



Česká metrologická společnost, z.s.

Novotného lávka 5, 116 68 Praha 1

tel/fax: 221 082 254

e-mail: cms-zk@csvts.cz

www.csvts.cz/cms

Kalibrační postup

KP 2.3.9/01/16

PENETRANČÍ JEHLY

Praha

Říjen 2016

Vzorový kalibrační postup byl zpracován a financován ÚNMZ v rámci Plánu standardizace – Program rozvoje metrologie 2016

Číslo úkolu: VII/1/16

Zadavatel: Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, organizační složka státu

Řešitel: Česká metrologická společnost

Zpracoval: Ing. Richard Silovský

© ÚNMZ, ČMS

Neprodejné: Metodika je volně k dispozici na stránkách ÚNMZ a ČMS. Nesmí však být dále komerčně šířena.

1 Předmět kalibrace

Tento kalibrační postup se vztahuje na kalibraci penetračních jehel a kontrolních kuželů pro měření konzistence vzorku materiálu vyjádřená jako hloubka v desetinách milimetru, do které svisle vnikne normalizovaná jehla za stanovených podmínek teploty, zatížení a doby zatěžování.

Kalibrace popsaná v tomto kalibračním postupu se týká jak prvotní kalibrace, popř. vstupní kontroly penetračních jehel a kontrolních kuželů v dané organizaci (dále jen PK), tak i rekalibrace během používání (dále jen RK).

2 Související normy a metrologické předpisy

TNI 01 0115	Mezinárodní metrologický slovník - Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)	[L1]
ČSN CEN ISO/TS 17892-12	Geotechnický průzkum a zkoušení - Laboratorní zkoušky zemin - Část 12: Stanovení konzistenčních mezí	[L2]
ČSN EN 12597	Asfalty a asfaltová pojiva – Terminologie	[L3]
ČSN EN 1426	Asfalty a asfaltová pojiva - Stanovení penetrace jehlou	[L4]
EA-4/02	Vyjadřování nejistot měření při kalibracích	[L5]
EA-4/07	Návaznost měřicího a zkušebního zařízení na státní etalony	[L6]
ČSN EN ISO/IEC 17025	Posuzování shody - Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří	[L7]
ČSN EN ISO 10012	Systémy managementu měření - Požadavky na procesy měření a měřicí vybavení	[L8]

3 Kvalifikace pracovníků provádějících kalibraci

Kvalifikace pracovníků provádějících kalibraci penetračních jehel a kontrolních kuželů je dána příslušným předpisem organizace. Tito pracovníci se seznámí s kalibračním postupem upraveným na konkrétní podmínky kalibrační laboratoře nebo obdobného pracoviště provádějícího kontroly měřidel a souvisejícími předpisy.

Doporučuje se potvrzení odborné způsobilosti těchto pracovníků prokázat vhodným způsobem, například osvědčením o odborné způsobilosti, osobním certifikátem apod.

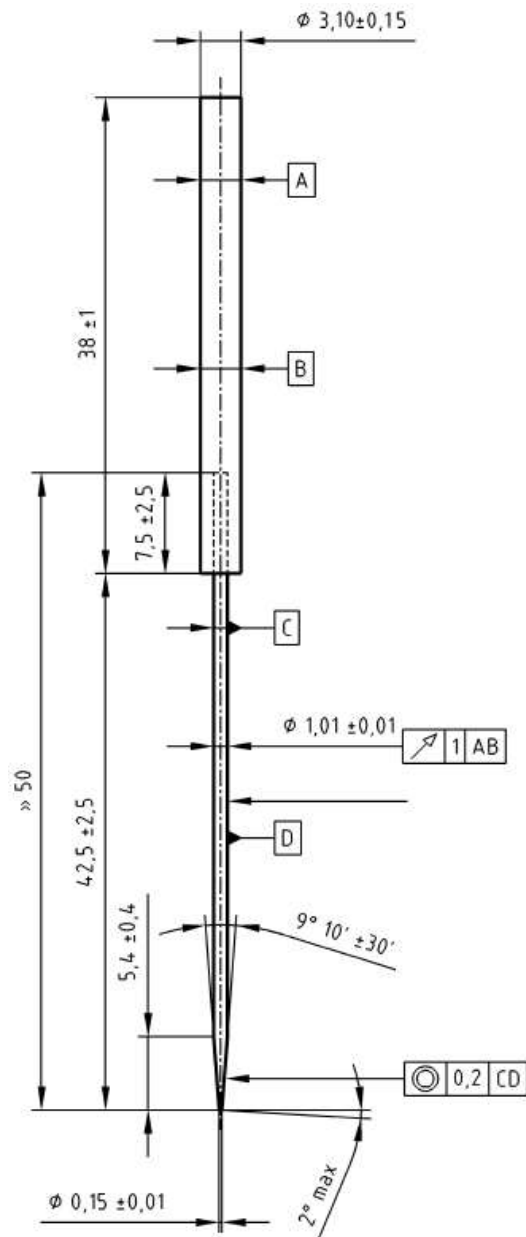
4 Názvosloví, definice

Penetrační jehla – vyrobená z plně tvrzené, popouštěné a leštěné korozivzdorné oceli, typu X105CrMo17, s tvrdosti Rockwella C54 až C60. Tělo jehly má průměr 1,00 mm až 1,02 mm a jeden konec je symetricky zkosený do kužele. Tělo jehly je pevně upevněno v mosazné koncovce.

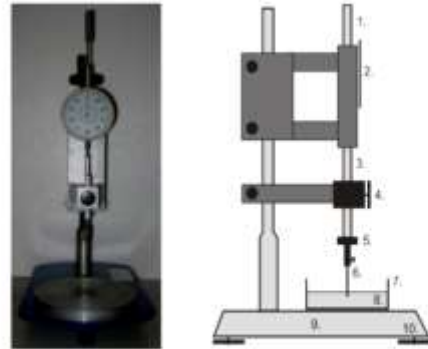
Penetrační kužel – je vyrobený z nerezové oceli nebo duralu s vrcholovými úhly 30° a

60° s předepsanou drsností která má velký vliv na výsledky zkoušek než úchytky kuželu nebo tupost kuželu.

Chyba měření (jehly, kužele) - je algebraický rozdíl mezi indikovanou hodnotou a pravou (skutečnou) hodnotou měřené veličiny (tolerance).



Obrázek č. 1: Penetrační jehla

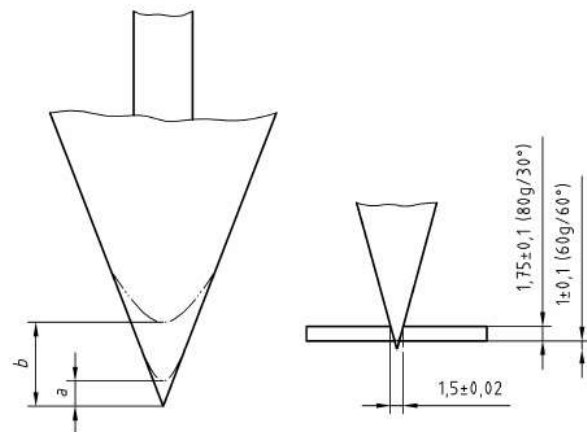


(1- vřeteno, 2- stupnice, 3- držák jehly, 4- uvolňovací zařízení, 5- 50g závaží, 6- jehla a koncovka, 7- zkoušební miska, 8- zkoušební vzorek, 9- podkladní deska, 10- stavěcí šroub)

Obrázek č. 2: Sestava pro kontrolu asfaltových směsí



Obrázek č. 3: Sestava pro kontrolu asfaltových směsí



Obrázek č. 4: Penetrační kužel

Další pojmy a definice jsou obsaženy v příslušných normách (viz čl. 2), a v publikacích zaměřených na metrologickou terminologii.

5 Měřidla a pomocná měřicí zařízení pro kalibraci

- Měřicí mikroskop s rozlišitelností alespoň 0,001 mm, vybavený programem pro měření geometrie v rovině,
- laboratorní profiloměr se zapisovačem známých metrologických vlastností,
- stolek s příčným posuvem (např. mikrometrickým šroubem),
- lapovací prostředky – lapovací kámen (arkansas, žula), lapovací brousek (Moravitcarbo), lapovací papír,
- čisticí prostředky - čistý benzín, např. lékárenský, vata, optická utěrka,
- mazací a konzervační prostředky - lékárenská vazelína, popř. hodinářský olej,
- vlasový vlhkoměr, navázaný na etalon,
- tělískový teploměr s měřicím rozsahem min (16 až 26) °C s hodnotou dílku stupnice min 0,2 °C, popř. jiný teploměr obdobných parametrů, navázaný na etalon.

Poznámka: Všechna použitá měřidla a pomocná měřicí zařízení musí být navázány na etalon vhodného rozsahu a přesnosti a musí mít platnou kalibraci.

6 Obecné podmínky kalibrace

Kalibrace penetračních jehel a kuželů se provádí za těchto referenčních podmínek:

- teplota prostředí: (20 ± 2) °C,
- vlhkost vzduchu max. 75% RH (nekorozní prostředí).

Před vlastní kalibrací se penetrační jehla nebo kužel umístí alespoň na 1 hodinu do místnosti s referenční teplotou. Relativní vlhkost vzduchu se měří vlhkoměrem před zahájením kalibrace. Účelem sledování vlhkosti je zajistit nekorozní prostředí a zabránit orosení přístroje. Závislost výsledku měření tloušťky vrstev na vlhkosti prostředí není známa, závislost na teplotě považujeme za nepodstatnou.

7 Rozsah kalibrace

- Kontrola dodávky při vstupní kontrole (viz čl. 8.1),
- předběžná kontrola a případná úprava (viz čl. 8.2),
- měření metrologických parametrů (viz kap. 9),
- vyhodnocení kalibrace (čl. 10).

8 Kontrola dodávky a příprava ke kalibraci

8.1 Kontrola dodávky

Převzetí penetračních jehel nebo kužele k prvotní kalibraci nebo k rekalibraci stvrzuje pracovník kalibrační laboratoře svým podpisem na kopii objednávky nebo na formuláři k tomu určeném. Při přebírání penetračních jehel nebo kužele se překontroluje, zda typ, evidenční číslo, výrobní číslo odpovídají údajům na objednávce nebo na dodacím listu, dodaném podkladu (evidenční karta, výpis z počítačové evidence měřidel). (RK)

8.2 Čištění a předběžná kontrola

Při předběžné kontrole měřidla se provede:

- sejmutí značek, kterými bylo měřidlo opatřeno při předchozí kalibraci (pouze RK),
- zjištění, zda nemá penetrační jehla nebo kužel viditelné závady znemožňující kalibraci, ohnutí jehly nebo příliš drsný povrch kužele,
- případná oprava lehce poškozených částí penetrační jehly nebo kužele lapovací kamenem, popřípadě lapovacím papírem,
- celkové očištění penetrační jehly nebo kužele lékárenským benzínem.

Mají-li poškození takový charakter, že je nelze odstranit uvedeným způsobem, předepíše se penetrační jehla nebo kužel k celkové opravě nebo k vyřazení.

8.3 Příprava měřidla

Měřidlo penetrační jehly nebo kužele necháme společně s měřicím mikroskopem nebo profiloměrem v kontrolovaném prostředí na 1 hodinu v laboratoři s referenční teplotou vhodnou ke kalibraci v rozmezí (20 ± 2) °C.

9 Postup kalibrace

Měření se provádí optickou metodou pomocí měřicího mikroskopu s využitím programu pro měření geometrie v rovině. Penetrační jehlu nebo kužel upneme mezi hroty, menší trny vystředíme v prizmatech v obecné poloze. Osa penetrační jehly nebo kužele je co nejvíce rovnoběžná s rovinou měření měřicího mikroskopu a směrem podélného pohybu mikroskopu. Měřicím mikroskopem zjistíme skutečnou polohu trnu.

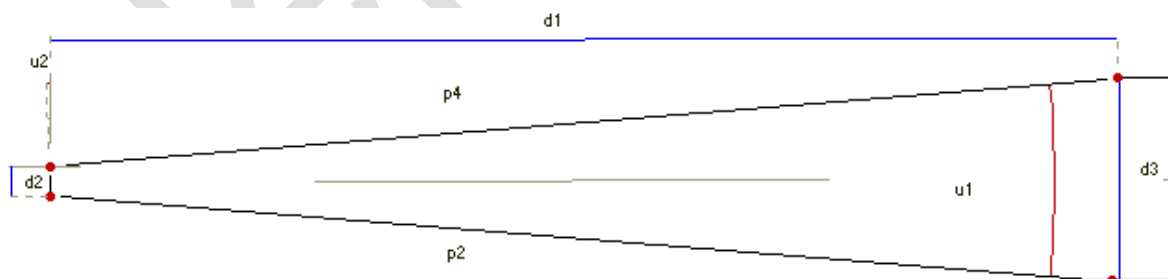
Najížděním nitkového měřicího kříže na zaostřený obrys (hranu) penetrační jehly nebo kužele, zaneseme jednotlivé body površek penetrační jehly nebo kužele v souřadném systému měřicího mikroskopu. Pro každý zaostřený obrys (hranu) snímáme minimálně 5 bodů. Moderními způsoby vyhodnocování v programu pro měření geometrie v rovině vyhodnotíme přímost jednotlivých hran penetrační jehly nebo kužele, kuželovitost trnu a vytvoříme jeho osu. Porovnáme měřená data s předpisem penetrační jehly nebo kužele.



Obrázek č. 5: Kalibrace penetrační jehly mikroskopem

Název - označení	Jmenovitá hodnota	Tolerance	Naměřené hodnoty	Nejistota
Úhel - U1	9° 10'	±30'	9°21'23"	±0°03'10"
Úhel - U2	0°	2° max	1°33'47"	±0°03'10"
Souosost CD	-	0,2 mm	0,009	±0,010 mm
Délka - D1	5,4 mm	±0,4 mm	5,259	±0,040 mm
Délka - D2; průměr	0,15 mm	±0,01 mm	0,148	±0,010 mm
Délka - D3; průměr	1,01 mm	±0,01 mm	1,009	±0,010 mm

Tabulka č. 1: Naměřené hodnoty kalibrace penetrační jehly

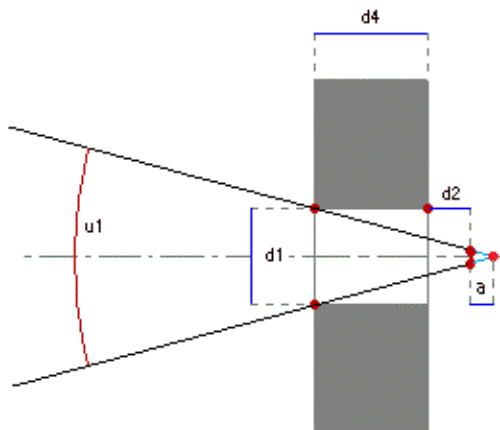


Obrázek č. 6: Detail hrotu penetrační jehly na kalibračním listu

Parametr	Dovolené hodnoty dle ČSN CEN ISO/TS 17892-12	Naměřená hodnota	Rozšířená nejistota měření
Drsnost povrchu kužele $Ra(\max)^*$	0,8 μm	0,51 μm	$\pm 0,10 \mu\text{m}$
Vrcholový úhel - ($u1$)	$(30 \pm 0,2)^\circ$	29,9247°	0,0014°
	$30^\circ \pm 12'$	29° 55' 29"	0° 0' 5"
Tloušťka kontrolní desky - ($d4$)	$(1,75 \pm 0,1) \text{ mm}$	1,890	0,026
Průměr díry kontrolní desky - ($d1$)	$(1,50 \pm 0,02) \text{ mm}$	1,544	0,020
Vzdálenost prostrčení hrotu - ($d2$); pro desku tloušťky ($d4$) a průměru ($d1$)	1,049 mm (max)	0,614	0,034
Tupost vrcholu kuželu 30° ; Opotřeбенí špičky a	1,0 mm (max-b)	0,377	0,027

Hodnoty v mm (pokud není uvedeno jinak).

Tabulka č. 2: Naměřené hodnoty kalibrace penetračního kužele



Obrázek č. 7 - Zkušební kužel - otupení hrotu



Obrázek č. 8 - Zkušební kužel - detail kalibrace

Mnohem větší vliv na výsledky zkoušek má drsnost povrchu kuželu než odchylky úhlu kuželu nebo tupost vrcholu kuželu. Poznámka dle ČSN CEN ISO/TS 17892-12
Měření drsnosti povrchu kuželového trnu provedeme pomocí laboratorního drsnoměru.

10 Vyhodnocení kalibrace

10.1 Postup vyhodnocení

Měřené hodnoty, resp. úchyly od jmenovité hodnoty se zanesou do záznamu o kalibraci, resp. do kalibračního listu. Zjištěné úchyly zvětšené o rozšířenou nejistotu měření U se porovnají s celkovými dovolenými chybami.

10.2 Postup v případě neshody

V případě, že penetrační jehly nebo kužele nevyhovují včetně rozšířené nejistoty měření požadavkům normy, předpisu výrobce nebo požadavku zákazníka, označí kalibrační laboratoř měřidlo jako nevyhovující a předá zadavateli kalibrace odděleně od vyhovujících měřidel.

11 Kalibrační list

Výsledky měření by měly být uváděny v souladu s normou ČSN EN ISO 17025 a jejího článku 5.10 – Uvádění výsledků. Jednou z forem je kalibrační list. Pokud nelze s ohledem na nejistotu měření jednoznačně prohlásit shodu nebo neshodu se specifikací, je nejlepší formou uvádění výsledků kalibrační tabulka a (nebo) kalibrační graf.

11.1 Náležitosti kalibračního listu

Kalibrační list by měl obsahovat tyto údaje:

- a) název a adresu kalibrační laboratoře,
- b) pořadové číslo kalibračního listu, očíslování jednotlivých stran, celkový počet stran,
- c) jméno a adresu zadavatele, popř. zákazníka,
- d) název, typ, výrobce a identifikační číslo penetrační jehly nebo kužele,
- e) datum přijetí penetrační jehly nebo kužele ke kalibraci (nepovinné), datum provedení kalibrace a datum vystavení kalibračního listu,
- f) určení specifikace uplatněné při kalibraci nebo označení kalibračního postupu (v tomto případě KP 2.3.9/01/16),
- g) podmínky, za nichž byla kalibrace provedena (hodnoty ovlivňujících veličin apod.),
- h) měřidla použitá při kalibraci,
- i) obecné vyjádření o návaznosti výsledků měření (etalony použité při kalibraci),
- j) výsledky měření a s nimi spjatou rozšířenou nejistotu měření a/nebo prohlášení o shodě s určitou metrologickou specifikací,
- k) jméno pracovníka, který měřidlo kalibroval, jméno a podpis odpovědného (vedoucího) pracovníka, razítko kalibrační laboratoře.

Akreditovaná kalibrační laboratoř navíc uvede přidělenou kalibrační značku, číslo laboratoře a odkaz na osvědčení o akreditaci. Součástí kalibračního listu je též prohlášení, že uvedené výsledky se týkají pouze kalibrovaného předmětu a kalibrační list nesmí být bez předběžného písemného souhlasu kalibrační laboratoře publikován jinak než celý.

Pokud provádí kalibrační, resp. metrologická laboratoř kalibraci pro vlastní organizaci,

může být kalibrační list zjednodušen, případně vůbec nevystavován (výsledky kalibrace mohou být uvedeny např. v kalibrační kartě měřidla nebo na vhodném nosiči, popř. v elektronické paměti). V tomto případě je vhodné kalibrační laboratoř zpracovala záznam o měření (s uvedenými měřeními hodnotami) a archivovat jej.

11.2 Protokolování

Originál kalibračního listu se předá zadavateli kalibrace. Kopii kalibračního listu si ponechá kalibrační laboratoř a archivuje ji po dobu nejméně pěti let nebo po dobu stanovenou zadavatelem zároveň se záznamem o kalibraci. Doporučuje se archivovat záznamy a kalibrační listy chronologicky. Výsledky kalibrace se mohou v souladu s případnými podnikovými metrologickými dokumenty zanášet do kalibrační karty měřidla nebo ukládat do vhodné elektronické paměti.

11.3 Umístění kalibrační značky

Po provedení kalibrace může kalibrační laboratoř označit kalibrované měřidlo kalibrační značkou, popř. kalibračním štítkem nejčastěji s uvedením čísla kalibračního listu, datem provedení kalibrace, případně s logem laboratoře. Pokud to není výslovně uvedeno v některém interním podnikovém metrologickém předpisu nebo kupní smlouvě se zákazníkem, nesmí kalibrační laboratoř uvádět na svém kalibračním štítku datum příští kalibrace, protože stanovení kalibrační lhůty měřidla je právem a povinností uživatele.

12 Péče o kalibrační postup

Originál kalibračního postupu je uložen u jeho zpracovatele, další vyhotovení jsou předána příslušným pracovníkům podle rozdělovníku (viz čl. 13.1 tohoto postupu).

Změny, popř. revize kalibračního postupu provádí jeho zpracovatel. Změny schvaluje vedoucí zpracovatele (vedoucí kalibrační laboratoře nebo metrolog organizace).

13 Rozdělovník, úprava a schválení, revize

Uvedený příklad je pouze orientační a subjekt si může tuto dokumentaci upravit podle interních předpisů o řízení dokumentů.

13.1 Rozdělovník

Kalibrační postup		Převzal		
Výtisk číslo	Obdrží útvar	Jméno	Podpis	Datum

13.2 Úprava a schválení

Kalibrační postup	Jméno	Podpis	Datum
Upravil			
Úpravu schválil			

13.3 Revize

Strana	Popis změny	Zpracoval	Schválil	Datum

14 Stanovení nejistoty měření (příklad výpočtu)

Nejistota kalibrace je stanovena pro měření penetrační jehly a kužele mikroskopem s optickým najížděním podle odstavce 9. Mikroskop má základní nejistotu $4 + 7 \cdot L \mu\text{m}$ (pro $L = m$). Uvažuje se normální teplota prostředí (20 ± 1) $^{\circ}\text{C}$, teplotní rozdíl mezi mikroskopem a měřeným kuželovým trnem nejvýše $0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a normální součinitel délkové teplotní roztažnosti ($11,5 \pm 1$) $\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ pro mikroskop i penetrační jehly a kužele.

Veličina		Meze nejistot	Typ rozdělení	Dílčí nejistota	Koefic. citlivosti	Příspěvek k nejistotě
Nejistota z opakovaných měření $u_A = 2,5 \mu\text{m}$	u_A	$2,5 \mu\text{m}$	norm. $k = 1$	$2,5 \mu\text{m}$	1	$2,5 \mu\text{m}$
Nejistota přímosti měřených površek	L_p	$3 \mu\text{m}$	rovnom. $\sqrt{3}$	$1,73 \mu\text{m}$	2	$3,5 \mu\text{m}$
Mikroskop - základní nejistota $U = 5 \mu\text{m}$	L_d	$5 \mu\text{m}$	norm. $k = 2$	$2,5 \mu\text{m}$	1	$2,5 \mu\text{m}$
Teplotní rozdíl mezi mikroskopem a měřenou jehlou – odhad $0,5^{\circ}\text{C}$	Δt	$0,5^{\circ}\text{C}$	rovnom. $\sqrt{3}$	$0,29^{\circ}\text{C}$	$\alpha = 11,5 \mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ $L = 0,02 \text{ m}$	$0,067 \mu\text{m}$
Vliv rozdílu teplotní roztažnosti stejný materiál, délka 20 mm, $\alpha = 11,5 \pm 1 \mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ teplota okolí (20 ± 1) $^{\circ}\text{C}$	α	$1 \mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$	rovnom. $\sqrt{3}$	$0,6 \mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$	$\Delta t = 1^{\circ}\text{C}$ $L = 0,02 \text{ m}$	$0,012 \mu\text{m}$
Výsledný průměr penetrační jehly	D_x	Nejistota kalibrace u pro $k = 1$				$4,98 \mu\text{m}$
		Rozšířená nejistota kalibrace U pro $k = 2$				$10 \mu\text{m}$

Rozšířená nejistota kalibrace penetrační jehly na průměru 1,01 mm je naměřená hodnota $1,009 \text{ mm} \pm 0,010 \text{ mm}$, což bylo již spočteno v šestém sloupci tabulky č. 4.

Postup předpokládá využití tabulkového kalkulátoru, (např. EXCEL), kde je možno v uvedených tabulkách spočítat výsledek a vyhodnotit nejistoty automaticky v průběhu měření.

15 Validace

Kalibrační metody podléhají validaci v souladu s normou ČSN EN ISO/IEC 17025 čl. 5.4. Validační zpráva je uložena v archivu sekretariátu ČMS.

Upozornění

Kalibrační postup je třeba považovat za vzorový. Doporučuje se, aby jej organizace přizpůsobila svým požadavkům s ohledem na své metrologické vybavení a konkrétní podmínky. V případě, že střediskem provádějícím kalibraci je akreditovaná kalibrační laboratoř, měl by být kalibrační postup navíc upraven podle příslušných předpisů (zejména MPA a EA).