

INTERNE KALIBRACIJE I MEĐUPROVJERE KALIBRACIJE U INDUSTRIJSKOJ METROLOGIJI

IN-HOUSE CALIBRATIONS AND INTERMEDIATE CHECKS OF CALIBRATION IN INDUSTRIAL METROLOGY

Birman Lošić, Marko Iličić, Mirsad Rebihić
Univerzitet u Zenici
Metalurški institut „Kemal Kapetanović“
Travnička cesta br. 7
72000 Zenica

REZIME

U industrijskoj metrologiji ključni zahtjev za mjerne uređaje je njihova kalibracija i međuprovjere kalibracija u intervalu između kalibracija. Uobičajeno, kalibracije provode akreditovane nacionalne i međunarodne kalibracione laboratorije.

U metrološkoj praksi potpuno je prihvatljiva i interna kalibracija mjernih uređaja. Pri tome se sam postupak kalibracije mora provesti kao i u slučaju akreditovane laboratorije, što podrazumijeva zadovoljenje zahtjeva u pogledu sljedivosti mjerenja i procjene mjerne nesigurnosti.

U dva slučaja iz vlastite prakse, prihvaćena od međunarodnog akreditora, prikazan je postupak interne kalibracije hronometra i mjerača zacrnjenja, procjena mjerne nesigurnosti, sljedivost mjerenja i provođenje međuprovjera kalibracije.

Posebno je razmotrena i diskutovana industrijska metrološka praksa u ovoj oblasti.

Ključne riječi: industrijska metrologija, interna kalibracija, međuprovjere kalibracije, sljedivost mjerenja, procjena mjerne nesigurnosti

SUMMARY

In industrial metrology the key requirement for measuring devices is their calibration and intermediate checks in the period between calibrations. Common practice is that the calibrations are performed by national and international calibration laboratories.

In metrological practice it is fully acceptable in-house calibration of measuring devices. Then the procedure of calibration shall be performed in the same way as in the case of accredited laboratory, which includes compliance with requirements regarding traceability of measurement and estimation of measurement uncertainty.

In two cases based on our own practice, accepted by international accreditation body, the procedure of in-house calibration of chronometer and densitometer, including estimation of measurement uncertainty, traceability of measurement and intermediate checks of calibration, are presented.

It is particularly considered and discussed industrial metrology practice in this field.

Key words: industrial metrology, in-house calibration, intermediate checks of calibration, measurement traceability, estimation of measurement uncertainty

1. UVOD

Zahtjevi za kontrolu opreme, uključujući i ocjenu mjerne nesigurnosti su navedeni u standardu ISO/IEC 17025, tačke 5.5 i 5.6 [1] kao neophodan uslov za kompetentnost. Dodatni zahtjevi su dati u standardu ISO 10012 [2].

Kalibracija je neophodna u kontroli mjerne opreme kako bi se osigurala sljedivost mjerenja.

Akreditaciono tijelo može zahtijevati kalibraciju mjerne opreme od strane kompetentne kalibracione laboratorije ili provođenje vlastite (interne) kalibracije pri čemu zahtjevi u pogledu kompetentnosti ostaju isti. Kalibracija se smatra internom ako je akreditovano tijelo provodi za svoje vlastite potrebe unutar ili izvan područja akreditacije, samostalno ili u drugoj organizacionoj jedinici sa jedinstvenim sistemom upravljanja kvalitetom.

Akreditovano tijelo koje odluči da provodi interne kalibracije mora poznavati zahtjeve kalibracije i imati potpunu kompetentnost što podrazumijeva:

- dovoljno detaljnu i preciznu proceduru kalibracije,
- poznavanje uticajnih faktora, njihov značaj i doprinos pri izvođenju kalibracije,
- procjenu i potpuno izračunavanje kombinovane i proširene mjerne nesigurnosti,
- posjedovati referentni etalon sa dovoljno niskom mjernom nesigurnošću kako bi se osigurala sljedivost mjerenja,
- imati kvalifikovano i iskusno osoblje,
- odgovarajući sistem upravljanja zapisima, izračunavanjima i način izvještavanja,
- osiguranje kvaliteta rezultata kalibracije (međulaboratorijska poređenja, provjere osposobljenosti, druge provjere i načine verifikacije rezultata),
- jasno definisane i dobro zasnovane kriterijume za period važenja kalibracije, međuprovjere kalibracije i potrebe rekalibracije i
- ispunjavanje drugih zahtjeva akreditacionog tijela.

Interne kalibracije mogu provoditi ispitne i kalibracione laboratorije, inspeksijska i certifikacijska tijela.

U ovom radu su nešto detaljnije prezentovana dva primjera iz vlastite prakse Fizikalnog laboratorija Metalurškog instituta „Kemal Kapetanović“ UNZE Zenica u toku priprema i procesu akreditacije od strane Norveške Akreditacije (NA). Prvi primjer se odnosi na internu kalibraciju hronometra (štoperica) a drugi na mjerac zacrnjenja (često se koristi i engleski naziv densitometar za ovaj mjerni uređaj).

2. INTERNA KALIBRACIJA HRONOMETRA

Digitalni hronometar RUCANOR 2X, proizvođač Rucanor Europe-NL koristi se u laboratoriju za mjerenje vremenskih intervala procesa kao što su trajanje ekspozicije u industrijskoj radiografiji, pentracije i razvijanja u penetrantskom ispitivanju i sl. Ovi intervali su dužine od nekoliko minuta do najviše jednog sata. Isti procesi nisu posebno osjetljivi na dužinu vremenskog intervala trajanja tako da je nesigurnost u vremenu trajanja od 1 % sasvim prihvatljiva. Ovaj tip digitalnog hronometra koristi standardni kvarcni kristal čija je frekvencija 32768 Hz pri normalnim uslovima.

2.1. Postupak kalibracije

Kalibracija se provodi komparativnim metodom poređenjem izmjerenog vremenskog intervala sa referentnim vremenskim intervalom UTC (Coordinated Universal Time) koji održava BIPM putem radio ili telefonskog signala.

2.2. Uticajni faktori

Najvažniji uticajni faktor u provođenju kalibracije je temperatura koja utiče na osnovnu frekvenciju kvarcnog kristala i ima zanemariv uticaj kada se kalibracija vrši pod normalnim uslovima.

2.3. Procjena mjerne nesigurnosti

Procjena mjerene nesigurnosti je zasnovana na metodu datom u GUM-u [3] na osnovu identifikacije najvažnijih izvora nesigurnosti. Najvažniji izvori nesigurnosti su odstupanje usljed sposobnosti čovjeka da reaguje na spoljni zvučni signal, standardno vrijeme ljudske reakcije, odstupanje korištenog signala i prenosnog uređaja i odstupanje u pokazivanju hronometra. Doprinos ovih odstupanja kombinovanoj i proširenoj nesigurnosti je kao što slijedi:

<i>Izvor nesigurnosti</i>	<i>Vrijednost doprinosa u ms</i>	<i>Tip ocjene</i>	<i>Tip raspodjele</i>	<i>Standardna nesigurnost u ms</i>
<i>1. Reakcija čovjeka na zvučni signal</i>	<i>120</i>	<i>tip B</i>	<i>pravougaona</i>	<i>69</i>
<i>2. Reakcija čovjeka standardno odstupanje</i>	<i>250</i>	<i>tip B</i>	<i>normalna (k=1)</i>	<i>250</i>
<i>3. Radio signal standardno odstupanje</i>	<i>20</i>	<i>tip B</i>	<i>pravougaona</i>	<i>12</i>
<i>4. Pokazivanje (rezolucija) standardno odstupanje</i>	<i>5</i>	<i>tip B</i>	<i>pravougaona</i>	<i>3</i>
<i>Kombinovana nesigurnost</i>				<i>269</i>
<i>Proširena nesigurnost (k=2, interval povjerenja 95 %)</i>				<i>538</i>

2.4. Međuprovjere kalibracije i rekalkibracije

Standardni kvarcni kristal pod normalnim uslovima korištenja ima dobru otpornost na degradacione promjene i dugovremensku stabilnost [5, 6] tako da je za period važenja kalibracije opravdano uzeti 12 mjeseci. Za međuprovjere kalibracije dovoljno je uzeti period od 3 mjeseca ili manji što zavisi od praćenja pouzdanosti i ponašanja u dužem periodu.

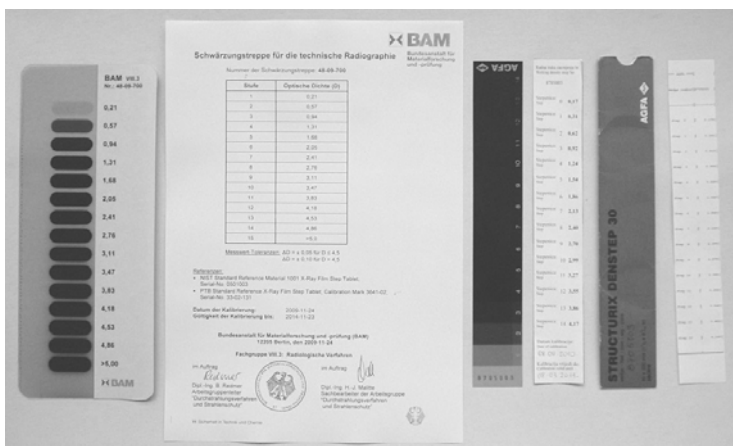
Međutim, sam kvarcni kristal je osjetljiv na nagle temperaturne promjene, mehanička udarna opterećenja i vibracije [5] tako da u tom slučaju može doći do promjene osnovne frekvencije. To zahtjeva provođenje vanredne međuprovjere kalibracije.

3. INTERNA KALIBRACIJA MJERAČA ZACRNJENJA

Mjerač zacrnenja se koristi za mjerenje optičke gustine (zacrnenje) industrijskih radiografskih filmova i uniformnosti osvjtljenja ekrana iluminatora. Optička gustina je bezdimenzionalna veličina i jednaka je dekadnom logaritmu odnosa intenziteta upadne i propuštene svjetlosti. Laboratorij posjeduje mjerač zacrnenja tipa LCD 51, serijski br. 784, čiji je proizvođač njemačka firma Richard Seifert. Maksimalno dozvoljeno odstupanje pri mjerenju je određeno odgovarajućim evropskim standardom i ne smije biti veće od $\pm 0,1$.

3.1. Postupak kalibracije

Kalibracija se kao i u slučaju hronometra provodi komparativnim metodom poređenjem izmjerenih vrijednosti sa vrijednostima referentne stepenaste trake zacrnjenja. Kalibracija se prenosi na radnu stepenastu traku zacrnjenja. Izgled referentne i radne stepenaste trake zacrnjenja dat je na slici 1. Kalibracija se provodi pod istim uslovima pod kojima se vrši mjerenje zacrnjenja što podrazumjeva mračnu komoru i iluminator.



Slika 1. Referentna i radna stepenasta traka zacrnjenja

Tabela 1. Budžet nesigurnosti radne stepenaste trake zacrnjenja

Redni broj	Vrijednost na radnoj traci	Srednja vrijednost	u_i (D _k)	u_i (D _p)	u_i (D _r)	u_{ci} (D)	U_i (D)
1	0,170	0,172	0,021	0,00753	0,00289	0,02214	0,044
2	0,301	0,307	0,021	0,00816	0,00289	0,02273	0,045
3	0,610	0,617	0,021	0,00816	0,00289	0,02236	0,045
4	0,909	0,918	0,021	0,00983	0,00289	0,02360	0,047
5	1,220	1,242	0,021	0,00983	0,00289	0,02360	0,047
6	1,540	1,542	0,021	0,00983	0,00289	0,02337	0,047
7	1,840	1,855	0,021	0,01049	0,00289	0,02388	0,048
8	2,120	2,133	0,021	0,00816	0,00289	0,02295	0,046
9	2,390	2,397	0,021	0,01033	0,00289	0,02381	0,048
10	2,670	2,703	0,021	0,01033	0,00289	0,02381	0,048
11	2,980	2,988	0,021	0,01329	0,00289	0,02502	0,050
12	3,250	3,268	0,021	0,02137	0,00289	0,03010	0,060
13	3,540	3,550	0,021	0,02191	0,00289	0,03050	0,061
14	3,850	3,862	0,021	0,01472	0,00289	0,02582	0,052
15	4,160	4,168	0,021	0,02137	0,00289	0,03028	0,061
Objašnjenje	vrijednosti na traci zacrnjenja STRUCTURIX DENSTEP 30 br. 8705003	na osnovu rezultata mjerenja	standardna nesigurnost kalibracije (normalna raspodjela)	standardna nesigurnost ponovljenih mjerenja (normalna raspodjela)	standardna nesigurnost očitavanja (pravougaona raspodjela a=0,005)	kombinovana nesigurnost	proširena nesigurnost

3.2. Uticajni faktori

Faktori koji mogu uticati na pouzdanost rezultata kalibracije uključuju pozadinsko osvjetljenje, uniformnost osvjetljenosti ekrana iluminatora, stabilnost izvora svjetla

iluminatora, kao i generalno prisustvo čestica različitog porijekla na samom ekranu iluminatora, referentnoj i radnoj stepenastoj traci zacrnjenja, kao i samoj aperturi mjernog uređaja.

3.3. Procjena mjerne nesigurnosti

Za procjenu mjerne nesigurnosti kalibracije mjerača zacrnjenja izvori nesigurnosti koji daju najveći doprinos su kalibracija referentne stepenaste trake zacrnjenja, ponovljivost rezultata i pokazivanje mjerača zacrnjenja.

U slučaju prijenosa kalibracije na radnu stepenastu traku zacrnjenja dominantni izvori nesigurnosti su kalibracija mjerača zacrnjenja, ponovljivost rezultata i pokazivanje mjerača zacrnjenja.

U tabeli 1. dat je budžet nesigurnosti za radnu stepenastu traku zacrnjenja.

3.4. Međuprovjere kalibracije i rekalkibracije

Mjerač zacrnjenja uključuje komponente LED diodu, fotodiodu i logaritamski pojačivač koje su dugovremenski stabilne sa malim driftom [7] tako da je na osnovu metrološkog iskustva period važenja kalibracije 6 mjeseci.

Apertura ovog mjernog uređaja je prečnika samo 2 mm i izuzetno osjetljiva na prisustvo stranih čestica. S druge strane promjene vezane za sam izvor svjetlosti iluminatora dodatno utiču na podešavanje uređaja i intenzitet svjetlosti na ekranu što zahtjeva da se međuprovjere kalibracije provode pri svakom uključivanju. Ukoliko se pri provjeri kalibracije utvrde odstupanja veća od $\pm 0,1$ u odnosu na vrijednosti bilo koje stepenice radne trake zacrnjenja neophodno je provesti rekalkibraciju, uključujući i potrebna podešavanja. Međuprovjera kalibracije se po pravilu ne provodi na svim stepenicama radne trake nego samo za relevantni opseg za koji se namjerava vršiti mjerenje za najmanje 4 vrijednosti.

4. DISKUSIJA I ZAKLJUČAK

Kalibracija je prije svega u funkciji provjere ispravnosti mjernog uređaja i na osnovu rezultata donosi se odluka o potrebi njegove popravke, podešavanja ili povlačenja iz upotrebe. Rezultati kalibracije su opredjeljujući i za interval mjernih vrijednosti koje se mogu mjeriti pomoću kalibrisanog mjernog uređaja.

Na osnovu rezultata kalibracije kalibrisani hronometar se može koristiti za mjerenje vremenskih intervala ne kraćih od 1 minuta.

U slučaju mjerača zacrnjenja rezultati kalibracije dozvoljavaju da se isti koristi za mjerenje zacrnjenja u intervalu od 0,20 do 4,00.

Međuprovjere kalibracije osiguravaju stalni nadzor, kontrolu i brigu o mjernom uređaju što ocjenjivači izuzetno cijene kao doprinos osiguranju kvaliteta rezultata internih kalibracija i opredjeljenost za kvalitet. Češće međuprovjere kalibracije novog mjernog uređaja su sastavni dio prakse kako bi se provjerila njegova pouzdanost.

U procjeni doprinosa pojedinih izvora nesigurnosti, posebno prvim procjenama, puno je opravdanije nešto precijeniti mjernu nesigurnost, a u daljoj praksi dati precizniju procjenu. Pri procjeni doprinosa kalibracije referentne stepenaste trake zacrnjenja, pošto u certifikatu nije navedena proširena mjerna nesigurnost, navedeno odstupanje je uzeto kao standardno odstupanje sa normalnom raspodjelom.

U međunarodnoj metrološkoj praksi internih kalibracija kao princip je prihvaćeno da referentni etalon ima najmanje tri puta manju mjernu nesigurnost od one koja se zahtjeva za mjerni uređaj koji se kalibriše. Međutim prenošenje kalibracije sa jednog radnog etalona na drugi ocjenjivači ne prihvataju, bez obzira na vrijednost nesigurnosti. Tako se kalibrisana radna stepenasta traka zacrnjenja ne može koristiti za kalibraciju drugog uređaja.

Sljedivost mjerenja kao ključni zahtjev osigurana je u prvom slučaju preko radio signala putem nacionalne laboratorije do UTC vremena [8], a u drugom slučaju putem BAM (njemački Savezni institut za istraživanje i ispitivanje materijala) sekundarne do primarne referentne stepenaste trake zacrnjenja koju održava NIST (američki Nacionalni institut za standardizaciju i tehnologiju). Zbog nemogućnosti ispunjavanja ovog zahtjeva autori su ostavili za neku drugu priliku ispunjavanje zahtjeva u internim kalibracijama uređaja za mjerenje debljine različitih prevlaka (bojenje, pocinčavanje, plastificiranje, hromiranje i sl.) što je od izuzetnog značaja u industrijskoj metrološkoj praksi izvezno orjentisanog metaloprerađivačkog sektora u Bosni i Hercegovini.

U ispunjavanju ostalih zahtjeva ocjenjivačima je vrlo bitna kvalifikovanost i iskustvo operatera, uključujući poznavanje uticajnih faktora s obzirom da to može dati najveći doprinos mjernoj nesigurnosti. Neiskusni operater pri kalibraciji hronometra može znatno povećati odstupanje vezano za vrijeme čovjekove reakcije i do 0,8 s.

Učešće u međulaboratorijskim poređenjima i provjerama sposobnosti je imperativan zahtjev NA i potrebno je barem jedno učešće za svaku od metoda interne kalibracije za njeno priznavanje od strane tehničkog ocjenjivača.

U konačnom interne kalibracije i međuprovjere kalibracije sa metrološkog aspekta, ne rijetko, imaju i značajne prednosti kada su prihvatljive za ocjenjivače u ispunjavanju tehničkih zahtjeva za kompetentnost. Naprimjer, nabavka referentne stepenaste trake zacrnjenja čiji je period važenja pet godina, posebno u bosanskohercegovačkim uslovima i sa metrološkog i komercijalnog aspekta ima puno opravdanje. U tom smislu rad je doprinos razvoju i daljem jačanju metrološke prakse u ovoj oblasti.

Ukoliko će rad biti od koristi u uvođenju ili unapređenju vlastite prakse u drugim laboratorijama ili tijelima u ispunjavanju zahtjeva za akreditaciju, utoliko je njegov doprinos metrološkoj praksi u ovoj oblasti veći.

5. ZAHVALNOST

Autori rada zahvalnost duguju ocjenjivačkom timu NA, a posebno tehničkim ocjenjivačima gosp. Frank Combe i Fredrik Langmead na zapažanjima u toku provođenja inicijalnog audita što je poboljšalo metrološku praksu u internim kalibracijama i međuprovjerama kalibracije laboratorija.

6. LITERATURA

- [1] ISO/IEC 17025:2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
- [2] ISO 10012:2003, Measurement management systems — Requirements for measurement processes and measuring equipment
- [3] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections)
- [4] International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM) JCGM 200:2008
- [5] NIST Recommended Practice Guide. Special Publication 960-12, Stopwatch and Timer Calibrations, Physics Laboratory, May 2004
- [6] Lombardini, M.A.; Legal and Technical Measurement Requirements for Time and Frequency, Measure: The Journal of Measurement Science, 1(3): 60-69, September 2006
- [7] Karkiewicz, L.M.; Panitz J.A.; Fowler G.L.; Low-drift optical-densitometer, Review of Scientific Instruments, 1980:51:1267-8
- [8] ILAC P10:2002, ILAC Policy on Traceability of Measurement Results