provjere indentora serijski broj 05281

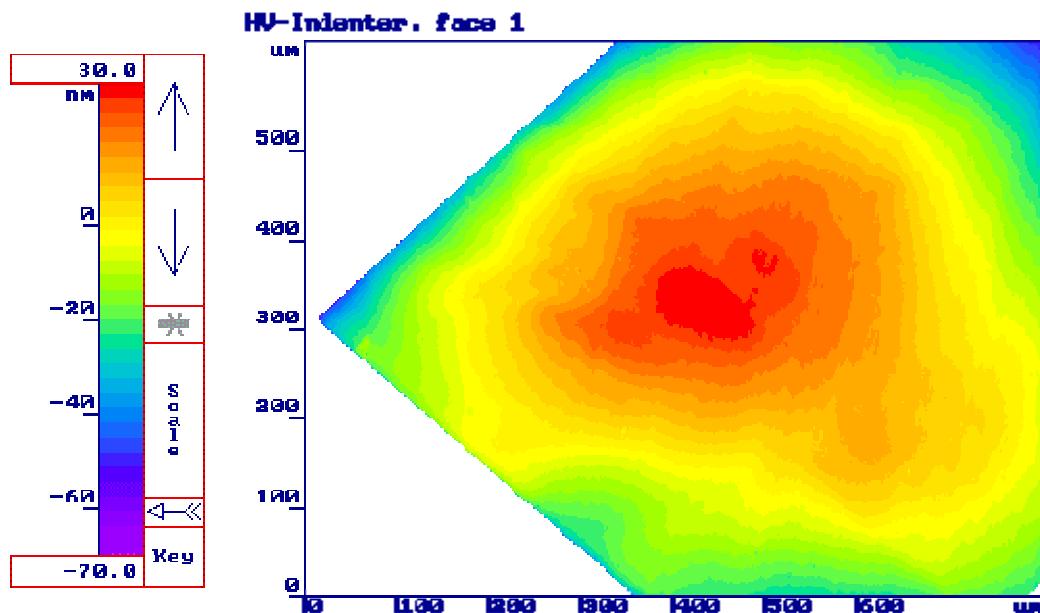
<b>Mjeriteljski uvjeti</b>				
Temperatura:	$22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$			
Mjerna sposobnost umjernog laboratoriјa	Mjerna veličina:	Najbolja mjerna sposobnost:		
	Kutevi na indentoru	5 lučnih minuta		
	Linija sjecišta stranica na vrhu piramide	0,5 μm		
<b>Rezultati provjere</b>				
Mjerna veličina		Dozvoljeno odstupanje	Izmjerena vrijednost	Mjerna nesigurnost $k=2$
Kut između osi indentora i pojedinačnih bridova	A1 – B1	$90^{\circ} \pm 0,4^{\circ}$	89°98'	5 lučnih minuta
	B1 – C1	$90^{\circ} \pm 0,4^{\circ}$	90°00'	
	C1 – D1	$90^{\circ} \pm 0,4^{\circ}$	90°01'	
	D1 – A1	$90^{\circ} \pm 0,4^{\circ}$	90°01'	
Odstupanje osi piramide od seating površine	A	$\pm 0,30^{\circ}$	68°03'	5 lučnih minuta
	B	$\pm 0,30^{\circ}$	68°02'	
	C	$\pm 0,30^{\circ}$	68°00'	
	D	$\pm 0,30^{\circ}$	68°00'	
Kut između nasuprotnih stranica indentora	A - C	$136^{\circ} \pm 0,1^{\circ}$	136°03'	5 lučnih minuta
	B - D	$136^{\circ} \pm 0,1^{\circ}$	136°02'	
Linija sjecišta stranica		0,001 mm	0,00092 mm	0,5 μm
Odstupanje od ravnoće površina stranica indentora		0,0003mm	0,00025 mm	



Slika 5.8: Izgled vrha indentora na scanning elektronском mikroskopu

Osim toga provedena je provjera odstupanje od ravnoće površine (samo jedne stranice dijamantne piramide) u Laboratoriju za tvrdoću PTB, Njemačka. S obzirom da je uređaj na kojem je provedena provjera u eksperimentalnoj fazi uporabe, provedena mjerjenja nemaju utvrđenu mjernu nesigurnost, pa se stoga mogu uzeti samo kao

orientacijska. Ipak, kako je prikazano na slici 5.9, vrijednosti odstupanja ravnoće površine jedne stranice je u dozvoljenim granicama.



Slika 5.9: Provjera odstupanja ravnoće površine stranice indentora 05281

Ova mjerena daju naznaku da nije dolazilo do promjena karakteristika dijamantnog indentora serijski broj 05281 tijekom interkomparacijskih mjerena etalonskog tvrdomjera.

### 5.3.3.3 Provjera ciklusa opterećivanja

U poglavlju 3.4.1.4 (tablica 3.7) dane su brzine opterećivanja te trajanje opterećivanja propisanog normom. Brzina spuštanja indentora prema ispitnoj površini kod ovog referentnog etalona tvrdoće je podešena na 0,1 mm/s. Vrijeme od trenutka dodirivanja indentora ispitne površine pa do postizanja maksimalne sile opterećivanja je podešeno na 8 s. Trajanje opterećenja je 14 s. Sve ove vrijednosti su ručno mjerene te je mjerna nesigurnost izmjerena vrijednosti  $\pm 1$  s. Svakako je ovdje potrebno napomenuti da se ove vrijednosti provjeravaju kod svakog niza mjerena tvrdoće.

### 5.3.3.4 Provjera ispitnog stola

Pri mjerenu tvrdoće jedan od utjecajnih faktora je prionljivost ispitnog uzorka ili etalonske pločice na noseću podlogu odnosno ispitni stol. U nekim znanstvenim radovima ([47], [50], [54], [55]) su provođena istraživanja utjecaja podloga u kontaktu na mjerenu tvrdoće. Iz tih zaključaka su proizašli i određeni uvjeti koje moraju ispunjavati kontaktne podloge ispitnog uzorka i ispitnog stola. Na slici 5.10 je prikazan ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV.

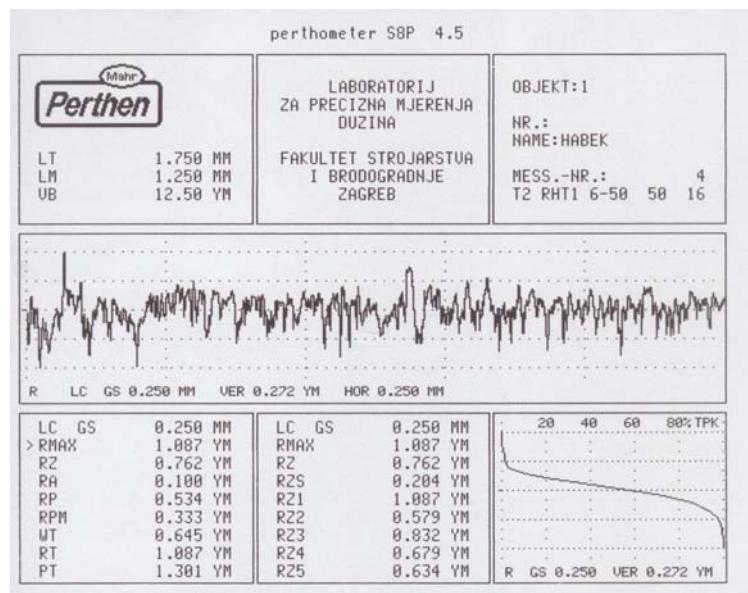


Slika 5.10: Ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV

U cilju ispitivanja kvalitete površine ispitnog stola provedena su slijedeća ispitivanja:

- ispitivanje hrapavosti površine ispitnog stola;
- ispitivanje radijalnih sila pri mjerenu tvrdoće.

Ispitivanje hrapavosti površine provedeno je u Laboratoriju za mjerjenje duljine FSB-a na uređaju koji je opisan u poglavlju 5.6.1.2. Rezultat ispitivanja prikazan je na slici 5.11.



Slika 5.11: Rezultati ispitivanja hrapavosti ispitnog stola

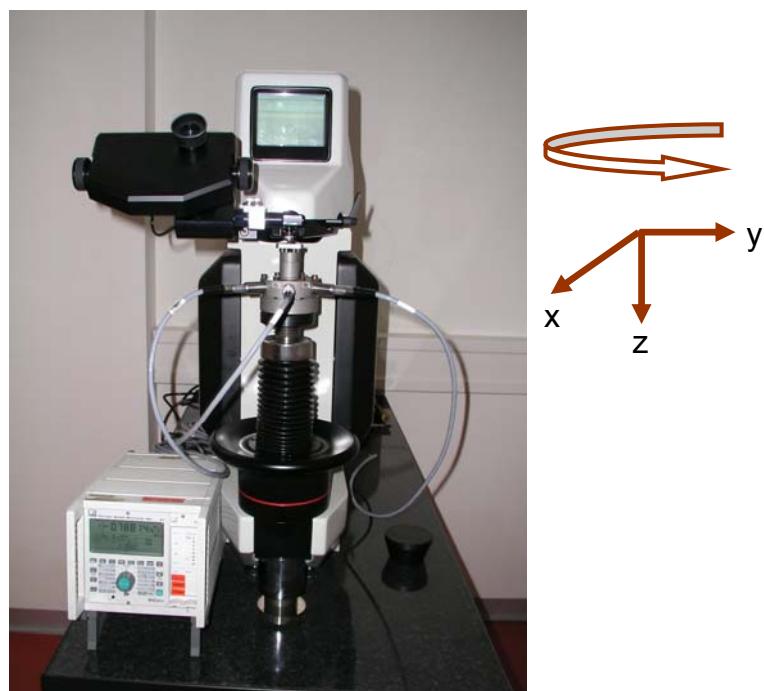
Iz ovih rezultata je vidljivo da hrapavost kontaktne površine ispitnog stola iznosi  $R_a \leq 0,1 \mu\text{m}$ . Uspoređujući to s literaturnim podacima i podacima iz značajnih radova, navedenih na početku ovog poglavlja, ova kvaliteta površina je potpuno zadovoljavajuća.

### 5.3.4 Ispitivanje sile opterećivanja u radijalnom smjeru

Jedno od velikih pitanja pri ispitivanju tvrdoće Vickersovom metodom je aksijalnost djelovanja sile opterećivanja. Ako se razmotri konstrukcijsko rješenje mehanizma prijenosa opterećenja od utega preko sustava poluga i indentora na ispitni uzorak, jasno je da tu postoji mnogo utjecajnih faktora na aksijalnost djelovanja opterećenja. Ovdje treba uzeti u razmatranje slijedeće:

- odstupanja između osi držača piramide i osi samog dijamantnog vrha indentora koje bi se trebale poklapati;
- geometrijska izvedba dijamantnog vrha (dužina linije sijecišta brušenih stranica);
- odstupanje osi vodilice kroz koju klizi indentor pri opterećivanju od osi držača indentora;
- odstupanje od okomitosti vodilica-ispitni stol;
- planparalelnost ispitnog uzorka ili etalonske pločice;
- odstupanje od okomitosti navojnog vretena na kojem se nalazi ispitni stol itd.

Sve su to mogući utjecaji čije je djelovanje vrlo teško kvantificirati. Stoga je ovdje provedeno jedno ispitivanje u cilju utvrđivanja mogućnosti mjerena radijalnih komponenti sile opterećivanja te kakvo je njihovo značenje. Za to je bila potrebna posebna oprema. U zadnjih par godina došlo je do razvoja višekomponentnih dinamometara koji mogu mjeriti ne samo aksijalnu komponentu već i radijalne komponente sile koje stvaraju određene momente. Na slici 5.12 je prikazan način postavljanja ovog dinamometra na ispitni stolić etalonskog tvrdomjera te smjer djelovanja ispitivanih sila.



Slika 5.12: Mjerenje aksijalnih i radijalnih komponenti sile opterećivanja za metodu HV50

Provedeno je ispitivanje radijalnih sila u smjeru osi x i y samo kod opterećenja HV50 jer je bio dostupan samo jedan takav dinamometar (KTN 5, nazivne sile 5 kN) koji je

imao mogućnosti istovremenog mjerjenja sile u smjeru x, y i z osi. S obzirom da je on primjenjiv u mjernom području od 0,5 kN do 5 kN bilo je moguće provesti ispitivanja sila samo za metodu HV50. Ispitivanje sila je provedeno tako da su prva i treća serija mjerjenja provedene bez podizanja pločice s ispitnog stolića. Kod druge serije mjerjenja pri svakoj novoj mjernoj točci je etalonska pločica odvojena od ispitnog stola. U tablici 5.8 su prikazani rezultati ispitivanja pri mjerjenjima sila uz primjenu etalonske pločice IN40452G.

Tablica 5.8: Rezultati ispitivanja aksijalnih i radikalnih komponenti sila opterećivanja za metodu HV50 na etalonskoj pločici IN40452G

Etalonska pločica 417,3 HV50	Mjerni niz	$F_z$ mV/V	N	$F_x$ mV/V	N	$F_y$ mV/V	N	$b_z$ %	$b_x$ %	$b_y$ %
Serija 1	1.1	0,19630	490,3393	0,00942	23,533	-0,00141	-3,522	0,015	1,274	8,108
	1.2	0,19631	490,3643	0,00945	23,609	-0,00147	-3,672			
	1.3	0,19629	490,3143	0,00942	23,534	-0,00153	-3,823			
	1.4	0,19632	490,3892	0,00954	23,834	-0,00152	-3,797			
	1.5	0,19631	490,3643	0,00945	23,609	-0,00150	-3,748			
Serija 2	2.1	0,19631	490,3643	0,00918	22,935	-0,00147	-3,673	0,073	5,374	13,958
	2.2	0,19642	490,6461	0,00940	23,484	-0,00131	-3,273			
	2.3	0,19628	490,2893	0,00909	22,710	-0,00140	-3,498			
	2.4	0,19633	490,4142	0,00891	22,260	-0,00128	-3,198			
	2.5	0,19632	490,3892	0,00900	22,485	-0,00135	-3,373			
Serija 3	3.1	0,19634	490,4392	0,00920	22,985	-0,00138	-3,448	0,025	0,873	8,326
	3.2	0,19629	490,3143	0,00912	22,785	-0,00135	-3,373			
	3.3	0,19632	490,3892	0,00918	22,935	-0,00130	-3,248			
	3.4	0,19631	490,3643	0,00920	22,985	-0,00127	-3,173			
	3.5	0,19631	490,3643	0,00915	22,860	-0,00131	-3,273			

Prema rezultatima ponovljivosti, za svaku os mjerjenja sile, uočeno je da pri seriji 2 dolazi do većih rasipanja sila. To znači da pri pomicanju pločice dolazi do stvaranja tzv. «zračnog jastuka» između etalonske pločice i površine ispitnog stola. Isto tako zamijećena je pojava da tek nakon trećeg niza mjerjenja sila poprima konstantniju vrijednost što upozorava da prije umjeravanja etalonske pločice treba provesti najmanje tri mjerjenja kako bi došlo do stabilizacije kontakta između etalonske pločice i površine ispitnog stola.

Sile koje se javljaju u radikalnom smjeru osi x iznose približno oko 4,6 % aksijalne sile dok sile u smjeru osi y oko 0,7 %. Ove sile imaju slično ponašanje kao i aksijalna sila ali njihov iznos je jako upitan. Prvi razlog tomu leži u problemu umjeravanja ovog dinamometra za sile u smjeru osi x i y jer još danas nije razvijen etalon sile koji bi istovremeno umjeravao sile u sve tri osi. Drugi problem je što se etalonska pločica postavlja na dinamometar pa praktično postoji još jedna kontaktna površina što svakako povećava nesigurnost mjerjenja. Prema tome ovdje se može konstatirati da radikalne sile postoje no njihov iznos trenutno je još teško utvrditi.

U prilogu P-2 (tablica P-2.1) navedeni su rezultati ispitivanja radikalnih sila opterećivanja na etalonskoj pločici IN6087G koja je više tvrdoće (802,8 HV50) čija je kvaliteta izrade ista kao i kod pločice IN40452G. Da bi se analizirali pojedini utjecaji, potpuno identično ispitivanje provedeno je i na etalonskoj pločici označke WERKO-V252724 čija kvaliteta izrade nije bila na razini prethodnih pločica. Ova pločica je

također zadovoljavala sve zahtjeve propisane normom EN ISO 6507-3 osim hrapavosti koja je iznosila  $R_a \leq 2 \mu\text{m}$ . Rezultati ispitivanja sila na ovoj pločici su prikazani u prilogu P-2 (tablica P-2.2)

### 5.4 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska

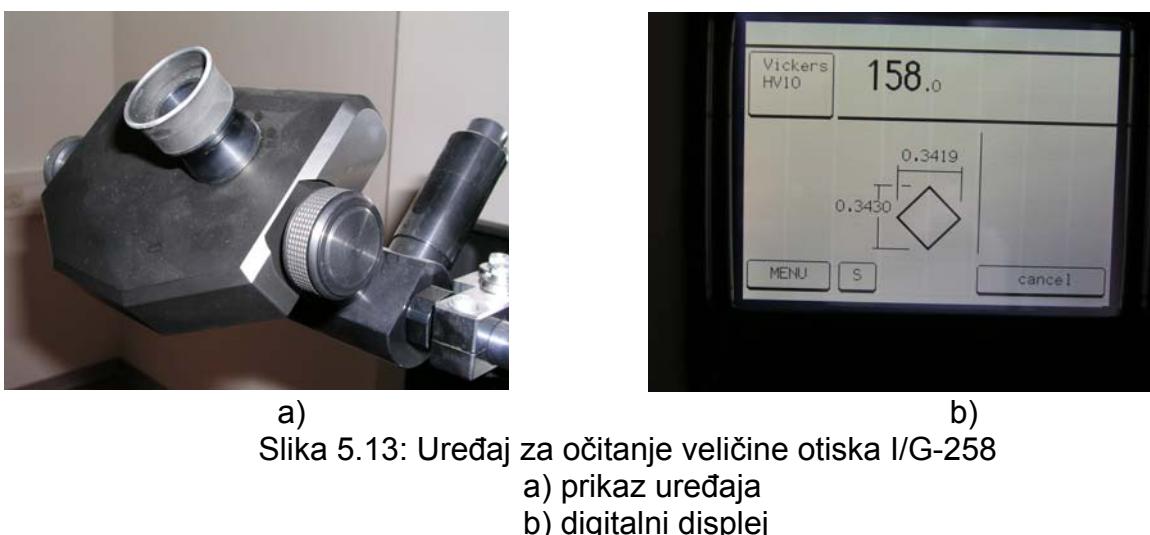
Kao osnovni sustav za očitanje veličine otiska kod idejne razrade predviđenih istraživanja bio je odabran video sustav Olympus u Laboratoriju za precizna mjerjenja duljine (LFSB) Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. No kod izrade sustava za opterećivanje pojавio se problem odabira mjernog mesta ispitivanja tvrdoće, pogotovo kod mjerjenja na etalonskim pločicama visoke tvrdoće s niskim opterećenjima. Iz tog razloga je pri izradi sustava za opterećivanje odmah dodan jedan sustav za očitanje koji ujedno služi i za pozicioniranje odabranog mesta za mjerjenje tvrdoće a i za mjerjenje veličine otiska. Ovako su dobivena dva različita sustava za mjerjenje veličine otiska koji su različiti po načinu mjerjenja, a oba po svojim karakteristikama ispunjavaju zahtjeve koji su definirani normom DIN EN ISO 6507-3 (poglavlje 2.4.1.3 tablica 3.6). Prema tome u ovom su radu primjenjeni slijedeći sustavi za očitanje veličine otiska:

- optički mjerni mikroskop I/G-258 (kao dodatni dio na sustavu za opterećivanje);
- opto-električni sustav CCD-LFSB (kao samostalni uređaj).

Provjera ovih uređaja provedena je kroz postupak njihova umjeravanja te je time i utvrđena njihova mjerna nesigurnost.

#### 5.4.1 Optički mjerni mikroskop I/G-258

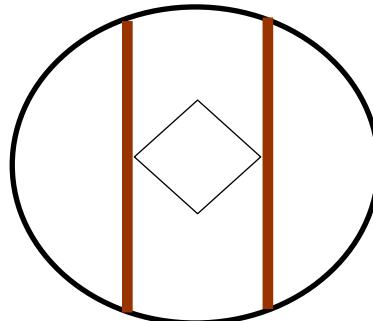
Ovaj uređaj je sastavni dio sustava za opterećivanje te time i etalonskog tvrdomjera, a prikazan je na slici 5.13.



Osnova mjerjenja na ovom sustavu je da se preko leća u okularu promatra otisak i dvije mjerne linije kao što je prikazano na slici 5.14. Dovođenjem unutrašnjih stranica

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

ovih mjernih linija na rubove otiska i pritiskanjem prekidača, na displeju (slika 5.13 b) se direktno očitava vrijednost dijagonale otiska.



Slika 5.14: Način očitanja vrijednosti dijagonale otiska na sustavu I/G-258

Provjera ovog uređaja provedena je u dvije faze:

- prva faza: umjeravanje u INDENTECU,
- druga faza: umjeravanje u LIMS-u nakon instalacije cjelokupnog sustava za opterećivanje.

Prva faza provjere u INDENTEC-ovom UKAS akreditiranom laboratoriju provedena je nakon izrade mjernog uređaja s mjerom skalom a rezultati provjere su prikazani u tablici 5.9. Mjerna sposobnost ovog akreditiranog laboratorijskog uređaja je  $U = 0,5 \mu\text{m}$  uz  $k=2$  i  $P=95\%$ .

Tablica 5.9: Rezultati provjere optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 u INDENTEC-u

Mjeriteljski uvjeti							
Temperatura:							
Početak: $22^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$		Završetak: $22^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$					
Umjeravani sustav:	Optički mjeri mikroskop		Umjerni sustav:	Mjerna skala			
	Oznaka:	I/G-258		Oznaka:	CS2085		
	Rezolucija:	0,1 $\mu\text{m}$		Mjerna nesigurnost:	$U = 0,5 \mu\text{m}$ , $k=2$ , $P=95\%$ .		
Rezultati mjerena							
Nominalna dimenzija, mm	Kalibrirana dimenzija, mm	I niz mjerena, mm	Pogreška, mm	II niz mjerena, mm	Pogreška, mm	Aritmetička sredina pogreške, mm	Pogreška %
0	0	0,0000	0,0000	0,0001	0,0001	0,0001	0,00
1	1,0006	1,0000	-0,0006	1,0008	0,0002	-0,0002	-0,02
1	1,0006	1,0010	0,0004	1,0016	0,0010	0,0007	0,07
0,5	0,5007	0,50005	-0,0002	0,5004	-0,0003	-0,0003	-0,05
0,4	0,4003	0,4000	-0,0003	0,4001	-0,0002	-0,0002	-0,06
0,3	0,3006	0,3004	-0,0002	0,3002	-0,0004	-0,0003	-0,10
0,2	0,2005	0,2003	-0,0002	0,2005	0,0000	-0,0001	-0,05
0,1	0,1008	0,1006	-0,0002	0,1007	-0,0001	-0,0002	-0,15

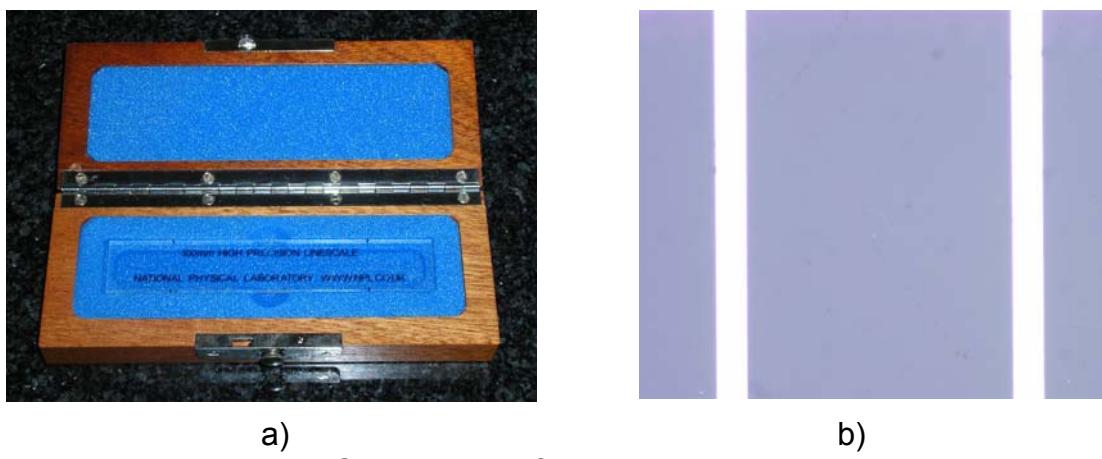
Kako se kod ovog etalonskog tvrdomjera radi o opterećenjima iznad HV1 očekivane duljine dijagonala otisaka su iznad 0,040 mm pa je maksimalno dozvoljeno odstupanje

0,5 % od  $d$ . Iz priloženih rezultata prikazanih u tablici 5.9 vidi se da ovaj optički sustav zadovoljava taj zahtijev.

Druga faza umjeravanja provedena je u LIMS-u. S obzirom da su mijenjani mjeriteljski uvjeti potrebno je bilo još jednom provesti umjeravanje na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera. Umjeravanje je provedeno u LIMS-u s referentnom skalom koja je prikazana na slici 5.15 a kompletan proces je bio pod nadzorom djelatnika LFSB-a. Umjeravanje ove referentne mjerne skale je provedeno u PTB-u na nacionalnom etalonu duljine Njemačke. Mjerna nesigurnost ove skale dana je izrazom:

$$U_{LRS} = \sqrt{(10nm)^2 + (0,18 \bullet L)^2} \quad (5.17)$$

uz  $k=2$  i  $P=95\%$  gdje je  $U_{LRS}$  izraženo u nm a  $L$  u mm.



Slika 5.15: Referentna mjerna skala  
a) mjerna skala  
b) detaljni prikaz linija na skali

Umjeravanje sustava I/G-258 su provela dva mjeritelja s višegodišnjim iskustvom pod približno identičnim mjeriteljskim uvjetima s time da mjeritelj (M I) dolazi s područja umjeravanja mjernih skala a drugi (M II) s područja mjerjenja veličine otiska kod mjerjenja tvrdoće. Pri umjeravanju su provedena tri mjerne niza u osam točaka ravnomjerno raspoređenih od 0,1 mm do mjerne duljine od 0,8 mm jer je pretpostavka da nema potrebe ići do 1 mm jer i veličina otisaka neće biti veća s obzirom na primjenljiva opterećenja. Tijekom umjeravanja mjeritelji su se izmjenjivali kod svakog niza kako bi imali određene vremenske intervale kao pauzu. Razlog tomu je potreba za velikom koncentracijom pri ugađanju mjernih linija. Rezultati umjeravanja su prikazani u tablici 5.10 a obrada i izračun mjerne nesigurnosti u tablici 5.11.

Usporedbom rezultata prikazanih u tablici 5.9 i tablici 5.10 jasno je uočljivo da je došlo do sustavnog pomaka na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258. Stoga je izvršena korekcija interpolacijom izmjerениh vrijednosti. Korekcija pokazivanja optičkog mjernog mikroskopa opisana je izrazom:

$$L = 1,0029 * L_{RS} + 0,0015, \text{ mm}$$

gdje je  $L_{RS}$  u mm.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.10: Rezultati umjeravanja sustava za očitanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>							
Temperatura:							
Početak:		22 °C ± 0,5 °C		Završetak: 22 °C ± 0,5 °C			
Umjeravani sustav:	Optički mjeri mikroskop			Umjerni sustav:	Referentna mjerna skala		
	Oznaka:	I/G-258			Oznaka:	LFSB-MS 322	
	Rezolucija:	0,1 µm			Mjerna nesigurnost:	Izraz 5.17	
<b>Rezultati mjerena</b>							
	<b>Mjeritelj MI</b>			<b>Mjeritelj MII</b>			
Nominalna dimenzija $L_{RS}$ , mm	Niz mjerena I $L_1$ , mm	Niz mjerena II $L_2$ , mm	Niz mjerena III $L_3$ , mm	Niz mjerena I $L_1$ , mm	Niz mjerena II $L_2$ , mm	Niz mjerena III $L_3$ , mm	
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
0,1	0,1031	0,1022	0,1021	0,1008	0,1023	0,1033	
0,2	0,2022	0,2026	0,2021	0,2026	0,2031	0,2029	
0,3	0,3025	0,3021	0,3025	0,3031	0,3028	0,3039	
0,4	0,4024	0,4020	0,4029	0,4031	0,4033	0,4035	
0,5	0,5030	0,5024	0,5036	0,5039	0,5044	0,5045	
0,6	0,6029	0,6030	0,6030	0,6030	0,6039	0,6045	
0,7	0,7028	0,7028	0,7026	0,7041	0,7035	0,7041	
0,8	0,8014	0,8023	0,8032	0,8033	0,8039	0,8042	

Oba mjeritelja su zamijetili veći problem pri ugađanju mjernih linija kada je vidno polje šire odnosno kod većih mjernih duljina. Stoga je u slijedećem setu umjeravanja skraćena mjerna duljina ali je promijenjen i model rada. S obzirom da će prilikom mjerjenja tvrdoće veličine otiska biti unutar granica 0,1 – 0,5 mm drugi dan je provedeno ponovno umjeravanje u tom mjernom području. Kako za umjeravanje jedne etalonske pločice treba minimalno napraviti pet otisaka, a na svakom otisku dva mjerena dijagonala, to znači da mjeritelj radi minimalno desetak mjerena u jednom kraćem vremenskom periodu. Stoga je primjenjen model da svaki mjeritelj napravi sva tri niza mjerena zaredom.

Tablica 5.11: Rezultati umjeravanja sustava za očitanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom s izvršenom korekcijom

$L_{RS}$ , mm	$L_{cor}$ , mm	Mjeritelj MI				Mjeritelj M II			
		$\bar{L}$ , mm	$\Delta L_{rel}$ , %	$U_L$ , %	$\Delta L_{max}$ , %	$\bar{L}$ , mm	$\Delta L_{rel}$ , %	$U_L$ , %	$\Delta L_{max}$ , %
0,1	0,1018	0,10247	0,754	0,628	1,382	0,10213	0,426	1,430	1,856
0,2	0,2021	0,20230	0,198	0,154	0,352	0,20287	0,479	0,147	0,626
0,3	0,3024	0,30237	0,088	0,090	0,179	0,30327	0,386	0,218	0,604
0,4	0,4027	0,40243	0,033	0,130	0,163	0,40330	0,249	0,059	0,308
0,5	0,5030	0,50300	0,100	0,138	0,238	0,50427	0,352	0,075	0,426
0,6	0,6032	0,60297	0,044	0,015	0,059	0,60380	0,183	0,145	0,327
0,7	0,7035	0,70273	-0,024	0,021	-0,003	0,70390	0,142	0,058	0,200
0,8	0,8038	0,80230	-0,100	0,130	0,030	0,80380	0,087	0,066	0,153

Isto tako je uočeno da postoji razlika u rezultatima mjerena između ova dva mjeritelja. Ova razlika može proizaći iz načina ugađanja linija ali i iz kvalitete vida svakog od mjeritelja. Ovaj problem će svakako utjecati na rezultate mjerena tvrdoće odnosno na nesigurnost tih rezultata o što je već opisano još u poglavljju 4.2.4. Stoga je u ovim

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

istraživanjima uveden još jedan mjeritelj koji ima manje iskustva s tim da je predhodno obučen o načinu provedbe umjeravanja. Rezultati ovog istraživanja su prikazani u tablici 5.12.

Tablica 5.12: Rezultati drugog dana umjeravanja sustava za očitanje I/G-258

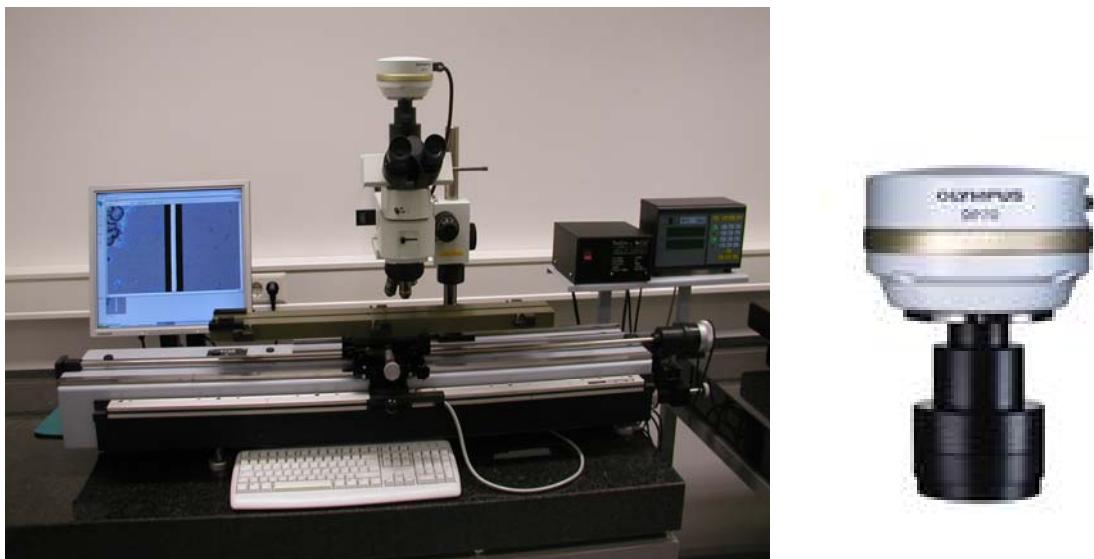
<b>Mjeriteljski uvjeti</b>								
Temperatura:								
Početak:	22 °C ± 0,5 °C	Završetak:	22 °C ± 0,5 °C					
Umjeravani sustav:	Optički mjeri mikroskop	Umjeri sustav:	Referentna mjerena skala					
Oznaka:	I/G-258	Oznaka:	LFSB-MS 322					
Rezolucija:	0,1 µm	Mjerna nesigurnost:	Izraz 5.17					
<b>Rezultati mjerena</b>								
<b>Mjeritelj I</b>					$\bar{L}$ mm	$\Delta L_{\text{rel.}}$ %	$U_L$ , %	$\Delta L_{\text{max.}}$ %
0,1	0,1018	0,1019	0,1021	0,1028	0,10227	0,557	0,540	1,097
0,2	0,2021	0,2018	0,2027	0,2031	0,20253	0,314	0,382	0,696
0,3	0,3024	0,3023	0,3031	0,3022	0,30253	0,143	0,190	0,333
0,4	0,4027	0,4025	0,4031	0,4035	0,40303	0,182	0,145	0,327
0,5	0,5030	0,5031	0,5034	0,5037	0,50340	0,179	0,070	0,249
<b>Mjeritelj II</b>								
0,1	0,1018	0,1018	0,1026	0,1030	0,10247	0,754	0,696	1,450
0,2	0,2021	0,2026	0,2031	0,2031	0,20293	0,512	0,168	0,679
0,3	0,3024	0,3030	0,3031	0,3038	0,30330	0,397	0,168	0,565
0,4	0,4027	0,4031	0,4042	0,4035	0,40360	0,323	0,160	0,484
0,5	0,5030	0,5039	0,5041	0,5043	0,50410	0,318	0,047	0,366
<b>Mjeritelj III</b>								
0,1	0,1018	0,1021	0,1022	0,1027	0,10233	0,623	0,369	0,992
0,2	0,2021	0,2019	0,2020	0,2021	0,20200	0,050	0,064	0,114
0,3	0,3024	0,3019	0,3025	0,3019	0,30210	0,000	0,134	0,134
0,4	0,4027	0,4016	0,4030	0,4029	0,40250	0,050	0,225	0,274
0,5	0,5030	0,5005	0,5026	0,5020	0,50170	-0,159	0,249	0,090

Cilj uvođenja još jednog mjeritelja nije bio istraživanje koliko je odstupanje mjerena različitih mjeritelja, jer bi za to bilo potrebno puno više mjeritelja, nego samo usporedba s rezultatima već provedenim takovim istraživanjima. Na temelju te usporedbe provedena je procjena tog utjecaja i poslije je uvršteno u proračun nesigurnosti mjerena dijagonale otiska pri mjerenu tvrdoće.

### 5.4.2 Opto-električni sustav CCD-LFSB-a

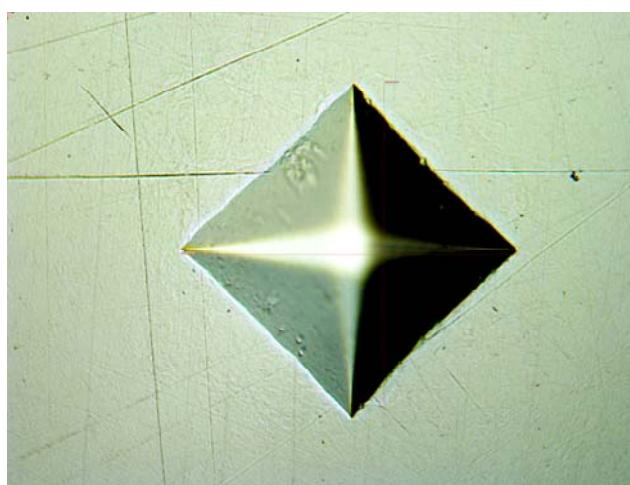
Opto-električni sustav CCD-LFSB-a se sastoji od mikroskopa s ugrađenom visokokvalitetnom i preciznom CCD kamerom koja je spojena na računalo s prikladnim programskim paketom (slika 5.16). Mikroskop je opremljen s objektivima različitih povećanja (10X, 20X, 50X) a izbor objektiva provodi se sukladno predmetu mjerena. Proces viziranja provodi se uz pomoć mikroskopa s digitalnom CCD kamerom Olympus DP 70 s 12,5 Megapixela. Kamera je spojena na zasebno računalo koje uz pomoć programskega paketa Olympus DP-BW manager 1.2.1.107 preuzima i obrađuje prikaz s kamere. Ova kamera sadrži CCD čip, koji ima 145 000 000 piksela i sustav progresivnog skeniranja. Kamera daje prikaz preko računala u više rezolucija (4080x3072 piksela, 2040x1536 piksela, 1360x1024 piksela i 680x512 piksela).

Proces obrade slike je statičan, što znači da je neophodno obrađivati slike, a nije moguće obrađivati "živi" signal prikaza koji daje CCD kamera.



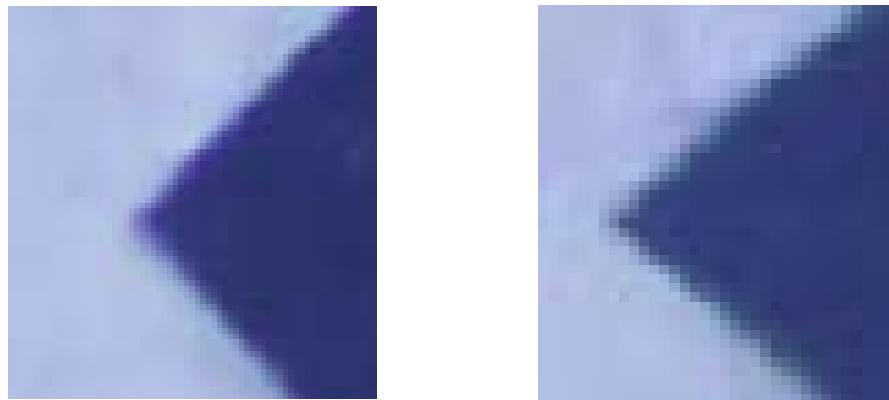
Slika 5.16: Opto-električni sustav CCD-LFSB za mjerjenje duljine

Umjeravanje ovog sustava proveli su djelatnici Laboratorija za precizna mjerjenja duljine a njegova najbolja mjerna nesigurnost iznosi  $U = 0,3 \mu\text{m}$  uz  $k=2$  i  $P=95\%$  u mernom području od  $0,050 \text{ mm}$  do  $1 \text{ mm}$ . Ova mjerna nesigurnost u sebi sadrži sastavnice nesigurnosti koje su proizašle iz umjeravanja opto-električnog sustava kao što je kalibracija pixela ali i sastavnice koje se odnose na samo mjerena veličine otiska. U sastavnice nesigurnosti veličine otiska uračunato je fokusiranje otiska i procjena duljine otiska jer se radi o obradi slike otiska (slika 5.17).



Slika 5.17: Prikaz otiska na opto-električnom sustavu CCD-LFSB

Na slici 5.18 je prikazan detalj ruba otiska koji ukazuje da je postavljanje mjerne linije na rub otiska ustvari procjena da na tom mjestu je vrh otiska. Posebno to dolazi do izražaja ako fokusiranje slike nije bilo dobro provedeno (slika 5.18 b) što pripada u područje subjektivnosti mjeritelja.



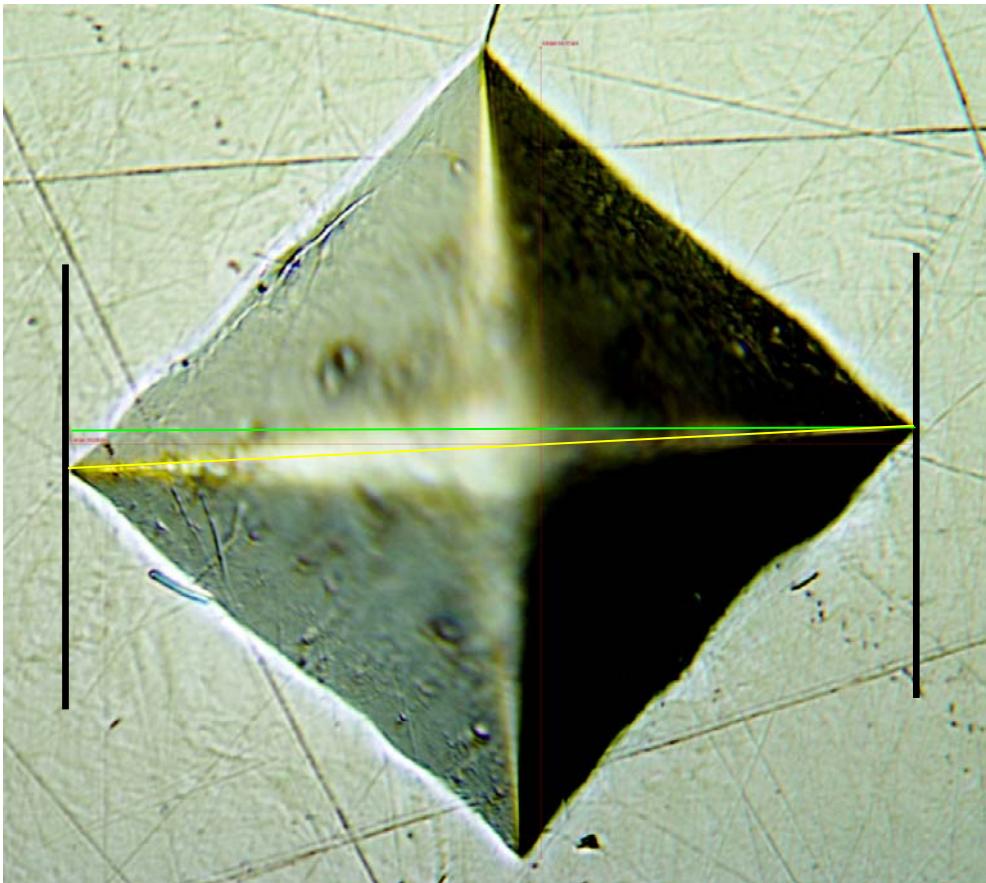
Slika 5.18: Rub otiska pri različitim izoštrenjima okulara

S obzirom na svoje mogućnosti i mjernu sposobnost ovaj je uređaj primjenjen u ovom radu za mjerjenje veličine otiska kao odvojeni sustav.

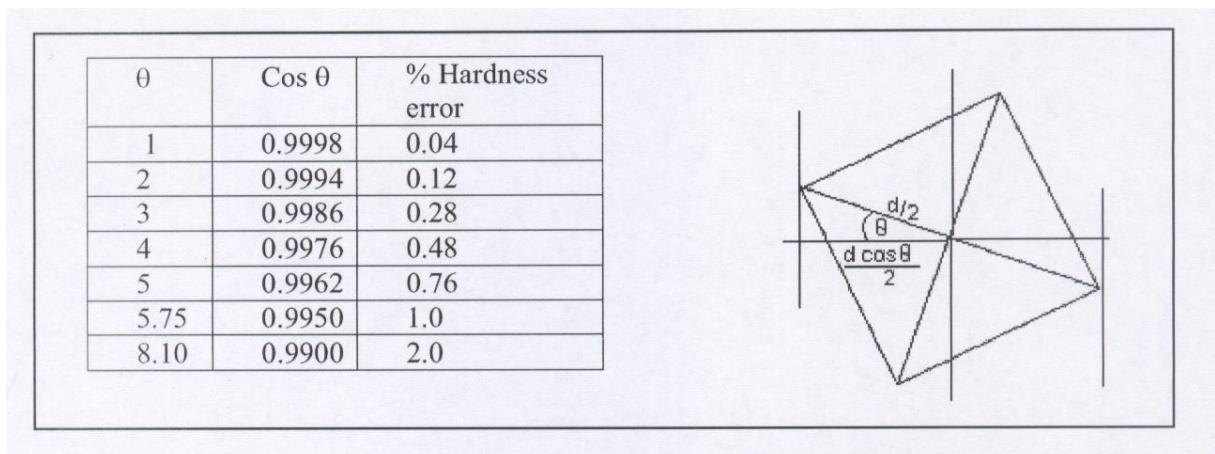
Primjenom optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 i opto-električnog sustava CCD-LFSB, kao dva zasebna sustava za očitanje veličine otiska različitih mjernih sposobnosti čije vrijednosti su unutar dozvoljenih granica odstupanja sukladno normama i uputama, omogućeno je potvrđivanje ili odbacivanje hipoteze ovog rada. Uklapanjem ovih sustava u jednu cjelinu, zajedno sa sustavom za opterećivanje, dobiven je novi sustav – etalonski tvrdomjer za mjerjenje fizikalne veličine tvrdoča po metodi Vickers koja je potpuno različita od mjereneh veličina koje su dobivene mjerjenjem na ovim sustavima kada su razdvojeni. U nastavku su provedena istraživanja pojedinih utjecaja na nesigurnost mjerjenja etalonskog tvrdomjera kao jedne cjeline.

### 5.4.3 Problem očitanja dijagonale otiska

Tijekom provedbe preliminarnih mjerjenja zamijećena je pogreška uslijed poravnavanja rubova otiska. Ova problematika se pojavljuje kod mjerjenja otiska od jednog do drugog ruba dijagonale što je prikazano na slici 5.19. Određivanje ovog utjecaja na mjerjenje dijagonale otiska potrebno je provesti za svaki sustav zasebno. Prema istraživanjima koja su provedena u NPL-u [56] procjena utjecaja uslijed orientacije otiska dana je na slici 5.20. Iako je poravnavanje često izostavljeno, iz ovoga je vidljivo da ta pogreška može znatno utjecati na rezultat mjerjenja tvrdoče. Na temelju ovih rezultata te promatravanja ponašanja oba sustava očitanja, koja su primjenjena u ovom radu, izvršena je procjena ove pogreške te je ista uključena u procjenu i proračun mjerne nesigurnosti.



Slika 5.19: Pogreška uslijed rotacije otiska



Slika 5.20: Pogreška tvrdoće s obzirom na krivu orijentaciju izmјerenog otiska [57]

Iz razmatranja tehnike mjerenja na sustavu I/G-258 (direktno od ruba do ruba otiska) i opto-električnog sustava CCD-LFSB-a (analizator slike) jasno je da ova dva sustava nisu jednako imuna na ovu pogrešku.

Kod opto-električnog sustava CCD-LFSB razmak između dva ruba otiska očitava se u pixelima te je kalibracija pixela primarna utjecajna veličina. Zbog mogućnosti zakretanja etalonske pločice pri «živoj slici» pri različitim povećanjima moguće je poravnati rubove otiska unutar  $0.5^\circ$  što daje za pravo da se ova pogreška ne smatra

od presudne važnosti. Zbog problema procjene samog ruba otiska (objašnjeno u poglavlju 5.3.2.2) uslijed deformacije materijala procijenjena je širina te zone 1-2  $\mu\text{m}$  ovisno o veličini primjenjenog povećanja. S obzirom da cosinus kuta od  $0,5^\circ$  ne mijenja značajno duljinu dijagonale u mjernom području od  $100 \mu\text{m}$  do  $800 \mu\text{m}$  i da praktično problem očitanja ruba otiska prekriva problem zarotiranosti, procjena povećanja mjerne nesigurnosti ovog sustava za  $0,1 \mu\text{m}$  dovoljno dobro procjenjuje ove probleme. Procjenu i proračun svih ovih nesigurnosti su proveli djelatnici LFSB-a te konačna proširena mjerna nesigurnost opto-električnog sustava CCD-LFSB kao sustava za očitavanje veličine otiska etalonskog tvrdomjera iznosi  $U = 0,4 \mu\text{m}$  uz  $k=2$  i  $P=95\%$ .

S obzirom na problematiku mjerjenja kuta zakretanja otiska kod sustava I/G-258, koji je sastavni dio sustava za opterećivanje, provedba procjene utjecaja orientacije otiska je jako složena. Za ovo bi bila potrebna dodatna oprema koja bi se morala ugraditi na ispitni stol, što zahtijeva promjenu konstrukcije sustava za opterećivanje a to nije bilo moguće izvesti. Stoga je provedena procjena mogućeg kuta odstupanja pri mjerjenju I/G-258 sustavom i uzet je maksimalni kut odstupanja od  $2^\circ$ . Sukladno istraživanjima NPL [57] procjena pogreške uslijed orijentiranosti otiska iznosi  $0,12\% \text{ HV}$  što je unešeno u procjenu i proračun mjerene nesigurnosti pri mjerenu veličine otiska sa sustavom I/G-258.

### 5.5 Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera

Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera provodi se pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoče sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Zbog visoke cijene izrade ovih primarnih etalonskih pločica umjeravanje etalonskog tvrdomjera nije provedeno za sva opterećenja. Stoga je posuđeno šest primarnih etalonskih pločica od UKAS-ovog nacionalnog laboratorija za tvrdoču i to za dvije metode HV10 i HV30 (tri primarne pločice na svakom opterećenju). Primjenjene primarne etalonske pločice su umjerene u nacionalnom etalonu tvrdoče Velike Britanije čija najbolja mjerna sposobnost iznosi  $0,3\% \text{ HV}$  uz  $k=2$  i  $P=95\%$ . U tablicama 5.13 i 5.14 su prikazani rezultati indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoče 272,2 HV10 uz primjenu sustava za očitanje I/G-258 ili CCD-LFSB. U tablici 5.15 je prikazan utjecaj korekcije sile opterećivanja na stvarnu izmjerenu vrijednost predhodno dobivenih rezultata umjeravanja.

U prilogu P-3 su prikazani ostali rezultati umjeravanja za metode HV10 i HV30. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti provedena je sukladno algoritmu koji je dan u poglavlju 4.3.2.2 a izračuni za pojedine nesigurnosti su prikazani u tablicama s rezultatima.

Pregledom ovih rezultata umjeravanja uočava se da je proširena mjerna nesigurnost ( $U_{\text{HTM}}$ ) etalonskog tvrdomjera za mjernu metodu HV10 ispod  $\pm 1\% \text{ HV10}$  što je isti slučaj i za metodu HV30. S obzirom da nije bilo mogućnosti provedbe umjeravanja i za ostala opterećenja, što je već prije opisano, provedena su interkomparacijska mjerena s dva međunarodno priznata laboratorijsa kako bi se potvrdila mjerna sposobnost instaliranog etalonskog tvrdomjera.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.13: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28256G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	272,2	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,2604	0,2608	0,26060	273,07
2		0,2604	0,2607	0,26055	273,18
3		0,2621	0,2618	0,26195 <sub>max</sub>	270,27 <sub>min</sub>
4		0,2607	0,2603	0,26050	273,28
5		0,2601	0,2597	0,25990 <sub>min</sub>	274,55 <sub>max</sub>
Srednja vrijednost		0,26070			272,87
Standardno odstupanje	S <sub>CRM-1</sub>	0,00075			1,57
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$		Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$
$U_{CRM-P}$		272,2 HV10	0,8166	Normalna	1
$U_{xCRM-1}$		0 HV	0,80197705	Normalna	1
$U_{ms}$		0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,683
$U_{CRM-D}$		0 HV	0	Trokutna	1
Kombinirana merna nesigurnost					1,15 HV
Proširena merna nesigurnost					2,29 HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV		Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTM\max}$	
272,87		HV	HV	HV	
		2,29	0,67	2,96	

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.14: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28256G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	272,2	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,26105	0,26042	0,26074 <sub>max</sub>	272,79 <sub>min</sub>
2		0,26038	0,26050	0,26044 <sub>min</sub>	273,41 <sub>max</sub>
3		0,26007	0,26084	0,26046	273,38
4		0,26110	0,26034	0,26072	272,82
5		0,26015	0,26104	0,26060	273,08
Srednja vrijednost		0,26059			273,10
Standardno odstupanje	$s_{CRM-1}$	0,00014			0,29
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$		Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$
$u_{CRM-P}$		272,2 HV10	0,8166	Normalna	1
$u_{CRM-1}$		0 HV	0,14986334	Normalna	1
$u_{ms}$		0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,683
$u_{CRM-D}$		0 HV	0	Trokutna	1
Kombinirana merna nesigurnost					0,83 HV
Proširena merna nesigurnost					<b>1,66 HV</b>
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$		Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $b$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
273,10		HV	HV	HV	
		1,66	0,90	<b>2,56</b>	

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.15: Utjecaj korekcije sile opterećivanja na rezultate indirektnog umjeravanja primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

<b>Sustav za očitanje I/G-258</b>					
<b>Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>					
1	2	3	4	5	
273,17	273,27	270,36	273,38	274,64	
Srednja vrijednost		272,96			
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	1,57			
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
$U_{xCRM-1}$	0 HV	0,80227962	Normalna	1	0,80225
$U_{ms}$	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,29	0,060197
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					1,15HV
Proširena merna nesigurnost					<b>2,29 HV</b>
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
272,96	HV	HV		HV	
	2,29	0,76		3,05	
<b>Sustav za očitanje CCD-LFSB</b>					
<b>Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>					
1	2	3	4	5	
272,88	273,50	273,47	272,91	273,18	
Srednja vrijednost		273,19			
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	0,29			
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	Vrsta razdiobe	$c_i$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
$U_{xCRM-1}$	0 HV	0,14991433	Normalna	1	0,149914
$U_{ms}$	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,29	0,060197
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					0,83 HV
Proširena merna nesigurnost					<b>1,66 HV</b>
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$\bar{b}$		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
273,19	1,66	0,99		2,65	

### 5.6 Interkomparacijska mjerena

Osnovni cilj provedbe interkomparacijskih mjerena bio je potvrđivanje mjerne sposobnosti referentnog etalonskog tvrdomjera LIMS-a te njegov položaj u piramidi sljedivosti za mjernu veličinu tvrdoča na europskoj i svjetskoj razini. Isto tako ovim usporednim mjerjenjima moguće je ustanoviti razlike između dva primjenjena sustava očitanja na koje je vezan sustav za opterećivanje, te utvrditi doprinose pojedinih utjecajnih veličina na rezultate mjerena etalonskog tvrdomjera a čiji je utjecaj pojedinačno na sustave već utvrđen.

Usporedna mjerena su provedena u tri mjeriteljske institucije:

- INDENTEC, Velika Britanija;
- PTB, Njemačka;
- FSB-LIMS, Hrvatska.

Ovdje je potrebno napomenuti da su interkomparacijska mjerena u LIMS-u provedena na slijedeći način:

- utiskivanje provedeno u LIMS-u na etalonskom tvrdomjeru (sustav za opterećivanje 5030TKV) a
- mjerjenje veličine otiska:
  - na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258 i
  - na opto-električnom sustavu CCD- LFSB.

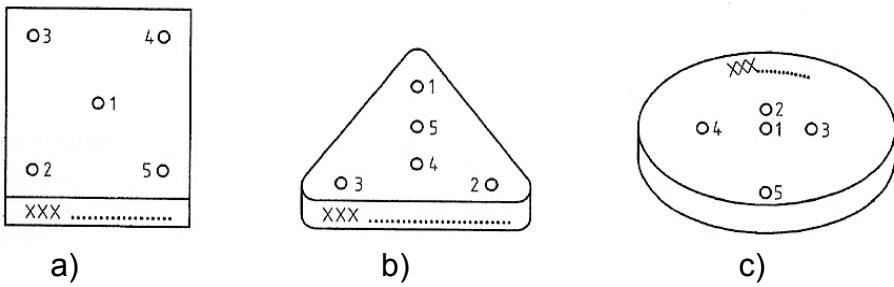
Mjerena su provedena na četrnaest etalonskih pločica koje su predhodno ispitane kako bi se provjerilo da li one zadovoljavaju kriterije koje propisuje norma EN 6507-3.

#### 5.6.1 Provjera kvalitete etalonskih pločica

Kako bi se smanjili utjecaji pojedinih veličina na rezultate međulaboratorijskih usporednih mjerena, etalonske pločice su morale biti izrađene tako da ispunе sve zahtjeve propisane normom DIN EN ISO 6507-3. Cilj je bio da niti jedna vrijednost za pojedinu mjernu veličinu ne bude blizu graničnih vrijednosti kako bi se svi mogući utjecaji smanjili na što je moguće manju mjeru. U tu svrhu su na etalonskim pločicama provedena sljedeća ispitivanja:

- ravnoće;
- hrapavosti;
- planparalenosti.

Dimenzije i oblik etalonskih pločica su propisani a mogući oblici su prikazani na slici 5.18. U ispitivanjima koja su provedena u sklopu ovog rada korištene su etalonske pločice tipa a) i c). Pri umjeravanju etalonskih pločica potrebno je provesti najmanje pet mjerena na svakoj pločici a propisan je i raspored otiska za svaki od ovih tipova etalonskih pločica (slika 5.21). Osim toga na svakoj pločici mora biti ugravirana identifikacijska oznaka te oznaka ustanove koja je provela umjeravanje.



Slika 5.21: Tipovi etalonskih pločica [20]

U nastavku je prikazna metoda za provjeru pojedinih parametara koji se ispituju na etalonskim pločicama. Ovdje su dani rezultati ispitivanja samo za etalonsku pločicu IN60115G za metodu HV10, čiji se osnovni podaci nalaze u tablici 5.16. Za ostale pločice rezultati su prikazani u prilogu P-3.

Tablica 5.16: Osnovni podaci o etalonskoj pločici IN60115G za metodu HV10

Oznaka:	IN60115G HV10	
Proizvođač:	INDENTEC, Velika Britanija	
Oblik:	Tip c (slika 5.21)	
Dimenzije:	vanjski promjer: 60,4 mm debljina: 11,7 mm	

### 5.6.1.1 Provjera ravnoće

Prema dosadašnjim istraživanjima ravnoća površine može utjecati na rezultate mjerjenja tvrdoće. Kako bi se izbjeglo, odnosno smanjilo utjecaj neravnoće, u laboratoriju LFSB-a su provedena ispitivanja ravnoće, kako ispitne tako i nalijegajuće površine etalonske pločice. Dozvoljena tolerancija odstupanja ravnoće ispitne i nalijegajuće površine ne smije biti veća do 0,005 mm sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Mjerjenje odstupanja od ravnosti provedeno je interferometrijskom metodom pomoću interferencijskog mikroskopa Carl Zeiss (slika 5.22).



Slika 5.22: Interferencijski mikroskop Carl Zeiss

Rezultati mjerena prikazani su u tablici 5.17.

Tablica 5.17: Rezultati mjerena odstupanja od ravnosti etalonske pločice IN60115G

Mjerenje br.	1	2	3
Odstupanje od ravnosti, $\mu\text{m}$	0,15	0,12	0,12

Odstupanje od ravnosti iznosi  $0,15 \mu\text{m}$ ;  $U = 0,06 \mu\text{m}$ ;  $k=2$ ,  $P=95\%$ .

### 5.6.1.2 Provjera hrapavosti

Sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 dozvoljena odstupanja hrapavosti na mjernoj duljini od  $0,80 \text{ mm}$  su:

- dozvoljena hrapavost ispitne površine je  $R_a \leq 0,05 \mu\text{m}$ ;
- dozvoljena hrapavost nalijegajuće površine je  $R_a \leq 0,8 \mu\text{m}$ .

Ispitivanja hrapavosti su provedena u LFSB-u na elektromehaničkom uređaju za ispitivanje hrapavosti površina označe: MU 2-127; proizvođač: Feinprüf; tip: Perthometer S8P (slika 5.23 a). Mjerna mjesta ispitivanja su prikazana na slici 5.24, a rezultati su dani u tablici 5.18.



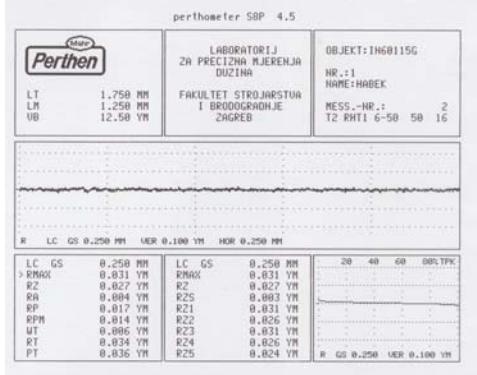
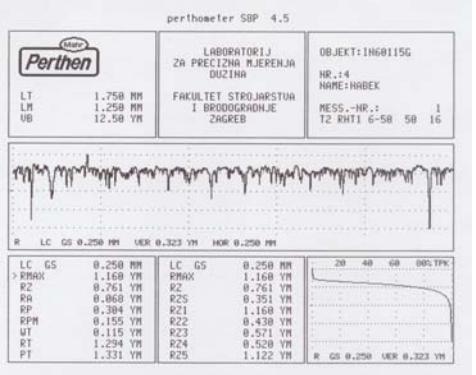
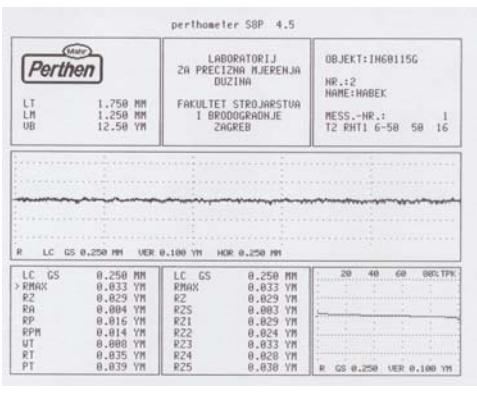
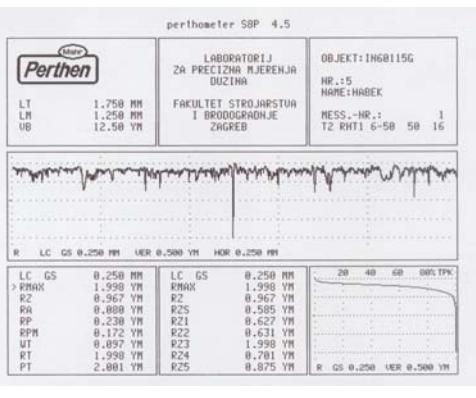
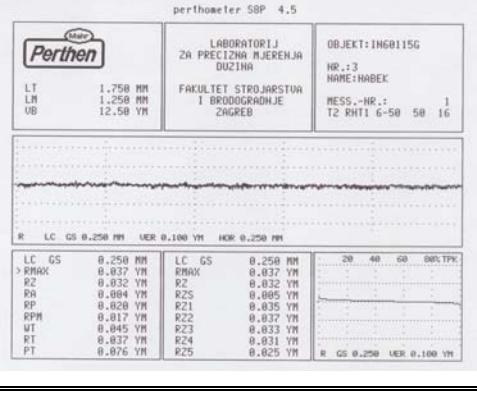
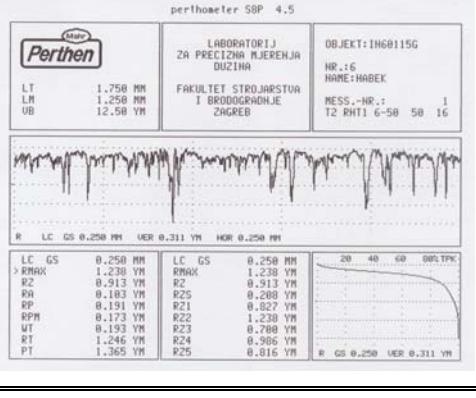
Slika 5.23: Ispitivanje hrapavosti etalonskih pločica  
a) elektromehanički uređaj MU 2-127  
b) princip provjere hrapavosti na etalonskoj pločici



Slika 24: Položaj mjeseta na kojima su provedena ispitivanja hrapavosti

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.18: Rezultati ispitivanja hrapavosti etalonske pločice IN60115G

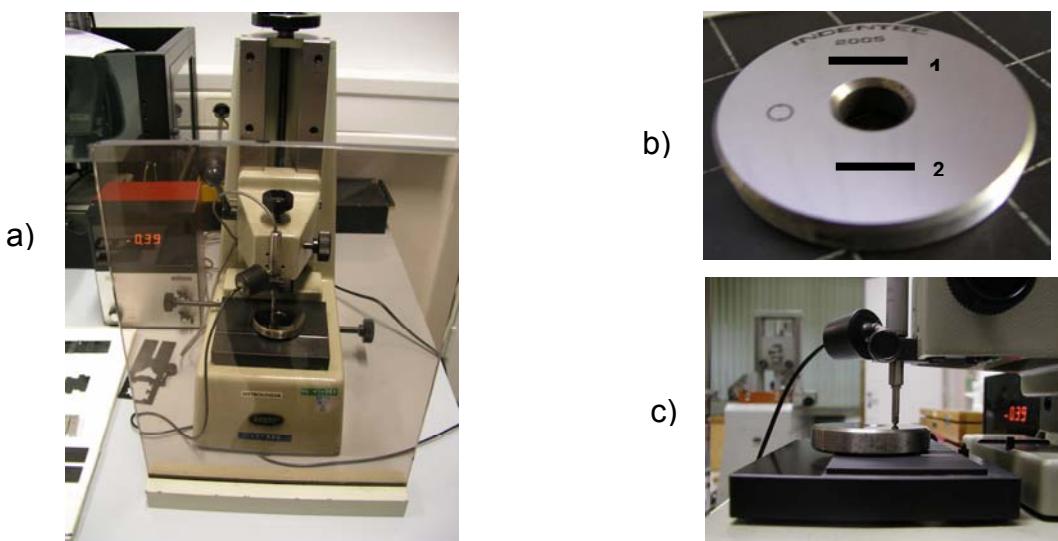
Mjerni niz	Ispitna površina	Nalijegajuća površina																																																																																																																														
1	<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 1 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.100 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.100 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>0.831 YM</td><td>RMAX</td><td>0.831 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.822 YM</td><td>R2</td><td>0.822 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.884 YM</td><td>R2S</td><td>0.883 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.817 YM</td><td>R21</td><td>0.831 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.814 YM</td><td>R22</td><td>0.826 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.896 YM</td><td>R23</td><td>0.831 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>0.834 YM</td><td>R24</td><td>0.826 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>PT</td><td>0.836 YM</td><td>R25</td><td>0.824 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.100 YM</td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	0.831 YM	RMAX	0.831 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.822 YM	R2	0.822 YM				RA	0.884 YM	R2S	0.883 YM				RP	0.817 YM	R21	0.831 YM				RPM	0.814 YM	R22	0.826 YM				UT	0.896 YM	R23	0.831 YM				RT	0.834 YM	R24	0.826 YM				PT	0.836 YM	R25	0.824 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM	<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 14 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.323 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.323 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>1.168 YM</td><td>RMAX</td><td>1.168 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.761 YM</td><td>R2</td><td>0.761 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.863 YM</td><td>R2S</td><td>0.851 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.394 YM</td><td>R21</td><td>1.168 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.155 YM</td><td>R22</td><td>0.438 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.115 YM</td><td>R23</td><td>0.571 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>1.294 YM</td><td>R24</td><td>0.528 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>PT</td><td>1.331 YM</td><td>R25</td><td>1.122 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.323 YM</td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.323 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	1.168 YM	RMAX	1.168 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.761 YM	R2	0.761 YM				RA	0.863 YM	R2S	0.851 YM				RP	0.394 YM	R21	1.168 YM				RPM	0.155 YM	R22	0.438 YM				UT	0.115 YM	R23	0.571 YM				RT	1.294 YM	R24	0.528 YM				PT	1.331 YM	R25	1.122 YM	R	GS	0.250 VER 0.323 YM
LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	0.831 YM	RMAX	0.831 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.822 YM	R2	0.822 YM																																																																																																																													
RA	0.884 YM	R2S	0.883 YM																																																																																																																													
RP	0.817 YM	R21	0.831 YM																																																																																																																													
RPM	0.814 YM	R22	0.826 YM																																																																																																																													
UT	0.896 YM	R23	0.831 YM																																																																																																																													
RT	0.834 YM	R24	0.826 YM																																																																																																																													
PT	0.836 YM	R25	0.824 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM																																																																																																																										
LC	GS	0.250 MM	VER	0.323 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	1.168 YM	RMAX	1.168 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.761 YM	R2	0.761 YM																																																																																																																													
RA	0.863 YM	R2S	0.851 YM																																																																																																																													
RP	0.394 YM	R21	1.168 YM																																																																																																																													
RPM	0.155 YM	R22	0.438 YM																																																																																																																													
UT	0.115 YM	R23	0.571 YM																																																																																																																													
RT	1.294 YM	R24	0.528 YM																																																																																																																													
PT	1.331 YM	R25	1.122 YM	R	GS	0.250 VER 0.323 YM																																																																																																																										
2	<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 2 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.100 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.100 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>0.833 YM</td><td>RMAX</td><td>0.833 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.829 YM</td><td>R2</td><td>0.829 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.894 YM</td><td>R2S</td><td>0.893 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.816 YM</td><td>R21</td><td>0.829 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.814 YM</td><td>R22</td><td>0.824 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.899 YM</td><td>R23</td><td>0.832 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>0.835 YM</td><td>R24</td><td>0.828 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.100 YM</td></tr> <tr><td>PT</td><td>0.839 YM</td><td>R25</td><td>0.838 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	0.833 YM	RMAX	0.833 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.829 YM	R2	0.829 YM				RA	0.894 YM	R2S	0.893 YM				RP	0.816 YM	R21	0.829 YM				RPM	0.814 YM	R22	0.824 YM				UT	0.899 YM	R23	0.832 YM				RT	0.835 YM	R24	0.828 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM	PT	0.839 YM	R25	0.838 YM				<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 5 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.500 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.500 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>1.169 YM</td><td>RMAX</td><td>1.199 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.367 YM</td><td>R2</td><td>0.367 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.889 YM</td><td>R2S</td><td>0.565 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.238 YM</td><td>R21</td><td>0.627 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.172 YM</td><td>R22</td><td>0.631 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.893 YM</td><td>R23</td><td>1.122 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>1.399 YM</td><td>R24</td><td>0.281 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.500 YM</td></tr> <tr><td>PT</td><td>2.001 YM</td><td>R25</td><td>0.875 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.500 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	1.169 YM	RMAX	1.199 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.367 YM	R2	0.367 YM				RA	0.889 YM	R2S	0.565 YM				RP	0.238 YM	R21	0.627 YM				RPM	0.172 YM	R22	0.631 YM				UT	0.893 YM	R23	1.122 YM				RT	1.399 YM	R24	0.281 YM	R	GS	0.250 VER 0.500 YM	PT	2.001 YM	R25	0.875 YM			
LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	0.833 YM	RMAX	0.833 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.829 YM	R2	0.829 YM																																																																																																																													
RA	0.894 YM	R2S	0.893 YM																																																																																																																													
RP	0.816 YM	R21	0.829 YM																																																																																																																													
RPM	0.814 YM	R22	0.824 YM																																																																																																																													
UT	0.899 YM	R23	0.832 YM																																																																																																																													
RT	0.835 YM	R24	0.828 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM																																																																																																																										
PT	0.839 YM	R25	0.838 YM																																																																																																																													
LC	GS	0.250 MM	VER	0.500 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	1.169 YM	RMAX	1.199 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.367 YM	R2	0.367 YM																																																																																																																													
RA	0.889 YM	R2S	0.565 YM																																																																																																																													
RP	0.238 YM	R21	0.627 YM																																																																																																																													
RPM	0.172 YM	R22	0.631 YM																																																																																																																													
UT	0.893 YM	R23	1.122 YM																																																																																																																													
RT	1.399 YM	R24	0.281 YM	R	GS	0.250 VER 0.500 YM																																																																																																																										
PT	2.001 YM	R25	0.875 YM																																																																																																																													
3	<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 3 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.100 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.100 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>0.832 YM</td><td>RMAX</td><td>0.837 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.832 YM</td><td>R2</td><td>0.832 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.884 YM</td><td>R2S</td><td>0.886 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.820 YM</td><td>R21</td><td>0.835 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.817 YM</td><td>R22</td><td>0.837 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.845 YM</td><td>R23</td><td>0.833 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>0.837 YM</td><td>R24</td><td>0.831 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.100 YM</td></tr> <tr><td>PT</td><td>0.876 YM</td><td>R25</td><td>0.825 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	0.832 YM	RMAX	0.837 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.832 YM	R2	0.832 YM				RA	0.884 YM	R2S	0.886 YM				RP	0.820 YM	R21	0.835 YM				RPM	0.817 YM	R22	0.837 YM				UT	0.845 YM	R23	0.833 YM				RT	0.837 YM	R24	0.831 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM	PT	0.876 YM	R25	0.825 YM				<p>perthometer S8P 4.5</p>  <p>Perthen</p> <p>LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA</p> <p>OBJEKT: IN60115G</p> <p>NR.: 6 NAME: HABEK</p> <p>LT 1.750 MM LM 1.250 MM UB 12.50 YM</p> <p>FAKULTET STROJARSTVA I BRODODRŽAVLJE ZAGREB</p> <p>MESS.-NR.: T2 RHTI 6-58 50 16</p> <p>R LC GS 0.250 MM VER 0.311 YM HOR 0.250 MM</p> <table border="1"> <tr><td>LC</td><td>GS</td><td>0.250 MM</td><td>VER</td><td>0.311 YM</td><td>HOR</td><td>0.250 MM</td></tr> <tr><td>&gt; RMAX</td><td>1.238 YM</td><td>RMAX</td><td>1.238 YM</td><td>20</td><td>40</td><td>60 80%TPK</td></tr> <tr><td>R2</td><td>0.513 YM</td><td>R2</td><td>0.513 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RA</td><td>0.183 YM</td><td>R2S</td><td>0.269 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RP</td><td>0.191 YM</td><td>R21</td><td>0.827 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RPM</td><td>0.173 YM</td><td>R22</td><td>1.238 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>UT</td><td>0.193 YM</td><td>R23</td><td>0.788 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>RT</td><td>1.246 YM</td><td>R24</td><td>0.966 YM</td><td>R</td><td>GS</td><td>0.250 VER 0.311 YM</td></tr> <tr><td>PT</td><td>1.365 YM</td><td>R25</td><td>0.816 YM</td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>	LC	GS	0.250 MM	VER	0.311 YM	HOR	0.250 MM	> RMAX	1.238 YM	RMAX	1.238 YM	20	40	60 80%TPK	R2	0.513 YM	R2	0.513 YM				RA	0.183 YM	R2S	0.269 YM				RP	0.191 YM	R21	0.827 YM				RPM	0.173 YM	R22	1.238 YM				UT	0.193 YM	R23	0.788 YM				RT	1.246 YM	R24	0.966 YM	R	GS	0.250 VER 0.311 YM	PT	1.365 YM	R25	0.816 YM			
LC	GS	0.250 MM	VER	0.100 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	0.832 YM	RMAX	0.837 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.832 YM	R2	0.832 YM																																																																																																																													
RA	0.884 YM	R2S	0.886 YM																																																																																																																													
RP	0.820 YM	R21	0.835 YM																																																																																																																													
RPM	0.817 YM	R22	0.837 YM																																																																																																																													
UT	0.845 YM	R23	0.833 YM																																																																																																																													
RT	0.837 YM	R24	0.831 YM	R	GS	0.250 VER 0.100 YM																																																																																																																										
PT	0.876 YM	R25	0.825 YM																																																																																																																													
LC	GS	0.250 MM	VER	0.311 YM	HOR	0.250 MM																																																																																																																										
> RMAX	1.238 YM	RMAX	1.238 YM	20	40	60 80%TPK																																																																																																																										
R2	0.513 YM	R2	0.513 YM																																																																																																																													
RA	0.183 YM	R2S	0.269 YM																																																																																																																													
RP	0.191 YM	R21	0.827 YM																																																																																																																													
RPM	0.173 YM	R22	1.238 YM																																																																																																																													
UT	0.193 YM	R23	0.788 YM																																																																																																																													
RT	1.246 YM	R24	0.966 YM	R	GS	0.250 VER 0.311 YM																																																																																																																										
PT	1.365 YM	R25	0.816 YM																																																																																																																													

Iz rezultata ispitivanja maksimalna vrijednost parametra hrapavosti iznosi:

- ispitna površina:  $R_a \leq 0,004 \mu\text{m}$ ,
- nalijegajuća površina:  $R_a \leq 0,103 \mu\text{m}$ .

### 5.6.1.3 Provjera planparalelnosti površina

Dozvoljeno odstupanje od paralelnosti nalijegajuće i ispitne površine ne smije biti veće od 0,010 mm na 50 mm sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Ispitivanja planparalelnosti površina etalonskih pločica su provedena na uređaju za usporedno mjerjenje PGM; oznake: MU 41-363; proizvođač: MAHR; tip: 826E; serijski broj: 08148 (slika 5.25 a).



Slika 5.25: Mjerenje planparalelnosti etalonskih pločica

a) uređaj MU 41-363

b) raspored mjernih nizova na etalonskoj pločici

c) kontakt ticalo - etalonska pločica

Mjerenje su provedena kroz dva niza ispitivanja na mjerne duljini 50 mm s 10 mjernih točaka. Rezultati su prikazani u tablici 5.19.

Tablica 5.19: Rezultati ispitivanja planparalelnosti etalonske pločice IN60115G

Mjerni niz	Mjerenje, $\mu\text{m}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,16	+0,34	+0,35	+0,36	+0,31	+0,04	-0,03	-0,18	-0,39	-0,59
2	+0,18	+0,22	+0,17	+0,25	+0,23	+0,16	+0,07	-0,11	-0,15	-0,20

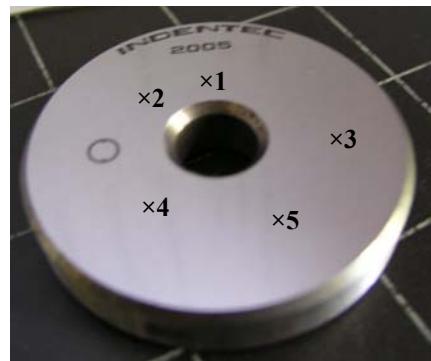
Maksimalno odstupanje od planparalelnosti iznosi  $0,59 \mu\text{m}$ ;  $U = 0,4 \mu\text{m}$ ;  $k=2$ ,  $P=95\%$ .

Iz dobivenih rezultata ispitivanja ravnoće, hrapavosti i planparalelnosti za etalonsku pločicu IN60115G može se zaključiti da je obrada površina provedena vrlo kvalitetno i da su dobiveni parametri daleko ispod zahtijevanih granica. Rezultati ovih ispitivanja za ostale etalonske pločice se nalaze u prilogu P-4 (tablica P-4.1) a zaključak o kvaliteti obrade je isti.

### 5.6.2 Rezultati interkomparacijskih mjerena

Kako je već predhodno navedeno, interkomparacijska mjerena su provedena u tri različita laboratorija. Ovdje su prikazani rezultati samo za tvrdoču metode HV 10 i to za dvije etalonske pločice, dok su rezultati mjerena za ostale etalonske pločice navedeni u prilogu P-5.

Mjeriteljski uvjeti su približno identični u sva tri laboratorija. Na svakoj pločici je izmjereno po pet otisaka a njihov raspored prikazan je na slici 5.26 i identičan je u sva tri laboratorija. Procjena i proračun mjernih nesigurnosti proveden je prema modelu opisanom u poglavljiju 4.3.3 i to u sva tri laboratorija.



Slika 5.26: Raspored otisaka po etalonskoj pločici

### 5.6.2.1 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju INDENTEC-a

Umjeravanje etalonskih pločica provedeno je u Laboratoriju tvrtke INDENTEC čija najbolja mjerna sposobnost iznosi  $1\% \text{ HV}$  uz  $k=2$ ,  $P=95\%$ . Radi se o međunarodno priznatom laboratoriju koji je akreditiran po UKAS-u s oznakom UKAS CALIBRATION 0232. Rezultati umjeravanja etalonskih pločica za metodu HV10 su prikazani u tablici 5.21.

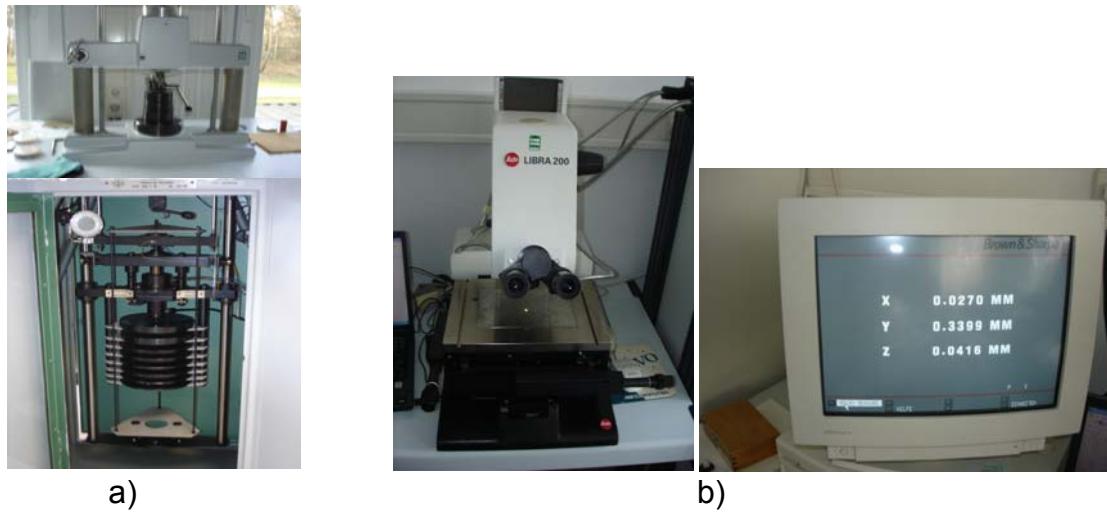
### 5.6.2.2 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju PTB-a

Nacionalni laboratorij za tvrdoću u Njemačkoj nalazi se u PTB-u, Braunschweig pod oznakom Arbeitsgruppe 5.12 Härtemesstechnik. Umjeravanje etalonskih pločica za veličinu tvrdoće HV1 je provedeno na uređaju koji je prikazan na slici 5.27.



Slika 5.27: Njemački nacionalni etalon tvrdoće za metodu HV1

Ostala umjeravanja su provedena na primarnim etalonima tvrdoće gdje je opterećenje ostvareno direktno utezima. Mjerna nesigurnost djelovanja sile je  $\leq 0,002\%$  uz  $k=2$ ,  $P=95\%$ , što je u današnjim tehničkim uvjetima maksimalno moguće ostvariti. Kod ovakvih uređaja su odvojeni sustav za ostvarivanje opterećenja i sustav za očitavanje veličine otisaka. Oba sustava su prikazana na slici 5.28. Mjerna sposobnost PTB-ovog laboratorija je prikazana u tablici 5.20.



Slika 5.28: Nacionalni etalon tvrdoće Njemačke za metode HV3 do HV50  
 a) sustav za opterećivanje  
 b) sustav za očitavanje veličine otiska LIBRA 200

Tablica 5.20: Mjerne sposobnosti Nacionalnog laboratorija Njemačke za tvrdoću [12]

Mjerna veličina	Mjerno područje	Mjerna nesigurnost $U$ ( $k=2$ ; $P=95\%$ )
HV1	30 HV1 do 3000 HV1	$8 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0145 \cdot HV - 0,58$
HV3	30 HV3 do 3000 HV3	$5 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0087 \cdot HV - 0,24$
HV5	30 HV5 do 3000 HV5	$4 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0085 \cdot HV - 0,04$
HV10	30 HV10 do 3000 HV10	$4 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0081 \cdot HV - 0,13$
HV20	30 HV20 do 3000 HV20	$2 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0076 \cdot HV - 0,13$
HV30	30 HV30 do 3000 HV30	$1 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0080 \cdot HV - 0,22$
HV50	50 HV50 do 3000 HV50	$2 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0053 \cdot HV + 0,03$

Pri provedbi umjeravanja posebna pozornost posvećena je točnom definiranju parametara ispitivanja a to se odnosi na:

- brzinu spuštanja indentora u neopterećenom stanju, te
- brzinu prodiranja indentora u etalonsku pločicu.

Rezultati umjeravanja etalonskih pločica za metodu HV10 u PTB-ovom labaratoriju prikazani su u tablici 5.22.

### 5.6.2.3 Interkomparacijska mjerenja u laboratorijima FSB-a

Interkomparacijska mjerenja u LIMS-u su provedena tako da je utiskivanje otisaka na etalonskim pločicama provedeno na sustavu za opterećivanje 5030TKV a mjerene veličine otiska na dva različita sustava za očitanje:

- na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258;
- na opto-električnom sustavu CCD- LFSB.

U tablici 5.23 su prikazani rezultati interkomparacijskih mjerena provedenih sa sustavom za opterećivanje 5030TKV i sustavom za očitanje I/G-258 a u tablici 5.24 sa sustavom za opterećivanje 5030TKV i opto-električni sustavom CCD-LFSB.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.21: Rezultati interkomparacijskih mjerena za metodu HV10 u INDENTEC-u

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Etalonski tvrdomjer		Oznaka:	
Temperatura:	22 °C ± 1 °C			Rezolucija:	0,000 1 mm
Tlak:	1035 hPa			Mjerna nesigurnost:	± 1 %
<b>Rezultati mjerena - etalonska pločica IN40211G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,21062	0,21070	0,21066	417,88
2		0,21167	0,21169	0,21168	413,86
3		0,21226	0,21210	0,21218	411,91
4		0,21171	0,21165	0,21168	413,86
5		0,2109	0,21127	0,21109	416,20
Srednja vrijednost		0,211457			414,74
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	0,000591			2,32
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		2,073701		1	2,073701
$u_{xCRM-2}$		1,182318		1	1,182318
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,39 HV10
Proširena mjerna nesigurnost					4,77 HV10
<b>Rezultati mjerena- etalonska pločica IN60115G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,15151	0,15135	0,151430	808,70
2		0,15187	0,15139	0,151630	806,57
3		0,15142	0,15135	0,151385	809,18
4		0,15174	0,15152	0,151630	806,57
5		0,15131	0,15116	0,151235	810,79
Srednja vrijednost		0,151462			808,36
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	0,00017			1,81
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		4,041812		1	4,041812
$u_{xCRM-2}$		0,922658		1	0,922658
Kombinirana mjerna nesigurnost					4,15 HV10
Proširena mjerna nesigurnost					8,29 HV10

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.22: Rezultati interkomparacijskih mjerena za metodu HV10 u PTB-u

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Etalonski tvrdomjer			
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	PTB-HT-086		
Tlak:	1055 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm		
		Mjerna nesigurnost:	4·10 <sup>-6</sup> ·HV <sup>2</sup> + 0,0081·HV - 0,13		
		Brzina spuštanja indentora	1 mm/s		
		Trajanje opterećivanja	8 s		
<b>Rezultati mjerena - etalonska pločica IN40211G</b>					
Redni broj mjerena	Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm		
1	0,2128	0,2118	0,21230	411,45	
2	0,2117	0,2115	0,21160	414,17	
3	0,2125	0,2125	0,21250	410,67	
4	0,2129	0,2108	0,21185	413,20	
5	0,2115	0,2122	0,21185	413,20	
Srednja vrijednost			<b>0,21202</b>	<b>412,54</b>	
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$			0,000368	1,43
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		1,946142		1	1,946142
$u_{xCRM-2}$		0,730517		1	0,730517
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,08 HV10
Proširena mjerna nesigurnost					<b>4,16 HV10</b>
<b>Rezultati mjerena - etalonska pločica IN60115G</b>					
Redni broj mjerena	Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm		
1	0,1503	0,1527	0,1515	807,95	
2	0,1509	0,1515	0,1512	811,16	
3	0,1515	0,1511	0,1513	810,09	
4	0,1522	0,1506	0,1514	809,02	
5	0,1501	0,1522	0,1512	811,70	
Srednja vrijednost			0,15131	<b>809,99</b>	
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$			0,000143	1,53
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		4,527603		1	4,527603
$u_{xCRM-2}$		0,781311		1	0,781311
Kombinirana mjerna nesigurnost					4,59 HV10
Proširena mjerna nesigurnost					<b>9,19 HV10</b>

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.23: Rezultati interkomparacijskih mjerena za metodu HV10 na sustavima 5030TKV - I/G-258

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Sustav za očitanje veličine otiska		Sustav za opterećivanje	
Temperatura:	21 °C ±1 °C	Oznaka:	I/G-258	Oznaka:	5030TKV
Tlak:	1050 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s
		Mjerna nesigurnost:	1 % HV10	Trajanje opterećivanja:	8 s
<b>Rezultati mjerena - etalonska pločica IN40211G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,2103	0,2111	0,21070	417,89
2		0,2135	0,2124	0,21295	409,10
3		0,2141	0,2125	0,21330	407,76
4		0,2109	0,2112	0,21105	416,50
5		0,2103	0,2102	0,21025	419,68
Srednja vrijednost		<b>0,21165</b>		<b>414,19</b>	
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	0,001382		5,39	
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		2,070094		1	2,070094
$u_{xCRM-2}$		2,748299		1	2,748299
Kombinirana merna nesigurnost		3,44HV10			
Proširena merna nesigurnost		<b>6,88 HV10</b>			
<b>Rezultati mjerena- etalonska pločica IN60115G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,1525	0,1519	0,15220	800,86
2		0,1519	0,1508	0,15135	809,88
3		0,152	0,1527	0,15235	799,29
4		0,1531	0,1521	0,15260	796,67
5		0,1529	0,1515	0,15220	800,86
Srednja vrijednost		<b>0,15214</b>		<b>801,51</b>	
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$	0,000471		4,98	
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		4,005949		1	4,005949
$u_{xCRM-2}$		2,539476		1	2,539476
Kombinirana merna nesigurnost		4,74 HV10			
Proširena merna nesigurnost		<b>9,49 HV10</b>			

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

Tablica 5.24: Rezultati interkomparacijskih mjerena za metodu HV10 na sustavima 5030TKV – CCD-LFSB

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Sustav za očitanje veličine otiska		Sustav za opterećivanje	
Temperatura:	21 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	CCD	Oznaka:	5030TKV
Tlak:	1035 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s
		Mjerna nesigurnost:	0,4 µm	Trajanje opterećivanja:	8 s
<b>Rezultati mjerena - etalonska pločica IN40211G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,21136	0,21296	0,21216	412,15
2		0,20950	0,21185	0,21068	417,99
3		0,21105	0,21041	0,21073	417,77
4		0,20945	0,21168	0,21057	418,42
5		0,21073	0,21074	0,21074	417,75
Srednja vrijednost				0,210973	<b>416,82</b>
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$			0,000667	2,62
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		1,333686		1	1,333686
$u_{xCRM-2}$		1,335527		1	1,335527
Kombinirana merna nesigurnost					1,89 HV10
Proširena merna nesigurnost					<b>3,77 HV10</b>
<b>Rezultati mjerena- etalonska pločica IN60115G</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonalna			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1		0,15178	0,15113	0,15145	808,77
2		0,15241	0,15113	0,15177	805,42
3		0,15176	0,15144	0,15160	807,17
4		0,15145	0,15209	0,15177	805,44
5		0,15145	0,15113	0,15129	810,52
Srednja vrijednost				0,151577	<b>807,46</b>
Standardno odstupanje	$s_{xCRM-1}$			0,000207	2,20
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c_i$	$u_i (H)$
$u_{CM}$		2,803356		1	2,803356
$u_{xCRM-2}$		1,122912		1	1,122912
Kombinirana merna nesigurnost					3,02 HV10
Proširena merna nesigurnost					<b>6,04 HV10</b>

### 5.6.3 Dodatno ispitivanje površine etalonskih pločica za interkomparacijska mjerena

Tijekom interkomparacijskih mjerena na etalonskim pločicama uočena su veća odstupanja u odnosu na primarne etalonske pločice premda su ispitne površine bile podjednako pripremljene. Prema literaturnim i iskustvenim podacima ovo je uzrokovano prvenstveno nehomogenošću materijala etalonske pločice. No, ovdje svakako ne treba zanemariti i promjenu okolišnih uvjeta (temperatura, tlak, vlažnost, itd.) tijekom interkomparacijskih mjerena, što svakako utječe na rezultate mjerena. Laboratoriji su bili udaljeni preko 1000 km jedan od drugog što izaziva velike promjene okolišnih uvjeta pri transportu. Tijekom ispitivanja dolazi do kontaminacije površinskog sloja etalonske pločice nečistoćama, oksidima i slično. U kojoj mjeri ove pojave utječu na rezultate mjerena tvrdoće veliko je pitanje. Iz ovog razloga su provedena slijedeća ispitivanja:

- pregled površine scanning elektronskim mikroskopom i
- mikroanaliza kemijskih elemenata na ispitnoj površini i u samom otisku.

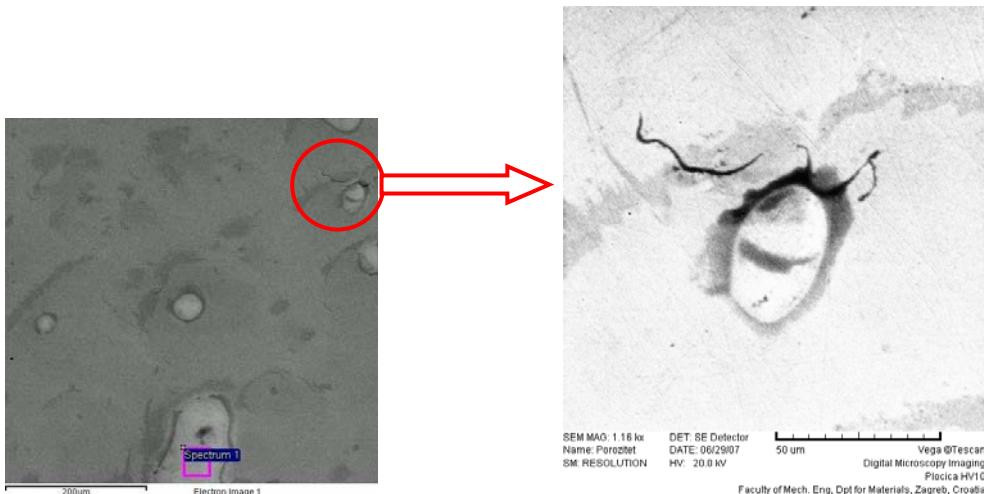
Ova ispitivanja su provedena na scanning elektronском mikroskopу (slika 5.29) koji se nalazi u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Uređaj spada u skupinu visoko kvalitetnih računalom upravljenih elektronskih mikroskopa konstruiranih za rad s varijabilnim vakuumom. Proizvođač uređaja je TESCAN, Češka, a tip: VEGA TSS136LS.



Slika 5.29: Scanning elektronski mikroskop TESCAN

Kemijske mikroanalyze su napravljene pomoću EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) detektora proivođača OXFORD INSTRUMENTS u području detekcije 20 keV.

Tijekom pregledavanja ispitne površine etalonske pločice IN60115G scanning elektronским mikroskopom uočene su nepravilnosti (oštećenja) kao što je prikazano na slici 5.30.

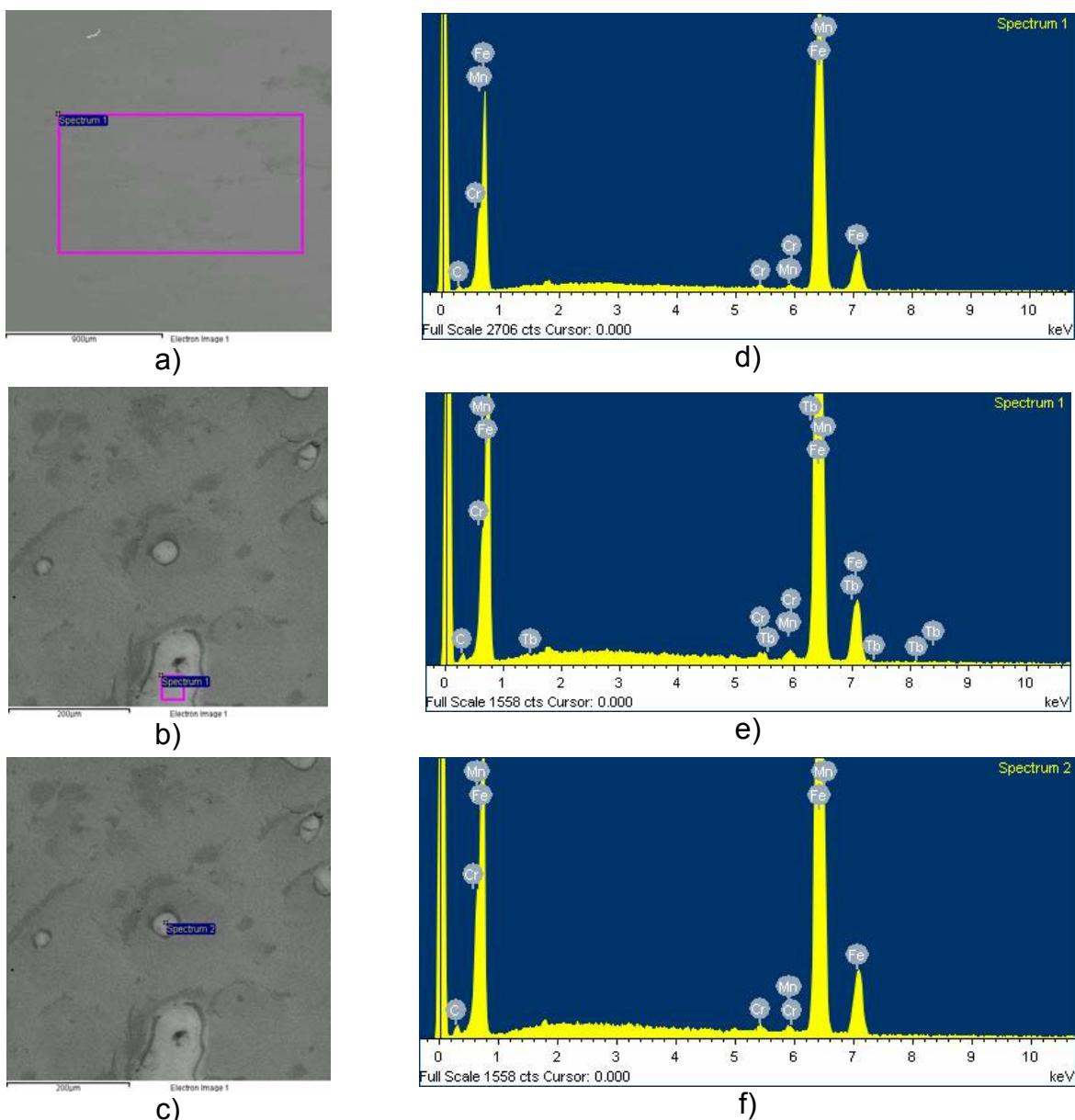


Slika 5.30: Pogreške na ispitnoj površini etalonske pločice

Slične nepravilnosti su uočene i na drugim etalonskim pločicama. Radi se o mikropukotinama koje su nastale tijekom izrade i obrade pločica. Ako prilikom utiskivanja indentor pogodi ovakvo mjesto svakako da će doći do pojave radikalnih sila na indentor što ga može oštetiti, a s druge strane ovo ima utjecaja i na vrijednost izmjerene tvrdoće. Tijekom ovih istraživanja bilo je pokušaja izvršiti mjerjenje tvrdoće na takvom pronađenom mjestu, no zbog slabije mogućnosti povećanja kod sustava za očitanje I/G-258 (koji se nalazi na etalonskom tvrdomjeru) u odnosu na scanning elektronski mikroskop to nije bilo moguće provesti.

Promatranjem površine scanning elektronskim mikroskopom uočavaju se područja po površini pločice koja su različita po izgledu (slika 5.31 b) i c). Ova područja nisu uočena na cijeloj pločici već samo na nekim dijelovima. Prva pretpostavka je bila da su to nečistoće kao posljedica rukovanja. No nakon ultrazvučnog čišćenja u kupelji nije došlo do nikakvih promjena. Stoga je provedena mikroanaliza kemijskih elemenata na jednom čistom mjestu i na dva mesta tzv. nehomogenosti. Usporedbom spektara kemijskih elementa prisutnih na mjestu s i bez nehomogenosti uočene su neke razlike iako nije jasno izraženo da se radi o uključinama ili nešto slično (slika 5.31 d, e i f), pa se može pretpostaviti da nije došlo do potpune homogenizacije materijala pri proizvodnji pločice. Ovo može znatno utjecati na ponovljivost rezultata mjerjenja tvrdoće.

## 5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

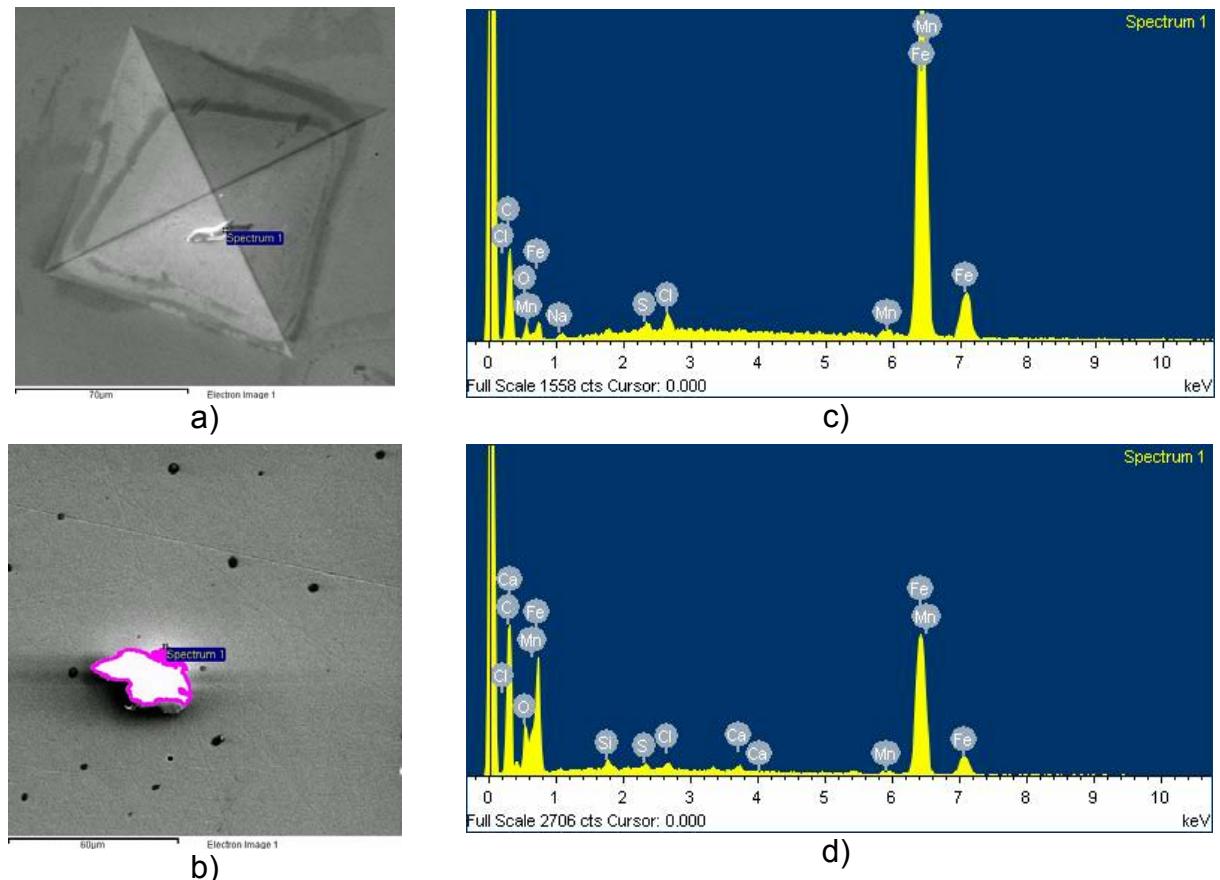


Slika 5.31: Nehomogenosti na površini etalonske pločice

- a) površina bez nehomogenosti
- b) nehomogenost br.1
- c) nehomogenost br.2
- d) spektar kemijskih elemenata prisutnih na mjestu bez nehomogenosti
- e) spektar kemijskih elemenata prisutnih u nehomogenosti br.1
- f) spektar kemijskih elemenata prisutnih u nehomogenosti br.2

Pored ovoga uočene su određene nečistoće kao što je vidljivo na slici 5.32. No pitanje je da li su te nečistoće nastale prije ili poslije postupka utiskivanja indentora, pogotovo one koje se nalaze u samom otisku. Osim toga, upitno je da li iste dolaze iz okoliša na etalonsku pločicu ili su možda nastale na indentoru (naljepci od predhodnog ispitivanja) te su uslijed sila trenja ostale unutar otiska. Ukoliko se radi o nečistoćama iz okolišnih uvjeta, s obzirom na primjenjene sile opterećivanja, ovo nema značajne

utjecaje na rezultate, što su i zaključci pojedinih istraživača u radovima i literaturi ([50], [55]). No kod mjerjenja mikrotvrdoća ovo bi svakako trebalo uzeti u obzir. Nečistoće koje su proizvod naljepljivanja materijala na stranice indentora mogu imati dalekosežne posljedice na rezultate mjerjenja. Analiza kemijskih elemenata tih nečistoća (slika 5.32 c) i d) upućuje na to da se radi o produktima koji su nastali reakcijama ispitne površine s okolišnom atmosferom. Nažalost ove pojave nije moguće izbjegći jer tijekom mjerjenja rukujemo etalonskim pločicama te ih nije moguće izolirati od okolišnih utjecaja pogotovo pri mjerjenjima u različitim prostorima.



Slika 5.32: Nečistoće na etalonskoj pločici

- a) nečistoća unutar otiska
- b) nečistoća na površini etalonske pločice
- c) spektar kemijskih elemenata prisutnih kod nečisoće unutar otiska
- d) spektar kemijskih elemenata prisutnih na površini etalonske pločice

S obzirom da je težište ove disertacije na analizi nesigurnosti mjerjenja etalonskog tvrdomjera, nije se dublje ulazio u problematiku etalonskih pločica jer to zahtijeva puno veći opseg istraživanja, a time se ulazi u područje referentnih materijala. Cilj ovih istraživanja je bio samo ukazati na nesigurnosti koje mogu proizaći iz materijala i izrade etalonskih pločica te moguća primjena scanning elektronske mikroskopije u istraživanjima takovih nesigurnosti.

## **6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA**

U eksperimentalnom dijelu ovog rada provedena su istraživanja u cilju utvrđivanja utjecajnih veličina na nesigurnost mjerena sustava za opterećivanje i sustava za očitanje veličine otiska kao zasebnih cjelina. Kvantificiranjem nesigurnosti svakog zasebnog sustava, te pojedinih utjecajnih veličina koje djeluju na njih, moguće je analizirati kako isti djeluju na ukupnu mjeru nesigurnost etalonskog tvrdomjera odnosno na nesigurnost na njemu izmjerene tvrdoće kao nove fizikalne veličine. Analizom rezultata ispitivanja sustava za opterećivanje i sustava za očitanje veličine otiska utvrđene su njihove mjerne sposobnosti za mjerne veličine sila i duljinea. Kroz analizu rezultata indirektne metode umjeravanja primarnim etalonskim pločicama određena je merna sposobnost etalonskog tvrdomjera kao jedne cjeline za fizikalnu veličinu tvrdoće. Primjenom određenih korekcija pojedinih veličina, koje su kvantificirane eksperimentalnim istraživanjima, te izmjenama i/ili dopunama modela za procjenu i proračun mernih nesigurnosti analizirani su pojedini utjecaji na proširenu mjeru nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Dobivenim rezultatima interkomparacijskih mjerena, te njihovom analizom, moći će se potvrditi ili negirati određeni zaključci proizašli iz predhodnih analiza ali isto tako dobiti i određene smjernice za buduća istraživanja.

### **6.1 Analiza sustava opterećivanja**

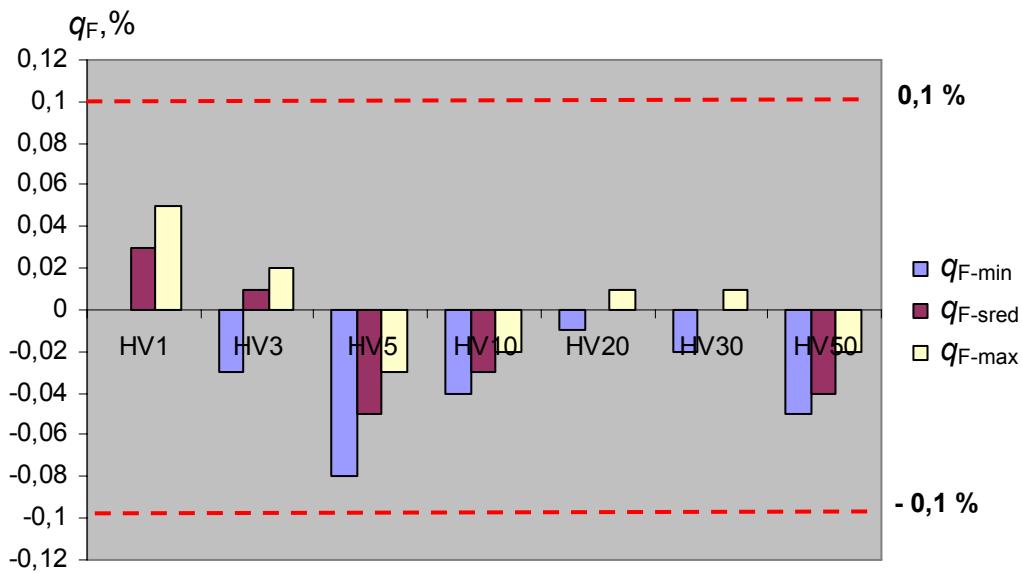
#### **6.1.1 Analiza sila opterećivanja**

Polazeći od opće definicije, tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog znatnije tvrđeg tijela, pa preko općeg izraza za mjerjenje tvrdoće po metodi

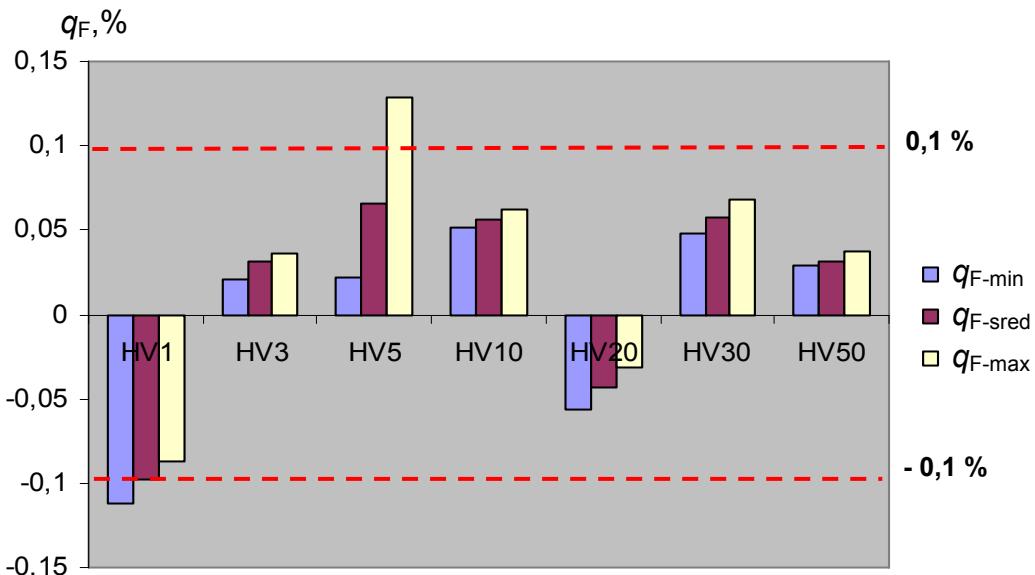
## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Vickers (izraz 2.6) može se pretpostaviti da sila opterećivanja može imati jako veliki utjecaj na rezultate mjerena tvrdoće te time i na vrijednost mjerne nesigurnosti istih.

Na temelju preliminarnih ispitivanja sila opterećivanja na sustavu 5030TKV, koja su provedena u INDENTEC-u (tablica 5.1) i LIMS-u (tablica 5.3), izvršena je analiza minimalnih, srednjih i maksimalnih vrijednosti sila te njihovih odstupanja od normom utvrđenih vrijednosti opterećenja. Na slikama 6.1 i 6.2 dan je dijagramski prikaz odstupanja sila opterećivanja ( $q_F$ ).



Slika 6.1: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u INDENTEC-u



Slika 6.2: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u LIMS-u

Analizom dijagrama odstupanja  $q_F$  na slici 6.1 stječe se dojam da su odstupanja od normirane vrijednosti opterećenja minimalna. No, nakon postavljanja ostale opreme i

preseljenja etalonskog tvrdomjera na lokaciju u LIMS-u došlo je do pogoršanja tih vrijednosti na pojedinim opterećenjima. Promatrajući samo srednju vrijednost odstupanja, nameće se zaključak da je odstupanje sila unutar granica koje propisuje norma DIN EN ISO 6507-3. No da li je dovoljno uzeti u obzir samo srednju vrijednost odstupanja, pogotovo kada se zna da nesigurnost sila opterećivanja poslije ne ulazi u proračun nesigurnosti mjerena tvrdoče?

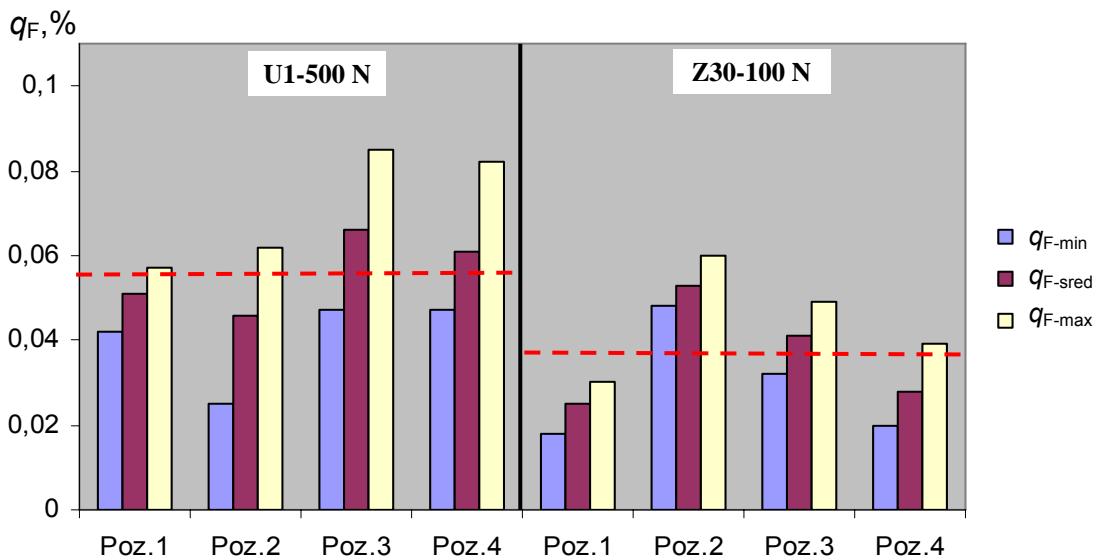
Kroz ova preliminarna ispitivanja sila opterećivanja uočeni su određeni nedostaci kod načina ispitivanja te kod procjene i proračuna mjernih nesigurnosti. U oba slučaja proširena nesigurnost mjerena sila opterećivanja je oko 0,12 % (tablice 5.1 i 5.3) što je praktično jednako proširenoj mjerenoj nesigurnosti prijenosnih etalona sile. Iako su bili klase 00, sukladno normi DIN EN ISO 376, njihova najbolja mjerna sposobnost je iznosila 0,12 % što proizlazi iz njihovog umjeravanja kroz niz od deset točaka u mjernom području od 10 % do 100 % nazivne sile. Umjeravanjem ovih prijenosnih etalona sile kao posredničkih etalona sile, na točno definiranim mjernim točkama koje odgovaraju zahtijevanim opterećenjima, postižu se sasvim drugačije vrijednosti njihovih proširenih mjernih nesigurnosti (prikazano u tablici 5.4). Drugi uočeni problem je model ispitivanja sila samo na jednom položaju ispitnog stola, što ne odgovara mogućim stvarnim pozicijama tijekom mjerena tvrdoče. Stoga su uvedena ispitivanja sila na četiri različite pozicije ispitnog stola uz primjenu dva različita posrednička etalona sile (opisano u poglavljju 5.3.3.1.1). Primjenom dva posrednička etalona različitih nazivnih sila i različite konstrukcije analizirana su odstupanja uslijed različitih načina ostvarivanja prijenosa sile s tvrdomjera na posrednički etalon sile te utjecaj mjerne sposobnosti istih na mjeru nesigurnost istraživanja sila. Ovakav model ispitivanja proveden je za sile opterećivanja kod metoda HV10 i HV50.

Na temelju rezultata iz tablica 5.5 i 5.6 s obzirom na primjenjeni posrednički etalon sile za opterećenje HV10 ustanovljene su slijedeće srednje vrijednosti sile opterećivanja:

- $F_{HV10} = 98,107 \text{ N}$  primjenom etalona Z30 i
- $F_{HV10} = 98,125 \text{ N}$  primjenom etalona U1.

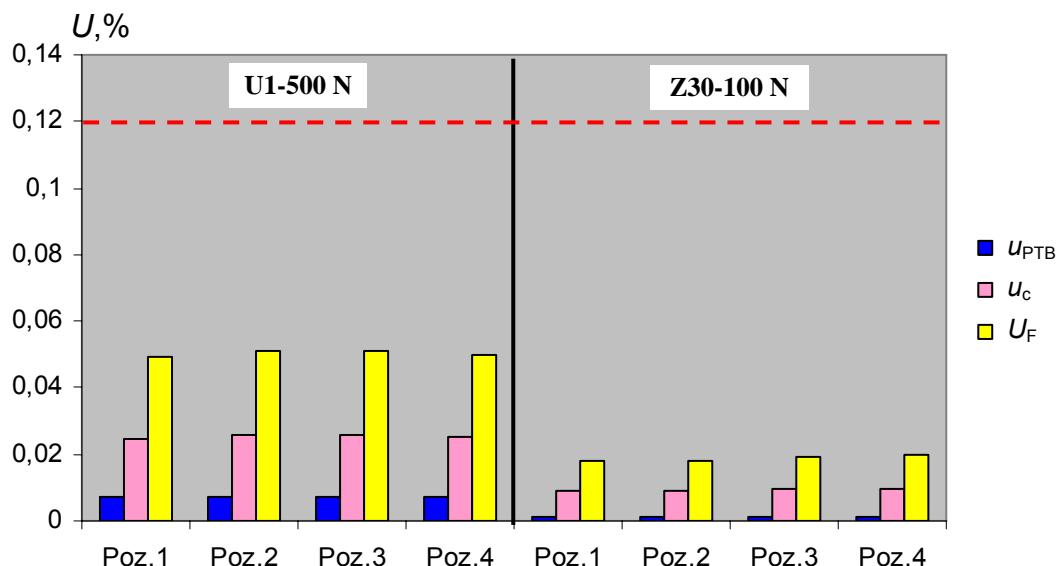
Obje vrijednosti su unutar  $\pm 0,1\%$  odstupanja od normirane (98,07 N) i u slučaju kada se odstupanju pribroji i vrijednost proširene mjerne nesigurnosti. Da bi se mogli donijeti konkretniji zaključci potrebno je provesti analizu odstupanja sila te analizu mjernih nesigurnosti ispitivanja sila. Analiza odstupanja je prikazana dijagramski na slici 6.3 a analiza mjernih nesigurnosti na slici 6.4. U prvom dijelu dijagrama prikazana su odstupanja sila dobivena umjeravanjem posredničkim etalonom U1 nazivne sile 500 N a u drugom dijelu umjeravanjem posredničkim etalonom Z30 nazivne sile 100 N. To znači da su mjerena sila provedena na mjerenoj točci 20 % nazivne sile za etalon U1 i 100 % nazivne sile kod etalona Z30. Iz dijagramskog prikaza jasno je da kod primjene etalona U1 dolazi do većeg rasipanja vrijednosti sila ali i povećanja odstupanja pri povećanju udaljenosti između indentora i ispitnog stola ili pri rotaciji etalona kod svakog mjerjenja.

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA



Slika 6.3: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV10 primjenom novog modela provjere sila

Ako se uzme srednja vrijednost  $\bar{q}_F$  za sve četiri pozicije, što je prikazano na dijagramima isprekidanim crvenom linijom, uočljivo je da je ona nešto viša primjenom posredničkog etalona U1. Razlog tomu moguće je objasniti raspodjelom mjernih nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja prikazanih na slici 6.4. Uspoređujući vrijednosti nesigurnosti  $u_{PTB}$ , što predstavlja nesigurnost umjeravanja u primarnim etalonima sile u PTB-u, jasno je da etalon nazivne sile 100 N ima bolju mjernu sposobnost što izravno utječe na odstupanje i nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja HV10. Isti trend je i kod standardne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja ( $u_c$ ).

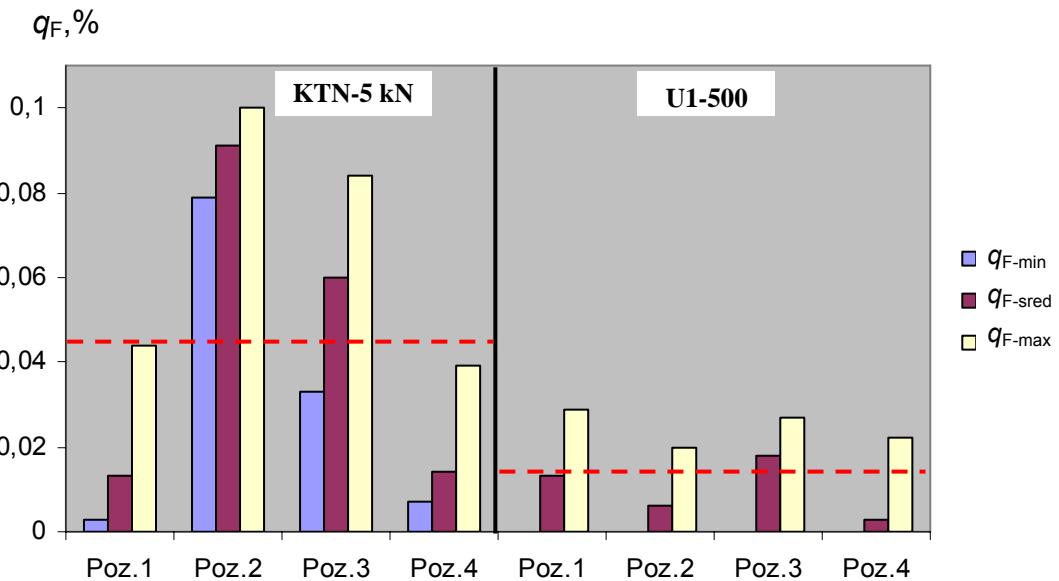


Slika 6.4: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV10 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja

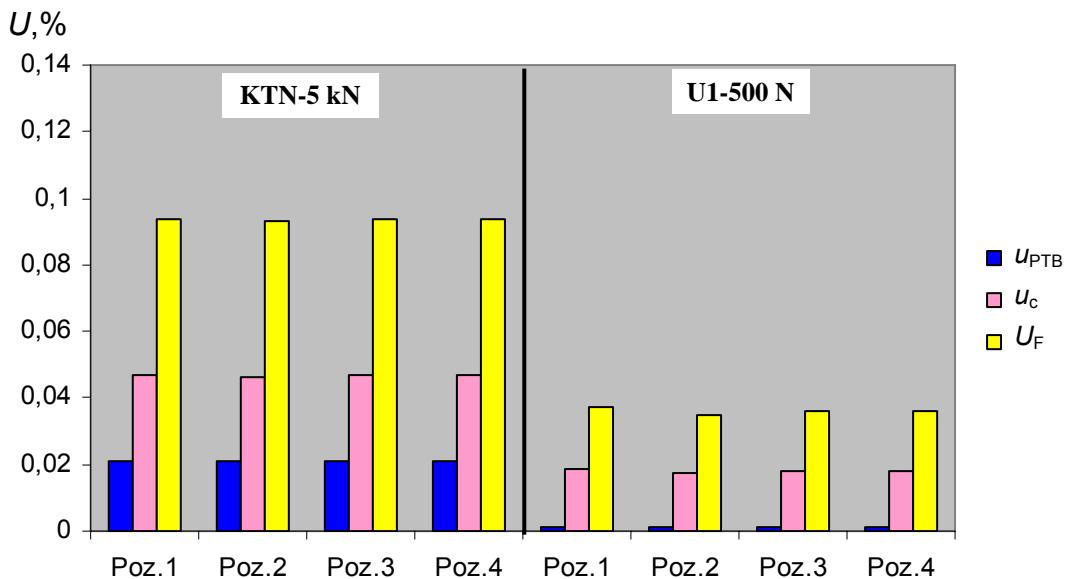
S obzirom na mjernu nesigurnost iz preliminarnih umjeravanja u INDENTEC-u a i u LIMS-u, koja je iznosila 0,12 %, uvođenjem etalona sile umjerenih kao posredničkih

etalona s točno ciljanim silama, proširena mjerna nesigurnost je pala na  $\approx 0,05\%$  za etalon U1 te na  $\approx 0,02\%$  za Z30.

Ovaj model ispitivanja sila proveden je i za metodu HV50 a na slikama 6.5 i 6.6 su dijagramske prikazane odstupanja i mjerne nesigurnosti. Kod ovog opterećenja je uveden posrednički etalon KTN a mjerjenje je provedeno na 10 % njegove nazivne sile što je još nepovoljnije nego kod metode HV10 s etalonom U1-500 N. U ovom slučaju etalon U1 je primjenjen na 100 % nazivne sile. Iz dijagrama se može zaključiti da je ponašanje slično kao i kod metode HV10.



Slika 6.5: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV50 primjenom novog modela provjere sila



Slika 6.6: Udjeli pojedinih mernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV50 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

---

Razmatranjem raspodjele nesigurnosti umjeravanja kod preliminarnih ispitivanja i novog modela opisanog u poglavlju 5.3.3.1.1 zamijećen je pad tih vrijednosti kod primjene novog modela procjene i proračuna. Ovdje treba naglasiti da je primjenom novog modela bolje izvršena procjena nesigurnosti za izmjerene vrijednosti sila, što će još veću važnost dobiti kod utvrđivanja stvarne vrijednosti sile za proračun vrijednosti tvrdoće.

Nakon ove analize može se zaključiti da su izmjerene vrijednosti sila na sustavu opterećivanja 5030TKV za metode HV10 i HV50 unutar zahtijevanih granica uključujući i mjernu nesigurnost umjeravanja. No pri ovoj analizi zapaženi su određeni utjecajni faktori na postupak umjeravanja sila opterećivanja. Jedan od jako bitnih utjecaja je mjerna sposobnost etalona sile kojim se provodi umjeravanje. Ovdje se postavlja pitanje da li prijenosni etaloni klase 00 sukladno normi EN ISO 376 mogu zadovoljiti zahtijeve za postizavanje odstupanja sile od  $\pm 0,1\%$ . Iz usporedbe preliminarnih modela i novog modela ispitivanja sila jasno je da to mogu zadovoljiti jedino posrednički etaloni sile s mjernom sposobnošću  $\leq 0,05\%$ . Osim ovog utjecaja pojavljuje se i problem konstrukcijskog rješenja sustava opterećivanja, gdje treba procijeniti koji su sve to utjecaji te kako izvršiti njihovu kvantifikaciju. Primjenom novog modela izvršena je bolja analiza sila opterećivanja. Osim ovoga, primjenom starog (normom opisanog) modela procjene i proračuna mjernih nesigurnosti nisu obrađeni svi izvori nesigurnosti, što je kod novog modela uzeto u obzir. Isto tako, iz analize je jasno vidljivo da se djelovanjem na neke izvore postiže snižavanje mjernih nesigurnosti sila opterećivanja. Iz svega ovog proizlazi da primjena ovog novog modela mjerjenja sila opterećivanja i procjene proračuna mjerjenih nesigurnosti omogućava utvrđivanje stvarnih vrijednosti sila opterećivanja.

Isti ovaj model istraživanja sila opterećivanja primjenjen je i za ostala opterećenja etalonskog tvrdomjera. Zbog nedostatka posredničkih etalona različitih nazivnih sila, za ostala opterećenja provedeno je umjeravanja samo s jednim etalonom. U tablici 6.1 su prikazane vrijednosti sila, odstupanja, ponovljivosti i proširenih mjernih nesigurnosti za sva opterećenja etalonskog tvrdomjera, dok su kompletni rezultati i njihova obrada prikazani u prilogu P-1.

Tablica 6.1: Rezultati umjeravanja ostalih opterećenja primjenom novih modela ispitivanja i procjene mjerne nesigurnosti

HV	Nazivno opterećenje $F$ , N	Srednja vrijednost $X_{sr}$ , mV/V	Srednja vrijednost $F_{sr}$ , N	Odstupanje $q_{sr-max}$ , %	Ponovljivost $b_{max}$ , %	Odstupanje $q_{Fn}$ , %	Proširena merna nesigurnost $U_{F-max}$ , %
HV1	9,807	0,19641	9,817	0,143	0,015	0,102	0,061
HV3	29,42	0,58884	29,431	0,049	0,027	0,038	0,049
HV5	49,03	0,98137	49,049	0,070	0,092	0,039	0,067
HV20	196,1	0,80045	196,198	0,089	0,056	0,050	0,052
HV30	294,2	1,20119	294,410	0,098	0,065	0,071	0,053
HV50	490,3	2,00053	490,350	0,029	0,051	0,010	0,037

Treba napomenuti da su za vrijednosti sila za pojedino opterećenje dane srednje vrijednosti ( $F_{sr}$ ) za sve četiri pozicije mjerjenja, a proširena merna nesigurnost kao

najveća vrijednost od sve četiri pozicije mjerena. Odstupanje  $q_{sr\text{-max}}$  je odstupanje srednje vrijednosti izmjereneh sila za jedan položaj a  $q_{Fn}$  je odstupanje srednje vrijednosti sila za sva četiri položaja. Ova dva odstupanja se praktično preklapaju najvećim svojim dijelom. Za sva opterećenja odstupanja su znatno ispod granične vrijednosti (0,1 %) osim za HV1. Ovu vrijednost treba uzeti s rezervom jer je na toj sili (9,807 N) primjenjen posrednički etalon u mjernom području od 10% nazivne sile što svakako izaziva pogrešku a koja je dokazana kroz analizu sila kod opterećenja za metode HV10 i HV50. No, zbog nemogućnosti primjene drugog posredničkog etalona mjerena sila opterećivanja metode HV1 su morala biti tako provedena.

Prema literaturnim podacima trenutno najbolja dostignuta proširena mjerna nesigurnost sustava sile, koji opterećenje ostvaruju utezima preko polužnog mehanizma, iznosi oko 0,01 %. S obzirom da je isti mehanizam opterećivanja primjenjen i kod referentnog etalona tvrdoče 5030TKV, dobivene vrijednosti nesigurnosti (koje su približno  $\leq 0,07 \%$ ) ukazuju da su gravimetrijska mjerena korektno provedena te da su na temelju njih proračunate odgovarajuće mase utega.

Razmatrajući dobivene rezultate odstupanja sile opterećenja (tablica 6.1) i niske vrijednosti procijenjenih i proračunatih nesigurnosti provedena je korekcija sila opterećivanja. Na primjer kod opterećenja HV10, gdje su mjerena s oba posrednička etalona sile pokazala da je sila nešto veća od vrijednosti 98,07 N, izvršena je korekcija sile te je stvarnom vrijednošću proglašena vrijednost  $F_{HV10} = 98,107 \text{ N}$ . Razmatrajući izraze 3.5 i 3.6 vidljivo je da se dvije komponente ovih izraza mogu zamijeniti točnjim vrijednostima a to su:

- sila  $F_{HV10} = 98,107 \text{ N}$  i
- ubrzanje sile teže  $g = 9,80663337 \text{ ms}^{-2}$ .

Slijedom toga dobiva se modificirani izraz za tvrdoču:

$$HV = \frac{1}{g_n} \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = \frac{1}{9,80663337} \frac{2 \times F \times \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,189093 \frac{F}{d^2} \quad (6.1)$$

odnosno za HV10 slijedi izraz:

$$HV = \frac{k_F}{d^2} \quad (6.2)$$

gdje je  $k_F = 18,5514$ .

Ovaj izraz se koristi pri izračunu vrijednosti tvrdoče HV10 te na temelju toga procijenjuje koliki je utjecaj sila opterećivanja na rezultate mjerena tvrdoče, a time i koje su opravdane granice u poboljšavanju sustava za opterećivanje pri razdvajanju istog od sustava za očitavanje veličine otiska. Za ostala opterećenja primjenjen je isti model, te su u tablici 6.2 prikazane vrijednosti faktora  $k_F$  za standardni i modificirani izračun vrijednosti tvrdoče. Pri provedbi indirektne metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera primjenjeni su i standarni i modificirani izrazi za izračun vrijednosti tvrdoče.

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Tablica 6.2: Usporedba utjecaja sila opterećivanja na izračun vrijednosti tvrdoće

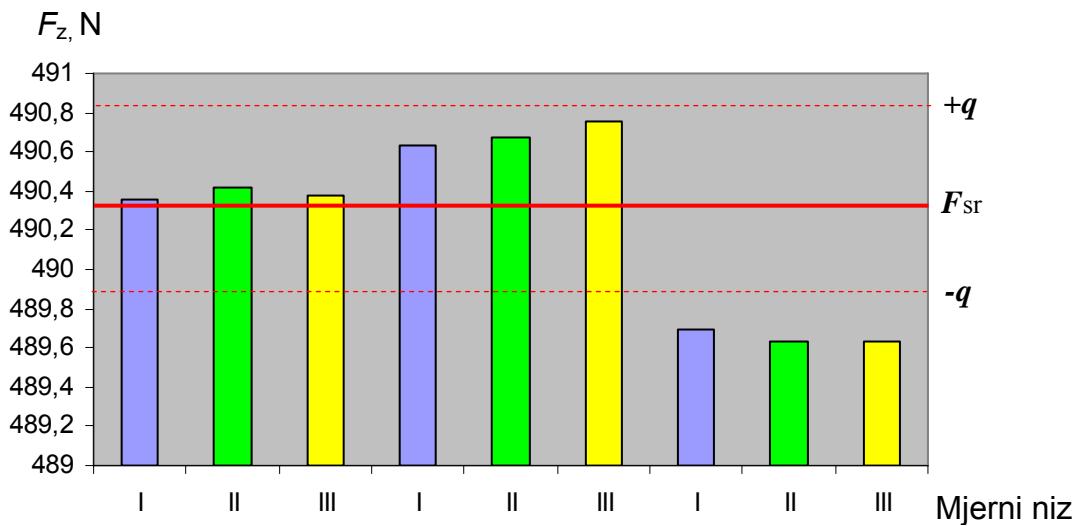
HV	Standardno nazivno opterećenje $F$ , N	Modificirana vrijednost opterećenja $F_{mod}$ , N	Standardni faktor $k_F$ -stan	Modificirani faktor $k_F$ -mod	Razlika faktora %
HV1	9,807	9,817	1,8545	1,8563	0,098
HV3	29,42	29,431	5,5633	5,5652	0,034
HV5	49,03	49,049	9,2716	9,2748	0,035
HV10	98,07	98,107	18,5450	18,5514	0,034
HV20	196,1	196,198	37,0825	37,0997	0,046
HV30	294,2	294,410	55,6332	55,6710	0,068
HV50	490,3	490,350	92,7157	92,7219	0,007

S obzirom na razvoj prijenosnih etalona sile u zadnjih par godina, omogućeno je istovremeno mjerjenje aksijalnih i radikalnih sila. Jedno takvo istraživanje je provedeno i u ovom radu. Kako se radi o tehnici koja nije još u potpunosti mjeriteljski potvrđena kroz umjeravanja na etalonskim mjerilima sile, ova ispitivanja su prvenstveno usmjerena u pogledu mogućnosti budućih istraživanja. Ispitivanja sila opterećivanja u radikalnom smjeru na indentor pokazala su određene manjkavosti sustava opterećivanja što utječe na ukupnu mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera. U tablici 6.3 su prikazane vrijednosti aksijalnih i radikalnih sila te njihova ponovljivost pri provedenim mjeranjima opisanim u poglavljju 5.3.1.2.5.

Tablica 6.3: Vrijednosti sila te njihova ponovljivost po z, x i y osi

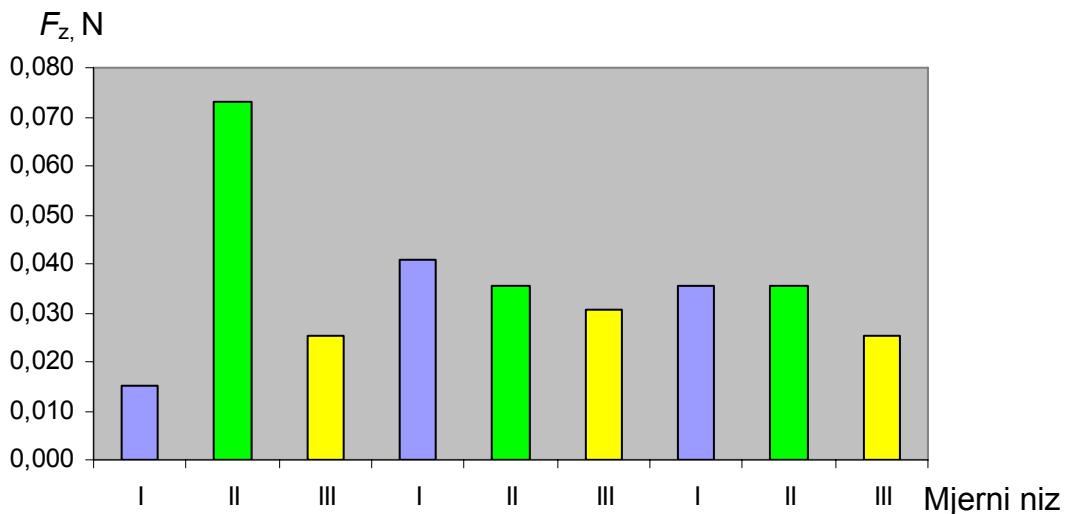
Etalonska pločica	Serija	$F_{z-sred}$ N	$F_{x-sred}$ N	$F_{y-sred}$ N	$b_z$ %	$b_x$ %	$b_y$ %
IN40219G	I	490,3543	23,624	-3,712	0,015	1,274	8,108
	II	490,4206	22,775	-3,403	0,073	5,374	13,958
	III	490,3743	22,910	-3,303	0,025	0,873	8,326
IN6087G	I	490,6340	1,514	-2,353	0,041	11,559	29,702
	II	490,6690	1,799	-2,024	0,036	15,286	34,539
	III	490,7589	0,994	-2,179	0,031	12,072	21,755
WERKO-V252724	I	489,6900	2,883	8,334	0,036	18,210	8,087
	II	489,6350	2,758	8,060	0,036	28,938	7,134
	III	489,6350	2,948	8,460	0,026	19,505	6,194

Analiza vrijednosti aksijalnih sila (slika 6.7), gdje su crvenim linijama prikazane dozvoljena odstupanja od stvarne vrijednosti, pokazuje da su kod etalonskih pločica IN40219G i IN6087G te vrijednosti korektne. No kod hrapavije etalonske pločice WERKO-V252724 došlo je do pada vrijednosti aksijalne sile.



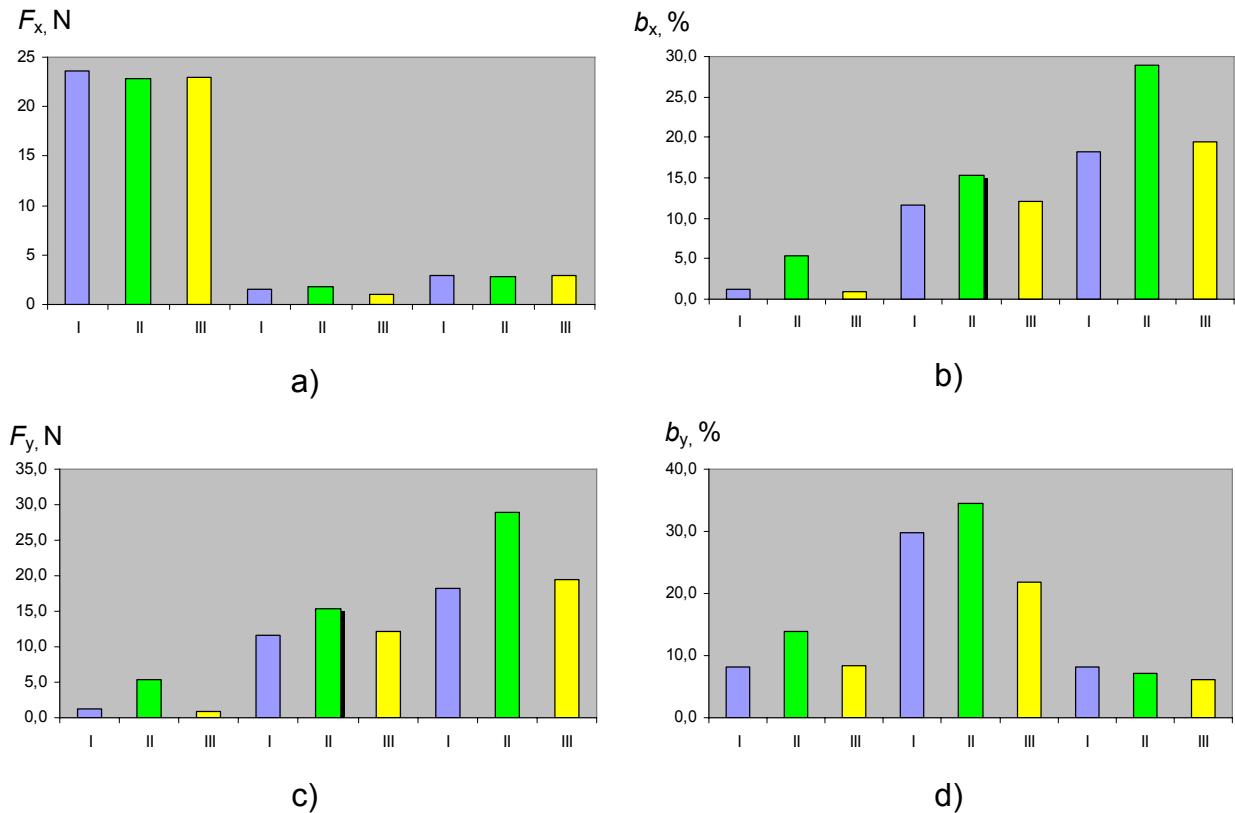
Slika 6.7: Dijagramski prikaz rasipanja srednjih vrijednosti aksijalnih sila sustava 5030TKV

Također, uočljiva je nešto slabija ponovljivost u seriji II kada je pločica svaki put odvajana od ispitnog stola (slika 6.8). U prilog ovomu ide i činjenica, koja je još u eksperimentalnom dijelu opisana, da tek nakon trećeg mjerjenja sile ista poprima konstantniju vrijednost. Ovaj problem je više izražen kod nižih opterećenja a nastaje praktično zbog stvaranja zračnog jastuka između etalonske pločice i površine ispitnog stola.



Slika 6.8: Ponovljivost mjerjenja aksijalnih sila sustava 5030TKV

Razmatrajući radijalne komponente sile te njihov udio, mogu se donijeti određeni zaključci. Ovdje treba naglasiti da je etalon sile (dinamometar nazivne sile 5 kN) bio primjenjen u mjernom području od 10 % nazivne sile, što svakako nije najbolje rješenje ali pošto nije bilo drugog izbora treba ga kao takvog prihvati. Isto tako, zbog nemogućnosti umjeravanja radijalnih sile kod ovog dinamometra, rezultati ispitivanja su više kvalitativnog karaktera. Na slici 6.9 su prikazane vrijednosti i ponovljivosti radijalnih sile za pojedine etalonske pločice.



Slika 6.9: Dijagramski prikaz srednjih vrijednosti i ponovljivosti radikalnih sila sustava 5030TKV

- a) vrijednosti sila u smjeru osi x
- b) ponovljivost sila u smjeru osi x
- c) vrijednosti sila u smjeru osi y
- d) ponovljivost sila u smjeru osi y

Kako u literaturi nisu pronađeni radovi s ovakvim istraživanjima, što je i razumljivo obzirom da je tek u posljednjih par godina došlo do razvoja višekomponentnih dinamometara, teško je dati usporedbu i konačnu prosudbu o ovim rezultatima. Kod etalonske pločice IN40219G, pri provedbi interkomparacijskih mjerjenja, zamijećeno je povećano širenje deformacije u jednom smjeru u odnosu na drugi. To bi se moglo dovesti u vezu s povećanom radikalnom silom  $F_x$  (slika 6.9 a). Kod pločice WERKO-V252724 je vidljivo znatno povećanje radikalne sile  $F_y$  (slika 6.9 c) ali i znatno povećanje vrijednosti ponovljivosti kod radikalne sile  $F_x$  (slika 6.9 b). Ako se tome doda i pad vrijednosti aksijalne sile može se konstatirati da hrapavost površine utječe na vrijednosti sila opterećivanja koja se preko indentora prenosi na ispitni uzorak. Može se postaviti pitanje što je uzrok tomu jer polužni sustav i utezi daju konstantnu silu opterećivanja. Problem je kontaktna površina između etalonske pločice i podloge ispitnog stola. Kod ovih istraživanja uočen je problem postavljanja dinamometra (slika 5.12). Kvalitetnije bi se mogla provesti mjerena ugradnjom dinamometra u samu konstrukciju sustava opterećivanja.

Primjena višekomponentnih dinamometara u istraživanju sila opterećivanja etalonskih tvrdomjera ukazuje na određene probleme kod sustava opterećivanja te omogućuje istraživanje pojedinih utjecaja i njihovu procjenu. Ovakva istraživanja

tema su budućih znanstvenih prosudbi o utjecajnim veličinama na sustav opterećivanja etalonskih tvrdomjera.

Model ispitivanja sila opterećivanja u više pozicija ispitnog stola i primjena višekomponentnih dinamometara pri mjerjenjima je svakako prihvatljivije jer može obuhvatiti većinu utjecajnih faktora na sile opterećivanja uslijed konstrukcije sustava za opterećivanje. Isto tako primjena novog modela za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti sila opterećivanja, koji je opisan u poglavlju 5.3.1.2.1, potpunije obuhvaća nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja nego prethodni opisan u poglavlju 4.3.2.1. Osnovna zamjerkna na stari model je što u procjeni uzima u obzir samo nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile te nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja. Nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona proizašla je iz njegovog umjeravanja i dodatnih utjecaja pri umjeravanju sila opterećivanja. Pored toga stari model zahtjeva prijenosni etalon klase 00 čija proširena mjerna nesigurnost iznosi  $\leq 0,12\%$ . Iz prethodne analize je vidljivo da prijenosni etaloni s ovom mjernom sposobnošću ne mogu potpuno definirati nesigurnost sila opterećivanja kod referentih ili primarnih etalona tvrdoće. Procjena nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja koja se temelji samo na relativnom standardnom odstupanju nije dostatna, te se stoga mora uzeti u obzir ponovljivost i dodatne utjecajne veličine. Primjena posredničkih etalona s proširenom mjernom nesigurnošću  $\leq 0,05\%$ , dodavanjem komponente odstupanja od aksijalnosti te novim modelom za procjenu i proračun nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja, moguće je utvrditi stvarni iznos sile opterećivanja. Ta vrijednost se može upotrijebiti u izrazu za izračun vrijednosti tvrdoće.

### 6.1.2 Analiza ostalih komponenti sustava opterećivnja

Od ostalih dijelova sustava opterećivanja bitne komponente koje utječu na mjernu nesigurnost mjerjenja tvrdoće su:

- indentor;
- brzina opterećivanja;
- ispitni stol.

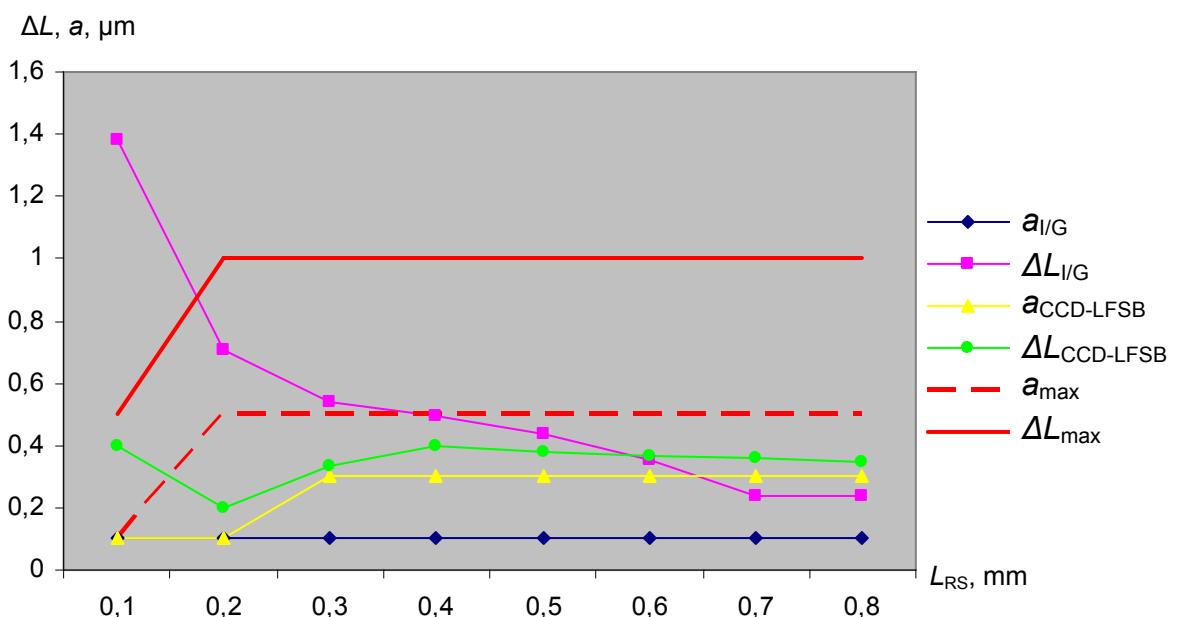
S obzirom na dostupnost opreme za provedbu ovih istraživanja nije bilo moguće provesti sva predviđena ispitivanja. Prema rezultatima ispitivanja indentora, prikazanim u tablici 5.7, zaključak je da on ispunjava sve zahtijevane uvjete propisane normom DIN EN ISO 6507-3. Isto tako na temelju ispitivanja odstupanja od ravnoće stranice indentora (slika 5.9) može se zaključiti da i nakon provedenih mjerjenja nije došlo do većih promjena na indentoru koje bi izazvale ispadanje pojedinih parametara indentora izvan dopuštenih vrijednosti. Prema ispitivanjima koja su opisana u poglavlju 5.3.1.2.4 i dobivenim rezultatima, ispitni stol također ispunjava sve potrebne zahtjeve kako kontakt između njega i naliježne površine etalonske pločice ne bi utjecao na rezultate mjerjenja. Iz literturnih podataka je poznato da brzina opterećivanja utječe na nesigurnost mjerjenja tvrdoće. Kako nije bilo moguće provesti istraživanja tih brzina s nesigurnošću nižom od  $\pm 1$  s prihvaćena je samo provjera tih rezultata s tom nesigurnošću. Prema poglavlju 5.3.1.2.3. te su vrijednosti u okvirima dozvoljenih granica. Treba napomenuti da su te brzine bile konstantne kod svih dalnjih ispitivanja.

## 6.2 Analiza sustava za očitavanje veličine otiska

U eksperimentalnim istraživanjima su korištena dva mjerna sustava za očitanje veličine otiska:

- optički mjerni mikroskop I/G-258 (sastavni dio sustava opterećivanja) i
- opto-električni sustav CCD-LFSB.

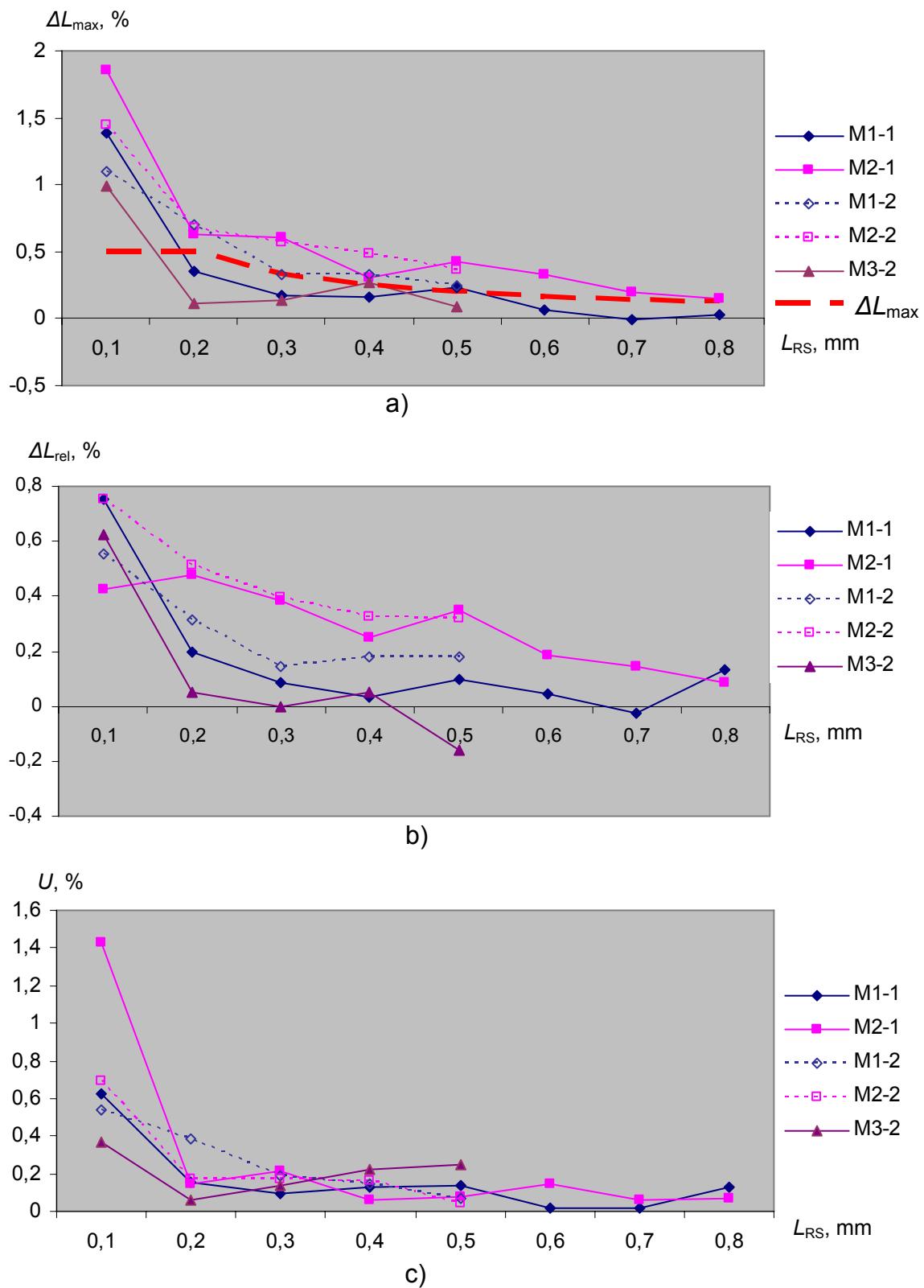
Provedena su umjeravanja oba sustava zasebno i to kao mjerila duljine. Na slici 6.10 su dijagramske prikazane vrijednosti rezolucije te maksimalnog odstupanja s uračunatom proširenom mjernom nesigurnošću za oba sustava u mjernom području od 0,1 mm do 1 mm. Promatraljući samo rezoluciju, oba sustava zadovoljavaju minimalnu propisanu granicu sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Maksimalno odstupanje pokazivanja s uračunatom proširenom nesigurnošću ova dva sustava se značajno razlikuju. Za opto-električni sustav CCD-LFSB ta vrijednost je maksimalno 0,2 % od  $L$  što je znatno ispod minimalno dozvoljene granice (tablica 2.7). Pri tome je potrebno napomenuti da su u proširenu nesigurnost ovog sustava uračunate nesigurnosti fokusiranja sustava i procjena duljine otiska što je opisano u poglavlju 5.4.2.



Slika 6.10: Rezolucije i maksimalno odstupanje sustava za očitavanje veličine otiska

Optički mjerni mikroskop I/G-258 pokazuje određenu nestabilnost pokazivanja. U mjernom području do 0,2 mm maksimalno dozvoljeno odstupanje je izvan dozvoljenih granica, dok u mjernom području od 0,2 mm do 0,8 mm je unutar granica. Analiziranjem postupka umjeravanja ovog sustava uviđaju se veliki utjecaji mjeritelja koji provodi umjeravanje. Na temelju provedenih umjeravanja sustava I/G-258, prikazanih u tablicama 5.10, 5.11 i 5.12, provedena je analiza njegovih maksimalnih odstupanja i mjernih nesigurnosti. Na slici 6.11 su prikazani relativni iznosi maksimalnog odstupanja mjerena, odstupanja mjerena te proširene mjerne nesigurnosti za slučaj umjeravanja mjeritelja MI i MII u mjernom području od 0,1 mm do 0,8 mm i umjeravanja mjeritelja MI, MII i MIII u mjernom području od 0,1 mm do 0,5 mm (sredina vidnog polja okulara).

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA



Slika 6.11: Razlike uslijed subjektivnosti mjeritelja na mjernom sustavu I/G-258  
 a) relativno maksimalno odstupanje (uključujući mjernu nesigurnost)  
 b) relativno odstupanje  
 c) proširena mjerna nesigurnost

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Velika rasipanja vrijednosti ovih veličina uočavaju se u mjernom području do 0,2 mm dok dalje svi mjeritelji imaju približno podjednaka odstupanja. Razlog velikog rasipanja rezultata u mjernom području do 0,2 mm leži u rezoluciji optičkog mjernog mikroskopa te subjektivnosti procjene ruba otiska kod mjeritelja. Kod mjeritelja M2 se uočava sustavni pomak u odnosu na mjeritelje M1 i M3. Uzimajući maksimalno dozvoljeno odstupanje kao mjeru prihvaćanja ili odbacivanja sustava za očitanje, jasno je da postoji ovisnost o mjeritelju, što znači da ovaj sustav ne bi zadovoljio zahtijevana odstupanja u cijelom mjernom području ako na njemu radi mjeritelj M2. Vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti su po cijelom mjernom području ujednačene osim u mjernom području do 0,2 mm.

Analizirajući slike 6.10 i 6.11 nameće se pitanje da li je trenutno vrijedeća procjena i proračun mjerne nesigurnosti etalonskih tvrdomjera (sukladno normama, uputama i vodičima) opisana u poglavlju 4.3.2 adekvatna pogotovo kod sustava tipa optički mjeri mikroskopi. Iz svega ovog proizlazi da je nephodno uključiti i nesigurnost mjeritelja pogotovo kod sustava očitanja gdje se provodi procjena izmjerene duljine otiska. U nastavku ovog rada će se procjeniti koliki je ovaj utjecaj na same vrijednosti izmjerenih tvrdoča.

### 6.3 Analiza indirektne metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera

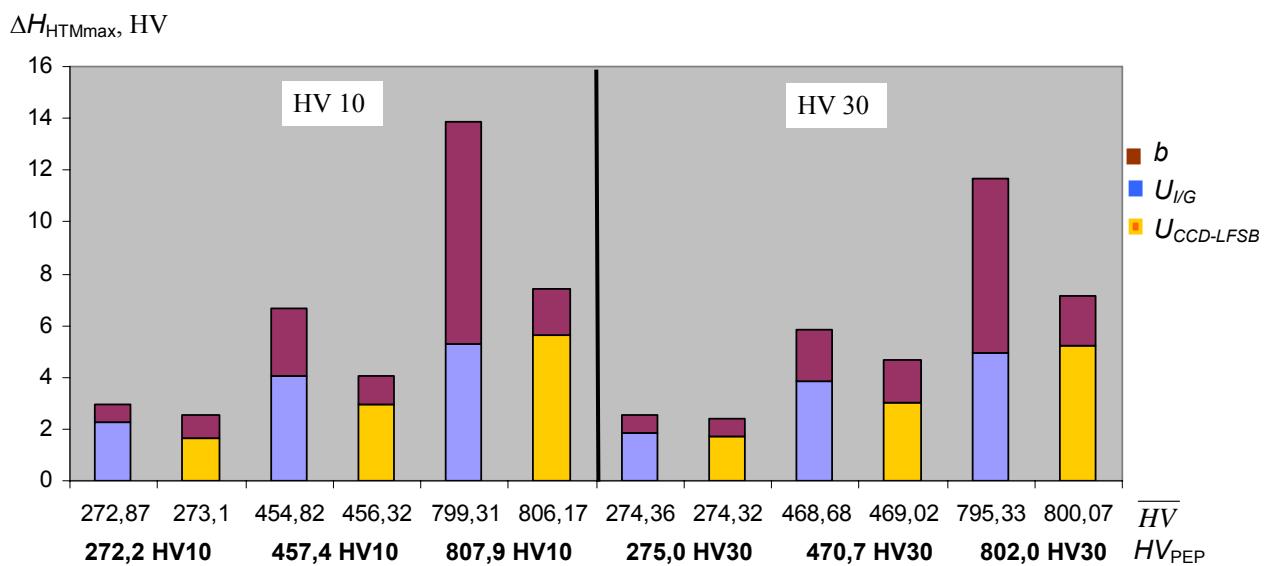
Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera 5030TKV je provedena u skladu s normom EN ISO 6507-2 samo za opterećenja HV10 i HV30. Postupak provedbe indirektnog umjeravanja prikazan je u poglavlju 5.5 dok su rezultati mjerjenja te kompletan proces izračuna vrijednosti tvrdoča i mjerne nesigurnosti prikazani u tablicama 5.13, 5.14, 5.15 i tablicama u prilogu P-3. U tablici 6.4 su prikazane srednje vrijednosti izmjerenih tvrdoča, proširena merna nesigurnost, odstupanje i maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera.

Tablica 6.4: Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30

	Primarna etalonska pločica		Pokazivanje etalonskog tvrdomjera				
	Oznaka	Tvrdoča primarne etalonske pločice $HV_{PEP}$	Mjerni sustav	Izmjerena vrijednost tvrdoče $\overline{HV}$ HV	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$ HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $b$ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$ HV
HV10	IN28256G	272,2 HV10	I/G	272,87	2,29	0,67	<b>2,96</b>
			CCD	273,10	1,66	0,90	<b>2,56</b>
	IN45199G	457,4 HV10	I/G	454,82	4,08	2,58	<b>6,67</b>
			CCD	456,32	2,97	1,08	<b>4,05</b>
	IN60150G	807,9HV10	I/G	799,31	6,49	7,39	<b>13,88</b>
			CCD	806,17	5,65	1,73	<b>7,39</b>
HV30	IN28264G	275,0 HV10	I/G	274,44	1,83	0,56	<b>2,39</b>
			CCD	274,52	1,76	0,48	<b>2,24</b>
	IN45197G	470,7 HV10	I/G	468,69	3,78	2,01	<b>5,79</b>
			CCD	469,20	3,03	1,50	<b>4,53</b>
	IN60127G	802,0 HV10	I/G	795,33	5,97	6,67	<b>11,63</b>
			CCD	800,07	5,20	1,93	<b>7,13</b>

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Na slici 6.12 dijagramske su prikazani absolutni iznosi proširene mjerne nesigurnosti odstupanja etalonskog tvrdomjera te ukupnog maksimalnog odstupanja za metode HV10 i HV30 pri umjeravanju primarnim etalonskim pločicama uz primjenu oba sustava za očitanje veličine otiska.

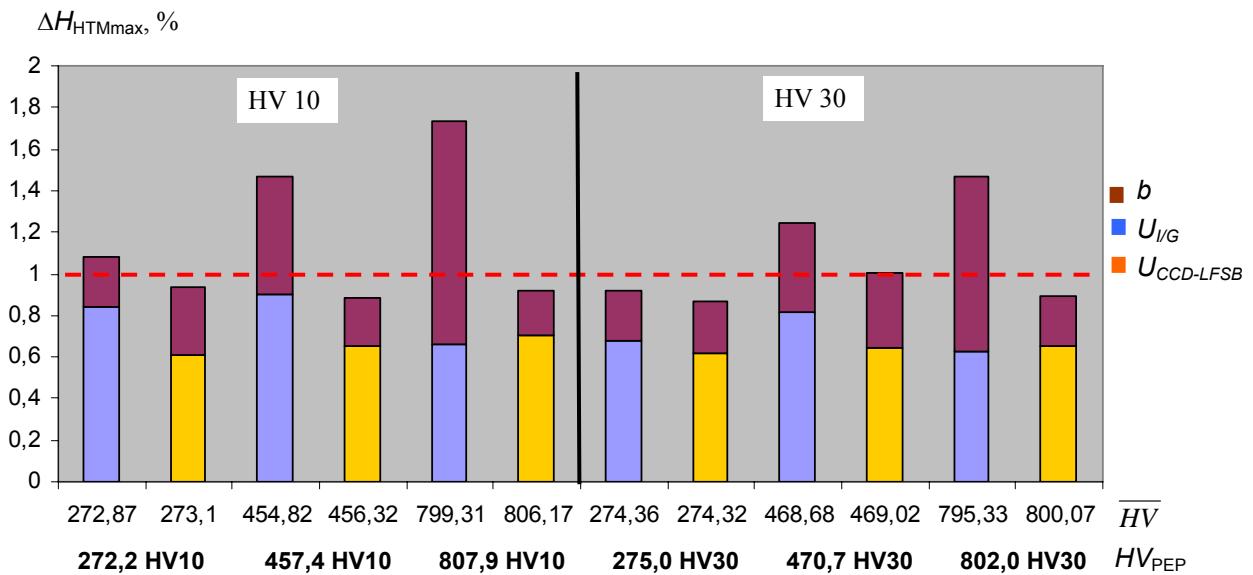


Slika 6.12: Dijagramske prikaze udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u absolutnim iznosima)

Iz dijagrama se može uočiti izraženo odstupanje etalonskog tvrdomjera kod visokih vrijednosti tvrdoča pri primjeni optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 kao sustava za očitanje i to pogotovo kod visokih tvrdoča (oko 800 HV). Na prvi pogled nije jasan uzrok tomu, no kad se usporede vrijednosti izmjerenih dijagonala (tablica 6.5) može se dati obrazloženje. Uzrok je u nesigurnosti sustava za očitanje u mjernom području oko i ispod 0,2 mm a vrijednosti dijagonala pri 450HV10, 800HV10 i 800HV30 upravo se nalaze u tom mjernom području. Bolji prikaz dijagrama sa slike 6.12 je u relativnim iznosima (slika 6.13).

Tablica 6.5: Srednje vrijednosti dijagonala očitanih sustavom I/G-258 kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera

Tvrdoča primarnih etalonskih pločica HV10	Srednja vrijednost izmjerenih dijagonala $d_{sr-HV10}$ , mm	Tvrdoča primarnih etalonskih pločica HV30	Srednja vrijednost izmjerenih dijagonala $d_{sr-HV30}$ , mm
272,2 HV 10	0,26070	275,0HV30	0,45024
457,4 HV10	0,20193	470,7 HV30	0,34453
807,9 HV10	0,15232	802,0 HV30	0,26448



Slika 6.13: Dijagramske prikaze udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u relativnim iznosima)

Povezivanjem analize umjeravanja sustava očitanja I/G-258 i njegovih utvrđenih odstupanja (slika 6.11 a)) s povećanim odstupanjima izmjerene tvrdoča kada je izmjerena dijagonala otiska oko 0,2 mm direktno ukazuje na utjecaj sustava za očitanje na mjeru sposobnost etalonskog tvrdomjera. Ovo se ne odražava toliko na proširenu mjeru nesigurnost što se vidi i iz dijagrama (slika 6.13) no međutim ima veliki utjecaj na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera sukladno izrazu:

$$\Delta H_{HTM\ max} = |b| + U_{HTM} \quad (6.3)$$

Prema tome izmjerena vrijednost na etalonskom tvrdomjeru bi se izražavala prema izrazu:

$$HV = \bar{HV} \pm \Delta H_{HTM\ max} \quad (6.4)$$

Iz analize dijagrama (slika 6.13) proizlazi zaključak da je maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera sa sustavom za očitanje I/G-258  $\leq 1,8\%$  dok sa sustavom CCD-LFSB približno  $\leq 1,0\%$ .

Sve provedene analize nesigurnosti etalonskog tvrdomjera pri indirektnom umjeravanju bile su posredno ili neposredno vezane za sustav očitanja veličine otiska. No po definiciji (izraz 2.6) vrijednost izmjerene tvrdoče ovisi i o drugim parametrima koji su vezani za sustav opterećivanja. Prvenstveno se to odnosi na sile opterećivanja, jer vrijednost sila opterećivanja direktno se unosi u izraz za izračun vrijednosti tvrdoče. U poglavljju 6.1.1 analizirane su nesigurnosti sila opterećivanja i utvrđene su stvarne vrijednosti sila za pojedino opterećenje. U tablici 6.6 su prikazane srednje vrijednosti izmjerene tvrdoča, proširena mjeru nesigurnost, odstupanje i maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ali s modificiranim

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

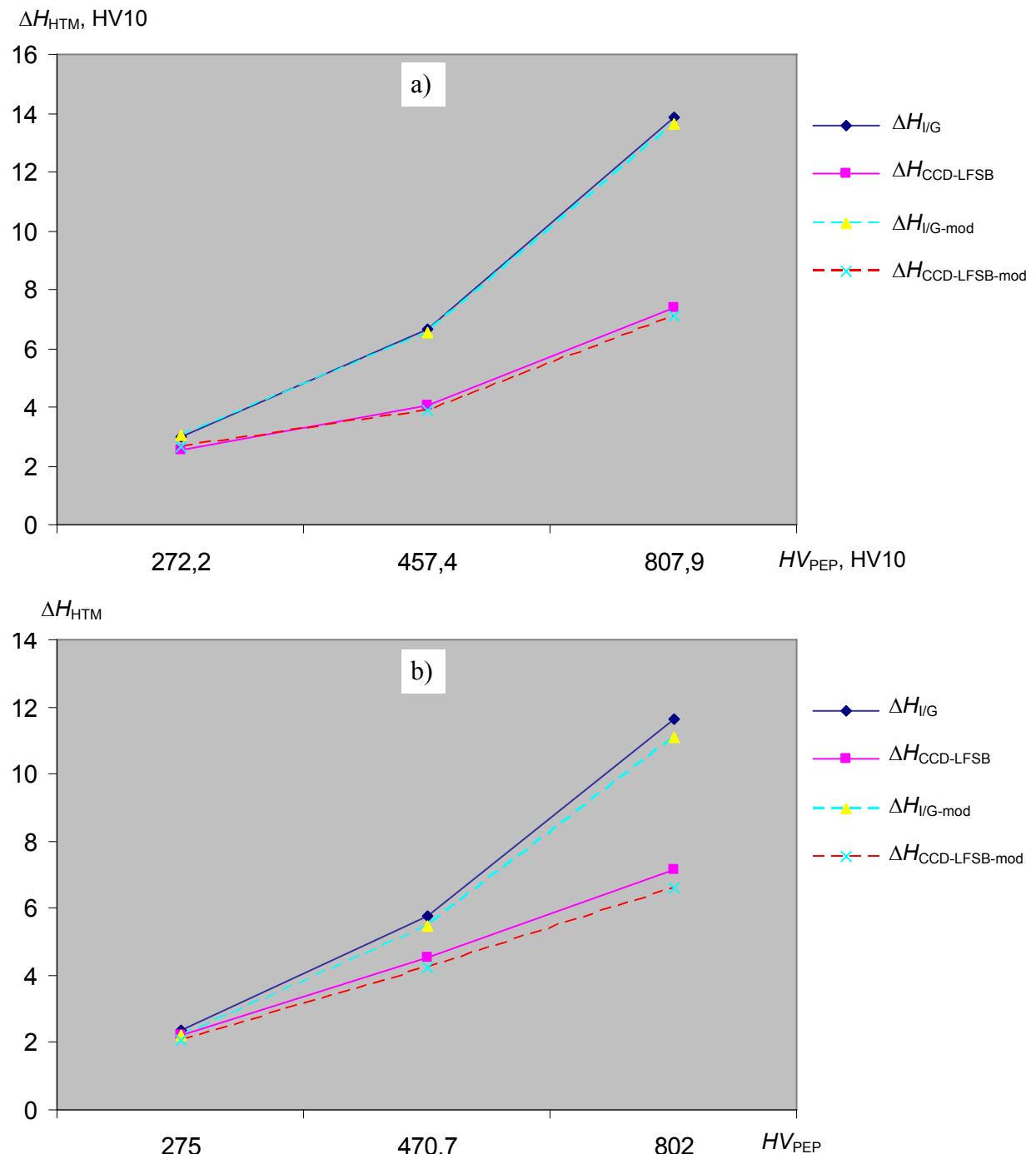
vrijednostima sile (stvarno izmjerenim, tablica 6.2) i s izmjerrenom vrijednošću ubrzanja sile teže (poglavlje 5.3.2).

Tablica 6.6: Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30 s primjenjenom korekcijom sile i ubrzanja sile teže

	Primarna etalonska pločica		Pokazivanje etalonskog tvrdomjera				
	Oznaka	Tvrdoča primarne etalonske pločice $HV_{PEP}$	Mjerni sustav	Izmjerena vrijednost tvrdoče $\frac{HV}{HV}$	Proširena mjerne nesigurnost $U_{HTM} \frac{HV}{HV}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $b \frac{HV}{HV}$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax} \frac{HV}{HV}$
HV10	IN28256G	272,2 HV10	I/G	272,96	2,29	0,76	<b>3,05</b>
			CCD	273,19	1,66	0,99	<b>2,65</b>
	IN45199G	457,4 HV10	I/G	454,97	4,08	2,43	<b>6,51</b>
			CCD	456,48	2,97	0,92	<b>3,89</b>
	IN60150G	807,9HV10	I/G	799,58	6,49	7,12	<b>13,61</b>
			CCD	806,44	5,65	1,46	<b>7,11</b>
HV30	IN28264G	275,0 HV30	I/G	274,63	1,83	0,37	<b>2,20</b>
			CCD	274,71	1,76	0,29	<b>2,05</b>
	IN45197G	470,7 HV30	I/G	469,01	3,79	1,69	<b>5,48</b>
			CCD	469,51	3,03	1,19	<b>4,22</b>
	IN60127G	802,0 HV30	I/G	795,87	6,27	4,83	<b>11,10</b>
			CCD	800,61	5,20	1,39	<b>6,59</b>

Usporedba rezultata izračunatih vrijednosti tvrdoča, proširene mjerne nesigurnosti mjerjenja te odstupanja tvrdomjera dobivenih s vrijednostima sila opterećivanja koje su normom definirane (tablica 6.4) i sa stvarnim izmjerenim vrijednostima (tablica 6.6) ukazuje na određene promjene navedenih parametara. Srednje vrijednosti tvrdoča su nešto više kod izračuna sa stvarnim silama i to za  $\approx 0,1$  HV kod najnižih do  $\approx 0,5$  HV kod najviših vrijednosti tvrdoče. Ista takva razlika uočava se i kod vrijednosti odstupanja  $b$ . Korekcija sile i ubrzanja sile teže u izračunu tvrdoče se ne odražava na vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti umjeravanja primarnim etalonskim pločicama. S obzirom na izraze 6.3 i 6.4 primjena stvarnih vrijednosti utječe i na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera što je prikazano dijagramima na slici 6.14. Iz dijagrama je vidljivo da kod opterećenja HV10 na prvoj točci je došlo do povećanja maksimalnog odstupanja dok kod svih ostalih te uključujući i opterećenje HV30 ta vrijednost je niža. U svakom slučaju korekcija sila opterećenja i ubrzanja zemljine sile teže na stvarnu izmjerenu vrijednost su dovele do smanjenja maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera. Kvantitativno to nisu veliki pomaci do približno 0,5 HV ali u cilju snižavanja nesigurnosti mjerjenja svakako je velik korak. Ovo dovodi do jednog općenitog zaključka da svaka promjena opterećenja, pa i ona unutar propisanog maksimalnog dozvoljenog odstupanja od 0,1 %  $F$ , utječe na vrijednost izmjerene tvrdoče.

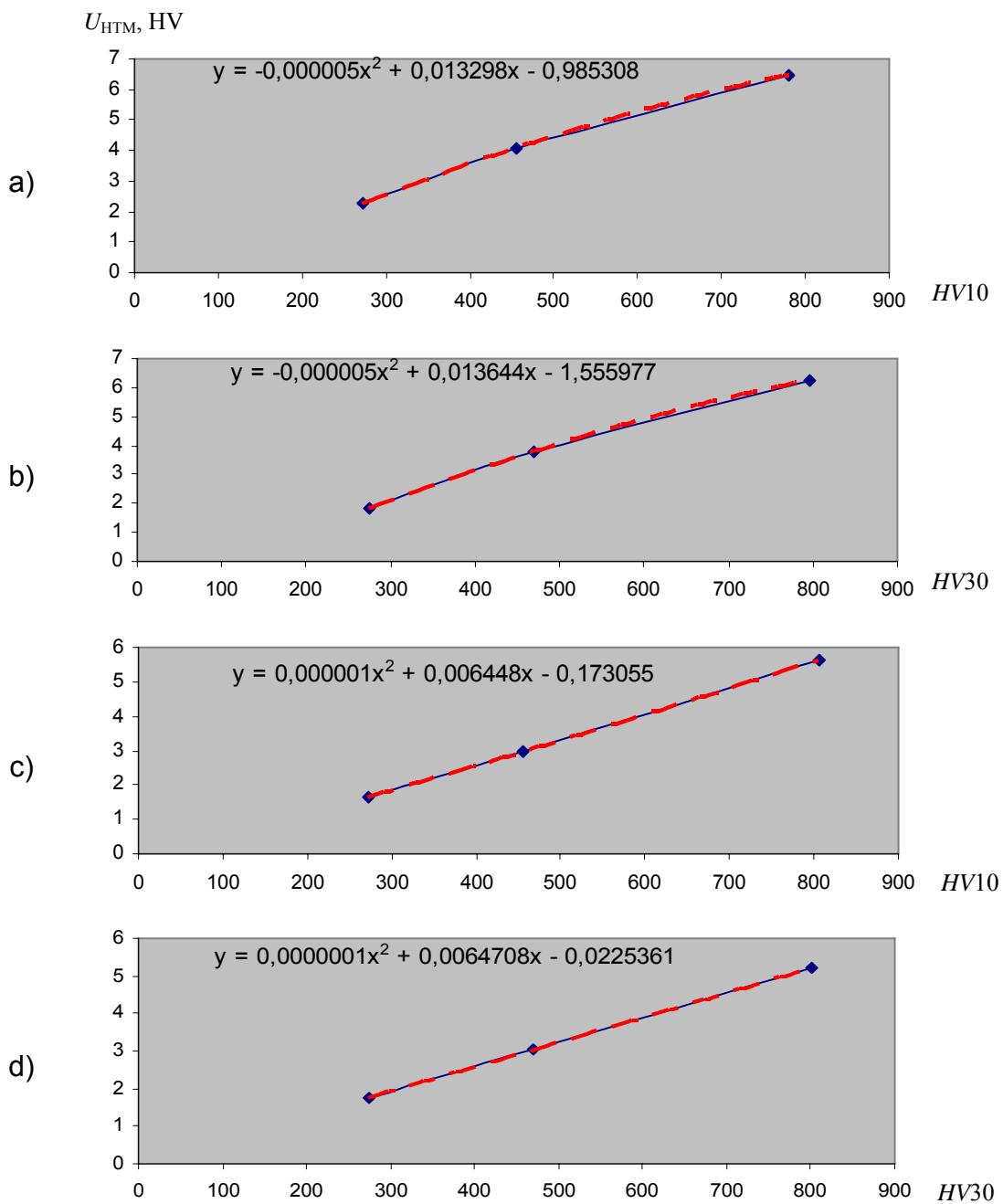
## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA



Slika 6.14: Grafički prikaz promjene maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera uslijed uvrštavanja stvarnih vrijednosti sile u izračun vrijednosti tvrdoče  
 a) za metodu HV10  
 b) za metodu HV30

Kako je umjeravanje primarnim etalonskim pločicama provedeno samo na nekim točkama unutar mjernog područja etalonskog tvrdomjera, kroz dobivene rezultate je provučena interpolacijska krivulja da bi se dobila mjerna nesigurnost bilo kojeg rezultata mjerena unutar mjernog područja. Primjenjena je interpolacijska krivulja 2. stupnja, a na slici 6.15 su prikazane interpolacijske krivulje za metode HV10 i HV30 ovisno o primjenjenom sustavu za očitanje veličine otiska.

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA



Slika 6.15: Interpolacijske krivulje proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera

- metoda HV 10; sustav I/G-258
- metoda HV 30; sustav I/G-258
- metoda HV10; sustav CCD-LFSB
- metoda HV30; sustav CCD\_LFSB

Plava linija predstavlja izmjerene vrijednosti dok crvena predstavlja provučeni polinom drugog stupnja. Iz prikazanih dijagrama se može zaključiti da kod primjene CCD-LFSB sustava za očitanje polinom približno prekriva izmjerene vrijednosti i teži praktično u pravac. Kod sustava I/G-258 postoje problemi za opis cijele krivulje što se i uočava po koeficijentima polinoma.

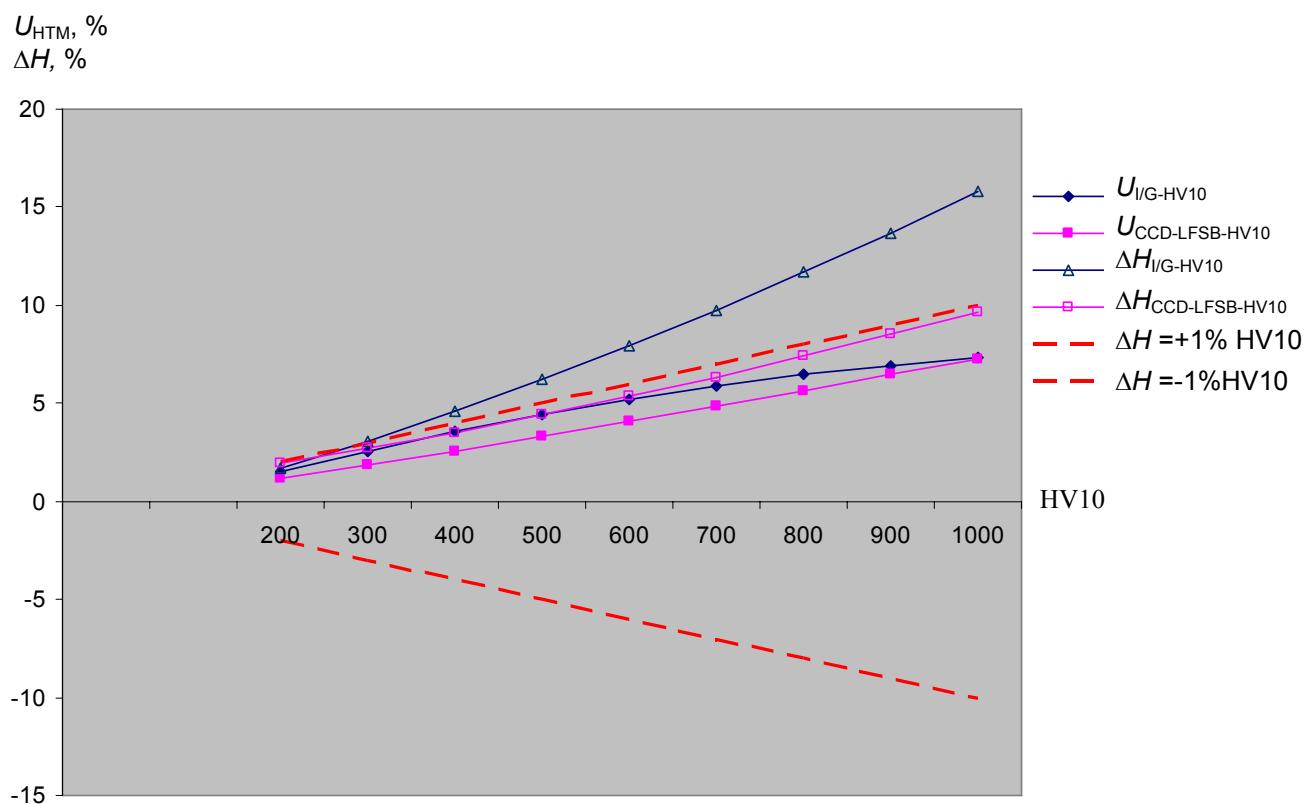
## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

U tablici 6.7 prikazane su proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera s oba sustava očitanja u obliku polinoma za mjerno područje od 200 do 1000 HV. U ukupnu mjeru nesigurnost je uračunata i nesigurnost uslijed ove interpolacije koja je procijenjena na temelju apriorne trokutne razdiobe.

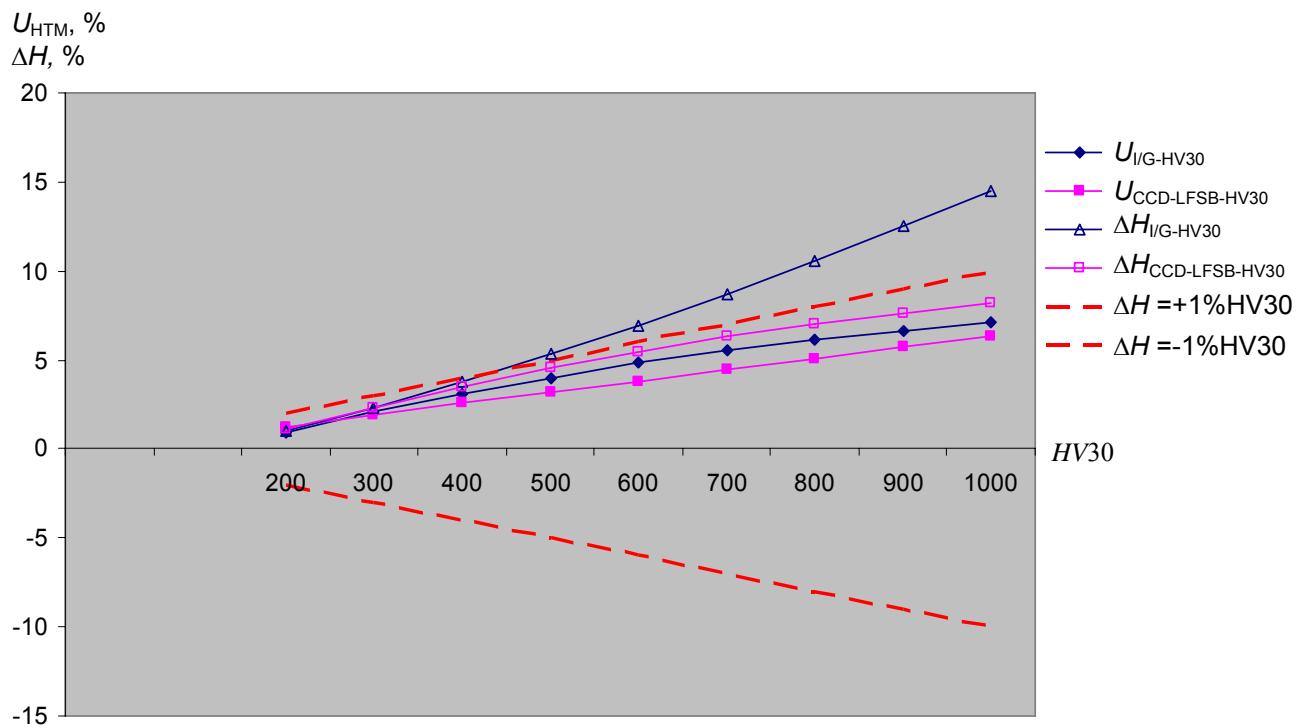
Tablica 6.7: Proširena merna nesigurnost etalonskog tvrdomjera

Mjerna veličina	Sustav očitanja	Mjerno područje	Mjerna nesigurnost $U_{HTM}$ ( $k=2; P=95\%$ )
HV10	I/G	200 HV10 do 1000 HV10	$-5 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,013298 \cdot HV - 0,985308$
HV10	CCD	200 HV10 do 1000 HV10	$1,0 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,006448 \cdot HV - 0,173055$
HV30	I/G	200 HV30 do 1000 HV30	$-5 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,013644 \cdot HV - 1,555977$
HV30	CCD	200 HV30 do 1000 HV30	$-1,0 \cdot 10^{-7} \cdot HV^2 + 0,006471 \cdot HV - 0,022536$

Na slikama 6.16 i 6.17 su dijagramske prikazane polinomi mjerne sposobnosti etalonskog tvrdomjera uz primjenu oba sustava za očitanje veličine otiska.



Slika 6.16: Dijagramske prikaze proširenih mernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV10



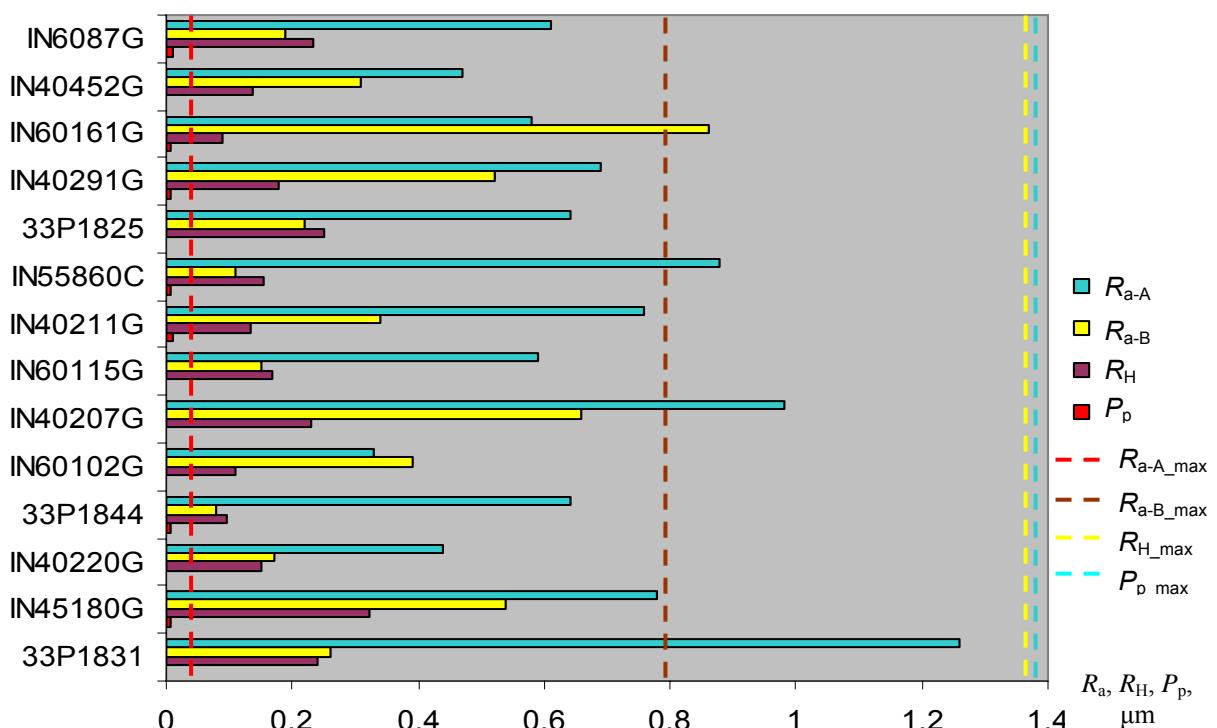
Slika 6.17: Dijagramski prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV30

Na oba dijagrama zamjećuju se isti trend ponašanja mjerne nesigurnosti, odnosno da je bliža granici  $+1\% \text{HV}$ . Kada je primjenjen sustav za očitanje I/G-258 vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti izlaze van graničnog područja u mjernom području do 100HV. Uzrok ovomu je već predhodno objašnjen pri analizi sustava za očitanje veličine otiska (poglavlje 6.3). Kod primjene opto-električnog sustava CCD-LFSB nesigurnosti su manje te je polinom bliži linearnoj interpolaciji što znači da ovisno o kvaliteti sustava za očitanje može se primjeniti i odgovarajuća krivulja interpolacije. Razmatranjem maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera jasno je da pri primjeni sustava I/G-258 to odstupanje prelazi granicu  $+1\% \text{HV}$ . Prema tome maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera direktno ovisi o kvaliteti sustava za očitanje. Prijašnje analize sustava za očitanje kao mjerila duljine su pokazale da je sustav I/G-258 uvjek na rubu graničnih dozvoljenih odstupanja što se odrazilo i na rezultate indirektnog umjeravanju etalonskog tvrdomjera. Stoga se kod etalonskog tvrdomjera kao kombinacije sustava 5030TKV i I/G-258 računa s odstupanjem od  $\pm 2\% \text{HV}$  a kod sustava 5030TKV i CCD-LFSB s odstupanjima od  $\pm 1\% \text{HV}$ . Treba napomenuti da ova odstupanja dobivena pomoću interpolacijskih krivulja za proširenu mjeru nesigurnost u mjernom području do 200HV svakako treba provjeriti s još minimalno jednom primarnom etalonskom pločicom.

S obzirom da je umjeravanje primarnim etalonskim pločicama (indirektna metoda) provedeno samo za metode HV10 i HV30, a provjera direktnom metodom je provedena na oba sustava za cijelo mjerno područje, postavlja se pitanje da li je moguće pretpostaviti da će nesigurnosti mjerjenja etalonskog tvrdomjera biti u određenim granicama i za ostala opterećenja. Odgovor na ovo pitanje dat će analiza provedenih interkomparacijskih mjerjenja.

#### 6.4 Analiza interkomparacijskih mjerena

U poglavlju 5.6.1 su detaljno opisane metode provjera etalonskih pločica te su dani rezultati tih ispitivanja samo za pločicu IN60115G. U prilogu P-4 su tablično prikazani rezultati za ostale etalonske pločice. Na slici 6.18 su prikazana maksimalna dozvoljena i izmjerena odstupanja pojedine pločice za veličine: hrapavost (ispitne površine ( $R_{a-A}$ ) i nalijegajuće površine pločice ( $(R_{a-B})$ ), ravnoća ( $R_H$ ) te planparalelnost ( $P_p$ ).



Slika 6.18: Analiza rezultata provjere hrapavosti, ravnoće i planparalelnosti etalonskih pločica za interkomparacijska mjerena

Iz rezultata ispitivanja se može zaključiti da su primjenjene pločice u ovoj interkomparaciji jako kvalitetno izrađene i njihove vrijednosti pojedinih odstupanja su daleko ispod maksimalno dopuštenih.

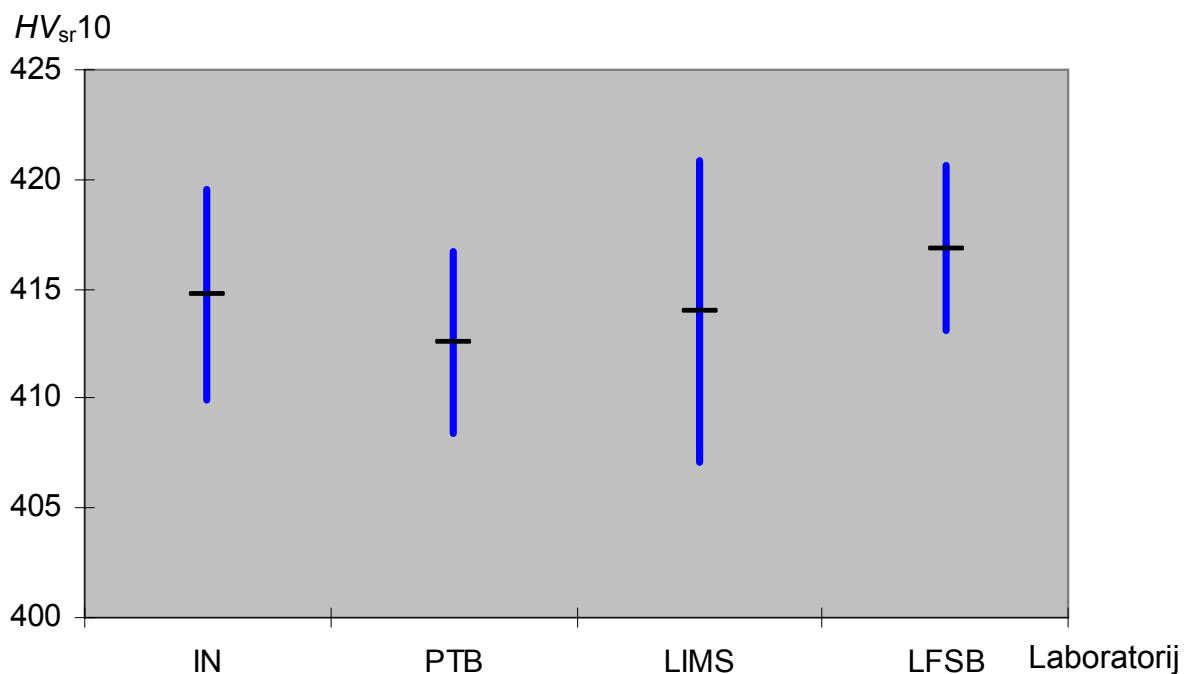
U poglavlju 5.6.2 su opisani uvjeti provedenih interlaboratorijskih ispitivanja te rezultati ispitivanja za metodu HV10 za sva tri laboratorija. Rezultati za ostale etalonske pločice nalaze u Prilogu P-4. Kako je indirektno umjeravanje primarnim etalonskim pločicama provedeno samo za metode HV10 i HV30, stoga su prvo analizirani rezultati interkomparacijskih mjerena za te metode. Analizirana su odstupanja srednjih vrijednosti između svih laboratorija te rasipanje proširenih mjernih nesigurnosti umjeravanja za svaku pojedinu etalonsku pločicu. U tablici 6.8 su prikazani dobiveni rezultati mjerena za sve laboratorije.

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Tablica 6.8: Rezultati interlaboratorijskih mjerena za metode HV10 i HV30

Metoda	Oznaka etalonske pločice	INDENTEC		PTB		LIMS		LFSB	
		$HV_{sr}$ , HV	$U, \%$						
HV10	IN40211G	414,74	4,77	412,54	4,16	414,02	6,88	416,82	3,77
	IN60115G	808,36	8,29	809,99	9,19	801,51	9,49	807,46	6,04
HV30	IN40219G	417,30	4,88	420,38	4,13	416,75	4,51	422,30	4,50
	IN60161G	801,50	8,11	798,05	7,31	801,26	10,51	800,16	8,13

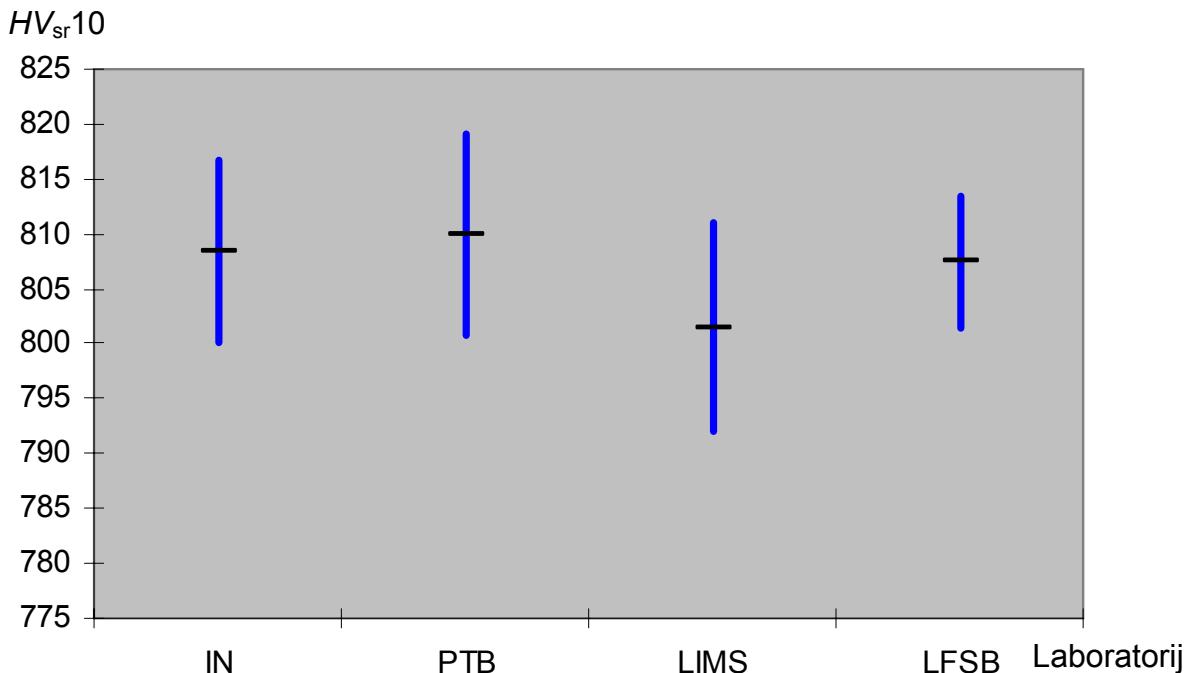
Dijagramske su ta rasipanja za metodu HV10 ilustrirana na slikama 6.19 i 6.20. Iz oba dijagrama je jasno vidljivo da sustavi 5030TKV i I/G-258 kao etalonski tvrdomjer daju veće rasipanje rezultata umjeravanja etalonskih pločica. Vec iz analize rezultata umjeravanja indirektnom metodom na opterećenjima HV10 i HV30 uočeno je da samo kombinacija sustava 5030TKV i CCD-LFSB kao etalonski tvrdomjer mogu biti na razini mjerne sposobnosti etalonskih tvrdomjera INDENTEC-a i PTB-a.



Slika 6.19: Dijagramske prikaze rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN40211G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerjenjima

Kod obje etalonske pločice rasipanje srednjih vrijednosti tvrdoća za sva četiri laboratorijska se nalazi unutar  $\pm 1\% \text{ HV}$  ili na samom rubu. To rasipanje je manje ako se izostave rezultati mjerena sustavom I/G-258. Uzimajući u obzir nesigurnosti umjeravanja tog sustava, nesigurnosti kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera pri primjeni ovog sustava te rasipanja vrijednosti kod usporednih mjerena, očito da ovaj sustav nema sposobnosti ispunjavanja kriterija maksimalnog odstupanja do  $\pm 1\% \text{ HV}$ .

## 6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA



Slika 6.20: Dijogramski prikaz rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN60115G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerjenjima

Potpuno sličnost zamijećena je i kod analize rasipanja vrijednosti za metodu HV30. Prema tome, već pri umjeravanju sustava I/G-258, kao sustava za mjerjenje duljine, procijenjene i proračunate nesigurnosti su ukazivale da njegove sposobnosti nisu na razini potrebnoj za etalonski tvrdomjer. Te nesigurnosti su se kasnije generirale i na rezultate mjerjenja tvrdoče. Prema tome, već izrečena teza da mjerna sposobnost sustava za očitanje direktno utječe na mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera i ovdje je još jednom potvrđena.

Na temelju ove analize provedene za metode HV10 i HV30 te analiziranih mjernih sposobnosti sustava za opterećivanje 5030TKV i sustava za očitanje veličine otiska CCD-LFSB, može se dati konačni zaključak da mjerna sposobnost etalonskog tvrdomjera s ovim sustavima iznosi  $\leq 1\% \text{ HV}$  za sva opterećenja. Potvrda ove tvrdnje su rezultati interkomparacijskih mjerjenja prikazani u tablici 6.9.

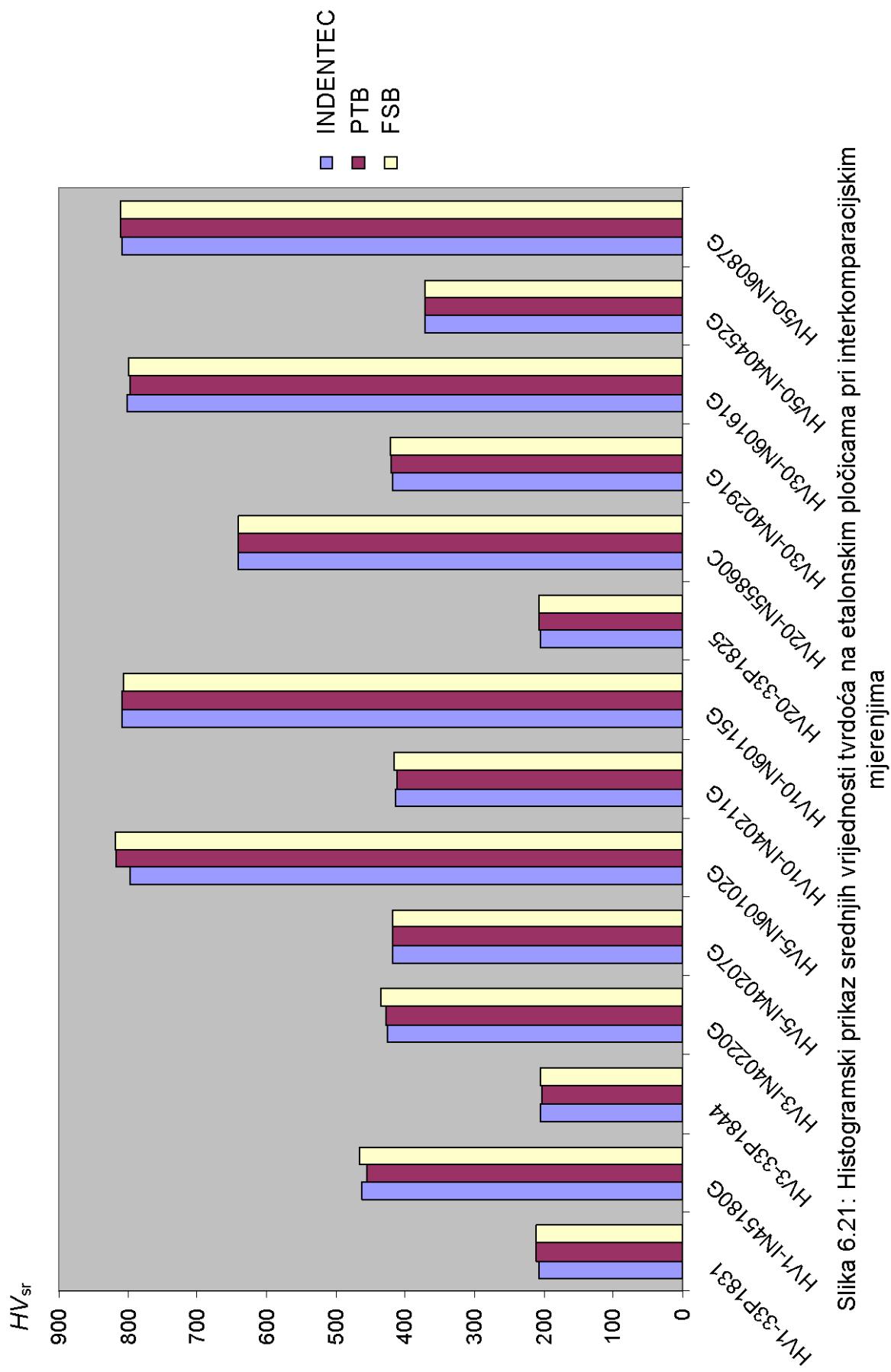
Tablica 6.9: Ostali rezultati interlaboratorijskih mjerjenja

Opterećenje	Oznaka etalonske pločice	INDENTEC		PTB		LFSB	
		$HV_{sr}$ , HV	$U$ , %	$HV_{sr}$ , HV	$U$ , %	$HV_{sr}$ , HV	$U$ , %
HV1	33P1831	206,66	3,29	210,00	5,35	210,24	3,57
	IN45180G	461,92	6,69	455,74	7,52	465,99	6,16
HV3	33P1844	205,8	3,05	204,09	2,34	205,17	2,94
	IN40220G	426,56	4,6	428,34	4,02	434,92	5,30
HV5	IN40207G	418,04	4,81	418,55	4,49	418,67	4,46
	IN60102G	797,22	8,87	817,62	9,75	817,85	8,37
HV20	33P1825	204,37	2,15	207,84	1,58	207,90	2,11
	IN55860C	639,73	6,68	639,85	6,46	640,04	7,20
HV50	IN40452G	371,01	4,09	372,18	3,31	371,72	3,97
	IN6087G	808,65	8,39	810,71	6,46	811,18	8,54

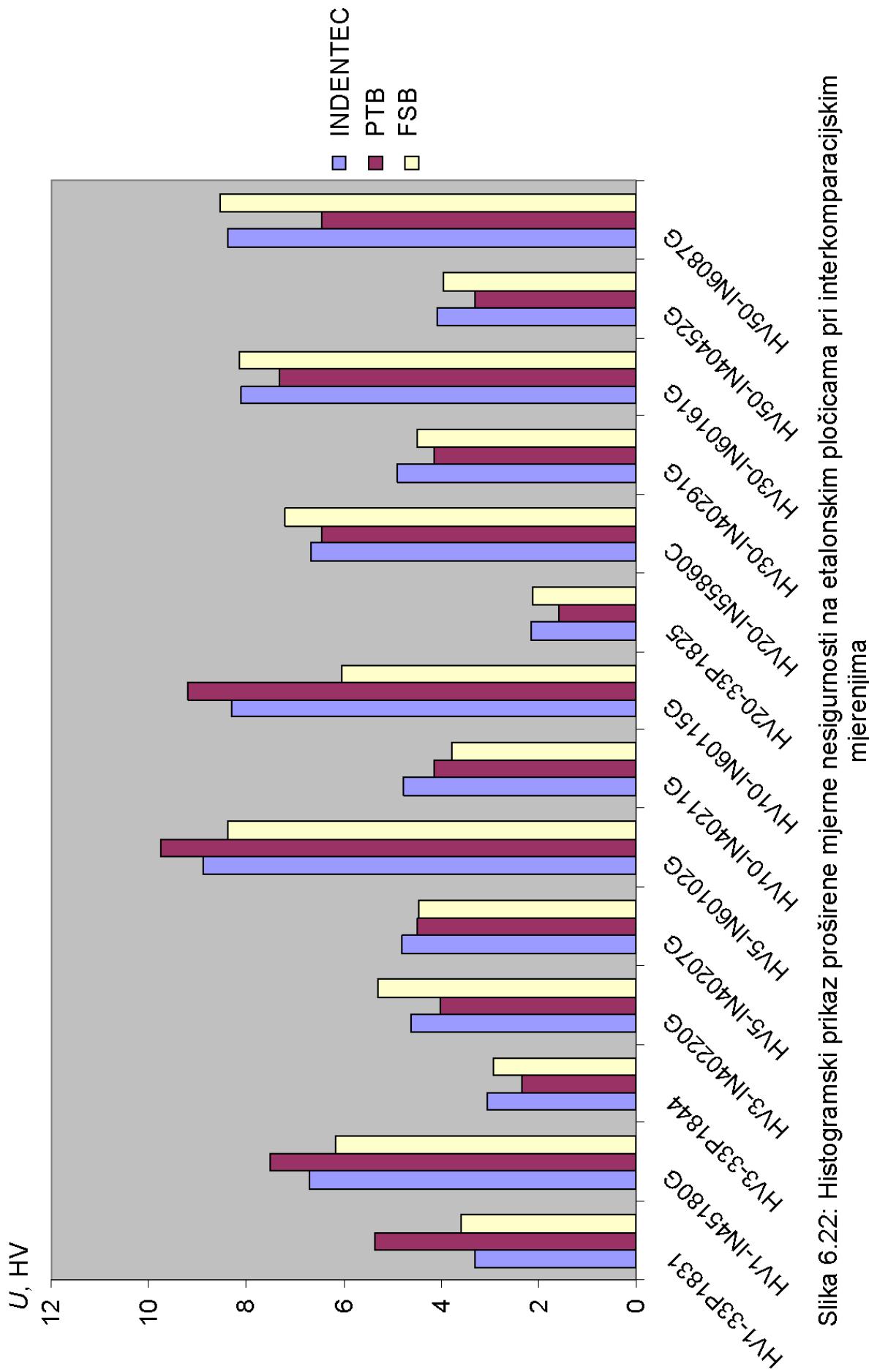
## **6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA**

---

Na slikama 6.21 i 6.22 je histogramski prikazana raspodjela srednjih vrijednosti tvrdoča te proširenih mjernih nesigurnosti umjeravanja za pojedinu etalonsku pločicu za cijelo mjerno područje etalonskog tvrdomjera 5030TKV\_CCD-LFSB. Iz analize srednjih vrijednosti izmijerenih tvrdoča na pojedinim etalonskim pločicama vidljivo je da etalonski tvrdomjer ima vrlo mala odstupanja u odnosu na akreditirane laboratorije. Isto tako proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica je na razini mjerne nesigurnosti dobivene u laboratoriju INDENTEC-a i PTB-a. Time je potvrđena mjerna sposobnost etalonskog tvrdomjera 5030TKV\_CCD-LFSB od  $\pm 1\%$  HV i za opterećenja HV1, HV3, HV5, HV20 i HV50. Na temelju ove analize moglo bi se postaviti pitanje da li je kod etalonskih tvrdomjera s više mjernih područja potrebno za svako opterećenje provoditi indirektno umjeravanje primarnim etalonskim pločicama ako su dobro definirane vrijednosti sila opterećivanja te kvalitetno procijenjene nesigurnosti sustava opterećivanja i sustava za očitanje veličine otiska. Jedna od mogućnosti je primjena neuronskih mreža pri procjenjivanju mjerne sposobnosti za ostala opterećenja, a koje bi se učile na provedenim umjeravanjima direktnom i indirektnom metodom jednog ili dva opterećenja etalonskog tvrdomjera. Ovo će svakako biti predmet budućih istraživanja.

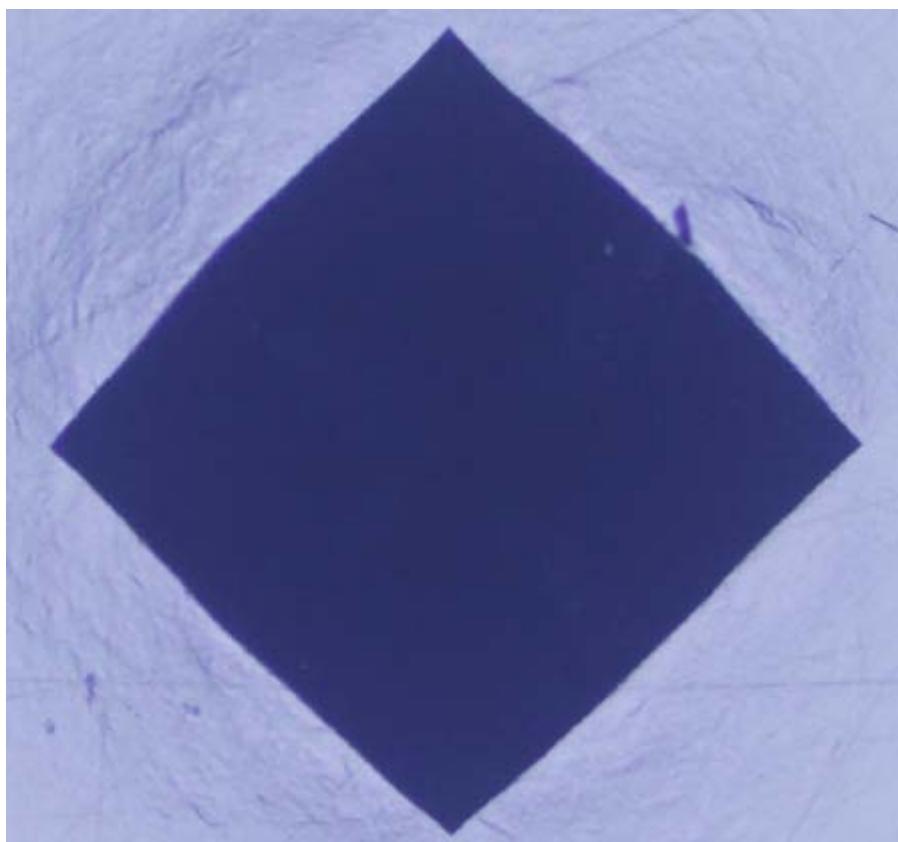


Slika 6.21: Histogramski prikaz srednjih vrijednosti tvrdoca na etalonskim pločicama pri interkomparacijskim mjerenjima



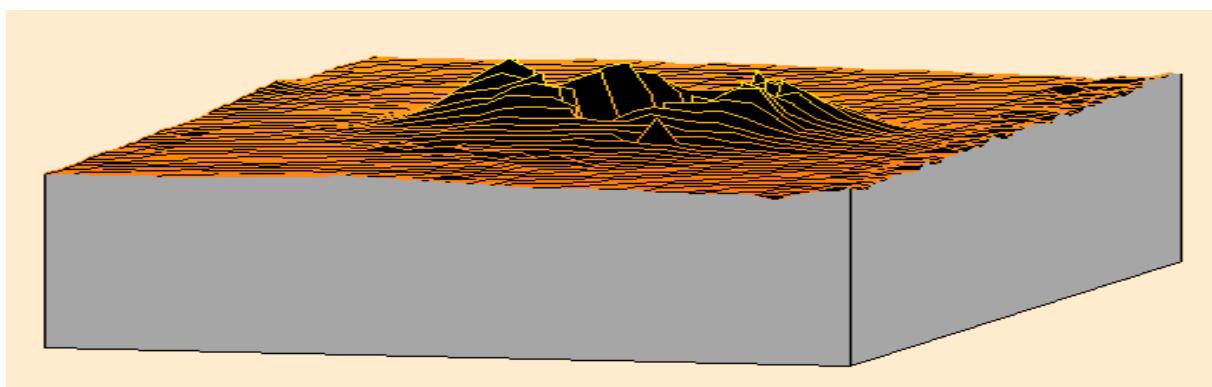
Slika 6.22: Histogramski prikaz proširene mjerene nesigurnosti na etalonskim pločicama pri interkomparacijskim mjerenjima

Analizom rezultata usporednih mjerena te indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera zamijećena su znatno manja rasipanja vrijednosti mjerena kod primarnih etalonskih pločica. To je i razumljivo s obzirom da je izrada primarnih etalonskih pločica na višoj razini. U prilog tomu idu i istraživanja koja su opisana u poglavlju 5.6.3 eksperimentalnog dijela ove disertacije. Primjenjene etalonske pločice u interkomparacijskim mjeranjima, iako su izvanredno obrađene u pogledu hrapavosti, planparalelnosti i ravnoće su međutim imale određene pogreške: mikropukotine i nehomogenosti materijala po cijeloj ispitnoj površini. Ako tome dodamo i kontaminaciju povšine uslijed okolišnih uvjeta i rukovanja, sve to dovodi do povećanja nesigurnosti mjerena na njima. Jedan od problema je i nehomogenost materijala koja najčešće dovodi do nejednolike deformacije materijala u različitim smjerovima što je prikazano na slici 6.23. Ovo, kod mjerena tvrdoće na etalonskim pločicama u cilju ostvarivanja sljedivosti, stvara probleme na svim razinama lanca sljedivosti.



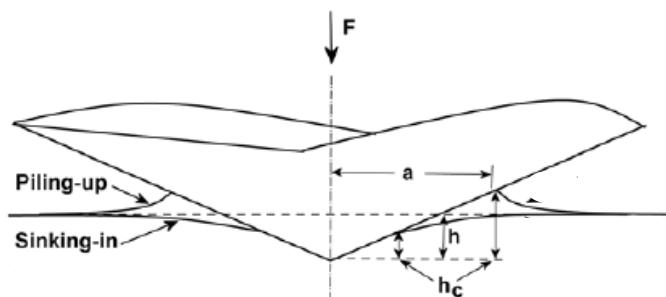
Slika 6.23: Nejednolika deformacije otiska u svim smjerovima na pločici IN40219G pri opterećenju  $F= 294,41 \text{ N}$  (HV 30)

Kod mjerena dijagonale otiska pojavljuje se još jedan problem koji je u eksperimentalnim istraživanjima djelomično procjenjen kod procjene nesigurnosti CCD-LFSB sustava a to je procjena ruba otiska. Pri utiskivanju indentora dolazi na rubovima do nekontrolirane deformacije materijala pa nakon opterećivanja ostaje izgled površine prikazan na slici 6.24.



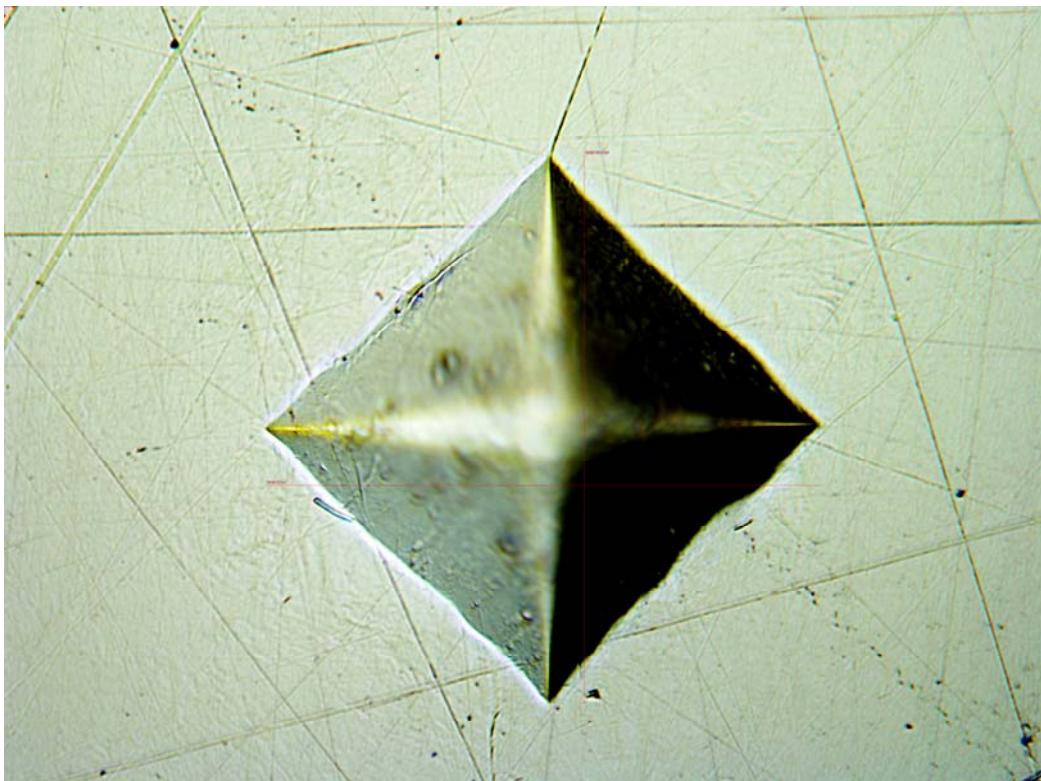
Slika 6.24: Topografija površine etalonske pločice nakon mjerena tvrdoće

Stoga je kod ovakve površine problem izoštravanja rubova otiska a time i mjerena tvrdoće. Ove pogreške bi se možda mogle izbjegići drugim tehnikama mjerena otiska. Jedna od njih je mjerena površina otiska. Budući da je površina otiska potrebna za izračunavanje tvrdoće, idealno rješenje bilo bi direktno mjereno koristeći analizator slike. Površina otiska mogla bi se izračunati direktno iz projicirane površine podijeljene sa cosinusom nagiba kuta otiska i površine. Nažalost s Vickers otiscima javljaju se problemi prilikom mjerena projicirane površine uzrokovani nekvadratičnošću otiska koja je posljedica nadvišenja ("piling-up") i udubljenja ("sinking-in") materijala uzduž rubova otiska (slika 6.25).



Slika 6.25: Ilustracija "piling-up" i "skining-in" problema [11]

Ovakvo odstupanje od kvadratičnosti rezultirat će značajnom promjenom projicirane površine, a primjer takvog otiska prikazan je na slici 6.26. U pravilu moguće je izvršiti korekciju mjeranjem perimetra otiska kao i njegove površine. Međutim, mjerena gdje dolazi do ovako male promjene perimetra s dostatnom točnošću u svrhu postizanja potpunog kvadrata, vrlo su komplikirana te se smatraju nepraktičnima za otiske Vickersove metode.



Slika 6.26: Odstupanje od kvadratičnosti kod otiska na etalonskoj pločici 33P1831 pri primjeni metode HV3

Ova mjerna tehnika ima osjetljivost s obzirom na izabrani fokus i osvjetljenje. Smanjenje osvjetljenja rezultira povećanjem veličine otiska a slična opažanja zamijećena su i kada je stalak mikroskopa primaknut bliže leći objektiva. Navedena opažanja jednim dijelom, kontradiktorna su s Leigh-ovim opažanjima koji je dokazao da primicanjem stalka leći objektiva dolazi do smanjenja veličine otiska što je opisanu u radu [56].

Shodno ovim dodatnim upozorenjima na pojedine probleme mjerjenja veličine otiska, koja se prvenstveno naslanjaju na problematiku materijala etalonskih pločica, ukazuju da tu postoji čitav niz nesigurnosti čija procjena nije u potpunosti provedena a o kvantifikaciji tih utjecaja na sami rezultat mjerjenja tvrdoće ne možemo ni govoriti. Nažalost ovo se direktno odražava i na mjernu sljedivost primarnih etalonskih tvrdomjera (slika 2.13) pogotovo kod međunarodnih usporedби. Uzimajući sve ovo u obzir, postignuta mjerna sposobnost od  $\pm 1\%$  HV etalonskog tvrdomjera 5030-TKV\_CCD-LFSB je zavidna razina u svjetskim mjeriteljskim razmjerima.

### 7. ZAKLJUČAK

Kako tvrdoča nije jednoznačno definirana fizikalna veličina, mjerjenje tvrdoče te ostvarivanje sljedivosti nije jednostavan postupak s obzirom na kompleksnost utjecajnih veličina. U ovom radu provedena su istraživanja pojedinih utjecajnih veličina čiju je procjenu i proračun bilo moguće kvantitativno odrediti na temelju dobivenih rezultata. Osnovni cilj je bio prikazati kako se pojedine utjecajne veličine odražavaju na nesigurnost mjerjenja tvrdoče te na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera a time i na hijerarhiju mjerne sljedivost za mjernu veličinu tvrdoča. Pored toga dobivene su određene smjernice kako bi se izmijenio postojeći model za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti kod etalonskih tvrdomjera.

Na temelju provedenih istraživanja mogu se donijeti slijedeći zaključci:

- a) Istraživanja sila opterećivanja na sustavu 5030TKV su pokazala da primjena prijenosnih etalona sile klase 00, sukladno normi EN ISO 376 pri umjeravanju sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera, ne mogu zadovoljiti danas postizive mogućnosti polužnog sustava opterećivanja s utezima. Stoga je neophodna primjena posredničkih etalona sile s proširenom mjernom nesigurnošću njihova umjeravanja  $\leq 0,05\%$ . Primjenom ovih etalona u mjernom području 40 % do 100 % nazivne sile kod sustava 5030TKV smanjena je proširena merna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja s 0,12 % na  $\leq 0,07\%$  (uz  $k=2$ ;  $P=95\%$ ) za sve metode. Ovako niske vrijednosti mjerne nesigurnosti pružaju mogućnost uvrštavanja stvarno izmјerenih vrijednosti sile opterećivanja u izraz za izračun vrijednosti tvrdoče.

- b) Primjenom posredničkih etalona sile, uvođenjem novog sveobuhvatnijeg modela umjeravanja i novog modela procjene i proračuna mjerne nesigurnosti, kod sustava opterećivanja 5030TKV postignute su slijedeće stvarne vrijednosti sila za pojedinu metodu: HV1 – 9,817 N; HV3 – 29,431 N; HV5 – 49,049 N; HV10 – 98,107 N; HV20 – 196,198 N; HV30 – 294,410 N; HV50 – 490,350 N. Uvrštavanjem ovih stvarnih vrijednosti sila opterećivanja u izraz za izračunavanje tvrdoče postignuto je smanjenje mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoče kod etalonskih tvrdomjera do 0,5HV. Osim toga, uočeno je da i mala promjena sile opterećivanja, koja je unutar propisanih granica odstupanja sukladno zahtjevima trenutno važeće norme, može utjecati na vrijednost izmjerene tvrdoče. U cilju daljnog smanjenja mjerne nesigurnosti sila opterećivanja, smjernica za buduća istraživanja je primjena višekomponentnih dinamometara kako bi se mogle mjeriti i radikalne sile pri mjerenu tvrdoče te time procijeniti dodatni utjecaji na sustave opterećivanja etalonskih tvrdomjera te kvantificirati njihov iznos.
- c) Sustavi očitanja I/G-258 i CCD-LFSB, unatoč približno podjednakim polaznim karakteristikama, različito su podložni pojedinim utjecajima što se odražava na mjeru nesigurnost rezultata mjerena duljine dijagonale otiska. Poboljšanjem procjene i proračuna mjernih nesigurnosti kod ovih sustava očitanja postignuta su slijedeća maksimalna odstupanja:
- CCD-LFSB: -  $\leq 0,4\%$  od  $d$  u mernom području od 0,1 mm do 1 mm;
  - $\leq 0,2\%$  od  $d$  u mernom području od 0,3 mm do 1 mm;
  - I/G-258: -  $\leq 1,4\%$  od  $d$  u mernom području od 0,1 mm do 1 mm;
  - $\leq 0,5\%$  od  $d$  u mernom području od 0,2 mm do 1 mm;
- d) Sustavi za očitanje veličine otiska u najvećoj mjeri imaju utjecaj na mjeru nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Primjenom opto-električnog sustava CCD-LFSB kao analizatora slike otiska umjesto klasičnog optičkog mernog mikroskopa I/G258 postignuto je smanjenje maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera s  $\leq \pm 1,8\% \text{ HV}$  na  $\leq \pm 1\% \text{ HV}$ . Iz ovih rezultata te iz analize rezultata indirektnog umjeravanja jasno je vidljivo da se primjenom sustava CCD-LFSB u sklopu etalonskog tvrdomjera postižu manje mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoče. Bez detaljne analize utjecajnih veličina na sustave očitanja i kvantificiranja njihovog utjecaja nije moguće utvrditi mjeru sposobnost etalonskog tvrdomjera. Primjena sustava, gdje se utjecaj mjeritelja svodi na što je moguću manju mjeru ili da njegova subjektivnost što manje utječe na rezultat mjerena, direktno se utječe i na smanjenje mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoče etalonskog tvrdomjera.

Iz rezultata postignutih uvrštavanjem stvarne vrijednosti sile u izraz za izračunavanje tvrdoče (zaključak pod b) te postignutog rezultata smanjenja maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera primjenom sustava očitanja CCD-LFSB (zaključak pod d) proizlazi da razdvajanjem sustava opterećivanja i sustava očitanja veličine otiska te smanjenjem njihovih pojedinačnih mjernih nesigurnosti mjerena moguće je postići bolju mjeru sposobnost etalonskog tvrdomjera. Ovim je potvrđena osnovna hipoteza rada: *Razdvajanje sustava za opterećivanje i sustava za očitanje veličine otiska kao zasebnih cjelina te*

*smanjenje mjernih nesigurnosti mjerena fizikalnih veličine za koje su primarno namijenjene, moguće je postići bolju mjeru sposobnost etalonskog tvrdomjera te utvrditi opravdanost usavršavanja pojedinog sustava kako bi u konačnici etalonski tvrdomjer postigao manju mjeru nesigurnost mjerena tvrdoče.*

- e) Etalonski tvrdomjer sastavljen od sustava za opterećivanje 5030TKV i sustava za očitanje veličine otiska CCD-LFSB postiže mjeru nesigurnost:
- za metodu HV10:  $U_{HTM}=1,0 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,006448 \cdot HV - 0,173055$  uz  $k=2$ ,  $P=95\%$ ;
  - za metodu HV30:  $U_{HTM}=-1,0 \cdot 10^{-7} \cdot HV^2 + 0,006471 \cdot HV - 0,022536$  uz  $k=2$ ,  $P=95\%$ .

Dodajući ovoj proširenoj mjerenoj nesigurnosti i odstupanje pri indirektnom umjeravanju, proizlazi da je maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera u granicama do  $\pm 1\%$  HV. Stoga se ovu vrijednost može proglašiti mjerom sposobnošću etalonskog tvrdomjera. Ovo je potvrđeno kroz interlaboratorijska usporedna mjerena s međunarodno priznatim akreditiranim laboratorijima čija je mjerena sposobnost bolja ili jednaka.

- f) Kvaliteta etalonskih pločica za provođenje indirektnog umjeravanja etalonskih tvrdomjera praktično utvrđuje mjeru nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Svaka nečistoća ili nehomogenost materijala dovodi do porasta nesigurnosti izmjerene tvrdoče. Bez primjene primarnih etalonskih pločica nije moguće postići mjeru nesigurnost  $\pm 1\%$  HV etalonskog tvrdomjera. Istraživanja referentnih materijala, te izrada iz njih primarnih etalonskih pločica, od presudne je važnosti za snižavanje mjerne nesigurnosti mjerena tvrdoče. Jedna od metoda koja ima perspektivu u budućim istraživanjima etalonskih pločica je scanning elektronska mikroskopija. Njen značaj će biti u istraživanjima kako ispitne površine etalonske pločice tako i same površine otiska. Osim toga ova metoda ima i primjenu pri istraživanju površine indentora odnosno utvrđivanje utjecaja promjene stanja površine stranica indentora na rezultate mjerena tvrdoče.

Istraživanja te postignuti rezultati u ovom radu su pokazali da sadašnji model umjeravanja te procjene i proračuna mjerih nesigurnosti, opisan u normi EN ISO 6507-3, neadekvatno procjenjuje ili čak potpuno zanemaruje pojedine utjecaje na mjerjenje tvrdoče etalonskim tvrdomjerom. Izrada novog dijela ove norme koji bi se odnosio samo na definiranje postupka umjeravanja etalonskih tvrdomjera i uvođenjem novih modela umjeravanja te procjene i proračuna mjerih nesigurnosti, dovelo bi do kvalitetnijeg načina utvrđivanja mjerne sposobnosti etalonskih tvrdomjera a time i do boljeg ostvarivanja mjerne sljedivosti mjerena tvrdoče. U ovom smislu je i doprinos ovog rada koji na temelju eksperimentalnih istraživanja i znanstvenih prosudbi donosi procjenu pojedinih utjecaja na mjeru nesigurnost etalonskih tvrdomjera. Stoga se znanstveni doprinos ovog rada može okarakterizirati kao:

- Doprinos u poboljšanju mjerih sposobnosti etalonskog uređaja za tvrdoču odnosno snižavanje postignutih vrijednosti mjerne nesigurnosti.

- Novi pristup konstrukcijskim rješenjima pri izradi sustava za opterećivanje kako bi se smanjio udio njegove mjerne nesigurnosti na proširenu mjeru nesigurnost etalonskog uređaja.
- Opravdanost razdvajanja sustava za opterećivanje i sustava za određivanje veličine otiska te primjena novih uređaja za mjerjenje duljine pri određivanju veličine otiska.
- Izrada novog matematičkog modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera.

Dobiveni rezultati i doneseni zaključci bit će svakako predmet dalnjih usporednih mjerena i potvrđivanja kroz interkomparacijska mjerena u suradnji s europskim i svjetskim nacionalnim institutima a sve u cilju njihove valorizacija te uvođenja pojedinih postupaka u norme, upute ili vodiče za utvrđivanje mjerne nesigurnosti etalonskih tvrdomjera. Rezultati ovog rada doprinijeti će uspostavi međunarodnog etalona za mjerno područje tvrdoće po metodi Vickers u Hrvatskoj.

## LITERATURA

- [1] Međunarodni rječnik osnovnih i općih naziva u metrologiji, Državni zavod za normizaciju i mjeriteljstvo, Grafok, Zagreb, 1993.
- [2] BIMP/IEC/IFCC/ISO/IUPAP/OIML (1995) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, International Organisation for Standardisation (Geneva, Switzerland)
- [3] [http://calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness\\_ad\\_htm](http://calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness_ad_htm)
- [4] M. Franz: Mehanička svojstva materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje – Zagreb, 1998.
- [5] Grupa autora iz Zwick-a : Novi trendovi u razvoju opreme za ispitivanje materijala, ZAG-Seminar, Ljubljana, 2006.
- [6] R.S. Figliola, D.E. Beasley: Theory and design for mechanical measurements, John Wiley & Sons, New York, 1991.
- [7] ASTM E 74 – 95: Standard Practice of Calibration of Force-Measuring Instruments for Verifying the Force Indication of Testing Machines
- [8] A. Sawla, M. Peters: EC – Intercomparison of Force Transducer Calibration, Brussels, Commission of the European Communities, Bureau of Reference (1987), EUR 11324 EN
- [9] A. Sawla, M. Peters: WECC – Inter-laboratory Comparison F2 Force Transducer Calibration, Braunschweig, PTB-Bericht PTB-MA-28, 1993.
- [10] Biserka Runje: Istraživanje mjernih nesigurnosti u postupcima umjeravanja etalona duljine, Doktorska disertacija, Zagreb, 2002.
- [11] Konrad Hermann und 4 Mitautoren: Härtprüfung an Metallen und Kunststoffen, Grundlagen zu modernen Verfahren, 2007.
- [12] [www.ptb.de](http://www.ptb.de): PTB-Arbeitsgruppe 5.12 Härtmesstechnik
- [13] <http://wwwmineralTown.com> homepage
- [14] [http://en.wikipedia.org/wiki/Hardness\\_\(materials\\_science\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Hardness_(materials_science))
- [15] DIN EN ISO 6507-1: Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method (ISO 6507-1:2005)
- [16] EA 10-16, Guidelines on the Estimation of Uncertainty in Hardness Measurements, 2001
- [17] Gabauer W., Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials, The Estimation of Uncertainties in Hardness Measurements, Project, No. SMT4-CT97-2165, UNCERT COP 14: 2000
- [18] EA-4/07 (rev.01): Traceability of Measuring and Test Equipment to National Standards (previously EAL-G12), November 1995
- [19] OIML SP 19/SR 4: Compte-rendu de la comparaison internationale des échelles de dureté BIML, 1984
- [20] DIN EN ISO 6507-3: Metallic materials - Vickers hardness test - Part 3: Calibration of reference blocks (ISO 6507-3:2005)
- [21] DIN EN ISO 376 Metallic materials - Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines (ISO 376:2004)

- [22] DIN EN ISO 6507-2 Metallic materials - Vickers hardness test - Part 2: Verification and calibration of testing machines (ISO 6507-2:2005)
- [23] EA/4-02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, December 1999
- [24] M. Vuković: Mjerna nesigurnost, Glasilo DZNM, 7-8/1999.
- [25] Dieter Dengel: Genauigkeit von Werkstoffprüfergebnissen, Materialprüfung 39 - 1997. str. 190
- [26] Z. Godec: Iskazivanje mjernog rezultata, Graphis – Zagreb, 1995.
- [27] M. Breznišćak: Iskazivanje mjerne nesigurnosti, str. 22 Mjeriteljski vjesnik 8 – 1990.
- [28] Povjerenstvo za izobrazbu: Stručna sposobljenost laboratorijskih, 2 izdanje, HMD, Zagreb, 1998.
- [29] EAL – G12: Traceability of measurements, 1991.
- [30] EUROMET project 673: Metrology – in short, 2<sup>nd</sup> edition, December 2003.
- [31] DKD-4: Rückführung von Meß- und Prüfmitteln auf nationale Normale; Herausgegeben von der Physikalisch - Technischen Bundesanstalt, Braunschweig 1998.
- [32] M. Vuković: Određivanje najveće mjerne sposobnosti mjeriteljskih laboratorijskih, Glasilo DZNM, 11-12/1998.
- [33] OIML R 10:Verification and calibration of 'Vickers' hardness standardized blocks, Bureau International de Métrologie Légale Edition 1974 (E), Paris - France
- [34] Ratiu M., Prexl R.: Betrachtung zur Normalisierung der optischen Auswertung der Vickers- und Brinell-Prüfeindrücke. VDI-Berichte Nr. 100, 1967, 137-139
- [35] Meyer K., Rossow E.: Einfluss der Wirkungsweise der optischen Messeinrichtung auf das Auswerten von Vickers- und Knoop- Prüfeindrücken. VDI-Berichte Nr. 160, 1972, 45-50
- [36] Barbato G., Desogus S.: Problems in the measurement of Vickers and Brinell indentations, Measurement 4, 1986, 137-147
- [37] Barbato G., Petik F.: Comparison between the hardness scales maintained at the IMGC, Torino and the OMH, Budapest; Bulletin OIML No.82, Mars 1981, 12-21
- [38] OIML :Hardness Standard Equipment, Bureau International de Métrologie Légale, Edition 1989, Paris - France
- [39] Petik F.: Statement of uncertainties at hardness testing, VDI-Berichte Nr. 583, 1986, 41-62
- [40] Marriner R.S.: Developments in hardness testing, Laboratory Methods, LXXVI, 1967, 37-42
- [41] Yano H.: Personal differences in visual judgement in precision measurement, Proceedings ISMET 1978, Tokyo
- [42] Petik F., Čutka B., Hadjinski I., Kersten W., Mikoszewski J.: Vergleichsmessungen zwecks Vereinheitlichung der Härtebecugskalen von fünf Ländern. Vorträge vom V. Kongress fünf Materialprüfung, Budapest 1970, Bd.I, 163-168
- [43] Petik F., Kovasc G.: Experiments to ensure the reproducibility and conformity of national hardness scales. ACTA IMEKO 1967, Vol. I, 369-379

- [44] Wood J.G., Mariner R.S.: The Measurement of Vickers hardness indentations, Laboratory Methods LXXIII – 1966, 297-300
- [45] Hida N and Yamamoto K. On the determination of absolute values of diagonal length of Vickers indentation. Bulletin of NRLM, No 25, Tokyo, Japan, 1970.
- [46] Yamamoto H, Yamamoto T, and Minagawa T, Effects of the hardness test conditions (Importance of rigidity of indenter). Proc. XIV IMEKO World Congress, Tampere, Finland. 1-6 June 1997, pp 252 – 257.
- [47] Barbato G and Desogus S. Problems in the measurement of Vickers and Brinell indentations. Measurement, No4, Oct-Dec 1986, pp137-147.
- [48] Stanbury G C and Davis F A, The uncertainty evaluation of NPL's hardness facility. Proc. XVI IMEKO World Congress, Vienna, Austria. 25-28 September 2000, viii, pp331-336.
- [49] Quinzhong L, Peixian Z, yuhong L, Huicai Z, and Huaxing Z. Development of hardness measurement in China. HARDMEKO '98, Beijing, China, 21-23 Sept 1998, pp 7-16.
- [50] Bassett D C. The effect of ultrasonic cleaning on the hardness of metal surfaces. NPL report MOM 42, January 1984.
- [51] Alar Ž.: Procjenjivanje nesigurnosti rezultata mjerjenja sile, Magistarski rad, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2001.
- [52] EA/LC(04)36 Draft: Guideline to the evaluation of the uncertainty of the Brinell and the Vickers measuring method, 2004.
- [53] A. Sawla: Uncertainty of measurement in the verification and calibration of the force-measuring systems of testing machines, PTB, Braunschweig 1999.
- [54] DIN EN ISO 7500-1: Metallic materials – Verification of static uniaxial testing machines – Verification and calibration of the force measuring system, 2004.
- [55] Petik F. Factors influencing hardness measurement. OIML P 11, Paris 1983.
- [56] Laurence Brice, Francis Davis, and Andrew Crawshaw: Uncertainty in hardness measurement NPL Report CMAM 87, April 2003

**ŽIVOTOPIS / BIOGRAPHY**

Željko Alar rođen je 30.09.1966. godine u Udbini. Osnovnu školu je pohađao u Podlapači, malom mjestu dvadesetak kilometara udaljenom od Udbine. Srednjoškolsko obrazovanje nastavlja u Zagrebu, gdje u OC "Nikola Tesla" 1985. godine brani maturalnu radnju. Iste godine polože klasifikacijski ispit te se upisuje na Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Diplomirao 1993. godine na smjeru Proizvodno strojarstvo odsjek Materijali, a tema rada je bila "Korelacija kemijskog sastava i strukture željezničkih kočnih papuča". Time je stekao stručno zvanje diplomirani inženjer strojarstva.

Nakon obrane diplomskog rada, početkom 1994. godine, zaposlio se na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu kao mlađi asistent pri Zavodu za materijale. Magistrirao je 2001. godine a naslov rada je bio: Procjenjivanje nesigurnosti rezultata mjerenja sile. Trenutno obavlja poslove asistena na istom Zavodu a ujedno je i Voditelj Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava materijala.

Sudjeluje na više znanstvenih projekata u okviru kojih je objavio petnaestak radova u znanstvenim časopisima te međunarodnim i domaćim znanstvenim skupovima. Osim nastavnog i znanstvenog rada na području materijala, sudjeluje i na području umjeravanja opreme za mjerenje sile u R. Hrvatskoj, te ispitivanja mehaničkih svojstava materijala. Koautor je nekoliko stručnih studija i ekspertiza na području ispitivanja materijala.

Član je Hrvatskog društva za materijale i tribologiju (HDMT) i udruge Hrvatski laboratorijski (CROLAB) gdje je potpredsjednik sekcije KUL (Klub umjernih laboratorijskih). Služi se njemačkim jezikom. Oženjen i otac je dva sina.

*Mr. Željko Alar was born on 30 September 1966 in Udbina. He completed primary school in Podlapača, a small town about twenty kilometers from Udbina. In 1985 he completed the secondary school of OC "Nikola Tesla" in Zagreb. In the same year he began to study at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb. Mr. Alar graduated at the Department of Production Engineering – Materials in 1993. The thesis of his graduate was "Correlation of the Chemical Composition and Structure of Railway Brake Pedals".*

*He began to work at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in Zagreb as a junior assistant at the Department for Materials in 1994. He received his Master's degree in 2001 and the thesis of his dissertation was „Estimating Uncertainty Results of Measurements of Force". He currently works as an assistant at the Department for Materials and is chief of the Laboratory for Testing Mechanical Properties of Materials.*

*He has participated in several scientific projects and has published 15 articles in scientific journals on foreign and domestic scientific conferences. Apart from teaching activities he is also involved in scientific activities in the field of uncertainty of measurement of force. He actively participates in testing and calibration of standards of force and hardness. He is the co-author of several professional studies in the field of materials testing.*

*He is a member of the Croatian Society for Materials and Tribology (HDMT) and the Croatian Association of Laboratories (CROLAB) where he is vice president of section KUL (Calibration laboratories club).*

*He speaks German.*

*He is married and has two sons.*

## POPIS PRILOGA

### Prilog 1: Rezultati ispitivanja sila opterećivanja

- Tablica P-1.1: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1
- Tablica P-1.2: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1
- Tablica P-1.3: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3
- Tablica P-1.4: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3
- Tablica P-1.5: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5
- Tablica P-1.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5
- Tablica P-1.7: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20
- Tablica P-1.8: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20
- Tablica P-1.9: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30
- Tablica P-1.10: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30
- Tablica P-1.11: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50
- Tablica P-1.12: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

### Prilog 2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja

- Tablica P-2.1: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici 808,8 HV50
- Tablica P-2.2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici WERKO-V252724

### Prilog 3: Rezultati indirektnog umjeravanja primarnim etalonskim pločicama

- Tablica P-3.1: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.2: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.3: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN60150G
- Tablica P-3.4: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.5: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G
- Tablica P-3.6: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G
- Tablica P-3.7: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G
- Tablica P-3.8: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G
- Tablica P-3.9: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

Tablica P-3.10: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

**Prilog 4:** Rezultati ispitivanja etalonskih pločica

Tablica P-4.1: Rezultati ispitivanja hraptavosti, planparalelnosti i ravnoće etalonskih pločica za interkomparacijsku provjeru

**Prilog 5:** Rezultati interkomparacijskih mjerena

Tablica P-5.1: Rezultati interkomparacijskih mjerena u INDENTEC-u

Tablica P-5.2: Rezultati interkomparacijskih mjerena u PTB-u

Tablica P-5.3: Rezultati interkomparacijskih mjerena na FSB-u (5030TKV i CCD-LFSB)

Tablica P-1.1: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V			Odstupanje $q$ , %	Ponovljivost $b$ , %
								$X_{sr}$	$X_{max}$	$X_{min}$	$q_s$	
Poz. 1	9,807	0,19621	0,00000	0,19638	0,19639	0,19638	0,19640	0,19638	0,19639	0,19638	0,087	0,091
Poz. 2	9,807	0,19621	0,00000	0,19641	0,19640	0,19649	0,19640	0,19640	0,19642	0,19642	0,097	0,107
Poz. 3	9,807	0,19621	0,00000	0,19641	0,19640	0,19649	0,19649	0,19646	0,19646	0,19646	0,128	0,105
Poz. 4	9,807	0,19621	0,00000	0,19649	0,19641	0,19648	0,19644	0,19644	0,19642	0,19642	0,041	0,108

Tablica P-1.2: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijednost $X_{sr}$ , mV/V	$\alpha$			$a_t$			$a_s$			$a_e$			$a_{od}$			$u_{PTB}$ , %			$u_c$ , %			$U_F$ , %		
				$s(x)$ , %	$u(1b)$ , %	$u_t$ , %	$a_t$ , %	$a_s$ , %	$a_e$ , %	$a_{od}$ , %	$u_{PTB}$ , %	$u_c$ , %	$U_F$ , %														
Poz. 1	9,807	0,19621	0,19639	3,742E-06	0,0019	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243	0,049											
Poz. 2	9,807	0,19621	0,19642	1,761E-05	0,0090	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0259	0,052											
Poz. 3	9,807	0,19621	0,19642	1,122E-05	0,0057	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0249	0,050											
Poz. 4	9,807	0,19621	0,19642	3,597E-05	0,0183	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0304	0,061											

Tablica P-1.3: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Druge mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V	Odstupanje $q$ , %	Ponovljivost $b$ , %
Poz. 1	29,42	0,58861	0,00000 0,58879 0,00003	0,00000 0,58887 0,00003	0,00000 0,58882 0,00003	0,00000 0,58884 0,00001	0,00000 0,58884 0,00001	0,58887 0,58884 0,00000	0,044 0,031 0,037	0,014
Poz. 2	29,42	0,58861	0,00000 0,58884 0,00001	0,00000 0,58884 0,00002	0,00000 0,58885 0,00001	0,00000 0,58884 0,00001	0,00000 0,58882 0,00000	0,58882 0,58884 0,00000	0,041 0,036 0,039	0,005
Poz. 3	29,42	0,58861	0,00000 0,58879 0,00000	0,00000 0,58874 0,00000	0,00000 0,58882 0,00001	0,00000 0,58887 0,00000	0,00000 0,58890 0,00000	0,58874 0,58882 0,00000	0,049 0,022 0,037	0,027
Poz. 4	29,42	0,58861	0,00000 0,58885 -0,00001	0,00000 0,58886 0,00001	0,00000 0,58881 0,00000	0,00000 0,58884 0,00000	0,00000 0,58889 0,00000	0,58881 0,58885 0,00000	0,048 0,034 0,041	0,014

Tablica P-1.4: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijednost $X_{sr}$ , mV/V	$s(x)$ , %	$u(b)$ , %	$\alpha$ , %	$a_t$ , %	$a_s$ , %	$u_s$ , %	$a_e$ , %	$u_e$ , %	$u_{PTB}$ , %	$u_c$ , %	$U_F$ , %	
Poz. 1	29,42	0,58861	0,58883	1,32E-05	0,0022	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0244
Poz. 2	29,42	0,58861	0,58884	4,9E-06	0,0008	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243
Poz. 3	29,42	0,58861	0,58882	2,84E-05	0,0048	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0247
Poz. 4	29,42	0,58861	0,58885	1,3E-05	0,0022	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243

Tablica P-1.5: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V		Odstupanje $q$ , %		Ponovljivost $b$ , %
								$X_{max}$	$X_{min}$	$X_{sr}$	$q_{min}$	
Poz. 1	49,03	0,98094	0,98149	0,98151	0,98145	0,98144	0,98149	0,98151	0,98144	0,981476	0,058	0,051
Poz. 2	49,03	0,98094	0,98139	0,98230	0,98116	0,98221	0,98153	0,98230	0,98116	0,981718	0,139	0,022
Poz. 3	49,03	0,98094	0,98061	0,98153	0,98089	0,98131	0,98095	0,98153	0,98081	0,981098	0,060	-0,013
Poz. 4	49,03	0,98094	0,98129	0,98114	0,98116	0,98163	0,98073	0,98163	0,98073	0,98119	0,070	-0,021

Tablica P-1.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijedost $X_{sr}$ , mV/V	Sekundarni faktori				Sekundarni faktori				$U_F$ , %
				$s(x)$ , %	$u(b)$ , %	$\alpha$	$a_t$ , %	$u_s$ , %	$a_e$ , %	$u_{od}$ , %	$u_{PTB}$ , %	
Poz. 1	49,03	0,98094	0,981476	1,33E-05	0,0014	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058
Poz. 2	49,03	0,98094	0,981718	0,000227	0,0232	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058
Poz. 3	49,03	0,98094	0,981098	0,000138	0,0140	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058
Poz. 4	49,03	0,98094	0,98119	0,000145	0,0147	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058

Tablica P-1.7: Umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV20

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REN}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V	Odstupanje $q$ , %	Ponovljivost $b$ , %	
								$X_{\min}$	$X_{\max}$	$q_{\min}$	$q_{\max}$
Poz. 1	196,1	0,80003	0,00000 0,80017 0,00003	0,00000 0,80037 0,00002	0,00000 0,80032 0,00003	0,00000 0,80033 0,00001	0,00000 0,80031 0,00000	0,80037	0,80017	0,043	0,018
Poz. 2	196,1	0,80003	0,00000 0,80033	0,00000 0,80047	0,00000 0,80058	0,00000 0,80052	0,00000 0,80033	0,80058	0,80033	0,069	0,038
Poz. 3	196,1	0,80003	0,00000 0,80058	0,00000 0,80052	0,00000 0,80041	0,00000 0,80051	0,00000 0,80068	0,80041	0,80054	0,081	0,048
Poz. 4	196,1	0,80003	0,00000 0,80047 0,00003	0,00000 0,80029 0,00004	0,00000 0,80074 0,00003	0,00000 0,80057 0,00002	0,00000 0,80039	0,80074	0,80029	0,089	0,033

Tablica P-1.8: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV20

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijednost $X_{SR}$ , mV/V	$\bar{u}(X)$ , %	$\bar{u}(b)$ , %	$\bar{a}_t$ , %	$\bar{u}_t$ , %	$\bar{a}_s$ , %	$\bar{u}_s$ , %	$\bar{a}_e$ , %	$\bar{u}_e$ , %	$u_{PTB}$ , %	$u_e$ , %	$U_F$ , %	
Poz. 1	196,1	0,80003	0,80030	3,41E-05	0,0043	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0246
Poz. 2	196,1	0,80003	0,80045	5,05E-05	0,0063	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0251
Poz. 3	196,1	0,80003	0,80054	4,44E-05	0,0055	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0249
Poz. 4	196,1	0,80003	0,80049	7,72E-05	0,0096	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0261

Tablica P-1.9: Umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV30

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Druge mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V	Odstupanje $q$ , %	Ponovljivost $b$ , %		
								$X_{min}$	$X_{sr}$	$q_{max}$	$q_{min}$	$q_s$
Poz. 1	294,2	1,20032	0,00000 1,20140 0,00006	0,00000 1,20135 0,00004	0,00000 1,20132 0,00003	0,00000 1,20134 0,00004	0,00000 1,20136 0,00004	0,00000 1,20132 0,00004	0,00000 1,20138 0,0083	0,0088 0,0083 0,008	0,015	
Poz. 2	294,2	1,20032	0,00000 1,20128 0,00002	0,00000 1,20114 0,00001	0,00000 1,20132 0,00001	0,00000 1,20134 0,00003	0,00000 1,20136 0,00004	0,00000 1,20136 0,00003	0,00000 1,20129 0,0087	0,0088 0,0081 0,0081	0,018	
Poz. 3	294,2	1,20032	0,00000 1,20124 0,00004	0,00000 1,20121 0,00003	0,00000 1,20119 0,00003	0,00000 1,20114 0,00004	0,00000 1,20134 0,00004	0,00000 1,20122 0,0085	0,0088 0,0081 0,0081	0,017		
Poz. 4	294,2	1,20032	0,00000 1,20127 0,00004	0,00000 1,20103 0,00003	0,00000 1,20049 0,00004	0,00000 1,20072 0,00004	0,00000 1,20079 0,00004	0,00000 1,20049 0,00004	0,00000 1,20086 0,014	0,0088 0,0079 0,0045	0,016	

Tablica P-1.10: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV30

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Srednja vrijednost $X_{sr}$ , mV/V	$s(\bar{x})$ , %	$\bar{u}(b)$ , %	$\bar{\alpha}$ , %	$a_t$ , %	$a_s$ , %	$a_e$ , %	$u_{dod}$ , %	$u_{PTB}$ , %	$u_c$ , %	$U_F$ , %			
Poz. 1	294,2	1,20032	1,20138	3,3E-05	0,0027	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0244	0,0488
Poz. 2	294,2	1,20032	1,20129	3,93E-05	0,0033	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0245	0,0489
Poz. 3	294,2	1,20032	1,20122	3,33E-05	0,0028	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0244	0,0488
Poz. 4	294,2	1,20032	1,20086	0,000134	0,0111	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0267	0,0534

Tablica P-1.11: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F$ , N	Referentna vrijednost $X_{REF}$ , mV/V	Prvo mjerjenje $X_1$ , mV/V	Drugo mjerjenje $X_2$ , mV/V	Treće mjerjenje $X_3$ , mV/V	Četvrto mjerjenje $X_4$ , mV/V	Peto mjerjenje $X_5$ , mV/V	Sile $X$ , mV/V		Odstupanje $q$ , %		Ponovljivost $b$ , %
								$X_{mn}$	$X_{sr}$	$q_{mn}$	$q_{sr}$	
Poz. 1	490,3	0,19628	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,19637	0,19629	0,044	0,003	0,013
Poz. 2	490,3	0,19628	0,00007	0,0004	0,00003	0,00002	0,00002	0,19630	0,19631	0,044	0,003	0,013
Poz. 3	490,3	0,19628	0,00005	0,00002	0,00001	0,00001	0,00000	0,19645	0,19644	0,196462	0,100	0,079
Poz. 4	490,3	0,19628	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,19648	0,19644	0,196402	0,084	0,033
Poz. 1	490,3	0,19635	0,00002	0,0001	0,00001	0,00001	0,00001	0,19640	0,19641	0,19635	0,084	0,060
Poz. 2	490,3	0,19627	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,19633	0,19636	0,19627	0,039	-0,007
Poz. 3	490,3	0,19628	0,00001	0,00003	0,00006	0,00007	0,00004	0,19636	0,19632	0,196312	0,014	0,046
Poz. 1	490,3	2,00032	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	2,00091	2,00023	2,00058	0,029	-0,005
Poz. 2	490,3	2,00032	0,00013	0,00005	0,00003	0,00005	0,00007	2,00036	2,00040	2,00072	2,00044	0,020
Poz. 3	490,3	2,00032	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	2,00051	2,00040	2,00002	-0,006	0,006
Poz. 4	490,3	2,00032	0,00007	0,00009	0,00004	0,00004	0,00004	2,00004	2,000021	2,000044	0,020	0,025
Poz. 1	490,3	2,00063	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	2,00031	2,00078	2,00087	2,00069	0,027
Poz. 2	490,3	2,00032	0,00003	0,00004	0,00003	0,00005	0,00005	2,00002	2,00000	2,00002	-0,001	0,018
Poz. 3	490,3	2,00032	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	2,00018	2,00006	2,000077	2,000039	0,022
Poz. 4	490,3	2,00032	0,00031	2,00041	2,00077	2,00029	2,00006	2,00006	2,00006	2,00006	0,003	0,029

Tablica P-1.12: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje $F, N$	Referentna vrijednost $X_{REF}, mV/V$	Srednja vrijednost $\bar{X}_{SI}, mV/V$	$s(\bar{x}), \%$	$u^{(b)}, \%$	$a_t, {}^\circ C$	$u_t, \%$	$a_s, \%$	$u_s, \%$	$a_e, \%$	$u_e, \%$	$u_{PTB}, \%$	$u_c, \%$	$U_F, \%$		
Poz. 1	490,3	0,19628	0,19631	1,516E-05	0,0077	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0468	0,094
Poz. 2	490,3	0,19628	0,196462	8,00E-06	0,0041	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0464	0,093
Poz. 3	490,3	0,19628	0,196402	1,594E-05	0,0081	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0469	0,094
Poz. 4	490,3	0,19628	0,196312	1,655E-05	0,0084	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0469	0,094
Poz. 1	490,3	2,00032	2,00058	1,309E-04	0,0065	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,015	0,0184	0,037
Poz. 2	490,3	2,00032	2,00044	8,446E-05	0,0042	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,015	0,0177	0,035
Poz. 3	490,3	2,00032	2,00069	1,043E-04	0,0052	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,015	0,0179	0,036
Poz. 4	490,3	2,00032	2,00039	1,013E-04	0,0051	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,015	0,0179	0,036

Tablica P-2.1: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici 808,8 HV50

Etalonska pločica 808,8HV50	Mjerni niz	$F_z$ mV/V	N	$F_x$ mV/V	N	$F_y$ mV/V	N	$b_z$ %	$b_x$ %	$b_y$ %
Serija 1	1.1	0,19638	490,5391	0,00060	1,499	-0,00110	-2,748	0,041	11,559	-29,702
	1.2	0,19642	490,6390	0,00060	1,499	-0,00098	-2,448			
	1.3	0,19640	490,5890	0,00064	1,599	-0,00086	-2,149			
	1.4	0,19643	490,6640	0,00062	1,549	-0,00095	-2,373			
	1.5	0,19646	490,7389	0,00057	1,424	-0,00082	-2,049			
Serija 2	2.1	0,19642	490,6390	0,00078	1,949	-0,00086	-2,149	0,036	15,286	-34,539
	2.2	0,19642	490,6390	0,00067	1,674	-0,00064	-1,599			
	2.3	0,19645	490,7139	0,00069	1,724	-0,00092	-2,298			
	2.4	0,19647	490,7639	0,00072	1,799	-0,00075	-1,874			
	2.5	0,19640	490,5890	0,00074	1,849	-0,00088	-2,199			
Serija 3	3.1	0,19648	490,7888	0,00043	1,074	-0,00086	-2,149	0,031	12,072	-21,755
	3.2	0,19650	490,8388	0,00038	0,959	-0,00098	-2,448			
	3.3	0,19646	490,7389	0,00040	0,999	-0,00090	-2,249			
	3.4	0,19644	490,6889	0,00038	0,954	-0,00079	-1,974			
	3.5	0,19646	490,7389	0,00039	0,984	-0,00083	-2,074			

Tablica P-2.2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici WERKO-V252724

Etalonska pločica 808,8HV50	Mjerni niz	$F_z$ mV/V	N	$F_x$ mV/V	N	$F_y$ mV/V	N	$b_z$ %	$b_x$ %	$b_y$ %
Serija 1	1.1	0,19607	489,7649	0,00125	3,123	0,00315	7,870	0,036	18,210	8,087
	1.2	0,19604	489,6900	0,00120	2,998	0,00339	8,469			
	1.3	0,19605	489,7149	0,00104	2,598	0,00342	8,544			
	1.4	0,19600	489,5901	0,00109	2,723	0,00339	8,469			
	1.5	0,19604	489,6900	0,00119	2,973	0,00333	8,320			
Serija 2	2.1	0,19605	489,7149	0,00128	3,196	0,00324	8,095	0,036	28,938	7,134
	2.2	0,19599	489,5651	0,00112	2,798	0,00310	7,745			
	2.3	0,19604	489,6900	0,00114	2,848	0,00316	7,895			
	2.4	0,19598	489,5401	0,00096	2,398	0,00333	8,320			
	2.5	0,19603	489,6650	0,00102	2,548	0,00330	8,245			
Serija 3	3.1	0,19604	489,6900	0,00104	2,598	0,00351	8,769	0,026	19,505	6,194
	3.2	0,19599	489,5651	0,00117	2,923	0,00331	8,270			
	3.3	0,19604	489,6900	0,00127	3,173	0,00330	8,245			
	3.4	0,19600	489,5901	0,00123	3,073	0,00346	8,644			
	3.5	0,19602	489,6400	0,00119	2,973	0,00335	8,370			

Tablica P-3.1: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	$22^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$	Oznaka:	IN45199G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	457,4	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1	0,2014	0,2019	0,20165		456,07
2	0,2014	0,2009	0,20115		458,34
3	0,2017	0,2022	0,20195		454,72
4	0,2027	0,2032	0,20295		450,25
5	0,2017	0,2022	0,20195		454,72
Srednja vrijednost		0,20193			454,82
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$			2,95
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjen a vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	457,4HV10	1,3722	Normalna	1	1,3722
$U_{CRM-1}$	0 HV	1,505858	Normalna	1	1,505858
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	4543,185	0,13115
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					2,04HV
Proširena merna nesigurnost					4,08HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $b$		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
454,82	4,08	HV	HV	HV	
					6,67
<b>Korekcija sile</b>					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	$HVs_r$
456,22	458,50	454,87	450,40	454,87	454,97
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$b$		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
454,97	4,08	2,43		6,51	

Tablica P-3.2: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ±0,5 °C	Oznaka:	IN45199G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	457,4	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1	0,20138	0,20186	0,20162		456,21
2	0,20195	0,20157	0,20176		455,57
3	0,20162	0,20129	0,20146		456,95
4	0,20171	0,20203	0,20187		455,08
5	0,20132	0,20122	0,20127		457,79
Srednja vrijednost		0,201595			456,32
Standardno odstupanje		$s_{xCRM-1}$	0,000239		1,08
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $x_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$
$u_{CRM-P}$	457,4HV10	1,3722	Normalna	1	1,3722
$u_{xCRM-1}$	0 HV	0,55209	Normalna	1	0,55209
$u_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	4543,185	0,13115
$u_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					1,48HV
Proširena merna nesigurnost					2,97HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $ b $		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
456,32	2,97	HV	HV	HV	
<b>Korekcija sile</b>					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	$HVs_r$
456,36	455,73	457,11	455,23	457,95	456,48
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$ b $		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
456,48	2,97	0,92		3,89	

Tablica P-3.3: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN60150G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>								
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer				
Temperatura:	22±0,5 °C	Oznaka:	IN60150G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258			
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	807,9	Rezolucija:	0,000 1 mm			
<b>Rezultati mjerena</b>								
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10			
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm				
1	0,1521	0,1520	0,15205	802,15				
2	0,1523	0,1526	0,15245	797,94				
3	0,1520	0,1524	0,15220	800,57				
4	0,1526	0,1524	0,15250	797,42				
5	0,1521	0,1527	0,15240	798,47				
Srednja vrijednost		0,15232			799,31			
Standardno odstupanje		$S_{xCRM-1}$			1,99			
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>								
Veličina $X_i$	Procijenjen a vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$			
$U_{CRM-P}$	807,9HV10	2,4237	Normalna	1	2,4237			
$U_{xCRM-1}$	0 HV	1,012585	Normalna	1	1,012585			
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	10664,8	0,307866			
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0			
Kombinirana merna nesigurnost					3,25HV			
Proširena merna nesigurnost					<b>6,49HV</b>			
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>								
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$ HV					
799,31	6,49	7,39	13,88					
<b>Korekcija sile</b>								
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10								
1	2	3	4	5	$HVs_r$			
802,42	798,22	800,84	797,69	798,74	$S_{xCRM-1}$			
					1,99			
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>								
$HV$	$U_{HTM}$	$\bar{b}$ HV	$\Delta H_{HTMmax}$ HV					
$HV$	HV	HV	HV					
799,58	6,49	7,12	13,61					

Tablica P-3.4: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN60150G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	807,9	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1	0,15227	0,15145	0,15186		804,16
2	0,15139	0,15168	0,15154		807,61
3	0,15206	0,15187	0,15197		803,05
4	0,15107	0,15154	0,15131		810,07
5	0,15132	0,15206	0,15169		805,96
Srednja vrijednost		0,151671			806,17
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$		0,000262	2,79
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $x_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	807,9HV10	2,4237	Normalna	1	2,4237
$U_{xCRM-1}$	0 HV	1,421967	Normalna	1	1,421967
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	10664,8	0,307866
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					2,83HV
Proširena merna nesigurnost					5,65HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $ b $		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
806,17	5,65	1,73		7,39	
<b>Korekcija sile</b>					
<b>Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>					
1	2	3	4	5	$HVs_r$
804,43	807,88	803,32	810,34	806,23	806,44
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$ b $		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
806,44	5,65	1,46		7,11	

Tablica P-3.5: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>							
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer			
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28264G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258		
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	275,0	Rezolucija:	0,000 1 mm		
<b>Rezultati mjerena</b>							
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm			
1	0,4499	0,4504	0,45015		274,55		
2	0,4496	0,4492	0,44940		275,47		
3	0,4502	0,4497	0,44995		274,79		
4	0,4506	0,4508	0,45070		273,88		
5	0,4511	0,4509	0,45100		273,51		
Srednja vrijednost		0,45024			274,44		
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$			0,77		
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>							
Veličina $x_i$		Procijenjen a vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$		
$U_{CRM-P}$		275,0HV30	0,825	Normalna	1		
$U_{CRM-1}$		0 HV	0,39155029	Normalna	1		
$U_{ms}$		0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1222,818		
$U_{CRM-D}$		0 HV	0	Trokutna	1		
Kombinirana merna nesigurnost					0,91 HV		
Proširena merna nesigurnost					1,83 HV		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$		Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$			
274,44		HV	HV	HV			
<b>Korekcija sile</b>							
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10							
1	2	3	4	5	$HVs_r$		
274,73	275,65	274,98	274,06	273,70	$s_{CRM-1}$		
					0,77		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
$HV$		$U_{HTM}$	$\bar{b}$	$\Delta H_{HTMmax}$			
$HV$		HV	HV	HV			
274,63		1,83	0,37	2,20			

Tablica P-3.6: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28264G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	275,0	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1	0,44989	0,450018	0,44995		274,79
2	0,44968	0,44942	0,44955		275,28
3	0,45015	0,44986	0,45001		274,73
4	0,45055	0,45061	0,45058		274,03
5	0,45092	0,45061	0,45077		273,80
Srednja vrijednost		0,45017			274,52
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$			0,60
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	275HV30	0,825	Normalna	1	0,825
$U_{xCRM-1}$	0 HV	0,30781520	Normalna	1	0,307815
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1222,818	0,0353
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					0,88 HV
Proširena merna nesigurnost					1,76 HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
274,52	1,76	0,48		2,24	
<b>Korekcija sile</b>					
<b>Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>					
1	2	3	4	5	$HVs_r$
274,97	275,47	274,91	274,21	273,99	274,71
					$s_{CRM-1}$
					0,60
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$\bar{b}$		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
274,71	1,76	0,29		2,05	

Tablica P-3.7: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>							
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer			
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN45197G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258		
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	470,7	Rezolucija:	0,000 1 mm		
<b>Rezultati mjerena</b>							
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm			
1	0,3439	0,3444	0,34415		469,72		
2	0,3464	0,3455	0,34595		464,84		
3	0,3451	0,3445	0,34480		467,95		
4	0,3436	0,3435	0,34355		471,36		
5	0,3443	0,3441	0,34420		469,58		
Srednja vrijednost		0,34453			468,69		
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$			2,47		
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>							
Veličina $X_i$		Procijenjen a vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$		
$U_{CRM-P}$		470,7HV30	1,4121	Normalna	1		
$U_{CRM-1}$		0 HV	1,257418	Normalna	1		
$U_{ms}$		0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	2738,288		
$U_{CRM-D}$		0 HV	0	Trokutna	1		
Kombinirana merna nesigurnost					1,89 HV		
Proširena merna nesigurnost					3,78 HV		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$		Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$			
468,69		HV	HV	HV			
		3,78	2,01	5,79			
<b>Korekcija sile</b>							
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10							
1	2	3	4	5	$HVs_r$		
470,04	465,16	468,27	471,68	469,90	$s_{CRM-1}$		
					2,47		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
$HV$		$U_{HTM}$	$\bar{b}$	$\Delta H_{HTMmax}$			
$HV$		HV	HV	HV			
469,01		3,79	1,69	5,48			

Tablica P-3.8: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN45197G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	470,7	Rezolucija:	0,000 1 mm	
<b>Rezultati mjerena</b>						
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30	
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm		
1	0,34397	0,34457	0,34427		469,39	
2	0,34470	0,34451	0,34461		468,48	
3	0,34472	0,34443	0,34458		468,56	
4	0,34345	0,34392	0,34369		470,99	
5	0,34436	0,34479	0,34458		468,56	
Srednja vrijednost		0,344342			469,20	
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$			1,07	
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>						
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$	
$U_{CRM-P}$	470,7HV30	1,4121	Normalna	1	1,4121	
$U_{xCRM-1}$	0 HV	0,545526	Normalna	1	0,545526	
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	2738,288	0,079048	
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana merna nesigurnost					1,52 HV	
Proširena merna nesigurnost					3,03 HV	
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>						
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$		
HV	HV	HV		HV		
469,20	3,03	1,50		4,53		
<b>Korekcija sile</b>						
<b>Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>						
1	2	3	4	5	$HVs_r$	
469,71	468,80	468,88	471,31	468,88	469,51	1,07
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>						
$HV$	$U_{HTM}$	$\bar{b}$		$\Delta H_{HTMmax}$		
HV	HV	HV		HV		
469,51	3,03	1,19		4,22		

Tablica P-3.9: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>							
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer			
Temperatura:	22±0,5 °C	Oznaka:	IN60127G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258		
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	802,0	Rezolucija:	0,000 1 mm		
<b>Rezultati mjerena</b>							
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm			
1	0,2646	0,2645	0,26455		794,91		
2	0,2643	0,2642	0,26425		796,72		
3	0,2646	0,2649	0,26475		793,71		
4	0,2646	0,2644	0,26450		795,21		
5	0,2644	0,2643	0,26435		796,11		
Srednja vrijednost		0,26448			795,33		
Standardno odstupanje		$S_{xCRM-1}$			1,16		
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>							
Veličina $X_i$		Procijenjen a vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$		
$U_{CRM-P}$		802,0HV30	2,406	Normalna	1		
$U_{xCRM-1}$		0 HV	0,589675	Normalna	1		
$U_{ms}$		0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	6090,1		
$U_{CRM-D}$		0 HV	0	Trokutna	1		
Kombinirana merna nesigurnost					2,99 HV		
Proširena merna nesigurnost					<b>5,97 HV</b>		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
Izmjerena vrijednost tvrdoće $HV$ $HV$		Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\bar{b}$	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$			
795,33		HV	HV	HV			
<b>Korekcija sile</b>							
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10							
1	2	3	4	5	$HVs_r$		
795,45	797,26	794,25	795,75	796,65	$S_{xCRM-1}$		
					1,16		
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>							
$HV$		$U_{HTM}$	$\bar{b}$	$\Delta H_{HTMmax}$			
$HV$		HV	HV	HV			
795,87		6,27	4,83	11,10			

Tablica P-3.10: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV\_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

<b>Mjeriteljski uvjeti</b>					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN60127G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoče	802,0	Rezolucija:	0,000 1 mm
<b>Rezultati mjerena</b>					
Redni broj mjerena		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoče, HV30
		$d_1$ , mm	$d_2$ , mm	$d_{sr}$ , mm	
1	0,26356	0,26384	0,26370		800,04
2	0,26375	0,26411	0,26393		798,65
3	0,26382	0,26355	0,26369		800,14
4	0,26346	0,26449	0,26398		798,38
5	0,26293	0,26345	0,26319		803,15
Srednja vrijednost		0,263696		800,07	
Standardno odstupanje		$s_{CRM-1}$		0,000312	
<b>Procjena i proračun mjerne nesigurnosti</b>					
Veličina $X_i$	Procijenjena vrijednost $x_i$	Standardna merna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, $c$	$u_i (H)$
$U_{CRM-P}$	802,0HV30	2,406	Normalna	1	2,406
$U_{xCRM-1}$	0 HV	0,96582	Normalna	1	0,96582
$U_{ms}$	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	6090,1	0,175806
$U_{CRM-D}$	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana merna nesigurnost					2,60 HV
Proširena merna nesigurnost					5,20 HV
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
Izmjerena vrijednost tvrdoče $HV$	Proširena merna nesigurnost $U_{HTM}$	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $ b $		Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera $\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
800,07	5,20	1,93		7,13	
<b>Korekcija sile</b>					
<b>Izračunate vrijednost tvrdoče s korigiranom vrijednošću sile, HV10</b>					
1	2	3	4	5	$HVs_r$
800,59	799,19	800,68	798,92	803,69	800,61
<b>Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera</b>					
$HV$	$U_{HTM}$	$ b $		$\Delta H_{HTMmax}$	
HV	HV	HV		HV	
800,61	5,20	1,39		6,59	

Tablica P-4.1: Rezultati ispitivanja hraptosti, planparallelnosti i ravnoće etalonskih pločicaza interkomparacijsku provjeru

Oznaka	Hrapavost			Ravnoća		Planparallelnost
	Izmjerena $R_a$ μm	maksimalno dozvoljeno $R_{a\text{-max}}$ μm	ispitna površina nalijegajuća površina	Izmjerena μm	maksimalno dozvoljeno μm	
33P1831	0,003	0,241		0,26		1,26
IN45180G	0,006	0,323		0,54		0,78
IN40220G	0,004	0,151		0,17		0,44
33P1844	0,007	0,096		0,08		0,64
IN60102G	0,003	0,109		0,39		0,33
IN40207G	0,005	0,231		0,66		0,98
IN60115G	0,004	0,167		0,15		0,59
IN40211G	0,009	0,134		0,34		0,76
IN55860C	0,008	0,156		0,11		0,88
33P1825	0,004	0,249		0,22		0,64
IN40291G	0,008	0,177		0,52		0,69
IN60161G	0,007	0,089		0,86		0,58
IN40452G	0,005	0,137		0,31		0,47
IN6087G	0,009	0,233		0,19		0,61

Tablica P-5.1: Rezultati interkomparacijskih mjerjenja u INDENTEC-u

Mjerenjski uvjeti		Sustav za očitanje veličine otiska		Oznaka:		Sustav za opterećivanje	
Temperatura:	22 °C ± 1 °C	Rezolucija:	-	0,000 1 mm	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s	1010TKV
Tlak:	1035 hPa	Mjerna nesigurnost:	± 1 HV	Trajanje opterećivanja:		8 s	
Etalonska pločica	Izračunata vrijednost tvrdoće, HV		Srednja vrijednost HV		Proširena mjerna nesigurnost HV		
	1	2	3	4	5		
HV1-33P1831	204,17	205,44	205,49	210,55	207,67	206,66	3,29
HV1-IN45180G	465,91	456,39	465,10	465,10	457,11	461,92	6,69
HV3-33P1844	205,09	209,39	204,10	204,10	206,34	205,80	3,05
HV3-IN40220G	425,91	424,35	428,83	426,32	427,40	426,56	4,60
HV5-IN40207G	420,04	416,58	414,69	418,94	419,93	418,04	4,81
HV5-IN60102G	796,56	793,69	799,60	793,76	802,50	797,22	8,87
HV10-IN40211G	417,88	413,86	411,91	413,86	416,20	414,74	4,77
HV10-IN60115G	808,70	806,57	809,18	806,57	810,79	808,36	8,29
HV20-33P1825	204,36	203,99	203,50	204,81	205,19	204,37	2,15
HV20-IN55860C	636,88	641,60	641,09	640,08	638,99	639,73	6,68
HV30-IN40291G	419,19	413,47	416,39	417,83	419,62	417,30	4,88
HV30-IN60161G	799,92	801,11	801,08	802,72	802,66	801,50	8,11
HV50-IN40452G	368,83	373,50	371,39	370,78	370,53	371,01	4,09
HV50-IN6087G	806,52	806,50	811,28	808,52	810,41	808,65	8,39

Tablica P-5.2: Rezultati interkomparacijskih mjerenja u PTB-u

Mjeriteljski uvjeti		Sustav za opterećivanje					Sustav za opterećivanje	
Okoliš		Oznaka:	LIBRA 200	Oznaka:	PTB-HT-086	PTB-HT-085		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Rezolucija:	0,000 1 mm <th>Brzina spuštanja indentora:</th> <th>1 mm/s</th> <th></th> <th></th> <th></th>	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s			
Tlak:	1055 hPa	Mjerna nesigurnost:	Vidi tab.: 5.20	Trajanje opterećivanja:	8 s			
Etalonska pločica	Izračunata vrijednost tvrdoće, HV					Srednja vrijednost HV	Proširena mjerna nesigurnost HV	
	1	2	3	4	5			
HV1-33P1831	212,59	206,35	205,31	209,64	216,13	210,00		5,35
HV1-IN45180G	450,36	449,52	453,11	452,55	455,25	452,16		7,52
HV3-33P1844	199,84	206,85	208,37	203,85	201,53	204,09		2,34
HV3-IN40220G	426,78	428,05	427,34	429,87	430,64	428,34		4,02
HV5-IN40207G	418,77	419,62	419,62	418,77	415,97	418,55		4,49
HV5-IN60102G	817,41	814,73	818,11	819,11	818,72	817,62		9,75
HV10-IN40211G	411,45	414,17	410,67	413,20	413,20	412,54		4,16
HV10-IN60115G	807,95	811,16	810,09	809,02	811,70	809,99		9,19
HV20-33P1825	207,48	207,58	208,36	207,77	208,02	207,84		1,58
HV20-IN55860C	636,72	641,49	638,30	638,04	644,71	639,85		6,46
HV30-IN40291G	418,73	417,59	423,60	421,85	420,12	420,38		4,13
HV30-IN60161G	798,83	795,81	794,91	799,44	801,26	798,05		7,31
HV50-IN40452G	370,96	371,85	376,29	371,26	370,52	372,18		3,31
HV50-IN6087G	814,26	813,54	807,55	810,17	808,02	810,71		6,46

Tablica P-5.3: Rezultati interkomparacijskih mjerjenja na FSB-u (5030TKV i CCD-LFSB)

Mjerenjski uvjeti		Sustav za očitajanje veličine otiska			Sustav za opterećivanje		
Okoliš		Oznaka:	CCD-LFSB	Oznaka:	5030TKV		
Temperatura:	21 °C ± 0,5 °C	Rezolucija:	0,000 1 mm <th>Brzina spuštanja indentora:</th> <td>1 mm/s</td> <th data-cs="2" data-kind="parent"></th> <th data-kind="ghost"></th>	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s		
Tisk:	1035 hPa	Mjerna nesigurnost:	±1 HV	Trajanje opterećivanja:	10 s		
Etalonska pločica		Izračunata vrijednost tvrdće, HV		Srednja vrijednost HV		Proširena mjerna nesigurnost HV	
	1	2	3	4	5		
HV1-33P1831	211,24	209,46	206,15	210,41	213,94	210,24	3,57
HV1-IN45180G	464,75	466,96	469,64	468,82	459,79	465,99	6,16
HV3-33P1844	203,83	207,62	204,23	207,11	203,04	205,17	2,94
HV3-IN40220G	432,77	432,26	438,19	438,13	433,27	434,92	5,30
HV5-IN40207G	418,89	419,74	419,74	418,89	416,09	418,67	4,46
HV5-IN60102G	817,65	814,97	818,34	819,34	818,95	817,85	8,37
HV10-IN40211G	412,14	417,97	417,76	418,41	417,74	416,80	3,77
HV10-IN60115G	808,73	805,39	807,17	805,41	810,51	807,44	6,04
HV20-33P1825	207,54	207,64	208,43	207,83	208,08	207,90	2,11
HV20-IN55860C	636,91	641,68	638,49	638,23	644,90	640,04	7,20
HV30-IN40291G	419,81	422,02	423,71	422,97	422,97	422,30	4,50
HV30-IN60161G	800,74	799,13	798,62	800,13	802,17	800,16	8,13
HV50-IN40452G	370,96	371,85	374,02	371,26	370,52	371,72	3,97
HV50-IN6087G	814,26	813,54	809,93	810,17	808,02	811,18	8,54