



УНИВЕРЗИТЕТ У БАЊОЈ ЛУЦИ
UNIVERSITY OF BANJA LUKA



ПРИРОДНО-МАТЕМАТИЧКИ ФАКУЛТЕТ
FACULTY OF NATURAL SCIENCES AND MATHEMATICS

СТУДИЈСКИ ПРОГРАМ ХЕМИЈА

**УВОЂЕЊЕ СТАНДАРДНЕ МЕТОДЕ ЗА ОЦЈЕНУ
МАЗИВОСТИ ДИЗЕЛ-ГОРИВА У ИСПИТНОЈ
ЛАБОРАТОРИЈИ, „SISTEM QUALITAS”, Д.О.О., ПАЛЕ**

- Мастер рад -

Ментор:

проф. др Милица Балабан

Кандидат:

Тамара Короман

Бања Лука, 2025. године



УНИВЕРЗИТЕТ У БАЊОЈ ЛУЦИ
UNIVERSITY OF BANJA LUKA



ПРИРОДНО-МАТЕМАТИЧКИ ФАКУЛТЕТ
FACULTY OF NATURAL SCIENCES AND MATHEMATICS

CHEMISTRY DEPARTMENT

**INTRODUCING THE STANDARD METHOD FOR
ASSESSMENT OF LUBRICITY OF DIESEL FUEL IN THE
TEST LABORATORY, „SYSTEM QUALITA,S”, D.O.O.,
PALE**

-Master dissertation-

Mentor:

проф. др Милица Балабан

Candidate:

Тамара Короман

Banja Luka, 2025.

Велику захвалност дугујем мом ментору, проф. др Милицы Балабан, и коментору проф. др Перу Дугићу, који су своје знање и искуство несебично подијелили, не само приликом израде овог рада, него и током трајања основних студија и цијелог II циклуса студирања. Њихова подршка, савјети и сугестије у свим фазама израде мастер рада су ми били од велике помоћи и надам се да ће се заједничка сарадња наставити и у будућности.

Такође желим да се захвалим руководству фирме „Sistem Qualita, S”, Пале Нади Шарац и директору Миловану Шарцу, који су омогућили да овај рад буде реализован у нашој Испитној лабораторији. Неизоставно, морам да се захвалим и мом ментору и техничком руководиоцу наше Испитне лабораторије, Сањи Каностревац-Видаковић на сваком несебично пренесеном знању, савјету, и апсолутној подршци у сваком сегменту мог рада и стручног усавршавања.

Највећу захвалност дугујем својој породици, без чије подршке и љубави, мој пут школовања сигурно не би био могућ. Посебну захвалност дугујем мом оцу, који је од првог тренутка, од прве замисли и одлуке да упишем студије хемије у Бањој Луци, па до дана данашњег био моја највећа подршка и ослонац.

.

Ментор:

др Милица Балабан, ванредни професор

Универзитет у Бањој Луци, Природно-математички факултет

УВОЂЕЊЕ СТАНДАРДНЕ МЕТОДЕ ЗА ОЦЈЕНУ МАЗИВОСТИ ДИЗЕЛ-ГОРИВА У ИСПИТНОЈ ЛАБОРАТОРИЈИ, „SISTEM QUALITA,S”, Д.О.О., ПАЛЕ

Резиме:

Мазивост је способност смањења трења између чврстих површина које се налазе у релативном кретању. Стандардна метода за оцјењивање мазивости дизел-горива је BAS EN ISO 12156-1 (Дизел-гориво - Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције – HFRR).

Принцип методе је сљедећи:

Узорак течности која се испитује се сипа у испитни резервоар у коме се одржава одређена температура испитивања. Фиксна челична куглица (тест куглица) стоји у вертикално постављеној стезној глави и притишће хоризонтално постављену челичну плочицу (тест плочица) са одговарајућим оптерећењем. Тест куглица осцилује на фиксној фреквенцији и дужини, док је тест плочица потпуно уроњена у течност. Металуршке особине куглице и плочице, затим температура течности која се испитује, оптерећење, фреквенција, дужина осциловања и амбијентални услови ваздуха, температуре и влажности током испитивања су строго дефинисани. Ожиљак на тест куглици, настао од хабања, узима се као мјера мазивости течности. Увођење ове методе у Испитној лабораторији „Sistem Qualita, S”, д.о.о. Пале, подразумијева припрему за акредитацију ове методе, која се састоји у припреми потребне документације и извођењу саме методе.

Кључне ријечи: Мазивост, ожиљак од хабања, дизел-гориво, стандард, стандардна метода, акредитација

Научна област: Природне науке

Научно поље: Хемија

Класификациона ознака: Р 003

Тип одабране лиценце: Ауторство-некомерцијално

Mentor:

dr Milica Balaban, Associate Professor

University of Banja Luka, Faculty of Natural Sciences and Mathematics

**INTRODUCING THE STANDARD METHOD FOR ASSESSMENT OF
LUBRICITY OF DIESEL FUEL IN THE TEST LABORATORY,
„SISTEM QUALITA,S”, D.O.O., PALE**

Abstract:

Lubricity is the ability to reduce friction between solid surfaces in relative motion. The standard method for assessing the lubricity of diesel fuel is BAS EN ISO 12156-1 (Diesel fuel - Evaluation of lubricity using a high-frequency oscillator device - HFRR).

Principle:

A sample of the fluid under test is placed in a test reservoir maintained at the specified test temperature. A fixed steel ball is held in a vertically mounted chuck and forced against a horizontally mounted stationary steel plate with an applied load. The test ball is oscillated at a fixed frequency and stroke length while the interface with the plate is fully immersed in the fluid. The metallurgies of the ball and plate, test fluid temperature, load, frequency, stroke length, and ambient air temperature and humidity conditions during the test are specified. The wear scar generated on the test ball is taken as a measure of the fluid lubricity.

The introduction of this method in the Test Laboratory „Sistem Qualita, S”, d.o.o. Pale, implies the preparation for the accreditation of this method, which consists in the preparation of the necessary documentation and the performance of the method itself.

Keywords: Lubricity, wear scar diameter, diesel fuel, standard, standard method, accreditation

Scientific Field: Natural sciences

Academic Expertise Field: Chemistry

CERIF: P 003

Licence type: CC-BY-NC

УНИВЕРЗИТЕТУ У БАЊОЈ ЛУЦИ
ПОДАЦИ О АУТОРУ ОДБРАЊЕНОГ МАСТЕР/МАГИСТАРСКОГ РАДА

Име и презиме аутора мастер/магистарског рада: Тамара Короман

Датум, мјесто и држава рођења аутора: 5. 12. 1995. године, Пале, БиХ, РС

Назив завршеног факултета аутора и година дипломирања:

Природно-математички факултет Универзитета у Бањој Луци, Студијски програм хемија, 2019. године

Датум одбране завршног/дипломског рада аутора: 27. 2. 2019. године

Наслов завршног/дипломског рада аутора: „Одређивање укупних –SH група у лизату хуманих еритроцита”

Академско звање коју је аутор стекао одбраном завршног/дипломског рада:
дипломирани хемичар – 240 ECTS

Академско звање које је аутор стекао одбраном мастер/магистарског рада:
мастер хемичар

Назив факултета/Академије на коме је мастер/магистарски рад одбрањен:

Природно-математички факултет Универзитета у Бањој Луци, студијски програм хемија

Наслов мастер/магистарског рада и датум одбране: „Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у Испитној лабораторији „SISTEM QUALITA,S” д.о.о., Пале”

Научна област мастер/магистарског рада према CERIF шифрарнику: Р 003

Имена ментора и чланова комисије за одбрану мастер/магистарског рада:

1. проф. др Милица Балабан, ментор
2. проф. др Саша Зељковић, председник
3. проф. др Драгана Благојевић, члан

У Бањој Луци, дана _____

Декан

САДРЖАЈ:

1. УВОД.....	1
2. ТЕОРИЈСКИ ДИО.....	4
2.1. Захтјеви стандарда ISO/IEC 17025.....	4
2.2. Акредитација.....	6
2.3. Основни подаци о „Sistem Qualita, S” д.о.о., Пале.....	7
2.3.1. Сектор испитне лабораторије: I Одјељење-Хемија.....	8
2.4. Дизел – гоиво.....	10
2.4.1. Хемијски састав дизел-горива.....	11
2.4.2. Физичко-хемијске особине дизел-горива.....	12
2.4.3. Мазивост дизел-горива.....	14
2.5. Биодизел.....	17
2.5.1. Карактеристике биодизела.....	18
3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДИО.....	20
3.1. Опрема (HFRR уређај).....	20
3.2. Реагенси и материјали.....	29
3.3. Припрема за тест.....	30
3.4. Поставка теста.....	30
3.4.1. Услови испитивања.....	32
3.5. Мјерење ожиљка од хабања.....	34
4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА.....	35
4.1. Обрада резултата мјерења.....	40
5. ЗАКЉУЧАК.....	49
6. ЛИТЕРАТУРА.....	51

*Рад израђен у Испитној лабораторији
фирме „SISTEM QULITA,S”, д.о.о, Пале*

1. УВОД

Дизел-гориво спада у групу горива за транспортна средства, која представљају гасовите и течне нафтне производе, а састоје се претежно од угљоводоника, а у мањим количинама могу садржавати различите додатке. Намијењена су за погон клипних дизел-мотора високог степена сабијања у којима се горива смјеса пали спонтано у врућем сабијеном ваздуху.

Квалитет дизел-горива прописује се и осигурава минималним захтјевима исказаним физичко-хемијским и технолошким својствима, када су она испитана тачно дефинисаним и стандардизованим методама. Која својства треба одређивати и како их одређивати, прописује стандард квалитета дизел-горива.

Стандард којим се прописује квалитет дизел-горива је европски стандард EN 590:2022, чије захтјеве је прихватио Институт за стандардизацију Босне и Херцеговине (БиХ) у данас важећем издању стандарда BAS EN 590:2022. Стандард BAS EN 590:2022 се примјењује за дизел-гориво које се користи у возилима са дизел-мотором, као и за моторна возила пројектована за рад са дизел-горивом која садрже до 7 % v/v метил-естара масних киселина (FAME). У наведеном стандарду су, поред граничних вриједности кључних параметара квалитета дизел-горива, прописане и методе испитивања свих физичко-хемијских својстава.

Једна од тих метода је и стандардна метода за оцјењивање мазивости дизел-горива (BAS EN ISO 12156-1 Дизел-гориво - Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције - HFRR).

Стандард BAS EN ISO 12156-1 утврђује методу испитивања у којој се користи високофреквентна осцилаторна опрема за процјену својстава мазивости дизел-горива, укључујући и она горива која могу да садрже адитиве за побољшавање својстава мазивости. Дефинисане су двије методе за мјерење ожиљака насталих услед хабања:

- Метода „А” - метода дигиталне камере,
- Метода „Б” - метода визуелног посматрања.

Принцип методе је сљедећи:

Узорак течности која се испитује се сипа у испитни резервоар у коме се одржава одређена температура испитивања. Фиксна челична куглица (тест

куглица) стоји у вертикално постављеној стезној глави и притишће хоризонтално постављену челичну плочицу (тест плочица) са одговарајућим оптерећењем. Тест куглица осцилује на фиксној фреквенцији и дужини, док је тест плочица потпуно уроњена у течност. Металуршке особине куглице и плочице, затим температура течности која се испитује, оптерећење, фреквенција, дужина осциловања и амбијентални услови ваздуха, температуре и влажности током испитивања су строго дефинисани. Ожиљак на тест куглици, настао од хабања, се узима као мјера мазивости течности, односно, оцјена способности испитиваног дизел-горива да штити контактне површине од трошења.

Мазивост је способност смањења трења између чврстих површина које се налазе у релативном кретању. Механизам подмазивања је комбинација хидродинамичког и граничног подмазивања. Неки покретни дијелови пумпи и брызгалке за дизел-гориво се подмазују горивом. Да би се избјегло претјерано хабање, гориво мора да има одређену минималну способност мазивости. У хидродинамичком подмазивању, слој течности спријечава контакт између двије површине. За пумпе и брызгалке дизел-горива, течност за подмазивање је само дизел-гориво, а вискозност горива је кључно својство за подмазивање. Горива са већим вриједностима вискозности омогућују боље хидродинамичко подмазивање. Употреба горива недовољне мазивости може да повећа хабање пумпи за горива и инјектора и узрокује престанак рада мотора и велику штету.

„Sistem Qualita, S” д.о.о, Пале је организован у више сектора, од којих је у саставу сектора испитних лабораторија, Испитна лабораторија за испитивање квалитета течних нафтних деривата. Испитна лабораторија за испитивање квалитета течних нафтних горива врши испитивања слjedeћих врста горива, примјеном стандардних метода испитивања, које су прописане у стандардима за наведене производе:

- BAS EN 590 - Еуро дизел,
- BAS EN 228 - BMB (Premium 95, Super plus 98),
- BAS 1002 - Лож уље екстра лако.

Испитна лабораторија такође врши испитивање квалитета уља за ложење, средњег (LUS) и тешког (LUT) према Одлуци о квалитету течних нафтних горива („Службени гласник БиХ” број 10/24).

Увођење стандардне методе BAS EN ISO 12156-1 (Дизел-гориво - Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције

подразумијева припрему потребних анализа и документације за верификацију и акредитацију ове методе.

Потребе увођења ове методе јесу према захтјевима стандарда и новом издању Одлуке о квалитету течних нафтних горива („Службени гласник БиХ” број 10/24).

Овај рад се састоји од :

1. Теоријског дијела (2), у коме је дат преглед општих захтјева стандарда ISO 17025, BAS EN 590:2022 и BAS EN ISO 12156-1, као и основни подаци о дјелатности фирме „Sistem Qualita, S” д.о.о, Пале. Дефинисане су опште хемијске и физичке карактеристике дизел-горива, са посебним акцентом на особине мазивости.
2. Експерименталног дијела (3), који даје детаљан опис опреме и кориштених хемикалија, као и саму припрему и поставку поступка испитивања.
3. Резултата и дискусије (4), гдје су приказани добијени резултати и дискутовани у погледу мазивости дизел-горива без садржаја FAME, са 7,2 % v/v FAME и 100 % биодизела, као и обрада резултата мјерења на основу захтјева стандарда ISO/IEC 17025.
4. Закључка (5), гдје су изведени главни закључци на основу резултата и дискусије.
5. Литературе (6), гдје је дат преглед литературе која је кориштена током израде овог рада.

2. ТЕОРИЈСКИ ДИО

2.1. Захтјеви стандарда ISO/IEC 17025

ISO (Међународна организација за стандардизацију) је свјетска федерација националних тијела за стандарде. Рад на припремању међународних стандарда одвија се у техничким комитетима ISO-а. Међународне организације, владине и невладине, које су у вези са ISO-ом, такође учествују у том раду.

Стандард је развијен са циљем промовисања повјерења у рад лабораторија. Он садржи захтјеве за лабораторије који им омогућавају да покажу да раде компетентно и да могу да дају валидне резултате. Лабораторија је тијело које обавља једну или више сљедећих активности (*ISO17025, 2018.*):

- Испитивање,
- Калибрацију (еталонирање),
- Узорковање, повезано са испитивањем или калибрацијом који слиједи након тога.

Примјеном стандарда ISO/IEC 17025 свака лабораторија је међународно компетентна – акредитована, тј. званично јој се признаје компетентност за испитивање на основу добијеног овлаштења од надлежне националне организације за то.

Прво издање стандарда настало је 1999. године, које је издала Међународна организација за стандардизацију. До сада је стандард доживио двије ревизије, једну 2005. године, а другу 2017. године, што је уједно и посљедње важеће издање овог стандарда. У БиХ је посљедње издање националног стандарда BAS EN/ISO 17025 донесено у мају 2018. године.

Кориштењем овог документа олакшава се сарадња између лабораторија и других тијела, затим размјена информација и искустава. Уколико су лабораторије усаглашене са овим документом, олакшано је и прихватање резултата између земаља.

Захтјеви стандарда су подијељени у двије групе, при чему се прва односи на техничке захтјеве, а друга на систем управљања. Захтјеви система управљања су скоро идентични са захтјевима ISO 9001 (Систем управљања квалитетом - Захтјеви), док технички захтјеви ближе уређују методе еталонирања/испитивања,

опрему, услове радне средине, људске ресурсе, начине извјештавања о резултатима еталонирања/испитивања итд. (Видаковић, 2015.).

Стандард ISO/IEC 17025 садржи сљедеће цјелине (ISO17025, 2018.):

1. Подручје примјене;
2. Упућивање на референтне документе;
3. Термини и дефиниције;
4. Општи захтјеви (4.1 Непристрасност, 4.2 Повјерљивост);
5. Захтјеви за структуру;
6. Захтјеви за ресурсе (6.1 Опште, 6.2 Особље, 6.3 Објекти и услови средине, 6.4 Опрема, 6.5 Метролошка сљедивост, 6.6 Екстерно набављени производи и услуге);
7. Захтјеви за процес (7.1 Преиспитивање захтјева, понуда и уговора, 7.2 Избор, верификација и валидација метода, 7.3 Узорковање, 7.4 Руковање предметима испитивања или калибрације, 7.5 Технички записи, 7.6 Вредновање мјерне несигурности, 7.7 Обезбјеђење валидности резултата, 7.8 Извјештавање о резултатима, 7.9 Приговори, 7.10 Неусаглашен посао, 7.11. Контрола података и управљање информацијама);
8. Захтјеви за систем управљања (8.1 Опције, 8.2 Документација система управљања, 8.3 Контрола докумената система управљања, 8.4 Контрола записа, 8.5 Мјере за бављење ризицима и приликама, 8.6 Побољшавање, 8.7 Корективне мјере, 8.8 Интерне провјере, 8.9 Преиспитивање од стране руководства).

Стандард је намијењен свим лабораторијама без обзира на број особља, величину и врсту еталонирања/испитивања. Приликом припреме за увођење стандарда ISO 17025 посебно треба обратити пажњу на сљедеће (Видаковић, 2015.):

- Доказати непристрасност и повјерљивост, нарочито када је лабораторија дио неког другог ентитета за чије потребе између осталог врши еталонирање/испитивање;
- Стручност особља: техничког руководиоца лабораторије, представника руководства за квалитет, као и особља које врши еталонирање/испитивање;
- Прикладност опреме за еталонирање/испитивање и кориштене методе, укључујући и обавезно еталонирање опреме (интерно и екстерно);
- Услове радне средине (обезбјеђење и праћење) и утицај на мјерну несигурност;

- Процјену и изражавање мјерне несигурности (када има смисла);
- Процјену настанка могућих ризика и обезбјеђење превентивних мјера;
- Методе обезбјеђења повјерења у резултате еталонирања/испитивања (учешће у међулабораторијским поређењима, РТ шемама, понављање еталонирања/испитивања истим или различитим методама и/или извршиоцима;
- Методе еталонирања/испитивања, нарочито када се користе нестандартне методе и методе које је развила сама лабораторија, када треба обезбиједити додатно повјерење у добијене резултате еталонирања/испитивања, односно извршити валидацију методе испитивања.

2.2. Акредитација

Акредитација је званично признавање којим акредитационо тијело након спроведеног поступка акредитације, потврђује да је организација компетентна за обављање послова у дефинисаном обиму акредитације.

Акредитацију спроводе акредитациона тијела која се најчешће оснивају на националном нивоу и врше акредитацију:

- Сертификационих тијела,
- Контролних тијела,
- Лабораторија за еталонирање и испитивање.

Пројекат акредитације Лабораторије се изводи у шест фаза (*Видаковић, 2015.*):

1. Фаза - доношење одлуке менаџмента о реализацији Пројекта акредитације (пословна одлука, план пројекта, ресурси),
2. Фаза - оцјена постојећег стања и обука менаџмента Лабораторије,
3. Фаза - формирање и обука тимова; пројектовање модела система управљања и система техничких захтјева; пројектовање модела документације,
4. Фаза - израда документације; унапређење пословних процеса Лабораторије; обука за примјену модела,
5. Фаза - примјена модела; корективне мјере; преакредитациони аудит,
6. Фаза - пријава за акредитацију; акредитација.

Свака од наведених фаза има своју даљу детаљну структуру. Важно је напоменути да се акредитацијом не морају обухватити све методе које се користе у лабораторији, већ лабораторија сама треба да процијени који обим акредитације је прихватљив са економског становишта (од броја метода зависе између осталог и

трошкови акредитације које наплаћује акредитационо тијело), захтјева корисника, као и даљих развојних могућности и визије пословања (Видаковић, 2015.).

Обим и статус акредитације лабораторије, контролног или сертификационог тијела може се у сваком тренутку провјерити на званичном сајту акредитационог тијела које је издало акредитив. Акредитационо тијело Босне и Херцеговине је БАТА, а статус организације коју је ово тијело акредитовало се може провјерити на сајту www.bata.gov.ba.

2.3. Основни подаци о „Sistem Qualita, S” д.о.о., Пале

Фирма „Sistem Qualita, S” д.о.о., Пале је основана 24. 6. 1999. године под називом „Таћорад” д.о.о., а ново име предузећа је регистровано у октобру 2003. године.

Основна и једина дјелатност предузећа су техничке анализе и испитивања. У процесу развоја предузеће је кренуло са дјелатношћу контроле техничке исправности друмских возила и лабораторијама за испитивање, калибрацију и верификацију мјерних уређаја: тахограф, таксиметар, етиломјер и радар. У 2000. години обезбјеђују се ресурси за дјелатност, испитивање физичко-хемијских својстава и оцјењивање усклађености квалитета са параметрима прописаним у националним и међународним стандардима (BAS, EN, ISO, ASTM и други) за нафту и течне нафтне деривате.

Од јануара 2003. године, Испитна лабораторија је почела са уводним активностима и у периоду од годину дана обављала дјелатности обуке кадрова из области стандардизације, увођење система квалитета по стандарду ISO/IEC 17025, примјене течних нафтних горива и утицаја на експлоатационе карактеристике средстава која користе течна нафтна горива, као и утицаја на околину уважавајући еколошке норме и потребе.

Из финансијских и организационих разлога „Sistem Qualita, S” преузима 1. 2. 2004. године комплетне ресурсе „Техноинспекта” д.о.о. и улази у процес акредитације по стандарду ISO/IEC 17025. Као резултат активног периода рада, позитивних резултата у области акредитованог подручја (хемија - испитивање физичко-хемијских својстава течних нафтних горива) лабораторија улази у процес проширења подручја акредитације, нових области и испитних метода за пољопривредно-прехранбене производе животињског и биљног поријекла и воде, те постојећу акредитовану област допуњује новим испитним методама.

„Sistem Qualita, S” д.о.о. Пале, данас је организован у следеће секторе:

- калибрационе лабораторије BAS EN ISO/IEC 17025:2018;
- испитне лабораторије BAS EN ISO/IEC 17025:2018:
 - I одјељење – хемија,
 - II одјељење - пољопривредно - прехранбени производи,
 - III одјељење - екологија, чврсте минералне сировине;
- инспекцијско тијело BAS EN ISO/IEC 17020:2013;
- заштита животне средине BAS EN ISO 14000:(14001:2017);
- консултације/сертифицирање система управљања квалитетом.

Дјелатности предузећа одвијају се у намјенски грађеним властитим просторијама (300 m² испитне и калибрационе лабораторије; 150 m² - технички преглед) са 17 стално запослених радника (10 радника високе стручне спреме и 7 радника средње стручне спреме).



Слика 1. Лого фирме

2.3.1. Сектор испитне лабораторије: I Одјељење - Хемија

I Одјељење посједује Испитну лабораторију за испитивање квалитета течних нафтних горива према следећим стандардима:

- BAS EN 590 - Еуро дизел,
- BAS EN 228 - ВМВ (Premium 95, Super plus 98),
- BAS 1002 - Лож уље екстра лако.

Испитна лабораторија такође врши испитивање квалитета лож уље средње (LUS) и лож уље тешко (LUT) према Одлуци о квалитету течних нафтних горива („Службени гласник БиХ” број 10/24).



Слика 2. Испитна лабораторија

Акредитоване методе за испитивање дизел-горива су следеће:

1. Густина на 15 °C (BAS EN ISO 3675:2004; BAS ASTM D 4052:2017);
2. Одређивање дестилационих карактеристика на атмосферском притиску (BAS EN ISO 3405:2020);
3. Кинематски вискозитет на 40 °C (BAS EN ISO 3104:2022);
4. Тачка паљења (BAS EN ISO 2719:2017);
5. Тачка замућења (BAS EN ISO 3015:2020);
6. Тачка филтрабилности (BAS EN 116:2016);
7. Корозија на бакарној траци (BAS EN ISO 2160:2004);
8. Садржај сумпора (BAS EN ISO 20884:2020);
9. Садржај воде (BAS EN ISO 12937:2002);
10. Цетански индекс (BAS ASTM D 4737:2014);
11. Цетански број (Метода произвођача PetroSpec – тип Cetane 2000 у корелацији са стандардом BAS ASTM D 613:2017);
12. Садржај аромата и полицикличних аромата (Метода произвођача PetroSpec – тип Cetane 2000 у корелацији са стандардом BAS ASTM D 1319:2017);
13. Боја (BAS ASTM D 1500:2014)
14. Укупна микроонечишћења (BAS EN 12662:2015);
15. Садржај пепела (BAS EN ISO 6245:2003);
16. Коксни остатак (BAS ASTM D 189:2008) (*SQS документација*).

2.4. Дизел – гориво

Дизел-гориво спада у групу горива за транспортна средства, која представљају течне нафтне производе који садрже претежно угљоводонике, а у мањим количинама могу садржавати различите додатке (алкохоле, етере, естре, адитиве и боје). Поред дизел-горива у ову групу нафтних деривата спадају моторни бензин и течни нафтни гас.

Дизел-горива су течна угљоводонична горива, намијењена за погон клипних дизел-мотора високог степена сабијања у којима се горива смјеша пали спонтано у врућем сабијеном ваздуху. За разлику од бензинских мотора, горива смјеша се код дизел-мотора припрема директним убризгавањем горива у цилиндар мотора у такту сабијања. Дизел-горивима се погоне дизел-мотори уграђени у друмска возила, разне пољопривредне, индустријске и грађевинске машине и агрегате, бродове, жељезнице, те различита борбена и неборбена средства војне технике (Дугић и сар., 2017.).

Дизел-горива имају широку примјену због сљедећих предности (Дугић и сар., 2017.):

1. Висока економичност (специфична потрошња горива мања за 30-40 % од потрошње еквивалентних бензинских мотора);
2. Равномјерна расподјела горива, а то се постиже убризгавањем једнаке количине у сваки цилиндар помоћу пумпи високог притиска, те је равномјерније оптерећење цилиндра и мирнији рад мотора;
3. Могућност употребе горива широког подручја дестилације и квалитета, чиме се знатно проширило подручје искоришћења нафте и могућност коришћења алтернативних горива;
4. Сигурнији рад мотора, јер се гориво пали сабијеним врућим ваздухом, те је непотребна посебна електрична инсталација, које су чест узрок прекида рада услед велике влажности ваздуха;
5. Нижа средња температура радног циклуса у поређењу са бензинским мотором исте снаге, што омогућава боље хлађење мотора;
6. Боље „прихватање” мотора, што омогућава постизање пуног оптерећења након краћег загријавања;
7. Дужи вијек мотора;

Мања опасност од пожара због ниског напона пара и високе температуре паљења дизел-горива.

Недостаци дизел-мотора (*Дугић и сар., 2017.*):

1. Већа маса по јединици снаге мотора;
2. Сложенија конструкција, нарочито механизма за напајање и убризгавање горива;
3. Мањи бројеви обртаја него код бензинских мотора;
4. Тешкоће при покретању мотора на ниским температурама због кристализације парафинских угљоводоника у дизел-гориву.

2.4.1. Хемијски састав дизел-горива

У дизел-горива намијењена најраспрострањенијој групи возила са брзоходним моторима (путничка возила, аутобуси и камиони) спадају фракције нафте које дестилишу у подручју од 180 °C до 370 °C. За спороходне индустријске и бродске моторе, користе се тешки дестилати, па чак и остаци дестилације нафте.

Према хемијском саставу, дизел-горива су сложене смјеше великог броја различитих течних и растворених чврстих угљоводоника са C_{10} до C_{26} атома у молекулу, те органских једињења са сумпором, азотом и кисеоником.

Основу дизел-горива чине молекули угљоводоника са C_{12} до C_{20} атома, који највећим дијелом испаравају у границама од 220 °C до 350 °C.

У дизел-горивима, као и у осталим нафтним горивима, заступљене су све четири групе угљоводоника (алкани, циклоалкани, алкени и аромати).

Алкани (парафини) равноланчане или слабо разгранате структуре, имају високе цетанске бројеве, високу топлотну моћ, високу температуру филтрабилности и високу анилинску тачку. Разгранатошћу парафина мијењају се наведене особине: филтрабилност се побољшава, а цетански број опада.

Алкени (олефини) ланчане структуре са једном двоструком везом у молекулу имају ниже цетанске бројеве од одговарајућих парафина. Са порастом величине молекула олефина расту и цетански бројеви. Олефини имају ниске топлотне моћи и ниску температуру филтрабилности.

Нафтени се састоје претежно од петочланих и шесточланих засићених прстенова са више бочних краћих ланаца. Цетански бројеви су им знатно нижи од одговарајућих нормалних парафина. Нафтени имају нижу: топлотну моћ, анилинску тачку и филтрабилност.

Аромати се састоје од моноцикличних молекула типа бензена са више краћих бочних алкилних ланаца. Због високе термичке стабилности продужавају интервал закашњења паљења. Аромати имају високу топлотну моћ, ниску анилинску тачку и ниску температуру филтрабилности.

Хемијски састав дизел-горива зависи од цетанског захтјева мотора. За брзоходне моторе горива морају бити претежно парафинско-нафтенске основе са повишеним цетанским бројевима, док је код горива за спороходне моторе дозвољен већи садржај аромата и нижи цетански бројеви.

Према потреби, дизел-горивима се додају адитиви: антиоксиданси, депресанти, побољшивачи цетанског броја, антикорозиони адитиви, адитиви за побољшање течљивости на ниским температурама и други (*Дугић и сар., 2017.*).

2.4.2. Физичко-хемијске особине дизел-горива

Квалитет дизел-горива прописује се и осигурава минималним захтјевима исказаним физичко-хемијским и технолошким својствима, када су она одређена тачно дефинисаним и стандардизованим методама. Која својства треба одређивати и како их одређивати, прописује стандард (*Мачек, 1982.*).

Стандард којим се прописује квалитет дизел-горива је европски стандард EN 590:2022, чије захтјеве је прихватио Институт за стандардизацију БиХ у данас важећем издању стандарда BAS EN 590:2022.

Стандард BAS EN 590:2022 се примјењује за дизел-гориво које се користи у возилима са дизел-мотором, као и за моторна возила пројектована за рад са дизел-горивом која садрже до 7 % v/v метил-естара масних киселина (FAME).

У наведеном стандарду су, поред граничних вриједности кључних параметара квалитета дизел-горива, прописане и методе испитивања свих физичко-хемијских својстава.

Табела 1- Опште примјењиви захтјеви и испитне методе за дизел-гориво за моторна возила

КАРАКТЕРИСТИКЕ	ЈЕДИНИЦЕ МЈЕРЕ	ГРАНИЧНЕ ВРИЈЕДНОСТИ		МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА
		min.	max.	
Цетански број		51,0	-	EN ISO 5165:2020 EN 15195:2014 EN 16715:2015 EN 16906:2017 EN 17155:2018
Цетански индекс		46,0	-	EN ISO 4264
Полициклични ароматски угљоводоници	% (m/m)	-	8,0	EN 12916:2019
Садржај сумпора	mg/kg	-	10,0	EN ISO 20846:2019 EN ISO 20884:2019 EN ISO 13032:2012
Садржај мангана	mg/l	-	2,0	EN 16576:2014
Тачка паљења	°C	Изнад 55,0	-	EN ISO 2719
Коксни остатак (на 10 % остатка дестилације)	% (m/m)	-	0,30	EN ISO 10370
Садржај пепела	% (m/m)	-	0,010	EN ISO 6245
Садржај воде	% (m/m)	-	0,020	EN ISO 12937
Укупна онечишћења	mg/kg	-	24	EN 12662
Корозија на бакарној траци (3 h на 50 °C)	оцјена	Класа 1		EN ISO 2160
Садржај метил-естра масне киселине (FAME)	% v/v	-	7,0	EN 14078:2014
Оксидациона стабилност	g/m ³	-	25	EN ISO 12205
Оксидациона стабилност за дизел-гориво које садржи FAME изнад 2,0 % v/v	h или min	20,0 или 60,00	- -	EN 15751 или EN 16091
Мазивост, пречник оштећења услед хабања (WSD) на 60 °C	µm	-	460	EN ISO 12156-1
Вискозитет на 40 °C	mm ² /s	2,000	4,500	EN ISO 3104 ISO 23581
Дестилација				
% v/v предестилисано на 250 °C	% v/v		<65	EN ISO 3405:2019 EN ISO 3924:2019 EN 17306:2019
% v/v предестилисано на 350 °C	% v/v	85		
95 % v/v предестилисано код	°C		360,0	

Табела 2- Захтјеви који се односе на климатске услове и методе испитивања -
умјерена клима

Карактеристике	Јединице мјере	Граничне вриједности						Метод испитивања
		Класа А	Класа Б	Класа Ц	Класа Д	Класа Е	Класа Ф	
Тачка филтрабилности CFPP	°C max.	+5	0	-5	-10	-15	-20	EN 116 EN 16329
Густина на 15 °C	kg/m ³ min	820,0	820,0	820,0	815,0	815,0	815,0	EN ISO 3675 EN ISO 12185
	kg/m ³ max	845,0	845,0	845,0	845,0	845,0	845,0	

Стандард прописује више различитих метода за испитивање одређених параметара квалитета дизел-горива. У Испитној лабораторији нису успостављене и акредитоване све методе из овог стандарда, већ само оне које су претходно наведене у поглављу 2.3.1.

2.4.3. Мазивост дизел-горива

Неки покретни дијелови пумпи и брызгалке за дизел-гориво се подмазују горивом. Да би се избјегло претјерано хабање, гориво мора да има одређену минималну способност мазивости. Мазивост је способност смањења трења између чврстих површина које се налазе у релативном кретању. Механизам подмазивања је комбинација хидродинамичког и граничног подмазивања.

У хидродинамичком подмазивању, слој течности спрјечава контакт између двије површине. За пумпе и брызгалке дизел-горива, течност за подмазивање је само дизел-гориво, а вискозност горива је кључно својство за подмазивање. Горива са вишим вискозностима омогућују боље хидродинамичко подмазивање. Када високо оптерећење и/или мале брзине истисну много течности која обезбеђује хидродинамичко подмазивање, наступа гранично подмазивање. У овим условима, мали дијелови врхова неравнина двију површина долазе у директан контакт. На овим мјестима граничног подмазивања, заштиту од хабања преузимају адсорбовани молекули горива. Многа једињења из дизел-горива су добра мазива у условима граничног подмазивања. То су углавном хетероједињења кисеоника, сумпора и азота. Иако се ова једињења налазе у ниским концентрацијама, она су добра мазива и штите од хабања. Данашња дизел-горива, рафинисана водоником, садрже веома ниске концентрације једињења са сумпором, азотом и кисеоником и морају им се додавати адитиви за побољшање мазивости. Употреба горива

недовољне мазивости може да повећа хабање пумпи за горива и ињектора и узрокује престанак рада мотора и велику штету (*Дугић и сар., 2017.*).

2.4.3.1. Стандард BAS EN ISO 12156-1 (Дизел-гориво - Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције - HFRR)

Стандард BAS EN ISO 12156-1 утврђује методу испитивања у којој се користи високофреквентна осцилаторна опрема за процјену својстава мазивости дизел-горива, укључујући и она горива која могу да садрже адитиве за побољшавање својстава мазивости. Дефинисане су двије методе за мјерење ожиљака насталих услед хабања:

- Метода „А” - метода дигиталне камере,
- Метода „Б” - метода визуелног посматрања.

Принцип методе је следећи:

Узорак течности која се испитује се сипа у испитни резервоар у коме се одржава одређена температура испитивања. Фиксна челична куглица (тест куглица) стоји у вертикално постављеној стезној глави и притишће хоризонтално постављену челичну плочицу (тест плочица) са одговарајућим оптерећењем. Тест куглица осцилује на фиксној фреквенцији и дужини, док је тест плочица потпуно уроњена у течност. Металуршке особине куглице и плочице, затим температура течности која се испитује, оптерећење, фреквенција, дужина осциловања и амбијентални услови ваздуха, температуре и влажности током испитивања су строго дефинисани. Ожиљак на тест куглици, настао од хабања, се узима као мјера мазивости течности.

2.4.3.2. Однос вискозности и мазивости дизел-горива

Вискозност дизел-горива је важно физичко-хемијско својство. Од њега зависи низ битних особина рада мотора, као што су: правилно распршивање млаза и у вези са тим стварање гориве смјесе; рад пумпе високог притиска и трошење њених виталних дијелова; протицање код различитих температура, гдје се проблеми могу јавити најчешће код оних ниских. Затим, вискозност има посебно значење код горива прављених за погон брзоходних дизелских мотора.

Испитивања су показала да су при стандардним условима рада пумпе високог притиска и стања у комори средњи омјер капљица и њихова површина

управо пропорционалне са вискозношћу. Повећањем вискозности расте омјер и маса капљица, расте њихова продорност, смањује се ефикасност изгарања. Обрнуто, ниска вискозност утиче на смањење величине капљица, услед чега расте угао распршивања, пада продорност и искориштење зрака у комори, што доводи до пада економичности и снаге мотора. Међутим, горива сувише ниске вискозности имају и тај недостатак да у пумпама високог притиска лако пробијају између клипа и цилиндра смањујући тако степен пуњења и повећавајући брзину трошења и оштећења клипног механизма. Из овога слиједи важан закључак да од вискозности зависи мазивост дизел-горива. До неке границе важи да ће мазивост бити боља што је вискозност већа, па ће и трошење бити мање (*Мачек, 1982.*).

2.4.3.3. Однос мазивости, садржаја сумпора и метилних естара

Познато је да разна једињења сумпора која се у природном стању налазе у дестилатима гасних уља, односно у дизел-горивима, имају са аспекта примјене одређена позитивна својства. Фракције гасних уља са атмосферске и вакуум дестилације, поред угљоводоника садрже и хетероједињења (једињења са сумпором, азотом и кисеоником). Једињења сумпора се одликују добрим мазивим својствима. Међутим, познато је да при горењу, сумпорна једињења стварају разне сумпорне оксиде који испуштени у атмосферу представљају опасне загађиваче. Рафинерије нафте, односно произвођачи горива су под притиском прописа о емисији из моторних возила (Еуро прописи), принуђени да смањују концентрацију сумпора у свим производима, па наравно и у дизел-гориву. Раније примјењивани поступци уклањања сумпора из дестилата са алкалијама, па чак и поступци обраде са водоником код нижих притисака и са старим генерацијама катализатора, нису могли остварити потребан степен одсумпоровања. Зато су развијени нови типови катализатора, а процес хидродесулфуризације и/или хидрокрековања одвијају се код виших притисака водоника. Концентрација сумпора у дизел-гориву постепено је смањивана, а као што је познато данас је то $<10 \text{ mg/kg}$ сумпора. Проблеми са повећаним трошењем (хабањем) елемената пумпе високог притиска и учестало отказивање рада овог веома важног уређаја на дизел моторима, почели су се јављати са дизел-горивом које је садржавало испод 350 mg/kg сумпора. Након веома опсежног истраживања овог проблема крајем '90-их година, развијене су методе за оцјену мазивости дизел-горива.

Такође је важно напоменути да додавањем биодизелске компоненте, најчешће у виду метилних естара масних киселина (FAME), поготово када се додаје више од 2 % ових естара, стање мазивости се побољшава, јер тако прерађена биљна уља и масти имају добре мазиве особине (*Коломбо, 2007*).

2.5. Биодизел

Биодизел је дефинисан као гориво које се може користити, као чисто или у мјешавини са дизелом минералног поријекла, за покретање дизел мотора. Префикс „био” указује да се добија од сировина биљног поријекла (репичино, сунцокретоно, сојино, кукурузно, памучно, бадемово, палмино, ланено, кокосово, уље од кикирикија, као и свих врста масти биљног поријекла), али се може говорити и о био-дизелу (или ани-дизелу) ако се као полазна супстанца за производњу моно-алкил естара масних киселина користе масноће (триглицериди) животињског поријекла. (*Скала, 2004*).

Најчешће кориштене сировине за производњу горива биљног поријекла за дизел моторе у Европи су уље уљане репице, које је на тржишту заступљено са око 85 %, сунцокретоно уље, сојино уље и палмино уље. Прве три сировине се производе у Европи, а палмино уље се увози из латиноамеричких држава. Осим наведених сировина веома је интересантно отпадно јестиво уље, због своје повољне цијене, као и животињске масти и ланено уље. Осим тога ако се отпадно јестиво уље прерађује у гориво спријечава се загађење спољне средине тим уљем у случају непрописног одлагања. За биљна уља која су интересантна за производњу биогорива важни су подаци саджаја масних киселина, јодни број и принос културе по хектару.

Репичино уље има висок садржај монозасићених масних киселина и низак садржај засићених и полизасићених киселина, а због оксидационе стабилности и понашања на ниским температурама ово је одлична сировина за производњу биодизела и у Европи се највише користи.

Сунцокретоно уље је друга по реду сировина за производњу биодизела у Европи, посебно у Шпанији, Италији и Грчкој. Сунцокрет има висок садржај линолеинске киселине па је то и донекле ограничавајући фактор за коришћење ове сировине за производњу горива.

Сојино уље је вјероватно главна сировина за производњу биодизела у Сједињеним Америчким државама (САД), а и најчешће произведено уље у

свијету. Нажалост биљка има нешто нижи принос уља по тони па је потребна већа засијана површина.

Палмино уље је најважнија сировина за производњу бигорива у југоисточној Азији. Основна предност палминог уља је велики принос и умјерена цијена у поређењу са осталим јестивим биљним уљима. Има висок садржај слободних масних киселина и веома високу вискозност при ниским температурама. Постоји опасност зачепљења филтера већ на температури испод +11 °C.

Сва ова уља добијају се из биљака механичким цјеђењем у специјалним пресама. Тако добијено уље се циједи у циљу одстрањивања механичких нечистоћа да би могао да се спроведе одговарајући третман прераде у биогориво типа биодизел (*Кнежевић, 2014*).

Боље карактеристике при сагоријевању су предности биодизела у односу на минерални дизел, чиме се знатно смањује емисија чађи у атмосферу, као и емисија угљенмоноксида и других несагорјелих угљоводоника. Угљендиоксид који настаје сагоријевањем биодизела може се рецикловати примјеном фотосинтезе, чиме би се у великој мјери смањио ефекат стаклене баште, који је данас посљедица, прије свега, велике количине ослобођеног угљендиоксида насталог сагоријевањем фосилних горива, што веома утиче на околину и може довести до уништења цивилизације (*Скала, 2004*). Због тога се обновљиви извори енергије све више сматрају једним од кључних чинилаца будућих развојних стратегија. Све релевантне енергетске статистике приказују веома значајан удио обновљивих извора енергије у производњи топлотне и електричне енергије. За транспорт Европска унија предвиђа сталан пораст производње енергената из обновљивих извора, а један од њих је биодизел. (*Кнежевић, 2014*). Усвојеном декларацијом ЕУ (Директива Европске уније 2003/30/ЕС од 30. маја 2003. године) од стране Савјета Европе и Парламента Европе промовише се употреба биогорива и кориштење свих других обновљивих извора за производњу транспортне енергије. Тако да се може очекивати да ће се, по неким процјенама, до 2050. године преко 60 % енергије добијати из обновљивих извора, а до 2100. године практично сва производња енергије заснивати на оваквим изворима. (*Скала, 2004*).

2.5.1. Карактеристике биодизела

Биодизел има релативно високу температуру кључања што олакшава његов транспорт, али и добре мазиве карактеристике приликом кориштења у дизел

моторима. Биодизел није токсичан и биоеградабилан. Биодизел као алтернативно гориво може се користити у дизел моторима у чистом стању, али се у пракси мијеша у различитим односима у односу на дизел минералног поријекла (Скала, 2004).

Назив биодизела се обично формира у облику ХМЕ гдје је прво слово Х ознака базичног уља, односно сировине од које се производи одговарајући метил естер. На примјер ознака RME подразумева репичин метил естер. Мјешавински однос биодизела и стандардног дизел-горива се обично означава као ВУ гдје је У процентуални удио биодизела у смјеши нпр. В30 је 30 % биодизела у смјеши са дизел-горивом.

Након процеса естерификације биодизел се по својим физичко-хемијским особинама не разликује пуно од дизел-горива фосилног поријекла. Оно што је можда и најважније кинематска вискозност тако произведеног горива је на скоро истом нивоу као и код стандардног дизел-горива. Цетански број и топлотна вриједност биодизела су побољшани у односу на чисто уље од кога је у процесу естерификације добијено дато биогориво.

Стандард BAS EN 14214 +A2:2020 – Течни нафтни производи – Метил естри масник киселина (FAME) за употребу у дизел-моторима и за гријање – Захтјеви и методе испитивања, прецизно дефинише карактеристике метил естера биљних уља које се као гориво могу користити у дизел моторима (Кнежевић, 2014).

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДИО

3.1. Опрема (HFRR уређај)

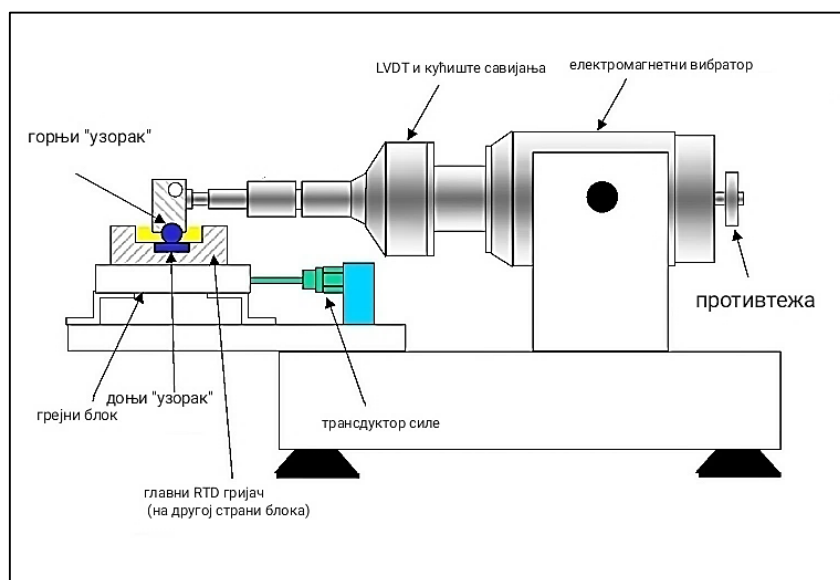
PCS-ов (произвођач), HFRR уређај посједује електромагнетни вибратор помоћу кога осцилује покретни дио у коме се налази горњи хабајући елемент, са малом амплитудом, док уједно врши притисак на доњи фиксни хабајући елемент. Амплитуда и фреквенција осциловања и оптерећења су промјењљиви. Овим уређајем се предвиђа мјерење силе трења која се преноси између хабајућих елемената, као и електричног контактеног отпора (ECR) између њих. Доњи, фиксни хабајући елемент се налази у малој кади (испитни резервоар) која садржи течни узорак (нпр. дизел-гориво). Доњи држач узорка може се загријати електричним путем. Постоји много различитих конфигурација хабајућих елемената; Стандардни хабајући елементи за испитивање дизел-горива су куглица пречника 6 мм (горњи) и плочица пречника 10 мм (доњи) (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*). Неке предности HFRR система у односу на друге методе процјене мазивости су:

- добра поновљивост и репродуктивност,
- процјена ожиљка хабања са стандардним узорцима захтијева само једно мјерење,
- потребна је само мала количина узорка - тестови се могу извршити на сакупљеним узорцима са терена или експерименталним течностима,
- формирање филма помоћу адитива за подмазивање у граничним условима може се посматрати на основу промјена електричног контактеног отпора,
- на истој машини се могу извршити тестови клизања и хабања „дугог хода”.

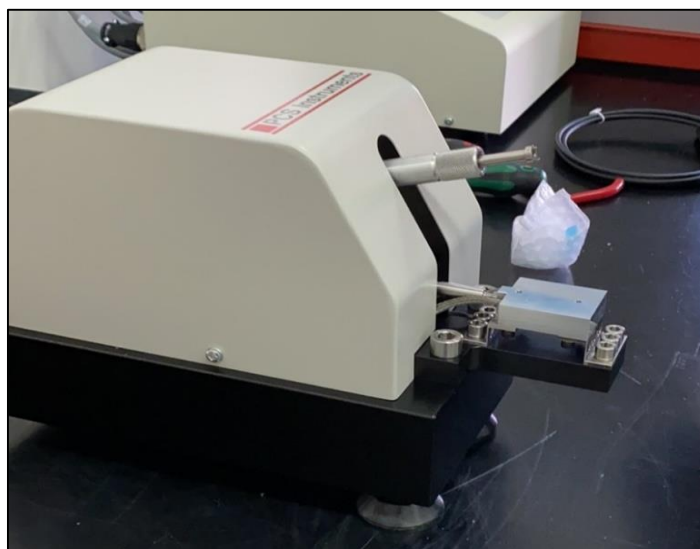
HFRR инструмент има двије главне компоненте; механичка јединица и електронска контролна јединица. Механичка јединица заправо обавља тест, и у њој се налазе држачи хабајућих елемената, сами елементи и гориво за испитивање. Електронска јединица користи уграђени микропроцесор за управљање механичком јединицом. Опремљена је тастатуром и дисплејом који омогућавају јединици да се покреће у „самосталном” режиму. Алтернативно, рачунар се може повезати на електронску јединицу помоћу стандардног серијског кабла.

Рачунарска апликација која се користи за контролу HFRR-а је HFRPC, дизајниран за корисника који је првенствено заинтересован за испитивање

мазивости дизел-горива. Ова апликација омогућава кориснику да контролише инструмент са рачунара, наводећи тест процедуре за покретање и заустављање теста. Апликација биљежи све податке теста и чува завршени тест заједно са измјереним пречником ожилјка хабања за будућу референцу (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).



Слика 3. Шематски приказ механичке јединице



Слика 4. Механичка јединица

Механичка јединица се састоји од следећих главних компоненти (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*):

- Електромагнетни вибратор - покреће држач горњег хабајућег елемента назад и напријед преко потисне шипке. Вибратор је закренут тако да

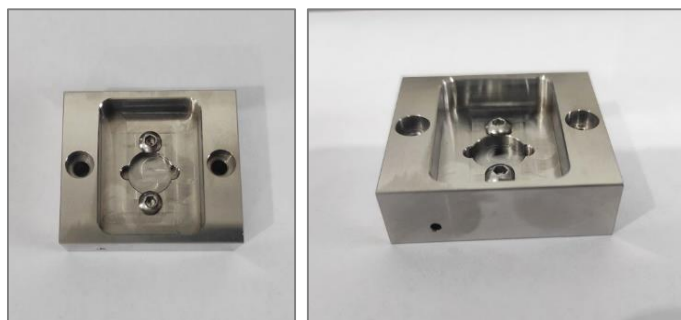
омогућава да се овај дио лакше уклони. Причвршћен на предњој страни вибратора је LVDT (линеарни варијабилни диференцијални трансформатор) и кућиште савијања, које држи дио који блокира савијање и који вири са предње стране кућишта. LVDT је електрични трансдуктор помјерања који омогућава електронској јединици да прати кретање потисне шипке и подешава фреквенцију и амплитуду вибратора по потреби.

- Држач горњег хабајућег елемента, који је обично куглица пречника 6 mm, направљен је од нерђајућег челика. Овај држач се причвршћује за механичку јединицу помоћу малог завртња и има утоварни клин на који се ставља оптерећење пуном носивом тежином. Електрично је изолован од остатка машине, што је важно за мјерење контактнoг отпора.



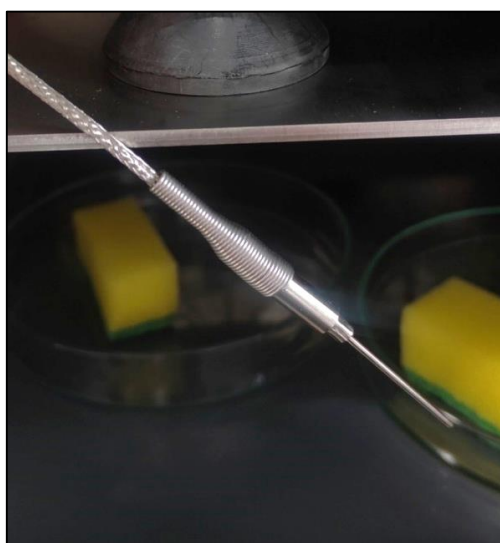
Слика 5. Држач горњег хабајућег елемента

- Држач доњег хабајућег елемента је у облику плитке каде, направљен такође од нерђајућег челика. Доњи држач, обично дебљине 3 mm, има удубљење у ком се држи плочица (доњи хабајући елемент) пречника 10 mm. Два М3 вијка са капицама причвршћују плочицу за држач, као и држач за блок гријача. Угаона рупа на лијевој страни држача обезбјеђује локацију за температурну сонду пречника 1,6 mm, која се користи за мјерење температуре узорка горива. Сензор за мјерење температуре (Pt100) користи се више као термоелемент, јер нуди већу прецизност мјерења температуре и посједује лаку дијагностику у случају квара сензора.



Слика 6. Држач доњег хабајућег елемента

Други RTD (алармни RTD) је трајно постављен у грејни блок. Овај RTD штити од квара главни RTD (или од уобичајних грешака остављања главног RTD-а ван држача узорка при започињању теста). Ако температура грејног блока премашује унапријед подешену аларм температуру, инструмент искључује гријаче. Температура треба да буде око 10 °C виша од највише температуре коју треба постићи током испитивања. На примјер, за тестове на 60 °C аларм температура треба да буде подешена на 70 °C (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).



Слика 7. Температурна сонда

Алуминијумски блок гријача садржи два електрична гријача од 24 V. Блок гријача је ослоњен на два флексибилна ослонца која су пројектована тако да блок буде вертикално и бочно чврст, али релативно флексибилан у правцу кретања горњег хабајућег елемента.

- Пијезоелектрични претварач силе у електрични сигнал уздужно задржава блок гријача. Ово мјери силу трења која се ствара између два хабајућа

елемента док клизе један у односу на други. Овај трансдуктор силе је релативно много чвршћи од флексибилних носача и то осигурава да се већина сила трења јавља на трансдуктору, а не на носачима.

Цијели систем је састављен на тешком челичном основном блоку. Он је много масивнији од осцилујућих компоненти, чиме се смањују било које нежељене вибрације у структури машине (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).

HFRR комора са контролисаним условима околине

Механичка јединица налази се унутар HFRR коморе која омогућава бољу контролу услова које је неопходно постићи за одвијање испитивања (релативна влажност ваздуха и температура) (*HFRR Humidity Controlled Cabinet Revision 1.8 Manual*).



Слика 8. HFRR комора са механичком јединицом

HFRR комора са контролом влажности и температуре је дизајнирана као додатна опрема за високофреквентну клипну опрему HFRR-а која омогућава извођење тестова на константној температури и релативној влажности ваздуха. Температура кабинета може бити електронски контролисана од преовлађујуће температуре околине до 50 °C са стабилношћу од ± 1 °C. Релативна влажност унутар коморе се може контролисати кориштењем одговарајућих раствора соли

или помоћу вентилатора постављеног на вратима коморе и влажних спужвица унутар исте (слика 8.).

Контролна табла се налази на врху коморе, састоји се од точкића за контролу температуре који регулише гријање елемената унутар коморе до жељене температуре у степенима Целзијуса. Поред точкића за контролу температуре налази се индикаторска лампица гријања (жута), која свијетли када је грејни елемент укључен. Температуру аутоматски контролише термостат унутар коморе. Прекидач за напајање се налази са десне стране контролне табле. Када мрежни прекидач свијетли зелено (укључен), унутрашњи вентилатор би требало да ротира и да циркулише ваздух унутар коморе (*HFRR Humidity Controlled Cabinet Revision 1.8 Manual*).



Слика 9. Контролна табла коморе

Контролисање влажности

Влажност се контролише мјешавином раствора соли и дејонизоване воде, који се сипа у посуду за сушење унутар коморе. Раствори соли који су препоручени од стране произвођача су калијум-карбонат (K_2CO_3) или магнезијум-нитрат $Mg(NO_3)_2$. Магнезијум-нитрат се такође може наћи као магнезијум-нитрат хексахидрат ($Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$).

Међутим, у пракси се показало да се уз помоћ уграђеног вентилатора на вратима коморе и влажних спужвица постављених унутар исте, такође постижу жељени услови.

Оптимална температура околине у лабораторији треба да буде 2 °C испод жељене радне температуре у комори, да би се постигла добра стабилизација температуре. Врата коморе треба затварати (осим ако се не врши сама поставка теста), јер то помаже да се смањи вријеме стабилизације услова које је потребно

постићи прије него што се започне сваки тест (*HFRR Humidity Controlled Cabinet Revision 1.8 Manual*).

Сонда за влажност/температуру

Опциона комбинована сонда за влажност и температуру може да се повеже на задњи дио електронске јединице. За неке тестне процедуре ожиљака од хабања мора бити прилагођено да компензује утицај садржаја влаге у гориву на резултат. Сонда ће аутоматски мјерити температуру и влажност околине на почетку и крају теста, умјесто да корисник мора да врши мјерења ручно (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).



Слика 10. Сонда за влажност/температуру

Електронска контролна јединица

Електронска контролна јединица контролише све функције инструмента током теста. Има уграђени микропроцесор који може да изврши неколико стандардних тестова, који су унапријед програмирани у инструменту. Има LCD екран и тастатуру за корисника да контролише инструмент и може се прикључити на опциони мини штампач када се користи без рачунара (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).

Главне функције електронске контролне јединице су следеће:

- Контролише све функције инструмента и чува тест секвенце за стандардне тестове који су унапријед програмирани у инструменту;
- Обезбеђује сигнал за вибратор на промјењивој фреквенцији и нивоу снаге;

- Обезбеђује напајање за гријаче држача доњег хабајућег елемента;
- Обрађује сигнале са трансдуктора силе;
- Обрађује сигнале са LVDT-а;
- Обрађује сигнале са RTD контроле температуре и аларма;
- Обезбеђује преднапон за мјерење контактеног отпора.

Екран на тастатури електронске јединице има три LED диоде (диоде које емитују свијетлост), који указују на тренутно стање јединице.



Слика 11. Електронска контролна јединица

Микроскоп

Микроскоп са дигиталном камером (метода „А”према стандарду BAS EN ISO 12156-1) има могућност увећања од 100× и снимања јасне слике ожиљка насталог од хабања. Мјерни систем омогућава мјерење у правцу „x” и „y” оса (*HFRPC Microscope Camera Manual*).



Слика 12. Микроскоп

Плочице и куглице за испитивање

Плочице за испитивање су од челика, према стандарду ISO 683-17-100Cr6, које имају тврдоћу 30 по Викерсу на скали од 190-210 (према стандарду ISO 6507-1) и пречника 10 mm.

Куглице за испитивање су такође од челика, према стандарду ISO 683-17-100Cr6. Пречника 6 mm и тврдоће „C” класе према Роквелу нумерисане од 58-66 (према стандарду ISO 6508-1) (*HFRR Installation and Test Preparation Manual*).



Слика 13. Плочице и куглице за испитивање

3.2. Реагенси и материјали

- **Референтне течности**, двије референтне течности:
 - **CRM A** (висока/добра мазивост) – DFA 19 High lubricity reference (тачан назив), произвођач - Test Monitoring Center, референтни период 02/01/2019 – 01/21/2020, референтна вриједност $361 \pm 77 \mu\text{m}$;
 - **CRM B** (ниска/лоша мазивост) – DFB 19 Low lubricity reference (тачан назив), произвођач - Test Monitoring Center, референтни период 02/01/2019 – 01/21/2020, референтна вриједност $685 \pm 53 \mu\text{m}$;
 - Користе се за верификацију перформанси уређаја за испитивање. Ове течности морају бити јасно означене са HFRR вриједностима и њеним проширеним мјерним несигурностима, израженим у микрометрима. Референтне течности се морају чувати у чистом, боросиликатном стаклу са поклопцем обложеним алуминијском фолијом или у металној посуди потпуно обложеном епоксидом. Такође треба да се чувају на тамном мјесту.
- **Интерни референтни мазеријал**, ознаке SU-26/01, формиран од непознатих дизел-горива која су већ претходно била на анализи појединих параметара и која у себи не садрже FAME (провјерено мјерењима на уређају ERASPEC), садржај сумпора је $6,6 \text{ mg/kg}$, док је вискозност $2,619 \text{ mm}^2/\text{s}$
- Узорак **CRM** са садржајем **FAME 7,2 % v/v**, садржај сумпора је $4,7 \text{ mg/kg}$, док је вискозност $3,026 \text{ mm}^2/\text{s}$;
- Узорак **апсолутниг биодизела**, ознаке CH 131 - 100 % биодизел (провјерено мјерењима на уређају ERASPEC и потврђено међулабораторијским испитивањем са Институтом за мјеритељство), садржај сумпора је $7,0 \text{ mg/kg}$, док је вискозност $4,397 \text{ mm}^2/\text{s}$;
- **Ацетон**, реагенс аналитичког квалитета;
- **Хептан**, Ра чистоће;
- **Изооктан**, Ра чистоће;
- **2-пропанол** Ра чистоће;
- **Толуен** у складу са ISO 5272;
- **Компримовани ваздух**, (уколико се захтијева сушење опреме) који се доводи под притиском од 140-210 kPa и садржи мање од $0,1 \text{ [ml/m}^3\text{]}$ угљоводоника и мање од $50 \text{ [ml/m}^3\text{]}$ воде;

- **Крпца/марамца** за брисање, лагана, без длачица, без угљоводоника, за једнократну употребу;
- **Рукавице.**

3.3. Припрема за тест

Операције неопходне за припрему инструмента за испитивање су чишћење и монтирање тест куглица и плочица у држаче, причвршћивање држача на јединицу за механичко испитивање и причвршћивање испитног оптерећења на клин за оптерећење.

Прије испитивања, дијелове који ће доћи у контакт са испитним узорком, треба темељно очистити. Прије свега ово се односи на тест куглице и плочице, а затим и на горње и доње држаче истих, три црна вијка са капом која држе горње и доње држаче, два вијка од нерђајућег челика којима се причвршћује плочица за испитни резервоар, један вијак за причвршћивање куглице унутар њеног држача, шестоугаони кључеви који се користе за њихово затезање и пинцета.

Куглице и плочице (сјајна страна окренута ка горе) се уз помоћ пинцете пренесу у чисту стаклену посуду и у исту се наспе толуен, хептан или мјешавина изооктана и 2-пропанола (50/50) тако да површина плочица и куглица буде у потпуности прекривена течностима. Затим се та посуду ставља у ултразвучно купатило и врши се чишћење у трајању од 7 минута. Након тога се плочице (сјајна страна окренута ка горе) и куглице пребацују у посуду са свјежим ацетоном и такође се та посуду ставља у ултразвучно купатило у трајању од 2 минута. Затим се плочице и куглице суше и након тога се препоручује да се оставе у ексикатор.

На исти начин се врши чишћење свих осталих дијелова који долазе у контакт са испитним узорком (UP-13/1).

3.4. Поставка теста

Прије саме поставке, прво што је потребно урадити јесте укључити рачунар и покренути програм. Затим је потребно укључити електронску јединицу, плава свијетлећа лампица на уређају је знак да је уређај спреман за рад. Након тога се изабере опција „NEW TEST” и унесу се сви потребни подаци (амбијентални услови, назив узорка, назив оператера, назив фајла итд.).

Затим слиједе операције неопходне за припрему инструмента за испитивање, а то су (UP-13/1):

1. Монтирање хабајућих елемената у њихове држаче, што подразумијева:
 - а. Постављање тест куглице помоћу пинцете у удубљење држача и причвршћивање одговарајућим вијком помоћу шестоугаоног кључа. Вијак треба да буде довољно чврсто причвршћен да спријечи ротирање куглице током теста. Окрет прста је довољан.
 - б. Такође користећи пинцету, постављање тест плочице (сјајна страна окренута ка горе) у кружно удубљење у доњем држачу (испитни резервоар). Након постављања плочице у испитни резервоар потребно је исту причврстити помоћу два вијка и шестоугаоног кључа.
2. Причвршћивање држача на јединицу за механичко испитивање. Горњи држач се причвршћује уз помоћ једног вијка за потисну шипку. Двије иглице вире од краја потисне шипке да би се осигурало правилно постављање држача куглице. Испитни резервоар се причвршћује за блок гријача помоћу два вијка са капицом.
3. Постављање температурне сонде у рупу на лијевој страни испитног резервоара, која се користи за мјерење температуре узорка горива.
4. Користећи пипету за једнократну употребу, потребно је одмјерити $2\text{ ml} \pm 0,2\text{ ml}$ узорка за испитивање и насути у испитни резервоар.
5. Полако спустити стезну главу са куглицом на тест плочицу и окачити на потисну шипку масу од 200 g.



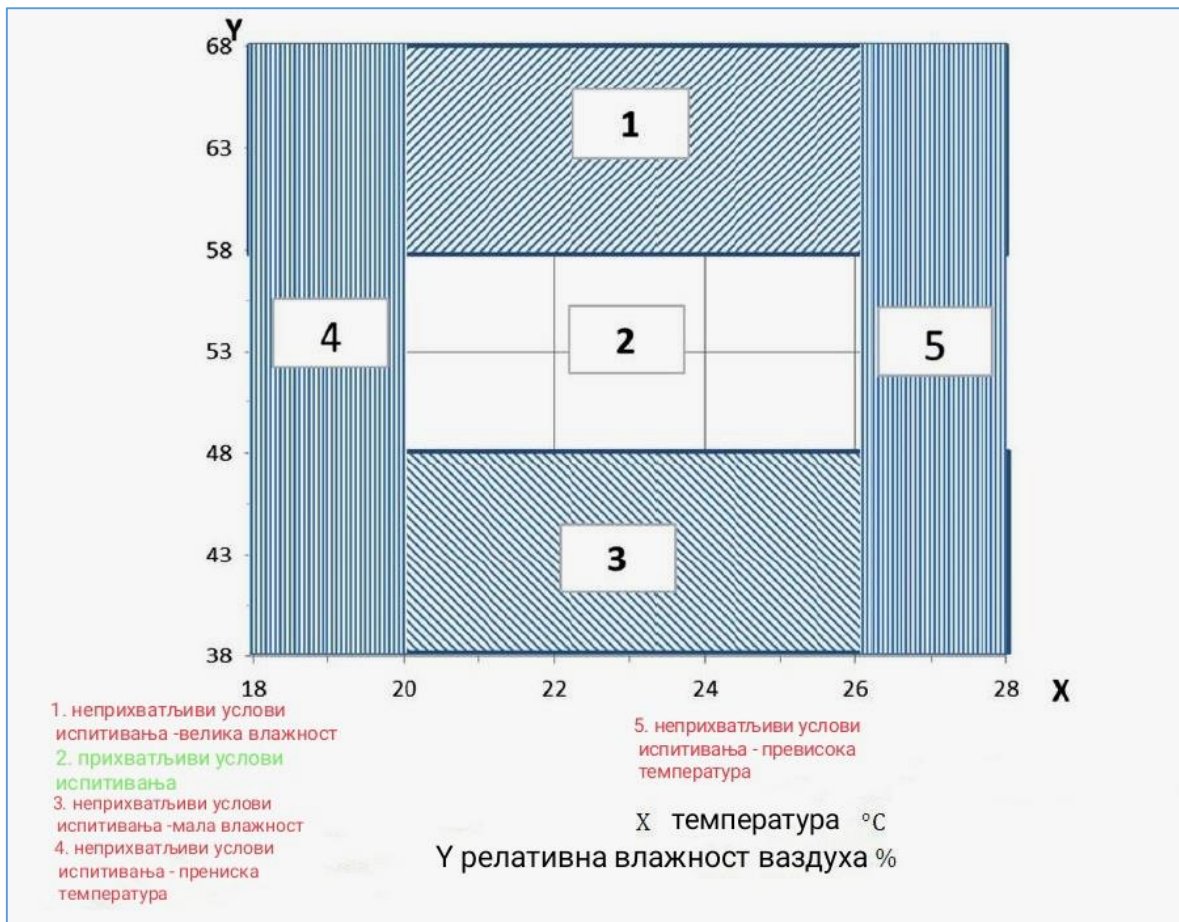
Слика 14. Изглед механичке јединице прије почетка теста

3.4.1. Услови испитивања

Веома важан дио испитивања јесте постављање адекватних услова у којима се врши тест. Услови који се морају постићи да би се тест уопште започео су дати су сљедећој табели.

Табела 3 - Услови испитивања

ПАРАМЕТАР	ВРИЈЕДНОСТ
Запремина узорка, ml	$2 \pm 0,2$
Дужина осциловања (удара), mm	$1 \pm 0,02$
Фреквенција, Hz	50 ± 1
Релативна влажност ваздуха и температура (комора)	Погледати слику бр. 15
Температура узорка, °C	60 ± 2
Маса тега, g	200 ± 1
Трајање испитивања, min	$75 \pm 0,1$
Површина испитног резервоара, mm ²	600 ± 100



Слика 15. Услови влаге и температуре унутар коморе

На рачунару се прате услови влаге и температуре унутар коморе и када се постигну адекватни услови онда се иде на опцију START. Програм је подешен тако да уколико нису постигнуте адекватни амбијентални услови, неће бити могуће ни започети тест.

Након постизања амбијенталних услова, потребно је да температура узорка достигне вриједност од 60 °C и тада започиње тест у трајању од 75 min.

У току теста је могуће праћење амбијенталних услова, али није могуће њихово подешавање.

Звучни сигнал оглашава крај теста, након чега је потребно прво провјерити да ли су амбијентални услови остали у прописаним границама. Уколико јесу, онда слиједи поступак мјерења ожиљака од хабања (UP-13/1).

3.5. Мјерење ожилџа од хабања

Када се испитивање заврши потребно је подићи вибратор, а затим уклонити држач за куглицу. Без скидања куглице са њеног држача, потребно је испрати држач у раставарачима за чишћење, а затим га темељно обрисати и осушити марамицом. Резервоар са испитном течностју скинути и просути у отпад, а тест плочицу извадити из резервоара и одложити је у прописану посуду за чување узорака.

Држач са куглицом се постави на одговарајући прорез на постољу микроскопа, на коме се претходно упали свијетло и подеси увећање на 100×. Након постављања куглице подеси се постоље тако да ожилџак буде у центру видног поља (тако да ивице ожилџака хабања буду у фокусу), као и интензитет свијетлости да би се добила јасно освијетљена слика. Када су подешени сви параметри, сними се фотографија уз помоћ камере на микроскопу. Софтвер аутоматски мјери пречнике ожилџака хабања у x и y правцу (на најближих 10 μm) и биљежи у базу са подацима.

Након завршеног мјерења, куглица се скине са држача и остави у посуду заједно са плочицом за испитивање. По препоруци се ови примјерци чувају најмање 12 мјесеци (UP-13/1).

Пречник ожилџака хабања WSD, у микрометрима (μm), аутоматски се израчунава према сљедећој формули:

$$WSD = (x+y)/2$$

Гдје је:

- x димензија ожилџака окомитих на правац осциловања, изражена у микрометрима (μm),
- y димензија ожилџака паралелних на правац осциловања, изражена у микрометрима (μm).

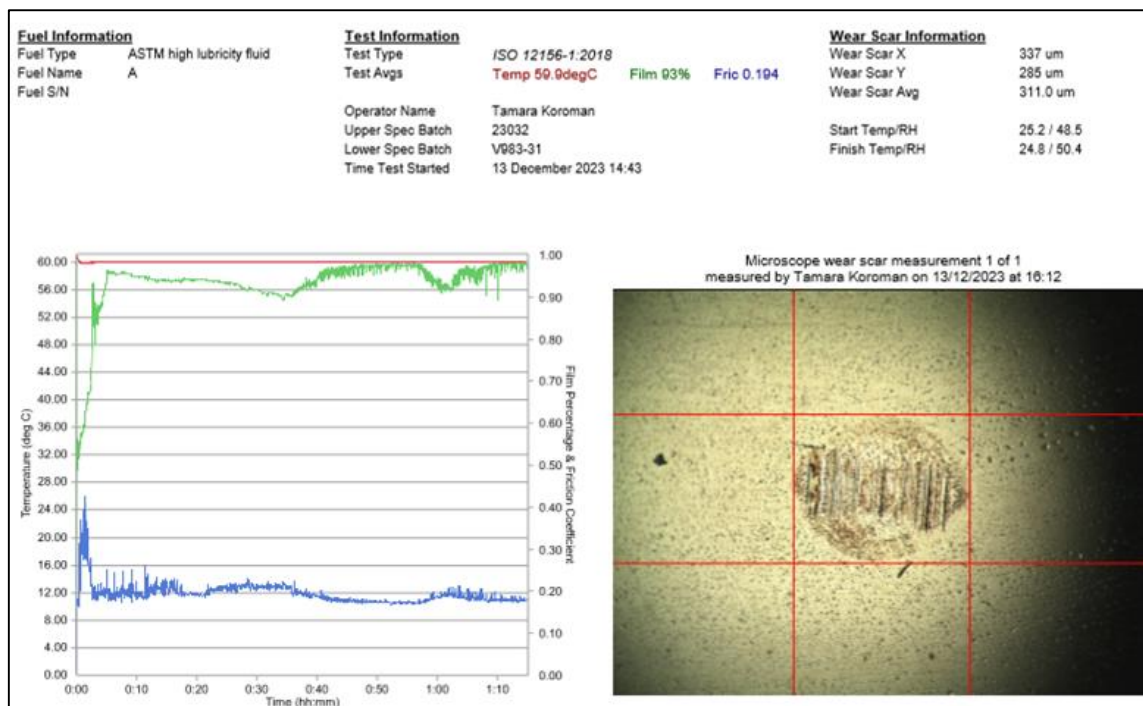
4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

Испитна лабораторија I одјељења посједује сертифициване референтне течности (CRM) и са добром и лошом мазивошћу. Поред CRM-ова, формиран је и контролни узорак односно интерни референтни материјал са ознаком SU-26/01. Интерни референтни материјал је формиран од непознатих дизел-горива која су већ претходно била на анализи појединих параметара и која у себи не садрже FAME (провјерено мјерењима на уређају ERASPEC).

Према Инструкцији за провјеру испитних метода (IN-03) и Инструкцији за обезбјеђивање валидности резултата испитивања (IN-02) предвиђено је да се уради 16 мјерења интерног референтног материјала и према Инструкцији за процјену мјерне несигурности испитних резултата (IN-05), 6 или више мјерења сертифициваних референтних материјала. Приликом извођења ових мјерења дошло је до одређених одступања од инструкција, због високе цијене једне анализе. Уређена су по три мјерења сертифициваних референтних течности са добром и лошом мазивошћу, и 5 мјерења интерног референтног материјала. За прорачун мјерне несигурности су узети у обзир само резултати од CRM-а са добром мазивошћу (**CRM A**) и резултати мјерења мазивости IRM-а.

Поред мјерења која су урађена за потребе прорачуна мјерне несигурности, урађена су и мјерења мазивости узорка дизел-горива који у себи садржи 7,2 % v/v FAME (CRM) и мазивост апсолутног (100 %) биодизела.

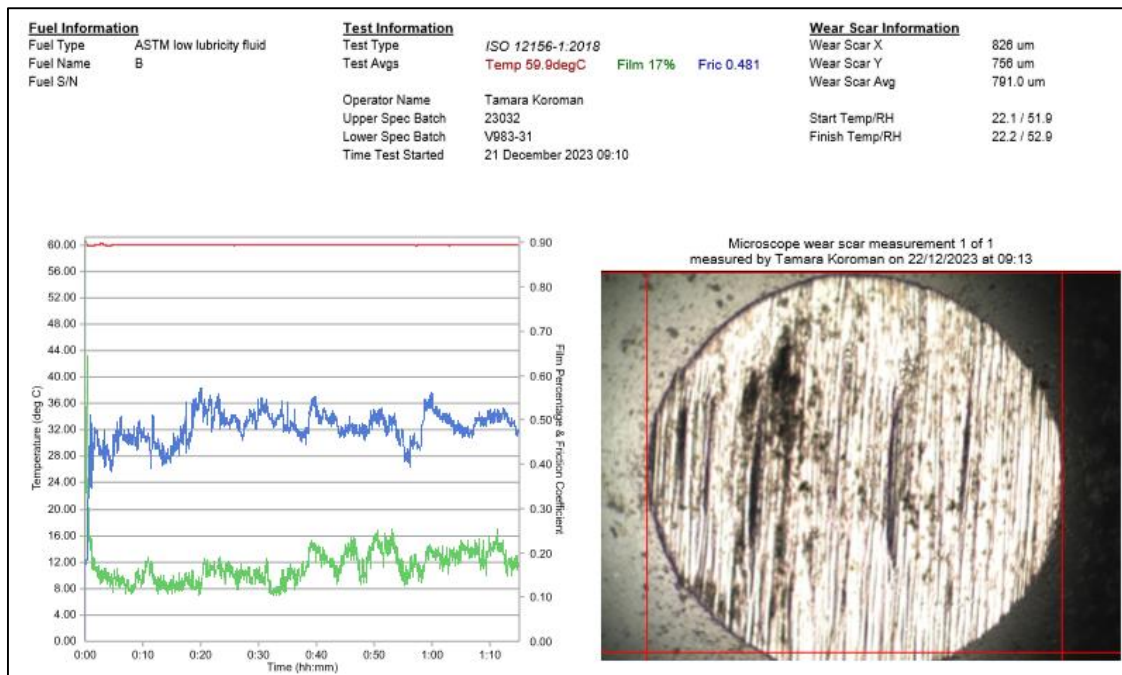
На следећим сликама су приказани добијени резултати мјерења:



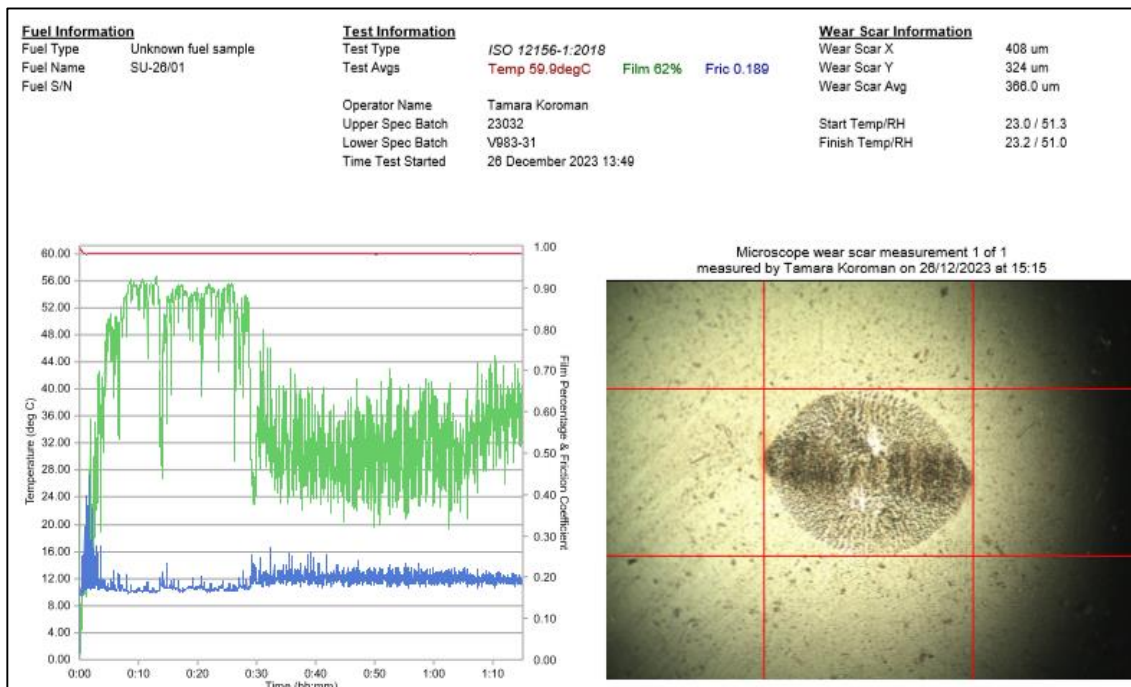
Слика 16. CRM A-добра мазивост

На слици 16. се може видјети ожилјак настао од хабања приликом мјерења мазивости узорка – CRM A. Поред слике ожилјка, приказани су и остали параметри мјерења: подаци и назив узорка који се испитује, метода по којој се врши испитивање, подаци о оператеру, вриједности мјерења ожилјка од хабања у x и у правцу, као и средња вриједност мјерења, амбијентални услови на почетку и крају теста и график. На графику су приказане вриједности контактнoг отпора (Film sensor – зелена боја) и коефицијента трења (Friction coefficient – плава боја) у зависности од времена и температуре. У конкретном случају, с обзиром на то да се ради о узорку који има добру мазивост, на графику се може видјети да је вриједност коефицијента трења ниска, док је вриједност контактнoг отпора висока.

На слици 17. се може видјети ожилјак настао од хабања приликом мјерења мазивости узорка – CRM B. У овом случају, с обзиром на то да се ради о узорку који има лошу мазивост, на графику се може видјети да је вриједност коефицијента трења знатно већа од вриједност контактнoг отпора. Такође се може видјети да слика ожилјка није цијела, због његове величине. Наиме, добијена вриједност мјерења ожилјка насталог од хабања (791,0 μm) излази из опсега референтне вриједности за овај узорак ($685 \pm 53 \mu\text{m}$).

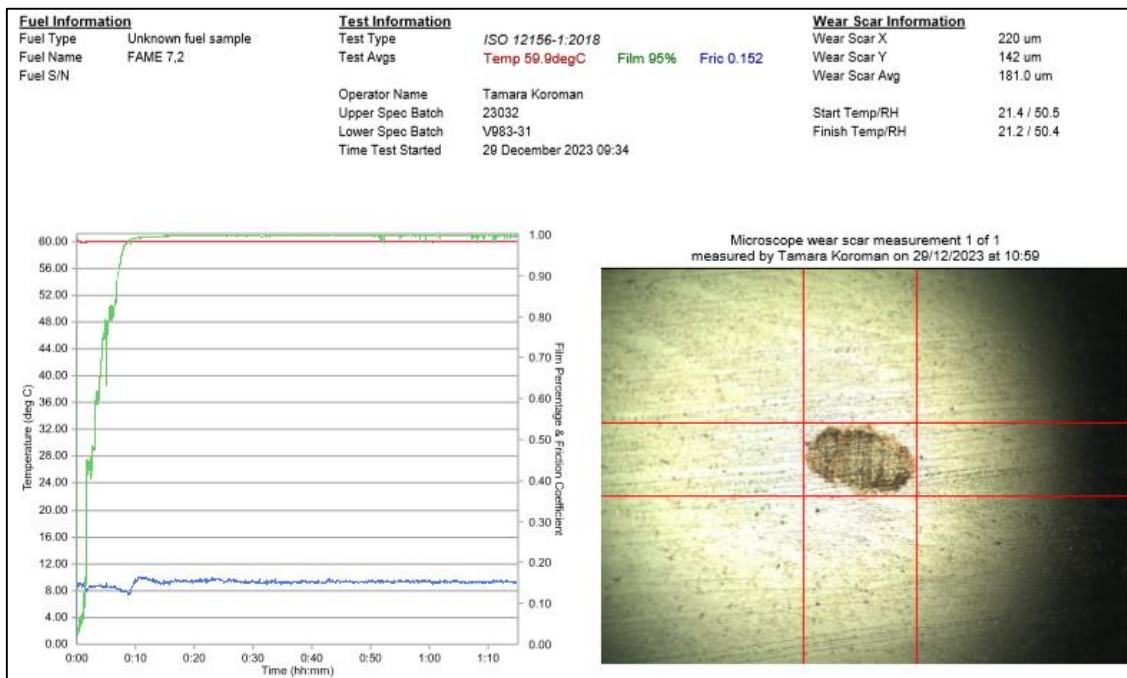


Слика 17. CRM B- лоша мазивост



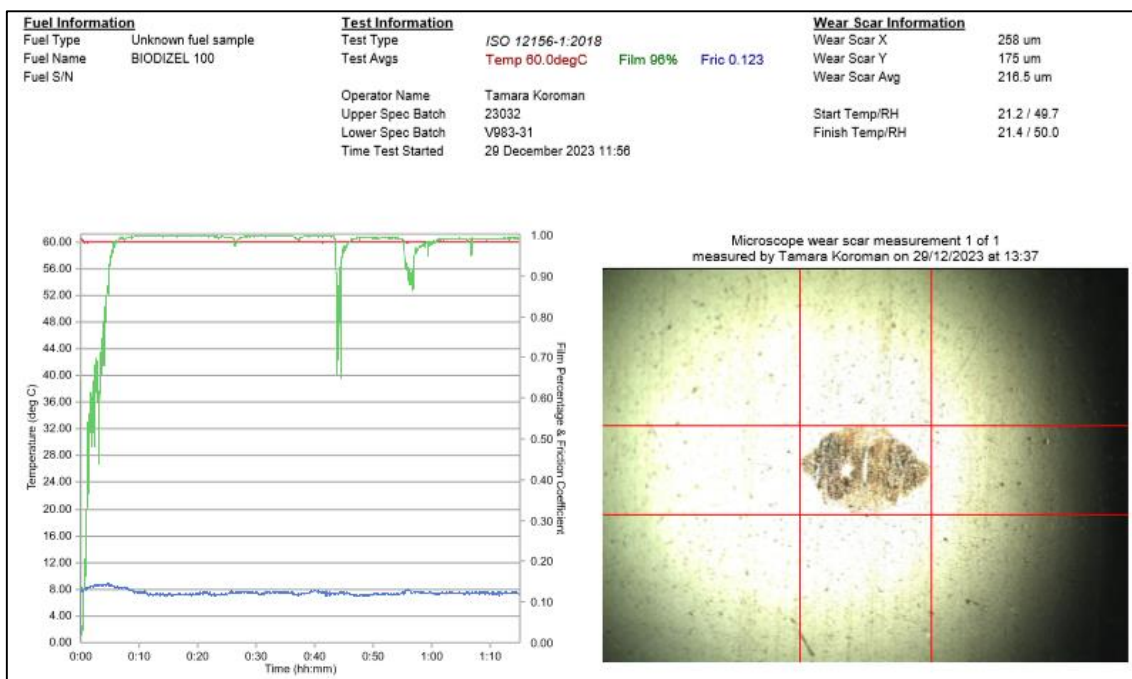
Слика 18. SU-26/01

На слици 18. се може видјети ожиљак настао од хабања приликом мјерења мазивости узорка – SU-26/01. На графику се може видјети да је вриједност коефицијента трења мања од вриједност контактеног отпора, из чега можемо закључити да овај узорак има добре мазиве особине.



Слика 19. FAME 7,2 % v/v

На слици 19. се може видјети ожиљак настао од хабања приликом мјерења мазивости узорка – CRM са садржајем FAME 7,2 % v/v. На графику се може видјети да је вриједност коефицијента трења знатно мала и константна, док је вриједност контактеног отпора веома висока, из чега такође можемо закључити да овај узорак има веома добре мазиве особине, као што и сам резултат мјерења показује (181,0 μm).



Слика 20. Апсолутни биодизел

На слици 20. се може видјети ожилжак настао од хабања приликом мјерења мазивости узорка апсолутног биодизела. На графику се може видјети да је вриједност коефицијента трења знатно мала и константна, док је вриједност контактеног отпора веома висока, из чега такође можемо закључити да овај узорак има веома добре мазиве особине, као и претходни узорак CRM са садржајем FAME 7,2 % v/v.

Табела 4 – Резултати мјерења ожилжака од хабања (у μm)

CRM A	CRM B	SU-26/01	FAME 7,2%	FAME 100%
311,0	791,0	388,5	181,0	216,5
328,5		347,0		
385,0		344,5		
361 $\pm$ 77	685 $\pm$ 53	366,0		
		337,0		

У табели 4 су приказани добијени резултати ожиљака од хабања свих узоракa. На основу ових резултата може се закључити да најмањи ожиљак од хабања има узорак CRM-а са садржајем FAME 7,2 % v/v (181,0 μm). Вриједности добијене за узорак CRM А се налазе у оквиру прописаних граница сертифициване вриједности ($361 \pm 77 \mu\text{m}$), док измјерена вриједност за узорак CRM В се налази ван опсега сертифициване вриједности ($685 \pm 53 \mu\text{m}$). Узорак интерног референтног материјала SU-26/01 који не садржи FAME има нешто веће вриједности ожиљака од хабања од CRM-а са садржајем FAME 7,2 % v/v и апсолутног биодизела.

4.1. Обрада резултата мјерења

Према захтјеву тачке 7.2 стандарда BAS EN ISO/IEC 17025 и према Инструкцији за провјеру испитних метода (IN-03) за сваку нову стандардну методу се, прије него што се прихвати у лабораторији, врши провјера коректности добијених резултата са неколико поновљених испитивања. Прихватљивост добијених резултата провјерава се тако што се разлика између минималне и максималне вриједности у серији резултата пореди са вриједношћу критичног интервала CR за $n=5$ испитивања код 95 % нивоа вјероватноће.

Критични интервал се израчунава као:

$$CR_{0.95}(n) = f(n) \cdot \sigma$$

Вриједност стандардне девијације σ се израчуна на основу добијених резултата мјерења.

Вриједност $f(n)$ се очита из табеле.

Табела 5 - Фактори за критични интервал $f(n)$

n	$f(n)$	n	$f(n)$
2	2,8	11	4,6
3	3,3	12	4,6
4	3,6	13	4,7
5	3,9	14	4,7
6	4,0	15	4,8
7	4,2	16	4,8
8	4,3	17	4,9
9	4,4	18	4,9
10	4,5	19	5,0

УНУТАРЛАБОРАТОРИЈСКА РЕПРОДУКТИВНОСТ						
Мјерење	Вриједност	Јединица	Датум	Оператер	Запис	
1	382,10	μm	25.12.23.	1	ТЕ - МАЗИВОСТ/01	
2	363,50	μm	25.12.23.	2	ТЕ - МАЗИВОСТ/01	
3	370,00	μm	27.12.23.	3	ТЕ - МАЗИВОСТ/01	
4	357,00	μm	28.12.23.	4	ТЕ - МАЗИВОСТ/01	
5	350,20	μm	28.12.23.	4	ТЕ - МАЗИВОСТ/01	
Средња вриједност			364,56			
Стандардна девијација			12,3			
Унутарлаб. Репродуктивност			34,3			
Репродуктивност из стандарда			80,0			
МАХ ВРИЈЕДНОСТ УНУТАРЛАБОРАТОРИЈСКЕ РЕПРОДУКТИВНОСТИ - МАХ						382,10
МИН. ВРИЈЕДНОСТ УНУТАРЛАБОРАТОРИЈСКЕ РЕПРОДУКТИВНОСТИ - МИН						350,20
РАЗЛИКА МАХ-МИН						31,90
ТАБЕЛАРНА ВРИЈЕДНОСТ f ФАКТОРА У ЗАВИСНОСТИ ОД БРОЈА МЈЕРЕЊА						3,9
КРИТИЧНИ ИНТЕРВАЛ $CR = f(n) \cdot S$						47,83

Слика 21. Прорачун прихватљивости резултата

На основу добијених резултата (Слика бр.21) може се закључити да су резултати прихватљиви и да је лабораторија доказала да правилно изводи испитну методу, због тога што је добијена разлика максималне и минималне вриједности мања од израчунатог критичног интервала.

Провјера стандардне методе испитивања такође подразумијева верификацију те методе, односно провјеру прецизности и тачности те методе.

Прецизност методе провјерена је поређењем експерименталних резултата са границом за поновљивост (r) датој у стандардној методи.

УНУТАРЛАБОРАТОРИЈСКА ПОНОВЉИВОСТ							
Мјерење	Вриједност	Јединица	Датум				
1	388,50	μm	26.12.2023.		Средња вриједност мјерења	360,6	
2	347,00	μm	26.12.2023.		Стандардна девијација	17,8	
3	344,50	μm	26.12.2023.		Унутарлаб. поновљивост - r	49,8	
4	366,00	μm	26.12.2023.		Поновљивост - r из стандарда	50,0	
5	357,00	μm	26.12.2023.				

Слика 22. Прорачун прецизности резултата

На основу добијених резултата (Слика бр.22) може се закључити да су резултати прецизни и у поновљивости, због тога што је вриједност r добијено на основу експерименталних резултата мање од вриједности r из стандарда.

Тачност методе провјерена је кориштењем сертифициваног референтног материјала и учешћем у програму међулабораторијског поређења (РТ шема). Извршено је испитивање мазивости CRM-а, а резултати су провјерени примјеном t -теста (тзв. Студентов t -тест). Тест подразумијева:

- израчунавање случајне промјењљиве t Студентове дистрибуције према

$$\text{формули: } t = \frac{\mu - \bar{x}}{s} \sqrt{n};$$

гдје је: μ – референтна вриједност CRM-а, n – број степени слободе, $\bar{x}$ – средња вриједност мјерења, s – стандардна девијација мјерења;

- дефинисање вјероватноће ризика, обично $\alpha=0,05$ или $\alpha=0,01$;
- читавање из табеле t – вриједности критичне вриједности за број степени слободе ($n-1$) и изабрану вриједност α (95 % интервал повјерења).

Табела 6 - Параметри за Студентову расподелу

Вриједности t за интервал повјерења од	95 %	99 %
Критична вриједност $ t $ за p вриједност од	0,05 %	0,01 %
Број степени слободе		
1.	12,71	63,66
2.	4,30	9,92
3.	3,18	5,84
4.	2,78	4,60
5.	2,51	4,03
6.	2,45	3,71
7.	2,36	3,50
8.	2,31	3,36
9.	2,26	3,25
10.	2,23	3,17

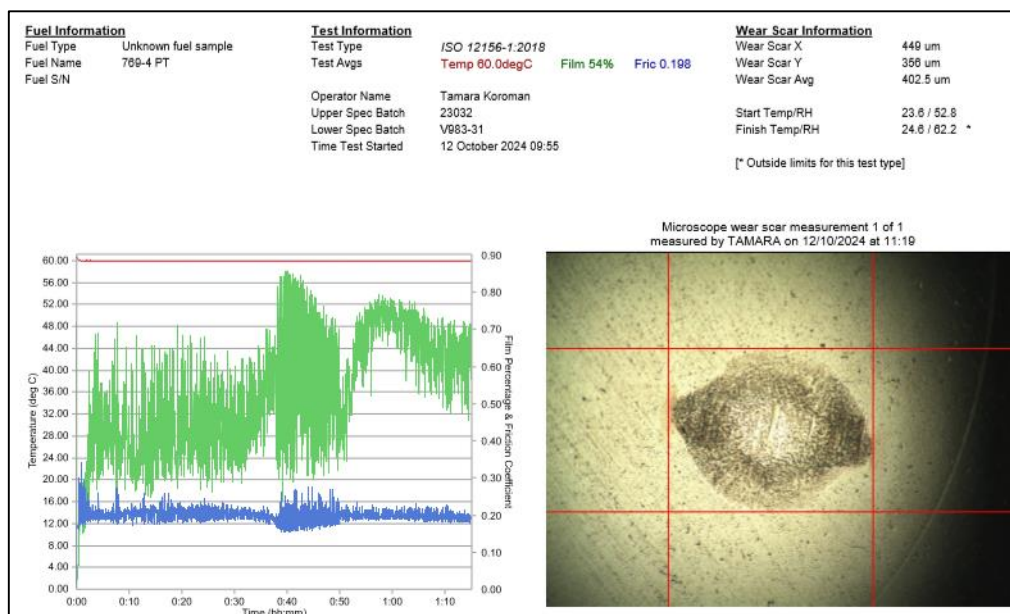
ТАЧНОСТ					
Бр. Мјер.	Измјерене вриједнос	Јединица	Број степени слободе	2	
1	311,0	μm	Средња вриједност CRM-а	341,5	
2	328,5	μm	Стандардна девијација CRM-а	38,675	
3	385,0	μm	Referentna vrijednost CRM-a	361,0	
			Računska vrijednost - t -	0,87	
			Tabelarna vrijednost - t -	4,30	

Слика 23. Прорачун тачности резултата

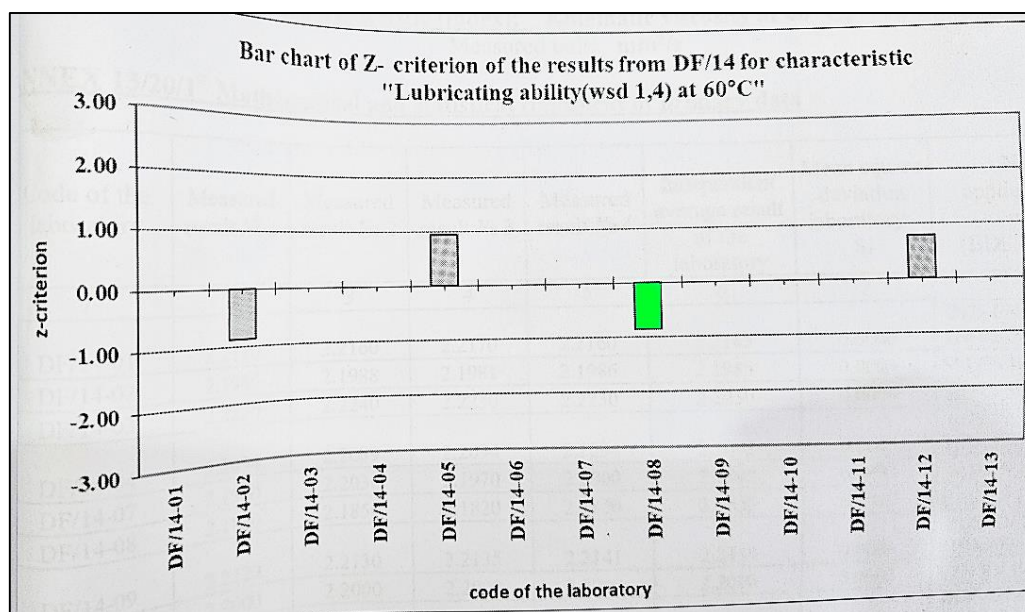
На основу добијених резултата (Слика бр.23) може се закључити да је доказана хипотеза о једнакости средње вриједности испитивања са референтном вриједношћу те да стандардна метода не показује системске грешке.

Испитна лабораторија је такође учествовала и у програму међулабораторијског испитивања дизел-горива, организованог од стране акредитованог провајдера (према ISO/IEC 17043:2010) „INTERPROJECT” из Бугарске. У овом испитивању учествовало је 13 лабораторија из Бугарске, Молдавије, Словачке и Босне и Херцеговине. За испитни параметар одређивање мазивости дизел-горива према

стандардној методи BAS EN ISO 12156-1 резултате је доставило свега 4 лабораторије од могућих 13.



Слика 24. Резултат међулабораторијског испитивања



Слика 25. Z-score резултата међулабораторијског испитивања

На слици бр. 25 се може видјети да резултати за оцјену мазивости дизел-горива (зелена боја означава SQS испитну лабораторију) имају z-score < 2 и тиме је испитна лабораторија такође доказала тачност својих резултата.

Испитна лабораторија поред кориштења CRM-а и учешћа у међулабораторијском испитивању, валидност својих резултата доказује и планским понављањем испитивања на интерним референтним материјалима – контролне карте, према Инструкцији за обезбјеђење валидности резултата испитивања (ИН-02). Контролне карте се воде као параметар мониторинга резултата испитивања и критичне процјене лабораторијских мјерних процедура. Прије почетка контролног испитивања конструишу се контуре за $\bar{x}$ карте тако што се за централну линију узима одређена средња вриједност $\overline{IRM}$, а на основу утврђене вриједности за стандардну девијацију израчунавају се вриједности за линије упозорења и линије акције:

DUG	DAG	GUG	GAG
$\bar{x} - 2S$	$\bar{x} - 3S$	$\bar{x} + 2S$	$\bar{x} + 3S$

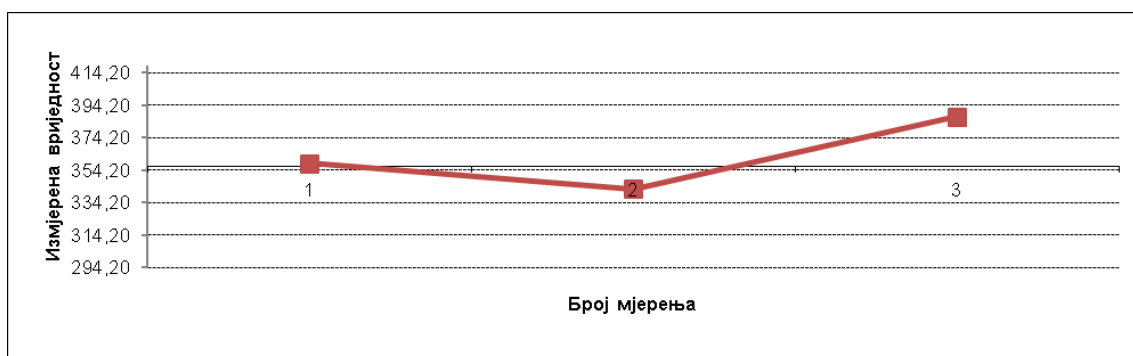
које се унесу на дијаграм прије почетка планских мјерења за провјеру испитне способности.

x оса је подијељена на временске јединице, а y оса показује мјерну величину. Примјена се састоји у уношењу резултата у овако унапријед конструисану карту и праћење њихове дистрибуције између контролних линија.

Уколико се деси да је добијена вриједност унутар граница акције два пута узастопно или ван граница акције неопходно је покренути корективну мјеру, те истражити због чега су резултати контроле анализе неприхватљиви.

[illegible]

Слика 26. Примјер прорачуна за формирање контролне карте



Слика 27. График праћења резултата на основу контролне карте

Прорачун укупне мјерне несигурности

С обзиром на то да испитна лабораторија посједује CRM, према Инструкцији за вредновање мјерне несигурности испитних резултата (ИН-05), поступак је следећи:

- врши се мјерење више од шест испитивања референтног материјала (урађена су 3 мјерења због високе цијене анализе) у условима поновљивости;

- израчуна се средња вриједност мјерења и подразумијева да t-тест не указује на значајне разлике између добијене средње вриједности и референтне вриједности;
- израчуна се стандардна девијација мјерења као мјера прецизностиведеног испитивања;
- процјени се допринос од несигурности референтне вриједности, који се израчунава као:

$$u_{\text{crm}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

гдје је a -интервал повјерења CRM-а.

- доприносом биаса се сматра сума доприноса од несигурности референтне вриједности и несигурности од прецизности испитивања CRM у лабораторији, укупан допринос се рачуна:

$$u_{\text{bias}} = \sqrt{u_{\text{crm}}^2 + u_{\text{prec}}^2}$$

- укупна мјерна несигурност је комбинована од несигурности биаса и несигурности од прецизности испитивања утврђене експериментално на рутинским узорцима који су анализирани 16 пута (дошло је до одступања од инструкције због високе цијене једне анализе) у условима унутарлабораторијске поновљивости:

$$u = \sqrt{u_{\text{bias}}^2 + u_A^2}$$

ПРЕЦИЗНОСТ							
Бр.мјер.	Измјерене вриједн.	Јединица					
1	388,5	μm		Средња вриједност	356,6		
2	347,0	μm		Стандардна девијација - S	20,79		
3	344,5	μm		Варијанса - S^2	432,18		
4	366,0	μm					
5	337,0	μm					
ТАЧНОСТ							
Бр.мјер.	Измјерене вриједн.	Јединица					
1	311,0	μm		Број степени слободe	2		
2	328,5	μm		Средња вриједност CRM-а	341,5		
3	385,0	μm		Стандардна девијација CRM-а	38,675		
				Референтна вриједност CRM-а	361,0		
				Интервал повјерења CRM-а	77,0		
				сигурност референтне вриједности	44,46		
				Рачунска вриједност - t -	0,87		
				Табеларна вриједност - t -	4,30		
Допринос несигурности од биаса примјењене методе					58,9		
Укупна мјерна несигурност					62,5	μm	
Проширена мјерна несигурност					125,0	μm	

Слика 28. Прорачун мјерне несигурности

Проширена мјерна несигурност се добија множењем укупне мјерне несигурности са коефицијентом покривања из студентове расподеле $k=2$ који одговара 95 %-тном нивоу повјерења.

5. ЗАКЉУЧАК

Одређивање мазивости дизел-горива употребом HFRR осцилаторног уређаја високе фреквенције омогућава велико повјерење у добијене резултате због тога што је уређај прављен према стандардним захтјевима и испуњава све предвиђене услове за рад. Могућност лакшег контролисања услова (влажност и температура) је омогућен захваљујући комори у којој се налази механичка јединица и самим тим омогућено је лакше извођење саме методе.

Испитивањем мазивости различитих узорака дизел-горива, CRM, биодизела и мјешавине минералног дизел-горива и биодизела стандардном методом BAS EN ISO 12156-1 потврђен је квалитет резултата испитивања, односно валидност резултата испитивања:

- коришћењем CRM,
- међулабораторијским испитивањима,
- контролним картама.

Поновљивост и упоредивост резултата испитивања је у границама које су прописане стандардном методом, што је доказ успјешне верификације стандардне методе у нашој лабораторији.

Увођењем ове методе унапређује се контрола квалитета дизел-горива, а самим тим се и штити њихов крајњи корисник, што је управо и циљ примјене свих захтјеваних метода испитивања. Такође се на овај начин штите и произвођачи моторних возила који очекују да производња горива буде побољшана тако да повећа ефикасност, смањи ризике од оштећења и да смањи количине недозвољених супстанци у гориву.

Познато је да се данас у свим дијеловима свијета користе горива са врло мало или чак уопште без сумпорних једињења. Међутим, на тај начин су из дизел-горива уклоњена и сумпорна једињења која имају позитивне мазиве особине, па се управо и из тих разлога контрола квалитета мазивости дизел-горива сматра неопходном. Овај проблем се данас превазилази додатком разних адитива најчешће у виду метилних естара масних киселина (FAME), поготово када се додаје више од 2 % ових естара, стање мазивости се побољшава, јер тако прерађена биљна уља и масти имају добре мазиве особине. На основу претходно наведеног се могло претпоставити да ће узорак са највећим садржајем сумпора, као и највећим вриједностима вискозности (узорак апсолутног биодизела) имати и најмањи

ожиљак од хабања, тј. најбољу мазивост, међутим то није био случај. Најмањи ожиљак од хабања имао је узорак CRM-а са садржајем FAME 7,2 % v/v.

Мазивост је важна особина дизел-горива (смањује трење између покретних елемената мотора), јер употреба горива недовољне мазивости може да повећа хабање пумпи за горива и ињектора и узрокује престанак рада мотора и велику штету.

6. ЛИТЕРАТУРА

1. Акредитационо тијело Босне и Херцеговине www.bata.gov.ba.
2. BAS EN ISO/IEC 17025:2017, Општи захтјеви за компетентност испитних и калибрационих лабораторија, (мај 2018).
3. BAS EN 590:2022, Горива за моторна возива – Дизел – Захтјеви и методе испитивања, (децембар 2022).
4. BAS EN ISO 12156-1:2018, Дизелско гориво – Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције (HFRR) – Дио 1: Метода испитивања, (септембар, 2020).
5. Видаковић, С., (2015). Увођење стандарда ISO 17025 у испитну лабораторију „Sistem,Qualita, S“ д.о.о. Пале, Природно – математички факултет, Институт за хемију, Универзитет у Крагујевцу, Крагујевац.
6. Дугић, П., Ботић, Т., и Петровић, З., (2017). Технологија прераде нафте, Технолошки факултет, Универзитет у Бањој Луци, Бања Лука.
7. ИН-02 Инструкција за обезбјеђење валидности резултата испитивања
8. ИН-03 Инструкција за провјеру испитних метода
9. ИН-05 Инструкција за процјену мјерне несигурности испитних резултата
10. Кнежевић, Д., (2014). Истраживање процеса сагоријевања и издувне емисије дизел мотора при погону биогоривима, Машински факултет, Универзитет у Београду, Београд.
11. Коломбо, М., (2007). Горива и мазива, 46, 4:360-364, 2007., Загреб.
12. Мачек, И., (1982). Примјена погонских средстава (I дио), Нафта и горива, Техничка војна академија копнене војске, Технички школски центар КоВ, Загреб.
13. Пословник система управљања ОЈ Испитна лабораторија „Sistem,Qualita, S“ д.о.о. Пале
14. Скала, Д., и Глишић, С., (2004). Биодизел I – историјат, производња и стандарди, Технолошко – металушки факултет, Универзитет у Београду, Београд.
15. Упутство за одређивање мазивости, UP-13/1.
16. HFRR Installation and Test Preparation Manual, PCS Instruments, Упутство произвођача.

17. HFRPC Software Manual, PCS Instruments, Упутство произвођача.
18. HFRPC Microscope Camera Manual PCS Instruments, Упутство произвођача.
19. HFRR Humidity Controlled Cabinet Revision 1.8 Manual PCS Instruments, Упутство произвођача.

ПОПИС СЛИКА И ТАБЕЛА

Слика бр. 1 Лого фирме

Слика бр. 2 Испитна лабораторија

Слика бр. 3 Шематски приказ механичке јединице

Слика бр. 4 Механичка јединица

Слика бр. 5 Држач горњег хабајућег елемента

Слика бр. 6 Држач доњег хабајућег елемента

Слика бр. 7 Температурна сонда

Слика бр. 8 HFRR комора са механичком јединицом

Слика бр. 9 Контролна табла коморе

Слика бр. 10 Сонда за влажност/температуру

Слика бр. 11 Електронска контролна јединица

Слика бр. 12 Микроскоп

Слика бр. 13 Плочице и куглице за испитивање

Слика бр. 14 Изглед механичке јединице прије почетка теста

Слика бр. 15 Услови влаге и температуре унутар коморе

Слика бр. 16 CRM А-добра мазивост

Слика бр. 17 CRM В- лоша мазивост

Слика бр. 18 SU-26/01

Слика бр.19 FAME 7,2 % v/v

Слика бр. 20 Апсолутни биодизел

Слика бр. 21 Прорачун прихватљивости резултата

Слика бр. 22 Прорачун прецизности резултата

Слика бр. 23 Прорачун тачности резултата

Слика бр. 24 Резултат међулабораторијског испитивања

Слика бр. 25 Z-score резултата међулабораторијског испитивања

Слика бр. 26 Примјер прорачуна за формирање контролне карте

Слика бр. 27 График праћења резултата на основу контролне карте

Слика бр. 28 Прорачун мјерене несигурности

Табела 1 – Опште примјењљиви захтјеви и испитне методе за дизел-гориво за моторна возила

Табела 2 – Захтјеви који се односе на климатске услове и методе испитивања – умјерена клима

Табела 3 – Услови испитивања

Табела 4 – Резултати мјерења ожиљака од хабања (у μm)

Табела 5 – Фактори за критични интервал $f(n)$

Табела 6 – Параметри за Студентову расподелу

БИОГРАФИЈА АУТОРА

Тамара Короман рођена је 5.12.1995. године у мјесту Пале, држава Босна и Херцеговина.

Основну школу завршила је 2010. године у мјесту Подграб, подручно одјељење ЈУ Основна школа „Србија”, Пале, као добитник Вукове дипломе. Средње образовање стиче завршетком гимназије, општи смјер, у ЈУ Средњошколски центар „Пале”, 2014. године, као одличан ученик. Исте године уписује студије хемије на Природно-математичком факултету, Универзитета у Бањој Луци. Током студија је била стипендиста Министарства просвјете и културе у категорији успјешних студената.

У фебруару 2019. године стиче звање Дипломирани хемичар, са просјечном оцјеном 8,88, одбраном дипломског рада под називом „Одређивање укупних –SH група у лизату хуманих еритроцита”.

Мастер студије уписала је 2021. године на матичном факултету.

Тренутно је запослена у фирми „Sistem,Qualita, S” д.о.о. Пале, на позицији замјеника техничког руководиоца у Испитној лабораторији за испитивање квалитета течних нафтних горива.

ИЗЈАВА О АУТОРСТВУ

Изјављујем да је мастер/магистарски рад

Наслов рада „Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у испитној лабораторији, „Sistem Qualita,S”, д.о.о., Пале”

Наслов рада на енглеском језику „Introducing the standard method for assessment of lubricity of diesel fuel in the test laboratory, „Sistem Qualita,S”, d.o.o., Pale”

- ☐ резултат сопственог истраживачког рада,
- ☐ да мастер/магистарски рад, у цјелини или у дијеловима, није био предложен за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- ☐ да су резултати коректно наведени
- ☐ да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

У Бањој Луци 10.4.2025.

Потпис кандидата

Тамара Краишић

**Изјава којом се овлашћује Природно-математички факултет/ Академија
умјетности Универзитета у Бањој Луци да мастер/магистарски рад учини јавно
доступним**

Овлашћујем Природно -математички факултет/ Академију умјетности Универзитета у Бањој Луци да мој мастер/магистарски рад, под насловом

„Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у испитној лабораторији,
„Sistem Qualita,S”, д.о.о., Пале”

који је моје ауторско дјело, учини јавно доступним.

Мастер/магистарски рад са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату, погодном за трајно архивирање.

Мој мастер/магистарски рад, похрањен у дигитали репозиторијум Универзитета у Бањој Луци, могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (*Creative Commons*), за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
- ☒ 2. Ауторство -некомерцијално
3. Ауторство - некомерцијално - без прераде
4. Ауторство - некомерцијално - дијелити под истим условима
5. Ауторство - без прераде
6. Ауторство - дијелити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

У Бањој Луци 10. 4. 2025.

Потпис кандидата

Татјана Крашан

**Изјава о идентичности штампане и електронске верзије
мастер/магистарског рада**

Име и презиме аутора Тамара Короман

Наслов рада „Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у испитној лабораторији, „Sistem Qualita,S”, д.о.о., Пале”

Ментор проф. др Милица Балабан

Изјављујем да је штампана верзија мог мастер/магистарског рада идентична електронској верзији коју сам предао/ла за дигитални репозиторијум Универзитета у Бањој Луци.

У Бањој Луци 10.4.2025.

Потпис кандидата

Тамара Короман

КОМИСИЈА ЗА ПРЕГЛЕД, ОЦЈЕНУ И ОДБРАНУ ЗАВРШНОГ/МАСТЕР РАДА НА II ЦИКЛУСУ СТУДИЈА У САСТАВУ:

др Саша Зељковић, редовни професор, Природно-математички факултет Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Неорганска хемија, **предсједник**

др Милица Балабан, ванредни професор, Природно-математички факултет Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Органска хемија, **ментор-члан**

др Драгана Благојевић, ванредни професор, Природно-математички факултет Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Аналитичка хемија, **члан**

ВИЈЕЋУ СТУДИЈСКОГ ПРОГРАМА ХЕМИЈА

**НАУЧНО-НАСТАВНОМ ВИЈЕЋУ
ПРИРОДНО МАТЕМАТИЧКОГ ФАКУЛТЕТА
УНИВЕРЗИТЕТА У БАЊОЈ ЛУЦИ**

Одлуком Наставно-научног вијећа Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци број 19/3.505/25. од 12.03.2025. године именовани смо у Комисију за преглед, оцјену и одбрану завршног/мастер рада кандидата Тамаре Короман под насловом:

„Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у Испитној лабораторији „Sistem Qualita,S“ д.о.о., Пале“.

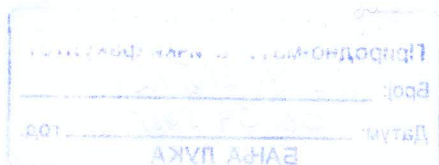
Након прегледа предатог завршног/мастер рада подносимо сљедећи

ИЗВЈЕШТАЈ

**О ОЦЈЕНИ УРАЂЕНОГ ЗАВРШНОГ/МАСТЕР РАДА „УВОЂЕЊЕ СТАНДАРДНЕ
МЕТОДЕ ЗА ОЦЈЕНУ МАЗИВОСТИ ДИЗЕЛ-ГОРИВА У ИСПИТНОЈ
ЛАБОРАТОРИЈИ „SISTEM QUALITA,S“ Д.О.О., ПАЛЕ“, КАНДИДАТА ТАМАРЕ
КОРОМАН**

Мастер рад кандидата Тамаре Короман је урађен у оквиру II циклуса студија на Студијском програму *хемија* под менторством проф. др Милице Балабан. Рад је написан на 54 странице и садржи 28 слика и 6 табела. Рад је укоричен у тврди повез А4 формата, одштампан у боји, једнострано.

Рад садржи: Сажетак на српском и енглеском језику, Захвалницу, Садржај, Увод, Теоријски дио, Експериментални дио, Резултате и дискусију, Закључак, Литературу, Попис слика и табела и Биографију.



Приказ анализе мастер рада по поглављима

УВОД

У оквиру поглавља Увод укратко су описани захтјеви стандарда за испитивање параметара квалитета дизел-горива. Објашњен је појам мазивости дизел-горива и принцип методе испитивања ожиљака насталих од хабања, методом BAS EN ISO 12156-1.

ТЕОРИЈСКИ ДИО

У Теоријском дијелу мастер рада, дат је увид у опште захтјеве стандарда: Општи захтјеви за компетентност испитних и калибрационих лабораторија (BAS EN ISO/IEC 17025), Горива за моторна возила – Дизел – Захтјеви и методе испитивања (BAS EN 590:2022) и Дизелско гориво – Оцјењивање мазивости употребом осцилаторног уређаја високе фреквенције (HFRR) – Дио 1 – Метода испитивања (BAS EN ISO 12156-1), као и основни подаци о дјелатности фирме „Sistem Qualita, S” д.о.о, Пале. Детаљно су описане физичке и хемијске карактеристике дизел-горива и биодизела, са посебним акцентом на особине мазивости и утицај појединих параметара квалитета (садржај сумпора, вискозност) на саму мазивост.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДИО

У оквиру овог поглавља детаљно је описан HFRR (High Frequency Reciprocating Rig) уређај, као и припрема и поставка поступка испитивања. Такође је дат преглед кориштених реагенаса и материјала.

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

У поглављу Резултати и дискусија представљени су резултати експерименталних мјерења. Детаљно су објашњени извјештаји добијених резултата. Такође је детаљно обрађено само увођење стандардне методе у Испитну лабораторију кроз разне провјере (провјера тачности кориштењем сертифициваног референтног материјала и учешћем у међулабораторијском испитивању, провјера прецизности и прихватљивости резултата, прорачун мјерне несигурности итд). Кроз обраду резултата мјерења је доказана је валидност добијених резултата.

ЗАКЉУЧАК

У Закључку је наведена важност увођења ове стандардне методе у Испитној лабораторији, а самим тим и важност испитивања овог параметра за квалитет дизел-горива. Такође је још једним општим закључком потврђена валидност увођења ове стандардне методе.

Поглавље Литература садржи 19 нумерисаних референци.

ОЦЈЕНА НАУЧНЕ ВАЛИДНОСТИ РАДА

Прегледани мастер рад даје оригиналне научне резултате кандидата, засноване на развоју стандардне методе у Испитној лабораторији и њене валидације. У раду је примјењена уобичајена и литературно утемељена методологија, резултати су на правилан начин анализирани и дискутовани. Код дискусије резултата је консултована одговарајућа савремена литература.

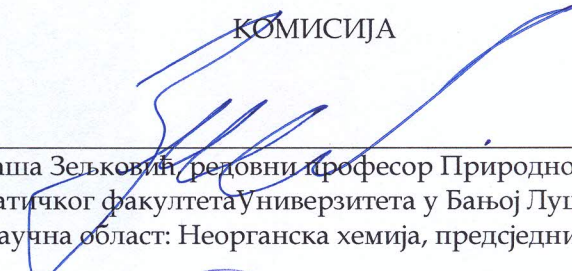
ЗАКЉУЧАК И ПРИЈЕДЛОГ

На основу оцјене завршног/мастер рада под називом: „Увођење стандардне методе за оцјену мазивости дизел-горива у Испитној лабораторији „Sistem Qualita,S“ д.о.о., Пале“, кандидата Тамаре Короман, Комисија закључује да дати завршни/мастер рад представља значајан допринос у развоју и увођењу стандардних метода у комерцијалним испитним лабораторијама. Кандидат је правилно, научно засновано и стручно провела провјеру тачности коришћењем сертификованог референтног материјала и учешћа у међулабораторијском испитивању, провјеру прецизности и прихватљивости резултата и доказала валидност добијених резултата.

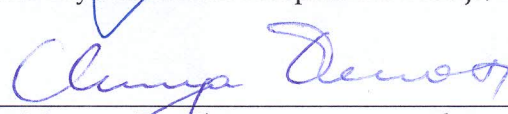
На основу свега наведеног Комисија предлаже Научно-наставном вијећу Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци да усвоји Извјештај и позитивну оцјену завршног/мастер рада и да према предвиђеној процедури закаже јавну одбрану рада будући да су се стекли сви потребни научни и законски услови за то.

У Бањој Луци, 01.04.2025. године

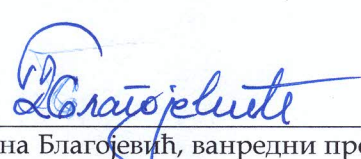
КОМИСИЈА



др Саша Зељковић, редовни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Неорганска хемија, предсједник



др Милица Балабан, ванредни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Органска хемија, ментор-члан



др Драгана Благојевић, ванредни професор Природно-математичког факултета Универзитета у Бањој Луци, ужа научна област: Аналитичка хемија, члан