

Wyposażenie i spójność pomiarowa na konkretnych przykładach z pracy laboratorium żywności

Andrzej Hantz

1. WPROWADZENIE

Podstawowy aksjomat metrologii:

... w przyrodzie nie ma pomiarów dokładnych ...

Pomiary wykonywane w różnych obszarach gospodarki (procesy kontrolne, procesy produkcyjne, wzorcowania, kontrola jakości, pomiary „domowe”) wymagają zastosowania odpowiedniego wyposażenia pomiarowego.

Wyposażenie pomiarowe podlega nadzorowi na różnych poziomach.

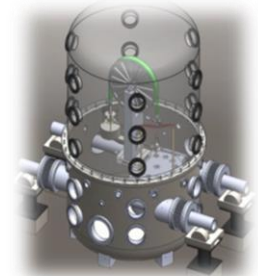
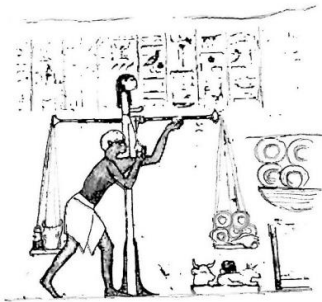
Na producentach przyrządów pomiarowych spoczywa obowiązek dostarczenia urządzeń dających wyniki pomiarów wiarygodne i spójne z wzorcami międzynarodowymi.

Na użytkownikach przyrządów pomiarowych spoczywa obowiązek utrzymania wyposażenia tak, aby otrzymywać wyniki pomiarów wiarygodne i spójne z wzorcami międzynarodowymi oraz aby było zgodne z wymaganiami prawnymi.

Na służbach inspekcyjnych/kontrolnych spoczywa obowiązek weryfikacji (kontroli) wyposażenia pomiarowego tak, aby spełniały określone wymagania prawne lub normatywne.

Wprowadzenie

Wprowadzenie do zagadnień metrologicznych



ok. 4000 p.n.e.

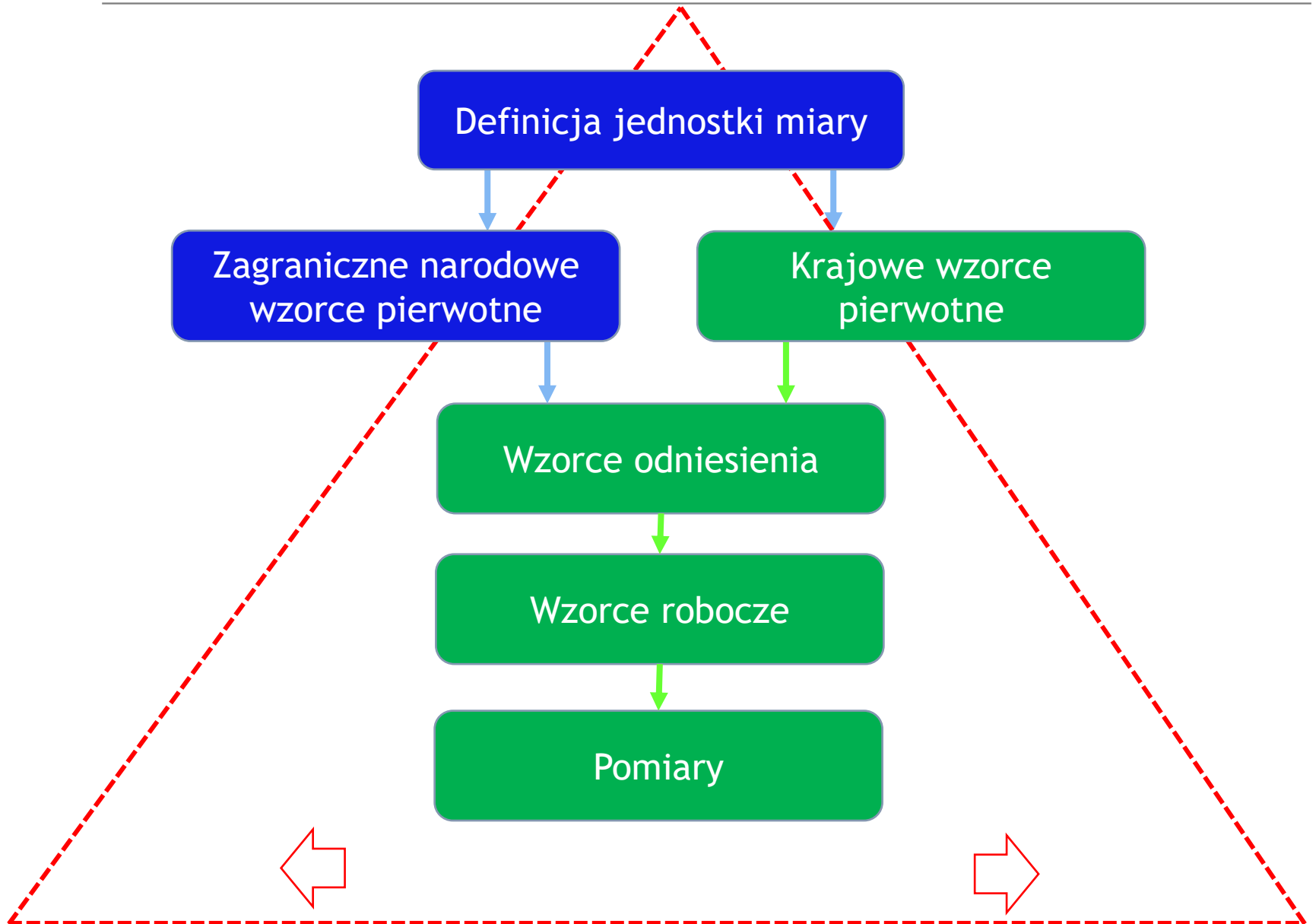
1889

1951

2011

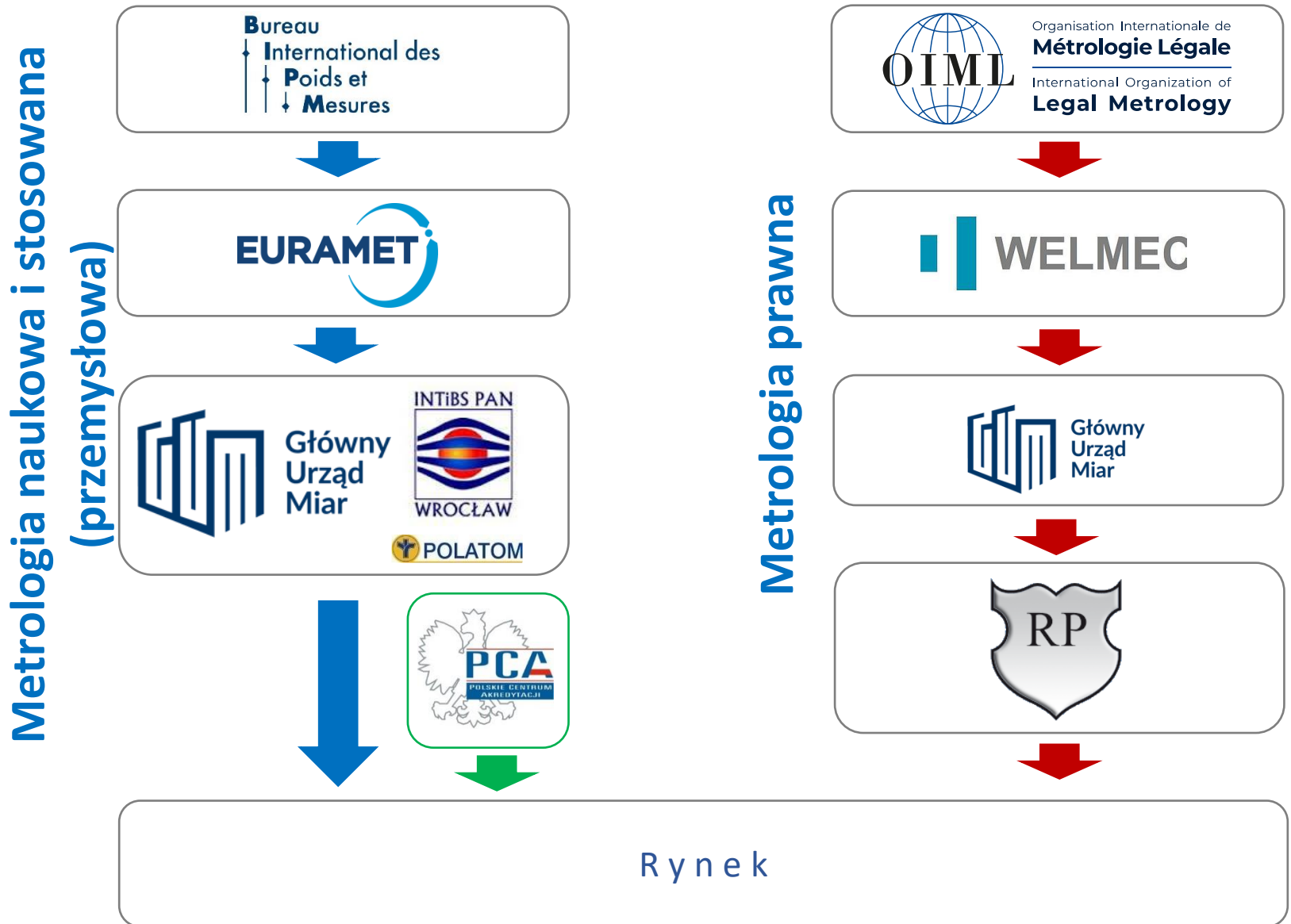
2018

2019



Wprowadzenie

Międzynarodowa infrastruktura metrologiczna



2. WYMAGANIA NORMY PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 W ZAKRESIE WYPOSAŻENIA POMIAROWEGO

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.1 Postanowienia ogólne

Laboratorium powinno mieć dostęp do personelu, pomieszczeń, **wyposażenia**, systemów i usług wsparcia potrzebnych do zarządzania i prowadzenia działalności laboratoryjnej.

Pkt. 6.4.1

Laboratorium powinno mieć dostęp do wyposażenia (w tym, co najmniej do: urządzeń pomiarowych, oprogramowania, wzorców pomiarowych, materiałów odniesienia, danych odniesienia, odczynników oraz materiałów eksploatacyjnych lub przyrządów pomocniczych), które jest wymagane do prawidłowej realizacji działalności laboratoryjnej i które może mieć wpływ na wyniki.

Pkt. 6.4.2

Jeżeli Laboratorium korzysta z wyposażenia nieznajdującego się pod stałym nadzorem, powinno zapewnić aby wymagania normy były spełnione.

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.3

Laboratorium powinno mieć procedurę dotyczącą:

- postępowania,
- transportowania,
- przechowywania,
- użytkowania,
- planowych konserwacji wyposażenia
- aby zapewnić jego właściwe funkcjonowanie i zabezpieczenie przed zanieczyszczeniem lub pogorszeniem stanu.

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.4

Laboratorium powinno zweryfikować czy wyposażenie spełnia wyspecyfikowane wymagania, zanim zostanie włączone lub przywrócone do użytkowania.

Pkt. 6.4.5

Wyposażenie stosowane do pomiarów powinno zapewnić wymaganą dokładność pomiaru i/lub niepewność pomiaru niezbędną do uzyskania ważnego wyniku.

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.6

Wyposażenie pomiarowe powinno być wzorcowane, gdy:

- dokładność pomiaru lub niepewność pomiaru wpływa na ważność raportowanych wyników i/lub;
- wzorcowanie wyposażenia jest wymagane do ustanowienia spójności pomiarowej raportowanych wyników.

UWAGA Rodzaje wyposażenia mającego wpływ na przydatność wyniku (przydatność wyniku do zamierzonego zastosowania)

- wyposażenie pomiarowe stosowane bezpośrednio do pomiaru wielkości mierzonej, **np. waga do odważenia masy**;
- wyposażenie pomiarowe stosowane w celu wprowadzenia poprawek do wyniku pomiaru wielkości mierzonej;
- wyposażenie pomiarowe stosowane w celu pozyskania wyników pomiarów w celu uzyskania wyniku pomiaru obliczonego z wielu wielkości (do obliczenia końcowego wyniku badania/pomiaru).

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.7

Laboratorium powinno ustanowić program wzorcowania, który:

- powinien być przeglądany,
- powinien być dostosowany w razie konieczności.

Celem ustanowienia programu wzorcowania jest zapewnienie zaufania do statusu wzorcowania wyposażenia pomiarowego – utrzymanie spójności pomiarowej.


PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.8

Wyposażenie pomiarowe które podlega wzorcowaniu lub ma określony okres przydatności do stosowania powinno:

- posiadać stosowne etykiety,
- posiadać odpowiednie kody albo
- w inny sposób być jednoznacznie zidentyfikowane.

Celem etykietowania, kodowania albo innej jednoznacznej identyfikacji jest łatwa i szybka dla użytkownika identyfikacja statusu wzorcowania lub okresu przydatności.

POTWIERDZENIE METROLOGICZNE			
Data wzorcowania		Data kolejnego wzorcowania	
26.02.2018		25.02.2020	
Sprawdzenie okresowe			
08.2018	X	08.2019	
02.2019	X		
Nr ewidencyjny: 054/LB/3/W			

CALIBRATION	
I.D.	_____
BY _____	DATE _____
DUE _____	

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.9

Wyposażenie, które zostało przeciążone, postępowano z nim niewłaściwie, daje wątpliwe wyniki, lub jest stwierdzono jego wadliwość albo przekroczenie wyspecyfikowanych wymagań, należy:

- wycofać z eksploatacji,
- izolować w celu zabezpieczenia przed użytkowaniem,
- jednoznacznie oznakować (etykietować) jako nieprzydatne do użytkowania, do czasu kiedy zostanie zweryfikowane jako działające poprawnie,
- zbadać wpływ wykrytej wady lub odstępstwa od wyspecyfikowanych wymagań,
- zainicjować procedurę zarządzania pracą niezgodną z wymaganiami.

Pkt. 6.4.10

Sprawdzenia pośrednie - jeżeli są potrzebne do utrzymania zaufania do działania wyposażenia należy je wykonać zgodnie z ustaloną procedurą.

PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.11

Jeżeli dane dotyczące wzorcowania lub materiału odniesienia zawierają wartości odniesienia lub poprawki, laboratorium powinna zapewnić, aby wartości odniesienia oraz poprawki były aktualizowane i wdrażane, jeśli to właściwe w celu spełnienia wyspecyfikowanych wymagań.

Pkt. 6.4.12

Laboratorium powinno stosować praktyczne środki działania, aby zapobiec niezamierzonym adjustacjom które mogłyby spowodowałyby utratę ważności wyników.

Pkt. 6.4.13

Zapisy Dotyczące wyposażenia, mogącego mieć wpływ na działalność laboratoryjną, powinny być przechowywane.

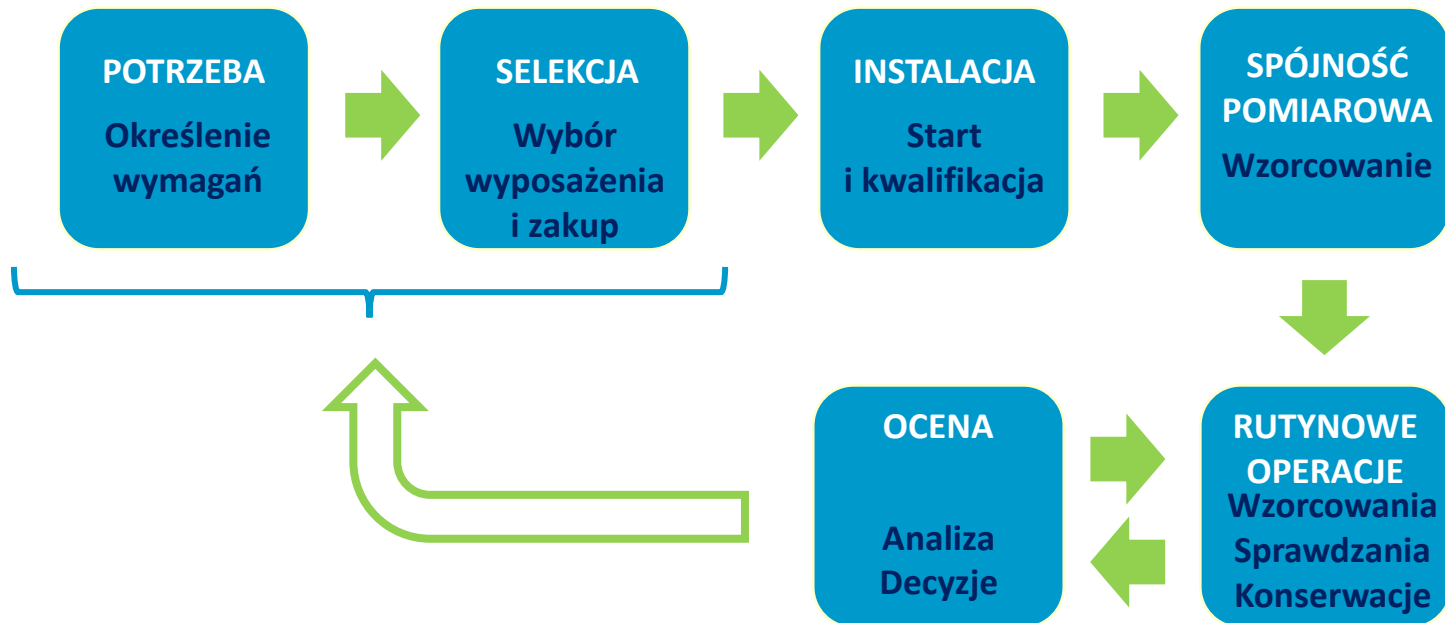
PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 6.4.13 Zapisy powinny obejmować:

- identyfikację wyposażenia w tym wersję oprogramowania i oprogramowania systemowego,
- nazwę producenta, oznaczenie typu, numer seryjny (fabryczny) lub inne indywidualne oznaczenie,
- dowód weryfikacji, czy wyposażenie jest zgodne z wyspecyfikowanymi wymaganiami,
- aktualną lokalizację,
- daty wzorcowania, wyniki wzorcowania, regulację, kryteria przyjęcia oraz stosowną datę kolejnego wzorcowania lub odstęp pomiędzy wzorcowaniami,
- dokumentacja materiałów odniesienia, wyniki, kryteria przyjęcia, właściwe daty i okres przydatności,
- plan konserwacji oraz konserwacje wykonane dotychczas, gdy jest to istotne dla działania wyposażenia,
- szczegóły dotyczące każdego uszkodzenia, wadliwego działania, modyfikacji, naprawy wyposażenia.

Wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17025 w zakresie wyposażenia pomiarowego

Czas życia wyposażenia pomiarowego



PN-EN ISO 17025:2018-02

Pkt. 5.4

Działalność laboratoryjna powinna być wykonywana w taki sposób, aby spełnione były wymagania niniejszego dokumentu, klientów laboratorium, **organów stanowiących** i organizacji udzielających uznania. Powinno to obejmować działalność laboratoryjną wykonywaną we wszystkich stałych siedzibach laboratorium, w miejscach poza jego stałymi siedzibami, w siedzibach tymczasowych lub mobilnie, lub też w siedzibach klienta.

W nadzorze nad wyposażeniem w laboratorium należy pamiętać o wymaganiach metrologii prawnej w odniesieniu do określonych obszarów i przyrządów pomiarowych.

Art. 8. 1. Przyrządy pomiarowe, które mogą być stosowane:

- 1) w ochronie zdrowia, życia i środowiska,
- 2) w ochronie bezpieczeństwa i porządku publicznego,
- 3) w ochronie praw konsumenta,
- 4) przy pobieraniu opłat, podatków i innych należności budżetowych oraz ustalaniu opustów, kar umownych, wynagrodzeń i odszkodowań, a także przy pobieraniu i ustalaniu podobnych należności i świadczeń,
- 5) przy dokonywaniu kontroli celno-skarbowej,
- 6) w obrocie

– i są określone w przepisach wydanych na podstawie ust. 6, podlegają prawnej kontroli metrologicznej.

6. Minister właściwy do spraw gospodarki określi, w drodze rozporządzenia, rodzaje przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakres tej kontroli w stosunku do danego rodzaju przyrządów, mając na względzie niezbędną, z punktu widzenia obszarów zastosowań, objęcia określonych przyrządów pomiarowych prawną kontrolą metrologiczną, zakres ilościowy tych zastosowań, dziedziny pomiarowe, w których są one stosowane, oraz zobowiązania wynikające z wiążących Rzeczpospolitą Polską umów międzynarodowych.

3. WZORCOWANIE WYPOSAŻENIA W LABORATORIUM

Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium


Definicja

Wzorcowanie (kalibracja) - działanie, które w określonych warunkach

w pierwszym kroku ustala zależność pomiędzy odwzorowywanymi przez wzorzec pomiarowy wartościami wielkości wraz z ich niepewnościami pomiaru, a odpowiadającymi im wskazaniem wraz z ich niepewnościami, w drugim kroku wykorzystuje tę informację do ustalenia zależności pozwalającej uzyskać wynik pomiaru na podstawie wskazania *(PKN-ISO/IEC Guide 99:2010)*

Kalibracja – uruchomienie postępowania, które ustali w wyspecyfikowanych warunkach związek pomiędzy wartością wskazaną przez instrument pomiarowy lub system pomiarowy lub wartością otrzymaną w wyniku pomiaru fizycznego i porównanie ich ze znanymi wartościami standardu referencyjnego.

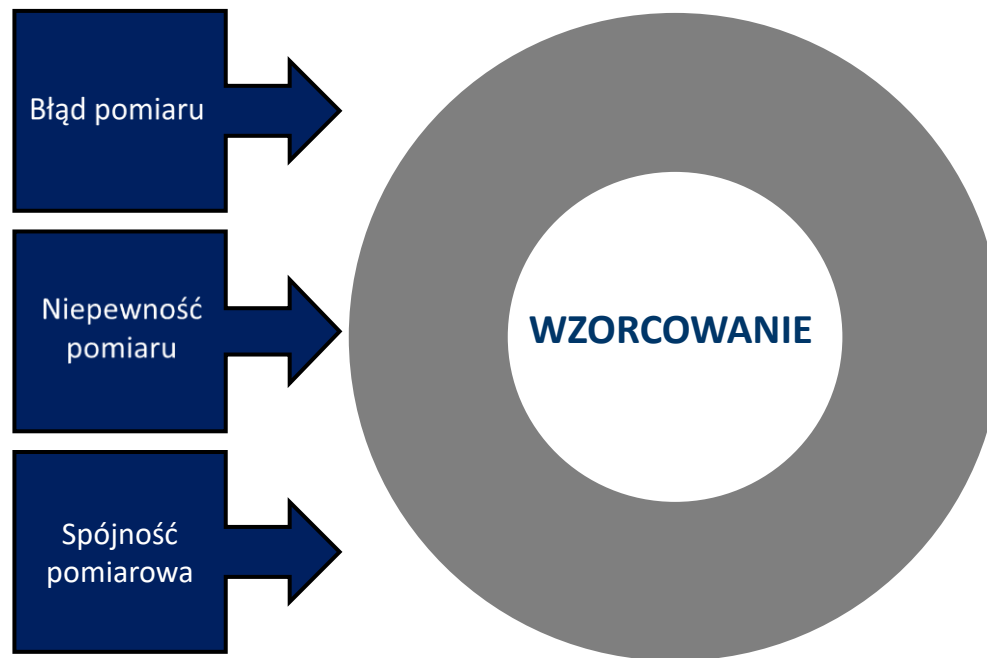
(Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 9 listopada 2015r. w sprawie wymagań Dobrej Praktyki Wytwarzania)

(Logo organizacji wydającej świadectwo)	(Nazwa, adres, e-mail i nr telefonu organizacji wydającej świadectwo)	
Laboratorium wzorcujące akredytowane przez Polskie Centrum Akredytacji, sygnatariusza porozumień EA MLA i ILAC MRA dotyczących wzajemnego uznawania świadectw wzorcowania. Nr akredytacji AP XXX		
ŚWIADECTWO WZORCOWANIA		
Data wydania:	(dzień, miesiąc-słownie, rok) Nr świadectwa:	Strona 1f..
PRZEDMIOT WZORCOWANIA	(Dane identyfikujące przyrząd pomiarowy - nazwa, typ, numer fabryczny, wytwórca, itp.)	
ZGŁASZAJĄCY	(Dane identyfikujące zgłaszającego - pełna nazwa i adres)	
UŻYTKOWNIK⁽¹⁾	(Dane identyfikujące użytkownika - pełna nazwa i adres)	
MIEJSCE WZORCOWANIA⁽²⁾	(Adres, nazwa firmy, dział, pomieszczenie)	
METODA WZORCOWANIA	(Identyfikacja właściwego dokumentu - nazwa, symbol, nr wydania i data)	
WARUNKI ŚRODOWISKOWE	(Warunki środowiskowe występujące w czasie wykonywania wzorcowania)	
DATA WYKONANIA WZORCOWANIA	(Data (daty): dzień, miesiąc-słownie, rok)	
SPÓJNOŚĆ POMIAROWA	Wyniki wzorcowania zostały odniesione do [państwowego wzorca jednostki miary (nazwa wielkości fizycznej) albo wzorca odniesienia] utrzymywanego w [podać nazwę NMI (np. GUM) lub nazwę jednostki organizacyjnej i kraj (jeżeli inny niż Polska)] poprzez zastosowanie [identyfikacja wzorca jednostki miary zastosowanego przez laboratorium do wzorcowania]	
WYNIKI WZORCOWANIA⁽¹⁾	Podano na stronie (stronach) ... niniejszego świadectwa wraz z wartościami niepewności pomiaru	
NIEPEWNOŚĆ POMIARU	Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02. Podane wartości niepewności stanowią niepewności rozszerzone przy poziomie ufności ok. 95 % i współczynniku rozszerzenia k =	
ZGODNOŚĆ Z WYMAGANIAMI⁽¹⁾	W wyniku wzorcowania stwierdzono, że [nazwa przyrządu pomiarowego] spełnia wymagania metrologiczne ustalone w [przepisach, normach, zaleceniach międzynarodowych albo innych właściwych dokumentach (identyfikacja przywołanych dokumentów i punktów, w odniesieniu do których oceniana jest zgodność)]	
	(Pieczęć okrągła według wzoru uzgodnionego z PCA)	(imię, nazwisko, stanowisko służbowe i podpis kierownika laboratorium albo jego zastępcy)

Niniejsze świadectwo może być okazywane lub kopiowane tylko w całości.

Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium

Podstawowe cechy wzorcowania



Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium

Spójność pomiarowa

Przykładowa spójność pomiarowa dla wag elektronicznych



Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium

Spójność pomiarowa

Przykładowa spójność pomiarowa dla pipet tłokowych i szkła laboratoryjnego



Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium

Częstotliwość wzorcowań i sprawdzeń sprzętu kontrolno-pomiarowego

Częstotliwość (okresy) wzorcowania nie są jednoznacznie określone.

Wytyczne lub wymagania zawierają niektóre normy lub dokumenty branżowe.

Jak wyznaczyć okresy między wzorcowaniami?

- według wymagań korporacyjnych
- według zaleceń producenta
- według wymagań metrologii prawnej
- według wymagań normatywnych (branżowych)
- według informacji z literatury
- według własnych kryteriów

Wzorcowanie wyposażenia w laboratorium

Wagi



Pomiar masy jest bardzo często pierwszym etapem wielu procedur badawczych i produkcyjnych.

Jakość tego ważenia ma znaczący wpływ na jakość wyniku końcowego.



W wielu dziedzinach badań obowiązują rygorystyczne zalecenia dla procesów ważenia
(np. przemysł farmaceutyczny)



EURAMET Calibration Guide No. 18, version 4.0

Przewodnik wzorcowania wag
nieautomatycznych

Podstawowe wymagania dotyczące pipet tłokowych reguluje norma międzynarodowa norma ISO 8655, przyjęta również do stosowania w Polsce

PN-EN ISO 8655-1:2022

Tłokowe naczynia do pomiaru objętości – Część 1: Terminologia, ogólne wymagania i zalecenia użytkowania

PN-EN ISO 8655-2:2022

Tłokowe naczynia do pomiaru objętości – Część 2: Pipety tłokowe

PN-EN ISO 8655-6:2022

Tłokowe naczynia do pomiaru objętości – Część 6: Grawimetryczne metody określania błędu pomiaru

ISO/TR 20461

Ocena niepewności pomiaru dla grawimetrycznej metody wyznaczania objętości

PN-EN ISO 4787:2022-06 zawiera metody wzorcowania przyrządów wolumetrycznych wykonanych ze szkła oraz tworzywa sztucznego w celu uzyskania ich najlepszej dokładności użytkowania.

Norma ma zastosowanie do przyrządów pomiarowych o pojemnościach nominalnych w zakresie:

od 100 μ l do 10 000 ml.

Należą do nich m. in.:

- pipety o stałej objętości (**ISO 648**),
- pipety miarowe (**ISO 835**),
- biurety (**ISO 385**),
- kolby miarowe (**ISO 1042** i ISO 5215) oraz
- cylindry miarowe z podziałką (**patrz ISO 4788** i ISO 6706),

Metody nie są przeznaczone do wzorcowania przyrządów wolumetrycznych o pojemnościach poniżej 100 μ l, np. mikroszkło.

3.1.3. Ustanowienie spójności pomiarowej poprzez wzorcowania wewnętrzne

System wzorcowań wewnętrznych ma na celu wzorcowanie urządzeń pomiarowych na potrzeby własne CAB wykonywane w odniesieniu do wzorców pomiarowych, wzorcowanych w laboratoriach, o których mowa w pkt. 3.1.1 (przypadek 1 lub 2 - *w krajowych NMI, DI lub laboratoriach akredytowanych*) niniejszego dokumentu.

Rodzaje i zakres wzorcowań wewnętrznych mogą być różne, w zależności od potrzeb i możliwości CAB tak, aby zapewnić wystarczającą dokładność pomiarów w prowadzonej działalności (np. wzorcowaniach, badaniach).

3.1.3. Ustanowienie spójności pomiarowej poprzez wzorcowania wewnętrzne

Dla wzorcowań wewnętrznych akredytacja nie jest konieczna, jednakże, mając na względzie ustanowienie i wykazanie spójności pomiarowej należy spełnić co najmniej następujące wymagania:

- a) metody wzorcowania powinny być udokumentowane, wyniki wzorcowania raportowane w odpowiednich dokumentach (świadectwach, protokołach lub innych równoważnych dokumentach), a zapisy z wzorcowania - zachowywane,
- b) kompetencje personelu wykonującego wzorcowania wewnętrzne powinny być udokumentowane; należy przechowywać dokumentację szkoleń oraz dowody kompetencji w postaci, np. wyników egzaminu lub wyników z audytu w zakresie wykonywania wzorcowań,
- c) spójność pomiarowa wyników wzorcowań wewnętrznych powinna być wykazana zgodnie z pkt. 3.1.1 (przypadek 1 lub 2), powinny być zachowywane odpowiednie zapisy,

3.1.3. Ustanowienie spójności pomiarowej poprzez wzorcowania wewnętrzne

Dla wzorcowań wewnętrznych akredytacja nie jest konieczna, jednakże, mając na względzie ustanowienie i wykazanie spójności pomiarowej należy spełnić co najmniej następujące wymagania:

- d) niepewność pomiaru powinna być oceniana zgodnie z dokumentem EA-4/02 M,
- e) wzorce pomiarowe powinny być wzorcowane w odpowiednio ustalonych odstępach czasu; program wzorcowania wzorców powinien być przeglądany i aktualizowany (gdy to zasadne) z uwzględnieniem rozpatrywania ryzyka związanego z działalnością CAB; należy uwzględnić wytyczne podane w dokumencie ILAC-G24/OIML D10. Analiza przyjętych okresów między wzorcowaniami powinna być dokumentowana;
- f) CAB wykonująca wzorcowania wewnętrzne powinna uczestniczyć w odpowiednich programach PT/ILC na zasadach określonych w dokumencie DA-05 *Polityka dotycząca uczestnictwa w badaniach biegłości*.

4. SPRAWDZANIE WYPOSAŻENIA W LABORATORIUM

Sprawdzenie wyposażenia pomiarowego
zespół czynności mających na celu potwierdzić, że
wyposażenie pomiarowe spełnia określone kryteriach
akceptacji, pomiędzy wzorcowaniami

(definicja własna)

*zespół czynności nie ogranicza się tylko do sprawdzenia
charakterystyk metrologicznych przyrządu
pomiarowego!*

OKRESOWE

(potwierdzenie statusu
wzorcowania)

PRZED UŻYCIEM

(potwierdzenie działania
wyposażenia)

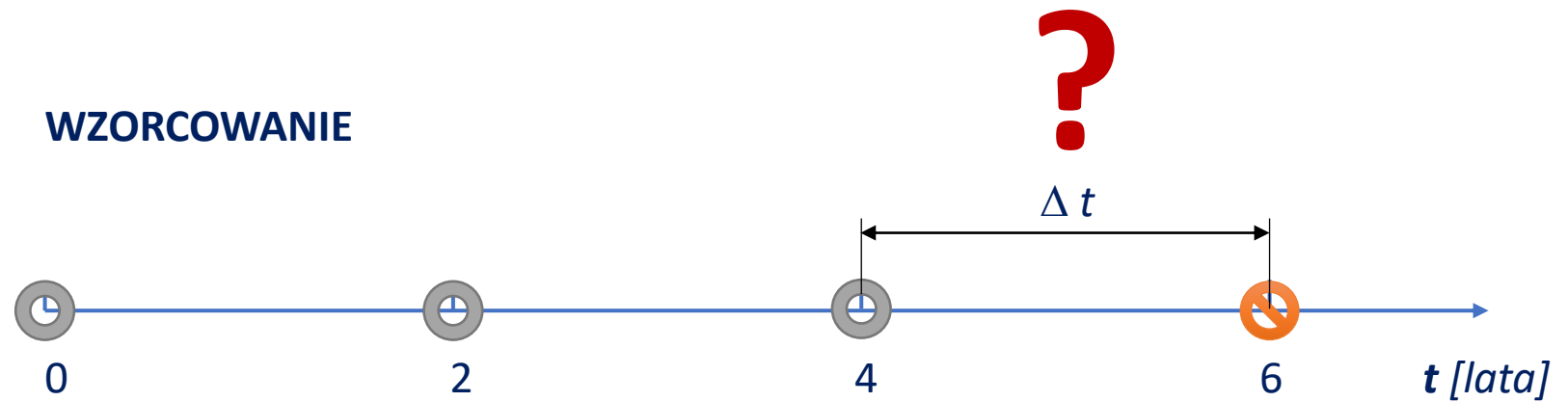
Cel sprawdzeń:

- ✓ zapewnienie ciągłości utrzymania spójności pomiarowej;
- ✓ ocena spełnienia kryteriów, które przyrząd pomiarowy powinien spełniać;
- ✓ potwierdzenie (lub nie) spełnienia wymagań.

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Okresy sprawdzeń

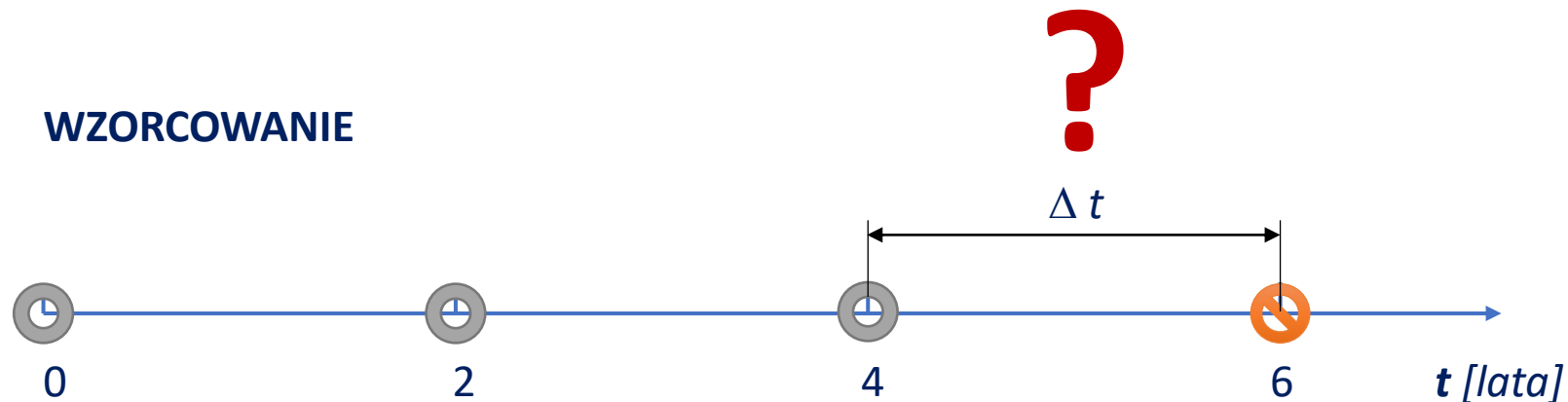
WZORCOWANIE



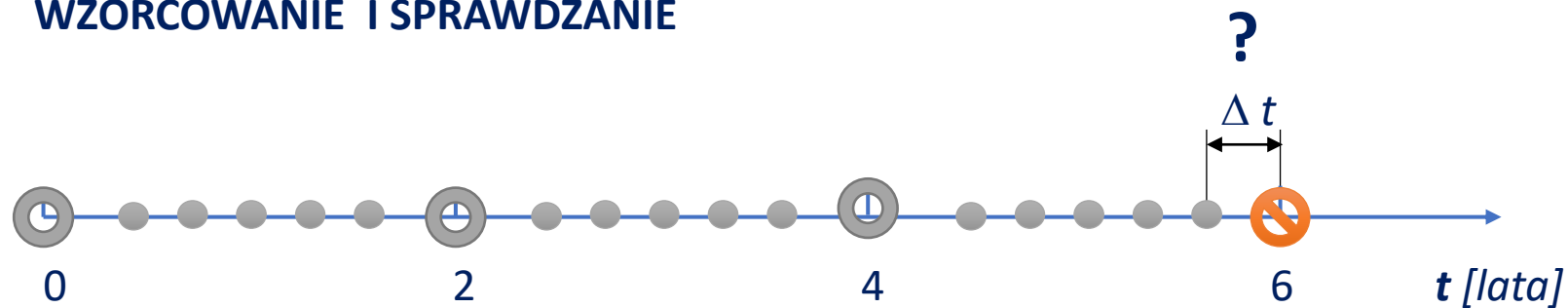
Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Okresy sprawdzeń

WZORCOWANIE



WZORCOWANIE I SPRAWDZANIE



Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Dokumentacja sprawdzeń

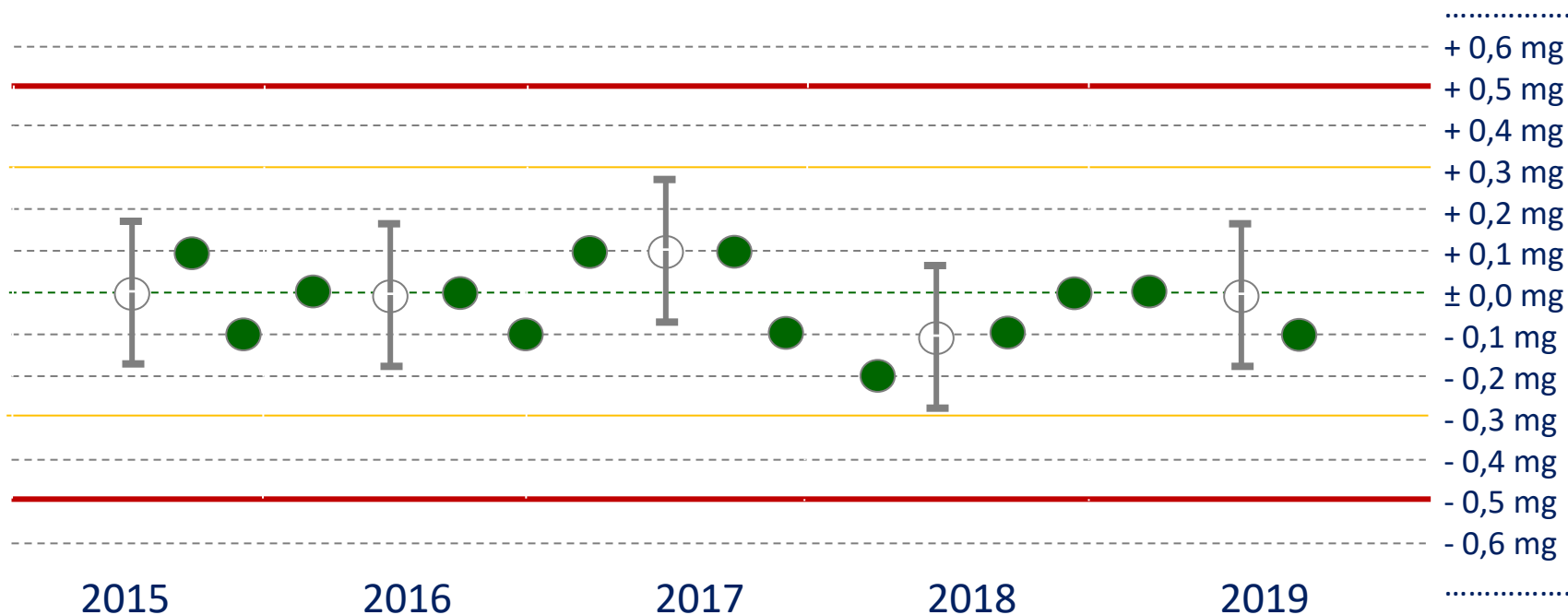
PRZYKŁAD 1

Wyniki wzorcowania wagi elektronicznej

Uzupełnione o sprawdzenia okresowe

maksymalne obciążenie Max 200 g
działka elementarna $d = 0,1$ mg
działka legalizacyjna $e = 1$ mg
kryterium akceptacji PN-EN 45501

ANALIZA CZASOWA (dla obciążenia 10 mg)



Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – waga elektroniczna, nieautomatyczna

Czym sprawdzać wagi ?

Worzec masy przyrząd pomiarowy przeznaczony do zdefiniowania, zrealizowania, zachowania lub odtwarzania jednostki miary masy.

Odważnik przyrząd pomiarowy, będący wzorem miary, którego konstrukcja i charakterystyki metrologiczne są określone przez kształt, wymiary, materiał, wykończenie powierzchni, wartość nominalną masy i błąd graniczny dopuszczalny.

Odważnik adiustacyjny zewnętrzny wzorzec masy służący do zewnętrznej kalibracji (adjustacji) wagi.

Odważnik adiustacyjny wewnętrzny wzorzec masy stanowiący integralną część wagi, służący do automatycznej wewnętrznej kalibracji (adjustacji) wagi.



Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład postępowania – waga elektroniczna, nieautomatyczna

Charakterystyki metrologiczne – zakres sprawdzania

błąd wskazania

różnica między wskazaniem wagi
a poprawną wartością masy

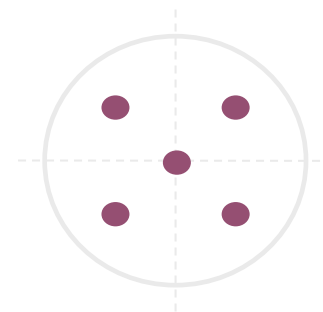
standardowe obciążenia:

1. 0 lub *Min*
2. $\sim 1/4 \text{ Max}$
3. $\sim 1/2 \text{ Max}$
4. $\sim 3/4 \text{ Max}$
5. *Max* ($\sim \text{Max}$)

błąd centryczności

odchylenie wskazania, gdy ładunek nie
znajduje się w centralnym punkcie szalki;
praktycznie różnica pomiędzy
wskazaniem w centralnym punkcie
szalki a wskazaniem w innym miejscu

obciążenie $\sim 1/3 \text{ Max}$



Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład postępowania – waga elektroniczna, nieautomatyczna

Charakterystyki metrologiczne – zakres sprawdzania

powtarzalność

obciążenie $\sim 100 \text{ Max}$

zdolność wagi do wskazywania zgodnych ze sobą wyników, gdy ten sam ładunek jest umieszczany kilka razy na szalce wag, niemal w jednakowy sposób i w możliwie stałych warunkach badań (odchylenie standardowe lub rozrzut)

błąd wskazania przy działającym urządzeniu TARA

różnica między wskazaniem wagi a poprawną wartością masy przy działającym urządzeniu TARA

obciążenie TARA $\sim 1/3 \text{ Max}$

1. $\sim 1/4 \text{ Max}$

2. $\sim 1/2 \text{ Max}$

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Pipeta tłokowa

Czym sprawdzać pipety ?

1. Waga

Objętość badana	Działka d wagi	Powtarzalność	Niepewność U (k=2)
[μ l]	[mg]	[mg]	[mg]
0,5 μ l – 20 μ l	0,001	0,006	0,012
	0,01	0,03	0,06
\geq 20 μ l – 200 μ l	0,01	0,025	0,05
\geq 200 μ l – 10 ml	0,1	0,2	0,4
\geq 10 ml - 1000 ml	1	2	4
\geq 1000 ml - 2000 ml	10	10	40

W nowej normie pojawia się pojęcie wagi wielokanałowej (*multi-channel balance*) – waga (półautomatyczna) do wzorcowania pipet wielokanałowych – def. własna

Przykład – Pipeta tłokowa

Czym sprawdzać pipety ?

2. Zbiornik na ciecz

Zbiornik na ciecz musi mieć wystarczającą pojemność dla całej cieczy, jaka może być potrzebna do przeprowadzenia pełnej serii pomiarów.

3. Naczynie wagowe

Naczynie wagowe należy wybrać zgodnie z wybraną procedurą badań, (zgodnie z punktem 8). Należy zachować ostrożność w związku z utratą wody wskutek parowania podczas dozowania i ważenia.

4. Przyrządy pomiarowe

Przyrząd	Działka elementarna	Niepewność (k = 2)
Termometr (temperatura cieczy)	0,1 °C	0,2 °C
Termometr (temperatura powietrza)	0,1 °C	0,3 °C
Higrometr	1 %	5 %
Barometr	0,1 kPa	1 kPa
Stoper	1 s	nie stosuje się

Przykład – Pipeta tłokowa

Błędy pipety

Przeliczanie skorygowanych wartości pomiaru masy na objętość

Obliczenie objętości z zastosowaniem współczynnika Z

Objętość cieczy wg ISO 8655 jest związana z masą oraz współczynnikiem Z zależnym od temperatury cieczy i ciśnienia atmosferycznego:

Średnia objętość: $V_i = m_i \cdot Z$

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n V_{i,ref}$$

Przykład – Pipeta tłokowa

Błędy pipety

Błąd systematyczny pomiaru

$$e_S = \bar{V} - V_S$$

gdzie:

e_S - błąd systematyczny wyrażony w jednostce objętości

V_S - wybrana badana objętość wzorcowanej pipety

lub wyrażony w procentach

$$n_S = \frac{\bar{V} - V_S}{V_S} \cdot 100$$

gdzie:

n_S – względny systematyczny błąd pomiaru wyrażony w procentach

Przykład – Pipeta tłokowa

Błędy pipety

Błąd przypadkowy pomiaru

Do obliczenia błędu przypadkowego pomiaru pipety stosujemy powtarzalność lub odchylenie standardowe korzystając ze wzoru:

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n - 1}}$$

Błąd przypadkowy może być również wyrażony jako współczynnik zmienności C_V w procentach:

$$C_V = \frac{s_r}{V} \cdot 100 \%$$

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Szkło laboratoryjne

Czym sprawdzać Szkło laboratoryjne?

1. Waga

Pojemność nominalna (objętość) V	Rozdzielczość urządzenia wskazującego (działka elementarna d) mg	Powtarzalność mg	Rozszerzona niepewność w użytkowaniu $U (k = 2)^a$ mg
$100 \text{ ul} \leq V \leq 10 \text{ ml}$	0,1	0,2	0,4
$10 \text{ ml} < V \leq 1000 \text{ ml}$	1	2	4
$V > 1000 \text{ ml}$	10	10	40

^a Rozszerzona niepewność w użytkowaniu oszacowana zgodnie z odniesieniem [1] (w tym definicje mające zastosowanie) przy wartości objętości nominalnej.

Jeżeli niepewność użytkowa nie jest znana, należy przyjąć niepewność przy wzorcowaniu.

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Szkło laboratoryjne

Czym sprawdzać Szkło laboratoryjne?

2. Pozostałe przyrządy pomiarowe

Urządzenie	Rozdzielczość urządzenia wskazującego	Rozszerzona niepewność pomiaru $U (k = 2)$
Termometr do cieczy	0,1 °C	0,2 °C
Termometr do powietrza w pomieszczeniu	0,1 °C	0,2 °C
Higrometr	1 % wilgotności względnej	5 % wilgotności względnej
Barometr	0,1 kPa	1 kPa
Urządzenie do pomiaru czasu	1 sekunda	Nie dotyczy

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Szkło laboratoryjne

Błąd pomiaru – szkło laboratoryjne

Wartość błędu wzorcowanej pojemności e :

$$e = V_N - V_{sr}$$

gdzie:

V_N - wartość nominalna wzorcowanej pojemności w temperaturze odniesienia

V_{sr} - wartość średnia objętości obliczona z n wykonanych pomiarów,

Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Szkło laboratoryjne

Czym sprawdzać wagosuszarki?



Sprawdzania wyposażenia w laboratorium

Sprawdzenia okresowe – instrukcja sprawdzeń okresowych

Przykład – Szkło laboratoryjne

Czym sprawdzać ph-metry?



Dziękuję za uwagę!