



SLOVENSKÝ METROLOGICKÝ ÚSTAV
Karloveská 63, 842 55 Bratislava 4
Centrum chémie

PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA ETALÓNU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

NE č.023/99

Dátum vydania: november 2010

Výtlačok č.

Celkom výtlačkov: 2 ks

Spracoval: Ing. Miroslava Vaľková

Preveril: Ing. Viliam Pätoprstý, PhD.

Celkový počet strán: 16

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 2
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

OBSAH

1	VŠEOBECNE	3
1.1	ORGANIZAČNÉ A EKONOMICKÉ ZABEZPEČENIE UCHOVÁVANIA A POUŽÍVANIA ETALÓNU.....	3
2	ETALÓN	4
2.1	NADVÄZNOŠŤ NA ZÁKLADNÉ JEDNOTKY SI A PŘÍRODNÉ KONŠTANTY.....	4
2.1.1	<i>Veličiny potrebné pre funkciu etalónu látkového množstva</i>	4
2.1.2	<i>Kalibrácia zariadení používaných v etalóne.....</i>	5
2.1.3	<i>Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení</i>	5
2.1.4	<i>Postup pri vzniku poruchy.....</i>	5
2.2	ÚDRŽBA ZARIADENÍ.....	6
2.2.1	<i>Preventívna údržba</i>	6
2.2.2	<i>Údržba etalónu a jeho častí</i>	6
2.3	OPRAVY ZARIADENÍ.....	6
2.4	EVIDENCIA.....	7
2.5	MEDZINÁRODNÉ POROVNÁVACIE MERANIA	7
3	PRIESTORY A PROSTREDIE	7
3.1	UMIESTNENIE NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA	7
3.2	POŽADOVANÉ PARAMETRE PROSTREDIA	8
4	POUŽÍVANIE ETALÓNOV A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ	8
4.1	POUŽÍVANIE ETALÓNU JE VYMEDZENÉ NA NASLEDOVNÉ ČINNOSTI.....	8
4.2	POUŽÍVANIE ETALÓNU OSOBAMI.....	8
4.3	BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA.....	9
5	PRENOS JEDNOTKY	9
5.1	MERANIE	9
5.2	DOKLADY	10
5.3	EVIDENCIA A POSTUP PRI VYBAVOVANÍ POŽIADAVIEK NA METROLOGICKÉ SLUŽBY	10
5.4	PREBERANIE A ODOVZDÁVANIE MERADIEL NA KALIBRÁCIU.....	10
5.5	VYBAVOVANIE SŤAŽNOSTÍ.....	10
6	ZÁZNAMY.....	11
7	DOKUMENTÁCIA ETALÓNU	11
7.1	ZÁKLADNÝ OBSAH DOKUMENTÁCIE ETALÓNU	11
7.2	KOMPLEXNOSŤ DOKUMENTÁCIE	11
7.3	ZÁKLADNÁ DOKUMENTÁCIA NÁRODNÉHO ETALÓNU.....	11
7.4	PODROBNÝ ZOZNAM ZÁKLADNEJ DOKUMENTÁCIE NÁRODNÉHO ETALÓNU	12
8	SYSTÉM KONTROLY	13
8.1	KONTROLA ČINNOSTÍ VYKONÁVANÁ OSOBOU ZODPOVEDNOU ZA ETALÓN.....	13
8.2	KONTROLA VEDENÍM ÚSTAVU (INTERNÉ AUDITY).....	14
8.3	PREVIERKA NÁRODNÉHO ETALÓNU.....	14
	PRÍLOHA 1 PROGRAM KALIBRÁCIE A KONTROL MERADIEL	15

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 3
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

1 VŠEOBECNE

Cieľom týchto pravidiel je stanoviť zásady uchovávania a používania národného etalónu zlomku látkového množstva, ktoré majú vytvárať základ na zabezpečenie jednotnosti a správnosti merania látkového množstva v SR. Cieľom činnosti laboratória je vytvorenie podmienok na dlhodobé plnenie funkcie etalónu a zabezpečenie, aby všetky činnosti spojené s realizáciou jednotky zlomku látkového množstva boli vykonávané v súlade so všeobecnými kritériami na činnosť centra chémie podľa medzinárodných odporúčaní.

Za organizačnú činnosť laboratória v súlade s týmito zásadami, implementáciu základných prvkov systému kvality a udržiavanie schváleného systému tak, aby bola zaručená jeho stála vhodnosť a účinnosť je zodpovedný riaditeľ centra chémie.

1.1 Organizačné a ekonomické zabezpečenie uchovávania a používania etalónu

Požiadavky na ekonomické zabezpečenie sa vzťahujú najmä na

- ◆ Uchovávanie etalónu z hľadiska zachovania jeho metrologických parametrov na požadovanej úrovni
- ◆ Prenos hodnôt na ostatné etalóny a meradlá
- ◆ Priestory potrebné na uchovávanie a používanie etalónu
- ◆ Obsluhu so zodpovedajúcimi kvalifikačnými predpokladmi

Objem finančných prostriedkov na zabezpečenie uchovávania a používania etalónu a na jeho nevyhnutné zdokonaľovanie sú pre dané obdobie stanovené záväznými úlohami ústavu.

Pre odbornú spôsobilosť pracovníkov podieľajúcich sa na zabezpečení uchovávania a používania etalónu je potrebné vysokoškolské vzdelanie chemického zamerania, najvhodnejšie špecializácie analytická, fyzikálna alebo anorganická chémia; pre odborné riadenie tejto činnosti aspoň dva roky praxe v odbore.

Osoba zodpovedná za etalón zodpovedá za

- ◆ technický stav a funkčnosť etalónu
- ◆ kontrolu technického stavu a podmienok uchovávania etalónu
- ◆ periodickú kontrolu a vyhodnocovanie metrologických parametrov etalónu
- ◆ medzinárodné porovnanie etalónu
- ◆ prenos reprodukovovaných hodnôt na referenčné etalóny
- ◆ používanie etalónu pri všetkých formách a účeloch z hľadiska zachovania jeho metrologických vlastností
- ◆ údržbu etalónu
- ◆ správne používanie etalónu
- ◆ kompletnosť a správnosť dokumentácie etalónu

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 4
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

2 ETALÓN

2.1 Nadväznosť na základné jednotky SI a prírodné konštanty

Jednotky látkového množstva a združených veličín v chémii umožňujú vyjadrenie množstva rôznych chemických látok rovnakým spôsobom. Súvisia s počtom častíc a to buď atómov, molekúl, iónov, elektrónov alebo iných skupín častíc, pričom druh častíc musí byť špecifikovaný. Látkové množstvo je základnou veličinou používanou v chémii a jej jednotkou je mol – jedna zo základných jednotiek SI.

Realizácia a prenos jednotky mol do praxe sa v SMU i v niektorých popredných národných metrologických ústavoch uskutočňuje prostredníctvom primárneho etalónového zariadenia, ktorého základom je coulometer pracujúci na princípe Faradayových zákonov. Toto sofistikované zariadenie je národným etalónom látkového množstva v SR. Má vynikajúce parametre a dosahuje výborné výsledky v medzinárodných porovnaníach. Má však značne limitované využitie, hlavne na oblasť analýzy niektorých prvkov. V oblasti analýzy zmesí plynov je prakticky nevyužiteľné. V tejto oblasti sa pri analýzach najčastejšie využíva meranie hodnôt veličín zlomok látkového množstva (starší názov mólový zlomok) alebo hmotnostný zlomok.

Prenos jednotky zlomku látkového množstva v plynnej fáze je na úrovni Národného etalónu 023/99 realizovaný gravimetrickou metódou. Jednotka látkového množstva je nadviazaná na kg. Prepočty sú realizované použitím publikovaných hodnôt mólových hmotností prvkov. Postup gravimetrickej prípravy plyných zmesí je popísaný v medzinárodnej norme ISO 6142:2001 Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Gravimetric method. Tento predpis je implementovaný do pracovných postupov v rámci NE v Laboratóriu plynov v SMU.

2.1.1 Veličiny potrebné pre funkciu etalónu látkového množstva

Pre správnu funkciu etalónu látkového množstva je potrebná nadväznosť na nasledovné veličiny:

- ◆ **Hmotnosť** – nadväznosť sa realizuje prostredníctvom etalónových komparátorových váh. Váhy sú kalibrované pomocou závaží nadviazaných na NE hmotnosti SMU.
- ◆ **Mólová hmotnosť** – nadväznosť sa realizuje prepočtami so zadanými hodnotami mólových hmotností, ktoré uvádza IUPAC.
- ◆ **Jednosmerné napätie** – používa sa pri nepriamom meraní zloženia plynnej zmesi. Napäťové stupnice digitálneho multimetra sú nadviazané na NE jednosmerného napätia SMU.
- ◆ **Teplota** – hoci sa nepodieľa priamo na tvorbe jednotky látkového množstva, využíva sa pri určovaní pomocných parametrov pri vážení, určovaní korekcie na vztlak vzduchu a pri zabezpečovaní teploty uchovávaní plyných zmesí.
- ◆ **Tlak** – používa sa ako pomocný parameter pri príprave plyných zmesí, konkrétne pri vákuovaní a plnení, taktiež pri meraní a validácii.
- ◆ **Relatívna vlhkosť** – používa sa ako pomocný parameter pri príprave plyných zmesí, konkrétne pri vážení, taktiež pri meraní a validácii.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 5
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

- ◆ **Prietok** – používa sa ako pomocný parameter pri dávkovaní plynnej zmesi do analyzátoru plynu.

2.1.2 Kalibrácia zariadení používaných v etalóne

Všetky zariadenia, ktoré majú vplyv na výsledky musia byť kalibrované, alebo iným vhodným spôsobom zabezpečená kontrola ich metrologických parametrov. V prípade etalónu zlomku látkového množstva v plynnej fáze ide o nasledovné zariadenia:

1. Zabudované závažia v komparátorových váhach
2. Analytické váhy
3. Multimeter
4. Číslicový tlakomer
5. Snímač vákua
6. Snímač tlaku
7. Snímač teploty
8. Snímač relatívnej vlhkosti
9. Prietokomer

Kalibrácia plynových chromatografov, NDIR analyzátorov a FT-IR spektrometra sa vykonáva pred každým meraním sadou primárnych referenčných materiálov postupmi, ktoré sú dokumentované v pracovných postupoch č.14/260/00, č.15/260/00 a č.16/260/00, kalibrácie mimo laboratória etalónu zlomku látkového množstva podľa kalibračných postupov používaných v príslušných laboratóriách.

2.1.3 Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení

Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení potrebných pre zabezpečenie činnosti etalónu, s uvedením pracoviska kde sa kalibrácia realizuje, je uvedený v prílohe 1. Za dodržanie navrhovaného programu kalibrácie etalónových zariadení je zodpovedný garant etalónu.

2.1.4 Postup pri vzniku poruchy

Pri vzniku poruchy sa etalónové zariadenia odpoja od elektrickej siete, skutočnosť sa nahlási riaditeľovi centra chémie a podniknú sa kroky k náprave v súlade s internými smernicami ústavu. Garant zabezpečí opravu, výmenu, prípadne zaobstaranie náhrady závadného zariadenia v rámci možností laboratória, ústavu alebo dodávateľa zariadenia a skontroluje, či závada nemohla ovplyvniť výsledky predchádzajúcich meraní. Ak výsledky mohli byť ovplyvnené, musia sa považovať len za orientačné.

V prípade, že by pri poruche/oprave mohli byť zmenené metrologické parametre ktoréhokoľvek etalónového a pomocného zariadenia, garant etalónu určí pravidlá a

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 6
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

podmienky tejto mimoriadnej kalibrácie, resp. kontrolného merania alebo kontroly tohto zariadenia.

2.2 Údržba zariadení

2.2.1 Preventívna údržba

Súčasťou starostlivosti o etalóny a etalónové zariadenia, ako aj o pomocné zariadenia je ich *preventívna údržba*. Súčasti etalónu poväčšine nevyžadujú údržbu, vtedy sa údržba realizuje kontrolou funkčnosti zariadenia zapnutím. Ak je údržba nutná, vykonávajú ju pracovníci laboratória podľa návodov na používanie etalónových zariadení. V prípadoch, ak údržba niektorého prístroja vyžaduje externého dodávateľa údržby, pri jeho výbere sa postupuje v zmysle schválených organizačných smerníc ústavu. Spôsob a interval kontrol technického stavu súčastí etalónu je zaznamenaný v evidenčnej karte meradla v elektronickej forme.

2.2.2 Údržba etalónu a jeho častí

Údržba etalónu a jeho častí sa vykonáva podľa časového harmonogramu, ktorý spracováva garant etalónu. O každej činnosti týkajúcej sa údržby etalónu sú vedené záznamy buď v evidenčnej karte etalónového zariadenia, alebo formou správy o údržbe v zošite údržby etalónu. V harmonograme údržby sú definované zariadenia, na ktorých sa pravidelná údržba vykonáva, postup vykonávania údržby, zodpovednosť za vykonanie údržby, rozsah údržby a časový interval opakovania údržby. Spôsob a časový interval údržby etalónu resp. jeho častí je stanovený s ohľadom na používanie príslušnej časti etalónu.

2.3 Opravy zariadení

V prípade, ak opravu zariadení vykonávajú pracovníci laboratória, pred začatím opravy sa vypracuje postup opravy, kde musí byť uvedené predpokladaný rozsah opravy, zodpovednosť za jej realizáciu a spôsob následnej kontroly metrologických parametrov. Za vykonanú opravu časti etalónu v podmienkach laboratória je zodpovedný garant etalónu.

V prípadoch, ak oprava niektorého etalónu alebo prístroja vyžaduje externého dodávateľa, pri jeho výbere sa postupuje v zmysle schválených organizačných smerníc ústavu s prihliadnutím na opravárov odporúčaných výrobcom. Záznam o oprave sa eviduje v zošite opráv etalónu.

Pri opravách, údržbe, vyradovaní meradiel a zariadení z používania, ako aj pri nákupe nových meradiel sa postupuje v zmysle schválených organizačných smerníc ústavu. Návrhy na vybavenie laboratória novou meracou technikou vypracováva garant etalónu, ktorý zodpovedá za výber vhodných meradiel z hľadiska ich technických a metrologických parametrov.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 7
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

2.4 Evidencia

Laboratórium zaznamenáva základné informácie o etalóne a jeho súčiastiach a ich používaní. Záznamy vo forme evidenčnej karty sú v laboratóriu vedené v elektronickej forme. Za aktualizáciu týchto záznamov je zodpovedný garant etalónu.

2.5 Medzinárodné porovnávacie merania

Základným kritériom pre medzinárodnú akceptovateľnosť etalónu a potvrdenie jeho metrologických parametrov sú výsledky dosiahnuté v rámci medzinárodných porovnávacích meraní. Garant etalónu zodpovedá za účasť na vhodných medzinárodných porovnávacích meraniach, ktoré budú realizované v rámci činnosti CCQM, EURAMET, COOMET, resp. dohodnuté v rámci dvojstrannej spolupráce s niektorými zahraničnými metrologickými ústavmi. Časové intervaly týchto porovnaní budeme vyberať tak, aby bol podľa možnosti dodržaný interval porovnaní neprekračujúci štyri roky.

3 PRIESTORY A PROSTREDIE

3.1 Umiestnenie národného etalónu zlomku látkového množstva

Slovenský národný etalón zlomku látkového množstva je umiestnený v SMU v objekte H v laboratóriách . č. 226, 230, 232, 234, 236, 228, 229.

Do laboratória musí byť zavedená elektrická sieť s napätím $225V \pm 10V$, ktorá je nevyhnutná pre činnosť etalónu.

Etalón si vyžaduje umiestnenie v bezprašnom prostredí (klimatizované laboratórium bez okien, s umývateľnou podlahou). Vzhľadom na to, že laboratórium je bez okien, je nutná sústavná výmena vzduchu klimatizačnou technikou. Z hľadiska bezpečnosti sú uvedené priestory zabezpečené bezpečnostným systémom na detekciu toxických a horľavých plynov, protipožiarnym systémom a ventiláciou. K bezpečnostnému systému je vypracovaná podrobná dokumentácia funkcie systému a Požiarno-poplachová smernica pri požiari a/alebo úniku plynu. SNE sa môže používať len pri plnej funkcii celého bezpečnostno-poplachového systému !

V kompetencii osoby zodpovednej za etalón je vymeniť časti etalónu, ktorých zmena neovplyvní metrologické parametre etalónu uvádzané v súhrnnej správe o etalóne. Po zvážení a analýze môže osoba zodpovedná za etalón nahradiť používané pomocné a prídavné etalónové zariadenia za nové (s lepšími parametrami), pričom musí dodržať predpoklad nezhoršenia pôvodných metrologických parametrov uvádzaných pre toto zariadenie v súhrnnej správe ako aj v osvedčení o etalóne. Každá zmena niektorej časti etalónu aj s jej zdôvodnením a prípadným dokladovaním zistených výsledkov sa musí uviesť v príslušnom denníku etalónu s odkazom na príslušný doklad. Konštrukčné zmeny etalónu, ktoré neovplyvnia metrologické parametre etalónu a premiestňovanie etalónu je možné len so súhlasom osoby zodpovednej za etalón. Výmenu niektorej súčasti zostavy, resp. doplnenie zostavy etalónu ďalším zariadením, pri ktorom je možná zmena parametrov etalónu, posudzuje Vedecká rada SMU.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 8
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

3.2 Požadované parametre prostredia

a) počas používania etalónov:

- ◆ teplota $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$; táto teplota musí byť v laboratóriu udržiavaná už najmenej 1 deň pred vážením a meraním zloženia plyných zmesí. Teplota sa meria digitálnym snímačom teploty; zaznamenáva sa do poznámky pri vážení. V prípade, že teplota nie je v požadovanom intervale, je povolené robiť len výskumné merania.
- ◆ relatívna vlhkosť (50 ± 30) %; rovnako ako tlak vzduchu sú takisto monitorované a zaznamenávané.

b) počas uloženia etalónov:

- ◆ teplota $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$
- ◆ relatívna vlhkosť (0 .. 85) %.

4 POUŽÍVANIE ETALÓNOV A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ

4.1 Používanie etalónu je vymedzené na nasledovné činnosti

- ◆ Medzinárodné porovnávacie merania
- ◆ Prenos hodnoty príslušnej veličiny na certifikované referenčné materiály
- ◆ Experimentálne merania v súlade so schváleným plánom úloh
- ◆ Merania slúžiace ako základ pre zdokonaľovanie reťazcov nadväznosti a na všetky experimentálne práce (podľa potreby laboratória).
- ◆ Sledovanie metrologických parametrov etalónu a CRM

4.2 Používanie etalónu osobami

Do laboratórií č. 226, 230, 232, 234, 236 môže samostatne vstupovať len osoba zodpovedná za etalón a pracovníci zaškolení na prácu s etalónom zlomku látkového množstva. Prístup iných osôb je možný len v sprievode osoby zodpovednej za etalón.

Etalón zlomku látkového množstva môže používať iba osoba zodpovedná za etalón (kvalifikovaná osoba s VŠ vzdelaním chemického zamerania, minimálnou praxou 3 roky v danom odbore), prípadne iná kvalifikovaná osoba (s VŠ vzdelaním alebo SŠ vzdelaním a minimálnou praxou 1 rok v danom odbore), zaškolená na určitú činnosť osobou zodpovednou za etalón a môže sa používať iba na stanovenom mieste a v stanovenom prostredí. Na ostatných zariadeniach môžu s vedomím osoby zodpovednej za etalón pracovať len osoby, ktoré plnia povinnosti súvisiace s prípravou certifikovaných referenčných materiálov alebo s vykonávaním metrologických služieb a sú zodpovední za správny chod používaného zariadenia ako aj za deklarované výsledky merania.

Osoba zodpovedná za etalón, Ing. Miroslava Vaľková, je absolventkou CHTF SVŠT (odbor Technická analytická a fyzikálna chémie) a má odbornú prax 15 rokov. Záznamy o dosiahnutej kvalifikácii sú súčasťou Príručky kvality Centra chémie.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 9
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

Na prácu s etalónom sú zaškolení aj RNDr. Zuzana Ďurišová, absolventka UK (odbor organická chémia), RNDr. Viliam Štovčík PhD., absolvent UPJŠ (odbor chémia), Ing. Martin Mirt absolvent STU (odbor technológia ropy a petrochémia), Mgr. Zuzana Tunegová, absolventka UK (odbor organická chémia).

4.3 Bezpečnostné opatrenia

V laboratóriách a skladoch SNE musí byť neustále zapnutá nútená ventilácia vzduchu, a to buď z centrálnej ventilácie alebo z nútenej ventilácie bezpečnostného systému SNE zlomku látkového množstva.

Z hľadiska bezpečnosti a zachovania metrologických vlastností nie je dovolené premiestňovanie zostavy etalónu. V prípade potreby je dovolený opatrný posun zariadení. Prenos etalónov, meracích prístrojov a pomocných zariadení do iných laboratórnych miestností, resp. do iných laboratórií SMU (napr. pri kalibrácii) je povolený len so súhlasom osoby zodpovednej za etalón. Akékoľvek premiestňovanie etalónu je potrebné zaznačiť v denníku etalónu.

Komparátorové váhy a analytické váhy nie je vhodné premiestňovať v rámci laboratórií 230, 234, 236. Ak k premiestneniu dôjde, je nevyhnutná kalibrácia váh.

ND-IR monitory, plynové chromatografy a FT-IR spektrometer nie je vhodné premiestňovať v rámci laboratórií, pretože by bola potrebná nová inštalácia prívodných plynov a zdroja elektrického prúdu. V prípade, že k takému premiestneniu príde, v rámci miestností 226, 230, 234 a 236 bude potrebná nová inštalácia. Fluorescenčný a luminiscenčný analyzátor spolu s dynamickým zmiešavačom nie je vhodné premiestňovať v rámci laboratórií, pretože sú napojené na generátor suchého vzduchu a pracujú ako systém.

Snímač teploty, tlaku a relatívnej vlhkosti musí byť umiestnený v miestnosti 234, kde sú komparátorové váhy pod krytom váh a tiež v miestnosti 230, kde sa vykonávajú kalibrácie a validácie RM.

Plniace zariadenia plynov, homogenizér je možné premiestňovať v rámci laboratórií SNE.

V prípade výpadku elektrického prúdu v laboratóriu počas váženia sa váženie ukončí a skontroluje sa stav váh. Vypnú sa hlavné vypínače na meracích prístrojoch (chromatografy a ND-IR analyzátory) a zatvorí sa prívod plynov. FT-IR spektrometer sa nevypína. Po opätovnom zapojení elektrického prúdu sa váhy nastavujú do základnej polohy a váženie, resp. merania sa zopakujú (po stabilizácii a nastavení meracích parametrov etalónu, v súlade s návodom na jeho obsluhu).

Pred mechanickým poškodením sú prístroje chránené svojou konštrukciou. Komparátorové váhy sú uložené pod krytom, ktorý ich chráni pred prachom a zabraňuje prístupu prievanu, ktorý ovplyvňuje priebeh váženia.

5 PRENOS JEDNOTKY

5.1 Meranie

Metódy a postupy prípravy plyných zmesí a kalibrácie RM sú bližšie uvedené v príslušných pracovných postupoch (PP14/260/00 Pracovný postup na prípravu RM plyných zmesí gravimetrickou metódou, PP 15/260/00 Pracovný postup na validáciu PRM

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 10
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

a kalibráciu RM plyných zmesí na plynovom chromatografe, resp. PP 16/260/00 Pracovný postup na validáciu a kalibráciu RM plyných zmesí na NDIR analyzátore).

Metódy zabezpečenia nadväznosti pre určené meradlá overovaním sú bližšie uvedené v príslušných pracovných postupoch (PP 02/260/00 Pracovný postup na overovanie a kalibráciu analyzátorov výfukových plynov motorových vozidiel, PP 24/260/01 Pracovný postup Typové skúšky a overovanie analyzátorov dychu, resp. PP 27/260/07 Pracovný postup Procesné plynové chromatografy -metrologické a technické požiadavky a metódy metrologických skúšok).

Pri každom meraní sa vykonáva kontrola technického stavu etalónu. Kontrola podmienok uchovávania etalónu sa vykonáva pri meraní porovnaním aktuálnych podmienok s požiadavkami na prostredie etalónu. V prípade nesúladu sa meranie neuskutoční a osoba zodpovedná za etalón zabezpečí nápravu v najkratšom možnom termíne.

Prehľad údajov o kalibrácii, kontrolách, poruchách a údržbe meradla je v samostatnom zošite.

5.2 Doklady

Všetky kalibračné certifikáty CRM sú v centre evidované a kópie vystavených certifikátov sú archivované v miestnosti č. 234. Okrem výsledkov kalibrácie s ich neistotami sú uvedené aj ďalšie dôležité údaje. Správy z medzinárodných porovnaní a certifikáty interných RM sú taktiež archivované v miestnosti č. 234. Výsledky meraní, databáza plyných zmesí a všetky certifikáty sú archivované v elektronickej forme v miestnosti č. 230.

5.3 Evidencia a postup pri vybavovaní požiadaviek na metrologické služby

Požiadavky na metrologické služby v nadväznosti na etalón zlomku látkového množstva sú centrálné evidované v SMU. Pri ich vybavovaní v laboratóriu (cez príjem plynnej zmesi na kalibráciu, vlastnú kalibráciu, zhodnotenie výsledkov a neistôt s následným vyhotovením kalibračného certifikátu) až po vystavenie faktúry za prácu v ekonomickom úseku SMU sa pracuje podľa schválených organizačných smerníc ústavu a príslušných rozhodnutí riaditeľa ústavu.

5.4 Preberanie a odovzdávanie meradiel na kalibráciu

Referenčné materiály na kalibráciu sa umiestnia do laboratória č. 230 alebo do skladov č.228 a 229.

5.5 Vybavovanie sťažností

Postup vybavovania sťažností sa riadi schválenými organizačnými smernicami zaoberajúcimi sa touto problematikou.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 11
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

6 ZÁZNAMY

Technické záznamy a interné protokoly, týkajúce sa meraní vykonaných v laboratóriu obsahujú všetky údaje a informácie potrebné na to, aby bolo možné zopakovať meranie. Záznamy sú robené v súlade s STN EN 45001 a ISO 17025.

Základné náležitosti a spôsob vedenia interných protokolov a technických záznamov, uchovávanie, ochrana a archivovanie sú definované v organizačnej smernici OS25 Záznamy o meraní.

7 DOKUMENTÁCIA ETALÓNU

7.1 Základný obsah dokumentácie etalónu

Účelom dokumentácie etalónu, ktorá obsahuje dokumentáciu etalónu a jeho zložiek je poskytnutie celkových relevantných informácií o etalóne a jeho častiach. Jej hlavnými časťami sú základné technické a metrologické charakteristiky etalónu (vrátane charakteristík zariadení patriacich k etalónu), pravidiel uchovávanía a používania etalónu a pravidiel resp. postupy pri medzinárodnom porovnávaní etalónu prípadne niektorých jeho vybraných hodnôt.

7.2 Komplexnosť dokumentácie

Dokumentácia etalónu je spracovaná s ohľadom na konkretizáciu činnosti etalónu s cieľom v dokumentovanom rozsahu zabezpečiť jednotnosť a správnosť meraní vo vzťahu k uchovávanej a realizovanej jednotke látkového množstva. Za komplexnosť a správnosť údajov v dokumentácii etalónu zodpovedá osoba zodpovedná za etalón.

7.3 Základná dokumentácia národného etalónu

Základnú dokumentáciu národného etalónu látkového množstva tvorí:

- ◆ Súhrnná správa o etalóne (zahrňujúca technické a metrologické parametre),
- ◆ Správy o výsledkoch periodickej kontroly etalónu,
- ◆ Pravidlá používania a uchovávanía etalónu,
- ◆ Prílohy dokladujúce metrologické parametre etalónu a jeho medzinárodnú akceptovateľnosť,
- ◆ Osvedčenie o národnom etalóne Slovenska,
- ◆ Zápis zo záverečného rokovania komisie o návrhu, posudky posudzovateľov,
- ◆ Podklady o zabezpečení systému kvality SMU a centra chémie,
- ◆ Správy o medzinárodných aj medzilaboratórnych porovnávaní etalónov,
- ◆ Pracovné postupy (pre všetky formy použitia etalónov a jeho sledovania):
 - údržba etalónov a zariadení,

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 12
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

- kalibrácia a technická kontrola zariadení
- merania
- návody na obsluhu
- pri vzniku poruchy, strate metrologických parametrov a následný návrh opravy
- zahŕňujúce spôsob zabezpečenia následnej kontroly zariadení po vzniku poruchy
- ◆ Záznam porovnávacích meraní, kalibrácií, kontroly a údržby etalónu a zariadení.
- ◆ Denník etalónu (záznamy o používaní etalónu),
- ◆ Denník zariadení etalónu,
- ◆ Denník opráv zariadení etalónu,
- ◆ Ostatné dokumenty nezahrnuté v predchádzajúcej dokumentácii (časti výskumných správ súvisiace s uchovávaním a sledovaním etalónu, výsledky experimentálnych meraní, výsledky výskumu na etalóne resp. jeho častiach, významná medzinárodná spolupráca a pod.).

7.4 Podrobný zoznam základnej dokumentácie národného etalónu

- ◆ Vedecká správa o etalóne z roku 1998
- ◆ Súhrnná správa o etalóne z roku 1998
- ◆ Pravidlá používania a uchovávaní etalónu
- ◆ Správy o medzinárodných porovnávacích meraniach EUROMET.QM-K3, EUROMET.QM-K4, CCQM-K16 a,b, CCQM-K23 a, b, c, CCQM-K51, CCQM-K52, CCQM-K71, CCQM-P23, CCQM-P73, COOMET.QM-K-23b, CCQM-K74, CCQM-K76, EURAMET.QM-S 4, CCQM-P110 a,b.
- ◆ kalibračné protokoly z kalibrácie meradiel:
 - etalónové závažia komparátorových váh
 - analytické váhy
 - závažia
 - multimetre
 - vákuometre
 - tlakomery
 - teplomery
 - vlhkomery
 - prietokomer
- ◆ PP 02/260/00 Pracovný postup na overovanie a kalibráciu analyzátorov výfukových plynov motorových vozidiel
- ◆ PP14/260/00 Pracovný postup na prípravu RM plyných zmesí gravimetrickou metódou
- ◆ PP15/260/00 Pracovný postup na validáciu PRM a kalibráciu RM plyných zmesí na plynovom chromatografe
- ◆ PP16/260/00 Pracovný postup na validáciu a kalibráciu RM plyných zmesí na NDIR analyzátore
- ◆ PP24/260/01 Pracovný postup Typové skúšky a overovanie analyzátorov dychu
- ◆ PP27/260/07 Pracovný postup Procesné plynové chromatografy -metrologické a technické požiadavky a metódy metrologických skúšok

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 13
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

- ◆ Návod na obsluhu:
 - automatické komparátorové váhy Sartorius
 - analytické váhy Sartorius Genius
 - multimeter Keithley
 - turbomolekulová pumpa Pfeiffer
 - snímač vákua Pfeiffer
 - ND-IR analyzátory Hartmann&Braun, ABB, Thermo
 - regulátor hmotnostného prietoku Brooks
 - FT-IR spektrometer Varian
 - GC Trace
 - GC Varian
 - fluorescenčný analyzátor Thermo
 - luminiscenčný analyzátor Thermo
 - piestový prietokomer na plyn Bronkhorst
 - dynamický zmiešavač plynov MCZ-Umwelttechnik
 - generátor vzduchu MCZ-Umwelttechnik
 - univerzálny merací systém Ahlborn Almemo na snímanie teploty, tlaku a relatívnej vlhkosti
- ◆ záznamy s výsledkami experimentálnych meraní
- ◆ kalibračné certifikáty pomocných meradiel a zariadení

8 SYSTÉM KONTROLY

Kontrola činností súvisiacich s používaním a uchovávaním národného etalónu zlomku látkového množstva je zabezpečovaná na troch úrovniach. Na prvej úrovni je to kontrola činností priamo zabezpečovaná osobou zodpovednou za etalón, na druhej je to kontrola organizovaná vedením ústavu (prostredníctvom auditorov k tomu určených) a na najvyššej úrovni je to previerka vyhlásených národných etalónov, ktorú vykonáva Vedecká rada ústavu.

8.1 Kontrola činností vykonávaná osobou zodpovednou za etalón

Za vykonávanie komplexnej kontroly vo všetkých oblastiach technických činností s národným etalónom látkového množstva zodpovedá osoba zodpovedná za etalón. Zložkami tejto kontroly sú všetky činnosti zamerané na zachovanie metrologických parametrov etalónu, ako aj činnosti súvisiace s prenosom jednotky zlomku látkového množstva na referenčné materiály. V prípade zistenia nedostatkov osoba zodpovedná za etalón musí okamžite prijať opatrenia na realizáciu nápravy.

Celková kontrola etalónu vykonávaná osobou zodpovednou za etalón sa realizuje v súlade s programom kontrol stavu etalónu a zabezpečenia jeho uchovávaní. V programe, ktorý je prílohou č. 1 pravidiel používania a uchovávaní, je uvedený spôsob vykonávania jednotlivých kontrol, ich intervaly a zodpovednosť za jednotlivé etapy kontroly. Za vypracovanie programu kontrol stavu etalónu je zodpovedná osoba zodpovedná za etalón.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 14
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

8.2 Kontrola vedením ústavu (interné audity)

Činnosť laboratória súvisiaca s národným etalón látkového množstva je periodicky kontrolovaná v rámci interného auditu, ktorý má dopredu stanovený program. Cieľom tejto kontroly je zistiť, či činnosť súvisiaca s národnými etalónmi je vykonávaná v súlade so všeobecnými kritériami na činnosť skúšobných a kalibračných laboratórií, stanovenými v STN EN 45 001, ISO 17025, STN ISO 9001.

Postup pri vykonávaní interných auditov, kontrolované činnosti, spôsob a náležitosti záznamov o zisteniach a nápravných opatreniach, postup a spôsob vykonávania nápravných činností a následná kontrola ich vykonania, požiadavky na auditorov, kritéria na zloženie posudzovacích skupín, kompetencie a zodpovednosť zamestnancov ústavu sú definované v organizačnej smernici SMU.

Za realizáciu náprav v zmysle nápravných opatrení vyplývajúcich z interného auditu laboratória je zodpovedný riaditeľ centra.

8.3 Previerka národného etalónu

Previerku národných etalónov Slovenska vykonáva Vedecká rada Slovenského metrologického ústavu, v súlade s Pokynom predsedu Úradu č. 1/1995 a Štatútom Vedeckej rady SMU. Cieľom previerky je preveriť najmä zachovanie metrologických parametrov etalónu na požadovanej medzinárodnej úrovni, technický stav etalónu, dodržanie podmienok uchovávania a používania etalónu, kvalifikáciu personálu pracujúceho s etalónom, zabezpečenie prenosu reprodukovovaných hodnôt. Súčasťou previerky je aj kontrola správnosti a kompletnosti dokumentácie o etalóne a záznamov o používaní etalónu.

Návrh na vykonanie previerky národného etalónu predkladá predseda VR SMU na jej zasadnutí spolu s harmonogramom, ktorým sa stanovuje časový a vecný rozsah previerky.

Po vykonaní previerky sa robí zápis, obsahujúci najdôležitejšie informácie o priebehu previerky, zistených nezhodách a posúdenie ich povahy. Súčasťou zápisu je návrh na vykonanie náprav. Zápis z previerky predkladá predseda komisie VR SMU, ktorý rozhodne o jej zaradení na jej najbližšom zasadnutí.

Na základe zistených skutočností navrhuje VR SMU potrebné opatrenia na predĺženie, pozastavenie, obnovenie, zrušenie, rozšírenie alebo zúženie platnosti Osvedčenia o národnom etalóne.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 15
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

Prílohy

Príloha 1 Program kalibrácie a kontrol meradiel

Názov meradla	Identifikácia	Spôsob „kontroly“	Zabezpečuje garant v spolupráci s	Interval kontrol	Dátum poslednej kontroly	Dátum následnej kontroly
Automatické komparátorové váhy pre zmesi plynov	15001013	kalibrácia závaží	lab. hmotnosti	3 roky	12/2007	12/2010
Analytické váhy	13104318	kalibrácia	lab. hmotnosti	2 roky	08/2009	08/2011
Súprava etalónov.hmotnoStí	004/99	kalibrácia	lab. hmotnosti	5 rokov	05/2006	05/2011
Multimeter	0861168	kalibrácia	lab. el. napätia	5 rokov	12/2007	12/2012
Multimeter	642861	kalibrácia	lab. el. napätia	5 rokov	12/2007	12/2012
Číslicový tlakomer	913698	kalibrácia	lab. tlaku	3 roky	02/2010	02/2013
Plavákový prietokomer	R2U	kalibrácia	lab. prietoku	10 rokov	03/2002	03/2012
Snímač tlaku	143604	kalibrácia	lab. tlaku	2 roky	02/2009	02/2011
Snímač tlaku	192441	kalibrácia	lab. tlaku	2 roky	05/2010	05/2012
Kombinovaný snímač teploty a vlhkosti	01080726	kalibrácia	lab. teploty lab. vlhkosti	2 roky	05/2010	05/2012
Kombinovaný snímač teploty a vlhkosti	99120900	kalibrácia	lab. teploty lab. vlhkosti	2 roky	09/2010	09/2012
Riadiaca jednotka a senzor vakuua	LIA 10216	kalibrácia	lab. tlaku	8 rokov	08/2003	08/2011
Vákuometer	PM C01694C	kalibrácia	lab. tlaku	8 rokov	04/2006	04/2014
Vákuometer	44269529	kalibrácia	lab. tlaku	8 rokov	03/2006	03/2014-
Detekčný systém na CO a výbušné plyny	502,503,504	kalibrácia	výrobca	1,5 roka	10/2010	4/2012
Detekčný systém na CO, NOx, SOx	043	kalibrácia	výrobca	1,5 roka	10/2010	4/2012
Plynový chromatograf	95800	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
Plynový chromatograf	991476	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
ND-IR monitor	24511-0-200110201002	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
ND-IR monitor	24511-0-300110201002	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
ND-IR monitor	A00161641/1000	kontrola funkcie,	-	pred	-	-
ND-IR monitor	0434809600	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU ZLOMKU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 16
Spracovala: Ing. M. Vaľková		Počet strán: 16

Luminiscenčný analyzátor	0434809599	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
Fluorescenčný analyzátor	1434809598	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
Generátor nulového vzduchu	0411-094	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
Dynamický zmiešavač plynu	0608-088 0609-094	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-
FT-IR spektrometer	010-0241-1114	kontrola funkcie, nastavenie	-	pred meraním	-	-