

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 1 από 11

1. Σκοπός

Σκοπός της οδηγίας αυτής είναι να περιγράψει τον τρόπο της εσωτερικής διακρίβωσης ογκομετρικού εξοπλισμού (πιπέτες, σιφώνια, ογκομετρικές φιάλες), θερμομέτρων εργασίας και θερμαντικών συσκευών (υδατολούτρων και μεταλλολούτρων), και σταθμών ελέγχου ζυγών.

2. Υπεύθυνος Εφαρμογής – Εμπλεκόμενα Πρόσωπα

Η παρούσα οδηγία έχει σχεδιασθεί από τον Υπεύθυνο Ποιότητας, ενώ υπεύθυνος εφαρμογής της είναι ο Τεχνικός Υπεύθυνος Τμήματος και οι Αναλυτές.

3. Σταθμική Μέθοδος Διακρίβωσης Ογκομετρικών Σκευών Μεταφοράς Όγκων

Η μέθοδος αυτή βασίζεται στο πρότυπο ISO 8655-6.

3.1. Ο εξοπλισμός που απαιτείται είναι ο εξής (όλες οι αβεβαιότητες με συντελεστή κάλυψη $k = 1$):

1. Αναλυτικός ζυγός με διακριτική ικανότητα κατάλληλη για τον όγκο της εξεταζόμενης συσκευής (βλέπε πίνακα παρακάτω)
2. Αποθήκη υγρού, κατάλληλης χωρητικότητας για τον έλεγχο όλης της σειράς.
3. Φιαλίδια ζυγίσεως, κατάλληλα έτσι, ώστε να αποφεύγεται η απώλεια ύδατος από την εξάτμιση κατά τη μεταφορά και ζύγιση. Για μικρούς όγκους τα φιαλίδια πρέπει να έχουν λόγο ύψος / διάμετρο τουλάχιστον 3:1.
4. Χρονόμετρο με τυπική αβεβαιότητα ≤ 1 s.
5. Θερμόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 0,2$ °C

6. Υγρασιόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 10\%$

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 2 από 11

7. Βαρόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 0,5$ kPa

ΕΛΑΧΙΣΤΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΖΥΓΟΥ			
Ελεγχόμενος (Ονομαστικός) Όγκος V	Διακριτική Ικανότητα (Resolution) mg	Επαναληψιμότητα και Γραμμικότητα mg	Τυπική Αβεβαιότητα Μέτρησης mg
$1 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \mu\text{L}$	0,001	0,002	0,002
$10 \mu\text{L} \leq V \leq 100 \mu\text{L}$	0,01	0,02	0,02
$100 \mu\text{L} \leq V \leq 1000 \mu\text{L}$	0,1	0,2	0,2
$1 \text{ mL} \leq V \leq 10 \text{ mL}$	0,1	0,2	0,2
$10 \text{ mL} \leq V \leq 200 \text{ mL}$	1	2	2

Σε περίπτωση μη διαθεσιμότητας του κατάλληλου ζυγού, κάθε ζύγιση αποτελείται από 10 μεταφορές όγκου, έτσι ώστε να χρησιμοποιείται ο ζυγός με την επόμενη διακριτική ικανότητα. Έτσι, για μια πιπέτα 10 μL εάν μια ζύγιση αποτελείται από 10 μεταφορές ($10 \times 10 = 100 \mu\text{L}$) μπορεί να χρησιμοποιηθεί ζυγός 4 δεκαδικών (διακριτική ικανότητα 0,1 mg, αντί 5 δεκαδικών που απαιτείται).

3.2. Χρησιμοποιείται νερό απεσταγμένο ή απιονισμένο που ανταποκρίνεται στο Grade 3 του ISO 3696 (αντίσταση 17,8 M Ω), απαερωμένο ή εξισορροπημένο στον αέρα. Το νερό βρίσκεται σε θερμοκρασία δωματίου.

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 3 από 11
------------------	------------------	--------------------------------	-----------------

3.3. Συνθήκες Ελέγχου

Συσκευές που αποσυναρμολογούνται σε βάση ρουτίνας (π.χ. για καθαρισμό) πρέπει να γίνει τούτο τουλάχιστον μια φορά πριν τη διακρίβωση. Οι συσκευές πρέπει να χειρίζονται σύμφωνα με τις οδηγίες του κατασκευαστή. Η διακρίβωση γίνεται σε δωμάτιο χωρίς ρεύματα με σταθερές περιβαλλοντικές συνθήκες (σχετική υγρασία > 50% και σταθερή θερμοκρασία ($\pm 0,5$ °C) στην περιοχή 15 – 30 °C).

Η προς διακρίβωση συσκευή και το νερό ελέγχου παραμένουν στο δωμάτιο για ικανό χρόνο, τουλάχιστον 2 ώρες για εξισορρόπηση. Για όγκους μικρότερους των 50 μ L πρέπει να λαμβάνονται υπόψη σφάλματα λόγω εξάτμισης του υγρού κατά τη ζύγιση (κρίσιμη επιλογή φιαλιδίου ζύγισης (μικρή επιφάνεια) και κρίσιμος χρόνος κύκλου). Το σφάλμα λόγω εξάτμισης μπορεί να προσδιορισθεί και να περιληφθεί στον υπολογισμό αβεβαιότητας.

Ο χρόνος κύκλου ελέγχου (χρόνος ζύγισης ενός μεταφερόμενου όγκου) πρέπει να διατηρείται ελάχιστος και να μην υπερβαίνει τα 60 s. Είναι σημαντικό να είναι κανονικός, εντός του κύκλου και μεταξύ των κύκλων έτσι, ώστε να μπορεί να εφαρμοσθεί μαθηματική διόρθωση λόγω εξάτμισης.

Ο ελεγχόμενος όγκος, σε περιπτώσεις συσκευής σταθερού όγκου, είναι ο ονομαστικός όγκος της συσκευής. Σε περιπτώσεις συσκευών μεταβαλλόμενου όγκου, ελέγχονται τουλάχιστον 3 όγκοι (ονομαστικός, περίπου στο 50% του ονομαστικού όγκου και το μικρότερο όριο χρήσιμης περιοχής όγκου ή 10% του ονομαστικού όγκου (όποιο είναι μεγαλύτερο). Η μέτρηση σε επιπλέον όγκους είναι προαιρετική. Το σύστημα ρύθμισης της συσκευής (στροφές, κλίμακα) πρέπει να είναι κατάλληλο για την επιλογή των όγκων ελέγχου.

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 4 από 11

Για σκοπούς διακρίβωσης χρησιμοποιούνται 10 μετρήσεις για κάθε ελεγχόμενο όγκο. Σε περίπτωση πολλαπλών μεταφορών λόγω μη διαθεσιμότητας του κατάλληλου ζυγού, χρησιμοποιούνται 10 μεταφορές ανά ζύγιση. Για σκοπούς ελέγχου ποιότητας μπορεί να μειωθεί ο αριθμός μετρήσεων (π.χ. 6 μετρήσεις).

3.4. Διαδικασία Ζύγισης

Για συσκευές σχεδιασμένες να μεταφέρουν (to deliver, Ex) ο ελεγχόμενος όγκος μεταφέρεται στο φιαλίδιο ζύγισης. Για συσκευές σχεδιασμένες να περιέχουν (to contain, In) ο ελεγχόμενος όγκος απομακρύνεται από το φιαλίδιο ζύγισης (π.χ. ο όγκος που αναρροφάται κατά τη χρήση αραιωτή (dilutor)).

Στην αρχή και στο τέλος της διαδικασίας ζύγισης, η θερμοκρασία του νερού ελέγχου στον περιέκτη καταγράφεται στο πλησιέστερο 0,2 °C. Η ατμοσφαιρική πίεση στο δωμάτιο ελέγχου πρέπει να καταγράφεται στο πλησιέστερο 1kPa και η σχετική υγρασία στο πλησιέστερο 10%.

3.4.1. Διακρίβωση πιπέτας ενός καναλιού

1. Τοποθετείται νερό στο φιαλίδιο ζύγισης σε βάθος τουλάχιστον 3 mm.
2. Καταγράφεται η θερμοκρασία του νερού και η ατμοσφαιρική πίεση και η σχετική υγρασία του δωματίου.
3. Τοποθετείται το ακροφύσιο (tip) στην πιπέτα.
4. Πληρώνεται το ακροφύσιο με νερό και απορρίπτεται στα απόβλητα 5 φορές (εξισορρόπηση υγρασίας στο νεκρό όγκο αέρα).
5. Τοποθετείται το φιαλίδιο με το προστεθέν νερό στο δίσκο του ζυγού (αφαιρείται οποιοδήποτε ξηραντικό μέσο από το θάλαμο του ζυγού).

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 5 από 11

6. Εκτελείται ο ακόλουθος κύκλος ελέγχου:

- a. Αντικαθίσταται το ακροφύσιο στην πιπέτα
- b. Γεμίζεται το ακροφύσιο με νερό, με βύθισμα 2-3 mm κάτω από την επιφάνεια του νερού. Αφαιρείται η πιπέτα κάθετα και προσεκτικά από την επιφάνεια του νερού.
- c. Απορρίπτεται το νερό στα απόβλητα για προύγρυνση του ακροφυσίου και επαναγεμίζεται.
- d. Καταγράφεται η μάζα m_0 του φιαλιδίου με το νερό ή μηδενίζεται το απόβαρο ($m_0 = 0$). Ενεργοποιείται το χρονόμετρο.
- e. Μεταφέρεται το νερό στο φιαλίδιο ζύγισης, ακουμπώντας το άκρο του ακροφυσίου στο εσωτερικό τοίχωμα του φιαλιδίου ακριβώς πάνω από την επιφάνεια του υγρού σε γωνία περίπου 30° έως 45° και σέρνοντας το για 8-10 mm στο εσωτερικό τοίχωμα για την απομάκρυνση κάθε σταγόνας γύρω από το ακροφύσιο.
- f. Καταγράφεται η μάζα m_1 του φιαλιδίου ή εάν έγινε μηδενισμός απόβαρου η μάζα m_i .
- g. Επαναλαμβάνεται ο κύκλος ελέγχου 10 φορές για να καταγραφούν οι μάζες m_1 έως m_{10} .
- h. Μετά από χρόνο ίσο με το δεκαπλάσιο χρόνο ενός κύκλου ξαναζυγίζεται η μάζα m_{11}

3.4.2 . Αξιολόγηση

Υπολογίζεται η απώλεια μάζας ανά κύκλο: $(m_{10} - m_{11}) / 10$.

Υπολογισμός διορθωμένης μάζας κάθε μεταφερόμενης ποσότητας:

- Εάν δεν χρησιμοποιήθηκε μηδενισμός απόβαρου υπολογίζεται η μάζα m_i με αφαίρεση $m_1 - m_0$, $m_2 - m_1$, ..., $m_{10} - m_{11}$.

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 6 από 11

- Προστίθεται η απώλεια μάζας ανά κύκλο σε κάθε μεταφερόμενη ποσότητα.

Μετατρέπεται η μάζα m_i σε όγκο V_i , λαμβάνοντας υπόψη την πυκνότητα του νερού και την άνωση του αέρα. Χρησιμοποιείται ο παράγοντας διόρθωσης (Z correction factor)

$$V_i = m_i \times Z$$

Προστίθενται οι 10 όγκοι ($n = 10$) V_i και διαιρούνται δια 10 για να υπολογισθεί ο μέσος όγκος V_{mean} εκφραζόμενος σε μL ή mL

$$V_{mean} = \sum V_i / 10$$

Εάν η θερμοκρασία ελέγχου είναι διαφορετική από τη θερμοκρασία ρύθμισης της πιπέτας ($20\text{ }^\circ\text{C}$) και εάν ο θερμικός συντελεστής διόρθωσης της πιπέτας Y είναι γνωστός η σχέση μετατροπής γίνεται

$$V_i = m_i \times Z \times Y$$

Υπολογισμός Συστηματικού Σφάλματος (Ακρίβεια)

Υπολογίζεται το συστηματικό σφάλμα E_s της συσκευής σε μL ή % χρησιμοποιώντας τις σχέσεις ($V_s =$ όγκος ελέγχου):

$$E_s = V_{mean} - V_s$$

$$\% E_s = \left[\frac{V_{mean} - V_s}{V_s} \right] \times 100$$

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 7 από 11

Υπολογισμός Τυχαίου Σφάλματος

Υπολογίζεται το τυχαίο σφάλμα της πιπέτας, ως τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum (V_i - V_{mean})^2}{n-1}}$$

$$\%RSD = \frac{s_r}{V_{mean}} \times 100$$

Αξιολόγηση Συμμόρφωσης

Το συστηματικό σφάλμα συγκρίνεται με το μέγιστο ανεκτό σφάλμα (ISO 8655-2 (Πίνακας 2)).

Το τυχαίο σφάλμα συγκρίνεται με το απόλυτο ή σχετικό μέγιστο επιτρεπτό τυχαίο σφάλμα (ISO 8655-2 (Πίνακας 2)).

Η αβεβαιότητα της πιπέτας υπολογίζεται λαμβάνοντας υπόψη όλες τις συνιστώσες σφάλματος.

$$U = |E_s| + 2 s_r (95\%)$$

Η διακρίβωση επαναλαμβάνεται ετησίως και διεξάγονται και ενδιάμεσοι έλεγχοι ανά τρίμηνο.

Τα πειραματικά δεδομένα καταγράφονται στο έντυπο ΟΕ-01-E01

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 8 από 11

3. Συγκριτική Μέθοδος Διακρίβωσης Θερμομέτρων Εργασίας

Με τη μέθοδο αυτή γίνεται εσωτερική διακρίβωση των θερμομέτρων εργασίας με σύγκριση των μετρήσεων θερμοκρασίας με αυτές που λαμβάνονται με θερμόμετρο αναφοράς (θερμόμετρο διακριβωμένο από εξωτερικό εργαστήριο διακρίβωσης).

Οι παράμετροι που εξετάζονται είναι:

- Ακρίβεια (accuracy) σε σχέση με διακριβωμένο θερμόμετρο αναφοράς.
- Επαναληψιμότητα μετρήσεων όταν μετρείται μια σταθερή θερμοκρασία.

3.1. Υλικά και Συσκευές

- Ιχνηλάσιμο διακριβωμένο θερμόμετρο αναφοράς
- Υδατόλουτρο ψυχόμενο
- Υδατόλουτρο θερμαινόμενο
- Λουτρό ελαίου υψηλού σημείου βρασμού
- Μίγμα πάγου – νερού

3.2. Διαδικασία ελέγχου ακρίβειας

Ανάλογα με την περιοχή θερμοκρασιών, τα προς διακρίβωση θερμόμετρα και το θερμόμετρο αναφοράς, τοποθετούνται:

- Σε ψυχόμενο υδατόλουτρο για θερμοκρασίες $< 5\text{ }^{\circ}\text{C}$
- Σε μίγμα νερού – πάγου για θερμοκρασία περίπου $0\text{ }^{\circ}\text{C}$
- Σε υδατόλουτρο με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία και ανάδευση για θερμοκρασίες μεγαλύτερες από θερμοκρασία δωματίου μέχρι $95\text{ }^{\circ}\text{C}$. Εναλλακτικά μπορεί να χρησιμοποιηθεί μεταλλόλουτρο στις υποδοχές του οποίου τοποθετούνται εφαρμοζόμενοι σωλήνες με νερό.

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 9 από 11
------------------	------------------	--------------------------------	-----------------

- Για θερμόμετρα συσκευών (ψυγείων, καταψυκτών, υδατολούτρων, θαλάμων, φούρνων, κλπ) τοποθετούνται εντός της συσκευής δίπλα – δίπλα.

Αφού διαπιστωθεί θερμική εξισορρόπηση καταγράφονται οι ενδείξεις του θερμομέτρου αναφοράς και του θερμομέτρου εργασίας υπό διακρίβωση.

3.3. Διαδικασία ελέγχου επαναληψιμότητας

Επιλέγονται τουλάχιστον δύο θερμοκρασίες, με βάση τη σκοπούμενη χρήση του θερμομέτρου, και καταγράφονται οι ενδείξεις του προτύπου θερμομέτρου και του θερμομέτρου αναφοράς.

Η διαδικασία επαναλαμβάνεται τουλάχιστον 6 φορές.

3.4. Επεξεργασία αποτελεσμάτων

Ακρίβεια: Υπολογίζεται η απόκλιση (σφάλμα) ως προς το θερμόμετρο αναφοράς. Εάν η απόκλιση είναι μεγαλύτερη από το όριο ανοχής, καθιερώνεται ως διόρθωση των μετρήσεων.

Επαναληψιμότητα: Υπολογίζεται ο μέσος όρος και η τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας s_r . Επίσης υπολογίζεται και η μέση απόκλιση από τη μέση ένδειξη του θερμομέτρου αναφοράς. Ελέγχεται εάν είναι εντός προδιαγραφών.

Υπολογισμός αβεβαιότητας:

Χρησιμοποιείται η τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας (s_r), η τυπική αβεβαιότητα του θερμομέτρου αναφοράς [$u_{ref} = a / \sqrt{3}$ ή εάν δίδεται από το πιστοποιητικό διακρίβωσης (95%) $u_{ref} = U/2$] και το σφάλμα μέτρησης (u_{bias} , διαφορά των μέσων όρων):

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 10 από 11

$$U = 2u_c = \sqrt{\left(\frac{s_r}{\sqrt{n}}\right)^2 + u_{ref}^2 + u_{bias}^2}$$

4. Διακρίβωση θερμολούτρων / μεταλλολούτρων (Thermoblock)

Εξετάζονται η θερμική σταθερότητα και θερμική επαναληψιμότητα. Η διακρίβωση γίνεται ετησίως.

4.1. Διαδικασία

- Εξισορρόπηση για τουλάχιστον 12 ώρες.
- Ρύθμιση θερμοκρασίας στην επιθυμητή τιμή.
- Τοποθέτηση διακριβωμένου θερμομέτρου σε επιλεγμένες οπές, στις οποίες έχουν τοποθετηθεί σωλήνες με νερό. Επιλέγονται τουλάχιστον 5, στις κορυφές και στο μέσο ενός σχήματος X.
- Αναμονή 10 min για εξισορρόπηση θερμοκρασίας
- Λήψη 10 μετρήσεων ανά 2 min, χωρίς την απομάκρυνση του θερμομέτρου
- Σύγκριση θερμοκρασιών διακριβωμένου θερμομέτρου με αυτές του ενσωματωμένου ηλεκτρονικού θερμομέτρου.
- Επανάληψη διαδικασίας στα επόμενα σημεία

4.2. Υπολογισμοί - Αξιολόγηση

- Ελέγχεται η σταθερότητα της θερμοκρασίας σε κάθε θέση (μη εμφάνιση ολίσθησης, ανεκτή τυπική απόκλιση)
- Συγκρίνονται οι μέσοι όροι των θερμοκρασιών (έλεγχος ομοιομορφίας κατανομής) στα 5 σημεία και υπολογίζεται η τυπική τους απόκλιση.

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

Κωδικός ΟΕ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 11 από 11
-------------------------	-------------------------	---------------------------------------	--------------------------------

Υπολογισμός αβεβαιότητας

Λαμβάνονται υπόψη:

- Η αβεβαιότητα του θερμομέτρου αναφοράς (u_{ref}) από το πιστοποιητικό διακρίβωσης.
- Η αβεβαιότητα σταθερότητας (u_{stab}) = s_r / \sqrt{N} στη χειρότερη θέση
- Η αβεβαιότητα ομοιομορφίας (u_{hom}) από την τυπική απόκλιση των γενικών μέσων όρων της κάθε θέσεως.

$$U = 2u_c = \sqrt{u_{ref}^2 + u_{stab}^2 + u_{hom}^2}$$

5. Έλεγχος Ψυγείων / Καταψυκτών

Ελέγχεται όπως και στην περίπτωση των μεταλλολούτρων η ακρίβεια του ενσωματωμένου ηλεκτρονικού θερμομέτρου, η σταθερότητα της θερμοκρασίας και η ομοιομορφία κατανομής με τοποθέτηση του διακριβωμένου θερμομέτρου στα διάφορα ράφια του ψυγείου ή καταψύκτη.

6. Διακρίβωση σταθμών ελέγχου ζυγών

Ελέγχονται κατά την ημέρα της διακρίβωσης του αναλυτικού ζυγού από εξωτερικό εργαστήριο διακριβώσεων και συγκρίνονται ως προς τα όρια ανοχής τους.

6. Έντυπα:

ΟΕ-01-EN-01 Εσωτερική Διακρίβωση Πιπετών

ΟΕ-01-EN-02 Εσωτερική Διακρίβωση Θερμομέτρων

ΟΕ-01-EN-03 Εσωτερική Διακρίβωση Μεταλλολούτρου

ΟΕ-01-EN-04 Εσωτερικός Έλεγχος Ψυγείων / Καταψυκτών

ΟΕ-01-EN-05 Εσωτερική διακρίβωση σταθμών ελέγχου ζυγών

7. Αρχεία

Τα συμπληρωμένα Έντυπα φυλάσσονται στο Αρχείο Διακριβώσεων / Ελέγχων

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΠΙΠΕΤΩΝ			
Κωδικός ΟΕ-01-ΕΝ-01	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 1 από 1

Κωδικός πιπέτας: Ονομαστικός όγκος (μL):

Θερμοκρασία νερού: Χρησιμοποιούμενος Ζυγός:

Συντελεστής Διόρθωσης (Z) (ISO 8655-6, Annex A):

Προδιαγραφές (ISO 8655-2 Πίνακας 2)

Τυχαίο σφάλμα: Συστηματικό σφάλμα:

A/A μέτρησης	Βάρος	Μάζα νερού mg	Διορθωμένη μάζα νερού mg	V _i (m _i x Z) μL
m ₀				
m ₁				
m ₂				
m ₃				
m ₄				
m ₅				
m ₆				
m ₇				
m ₈				
m ₉				
m ₁₀				
m ₁₁				
Απώλεια Μάζας Νερού (m ₁₀ – m ₁₁) / 10				
Μέσος όγκος (μL)				
Συστηματικό σφάλμα: E _s και %E _s				
Τυχαίο σφάλμα: s _r και %RSD				
Αβεβαιότητα: U = E _s + 2 s _r (95%)				

Ο Αναλυτής

Δήλωση Συμμόρφωσης

Ημερομηνία:.....

Ο Τεχνικός Υπεύθυνος

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΩΝ			
Κωδικός ΟΕ-01-ΕΝ-02	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 1 από 1

Κωδικός θερμομέτρου: Θερμόμετρο αναφοράς:.....

Προδιαγραφές: Αβεβαιότητα:

A/A	Θερμοκρασία A: °C			Θερμοκρασία B: °C		
	Θερμόμετρο Εργασίας (ΘΕ) °C	Θερμόμετρο Αναφοράς (ΘΑ) °C	Σφάλμα (ΘΕ- ΘΑ) °C	Θερμόμετρο Εργασίας (ΘΕ) °C	Θερμόμετρο Αναφοράς (ΘΑ) °C	Σφάλμα (ΘΕ- ΘΑ) °C
1						
2						
3						
4						
5						
6						
M.O						
s _r						
Διαφορά μέσων όρων						
Αβεβαιότητα						

$$U = 2u_c = \sqrt{\left(\frac{s_r}{\sqrt{n}}\right)^2 + u_{ref}^2 + u_{bias}^2}$$

Ο Αναλυτής..... Δήλωση καταλληλότητας

Ημερομηνία..... Ο Τεχνικός Υπεύθυνος

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ**ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ****ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ****ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΜΕΤΑΛΛΟΛΟΥΤΡΟΥ**Κωδικός
ΟΕ-01-ΕΝ-03Αρ. Έκδοσης: **1.0**Ημερομηνία Έκδοσης
10/12/08Σελίδα **1** από **4**

Κωδικός μεταλλολούτρου..... Θερμόμετρο αναφοράς:.....

Προδιαγραφές: Αβεβαιότητα:.....

Ελεγχόμενη Θερμοκρασία: °C Block: (A, K, Δ):

ΘΕΣΗ ΑΝΩ ΑΡΙΣΤΕΡΑ (ΑΑ)			
A/A	ΕΝΔΕΙΞΗ ΜΕΤΑΛΟΛΟΥΤΡΟΥ (EM) °C	ΕΝΔΕΙΞΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ (ΘΑ) °C	ΣΦΑΛΜΑ (EM – ΘΑ) °C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
ΟΛΙΣΘΗΣΗ (ΝΑΙ/ΟΧΙ)			
Μέσος Όρος			
s _r			

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ**ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ****ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ****ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΜΕΤΑΛΛΟΛΟΥΤΡΟΥ**Κωδικός
ΟΕ-01-ΕΝ-03Αρ. Έκδοσης: **1.0**Ημερομηνία Έκδοσης
10/12/08Σελίδα **2** από **4****ΘΕΣΗ ΑΝΩ ΔΕΞΙΑ (ΑΔ)**

A/A	ΕΝΔΕΙΞΗ ΜΕΤΑΛΟΛΟΥΤΡΟΥ (ΕΜ) °C	ΕΝΔΕΙΞΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ (ΘΑ) °C	ΣΦΑΛΜΑ (ΕΜ – ΘΑ) °C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
ΟΛΙΣΘΗΣΗ (ΝΑΙ/ΟΧΙ)			
Μέσος Όρος			
s_r			

ΘΕΣΗ ΚΑΤΩ ΑΡΙΣΤΕΡΑ (ΚΑ)

A/A	ΕΝΔΕΙΞΗ ΜΕΤΑΛΟΛΟΥΤΡΟΥ (ΕΜ) °C	ΕΝΔΕΙΞΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ (ΘΑ) °C	ΣΦΑΛΜΑ (ΕΜ – ΘΑ) °C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
ΟΛΙΣΘΗΣΗ (ΝΑΙ / ΟΧΙ)			
Μέσος Όρος			
s_r			

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΜΕΤΑΛΛΟΛΟΥΤΡΟΥ

Κωδικός
ΟΕ-01-ΕΝ-03

Αρ. Έκδοσης: 1.0

Ημερομηνία Έκδοσης
10/12/08

Σελίδα 3 από 4

ΘΕΣΗ ΚΑΤΩ ΔΕΞΙΑ (ΚΔ)

A/A	ΕΝΔΕΙΞΗ ΜΕΤΑΛΟΛΟΥΤΡΟΥ (ΕΜ) °C	ΕΝΔΕΙΞΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ (ΘΑ) °C	ΣΦΑΛΜΑ (ΕΜ – ΘΑ) °C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
ΟΛΙΣΘΗΣΗ (ΝΑΙ/ ΟΧΙ)			
Μέσος Όρος			
s_r			

ΘΕΣΗ ΚΕΝΤΡΟ (Κ)

A/A	ΕΝΔΕΙΞΗ ΜΕΤΑΛΟΛΟΥΤΡΟΥ (ΕΜ) °C	ΕΝΔΕΙΞΗ ΘΕΡΜΟΜΕΤΡΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ (ΘΑ) °C	ΣΦΑΛΜΑ (ΕΜ – ΘΑ) °C
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
ΟΛΙΣΘΗΣΗ (ΝΑΙ/ΟΧΙ)			
Μέσος Όρος			
s_r			

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΜΕΤΑΛΛΟΛΟΥΤΡΟΥ			
Κωδικός ΟΕ-01-ΕΝ-03	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 4 από 4

ΣΥΝΟΨΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ			
ΘΕΣΗ	ΜΕΣΟΣ ΟΡΟΣ	ΤΥΠΙΚΗ ΑΠΟΚΛΙΣΗ ΘΕΣΗΣ	ΟΛΙΣΘΗΣΗ
ΑΝΩ ΑΡΙΣΤΕΡΑ			
ΑΝΩ ΔΕΞΙΑ			
ΚΑΤΩ ΑΡΙΣΤΕΡΑ			
ΚΑΤΩ ΔΕΞΙΑ			
ΚΕΝΤΡΟ			
ΜΕΣΟΣ ΟΡΟΣ ΘΕΣΕΩΝ			
ΤΥΠΙΚΗ ΑΠΟΚΛΙΣΗ ΘΕΣΕΩΝ			
ΑΒΕΒΑΙΟΤΗΤΑ (U 95%)			

$$U = 2u_c = \sqrt{u_{ref}^2 + u_{stab}^2 + u_{hom}^2}$$

Ο Αναλυτής:

Ημερομηνία:

Δήλωση Καταλληλότητας

Ο Τεχνικός Υπεύθυνος

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ			
ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ			
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ			
ΕΣΩΤΕΡΙΚΟΣ ΕΛΕΓΧΟΣ ΨΥΓΕΙΩΝ / ΚΑΤΑΨΥΚΤΩΝ			
Κωδικός ΟΕ-01-ΕΝ-04	Αρ. Έκδοσης: 1.0	Ημερομηνία Έκδοσης 10/12/08	Σελίδα 2 από 2

Α/Α	ΡΑΦΙΑ							
	5°		6°		7°		8°	
	ΘΑ	ΕΘ	ΘΑ	ΕΘ	ΘΑ	ΕΘ	ΘΑ	ΕΘ
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
M.O								
SD								
Σφάλμα ΕΘ - ΘΑ								

Συμπέρασμα – Αξιολόγηση: Εύρος Μέσων Όρων Θ Ραφιών:..... %RSD Θ Ραφιών:

Ο Αναλυτής Δήλωση Καταλληλότητας

Ο Τεχνικός Υπεύθυνος

Ημερομηνία:

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΑΘΗΝΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ – ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ

ΕΣΩΤΕΡΙΚΗ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΣΤΑΘΜΩΝ ΕΛΕΓΧΟΥ ΖΥΓΩΝ

Κωδικός
ΟΕ-01-ΕΝ-05

Αρ. Έκδοσης: **1.0**

Ημερομηνία Έκδοσης
10/12/08

Σελίδα **1** από **1**

Χρησιμοποιούμενος Ζυγός:

ΟΝΟΜΑΣΤΙΚΟ ΒΑΡΟΣ (g)	1 ^Η ΜΕΤΡΗΣΗ	2 ^Η ΜΕΤΡΗΣΗ	3 ^Η ΜΕΤΡΗΣΗ	ΜΕΣΟΣ ΒΑΡΟΣ
1 g				
2 g (A)				
2 g (B)				
5 g				
10 g				
20 g (A)				
20 g (B)				
50 g				
100 g				
200 g				

Συμπέρασμα – Αξιολόγηση:

Ο Αναλυτής Δήλωση Καταλληλότητας

Ο Τεχνικός Υπεύθυνος

Ημερομηνία: