



ANALIZA FAKTORA MERNE NESIGURNOSTI PRILIKOM NEKIH ISPITIVANJA IZOLACIONIH MATERIJALA

ANALYSIS OF FACTORS CONTRIBUTING TO UNCERTAINTY OF MEASUREMENT DURING SOME TESTING PROCEDURES FOR INSULATING MATERIALS

Aleksandar Đurđević, Jelica Grahovac, Dr Milan Trtanj¹⁾

Rezime: U radu je opisana metoda za određivanje pokazatelja otpornosti prema stvaranju površinskih provodnih staza na čvrstim izolacionim materijalima, izloženim uticajima vlage (indeks CTI), i aparatura kojom se realizuje data metoda. Izvršena je analiza faktora merne nesigurnosti i prikazan način za njihovo minimiziranje prilikom procedure ispitivanja.

Ključne reči: merna nesigurnost, Ex zaštita, određivanje indeksa «CTI», uređaj za stvaranje kapi

Resume: The method for receiving results of CTI – comparative tracking index (resistance parameter against surface conducting paths) on solid insulating materials is presented. The aperture for realization of this method is described too. The analysis of factors contributing to uncertainty of measurement is done, and the way of their minimization in procedure of testing is presented.

Key words: Uncertainty of measurement, Ex protection, CTI – comparative tracking index obtain, drops generator

1. UVOD

Ispitivanje izolacije kod uređaja namenjenih za rad u prostorima ugroženim eksplozivnim atmosferama je veoma odgovoran i važan posao. Kriterijumi prihvatljivosti, metode i uslovi ispitivanja dati su u odgovarajućim standardima /1, 2, 3/. Jedna od osobina izolacionih materijala koja se ispituje je otpornost prema stvaranju površinskih provodnih staza tj. određuje se odgovarajući indeks otpornosti (CTI - comparative tracking index).

Kako ne bi došlo do grešaka tom prilikom veoma je važno izvršiti identifikaciju faktora merne nesigurnosti, i smanjenja iste na zadovoljavajuću vrednost. U radu je data analiza faktora merne nesigurnosti (na primeru standardne metode određivanja indeksa otpornosti prema stvaranju površinskih provodnih staza kod čvrstih izolacionih materijala), i opisano kako se oni minimiziraju i „drže pod kontrolom“. Time je, u skladu sa standardom JUS ISO/IEC 17025 “Opšti zahtevi za kompetentnost laboratorija za ispitivanje i laboratorija za etaloniranje” /4/,

izvršen polazni zadatak u vezi određivanja merne nesigurnosti.

2. MERNA NESIGURNOST

Merna nesigurnost je parametar koji se pridružuje rezultatu merenja i koji odražava rasipanje izmerenih vrednosti. Važno je da se istakne da se pri tome ne uzima u obzir pojedinačno merenje već sveukupni rezultati ispitivanja, i da je osnovni zahtev da rezultati ispitivanja treba da budu najbliža aproksimacija tačnih/pravih vrednosti /5/.

Razumevanje koncepta merne nesigurnosti u ispitivanju značajno se promenilo u poslednjih par godina. Postalo je jasno da je poznavanje merne nesigurnosti dobijenih rezultata ispitivanja od izuzetnog značaja kako za ispitne laboratorije, tako i za njihove klijente i institucije koje koriste dobijene rezultate /4/.

Procena merne nesigurnosti jedan je od zahteva standarda JUS ISO/IEC 17025 /4/, i na taj način se koncept merne nesigurnosti uvodi kao integralni deo akreditacije ispitnih laboratorija. U tački 5.4.6 standarda dati su zahtevi u vezi sa

1) Aleksandar Đurđević, Jelica Grahovac, Dr Milan Trtanj Institut „VINČA“, 11001 Beograd, p.p. 522
e-mail: acadjur@vin.bg.ac.yu Projekat MNZŽS br. TD - 7054B

procedurom za ocenu merne nesigurnosti. Omogućen je niz pristupa u vezi ocene merne nesigurnosti prilikom ispitivanja - od toga da nije uvek neophodno da se koristi rigorozna metodologija i statistički korektni proračuni ali da bi makar moralno da se pokuša da se identifikuju sve komponente koje mogu da doprinesu mernoj nesigurnosti.

Smatra se da je identifikacija izvora merne nesigurnosti najvažniji deo u procesu određivanja merne nesigurnosti /5/. Pri tome treba imati u vidu da faktori koji doprinose sveukupnoj mernoj nesigurnosti nisu svi relevantni za sve slučajeve, a nisu ni međusobno nezavisni.

Prema tački 5.4.6.3 standarda JUS IEC/ISO 17025 /4/, izvori koji doprinose nesigurnosti mogu se svrstati u nekoliko grupa:

- Referentni standardi i materijali
- Metoda
 - Definicija merene veličine (nepotpuna definicija ispitivanja, nejasni zahtevi, npr. sobna temperatura, itd.)
 - I kada je sve definisano, ne može sve da se realizuje kako je rečeno
 - Softver i metoda merenja (aproksimacija, pretpostavke)
 - Sistemske greške i korekcije merenja
- Oprema
 - Merna oprema (rezolucija, prag osetljivosti, graduisanost skale, eventualne promene posle zadnje kalibracije)
 - Poznate fizičke osobine upotrebljenih komponenti (npr. termalno širenje)
- Uslovi okoline
 - Uslovi okoline i merenja (nedovoljno poznavanje uticaja okoline na postupak merenja)
- Osobine i stanje uzorka
 - Uzorkovanje (uzorak nije reprezentativan)
 - Transport, čuvanje i rukovanje sa uzorkom
 - Priprema uzorka
- Operator
 - Osoblje koje ispituje (način očitavanja analognih veličina, itd.)

Po identifikaciji izvora merne nesigurnosti, ukoliko je potrebno, pristupa se samoj proceni vrednosti merne nesigurnosti.

3. ISPITIVANJE IZOLACIONIH MATERIJALA

Prilikom ispitivanja izolacionih materijala, kao jedna od ključnih osobina, ispituje se otpornost prema stvaranju površinskih provodnih staza. Ispitivanje se vrši prema standardu JUS

N.A5.010 /2/. Za ispitivanje se koristi pet epruveta kvadratnog oblika stranice 15 mm i minimalne debljine 3 mm. Epruveta (uzorak) se izlaže konbinovanom dejstvu električnog naprezanja i elektrolitičkog zagađenja na površini, pri naponima do 600V između elektroda.

Postupak ispitivanja opisan je u «Uputstvu za ispitivanje izolacionih materijala» /6/, i obuhvata sledeće korake:

- Priprema ispitnih uzoraka (stanje površine, postupak kondicioniranja i čišćenja, debljina uzorka)
- Priprema rastvora
- Podešavanje uređaja za stvaranje kapi
- Podešavanje elektroda i postavljanje uzorka
- Postupak određivanja pokazatelja otpornosti (indeks «CTI»)
- Postupak određivanja pokazatelja ispitne otpornosti (indeks «PTI»)
- Određivanje erozije
- Sastavljanje izveštaja

Postupak se odvija na mernoj aparaturi čija je šema prikazana na slici br.1. Aparatura se sastoji od četiri osnovna bloka:

- **Izvor naizmeničnog napona** (napaja elektrode sinusoidalnim naizmeničnim naponom bez izobličenja, čija se vrednost može podešavati između 100 i 600V).
- **Prekostrujni relaj sa vremenskim odlaganjem** (isključuje napajanje elektroda u slučaju da kroz kolo protekne struja jačine 0,5A ili veća u vremenu od 2s - proboj ispitne izolacije).

- **Elektrode i uređaj za stvaranje kapi.**
Elektrode (moraju biti izrađene od platine, adekvatno postavljene, i da se napajaju iz **izvora naizmeničnog napona**).

Uredaj za stvaranje kapi (stvara kapi ispitnog rastvora određene zapremine koje padaju u određenim vremenskim intervalima. Kapi padaju sa određene visine između elektroda na ispitni uzorak, kako je propisano standardom.)

Ispitni rastvor (može da se koristi rastvor tipa «A» ili «B». Prvenstveno se koristi rastvor «A», a ako je potrebno da površina bude više zagađena, koristi se rastvor «B»).

- **Brojač kapi** (prebrojava kapi, i posle isteka zadatog broja kapi dolazi do isključenja napona sa elektroda)

3.1. Postupak ispitivanja prilikom određivanja indeksa «CTI»

Prilikom ispitivanja, u skladu sa navedenim koracima postupka iz uputstva /6/, vodi se računa o sledećem:

- Uzorak je definisanih dimenzija, i površina uzorka mora biti čista, bez prisustva prašine, nečistoća, otiska prstiju ili drugih vrsta

zagadjenja koja mogu uticati na rezultate ispitivanja.



Slika br.1 Blok šema uređaja

- Elektrode se postavljaju na utvrđen razmak, pri čemu njihov kontakt sa uzorkom mora biti dobar.
- Napon treba da se podesi na unapred izabranu vrednost (ceo broj deljiv sa 25).
- Električna otpornost strujnog kola treba da se podesi tako da struja ima tačno zadatu vrednost pri kratko spojenim elektrodama.
- Kapi elektrolita se puštaju da padaju na ispitnu površinu, sve dok ne nastane proboj usled stvaranja provodnih staza ili dok ne padne ukupno 50 kapi.

Smatra se da je došlo do proboga ako struja od 0,5 A ili veće jačine protiče najmanje 2s u provodnom sloju između elektroda na površini uzorka, pri čemu deluje prekostrujni rele, ili u slučaju ako uzorak gori, bez delovanja prekostrujne zaštite. Ispitivanje se ponavlja na ostalim mestima na uzorku pri nižim (ako je došlo do proboga) ili višim naponima, dok se ne dostigne maksimalni napon pri kojem na 5 mesta ne dolazi do proboga pri 50 kapi pri ispitivanju. Brojčana vrednost ovog napona predstavlja indeks «CTI», pod uslovom da ne nastupi proboj pri broju kapi manjem od 100, i pri naponu smanjenom za 25V tokom dopunske serije ispitivanja na 5 raznih mesta. Na primer, u tom slučaju materijal dobija oznaku «CTI 500». Vrednosti napona koje se podešavaju su celobrojne vrednosti deljive sa 25 (iz opsega od 100 do 600V).

4. FAKTORI MERNE NESIGURNOSTI

Prilikom ove metode (detaljno opisana u standardima JUS N.A5.010 /2/ i IEC 60112 /3/) identifikovan je niz faktora merne nesigurnosti, prema tački 5.4.6.3 standarda JUS IEC/ISO 17025 /4/:

- **Referentni etalon i materijali**
Kao ispitni rastvor se koristi:

- rastvor «A» ($0,1\pm0,002\%$ (m/m) amonijum-hlorida (NH_4Cl) u destilisanoj ili dejonizovnoj vodi, specifične otpornosti od $395\pm5\Omega\text{cm}$, pri temperaturi od $23\pm1^\circ\text{C}$).
- rastvor «B» ($0,1\pm0,002\%$ (m/m) amonijum-hlorida i $0,5\pm0,002\%$ (m/m) natrijum-alkilnaftalen-sulfonata u destilisanoj ili dejonizovnoj vodi, specifične električne otpornosti od $170\pm5\Omega\text{cm}$, pri temperaturi od $23\pm1^\circ\text{C}$).

Koncentracija i specifična otpornost rastvora mora biti u zadatim granicama, a to garantuje hemijska laboratorija koja pravi rastvor i izdaje deklaraciju uz njega.

- **Primenjena metoda**
Ako položaj elektroda u odnosu na neke parametre materijala (na primer na strukturu) ima uticaj na indeks «CTI», usvaja se ona vrednost za «CTI» koja je manja.

- **Uslovi okoline**
Pri ispitivanju, uzorak mora biti zaštićen od strujanja vazduha. Temperatura okoline mora biti u granicama od $23^\circ\text{S} \pm 5\text{K}$, a vlažnost vazduha $50\pm10\%$.

- **Osobine i stanje uzorka**
 - Uzorak mora imati ravnu površinu minimalne dimenzije $15\times15\text{mm}$ a debljina uzorka ne sme biti manja od 3mm (na primer, ako je tanak ispitni uzorak postavljen na metalnu ili staklenu noseću ploču, ova ploča može brzo odvoditi toplotu, te na taj način utiče na vrednost indeksa «CTI»). Zato se uzorci debljine ispod 3mm slažu u sloganove od 2 ili više uzoraka).
 - Ispitivanje se vrši na površinama koje nemaju ogrebotine i koje su čiste, bez prisustva prašine, nečistoća, otiska

prstiju, masnoće, ostataka presovanja ili drugih vrsta zagadenja koja mogu uticati na rezultate ispitivanja. Pri čišćenju površine ne sme doći do stvaranja plikova, znatne abrazije ili drugih oštećenja materijala.

- **Operator/izvršilac**

Izvršena je obuka osoblja, i na radnom mestu uz aparatuру је raspoloživo odgovarajuće uputstvo i standardi.

Kod **upotrebljene aparature**, svaki od blokova može biti izvor merne nesigurnosti, a da bi se ona svela na minimum, precizno su definisani zahtevi performansi i načini provere:

- **Izvor napajanja**

mora obezbediti sinusoidalan napon bez izobličenja, frekvencije od 50 ± 2 Hz čija se vrednost može podešavati između 100 i 600V. Snaga izvora napajanja mora biti najmanje 0,5kVA. Merenje podešenog napona ne sme biti sa greškom većom od 1,5%. Pad napona pri struji kratkog spoja elektroda od $1,0\pm0,1$ A ne sme biti veći od 10%.

Ove tačnosti se postižu pravilnom konstrukcijom izvora, a podešeni napon se kontroliše baždarenim instrumentom klase tačnosti veće od tačnosti zahtevane standardom za red veličine.

- **Prekostrujni relej**

mora da ograniči struju kratkog spoja elektroda od $1,0\pm0,1$ A a instrument kojim se meri ova struja ne sme da pravi grešku veću od $\pm3\%$. Ovaj blok ima i funkciju isključenja napajanja elektroda u slučaju proticanja struje veće od 0,5A sa tolerancijom od $\pm10\%$, duže od 2s sa tolerancijom od $\pm10\%$.

Ove tačnosti se postižu redovnim baždarenjem uređaja i dodatnom kontrolom struje ampermetrom klase tačnosti bolje od 1%.

- **Uredaj za stvaranje kapi**

mora da stvara kapi u intervalima od 30 ± 5 s a kap mora da bude zapremine $20(+2-0)$ mm³.

Ova tačnost se postiže preciznim podešavanjem, gde se zapremina kapi meri tako da iz 1cm³ tečnosti dobijemo 44 do 50 kapi. Iskustvo je pokazalo da je ovde vrlo bitna temperatura ambijenta. Treba ići sa višim temperaturama (>23°C), jer pri nižim temperaturama isparenja rastvora zagrevaju aparatuру i dolazi do promena gustine tečnosti, a samim tim se menja broj kapi u toku vremena.

- **Elektrode**

moraju biti izrađene od platine, pravougaonog preseka, dimenzija $5\pm0,1$ mm x $2\pm0,1$ mm, čiji je jedan kraj brušen u obliku dleta, sa uglom od $30\pm2^\circ$ na vrhu. Elektrode se postavljaju simetrično, na rastojanju od $4,0\pm0,1$ mm. Sila

kojom se svaka elektroda pritiska na ispitni uzorak mora biti $1\pm0,05$ N.

Zagadenost elektroda može uticati na rezultat ispitivanja, pa se one moraju očistiti pre svake upotrebe. Ako su ivice elektroda istrošene, moraju se ponovo oblikovati.

- **Brojač kapi**

ako je ispravan ne unosi mernu nesigurnost.

4.1 Merna nesigurnost krajnjeg rezultata

Merna nesigurnost krajnjeg rezultata zavisi od svih identifikovanih izvora nesigurnosti, od nekog više a od nekog manje.

Sam postupak ispitivanja je tako koncipiran da smanjuje mernu nesigurnost na najmanju moguću meru. Naime, prilikom ispitivanja zadaje se određena vrednost napona, pa se sproveđe ispitivanje na pet različitih mesta. Ako do proboga dođe i na zadnjoj kapi u zadnjoj seriji, ta vrednost se odbacuje i bira se druga niža vrednost napona za koju se ponavlja ispitivanje iz početka.

5. ZAKLJUČAK

Saglasno standardima i važnosti kvaliteta izolacije u uređajima sa Ex zaštitom, opisana je metoda i aparatura kojom se realizuje određivanje vrednosti indeksa «CTI» kod čvrstih izolacionih materijala. Laboratorija CENEx-a instituta «VINČA» ima višegodišnje iskustvo u ispitivanju Ex uređaja. Prikazana metoda često je korišćena, i za razne vrste materijala koji su ispitivani dobijene su brojne vrednosti indeksa «CTI». Praksa je pokazala da je, u skladu sa primenjenom metodom, u proseku potrebno po nekoliko iteracija do dobijanja konačnog rezultata indeksa «CTI», s obzirom da se usled nepoznavanja kvaliteta materijala, najčešće počinje ispitivanje sa naponom iz sredine opsegaa (300 V).

Osim toga, pouzdanost dobijenih rezultata obezbeđena je kroz sistematično razmatranje i minimiziranje svih aspekata koji mogu da dovedu do merne nesigurnosti. Pri tome je izuzetno važno sledeće [7]:

- Upotreba baždarene instrumentacije koja ima nesigurnost unutar propisanih granica.
- Postojanje i primena detaljnog Uputstva za rad
- Obuka osoblja za pravilnu primenu metode, u skladu sa Uputstvom (čime se umanjuje nesigurnost merenja od strane ljudskog faktora).

LITERATURA

- [1] JUS N.S8.051 „Protiveksploziona zaštita – Ispitivanje izolacionih materijala“, 1991.

- [2] JUS N.A5.010 „Metoda za određivanje pokazatelja otpornosti prema stvaranju površinskih provodnih staza na čvrstim izolacionim materijalima, izloženim uticajima vlage“, 1990.
- [3] IEC 60112 „Method for the determination of the proof and the comparative tracking indices of solid insulating materials“, 2003.
- [4] JUS/IEC 17025 „Opšti zahtevi za kompetentnost laboratorijskih istraživačkih ustanova za ispitivanje i kalibriranje“, 2001.
- [5] UKAS – United Kingdom Accreditation Service: “The Expression of Uncertainty in Testing”, www.ukas.com, 2000.
- [6] Institut „VINČA“ – Centar za protiveksplozionu zaštitu CENEx: «Uputstvo za ispitivanje izolacionih materijala», 1998.
- [7] Milan I. Trtanj: „Smernice za primenu merne nesigurnosti u laboratorijskim ispitivanjima Ex uređaja“, BILTEN Instituta za nuklearne nauke VINČA, Dodatak 2 - Ex 1-2/05