

OBEZBJEĐENJE VALIDNOSTI REZULTATA KALIBRACIJE UREĐAJA ZA MJERENJE TVRDOĆE

ENSURING THE VALIDITY OF THE CALIBRATION RESULTS FOR THE HARDNESS TESTING MACHINE

mr.sci. Branka Muminović, istraživač savjetnik
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

dr.sci. Belma Fakić, viši naučni saradnik
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

dr.sci. Mustafa Hadžalić, viši naučni saradnik
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

REZIME

Izdanje standarda BAS EN ISO/IEC 17025:2018 u tački 7.7 navodi obavezu praćenja validnosti rezultata na način da su trendovi uočljivi uz primjenu statističkih tehnika za preispitivanje rezultata. Ovakva praćenja se planiraju i preispituju različitim metodama kao što su učešće u provjeri osposobljenosti ili međulaboratorijskom poređenju. U slučaju nedostatka akreditovanog provajdera za provjeru osposobljenosti laboratorija može organizovati međulaboratorijsko poređenje uz pridržavanje procedure navedene u BAS EN ISO 17043:2024 koji se odnosi na opšte zahtjeve za kompetentnost provajdera za ispitivanje osposobljenosti.

U ovom radu je dat primjer provođenja međulaboratorijskog poređenja za metode kalibracije uređaja za mjerenje tvrdoće od prikupljanja informacija do izvještavanja u organizaciji Mehaničkog kalibracionog laboratorija Instituta.

Ključne riječi: Standard BAS EN ISO /IEC17025:2018, provjera osposobljenosti, međulaboratorijsko poređenje, kalibracija, tvrdoća

ABSTRACT

The edition of standard BAS EN ISO/IEC 17025:2018 in point 7.7 states the obligation for monitoring the validity of results in such a way that trends are detectable with the application of statistical techniques for to review the results. Such monitoring is planned and reviewed with different methods such as the participation in proficiency testing or interlaboratory comparison. In the absence of an accredited proficiency testing provider, the laboratory is able to make a interlaboratory comparisons, following the procedure specified in the BAS EN ISO 17043:2024, which refers to the general requirements for the competence of proficiency testing providers.

This paper presents an example of conducting the interlaboratory comparisons for methods for calibrating hardness testing machine from information collection to reporting in the organization of the Mechanical calibration laboratory of the Institute.

Keywords: Standard BAS EN ISO /IEC17025:2018, proficiency testing, interlaboratory comparison, calibration, hardness

1. UVOD

Akreditovana laboratorija mora da ima procedure za praćenje validnosti rezultata. Podaci dobijeni praćenjem validnosti rezultata moraju da se zapisuju na način da su trendovi uočljivi i tamo gdje je to moguće trebaju se primijeniti statističke tehnike za preispitivanje rezultata. Praćenje validnosti rezultata mora da se planira, preispituje i mora da obuhvati ali i ne da se ograniči na korištenje referentnih materijala i materijala za kontrolu kvaliteta, korištenje alternativnih kalibrisanih instrumenata na način da se obezbijedi sljedivost rezultata, korištenje etalona za provjeru ili radnih etalona ako je to primjenljivo, međuprovjere mjerne opreme, ponavljanje procedure kalibracije korištenjem istih ili različitih metoda i slično.

Laboratorija mora da prati performanse poređenjem sa rezultatima drugih laboratorija kada su one dostupne i odgovarajuće. Ovakvo praćenje mora da obuhvati učešće u ispitivanju osposobljenosti ili učešće u međulaboratorijskim poređenjima. Podaci dobijeni učešćem u provjerama osposobljenosti (PT) ili međulaboratorijskim poređenjima (ILC) moraju da se prate, zapisuju i analiziraju. Ako su dobijeni podaci izvan definisanih kriterija laboratorija mora da preduzme odgovarajuće mjere u cilju sprječavanja izvještavanja o netačnim rezultatima [1].

2. POJAM PT/ILC

Sudjelovanje u PT - provjerama osposobljenosti i ILC - međulaboratorijskim poređenjima predstavlja jedan od najefektivnijih alata za monitoring kvaliteta rezultata kalibracija i za dokazivanje kompetentnosti laboratorije. Učešće u ILC koristi se samo kada PT šema nije dostupna ili nije prikladna za laboratoriju.

PT šemu organizuje akreditovani provajder u skladu sa ISO/IEC 17043:2023. Standard ISO/IEC 17043:2023 navodi tri vrste ILC koje su različite od PT:

- ILC u svrhu karakterizacije ispitne metode – validacija metode,
- ILC u svrhu dodjeljivanja vrijednosti referentnim materijalima i
- ILC u svrhu ključnih i dodatnih poređenja za NMI - nacionalne mjeriteljske institute za potrebe dokazivanja ekvivalentnosti mjerenja.

Standard ISO 15189:2022 navodi da se ILC može koristiti u razmjeni uzoraka sa drugim laboratorijama ili ILC kao rezultat ispitivanja identičnih materijala za internu kontrolu kvaliteta, koja ocjenjuje pojedinačne rezultate interne kontrole laboratorija u odnosu na grupisane rezultate učesnika koji koriste isti materijal za internu kontrolu kvaliteta [2].

2.1 Planiranje učešća u PT/ILC

Akreditovane laboratorije moraju planirati učešće u PT/ILC određivanjem adekvatnog nivoa i učestalosti sudjelovanja za zahtjevano ili odobreno područje akreditacije, uzimajući u obzir primijenjene mjere osiguranja kvaliteta, kao i rizike utvrđene za tehnička područja na koje se zahtijevana ili odobrena akreditacija odnosi. Planiranje se treba odnositi na minimalno jedan ciklus akreditacije (4 godine). Planiranje učešća treba uključivati detaljnu analizu svih mjera osiguranja kvaliteta rezultata kalibracije koje laboratorija primjenjuje, a naročito onih koje mogu otkriti, kvantificirati i pratiti odstupanje (bias) za određenu veličinu. Određivanje nivoa i učestalosti sudjelovanja u PT/ILC određuje se u zavisnosti od obima mjera kontrole kvaliteta koje su uzete u obzir. Institut za akreditiranje Bosne i Hercegovine prepoznaje da u određenim tehničkim područjima nisu dostupne PT/ILC šeme i za takva područja će smatrati mjere osiguranja kvaliteta mjerodavnim. Plan PT/ILC učešća mora biti dostupan u laboratoriji kao zapis koji je važeći i odobren od strane laboratorije. Ukoliko ocjeniteljski tim utvrdi da plan učešća u PT/ILC nije prikladan za zahtijevano akreditovano područje, od akreditovane laboratorije se može zahtijevati korektivna akcija koja ima za cilj da se odredi prikladan nivo i učestalost sudjelovanja u odnosu na područje akreditacije.

Institut za akreditiranje Bosne i Hercegovine zahtijeva od laboratorije istraživanje dostupnosti PT/ILC šema, redovno učešće u PT/ILC prema vlastitom planu, analizu rezultata učešća i provođenje adekvatnih mjera u slučaju neuspješnih učešća. Uzimajući u obzir ishod analize rizika laboratorije, učešće u PT/ILC se smatra obavezujućim za sve akreditovane laboratorije, kada je dostupno, prikladno i kada se procijeni da je potrebno [2].

Kao prioritet, Institut za akreditiranje Bosne i Hercegovine preporučuje da laboratorija koristi usluge raspoloživih organizatora PT šema koji su akreditovane u skladu sa ISO/IEC 17043. Učešće u PT/ILC u svrhu dokazivanja validnosti rezultata može se ostvariti prema slijedećem:

- učešće kod PT organizatora akreditovanog prema ISO/IEC 17043 od akreditacionog tijela koje je potpisnik ILAC MRA za PT organizatore,
- učešće kod PT organizatora akreditiranog prema ISO/IEC 17043 od akreditacionog tijela koje je u postupku za potpisivanje ILAC MRA za PT organizatore ili koje nije potpisnik tog sporazuma,
- učešće u ILC organizovanom i za druge svrhe osim za određivanje kompetentnosti laboratorije
- organizovanjem ili učešćem u ILC, organizovanom u skladu sa relevantnim zahtjevima ISO/IEC 17043:2023, kako bi se odredile performanse akreditovanih laboratorija upoređivanjem sa drugim laboratorijama.

Dokument ILAC-P9:01/2024, koji se odnosi na ILAC-ovu politiku za PT i/ili ILC drugačiji od PT podrazumjeva organizaciju ili učešće u skladu sa relevantnim zahtjevima ISO/IEC 17043:2023, za određivanje performansi akreditovane laboratorije poređenjem sa rezultatima drugih laboratorija [3].

3. PROCEDURA ZA IZVOĐENJE ILC

U nedostatku akreditovanog provajdera u Bosni i Hercegovini i u zemljama u okruženju, u području kalibracija ispitnih mašina za mjerenje tvrdoće, i zbog izuzetno skupih PT šema u organizaciji akreditovanih provajdera u Evropi, Mehanički kalibracioni laboratorij Instituta „Kemal Kapetanović“ u Zenici je analizirao standard ISO/IEC 17043:2023, uradio proceduru za organizaciju i provođenje međulaboratorijskog poređenja, organizovao i proveo poređenje za metode BAS EN ISO 6506-2 i BAS EN ISO 6507-2, koje se odnose na kalibraciju aparata za ispitivanje tvrdoće po metodi Brinell i Vickers. Sama procedura se sastoji iz slijedećeg:

- Inicijativa za pokretanje ILC u području tvrdoće i ostvarivanje kontakata sa zainteresovanim kalibracionim laboratorijama,
- Pismo namjere, definisanje metoda i mjernih područja,
- Osiguranje ispitnih mašina, njihova priprema i tehnička ispravnost,
- Definisanje termina za kalibraciju u dogovoru sa laboratorijama učesnicama,
- Izrada Protokola za međulaboratorijsko poređenje,
- Definisanje kriterija za ocjenu uspješnosti i utvrđivanje performansi laboratorija,
- Statistička analiza rezultata,
- Izrada završnog izvještaja.

3.1. Ispitne mašine sa mjernim područjima i plan ILC

Mehanički kalibracioni laboratorij, Instituta "Kemal Kapetanović" u Zenici obezbijedio je ispitne mašine za:

- ILC u području kalibracije ispitnih mašina za mjerenje tvrdoće po metodi Brinell – Aparat za ispitivanje tvrdoće metodom Brinella, serijski broj: N651, tip:TŠ2, proizvođač: Verhne Volškij Sovnarhoz, mjerno područje HBW 2,5/187,5.
- ILC u području kalibracije ispitnih mašina za mjerenje tvrdoće po metodi Vickers – Univerzalni aparat za ispitivanje tvrdoće metodom Brinell, Vickers i Rokvel, serijski broj: 194 tip: TP-7R-1, proizvođač: OTK Zavod SSSR, mjerno područje HV 10. Termini za kalibraciju,

kao i ostale planirane aktivnosti koje su u vezi sa ILC definisane su u Protokolu. Svakoj laboratoriji dodjeljuje se kod u skladu sa ISO/IEC 17043. Prema dostavljenom Protokolu za sva tehnička i administrativna pitanja, kao i analizu rezultata i izradu izvještaja o rezultatima ILC zadužen je organizator ILC.

3.2 Postupak mjerenja

Mjerenje je realizovano u Mehaničkom ispitnom laboratoriju. Izmjerene vrijednosti svakog laboratorija upoređivane su sa referentnim vrijednostima. Svaki laboratorij je realizovao kalibraciju aparata za ispitivanje tvrdoće indirektnom metodom prema zahtjevima standarda ISO 6506-2:2019 – metod Brinel, sa dvije referentne pločice za tvrdoću, jer dvije od tri laboratorije nisu imale na raspolaganju tri referentne pločice, i BAS EN ISO 6507-2: 2018 – metod Vikers sa tri referentne pločice. Urađeno je mjerenje referentnih otisaka i po pet mjerenja na svakoj referentnoj pločicu za svako mjerno područje.

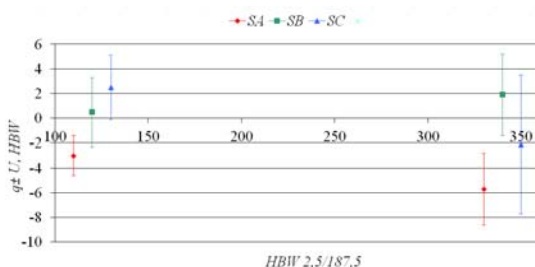
Kod ocjene rezultata uzeta je u obzir relativna greška tačnosti i proširena mjerna nesigurnost.

3.3 Rezultati mjerenja, metoda Brinel HBW 2,5/187,5

Relativne greške tačnosti i proširena mjerna nesigurnost laboratorija učesnica data je u tabeli 1 a grafički prikaz grešaka sa rasponom nesigurnosti dat je na slici 1.

Tabela 1. Vrijednosti q i U , HBW 2,5/187,5

Kod lab		Vrijednost tvrdoće pločice HBW 2,5/187,5			
		≤200		300≤HBW≤400	
		Relativna greška tačnosti sa proširenom mjernom nesigurnošću q±U			
		HBW	%	HBW	%
SA	q	-3,0	-2,7	-5,7	-1,6
	U	1,6	1,4	2,9	0,8
SB	q	0,5	0,4	1,9	0,6
	U	2,8	2,2	3,3	1,0
SC	q	2,5	1,35	-2,1	-0,6
	U	2,6	1,4	5,6	1,6



Slika 1. Grafički prikaz $q \pm U$, HBW 2,5/187,5

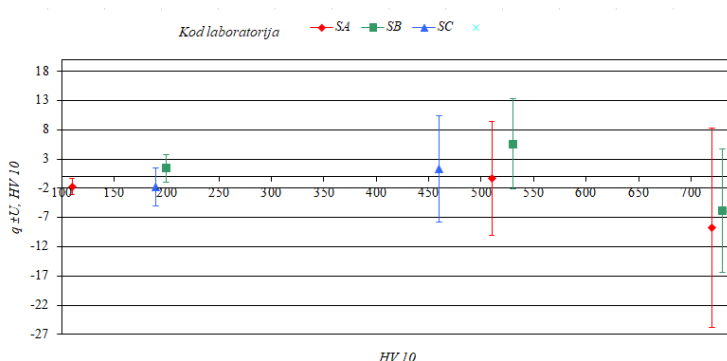
3.4 Rezultati mjerenja, metoda Vikers – HV 10

Relativne greške tačnosti i proširena mjerna nesigurnost laboratorija učesnica data je u tabeli 2.

Tabela 2. Vrijednosti q i U , HV 10

Kod laboratorija		Vrijednost tvrdoće referentne pločice HV 10		
		≤ 225	$400 \leq \text{HV} \leq 600$	≥ 700
		Relativna greška tačnosti sa proširenim mjernom nesigurnošću $q \pm U$, HV 10		
SA	q	-1,7	-0,3	-8,7
	U	1,3	9,8	17,1
SB	q	1,4	5,6	-5,8
	U	2,4	7,7	10,6
SC	q	-1,8	1,3	-
	U	3,2	9,1	-

Grafički prikaz relativnih grešaka i raspon nesigurnosti mjerenja dat je na slici 2. Laboratorija sa kodom SC nije imala na raspolaganju referentnu pločicu za tvrdoću HV ≥ 700 .



Slika 2. Grafički prikaz $q \pm U$, HV 10

3.5 Ocjena rezultata

Ocjena rezultata realizovana je preko faktora devijacije E_n . Apsolutna vrijednost faktora mora biti manja ili jednaka 1. Laboratorija pokazuje zadovoljavajući rezultat ako je 67%, odnosno 2 od ukupno 3 mjerenih rezultata zadovoljavajući. Laboratorija koja mjeri dva rezultata pokazuje zadovoljavajući rezultat ako je 100 %, odnosno 2 od 2 mjerena rezultata zadovoljavajuća [4].

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{(U_{lab}^2 + U_{ref}^2)}} \leq 1 \quad \dots (1)$$

x_{lab} – rezultat laboratorije sa kodom SA, SB i SC (za rezultat je uzeta vrijednost relativne greške)

x_{ref} – referentni rezultat (srednja vrijednost relativne greške svih laboratorija učesnica)

U_{lab} – proširena mjerna nesigurnost laboratorija sa kodom SA, SB i SC

U_{ref} – proširena mjerna nesigurnost (za rezultat je uzeta srednja vrijednost nesigurnosti svih laboratorija učesnica)

Faktor devijacije prikazuje odstupanje svakog laboratorija od referentne vrijednosti. Za referentnu vrijednost najčešće se uzima vrijednost laboratorije, nacionalne ili laboratorije koja zauzima na hijerarhijskoj ljestvici viši položaj od ostalih laboratorija učesnica. Kako su sve laboratorije istog mjeriteljskog nivoa za ocjenu uspješnosti kao referentna vrijednost uzeta je srednja vrijednost laboratorija učesnica [4].

$$x_{ref} = \frac{\sum_{i=1}^4 q_{i,lab}}{4} \quad \dots (2)$$

$$U_{ref} = \frac{\sum_{i=1}^4 U_{i,lab}}{4} \quad \dots (3)$$

Izračunate vrijednosti faktora devijacije i prikaz uspješnosti laboratorija za metodu BAS EN ISO 6506-2, mjerno područje HBW 2,5/187,5 date su u tabeli 3.

Tabela 3. Ocjena uspješnosti laboratorija učesnica, BAS EN ISO 6506-2, HBW 2,5/187,8

Kod lab.	Vrijednost tvrdoće pločice HBW 2,5/187,5		Broj mjenjenih rezultata	Zadovoljavajući rezultati		Ocjena uspješnosti
	HBW≤200	300≤HBW≤400		Broj	%	
	Faktor devijacije, <i>En</i>					
SA	-1,1	-0,8	2	1	50	Ne zadovoljava
SB	0,1	0,5		2	100	Zadovoljava
SC	0,7	0,0		2	100	Zadovoljava

Izračunate vrijednosti faktora devijacije i prikaz uspješnosti laboratorija za metodu BAS EN ISO 6507-2, mjerno područje HV 10 date su u tabeli 4.

Tabela 4. Ocjena uspješnosti laboratorija učesnica, BAS EN ISO 6507-2, HV 10

Kod lab.	Vrijednost tvrdoće pločice HV 10			Broj mjenjenih rezultata	Zadovoljavajući rezultati		Ocjena uspješnosti
	≤225	400≤HV≤600	≥700		Broj	%	
	Faktor devijacije, <i>En</i>						
SA	-0,4	-0,2	-0,1	3	3	100	Zadovoljava
SB	0,6	0,5	0,1		3	100	Zadovoljava
SC	-0,3	-0,1	-		2	100	Zadovoljava

4. ZAKLJUČAK

U nedostatku akreditovanog organizatora za provođenje PT, ili ako je PT šema neprikladna za akreditovanu laboratoriju, laboratorija može svoju kompetentnost potvrditi učešćem u ILC u organizaciji akreditovane laboratorije istog ili višeg mjeriteljskog nivoa pod uslovom da su zadovoljene osnovne pretpostavke standarda ISO/IEC 17043:2023 vezano za obradu i interpretaciju rezultata.

Za metodu BAS EN ISO 6506-2, mjerno područje HBW 2,5/187,5, vrijednost *En* broja za nižu vrijednost tvrdoće referentne pločice je veća od 1 kod jedne laboratorije. Za ovu vrijednost tvrdoće laboratorija je mjerila tvrdoću sa znatnom razlikom i iskazala nižu vrijednost proširene mjerne nesigurnosti u odnosu na ostale dvije laboratorije. Preporuka laboratoriji je da provjeri proceduru procjene proširene mjerne nesigurnosti i proceduru za procjenu kalibracione i mjeriteljske sposobnosti.

Za metodu BAS EN ISO 6507-2, mjerno područje HV 10, vrijednost *En* broja za svaki nivo tvrdoće referentne pločice svih laboratorija učesnica je manji od 1.

Kalibracija je realizovana samo indirektnim postupkom – preko referentnih pločica za tvrdoću.

5. REFERENCE

- [1] BAS EN ISO/IEC 17025:2018 - Opšti zahtjevi za kompetentnost ispitnih i kalibracionih laboratorija
- [2] OD 07-04 - Opći zahtjevi za sudjelovanje u PT/ILC šemama, izdanje 9 od 20.02.2025.
- [3] ILAC-P9:01/2024 - ILAC Policy for Proficiency Testing and/or Interlaboratory comparisons other than Proficiency Testing
- [4] ISO/IEC 17043: 2023 - Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
- [5] Muminović, B.; Beganović, O.; Korlat, S.; Čelebić, A.; Međulaboratorijsko poređenje rezultata kalibracije uređaja za mjerenje sile, XXII Konferencija Komiteta za međulaboratorijska ispitivanja materijala, Bor, septembar 2016.