Određivanje sastavnica mjerne nesigurnosti i validacija korozijskog ispitivanja u slanoj komori

Mehić, Emina

Undergraduate thesis / Završni rad

2016

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:907175

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU

FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE

SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Emina Mehić

ODREĐIVANJE SASTAVNICA MJERNE NESIGURNOSTI I VALIDACIJA KOROZIJSKOG ISPITIVANJA U SLANOJ KOMORI

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada: Sanja Martinez, prof. dr. sc.

Članovi ispitnog povjerenstva:

prof. doc. sc. Sanja Martinez

dr. sc. Jozefina Katić

doc. dr. sc. Vanja Kosar

Zagreb, rujan 2016.

ZAHVALA

Veliku zahvalnost dugujem svojoj mentorici, prof. doc. sc. Sanji Martinez koja mi je omogućila svu potrebnu opremu i pomogla svojim savjetima pri izradi ovog završnog rada.

Također, zahvaljujem se svojoj obitelji koja mi je pružala nesebičnu podršku tijekom cijelog studiranja.

SAŽETAK RADA

Osiguranje kvalitete rezultata korozijskih ispitivanja podrazumijeva validaciju uređaja kojim se provodi ispitivanje te procjenu mjerne nesigurnosti. Validacija je zapravo proces donošenja ispravne odluke je li neki mjerni postupak prikladan za određenu svrhu, a opširnost validacijskog eksperimenta bitna je kako bi se istražilo ponašanje metode u svim realnim radnim uvjetima.

Cilj rada bio je istražiti probleme koji se odnose na kvalitetu podataka dobivenih mjerenjem brzine korozije u slanoj komori i analizirati potrebu za procjenom mjerne nesigurnosti.

Rad je podijeljen u dva dijela, teorijski i eksperimentalni. Teorijski dio bavi se općenito opisom mjerne nesigurnosti i metodama ispitivanja u slanoj komori. Eksperimentalni dio prikazuje validaciju korozijskih ispitivanja u slanoj komori.

U radu su prikazani rezultati jednog dobro i jednog loše kontroliranog eksperimenata. Prvi eksperiment sastojao se od pripreme i izlaganja u slanoj komori, dvanaest brusnim papirom izbrušenih i odmašćenih uzoraka, tijekom 48 sati. Drugi eksperiment sastojao se od istovrsnog ispitivanja šest uzoraka, s razlikom da su ti uzorci nakon brušenja dodatno i polirani.

Na temelju rezultata prvog eksperimenta može se zaključiti da ispitivana komora daje rezultate za brzinu korozije unutar intervala zahtijevanog normom HRN EN ISO 9227, ako su svi parametri procesa kontrolirani i unutar zahtijevanih granica. Loši rezultati drugog eksperimenta, nastali zbog nepredviđenog začepljenja filtra za slanu vodu, daju primjer značajnog utjecaja protoka slane otopine na konačni rezultat eksperimenta u slanoj komori.

Na osnovu opažanja iz provedenih eksperimenata, provedena je analiza mogućih sastavnica mjerne nesigurnosti i izračunata je mjerna nesigurnost.

Ključne riječi: validacija, mjerna nesigurnost, korozija, slana komora

SUMMARY

Quality assurance for corrosion testing involves validation of the testing apparatus and assessment of measurement uncertainty. Validation is actually the process of making the right decisions if a measurement procedure is suitable for a particular purpose, and the broadness of the validation experiment is important to investigate the behaviour of the method in all realistic operating conditions.

The aim of this study was to investigate the problems related to the quality of the data obtained by measuring the rate of corrosion in salt spray and to analyse the need for evaluation of measurement uncertainty.

The work is divided into two parts, theoretical and experimental. The theoretical part deals with the general description of the uncertainty of measurement and testing methods in the salt spray. The experimental part shows the validation of corrosion testing in salt chamber.

The paper presents the results of one good and one badly controlled experiments. The first experiment consisted of the preparation and exposure to salt spray, for 48 hours, of twelve, sandpaper grinded and degreased samples. The second experiment consisted of the same type of testing of six samples that were additionally polished.

Based on the results of the first experiment, it can be concluded that the test chamber provides the results for the corrosion rate within the interval required standard EN ISO 9227, if all parameters are controlled within the required limits. The poor results of the second experiment, caused by unforeseen clogging of the salt water filter, gave an example of the significant impact the flow of saline solution on the final result of the experiment in the salt spray chamber.

Based on observations from the experiments, an analysis of the possible components of the measurement uncertainty has been done and measurement uncertainty has been calculated.

Keywords: validation, measurement uncertainty, corrosion, salt chamber

SADRŽAJ

1. UVOD 6
2. OPĆI DIO 7
2.1. VALIDACIJA 7
2.2. MJERNA NESIGURNOST 7
2.2.1. ODREĐIVANJE STANDARDNE NESIGURNOSTI A VRSTE 10
2.2.2. ODREĐIVANJE STANDARDNE NESIGURNOSTI B VRSTE 10
2.3. SLANA KOMORA 12
2.4. Međunarodna norma HRN EN ISO 9227 12
2.5. NSS TEST 12
2.5.1. PRIPREMA OTOPINE 12
2.5.2. PODEŠAVANJE pH 13
2.5.3. APARATURA 13
2.5.4. UZORCI ZA VALIDACIJU RADA KOMORE 13
2.5.5. OBRADA REZULTATA 15
3. EKSPERIMENTALNI DIO 16
3.1. PRIPREMA SLANE KOMORE 16
3.2. PROVJERA pH 16
3.3. PRIPREMA UZORKA 16
3.4. MJERENJE KONDENZATA LIJEVKOM 17
3.5. OBRADA UZORAKA 17
4. REZULTATI 20
5. RASPRAVA 23
6. ZAKLJUČAK 28
7. POPIS 29
7.1. Popis simbola 29
7.2. Popis tablica 29
7.3. Popis slika 30
8. LITERATURA 31
9. ŽIVOTOPIS 32

1. UVOD

Korozija je spontana reakcija između metala i komponenti okoline pri čemu metali prelaze u termodinamički stabilnije stanje. Ona zapravo predstavlja trošenje konstrukcijskih materijala kemijskim djelovanjem okoliša. Zbog neophodnosti postojanosti metalnih konstrukcija u korozivnom okolišu, ispitivanja korozijskih procesa od velikog su značaja.

[1]Slana komora služi za ispitivanje korozije u umjetnoj slanoj atmosferi. Preciznost i točnost određivanja brzine i opsega korozije, nastale nakon izlaganja uzoraka u slanoj komori, ovisi o brojnim čimbenicima kao što su: vrsta i priprema uzoraka, parametri rada uređaja, čišćenje uzoraka prije ispitivanja, vaganje uzoraka, uklanjanje produkta korozije nakon ispitivanja itd. Iako je ispitivana metoda normirana[2], a glavna svrha normizacije je eliminirati razlike između laboratorija koliko je to moguće, zbog brojnih izvora mjerne nesigurnosti, takvo ispitivanje korozije zahtjeva strogi opis metoda i korištene opreme te kontrolu kvalitete ispitivanja putem validacije metode na uređaju na kojem se provodi ispitivanje.

Cilj ovoga rada bio je istražiti čimbenike koji se odnose na kvalitetu podataka dobivenih mjerenjem brzine korozije u slanoj komori i analizirati potrebu za procjenom mjerne nesigurnosti.

2. OPĆI DIO

[3]Mjerenje je postupak određivanja vrijednosti neke veličine, svojstva ili sastava s obzirom na dogovorenu usporedbenu vrijednost veličine, svojstva ili sastava. Glavne zadaće mjeriteljstva (znanosti o mjerenju) su: osiguravanje i ostvarivanje mjerne sljedivosti, umjeravanje, definiranje mjerne nesigurnosti te definiranje referentnih postupaka mjerenja.

2.1. VALIDACIJA

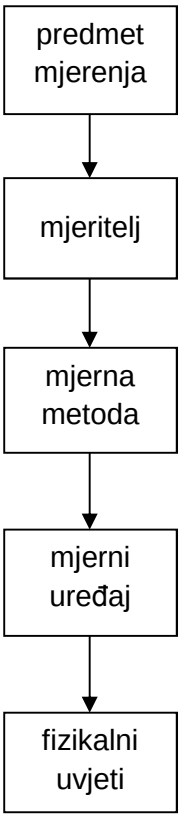
[4]Validacija je zapravo proces donošenja ispravne odluke da li je neki mjerni postupak prikladan za određenu svrhu. Validacijski eksperimenti troše vrijeme i novac, stoga je vrlo bitno dobro ih isplanirati. U tom planiranju postoje dva ključna koraka a to su, prepoznavanje bitnih radnih značajki metode te postavljanje kriterija na te značajke. Neke od radnih značajki koje se obično analiziraju su:

1. linearnost – mjerno područje
2. mjerna preciznost – rasipanje rezultata pod određenim uvjetima
3. mjerna točnost – bliskost slaganja rezultata i referentne vrijednosti
4. selektivnost – sposobnost odabiranja
5. granica detekcije
6. granica kvantifikacije
7. robusnost metode – mjera otpornosti na male promjene radnih uvjeta

Za svaku metodu nije potrebno ispitati sve radne značajke već samo one koje su bitne.

2.2. MJERNA NESIGURNOST

Najmanja mjerna nesigurnost koju neki laboratorij može postići u okviru svog ovlaštenja kad provodi mjerenje je zapravo najveća mjerna sposobnost (odnosi se na neku mjernu veličinu). Mjerni rezultat potpun je samo ako je vrijednosti mjerne veličine pridružena veličina mjerne nesigurnosti. To je parametar koji opisuje rasipanje vrijednosti koje se mogu opravdano pripisati mjernoj veličini, a procjenjujemo je u skladu s Uputom za iskazivanje mjerne nesigurnosti[5]. Dakle, mjerna nesigurnost je svojstvo mjernog rezultata a ne metode, opreme ili laboratorija. Obuhvaća sve komponente mjernog lanca, kao što je prikazano na slici 1, te omogućuje usporedbu rezultata mjerenja s drugim mjerenjima, specifikacijama i standardima.



Slika 1. [3]Izvori pogrešaka u mjernom lancu

[6]Uputa za iskazivanje mjerne nesigurnosti objavljenja je 1993. godine, a u njezinoj izradi sudjelovalo je sedam organizacija:

- BIPM – Međunarodni ured za utege i mjerenje
- IEC – Međunarodno elektrotehničko povjerenstvo
- IFCC – Međunarodni savez za kliničku kemiju
- ISO – Međunarodna organizacija za normizaciju
- IUPAC – Međunarodni savez za čistu i primijenjenu kemiju
- IUPAP – Međunarodni savez za čistu i primijenjenu fiziku
- OIML – Međunarodna organizacija za zakonsko mjeriteljstvo

[3]Kvalitetu mjernog procesa određuje iznos slučajnih i sustavnih pogrešaka. Slučajna pogreška dodaje rasipanje podacima ali ne utječe na odmak mjerne vrijednosti od prave vrijednosti iz razloga što postoji otprilike ista količina prevelikih i premalih očitanja. Ona se očituje statističkim metodama, te se ne može ukloniti već samo reducirati ponavljanjem mjerenja. Sustavna pogreška ne dodaje rasipanje podacima ali utječe na odmak mjerene vrijednosti od prave. Odstupanja su u načelu istog predznaka pa višestruka mjerenja utječu na srednju vrijednost što znači da se ne može otklonit ponavljanjem. Sustavne pogreške prouzročene su poznatim uzrocima koji bi se trebali otkloniti.

[6]Svrha sveukupne nesigurnosti U je određivanje intervala oko mjernog rezultata u kojem se s visokom razinom povjerenja može očekivati da leže vrijednosti koje se razumno mogu pripisati mjernoj veličini Dobiva se množenjem sastavljene standardne nesigurnosti u_c s faktorom pokrivanja k.

[6]Mjerne veličine posebne su veličine podvrgnute mjerenju. Pri umjeravanju obično se radi o jednoj mjernoj veličini ili izlaznoj veličini *Y*. Izlazna veličina ovisi o ulaznim veličinama X_i (i=1,2,...,N) u skladu s nekim funkcijskim odnosom:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \tag{2.1}$$

Funkcija modela *f* prikazuje metodu i mjerni postupak određivanja vrijednosti izlazne veličine. Ona opisuje kako se izlazna veličina dobiva iz vrijednosti ulaznih veličina X_i. Najčešće je to nekakav analitički izraz, ali može biti i skup izraza koji obuhvaćaju ispravke i faktore ispravaka zbog sustavnih djelovanja, što dovodi do složenog odnosa koji se ne može opisati jednom eksplicitno definiranom funkcijom. Funkcija *f* može se odrediti eksperimentom ili postojati samo kao računalni algoritam.

Prema načinu na koji se određuje vrijednost ulazne veličine i njezina nesigurnost možemo ulazne veličine svrstati u dvije grupe:

1. Veličine čija se procjena i njoj pridružena nesigurnost određuju izravno mjerenjem
2. Veličine čija se procjena i njoj pridružena nesigurnost unose u mjerenje iz vanjskih izvora

Procjena mjerne veličine *Y* (procjena izlazne veličine *Y* koja se označava s *y*) dobiva se iz jednadžbe (2.1) uporabom procjena x_i ulaznih veličina za vrijednost ulaznih veličina *Xi*:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \tag{2.2.}$$

Nesigurnost se izražava područjem ili intervalom u kojem se s navedenom vjerojatnošću očekuje da leži vrijednost mjerne veličine. U statistici takav odsječak naziva se intervalom povjerenja. Te se granice intervala povjerenja oko procjene *x* (mjerne veličine *X*) izražavaju kao $x \pm U(x)$ pri čemu *U(x)* ovisi o slučajnoj promjenjivosti mjerenja, nepoznatim sustavnim djelovanjima i razini povjerenja.

Pretpostavi li se da je mjerni proces glavni izvor nesigurnosti, moguće je napraviti procjenu mjerne nesigurnosti na temelju njegovih radnih značajki. Pravu informaciju o njima dobivamo na temelju validacijskih eksperimenta. Nužno je pratiti te radne značajke, kako bi se dokazala valjanost procjene. Postoje dva načina procjenjivanja. Ako se standardno odstupanje dobije primjenom neke statističke metode tada govorimo o procjeni vrste A, a ukoliko se odstupanje procjenjuje na temelju kataloških podataka govorimo o procjeni vrste B.

2.2.1. ODREĐIVANJE STANDARDNE NESIGURNOSTI A VRSTE

[6]Određivanje vrijednosti standardne nesigurnosti metodom vrste A primjenjuje se u slučaju provedbe više neovisnih opažanja jedne ulazne veličine pod istim mjernim uvjetima. Pretpostavimo da je veličina X_i jednaka veličini Q. Procjena veličine Q jednaka je q, aritmetičkoj sredini ili prosjeku tih pojedinih opaženih vrijednosti q_j *(j=1,2,...,n)*:

$$\bar{q} = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n} q_j \qquad (2.3.)$$

Mjerna nesigurnost pridružena procjeni q određuje se u skladu s jednom od dviju metoda:

a. Procjena varijance navedene razdiobe vjerojatnosti jednaka je eksperimentalnoj varijanci $s^2(q)$ vrijednosti q_i koja je dana izrazom:

$$s^2(q) = \frac{1}{n-1}\sum_{j=1}^{n}(q_j - \bar{q})^2 \qquad (2.4)$$

Njezin drugi korijen naziva se eksperimentalnim standardnim odstupanjem ili devijacijom. Najveća procjena varijance aritmetičke sredine q jednaka je eksperimentalnoj varijanci srednje vrijednosti:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q)}{n} \qquad (2.5.)$$

Njezin drugi korijen naziva se eksperimentalnim standardnim odstupanjem srednje vrijednosti. Standardna nesigurnost $u(q)$ pridružena procjeni ulazne veličine q eksperimentalno je standardno odstupanje srednje vrijednosti:

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) \qquad (2.6.)$$

b. Za mjerenja koja su dobro opisana i kojima se može sastaviti procjena varijance iz skupa podataka s_p^2 koja pokazuje rasipanje bolje od procijenjenog standardnog odstupanja dobivenog iz ograničenog broja opažanja. Ako se u tom slučaju vrijednost ulazne veličine Q određuje kao aritmetička sredina q maloga broja neovisnih opažanja, varijanca srednje vrijednosti može se procijeniti s pomoću izraza:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s_p^2}{n} \qquad (2.7.)$$

Standardna nesigurnost izvodi se iz te vrijednosti pomoću jednadžbe (2.6.).

2.2.2. ODREĐIVANJE STANDARDNE NESIGURNOSTI B VRSTE

[6]Standardna nesigurnost $u(x_i)$ određuje se znanstvenom prosudbom koja se temelji na svim raspoloživim podacima o mogućoj primjenjivosti veličine X_i. Vrijednosti koje pripadaju toj kategoriji mogu se izvoditi iz:

- podataka dobivenih iz prijašnjih mjerenja
- iskustva s gradivima i mjerilima ili poznavanja ponašanja i svojstva bitnih gradiva i mjerila otprije
- proizvođačkih specifikacija
- podataka dobivenih umjeravanjem i podataka iz drugih potvrda o umjeravanju
- nesigurnosti pridruženih referentnim podacima uzetim iz priručnika

Ispravna uporaba dostupnih podataka za određivanje standardne mjerne nesigurnosti vrste B zahtjeva mnogo iskustva i općeg znanja. To znanje i iskustvo stječemo praksom. Razlikujemo nekoliko slučajeva:

a. Kada je poznata samo jedna vrijednost ulazne veličine X_i, npr. jedna izmjerena vrijednost, vrijednost rezultata prijašnjeg mjerenja ili referentna vrijednost iz literature, ta se vrijednost upotrebljava za procjenu x_i ulaznih veličina. Standardna nesigurnost $u(x_i)$ pridružena x_i mora se prihvatiti gdje je dana. Inače se ona treba izračunati iz nedvosmislenih podataka o nesigurnosti. Ako podaci te vrste ne postoje, nesigurnost treba odrediti na temelju iskustva.
b. Kada se na temelju teorije ili iskustva za veličinu X_i može pretpostaviti razdioba vjerojatnosti, tada kao procjenu x_i ulazne veličine i pridruženu standardnu nesigurnost $u(x_i)$ treba uzeti redom odgovarajuće očekivanje ili očekivanu vrijednost i drugi korijen varijance iz te razdiobe.
c. Ako se mogu procijeniti samo donja i gornja granica a_- i a_+ vrijednosti veličine X_i (npr. proizvođačke specifikacije mjerila, temperaturno područje), za moguće vrijednosti ulazne veličine X_i treba se postaviti razdioba vjerojatnosti sa stalnom gustoćom vjerojatnosti između tih granica. U skladu s (b) za procijenjenu se vrijednost dobiva:

$$x_i = \frac{1}{2}(a_+ + a_-) \tag{2.8.}$$

a za kvadrat standardne nesigurnosti:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{12}(a_+ + a_-)^2 \tag{2.9.}$$

Ako se s 2a označi razlika između graničnih vrijednosti, jednadžba (gore) daje rezultat:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{3}a^2 \tag{2.10.}$$

2.3. SLANA KOMORA

[2]Slane komore dizajnirane su za ispitivanje korozije u umjetnoj atmosferi, odnosno za procjenu nagrizanja metala i metalnih legura, te sposobnosti zaštite različitih lakova, boja i premaza. Materijal koji se ispituje izloži se finoj maglici odgovarajuće otopine a temperatura unutar komore održava se konstantnom.

2.4. Međunarodna norma HRN EN ISO 9227

[2]HRN EN ISO 9227 je norma koja specificira aparate, reagense i postupke koji se koriste u provođenju korozijskog ispitivanja u slanoj komori. Postoji nekoliko različitih postupaka: NSS (*engl.* neutral salt spray) test je postupak ispitivanja u kojem se 5%-tna otopina natrijevog klorida u rasponu pH od 6,5 do 7,2 raspršuje pod kontroliranim uvjetima. AASS (*engl.* acetic acid salt spray) test je postupak ispitivanja u kojem se 5%-tna otopina natrijevog klorida uz dodavanje glacijalne octene kiseline u rasponu pH od 3,1 do 3,3 raspršuje pod kontroliranim uvjetima. CASS (*engl.* copper accelerated salt spray) test je postupak ispitivanja u kojem se 5%-tna otopina natrijevog klorida uz dodavanje bakrenog klorida i glacijalne octene kiseline u rasponu pH od 3,1 do 3,3 raspršuje pod kontroliranim uvjetima. Dimenzije ispitnih uzoraka, razdoblje izloženosti te tumačenje rezultata prikazani su u odgovarajućim specifikacijama proizvoda. Dozvoljeni gubitak mase tijekom korozijskih ispitivanja za određeni test prikazan je u tablici 1.

Tablica 1. Dozvoljeni gubitak mase cinkovih i čeličnih uzoraka tijekom korozijskih ispitivanja provedenih u slanoj komori.[2]

Metoda	***Vremensko trajanje testa* (h)**	***Dozvoljeni gubitak mase po površini uzoraka cinka* (g/m^2)**	***Dozvoljeni gubitak mase po površini čeličnih uzoraka* (g/m^2)**
NSS	48	50 ± 25	70 ± 20
AASS	24	30 ± 15	40 ± 10
CASS	24	50 ± 20	52 ± 15

2.5. NSS TEST[2]

2.5.1. PRIPREMA OTOPINE

Potrebno je pripremiti otopinu natrijevog klorida tako da se otopi dovoljna količina natrijevog klorida u destiliranoj ili deioniziranoj vodi čija provodnost nije veća od 20 µs/cm pri 20 °C ± 2 °C. Potrebna koncentracija iznosi 50 g/l ± 5 g/l. Natrijev klorid mora sadržavati manje od: 0,001% masenog udjela bakra, 0,001% masenog udjela nikla, 0,1% masenog udjela nartrijevog jodida te 0,5% ukupnih nečistoća. Po potrebi treba filtrirati otopinu kako bi se uklonio čvrsti materijal koji bi mogao blokirati otvor uređaja za raspršivanje.

2.5.2. PODEŠAVANJE pH

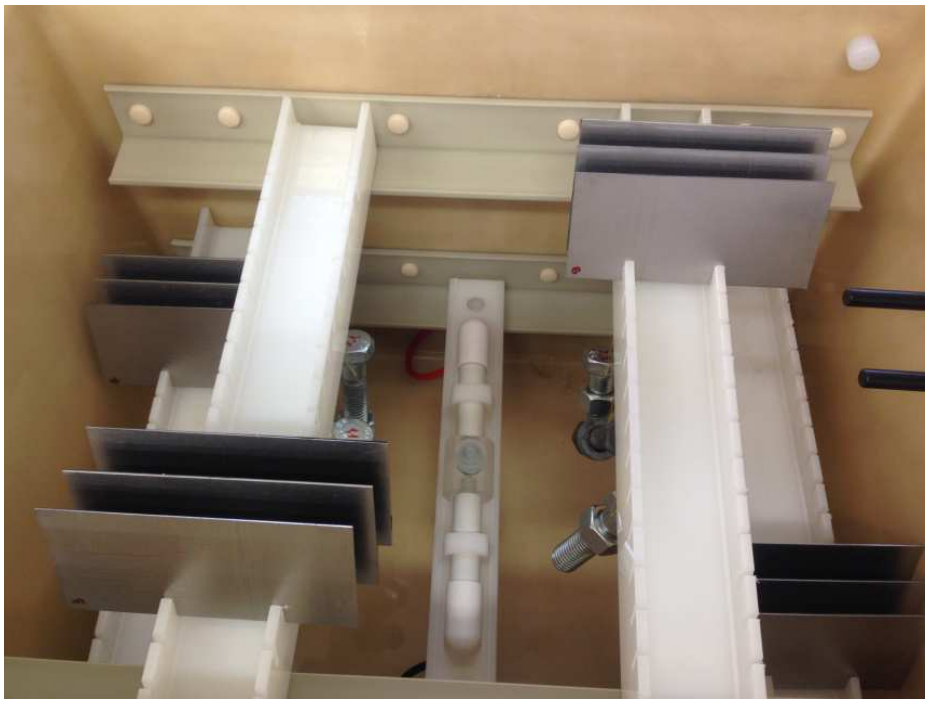
Prskana otopina mora imati pH između 6,5 i 7,2 na temperaturi od 25 °C ± 2 °C. Provjera pH vrši se pomoću elektrokemijskih mjerenja ili indikatorskog papira. Kako bi se pH doveo do zadane vrijednost mogu se koristiti male količine otopine natrijevog hidroksida ili natrijevog bikarbonata. Promjena pH može biti rezultat gubitka ugljičnog dioksida iz otopine kada se raspršuje. Takve promjene mogu se izbjeći smanjenjem sadržaja ugljičnog dioksida iz otopine zagrijavanjem na temperaturi višoj od 35°C, prije nego što otopinu stavimo u uređaj ili pripravom otopine pomoću kipuće vode.

2.5.3. APARATURA

Svi dijelovi koji dolaze u dodir s ispitivanom otopinom moraju biti izrađeni od materijala otpornih na korozivno djelovanje. U slanoj komori moraju biti ispunjeni uvjeti homogenosti raspodjele slane maglice. Komora mora biti projektirana tako da kapi formirane na vrhu ne padaju po uzorcima koji se ispituju. U komori postoji grijač i mjerno osjetilo temperature koji pomažu u održavanju temperature na odgovarajućoj vrijednosti. Uređaj za raspršivanje sastoji se od dovoda čistog zraka, spremnika u kojem se nalazi otopina te jednog ili više raspršivača. Postoje instrumenti za održavanje tlaka i vlažnosti. Raspršivači moraju biti izrađeni od inertnog materijala. Ukoliko se komora koristila za AASS ili CASS testove čije se otopine razlikuju od otopine za NSS test, nije ju moguće ponovno iskoristiti za NSS test jer je gotovo nemoguće očistiti takvu komoru. Komoru je tijekom rada moguće otvoriti radi kratke vizualne inspekcije uzoraka.

2.5.4. UZORCI ZA VALIDACIJU RADA KOMORE

Referentni uzorci za validaciju rada komore moraju biti dimenzija 150 mm × 70 mm I debljine 1 mm ± 0,2 mm. Čelični uzorci moraju biti od čelika (ugljičnog) s mat finišom (Ra=0,8 μm±0,3). Prije ispitivanja uzorke je potrebno pažljivo očistiti kako bi se eliminirale sve prljavštine koje mogu utjecati na rezultate ispitivanja. Nakon čišćenja uzorke je potrebno osušiti i odrediti im masu na vagi s točnošću od 1 mg. Prije stavljanja uzorka u komoru potrebno je jednu stranu zaštititi. Uzorke je potrebno postaviti u komoru na različite položaje pod kutom od 20° s nezaštićenim licem prema gore. Moguće je postaviti uzorke na više razina uz oprez da otopina ne kaplje s uzoraka i njihovih nosača na uzorke ispod. Raspored uzoraka u komori prikazan je na slikama 2 i 3. Držač za uzorke također mora biti od inertnog materijala, poput plastike. Trajanje validacijskog NSS testa je 48 h. Nakon provedenog testa potrebno je skinuti zaštitu s uzorka, ukloniti produkte korozije mehaničkom ili kemijskom metodom, osušiti ih i ponovo izvagati.



Slika 2. Raspored nepoliranih uzoraka u slanoj komori



Slika 3. Raspored poliranih uzoraka u komori

2.5.5. OBRADA REZULTATA

Postoji nekoliko različitih kriterija na temelju kojih se može ocijeniti ispitivanje.

1. proučavanje izgleda nakon testa
2. proučavanje izgleda nakon skidanja produkata korozije
3. proučavanje broja i rasporeda pukotina, hrđa i ogrebotina
4. proučavanje vremena koje je proteklo do pojave prvih znakova korozije
5. proučavanje promjene mase
6. proučavanje promjene mehaničkih svojstava

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. PRIPREMA SLANE KOMORE

Prije pokretanja komoru, koja je prikazana na slici 4, potrebno je dobro očistit deterdžentom i posušiti kako bi se izbjegli utjecaji bilo kakvih nečistoća. Zadana koncentracija otopine za raspršivanje od 50 g/l dobivena je miješanjem destilirane vode i kuhinjske soli. Za pripravu 20 L otopine utrošen je 1 kg kuhinjske soli. Otopina je ulivena u spremnik, te je nakon postavljanja referentnih uzoraka, komora bila spremna za početak rada. U izborniku komore odabran je NSS test u trajanju od 48 h te su podešeni parametri tlaka, temperature i protoka. Temperatura u komori iznosila je 35^{o}C, volumni protok otopine za raspršivanje 0,2 L/min, a tlak 1 Bar.



Slika 4. Slana komora (CW specialist equipment model SF/100)

3.2. PROVJERA pH

Za provjeru pH otopina korištenih u eksperimentu, korišten je pH metar Schott Lab 850 i Schott Blue Line 28 pH elektroda. Osim mjerenja pH otopine NaCl-a i destilirane vode koja služi za zagrijavanje komore, mjeren je pH vodovodne, deionizirane i dvostruko destilirane vode.

3.3. PRIPREMA UZORKA

Kako bi se odredila korozivnost, ispitivanje je provedeno u skladu sa standardnom metodom testa s neutralnom slanom maglom. Pripremljeno je osamnaest referentnih uzoraka definiranih dimenzija. Zbog nemogućnosti dobavljača da isporuči pločice zadane hrapavosti šest od osamnaest referentnih uzoraka polirano je na polirci. Kako bi se izbjegao utjecaj nečistoća, sve pločice prvo su mehanički očišćene pomoću deterdženta i spužvice a zatim su stavljene u ultrazvučnu kupelj u kojoj se nalazio etanol. Nakon čišćenja u ultrazvučnoj kupelji koje je trajalo po pet minuta za svaku pločicu, uzorci su osušeni dušikom. Suhi uzorci prikazani na slici 5 vagani su na

analitičkoj vagi točnosti 1 mg. Radi što bolje statističke obrade podataka svaki uzorak vagan je pet puta. Nakon obilježavanja pločica, jedna strana svakog uzorka zaštićena je Stopaq ljepljivom trakom.



Slika 5. Očišćeni nepolirani uzorci spremni za testiranje

3.4. MJERENJE KONDENZATA LIJEVKOM

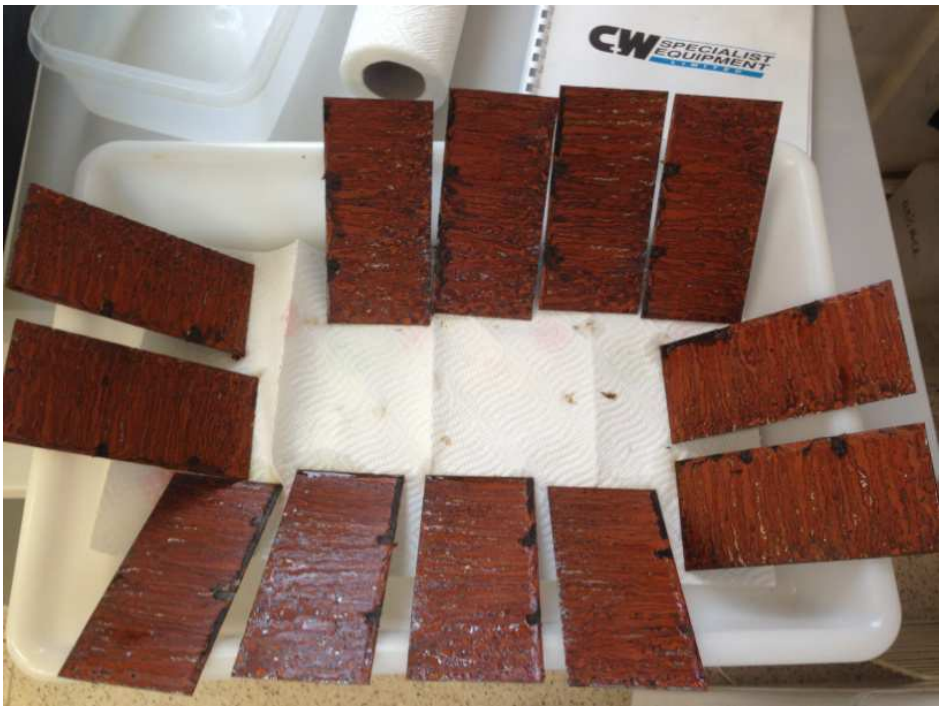
Kako bi se provjerio protok otopine za raspršivanje tijekom testa u slanu komoru se postavlja menzura s lijevkom na vrhu kao što se vidi na slici 3. Promjer lijevka za skupljanje kondenzata treba iznositi 100 mm. [2]Količina skupljenog kondenzata treba biti između 1 i 2 ml za površinu lijevka od 80 cm^2 po satu. Upravo premala količina prikupljenog kondenzata u drugom eksperimentu ukazala je na začepljen filtar koji je doveo do loših rezultata.

3.5. OBRADA UZORAKA

Prvo ispitivanje obuhvaćalo je NSS test u trajanju od 48 h za dvanaest uzoraka koji nisu bili podvrgnuti dodatnom poliranju, dok je drugo ispitivanje obuhvaćalo preostalih šest poliranih uzoraka.

Po završetku svakog testa uzorci se vade iz komore te im se skida zaštitna ljepljiva traka. Na slikama 6 i 7 prikazan je izgled pločica nakon samog vađenja iz komore. Produkt korozije uklanja se mehaničkim čišćenjem pomoću deterdženta, a izgled pločica nakon mehaničkog čišćenja prikazan je na slikama 8 i 9. Nakon toga uzorci se suše dušikom te se ponovno važu. Sav produkt korozije nije se mogao ukloniti mehaničkim čišćenjem pomoću deterdženta te se zbog toga nakon vaganja pločice čiste kemijski. Za kemijsko čišćenje koristi se 15%-tnu limunska kiselina. Nakon toga ponavlja se postupak sušenja i vaganja.

Glavni podaci kao što su broj referentnih uzoraka n, prosječna masa prije i nakon slane komore, gubitak mase Δm, srednje vrijednosti i standardna devijacija mase, prikazani su u tablicama. Brzina korozije v računa se kao količnik prosječnog gubitka mase svakog uzorka te njegove površine i vremena izlaganja.



Slika 6. Nepolirani uzorci nakon testa



Slika 7. Polirani uzorci nakon testa



Slika 8. Nepolirani uzorci nakon mehaničkog čišćenja



Slika 9. Polirani uzorci nakon mehaničkog čišćenja

4. REZULTATI

Mase poliranih i nepoliranih uzoraka prije i nakon korozijskih ispitivanja, ovisno o tome da li su čišćeni samo mehanički ili mehanički i kemijski nalaze se u tablicama 2 do 7. Tablica 8 daje prikaz podataka dobivenih mjerenjem pH različitih otopina. Mjerenje pH vodovodne, dvostruko destilirane i deionizirane vode uz kalibraciju služilo je kao referenca. Nakon toga sa sigurnošću se može izmjeriti pH otopine za raspršivanje i destilirane vode koja je služila za zagrijavanje. U tablicama su također prikazani statistički parametri poput srednje vrijednosti i standardne devijacije.

Tablica 2. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija mase 12 uzoraka prije testiranja u slanoj komori (uzorci nisu podvrgnuti poliranju).

***masa prije slane komore* (g)**	***prvo mjerenje***	***drugo mjerenje***	***treće mjerenje***	***četvrto mjerenje***	***peto mjerenje***	***srednja vrijednost***	***standardna devijacija***
m1	82,957	82,958	82,957	82,954	82,960	82,957	**0,002**
m2	82,943	82,941	82,941	82,949	82,952	82,945	**0,005**
m3	81,930	81,925	81,934	81,925	81,928	81,928	**0,004**
m4	83,101	83,106	83,098	83,096	83,098	83,100	**0,004**
m5	81,556	81,558	81,558	81,563	81,555	81,558	**0,003**
m6	83,126	83,118	83,117	83,126	83,120	83,121	**0,004**
m7	83,034	83,036	83,041	83,030	83,030	83,034	**0,005**
m8	82,639	82,633	82,640	82,635	82,630	82,635	**0,004**
m9	82,965	82,971	82,973	82,982	82,979	82,974	**0,007**
m10	82,722	82,725	82,727	82,732	82,727	82,727	**0,003**
m11	82,203	82,201	82,205	82,208	82,207	82,205	**0,002**
m12	82,680	82,664	82,658	82,652	82,656	82,662	**0,010**

Tablica 3. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija mase 12 uzoraka nakon testiranja u slanoj komori (uzorci nisu podvrgnuti poliranju te su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i plastične spužvice).

***masa nakon slane komore* (g)**	***prvo mjerenje***	***drugo mjerenje***	***treće mjerenje***	***četvrto mjerenje***	***peto mjerenje***	***srednja vrijednost***	***standardna devijacija***
m1	82,283	82,279	82,277	82,276	82,275	82,278	**0,003**
m2	82,330	82,331	82,326	82,326	82,328	82,328	**0,002**
m3	81,313	81,309	81,312	81,311	81,313	81,312	**0,001**
m4	82,429	82,436	82,430	82,441	82,434	82,434	**0,004**
m5	80,864	80,875	80,875	80,876	80,875	80,873	**0,005**
m6	82,442	82,440	82,442	82,442	82,443	82,442	**0,001**
m7	82,369	82,368	82,359	82,367	82,366	82,366	**0,004**
m8	82,010	82,005	82,002	82,005	81,997	82,004	**0,004**
m9	82,287	82,385	82,383	82,289	82,286	82,326	**0,047**
m10	82,034	82,032	82,040	82,040	82,038	82,037	**0,003**
m11	81,503	81,500	81,499	81,501	81,497	81,500	**0,002**
m12	81,974	81,977	81,976	81,975	81,973	81,975	**0,001**

Tablica 4. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija mase 6 uzoraka prije testiranja u slanoj komori (uzorci su podvrgnuti poliranju)

***masa prije slane komore* (g)**	***m1***	***m2***	***m3***	***m4***	***m5***	***m6***
prvo mjerenje	82,209	81,402	83,072	82,815	83,192	82,945
drugo mjerenje	82,198	81,406	83,064	82,813	83,194	82,950
treće mjerenje	82,208	81,405	83,064	82,822	83,201	82,944
četvrto mjerenje	82,204	81,396	83,071	82,825	83,198	82,945
peto mjerenje	82,201	81,401	83,066	82,819	83,186	82,934
srednja vrijednost	82,204	81,402	83,067	82,819	83,194	82,944
standardna devijacija	**0,005**	**0,004**	**0,004**	**0,005**	**0,006**	**0,006**

Tablica 5. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija mase 6 uzoraka nakon testiranja u slanoj komori (uzorci su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i plastične spužvice).

***masa nakon slane komore* (g)**	***m1***	***m2***	***m3***	***m4***	***m5***	***m6***
prvo mjerenje	82,002	81,371	82,897	82,654	83,027	82,795
drugo mjerenje	81,993	81,266	82,960	82,633	83,019	82,785
treće mjerenje	81,996	81,359	82,916	82,647	83,024	82,781
četvrto mjerenje	81,981	81,373	82,917	82,637	83,026	82,764
peto mjerenje	81,983	81,368	82,926	82,650	83,008	82,790
srednja vrijednost	81,991	81,347	82,923	82,644	83,021	82,783
standardna devijacija	**0,009**	**0,046**	**0,023**	**0,009**	**0,008**	**0,012**

Tablica 6. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija 6 odabranih nepoliranih uzoraka koji su naknadno čišćeni kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline.

***masa nakon kemijskog čišćenja* (g)**	***m1***	***m3***	***m5***	***m8***	***m11***	***m12***
prvo mjerenje	82,224	81,209	80,818	81,980	81,442	81,915
drugo mjerenje	82,226	81,204	80,816	81,981	81,442	81,914
treće mjerenje	82,221	81,205	80,812	81,982	81,443	81,910
četvrto mjerenje	82,217	81,203	80,815	81,988	81,447	81,913
peto mjerenje	82,218	81,201	80,820	81,988	81,443	81,910
srednja vrijednost	82,221	81,204	80,816	81,984	81,443	81,912
standardna devijacija	**0,004**	**0,003**	**0,003**	**0,004**	**0,002**	**0,002**

Tablica 7. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija mase 6 poliranih uzoraka koji su naknadno čišćeni kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline.

***masa nakon kemijskog čišćenja* (g)**	***m1***	***m2***	***m3***	***m4***	***m5***	***m6***
prvo mjerenje	81,779	80,877	82,691	82,383	82,669	82,477
drugo mjerenje	81,783	80,870	82,690	82,391	82,650	82,477
treće mjerenje	81,778	80,871	82,688	82,382	82,648	82,479
četvrto mjerenje	81,779	80,864	82,687	82,385	82,655	82,474
peto mjerenje	81,784	80,874	82,684	82,381	82,658	82,473
srednja vrijednost	81,781	80,871	82,688	82,384	82,656	82,476
standardna devijacija	**0,003**	**0,005**	**0,003**	**0,004**	**0,008**	**0,002**

Tablica 8. Rezultati pH otopina korištenih u eksperimentu; 3,5% NaCl, destilirana voda za zagrijavanje, vodovodne dvostruko destilirane i deionizirane vode.

pH (elektroda)	***Slana voda za raspršivanje (spremnik)***	***Deionizirana voda***	***dvostruko destilirana voda***	***Vodovodna voda***	***Destilirana voda iz spremnika za zagrijavanje***
prvo mjerenje	6,093	8,934	7,823	6,420	7,666
drugo mjerenje	5,920	7,867	8,980	6,476	7,520
treće mjerenje	6,271	8,906	9,152	6,767	7,456
četvrto mjerenje	6,271	8,811	9,310	6,800	7,634
peto mjerenje	6,237	8,646	9,354	6,795	7,803
standardna devijacija	**0,152**	**0,443**	**0,633**	**0,187**	**0,134**
srednja vrijednosti	**6,158**	**8,632**	**8,923**	**6,651**	**7,615**
temperatura, °C	23,8	24,2	23,7	21,9	23,6

5. RASPRAVA

Za obradu eksperimentalnih podatka koristio se kriterij određivanja mase prije i nakon korozijskih ispitivanja. Masa, kao ulazna veličina, određuje se kroz više neovisnih opažanja pod istim mjernim uvjetima. Dakle, mjerna nesigurnost određuje se metodom vrste A.

[2]Brzina korozije (*v*) referentnih uzoraka za zadano vrijeme izlaganja od 48 h, dobivena NSS testom, u skladu s HRN EN ISO 9227 izražava se na sljedeći način:

$$v = \frac{\Delta m}{S} \qquad (5.1.)$$

Δ*m* predstavlja gubitak mase koji se računa kao razlika mase referentnih uzoraka prije i nakon testa, a S je površina referentnih uzoraka

Izračunate promjene mase i brzine korozije prikazane su u tablicama 9 do 12. Konačne brzine korozije i standardna devijacija za različite oblike čišćenja prikazana je u tablici 13.

Tablica 9. Promjena mase i brzina korozije nepoliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički i pomoću deterdženta i plastične spužvice.

Broj uzorka	***Δm* (g)**	***v* (g/m²)**
1	0,679	64,686
2	0,617	58,762
3	0,617	58,743
4	0,666	63,410
5	0,685	65,238
6	0,680	64,724
7	0,668	63,657
8	0,632	60,152
9	0,648	61,714
10	0,690	65,695
11	0,705	67,124
12	0,687	65,429

Tablica 10. Promjena mase i brzina korozije poliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i plastične spužvice.

Broj uzorka	1	2	3	4	5	6
***Δm* (g)**	0,213	0,055	0,144	0,175	0,173	0,161
***v* (g/m²)**	20,286	5,200	13,733	16,629	16,514	15,295

Tablica 11. Promjena mase i brzina korozije dijela nepoliranih uzoraka koji su naknadno čišćeni kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Broj uzorka	1	3	5	8	11	12
***Δm* (g)**	0,736	0,724	0,742	0,652	0,761	0,750
***v* (g/m²)**	70,095	68,952	70,648	62,057	72,514	71,390

Tablica 12. Promjena mase i brzina korozije poliranih uzoraka koji su naknadno čišćeni kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Broj uzorka	1	2	3	4	5	6
***Δm* (g)**	0,423	0,531	0,379	0,434	0,538	0,468
***v* (g/m²)**	40,324	50,552	36,133	41,371	51,257	44,533

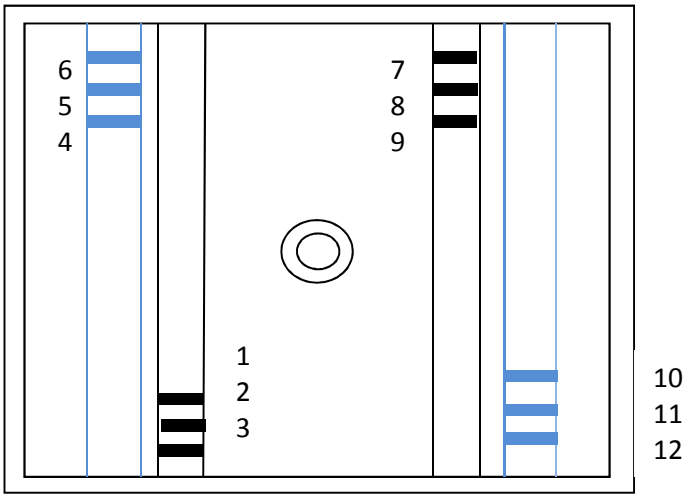
Tablica 13. Srednja vrijednost brzine korozije i standardna devijacija

	***Srednja vrijednost v* (g/m²)**	***standardna devijacija v* (g/m^2)**
nepolirani uzorci, mehaničko čišćenje	63,278	2,804
polirani uzorci, mehaničko čišćenje	14,610	5,093
nepolirani uzorci, mehaničko + kemijsko čišćenje	69,276	3,734
polirani uzorci, mehaničko + kemijsko čišćenje	44,029	5,970

[2]Analiza podataka pokazuje da se prosječna brzina korozije nepoliranih uzoraka u oba slučaja nalazi u intervalu zahtijevanom standardom koji iznosi 70 g/m² ± 20 g/m². Uz samo mehaničko čišćenje brzina korozije iznositi 63 g/m² ± 3 g/m², a uz mehaničko i kemijsko čišćenje brzina iznosi 69 g/m² ± 4 g/m². Analiza podataka poliranih uzoraka ukazuje nam na veliko odstupanje brzine od one zahtijevane normom za samo mehanički čišćene uzorke te brzinu korozije koja se nalazi ispod donje zahtijevane granice za mehaničko i kemijsko čišćenje. Već nakon samog vađenja uzoraka iz slane komore vidljivo je da su polirani uzorci znatno manje zahrđali u odnosu na nepolirane. Izgledi pločica nakon ispitivanja prikazani su na slikama 6 i 7. Do odstupanja od normiranih vrijednosti može doći iz više razloga. Hrapavost poliranih uzoraka puno je bliža hrapavosti zadanoj u normi pa je stoga logično očekivati bolje rezultate ispitivanja. Međutim, dobiveni rezultati kose se s tim. Razlog velikog odstupanja i loših rezultata vjerojatno je začepljen filtar koji nije omogućavao dovoljan protok otopine za raspršivanje, što je utvrđeno mjerenjem količine kondenzata. Iz ovog je vidljivo da protok, odnosno količina slane otopine koja dolazi na uzorke, ima bitnu ulogu u rezultatu i mora biti unutar propisanih granica da bi dobili valjane rezultat.

Jedan od mogućih uzroka greške u korozijskim ispitivanjima je pH kojeg je teško točno namjestiti. Ugljikov dioksid je kiseli oksid i njegovim otapanjem u vodi dolazi do zakiseljavanja otopine a time i smanjenja vrijednosti pH. Također, do promjene pH

može doći gubitkom ugljičnog dioksida prilikom zagrijavanja i raspršivanja otopine u komori, tako da pH otopine u spremniku mora biti niži od 6,5 kako bi pH raspršene, zagrijane otopine bio unutar zahtijevanih granica. U tablici 8. prikazani su rezultati mjerenja pH otopina iz eksperimenta, te za usporedbu vodovodne vode, dvostruko destilirane vode i prethodno pripremljene otopine 3,5% NaCl iz tikvice. Vidi se da je pH otopine iz spremnika <6,5 kao što zahtijeva norma. Još jedan uzrok mjerne nesigurnosti može biti položaj uzoraka u komori. Na temelju rasporeda nepoliranih uzoraka u slanoj komori izrađen je tlocrt koji je prikazan na slici 10. Analizom rezultata koji se nalaze u tablici 9 zaključuje se da raspored uzoraka u komori vrlo malo utječe na konačnu brzinu korozije. Uzorci koji se nalaze na nižem nivou u komori prikazani su plavom bojom i imaju nešto veću brzinu korozije, 65,27 $\pm$ 1,22 g/m^2, dok su uzorci koji se nalaze na višem nivou prikazani crnom bojom i njihova prosječna brzina korozije iznosi 61,29 $\pm$ 2,80 g/m^2. Ukoliko komoru podijelimo na lijevi i desni dio, brzina korozije desnog dijela komore iznosi 63,92 $\pm$ 2,64 g/m^2, a lijevog 62,54 $\pm$ 3,04 g/m^2. Rezultat se odnosi na uzorke prije kemijskog čišćenja.



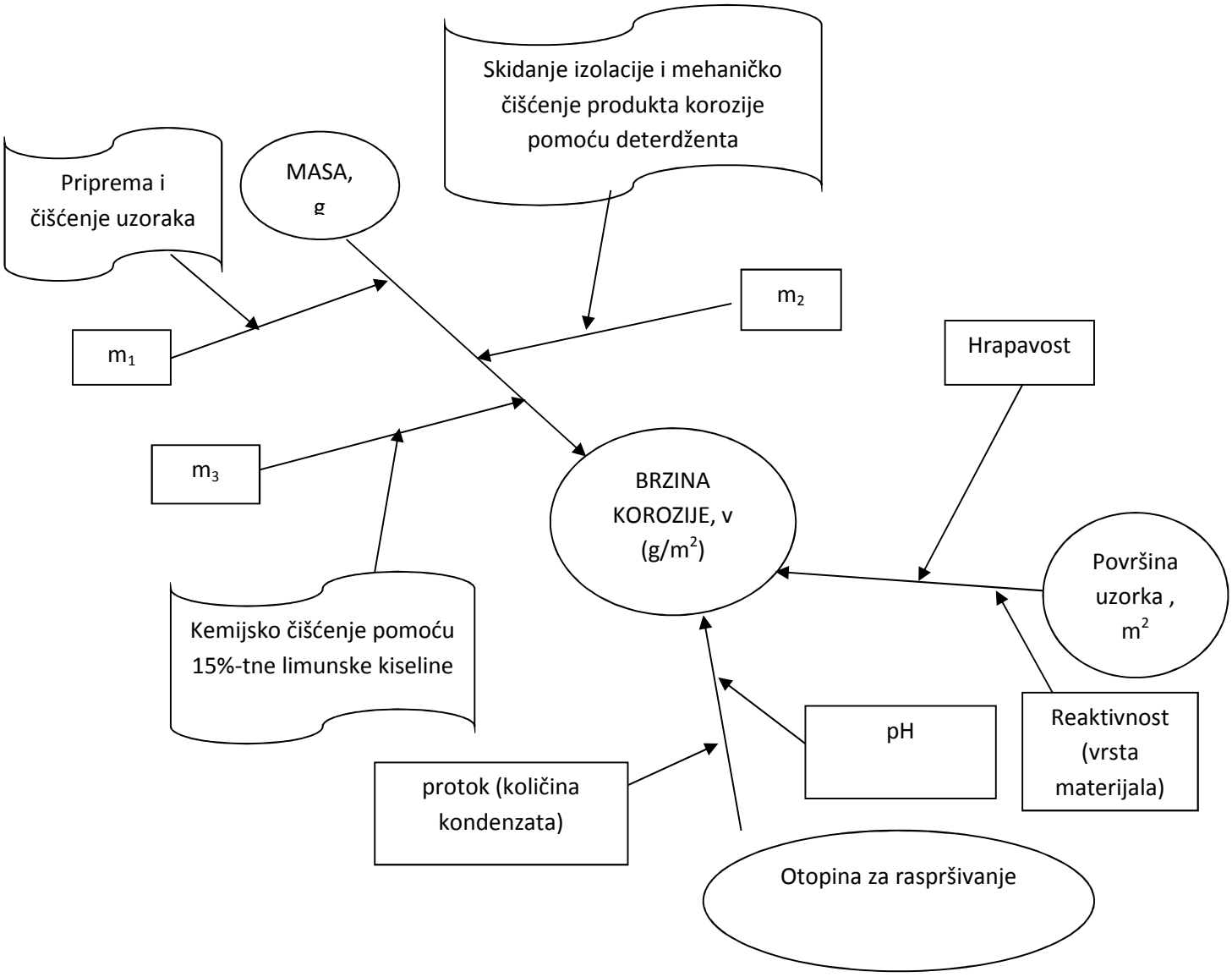
Slika 10. Tlocrt slane komore s nepoliranim uzorcima

Kao jedan od izvora mjerne nesigurnosti možemo uzeti i vagu na kojoj je provedeno mjerenje. Vrlo bitne karakteristike vage su točnost, preciznost, ponovljivost i obnovljivost te njezina umjerenost. Za vagu je bitno da bude smještena na mjestu koje je daleko od oscilirajućih i vibrirajućih uređaja, prometa te klima uređaja ili propuha. Neidealnost vage uzima se kao slučajna pogreška koja se može reducirati ponavljanjem mjerenja. Stoga je vaganje svake pločice provedeno pet puta.

Uzroci sustavnih pogrešaka su poznati i u načelu bi se trebali otkloniti, pa začepljenost filtra karakteriziramo kao sustavnu pogrešku koja dovodi do udaljavanja od pravih vrijednosti. Značajnu sustavnu pogrešku može unijeti i način čišćenja uzoraka, kao što je pokazano razlikom u rezultatima stupnjevito, mehanički, a potom kemijski čišćenih uzoraka.

Na osnovu odličnih rezultata korektno provedenog eksperimenta, može se zaključiti da hrapavost i reaktivnost površine nisu značajno utjecali na eksperiment.

Na slici 11. su shematski prikazane glavne sastavnice mjerne nesigurnosti korozijskih ispitivanja u slanoj komori utvrđene na temelju provedenog eksperimenta.



Slika 11. Glavni izvori mjerne nesigurnosti u korozijskim ispitivanjima u slanoj komori.

U skladu s jednadžbom (2.6) i Tablicom 13, u prvom je eksperimentu utvrđena mjerna nesigurnost 1.525 g/m^2, a u drugom 2,437 g/m^2. Proširene mjerne nesigurnosti, uz faktor prekrivanja k=2, iznose 3,049 i 4,874 g/m^2.

[7]Mjerna nesigurnost obično se množi s faktorom pokrivanja kako bi se dobila proširena mjerna nesigurnost. U slučajevima kad se mjerenoj veličini može pridružiti Gaussova raspodjela, koristi se faktor pokrivanja k=2. Proširena nesigurnost

odgovara vjerojatnosti pokrivanja od približno 95 %. Uz mjerni rezultat prikazuje se proširena mjerna nesigurnost, te se u odnosu na nju određuje sukladnost rezultata sa specifikacijom.

Proširena mjerna nesigurnost, posebno je značajna u drugom slučaju u kojem se iznos gubitka mase nalazi ispod donje granice zahtijevanog intervala od 50 g/m^2, odnosno iznosi 44,029 g/m^2. Uzevši u obzir proširenu mjernu nesigurnost, za ovaj se rezultat može pouzdano utvrditi nesukladnost sa zahtjevom norme od 70 ± 20 g/m^2.

6. ZAKLJUČAK

Opširnost validacijskog eksperimenta bitna je kako bi istražili ponašanje metode u svim realnim radnim uvjetima što će osigurat se pouzdaniji rad, lakše otkrivanje grešaka u radu i veće povjerenje u točnost rezultata.

Validacijom NSS testa u ovom radu utvrđeno je da ispitivana slana komora daje rezultate za brzinu korozije unutar intervala zahtijevanog normom ISO 9227, ako su svi parametri procesa kontrolirani i unutar zahtijevanih granica.

Uz gubitak mase od 69 g/m^2 i proširenu mjernu nesigurnost od 3,049 g/m^2 sa sigurnošću možemo utvrditi da su rezultati prvog eksperimenta sukladani zahtjevu norme. To nije slučaj s drugim eksperimentom, u kojem za gubitak mase od 44 g/m^2 sa proširenom mjerom nesigurnošću od 4,874 g/m^2 možemo utvrditi ne sukladnost sa specifikacijom.

Iako hrapavost uzoraka prvog testa eksperimenta nije odgovarala onoj u normi, dobiveni rezultati su u skladu s njom, pa se može zaključiti da hrapavost nije imala značajnog utjecaja na rezultat. Zbog začepljenog filtra, pri drugom mjerenju u kojem smo korozijski ispitivali uzorke čija je hrapavost bila bliža onoj u normi, ne može se zaključiti da li bi i njihov gubitak mase bio unutar onog zadanog normom. Loši rezultati drugog eksperimenta daju nam uvid u to koliko je bitno da protok kao utjecajni parametar mjernog procesa bude unutar intervala zadanog normom.

7. POPIS

7.1. Popis simbola

k - faktor pokrivanja

Δm – promjena mase (g)

m – masa (g)

S – površina referentnih uzoraka (cm^2)

U – povećana mjerna nesigurnost

u_c – standardna nesigurnost

v – brzina korozije, (g/cm^2)

X_i – ulazne veličine

xi – procjena ulaznih veličina

Y – izlazna veličina

y – procjena izlazne veličine

7.2. Popis tablica

Tablica 1. Dozvoljeni gubitak mase cinčanih i čeličnih uzoraka tijekom korozijskih ispitivanja provedenih u slanoj komori

Tablica 2. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka prije testiranja u slanoj komori, uzorci nisu podvrgnuti poliranju

Tablica 3. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka nakon testiranja u slanoj komori, uzorci nisu podvrgnuti poliranju te su čišćeni mehanički pomoću deterdženta

Tablica 4. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka prije testiranja u slanoj komori, uzorci su podvrgnuti poliranju

Tablica 5. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka nakon testiranja u slanoj komori, uzorci su podvrgnuti poliranju te su čišćeni mehanički pomoću deterdženta

Tablica 6. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka nakon testiranja u slanoj komori, uzorci nisu podvrgnuti poliranju te su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Tablica 7. Masa, srednja vrijednost mase i standardna devijacija uzoraka nakon testiranja u slanoj komori, uzorci su podvrgnuti poliranju te su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Tablica 8. Rezultati pH otopina korištenih u eksperimentu; 3,5% NaCl, destilirana voda za zagrijavanje, te mjere za usporedbu (vodovodna, dvostruko destilirana i deionizirana voda)

Tablica 9. Promjena mase i brzina korozije nepoliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički pomoću deterdženta

Tablica 10. Promjena mase i brzina korozije poliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički pomoću deterdženta

Tablica 11. Promjena mase i brzina korozije dijela nepoliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Tablica 12. Promjena mase i brzina korozije poliranih uzoraka koji su čišćeni mehanički pomoću deterdženta i kemijski pomoću 15%-tne limunske kiseline

Tablica 13. Srednja vrijednost brzine korozije i standardna devijacija

7.3. Popis slika

Slika 1. Izvori pogrešaka u mjernom lancu

Slika 2. Raspored nepoliranih uzoraka u slanoj komori

Slika 3. Raspored poliranih uzoraka u komori

Slika 4. Slana komora (CW specialist equipment model SF/100)

Slika 5. Očišćeni nepolirani uzorci spremni za testiranje

Slika 6. Nepolirani uzorci nakon testa

Slika 7. Polirani uzorci nakon testa

Slika 8. Nepolirani uzorci nakon mehaničkog čišćenja

Slika 9. Polirani uzorci nakon mehaničkog čišćenja

Slika 10. Tlocrt slane komore s nepoliranim uzorcima

Slika 11. Glavni izvori mjerne nesigurnosti u korozijskim ispitivanjima

8. LITERATURA

1. Ramoškiene E., Gladkovas M., Šalkauskas M., Validation of salt spray corrosion test, Accred. Qual. Assur. **8** (2003) 235–241.
2. HRN EN ISO 9227, Ispitivanje korozije u umjetnoj atmosferi -- Metoda ispitivanja u slanoj komori (ISO 9227:2012; EN ISO 9227:2012), Hrvatski Zavod za norme, Zagreb, 2012
3. Bolf, N, Analiza mjerne pogreške, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Mjerenje i automatsko vođenje procesa, Zagreb, 2016
4. Gašljević V., Validacija i mjerna nesigurnost, Biochemia Medica **20** (2010) 57-63.
5. EA-4/16 G, EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing, European Co-operation for Accreditation, Paris, 2003
6. EA-4/02, Izražavanje mjerne nesigurnosti pri umjeravanju, Državni zavod za mjeriteljstvo, Zagreb, 2008
7. ILAC-G8:03, Guidelines on the Reporting of Compliance with Specification, ILAC, Silverwater, 2009

9. ŽIVOTOPIS

Emina Mehić rođena 26.05.1994. u Zagrebu gdje je završila OŠ Ante Kovačića u razdoblju od 2001-2009. Nakon toga upisuje opću gimnaziju Lucijan Vranjanin u razdoblju od 2009-2013. Trenutno je redovna studentica treće godine Fakulteta kemijskog inženjerstva i tehnologije u Zagrebu, smjer kemijsko inženjerstvo. Član je odbojkaške ekipe fakulteta, s kojom je osvojila treće mjesto u Zagrebačkoj sveučilišnoj ligi 2015. godine.