

МЕЋУЛАБОРАТОРИЈСКО ПОРЕЂЕЊЕ (ПТ шема) У ОБЛАСТИ ГРАНИЧНИХ МЕРА УГЛА

Александар Јевремовић, Слободан Зеленика, Небојша Станковић, Гордана
Стефановић

Кључне речи: Међулабораторијско поређење (ПТ шема), граничне мере угла, E_n број.

КРАТАК САДРЖАЈ

Међулабораторијска упоредна испитивања (*енг. Proficiency testing - ПТ шеме*) су последњих неколико деценија постала посебно значајна за унапређење перформанси лабораторија за еталонирање, тако да су и један од предуслова за успешну акредитацију лабораторија. Предности учешћа лабораторија у ПТ шеми су: поређење резултата еталонирања у циљу провере ваљаности примене нове методе за еталонирање, унапређење начина рада, идентификација извора грешака при еталонирању итд. У овом раду је приказан протокол као и резултати међулабораторијског поређења (ПТ шема) у области граничних мера угла, које је организовано од стране Националног метролошког института Србије - Дирекције за мере и драгоцене метале као пилот лабораторије. Ово међулабораторијско поређење је спроведено током 2023 године, а остале лабораторије учеснице су биле „ХК Крушик А.Д. (Ваљево)“ и „Орао А.Д. (Бијељина)“. Добијени резултати су приказани таблично и графички, а анализа резултата је спроведена методом поређења вредности E_n броја. Све лабораторије учеснице су задовољиле критеријум међулабораторијског поређења.

INTERLABORATORY COMPARISON (PT SCHEME) IN THE FIELD OF ANGLE GAUGE BLOCKS

Keywords: Interlaboratory comparison (PT scheme), angle gauge blocks, E_n value.

ABSTRACT

Interlaboratory comparisons have become especially important in the last few decades, for improving the performances of calibration laboratories, so they are also one of the necessary conditions for successful accreditation of laboratories. The advantages of laboratory participation in the PT scheme are: comparison of results in order to verify the validity of the application of a new method for calibration, improvement of work procedures, identification of calibration errors etc. This paper presents the protocol as well as results of interlaboratory comparisons in the area of angle gauge blocks, which was organized by the National Metrological Institute of Serbia - Directorate of measures and precious metals as pilot laboratory. This interlaboratory comparison was conducted during 2023., and other participating laboratories were „HK Krušik A.D. (Valjevo“) and „Orao A.D. (Bijeljina)“. The obtained results are presented in the tables and graphically, and the analysis of the results was carried out by the evaluation of E_n number. All laboratories satisfied interlaboratory criteria.

УВОД

Више деценија лабораторије у свету користе шеме међулабораторијских упоредних испитивања (*eng. Proficiency testing schemes - ПТ шеме*) као екстерну контролу квалитета свог рада. Током последњих година ПТ шеме су добиле на значају, имајући у виду да је у неким земљама учешће у ПТ шемама обавезно у поступку акредитације, док у другим земљама акредитациона тела препоручују учешће у ПТ шемама као алат за унапређење квалитета рада лабораторија[1]. Примарни циљ међулабораторијских упоредних испитивања је да лабораторијама пружи подршку у поступку унапређења квалитета њихових резултата. Већина ПТ шема је усмерена ка побољшању квалитета лабораторијских података. Неке шеме додатно пружају практичну помоћ и савет у случајевима када су лабораторије показале лошу перформансу приликом учешћа у некој ПТ шеми. Потребно је истаћи да учешће у ПТ шемама треба користити као допуну интерних процедура за контролу квалитета рада лабораторије, јер пружа додатну екстерну проверу капацитета рада и поуздане индикаторе за даље унапређење перформанси рада лабораторије [2, 3]. У циљу подршке акредитованим метролошким лабораторијама у земљи (иностранству) и успостављања њихове техничке компетентности, у националном метролошком институту Србије, Дирекцији за мере и драгоцене метале (ДМДМ), је одлучено крајем 2022 године да се организује међулабораторијско поређење (ПТ шема) у области граничних мера угла. Циљ овог рада је да прикаже резултате еталонирања међулабораторијског упоредног испитивања - ПТ шеме, у области граничних мера угла, између лабораторија „ХК Крушик АД“, „Орао А.Д.“ и „ДМДМ-а“ са улогом пилот лабораторије.

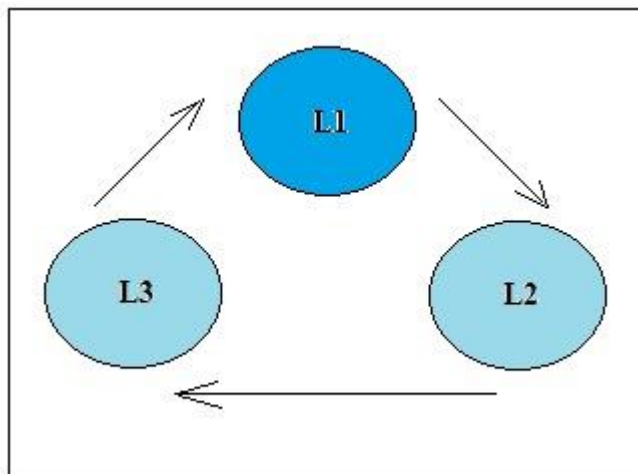
ПОСТУПАК МЕРЕЊА

Ово међулабораторијско поређење је интерно заведено под називом „**PT-D-GMU-1-2022**“ и спроведено је ради утврђивања компетентности акредитованих лабораторија учесница у еталонирању граничних мера угла и идентификације неусаглашености које се могу појавити у лабораторијама током еталонирања. Дирекција за мере и драгоцене метале као организатор ове шеме за испитивање

оспособљености (ПТ шеме) је спровела поређења према стандардима SRPS ISO/IEC 17043: 2011 и ILAC-G13: 2007.[4, 5]

Мерење - Протокол у лабораторији „ДМДМ“

Међународна ПТ шема три лабораторије за еталонирање граничних мера угла, организована је као кружно/ротирајуће поређење (слика 1), па је због тога пилот лабораторија, у овом случају ДМДМ (L1), спровела мерења на почетку и на крају ПТ шеме.



Слика 1: ПТ Шема - кружно поређење

Добра организација међулабораторијског поређења подразумевала је израду протокола у којем су били дефинисани природа и сврха ПТ шеме, распоред извршења поређења, избор артефакта/референтног еталона, информације о транспорту и руковању артефактом, планирано/лимитирано време извођења мерења за сваку лабораторију понаособ, информације о методи мерења и процедурама, одговорност за спровођење мерења у договореним/дефинисаним мерним тачкама, назнака спровођења статистичке анализе резултата мерења која је унапред предочена како треба да буде спроведена, начин евалуације резултата мерења, критеријум за позитивну оцену у складу са SRPS ISO/IEC 17043: 2011, као и израда нацрта финалног извештаја о међулабораторијском поређењу.

Експериментална поставка

Мерење граничне мере угла у лабораторији за дужину, ДМДМ, је урађено аутоколимационом методом, на гониометар-спектрометру типа Moller-Wedel [6]. Гранична мера угла се поставља на платформу (носиви сто) гониометра. Платформа треба да буде поравната у хоризонталној равни тако да буде перпендикуларна у односу на осу ротације гониометра. Перпендикуларност се подешава помоћу помоћних завртања који се налазе на бочним странама гониометра. Гранична мера угла која је постављена на платформу, треба да буде позиционирана тако да буде што ближе центру, тј. оси ротације гониометра. С обзиром да је мерени угао на граничној мери угла ограничен са две равне површине (директна и супротна страна), добијени угао ће се добити пројектовањем снопа светлости аутоколиматора на обе површине и довођењем у саосност кончаница пројектованог и рефлектованог снопа за сваку површину

појединачно. Ову процедуру треба поновити најмање пет пута за сваки угао. Вредности углова који су били задати у ПТ шеми, су били од 30°, 60° и 90°.

Процена мерне несигурности

Мерна несигурност је састављена из мерне несигурности калибрације u_{cal} , мерне несигурности позиционирања у референтној тачки $u_{pos_{ref}}$ и мерне несигурности позиционирања у тачки мерења $u_{pos_{meas}}$. Под претпоставком да је $u_{pos_{ref}} = u_{pos_{meas}} = u_{pos}$, може се рећи да је тотална мерна несигурност $u = u_{pos} \cdot \sqrt{2}$. Стандардна мерна несигурност позиционирања (тип А), се добија понављањем више од 50 мерења у одређеној референтној тачки, па се за мерну несигурност узима стандардна девијација ових мерења. Што се тиче мерне несигурности калибрације (тип Б), она обухвата мерну несигурност калибрације гониометра и 24-страног оптичког полигона, тако да као комбиновану стандардну мерну несигурност, на крају добијамо:

$$u_c = \sqrt{u_{cal}^2 + u_{pos}^2}, \quad (1)$$

Проширена мерна несигурност U је добијена множењем комбиноване стандардне мерне несигурности са фактором k , где је $k = 2$, за ниво поверења од 95%. На крају се може рећи да је U износила приближно 0,2" .

Опис еталона (гранична мера угла)

Узорак који је је изабран да циркулише од лабораторије до лабораторије је гранична мера угла, произвођача „HIGER“, серијског броја „ТП 153431“ (слика 2).



Слика 2. Еталон - гранична мера угла са угловима од 30°, 60° и 90°.

Узорци су се преносили у оригиналном паковању произвођача које је обезбедила пилот лабораторија ДМДМ. Пре почетка мерења еталон је било потребно аклиматизовати 24 часа у лабораторијским условима, ради температурне стабилизације. Еталонирање граничних мера угла је вршено на температури амбијента од номиналних 20 °C.

Мерење у лабораторијама „Орао АД“ и „ХК Крушик АД“

Списак лабораторија учесница припрема пилот лабораторија на основу њихових пријава за учествовање у ПТ шеми. Сви учесници морају да имају исту методу за еталонирање граничних мера угла. Свака лабораторија је према предлогу пилот лабораторије ДМДМ, имала две недеље за мерење, укључујући и транспорт еталона. Својом пријавом за учешће лабораторије су потврдиле да су у могућности да изведу мерења у задатом временском интервалу потписивањем и достављањем сагласности за учествовање. Поређење је спроведено према предложеном плану распореда у којем је после лабораторије ДМДМ, следећа у низу била лабораторија „ХК Крушик АД“ (L2), а затим после ње лабораторија „Орао АД“ (L3). Лабораторије „ХК Крушик АД“ и „Орао АД“ су еталонирања извршила методом директног поређења помоћу референтних еталона угла - MOORE-ов подеони сто типа 1440 и фотоелектричног аутоколиматора типа HILGER&WATTS TA-53. Мерења су урађена на температури од 19,5 °C и влажношћу од 45%, у лабораторији „ХК Крушик АД“ док су у лабораторији „Орао АД“ мерења урађена на 20 °C и влажности од 60%.

РЕЗУЛТАТИ И АНАЛИЗА

Анализа резултата (E_n - број) и резултати ПТ - шеме

За евалуацију резултата и прорачун еквивалентности лабораторија учесница, како је предвиђено у техничком протоколу, коришћен је E_n број. За рачунање је примењена следећа формула:

$$E_n = (X_{lab} - X_{ref}) / \sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}, \quad (2)$$

где је:

X_{lab} - резултат лабораторије учеснице,

X_{ref} - референтна вредност,

U_{lab} - мерна несигурност лабораторије учеснице за $k=2$ и

U_{ref} - референтна мерна несигурност за $k=2$.

Назначену референтну вредност и мерну несигурност назначене вредности овог међулабораторијског поређења даје пилот лабораторија (ДМДМ). Критеријум за позитивну евалуацију је статистичко одређивање E_n броја и то ако је $|E_n| > 1$ лабораторија не задовољава тј. мора да преузме неопходне кораке, и $|E_n| \leq 1$ лабораторија задовољава. У табелама бр.1,2 и 3 су приказани резултати мерења као и вредности E_n броја за сваку карактеристичну мерну тачку за све лабораторије учеснице посебно.

Табела 1. Приказане вредности мерења и E_n броја за угао од 30°.

ГМУ	x_i	u_i	U_i	$(X_{lab}-X_{ref})$	$\sqrt{(U_{lab}^2+U_{ref}^2)}$	E_n
30 °	"	"	"	"	"	
ДМДМ (реф)	-0,90	0,25	0,50	0		
Крушик	-0,32	0,66	1,32	0,58	1,41	0,41
Орао	0,90	1,50	3,00	1,80	3,04	0,59

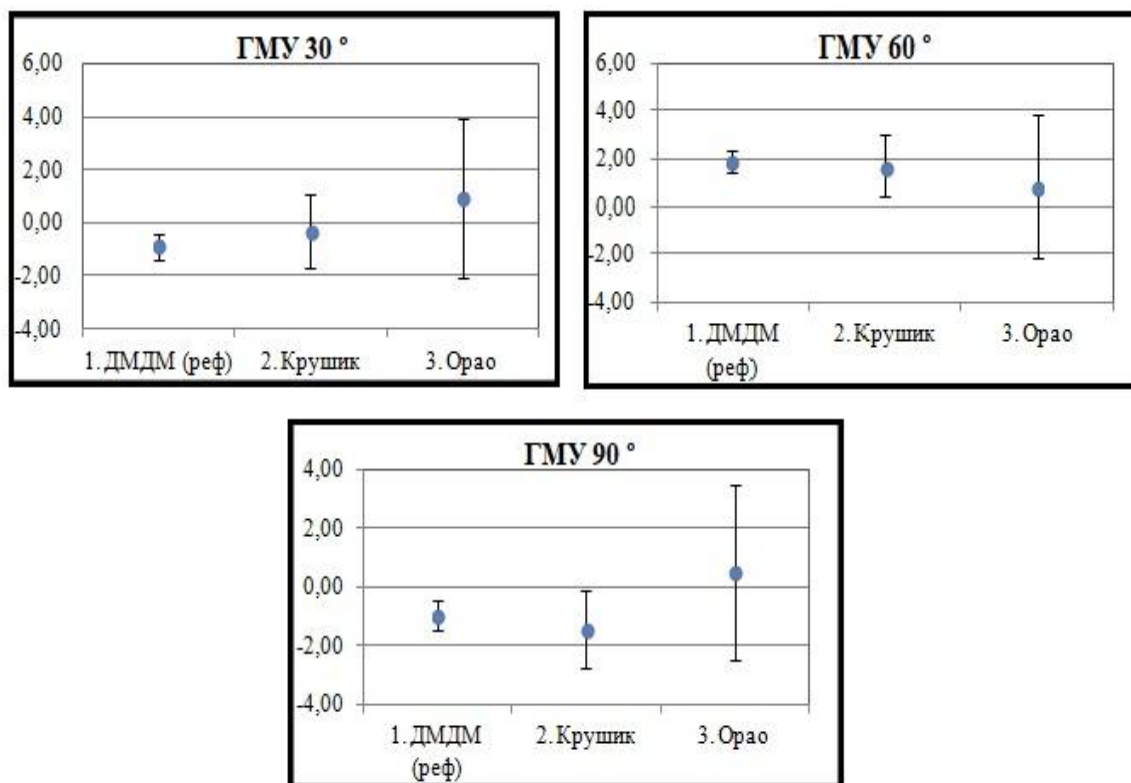
Табела 2. Приказане вредности мерења и E_n броја за угао од 60°.

ГМУ	x_i	u_i	U_i	$(X_{lab}-X_{ref})$	$\sqrt{(U_{lab}^2+U_{ref}^2)}$	E_n
60 °	"	"	"	"	"	
ДМДМ (реф)	1,88	0,25	0,50	0		
Крушик	1,68	0,66	1,32	-0,20	1,41	-0,14
Орао	0,80	1,50	3,00	-1,08	3,04	-0,36

Табела 3. Приказане вредности мерења и E_n броја за угао од 90°.

ГМУ	x_i	u_i	U_i	$(X_{lab}-X_{ref})$	$\sqrt{(U_{lab}^2+U_{ref}^2)}$	E_n
90 °	"	"	"	"	"	
ДМДМ (реф)	-0,93	0,25	0,50	0		
Крушик	-1,44	0,66	1,32	-0,51	1,41	-0,36
Орао	0,50	1,50	3,00	1,43	3,04	0,47

Резултати ПТ шеме су такође приказани и графички (слика 3).



Слика 3. Графички приказ резултата мерења ПТ шеме

ЗАКЉУЧАК

У овом раду су приказани резултати међулабораторијског поређења (ПТ шеме), у области граничних мера угла, која је спроведена током 2023. године између Националног метролошког института Србије - Дирекције за мере и драгоцене метале (ДМДМ) и метролошких лабораторија „ХК Крушик АД“ и „Орао АД“. У овом поређењу је ДМДМ била пилот лабораторија. Као пилот лабораторија, ДМДМ је саставила технички протокол, спровела анализу резултата мерења и на

крају дала финални извештај. Међулабораторијско поређење је спроведено у три мерне тачке, за углове од 30°, 60° и 90°. Као критеријум прихватљивости резултата мерења, искоришћена је вредност E_n броја, при чему се резултати сматрају задовољавајућим уколико је испуњен услов $-1 \leq E_n < 1$. Поређењем је утврђено задовољавајуће подударање резултата мерења с обзиром да се E_n вредност кретала између -0,36 и 0,59. Овим се може закључити да су лабораторије испуниле дати критеријум и да је ПТ шема успешно спроведена.

ЗАХВАЛНОСТ

Захваљујемо се бројним знаним и незнаним састављачима сличних упутстава за обликовање радова, чије је искуство и труд делимично уграђено и у овај документ.

РЕФЕРЕНЦЕ

- [1] Пејовић Г., Значај међулабораторијских упоредних испитивања за унапређење перформанси рада лабораторија за контролу квалитета лекова; Arh.farm. 2014; 64; 285-293;
- [2] Берманец Грегц Л. и остали, Међулабораторијска успоредба резултата умјеравања мјерила апсолутног тлака у подручју од 500 hPa до 1100 hPa.; 16th International Conference Proceedings - CroLab; Brijuni, Croatia; 2021; 18-25;
- [3] Visser R., Interpretation of interlaboratory comparison results to evaluate laboratory proficiency; Accred. Qual. Assur.; 2006; 10 ; 521-526;
- [4] SRPS ISO/IEC 17043:2023 Оцењивање усглашености - Општи захтеви за испитивање оспособљености;
- [5] ILAC-G13:2007 ILAC Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency testing schemes;
- [6] Moller-Wedel, User manual for goniometer-spectrometer, Germany, 1979