

KRITERIJI ZA IZBOR OPTIMALNOG METODA KALIBRACIJE VOLUMENA ETALONSKE POSUDE

CRITERIA FOR OPTIMAL CHOICE OF CALIBRATION METHOD OF STANDARD VOLUME CONTAINER

dr. sc. Nermina Zaimović-Uzunović, redovni profesor
dr. sc. Samir Lemeš, docent
Univerzitet u Zenici, Zenica

dr. sc. Hazim Bašić, redovni profesor
dr. sc. Almira Softić, docent
Univerzitet u Sarajevu, Sarajevo

mr.sc.Hakim Haračić
J.P. Vodokom, doo., Kakanj

REZIME

U postupku kalibracije etalonskih posuda za volumen koriste se dvije metode; volumetrijska i gravimetrijska. U radu je prezentirano istraživanje kojim su utvrđeni kriteriji za izbor optimalne metode kalibracije etalonskih posuda za volumen. Istraživanjem na bazi mjerne nesigurnosti je pokazano koja metoda je optimalna za određenu vrstu korisnika i za specifične namjene.

Ključne riječi: metode kalibracije volumena, mjerna nesigurnost, etalonska posuda

ABSTRACT

In the process of calibration of standard container volume, two methods are used; volumetric and gravimetric. The paper presents research setting out the criteria for the selection of the optimal calibration of reference vessel volume. The research-based measurement uncertainty is shown which method is optimal for a particular type of user and for specific purposes.

Key words: volume calibration methods, measurement uncertainty, standard container

1. UVOD

Globalna ekonomska kretanja u velikoj mjeri zavise od pouzdanih mjerenja i ispitivanja. Povjerenje u mjerenja ostvaruje se implementacijom sistema kvaliteta u sve aktivnosti mjerenja. Na taj način će se prevazići tehničke barijere u trgovačkim transakcijama. Sistematska mjerenja sa pouzdanim stepenom nesigurnosti predstavljaju osnov u industrijskom upravljanju kvalitetom. Mjerenje kao važna djelatnost troši 10-15% ukupnih troškova proizvodnje. Mjerenje volumena je posebno važno u trgovini različitim medijima; voda, plin, tečna goriva i sl. Da bi se zaštitili potrošači i osiguralo povjerenje u mjerenje, sredstva kojima se mjeri volumen moraju biti pouzdana. Pouzdanost i povjerenje u ovom slučaju obezbjeđuju se postupcima kalibracije sredstava kojima se mjeri volumen.

Za određivanje volumena visoke tačnosti koriste se referentni etaloni-etalonske posude kao što su etalonske boce (pipete, kapaljke, stakleni cilindri, tikvice) i mjerne etalonske posude. Referentni etaloni, etalonske posude volumena i referentni etalonski mjerni sistemi, su standardom propisani mjerni uređaji (odgovarajuće klase tačnosti) koji se koriste za

kalibraciju ili verifikaciju radnih etalona, etalonskih mjernih posuda ili radnih etalonskih mjernih sistema. Etalonske posude volumena moraju odgovarati propisanim nominalnim volumenima i propisanim materijalima izrade. Tipovi etalonskih posuda volumena, koji se mogu koristiti i njihove nominalne zapremine, definisani standardom OIML R 120, tabela 1.

2.METODE KALIBRACIJE VOLUMENA ETALONSKIH

Sljedivost mjerenja se ostvaruje kalibracijom ispitnog etalona sa etalomom više klase tačnosti. Prema definiciji sljedivost je osobina da se rezultat nekog mjerenja može dovesti u vezu sa odgovarajućim državnim ili međunarodnim etalomom preko neprekinutog lanca upoređivanja. Kalibracija predstavlja skup postupaka kojima se u određenim uslovima uspostavlja odnos između vrijednosti veličina koje pokazuje neko mjerilo i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih etalomom.

Tabela 1. OIML R120 standard za etalonske posude volumena

Opis etalonskih posuda zapremine	Nominalni volumen (L)	Klasa tačnosti (MPE)	Materijal posude	Metoda kalibracije
etalonske boce (pipete, kapaljke, stakleni cilindri, tikvice)	0,1 – 0,2 – 0,5 1 – 2 – 5 - 10	OIML R 43	staklo	gravimetrijska
mjerne etalonske posude	5 – 10 – 20	± 1/2000 (OIML R 120)	nehrđajući čelik, mesing, bakar	gravimetrijska ili volumetrijska
mjerne etalonske posude-tankovi	20 i više	± 1/2000 (OIML R 120)	nehrđajući čelik, mesing, bakar	gravimetrijska ili volumetrijska
etalonske boce za specijalna korištenja	0,25 – 2,5	-	-	gravimetrijska ili volumetrijska

U tabeli 1. su date i preporučene metode za kalibraciju određenih tipova posuda. Za kalibraciju etalonskih posuda volumena koriste se dvije metode, gravimetrijska i volumetrijska. Bez obzira na preporučenu metodu kalibracije velikih etalonskih posuda ostaje na donosiocu odluka da izabere koju metodu kalibracije će koristiti. Optimalan izbor jedne od dvije standardne metode zavisi od niza faktora, a najvažniji su: zahtjevana tačnost i preciznost mjerenja, proširena nesigurnost mjerenja, zahtijevana klasa tačnosti, raspoloživa mjerna oprema, kompetentnost osoblja, tehničke mogućnosti izvođenja, lokacije za izvođenje kalibracije i ekonomske opravdanosti.

2.1. Gravimetrijska metoda

Gravimetrijska metoda predstavlja standardnu metodu kalibracije koja se koristi u NMI¹ i akreditovanim laboratorijama za kalibraciju volumetrijskih posuda i etalonskih posuda volumena, [3]. Metoda obuhvata vaganje posude u okviru kalibracije kada je posuda prazna i ponovo vaganje kada je puna. Razlika dobivena mjerenjima vaganjem predstavlja masu fluida u posudi, odnosno ispražnjene iz posude. Generalno, kao kalibraciona tečnost koristi se čista voda (destilovana, bi-destilovana ili dejonizirana) sa provodljivošću manjom od 5 μS/cm.

Preporučena jednačina za računanje volumena posude data je standardom ISO 4787:

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma \times (t - t_0)] \dots\dots\dots (1)$$

gdje je:

¹ NMI-Nacionalni mjeriteljski institut

V_0 - volumen, na referentnoj temperaturi t_0 , u ml.

I_L - rezultat vaganja (ili rezultat zamjene, dvostruke zamjene ili drugih metoda vaganja) od recepijenta (primatelja ili posude) napunjenog tekućinom, u g

I_E - rezultat vaganja (ili rezultat zamjene, dvostruke zamjene ili drugih metoda vaganja) od ispražnjenog recepijenta (primatelja ili posude), u g

ρ_w - gustoća tekućine, u g/mL, na temperaturi kalibracije t , u ° C,

ρ_A -gustoća zraka, u g/mL,

ρ_B - gustoća masa korištenih utega tokom mjerenja (supstitucije) ili tokom kalibracije vage, pretpostavlja se da je 8,0 g / mL

γ - kubni koeficijent toplinskog širenja materijala instrumenta (posude) u okviru kalibracije, u °C⁻¹ - temperatura tekućine korištena u kalibraciji, u ° C ,

t_0 - referentna temperatura, u ° C

2.2. Volumentrijska metoda

Volumentrijskom metodom se vrši poređenje posuda volumena koje se kalibriraju u odnosu na etalonske posude volumena. Etalonske posude volumena su veće tačnosti. U primjeni volumetrijske metode postoje dva pristupa-metode. Kalibracija se može vršiti metodom pražnjenja-oduzimanja ili metodom punjenja.

Volumentrijska metoda kalibracije predstavlja komparaciju volumena u posudama koje se kalibrišu i koje predstavljaju referentne etalonske posude koje imaju veću klasu tačnosti i preciznosti.

3. MODELI ODREĐIVANJA MJERNE NESIGURNOSTI ETALONSKE POSUDE

Procedura kalibracije prema obje metode se provode u skladu sa standardom propisanim aktivnostima. Nesigurnost mjerenja za obje metode određena je prema GUM postupku .

U računanju mjerne nesigurnosti računaju se A i B tip mjerne nesigurnosti. Tip nesigurnosti A dobije se statističkim metodama nakon odgovarajućeg ponavljanja eksperimenata. Tip B nesigurnosti sadrži uticaje koji nisu statističkog karaktera i mogu se dobiti iz bazena informacija. Urađena su 22 mjerenja za posudu radne zapremine 20 litara.

3.1. Matematički model za izračunavanje mjerne nesigurnosti tipa B za gravimetrijsku metodu

$$V_0 = \frac{m}{\rho_w(t_w) - \rho_A(t_A, p_A, h_r)} \times \left(1 - \frac{\rho_A(t_A, p_A, h_r)}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma \times (t - t_0)] \div \delta V_{men} \div \delta V_{evap} \div \delta V_{rep}$$

(2)

$$m = (I_L - I_E) + \delta_m$$

$$t = t_w + \delta t$$

$$t_w = t_{w0} + \delta t_w$$

$$\rho_w(t_w) = \rho_{w,form}(t_w) + \delta \rho_{w,form}$$

$$t_A = t_{A0} + \delta t_A$$

$$\rho_A(t_A, p_A, h_r) = \rho_{A,form}(t_A, p_A, h_r) + \delta \rho_{A,form}$$

gdje je:

m - masa punjenja u stvarnim

uslovima

δ_m - komponenta nastaje zbog

utjecaja koji nisu obuhvaćeni

t_{w0} - izmjerena temperatura vode

δt_w - odstupanje proizašlo iz nehomogenosti temperature vode

t_{A0} - izmjerena temperatura zraka

δt_A - odstupanje proizašlo iz nehomogenosti temperature zraka

δt - razlika između temperature vode i posude

$\rho_{W, form}$ - gustoća vode na bazi korištene formule (npr. Tanaka jednačina)

$\rho_{A, form}$ - gustoća zraka na bazi korištene formule (npr. Spiewek jednačina)

$\delta\rho_{W, form}$ - procjenjuje se odstupanje od formule-uslovima (za gustoću vode)

δV_{rep} - pomoćna količina za određivanje ponovljivosti

$\delta\rho_{A, form}$ - procjenjuje se odstupanje od formule-uslovima (za gustoću zraka)

δV_{men} - pomoćna količina za tretiranje (određivanje) očitavanja meniskusa

δV_{evap} - pomoćna količina za određivanje isparavanja

3.2. Matematički model za izračunavanje mjerne nesigurnosti tipa B za volumetrijsku metodu

$$V_t = V_0 \times [1 - \gamma_{RE} \times (t_{0RE} - t_{RE}) + \beta \times (t_{MEP} - t_{RE}) + \gamma_{MEP} \times (t - t_{MEP})] + \delta V_{men} + \delta V_{REP} + \delta V_{add}$$

(3)

Izvori nesigurnosti dati u modelu (3) mjerne nesigurnosti volumetrijske metode su:

V_0 - referentni etalon, t_{RE} - temperatura

vode u referentnom etalonu,

t_{MEP} - temperatura mjerne etalonske

posude, γ_{RE} - kubni koeficijent toplotnog

širenja materijala referentnog etalona

γ_{MEP} - kubni koeficijent toplotnog širenja

materijala mjerne etalonske posude,

β - kubni koeficijent toplotnog širenja vode,

δV_{men} - očitavanje meniskusa,

δV_{rep} - mjerenje ponovljivosti,

$\delta V_{dodatni}$ - dodatni faktori,

4. REZULTATI ZA MJERNU NESIGURNOST DOBIVENI GRAVIMETRIJSKOM I VOLUMETRIJSKOM METODOM KALIBRACIJE ETALONSKE POSUDE VOLUMENA

Tabela 2. Budžet mjernih nesigurnosti dobivenih gravimetrijskom metodom

Definicija komponenti-ulaznih veličina (Xi)	Simboli	Jedinice	Vrijednost	Stand. nesig. komp. u(Xi)	Vrijednost. stand. nesig. U(Xi)	Jed. stand. nesig.	Tip nesig.	Koefc. osjetljiv. (Ci) ($\partial V / \partial x_i$)	Doprinos nesigurnosti u(x)(ci)	Doprinos nesigurnosti (u(x)(ci)) ²	Procent doprinosa nesigurn. (%)
Masa m _{sr} =L-IE	m	g	19994,20	u(m)	0,147	g	B	1,0025486	0,1473747	0,0217193	5,41
Temp. vode MEP-u	(ts=tw-sr)	°C	21,42	u(tw-sr)	0,25	°C	B	-0,9624660	-0,2406165	0,0578963	14,41
Gustoća vode	ρ_{w-sr}	g/ml	0,9979	u(ρ_{w-sr})	0,00000045	g/ml	B	-20105,294	-0,0090474	8,185E-05	0,020
Gustoća zraka	ρ_{A-sr}	g/ml	0,001126	u(ρ_{A-sr})	0,000000289	g/ml	B	17599,298	0,0050862	2,587E-05	0,006
Gustoća masenih tegova	ρ_B	g/ml	8,00	u(ρ_B)	0,01	g/ml	B	0,3527188	0,0035272	1,244E-05	0,003
Kubni koefc. ekspanzije MEP-a	γ	/°C	0,000048	u(γ)	0,000001387	g/ml	B	-128729,827	-0,1785483	0,0318795	7,95
Moguća greška očitavanja meniskusa-MEP-a (u _p -E)	δV_{men}	ml	0,865	u(δV_{men})	0,501	ml	B	1	0,501	0,251001	62,59
Obnovljivost mjerenja	δV_{rep}	ml	0	u(δV_{rep})	0,196	ml	A	1	0,196	0,038416	9,47
REZULTAT:									$u^2(V_{15}) =$	0,401032	
k= 2 faktor prekrivanja									$u(V_{15}) =$	0,633271	
Proširena mjerna nesigurnost je: $U(V_{15}) = k \times u(V_{15}) = 1,27$ ml											

Tabela 3. Budžet mjernih nesigurnosti dobivenih volumetrijskom metodom

Definicija komponenti-ulaznih veličina (Xi)	Simboli	Jedinice	Vrijednost	Stand. nesig. komp. u(Xi)	Vrijednost stand. nesig. U(Xi)	Jed. stand. nesig.	Tip nesig. A/B	Koefc. osjetljiv. (Ci) $(\partial V_{15}/\partial x_i)$	Doprinos nesigurnosti u(x_i)(C_i)	Doprinos nesigurnosti u(x_i)(C_i) ²	Procent doprinosa nesigurnosti (%)
Volumen u RE	V ₀	ml	10003.465	u(V ₀)	1,51	ml	B	0,9997	1,509547	2,278732	36,5
Temp. vode u RE	t _{RE}	°C	21,46	u(t _{RE})	0,25	°C	B	-3,9	-0,975	0,950625	15,23
Temp. vode u MEP-i	t _{MEP}	°C	21,44	u(t _{MEP})	0,25	°C	B	3,44	0,86	0,7396	11,35
Kubni koefc. topl. širenja mater. RE	V _{RE}	/°C	0,000025	u(V _{RE})	7,2E-07	/°C	B	29210,2	0,0210313	0,000442	0,007
Kubni koefc. topl. širenja mater. MEP-e	V _{MEP}	/°C	0,000048	u(V _{MEP})	1,387E-06	/°C	B	-128844,6	-0,1787075	0,031936	0,51
Kubni koefc. topl. širenja vode	β	/°C	0,00022	u(β)	6,35E-06	/°C	B	-400,14	-0,0025409	6,46E-06	0,0001
Moguća greška očitavanja meniskusa-MEP-a (up-E)	δV _{men}	ml	0,865	u(δV _{men})	0,501	ml	B	1	0,501	0,251001	4,02
Obnovljivost mjerenja	δV _{rep}	ml	0	u(δV _{rep})	0,243	ml	A	1	0,243	0,059049	0,945
Dodatni faktori	δV _{add}	ml	0	u(δV _{add})	1,39	ml	B	1	1,39	1,9321	30,95
k= 2 faktor prekrivanja									u*(V ₁₅) =	6,243492	
Proširena mjerna nesigurnost je: U(V ₁₅) = k x u(V ₁₅) = 4,99 ml									u(V ₁₅) =	2,498698	

Na bazi egzaktnog matematičkog modela, osam komponenti ili parametara imaju značajan utjecaj na nesigurnost mjerenja i predstavljaju značajne izvore nesigurnosti. Izvori nesigurnosti sa izračunatim vrijednostima procijenjenih doprinosa, navedeni su u tabeli 2. Evidentno je da je najveća nesigurnost od moguće greške očitavanja meniskusa 62.59% Uticaj vage kao primarnog instrumenta za mjerenje zavisi od klase tačnosti, preciznosti, rezolucije i kvaliteta. Metoda se provodi ponavljanjem mjerenja pa je očito da izmjerene vrijednosti nisu savršeno ponovljive zbog čega se javlja greška. U budžetu mjerne nesigurnosti kod volumetrijske metode kalibracije, [5] učestvuju devet komponenti, koji predstavljaju značajne izvore nesigurnosti, date u tabeli 3. Na osnovu navedenih procentualnih pokazatelja, vidljivo je da najznačajniji utjecaj na ukupnu mjernu nesigurnost u volumetrijskoj metodi imaju komponente volumena u RE i dodatni faktori.

5. ZAKLJUČCI I PREPORUKE

Prema preporukama Njemačke akademije za mjeriteljstvo, ukupna proširena mjerna nesigurnost za mjerne posude ne bi trebala da prelazi vrijednosti veće od jedne trećine vrijednosti klase tačnosti te posude. Na osnovu izračunatih vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti u obje metode za MEP-u koja je bila predmet kalibracije u ovom istraživanju, te vrijednosti su značajno manje u odnosu na navedene preporuke. Na bazi rezultata mjerenja, vidi se da primarna, gravimetrijska metoda ima manju mjernu nesigurnost, ali da je kalibracija ograničena na laboratorije. U uslovima terenskih kalibracija etalonskih posuda preporučuje se volumetrijska metoda.

Iz svih gore navedenih analiza može se doći do fundamentalnog zaključka da izračunavanje mjerne nesigurnosti tipa B ima poseban značaj i ulogu u mjeriteljstvu. Na osnovu ovih analiza može se procijeniti kakav je nivo kvaliteta laboratorije u kojoj se vrše kalibracije (uslove koje može obezbijediti laboratorija, kvalitet opreme kojom raspoláže, procedure i postupci koje koriste operateri), stručnost mjeritelja kao i kvalitet mjerne posude koja je predmet kalibracije. Provedena mjerenja su pokazala koje su prednosti i nedostaci ove dvije metode kalibracije i mogu poslužiti kao preporuka za izbor metode kalibriranja velikih etalonskih posuda.

6. LITERATURA

- [1] Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM) 100:2008: Evaluation of Measurement Data. GUM-Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. JCGM 100:2008.
- [2] European Association of National Metrology Institutes (EURAMET). Calibration Guide. Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration. EURAMET cg-19, Version 2.1 (03/2012).
- [3] European Association of National Metrology Institutes (EURAMET). Calibration Guide. Guidelines on the Calibration of Standard Capacity Measures using the Volumetric Method. EURAMET cg-21, Version 1.0 (04/2013).
- [4] Batista, E.; Almeida, N.; Filipe, E.: Uncertainty analysis in calibration of standard volume measures, Advanced mathematical and computational tools in metrology and testing, AMCTM VIII, edited by Franco Pavese, World scientific publishing company, ISBN-13: 978-981-283-951-0, pp. 28-31, 2009
- [5] Batista, E.; Almeida, N.; Filipe, E.: Comparison of two different approaches in the uncertainty calculation of gravimetric volume calibration, XIX IMEKO World Congress, Fundamental and Applied Metrology, 6-11 September 2009, Lisbon, Portugal, ISBN 978-963-88410-0-1, pp.2343-2345, 2009.