

## VAŽNOST SLJEDIVOSTI I MJERNE NESIGURNOSTI PRIMARNOG LABORATORIJSKOG ETALONA

### IMPORTANCE OF TRACEABILITY AND MEASUREMENT UNCERTAINTY OF PRIMARY LABORATORY STANDARD

Narcisa Jarović-Bajramović, dipl.inž  
Univerzitet u Zenici, Metalurški institut „Kemal Kapetanović“ Zenica  
Travnička cesta br.7, Zenica

#### REZIME

*U metrološkim laboratorijama i u skladu sa standardom BAS EN ISO 17025:Opći zahtjevi za kompetentnost ispitnih i kalibracionih laboratorija, jedan od ključnih zahtjeva se odnosi na sljedivost primarnog etalona laboratorija prema etalonu višeg nivoa (nacionalnom ili internacionalnom). Sljedivost etalona postignuta na taj način nadalje znači i manju mjernu nesigurnost primarnog etalona. To je važno u daljem radu kada se mjerna nesigurnost etalona uzima u obzir kao jedan od doprinosa pri procjeni proširene mjerne nesigurnosti i to kako kod izvođenja: redovnih kalibracija mjerila, senzora i uređaja, kao i kod provođenja internih kalibracija radnih etalona.*

**Ključne riječi:** Metrologija, standard BAS EN ISO 17025, sljedivost etalona, procjena mjerne nesigurnosti

#### SUMMARY

*In metrological laboratories and in accordance to the norm BAS EN ISO 17025: General requirements for competence of testing and calibration laboratories is one of key requirements that relates to traceability of laboratory primary standard toward standard of higher level (national or international). Traceability achieved in that way further on means also smaller measurement uncertainty of primary standard. That is important in further work when measurement uncertainty of a standard is taken into account as one of contributions during estimation of widen measurement uncertainty as in case of conducting calibrations of gauges, sensors and devices on regular basis as well as in case of conducting internal calibrations of working standards.*

**Keywords:** Metrology, norm BAS EN ISO 17025, traceability of standard, estimation of measurement uncertainty

#### 1. UVOD

Akreditirane laboratorije i one koje se pripremaju za akreditaciju rade u skladu sa standardom BAS EN ISO 17025. Jedan od zahtjeva ovog standarda, definiran u poglavlju 5 (tačke 5,5 i 5,6), i metrologije uopšte se odnosi na opremu/etalone i na sljedivost iste. Također zahtjev se odnosi i na procjenu mjerne nesigurnosti opreme/etalona.

Metrološke djelatnosti, ispitivanja i mjerenja, vrijedni su ulazni elementi za funkcioniranje kakvoće u mnogim industrijskim djelatnostima. Za to je potrebna sljedivost, koja postaje jednako važna kao i samo mjerenje. Priznavanje metrološke mjerodavnosti na svakoj razini

lanca sljedivosti može se uspostaviti sporazumima i dogovorima o međusobnome priznavanju, npr. CIPM MRA i ILAC MRA te putem akreditacije i uzajamnog ocjenjivanja. [2].

Kalibracija znači određivanje i dokumentovanje odstupanja pokazivanja mjernog instrumenta (ili navedena vrijednost mjerila) od konvencionalne „stvarne“ vrijednosti mjerila. [5]

Akreditacija: Zvaničan dokument ili set dokumenata u kojima se navodi da je akreditacija odobrena za određeni skoup (BAS EN ISO/IEC 17011). [4]

## 2. SLJEDIVOST PRIMARNOG ETALONA

Sljedljivost se može definisati kao "karakteristika mjernog rezultata ili vrijednosti etalona po kojem se on može dovesti u vezu sa referentnim etalonima neprekinutim lancem usporedbi koje imaju određene mjerne nesigurnosti". [1]

Pojam sljedivosti znači proces u kojem pokazivanje mjernog instrumenta (ili materijalnog mjerila) može biti upoređeno, na jednom ili više nivoa, sa nacionalnim etalom za veličinu koja se mjeri. [5]

Za primjer je uzet jedan primarni odnosno referentni etalon – otporni termometar laboratorija za tehnička mjerenja (TM laboratorij u nastavku) u sklopu Metalurškog instituta „Kemal Kapetanović“ Zenica. Otporni termometar je predstavljen na slici 1.

Isti je kalibrisan u laboratoriju višeg nivoa odnosno sa opremom/etalonom višeg nivoa. U Bosni i Hercegovini u sklopu Instituta za mjeriteljstvo BiH još uvijek nije uspostavljen laboratorij koji bi bio nosilac nacionalnog etalona temperature. Obzirom na ovu činjenicu primarni/referentni etalon laboratorija je kalibrisan van BiH, odnosno u R Sloveniji (u laboratoriju za metrologiju in kakovost - LMK– Nosilac nacionalnog etalona za temperaturu i relativnu vlažnost, pri Univerzitetu u Ljubljani). Na taj način, preko slovenačkog etalona, primarni/referentni etalon TM laboratorija ima sljedivost.



This economically priced standard platinum resistance thermometer, Model 909, is the workhorse of calibration laboratories all over the world. The Model 909 has a range of 90K to 670°C (25.5Ω) or 90K to 550°C (100Ω) icepoint resistance.

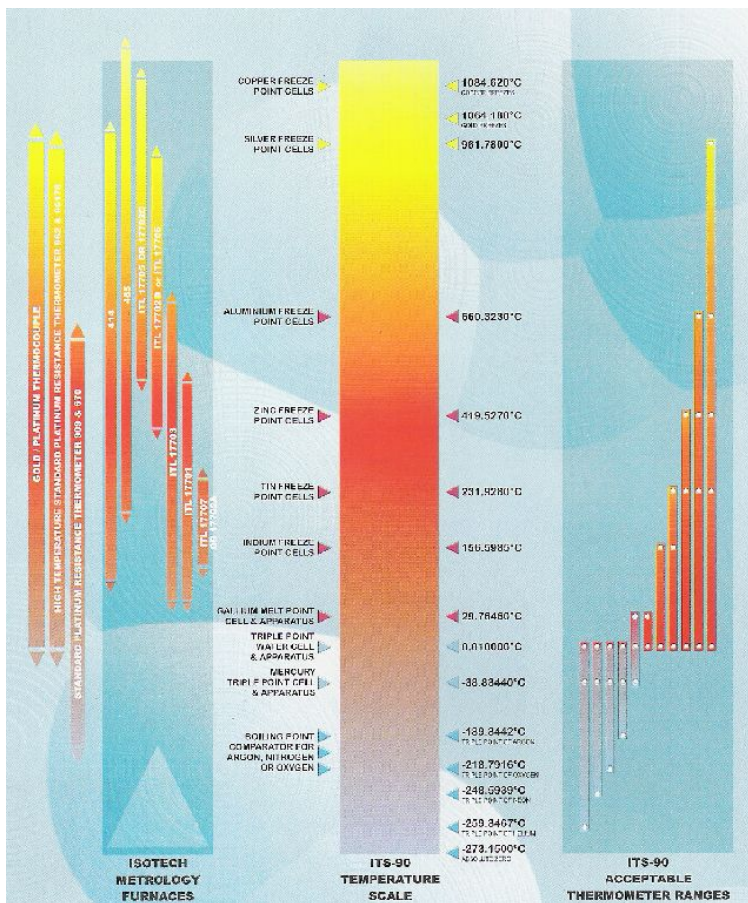
Slika 1. Primarni etalon – otporni termometar [3]

## 3. MJERNA NESIGURNOST ETALONA KOJI IMA SLJEDIVOST DO ETALONA VIŠEG NIVOVA

Mjerna nesigurnost je parametar pridružen rezultatu mjerenja, koji opisuje rasipanje vrijednosti koje se mogu opravdano pripisati mjerenoj veličini.[1]

Mala mjerna nesigurnost proizlazi prvenstveno i iz razloga jer se pod "primarnim/referentnim" etalom podrazumjeva etalon bolje klase tačnosti nego u slučaju

radnih etalona. Ali i etalon koji je sljediv prema laboratoriju višeg nivoa odnosno prema nacionalnom ili internacionalnom etalonu ima u biti i manju mjernu nesigurnost. Kao primjer za potvrdu navedenog uzet je otporni termometar – jedan od etalona TM laboratorija. Dakle, manja mjerna nesigurnost primarnog/referentnog etalona TM laboratorija proizlazi i iz činjenice da ima sljedivost prema etalonu višeg nivoa odnosno u ovom slučaju da je isti kalibriran u Laboratorij za metrologiju in kakaovost LMK. Ovaj laboratorij je opremljen vrhunskom opremom. U ovom slučaju otporni termometar je rađen uporednom metodom u fiksnim tačkama. Korištena oprema su ćelije za ostvarenje fiksnih tačaka prema ITS 90 – Internacionalna temperaturna skala usvojena 1990 godine. Fiksne tačke su tačke kao trojna tačka vode – TPW (triple point of water), te tačke topljenja – MP (melting point) ili mržnjenja – FP (freezing point) Hg, Ag, In i sl. Prikaz fiksnih tačaka je dat na slici 2.



Slika 2. ITS – 90 (Internacionalna temperaturna skala iz 1990 godine) [3]

Takva oprema/etaloni kao fiksne tačke samim tim imaju manje negativne uticaje i greške, odnosno manje doprinose u konačnoj procjeni mjerne nesigurnosti. Te mjerna nesigurnost mjerila kalibriranog sa takvom opremom/etalonima rezultuje malom mjernom nesigurnošću. Odnosno rezultuje manjom mjernom nesigurnošću nego da je isti etalon kalibriran sa opremom slabijih performansi i karakteristika koje imaju veće doprinose na ukupnu mjernu nesigurnost. Naravno na mjernu nesigurnost utiče mnogo faktora počev od vrste, klase i

kvaliteta samog mjerila odnosno etalona koji se kalibrira. Ovom prilikom se neće davati osvrt na druge uticajne doprinose mjernoj nesigurnosti. Nego je akcentat stavljen na „manju“ mjernu nesigurnost dobijenu za etalon kalibriran sa opremom/etalonom višeg nivoa u svrhu sljedivosti prema istom.

Prethodno je navedeno da je za primjer uzet otporni termometar TM laboratorija. Isti nakon kalibracije u certifikatu pored rezultata ima navedenu mjernu nesigurnost  $U= 0,005 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Takva mjerna nesigurnost primarnog/referentnog etalona ima višestruke prednosti upotrebe počev od:

- primjene etalona sa navednom nesigurnošću (kao jednim od doprinosa koji će biti uzeti u obzir pri procjeni mjerne nesigurnosti mjerila koje se kalibrira) za interne kalibracije ostalih etalona,
- primjene etalona u toku PT/ILC i druge o čemu će biti govora u narednoj tački.

#### **4. POTREBA I PREDNOSTI SLJEDIVOG ETALONA**

Može se reći da su višestruke potrebe i prednosti zbog kojih je potrebno da etalon ima sljedivost u odnosu na etalon višeg nivoa (nacionalni ili internacionalni). U ovom radu se nastoje istaknuti one najvažnije prema do sadašnjem iskustvu kako slijedi.

##### **4.1. Potreba za sljedivim etalom**

**4.1.1.** Potreba zbog koje etalon treba da bude sljediv je i da se zadovolji uvjet standarda BAS EN ISO 17025 prema kojem jedan akreditirani laboratorij radi i

**4.1.2.** da laboratorij ima pouzdan rezultat mjerenja sa iskazanom mjernom nesigurnošću što je dato u certifikatu o kalibraciji etalona.

##### **4.2. Prednosti korištenja sljedivog (primarnog/referentnog) etalona**

**4.2.1.** Prednost je pouzdani rezultat popraćen kalibracionim certifikatom u ovom slučaju za primarni/referentni etalon. Pouzdani rezultat nam daje informaciju da li je primarni/referentni etalon upotrebljiv nadalje kao primarni etalon ili se treba "preinačiti" u radni etalon (zbog ne baš zadovoljavajućih rezultata kalibracije) ili se treba u krajnjoj mjeri povući iz upotrebe (zbog nezadovoljavajućih – neprihvatljivih rezultata kalibracije).

**4.2.2.** Prednost i mogućnost korištenja primarnog/referentnog etalona (u slučaju kalibracionog certifikata sa dobrim rezultatima) za potrebe PT/ILC i za kalibraciju ostalih „radnih“ etalona odnosno u svrhu internih kalibracija, pa slijedom toga

**4.2.3.** prednost korištenja sljedivog etalona se ogleda i u tome da se uzme u obzir da primarni etalon ima „malu“ mjernu nesigurnost kao jedan od doprinosa koji će biti uzet u obzir pri proračunu ukupne mjerne nesigurnosti za radni etalon ili za potrebe PT/ILC.

**4.2.4.** Još jedna prednost ali i potreba sljedivosti etalona je i mogućnost praćenja "ponašanja" etalona između dviju kalibracija i dulje tokom vijeka trajanja i korištenja etalona u praksi. To daje predodžbu koliko etalon ima odstupanje posljednjih rezultata u odnosu na prethodne rezultate, odnosno daje podatak o stabilnosti etalona.

#### **5. PRIMJER UPOTREBE SLJEDIVOG ETALONA**

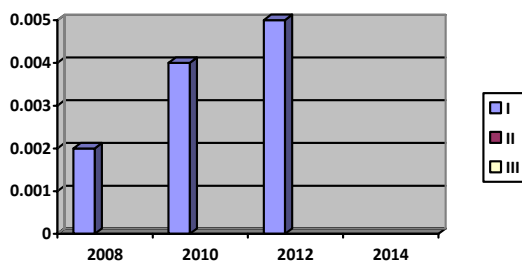
##### **5.1. Primarni/referentni etalon**

Proizvođač primarnog etalona je ISOTECH, Typ: 909H, klase A. Od kada je etalon nabavljen kalibrisan je svaki put uporednom metodom u fiksним tačakama. U prvom kalibracionom certifikatu je bila navedena mjerna nesigurnost:  $U= 0,002 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Nakon prve rekalkibracije mjerna nesigurnost je iznosila  $U= 0,004 \text{ }^\circ\text{C}$ .

U posljednjem kalibracionom certifikatu je navedena mjerna nesigurnost  $U = 0,005 \text{ } ^\circ\text{C}$ . Sve rekaliibracije primarnog etalona su rađene u istoj laboratoriji koja je nosilac nacionalnog etalona temperature u R Sloveniji. Slika 3 daje prikaz praćenja promjene mjerne nesigurnosti primarnog etalona.

Promjena mjerne nesigurnosti etalona je bila očekivana. U principu sva iskustva u praćenju etalona odnosno praćenja promjena mjerne nesigurnosti etalona navode te promjene kao „drift“. To se može opisati kao povećanje mjerne nesigurnosti koje je najveće u prvim godinama korištenja etalona.



Slika 3. Prikaz praćenja mjerne nesigurnosti etalona

## 5.2 Primjena etalona za interne kalibracije

Primarni/referentni etalon se koristi i za interne kalibracije u laboratoriju, potrebe PT/ILC-a. Obzirom da je sljediv do međunarodnog etalona time je obezbjeđena sljedivost i radnog etalona koji je kalibrisan uporednom metodom sa primarnim/referentnim etalomom.

## 5.3 Mjerna nesigurnost radnog etalona

Na ukupnu mjernu nesigurnost jednog mjerila utiču mnogi doprinosi tokom kalibracije istog. Te je važno napomenuti da mogućnost umanjnja bilo kojeg od doprinosa u stvari predstavlja umanjnje ukupne mjerne nesigurnosti. U ovom primjeru to znači da je "mala" mjerna nesigurnost primarnog etalona ( $U = 0,005 \text{ } ^\circ\text{C}$ ), u odnosu na koji je vršena kalibracija, kao jedan od bitnih doprinosa mjerne nesigurnosti zasigurno imala uticaja na vrijednost ukupne mjerne nesigurnosti radnog etalona koja je u konačnici  $U = 0,05 \text{ } ^\circ\text{C}$ .

Mjerna nesigurnost primarnog etalona (iz certifikata) se definiše kao doprinos 1. kalibracija etalona, a odstupanje rezultata između dvije kalibracije etalona se definiše kao doprinos 2. stabilnost etalona.

Doprinos kalibracija etalona spada u Tip B mjerne nesigurnosti, obilježava se sa  $-u_{b1}$ , a procjena je dobijena iz certifikata o kalibraciji etalona. Ovaj doprinos se izražava normalnom distribucijom vjerovatnoće.

$$u_{b1} = \frac{U_{kal}}{2} \quad \dots(1)$$

Doprinos stabilnost etalona spada u Tip B mjerne nesigurnosti, obilježava se sa  $u_{b2}$ , a dobija se iskustvom u radu sa etalomom i dodatnim informacijama proizvođača, a izražava se pravougaonom distribucijom vjerovatnoće.

$$u_{b2} = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \dots(2)$$

a – najveće uočeno odstupanje etalona u toku eksploatacije dobijeno međulaboratorijskim poređenjem ili praćenjem odstupanja etalona između dvije redovne kalibracije, specificiranom vrijednošću proizvođača, ispitivanjem i itd.

## **6. ZAKLJUČAK**

Iz svega navedenog se da zaključiti da su sljedivost i mjerna nesigurnost bilo kojeg etalona a posebno primarnog/referentnog etalona od velike važnosti. Odnosno postoje višestruki razlozi da se ostvari sljedivost etalona, počev od zadovoljenja zahtjeva standarda BAS EN ISO 17025, pa do prednosti koje nudi sljedivi etalon kao povjerljivost rezultata mjerenja, mogućnost praćenja etalona između kalibracija, mogućnosti internih kalibracija sa sljedivim etalomom te postizanja bolje mjerne nesigurnosti, upotreba etalona za PT-ILC i dr.

## **7. LITERATURA**

- [1] Međunarodni rječnik osnovnih i općih naziva u metrologiji (ISO, Geneva, Switzerland 1993 ([ISBN 92-67-10175-1](#)); VIM, drugo izdanje, 1993. godine)
- [2] Metrologija ukratko 2. Izdanje, prosinac 2003.
- [3] ISOTECH catalogue – part 1 and 4, edition 2002
- [4] BATA dokument OD 05-01, izdanje 2, od 17.05.2011.
- [5] EAL-G12: Traceability of Measuring and Test Equipment to National Standards, Edition 1, November 1995.