

Spojność pomiarowa

Walidacja (*dobór metody*)



Spojność
(*odniesienie do wzorca
jednoski miar*)

Budżet niepewności
(*cecha wniku pomiaru*)

Wymagania systemowe

- Szkolenie personelu
- Kontrola dokumentacji
- zapisy
- Nadzór nad wyposażeniem
- Odpowiedzialność

Wymagania techniczne

- Walidacja procedury
- Spójność wyniku
- Niepewność wyniku
- Stosowanie CRMs
- Badanie międzylaboratoryjne

Spójność jest właściwością wyniku pomiaru lub wzorca jednostki miary, polegającą na tym, że można je powiązać z określonymi odniesieniami, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności.

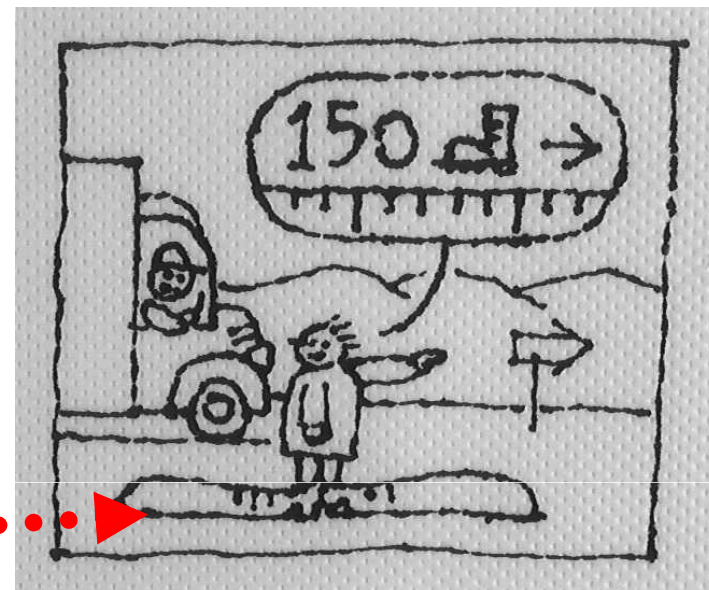
[VIM 3, 2.41]

1

2

3

4



Jednostki

Nazwy

Długości mila lądowa; mila morska; staja; kabel; sążeń; jard; **stopa**; przęsło; ..
ogniwo; dłoń; sznur; pręt; cal; linia; kaliber; cycero; punkt

Powierzchni taunship; mila kwadratowa; akr; rud; sznur kwadratowy; sążeń kwadratowy; jard kwadratowy

Objętości sążeń sześcienny; kord; tona rejestrowana; chaldron; ćwierć; sak; buszel; garniec; galon; kwarta; pinta; gill; uncja; minim; beczka;

Masy tona; long cwt; sług; funt; funt aptekarski; penniweit

Międzynarodowy Układ Jednostek (SI) :

‘usystematyzowany zbiór jednostek miar, przyjętych i zalecanych przez Generalną Konferencję Miar’

| | |
|-----------------|--|
| Metr | jednostka długości; |
| Kilogram | jednostka masy; |
| Sekunda | jednostka czasu; |
| Amper | jednostka prądu elektrycznego; |
| Kelwin | jednostka temperatury termodynamicznej; |
| Kandela | jednostka światłości; |
| Mol | jednostka liczności materii (dopiero od 1971 r) |



Mol jest to liczność (ilość) materii, występująca gdy liczba cząstek jest równa liczbie atomów zawartych w masie 0,012 kg izotopu węgla 12.

Uwaga: przy stosowaniu jednostki '**mol**' należy określić rodzaj cząstek: atomy, molekuly, jony, elektrony itp., albo określone zespoły takich cząstek.

N_A - liczba AVOGADRO

określa liczbę cząstek w 1 molu

$$N_A = 6,022\ 136\ 7 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1} \pm U_c$$

Wyznaczona eksperymentalnie dla kryształu Si na podstawie:

- **parametrów sieci krystalicznej**
- **gęstości**
- **masy molowej pojedynczego kryształu krzemu**

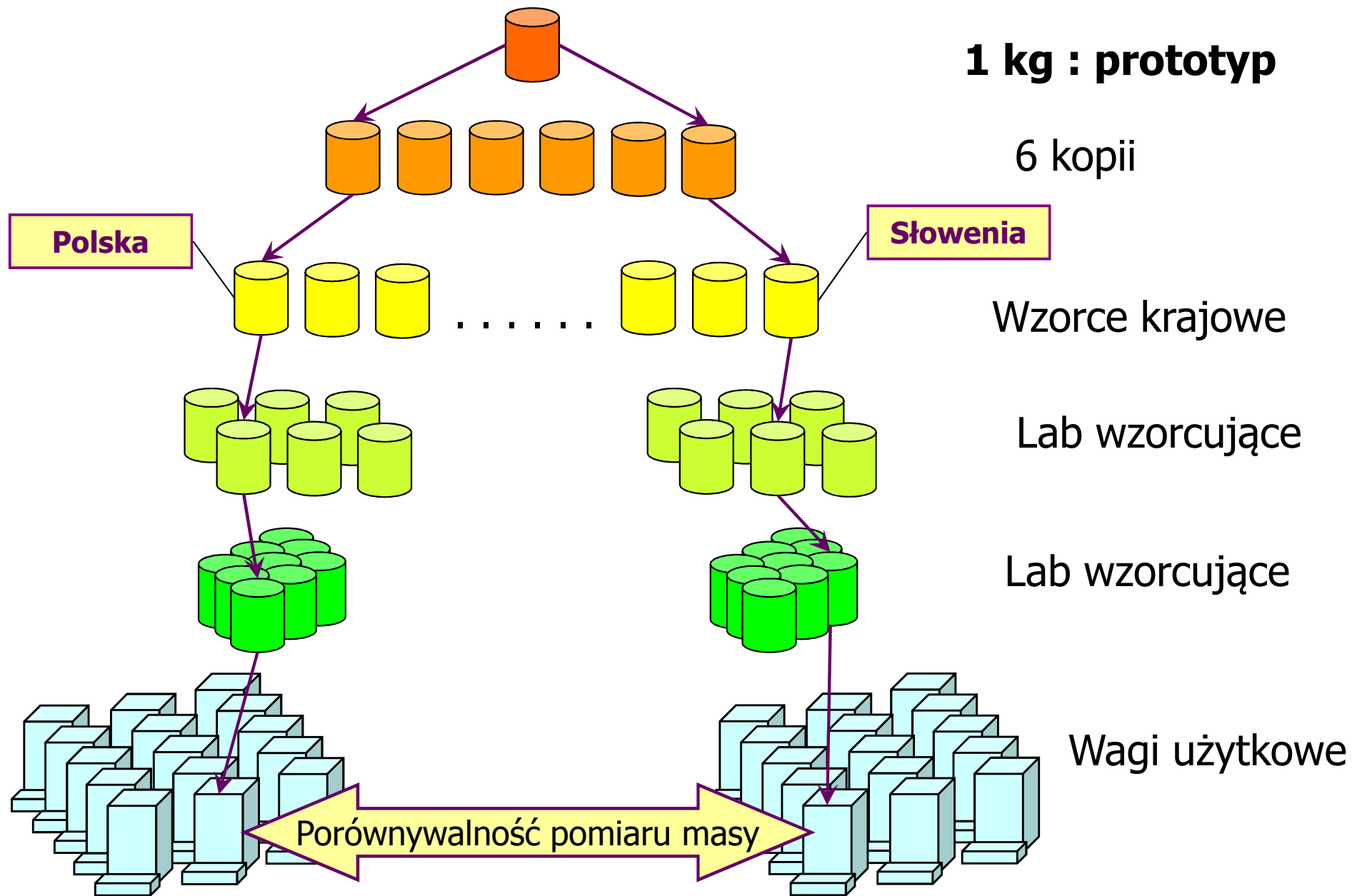
Niepewność wartości N_A [$\times 10^{-7} \text{ mol}^{-1}$]

| 1989 r. | 1995 r. | 1997 r. | 1999 r. |
|---------|---------|---------|---------|
| 8,3 | 3,1 | 1,3 | 1,6 |

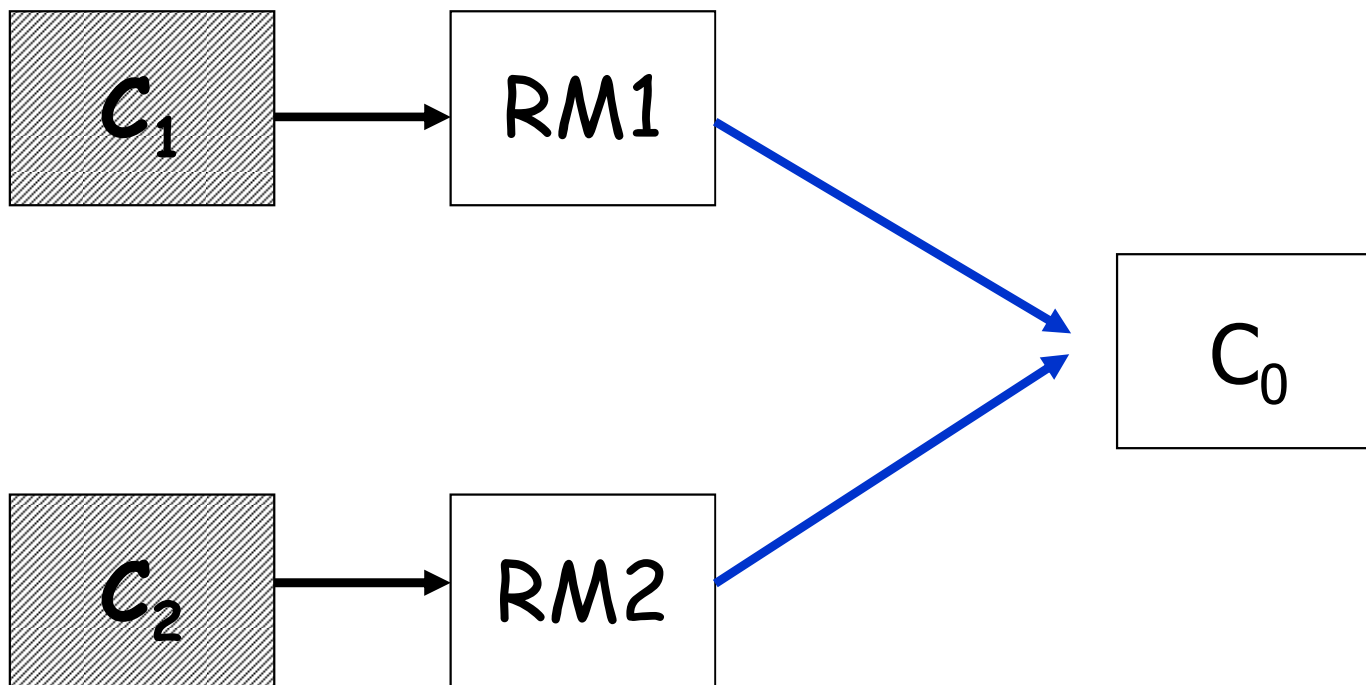
Porównanie wyników pomiarów jest możliwe jedynie wtedy, gdy wyniki są wyrażone w *takich samych jednostkach* (*skali pomiarowej*)

- Jednostki SI (*m, kg, s, A, K, mol, cd*) lub ich kombinacje
- Uznane międzynarodowo wzorce jednostek (poza SI), na przykład:
 - ✓ skala delta w pomiarach izotopowych
 - ✓ skala pH
 - ✓ liczba oktanowa dla paliwa
 - ✓ pomiary spektrofotometryczne dla barwy (CIE Lab system, Lovibond,...)

Spójność pomiarów masy



Wybór odniesienia -
wybór wzorca odniesienia



Czy C_1 & C_2 są
porównywalne?

Tak, poprzez wspólny
wzorzec odniesienia

Określenie
&
Zapewnienie
&
Wykazanie

... stwierdzenie w jaki sposób
... wykonanie w laboratorium
... opisanie procedury

... spójności

- ① Określenie wielkości mierzonej
- ② Wybór odpowiednich:
 - procedury pomiarowej
 - równania modelowego
- ③ Wykazanie (walidacja) że:
 - równanie modelowe jest poprawne (uwzględnione zostały wszystkie istotne elementy)
 - warunki pomiarowe są poprawne
- ④ Zapewnienie spójności dla każdego parametru:
 - wybór odpowiednich wzorców
 - kalibracja za pomocą wzorców
- ⑤ Szacowanie niepewności

[EURACHEM/CITAC Guide, 2002]

Analit: Substancja oznaczana
np. cholesterol

Substancja oznaczana: Zawartość danej substancji
wyznaczona zgodnie z daną procedurą (VIM,2.6) n.p.
stężenie cholesterolu w surowicy

- Walidacja oraz spójność pomiarowa
walidacja służy zapewnieniu spójności pomiarowej
- Spójność oraz niepewność
*“nieprzerwany” łańcuch porównań &
“nieprzerwana” propagacja niepewności*

Spójność

- Określona dla **każdej** wartości związanej z daną procedurą / zapisanej w równaniu modelowym
- Zapewniona poprzez **kalibrację** z wykorzystaniem odpowiednich wzorców

Rodzaj wzorca

Instytucja

spójność metrologiczna

- Podstawowy
- Międzynarodowy
- Państwowy
- Odniesienia
- Pośredniczący
- Przenośny
- Roboczy

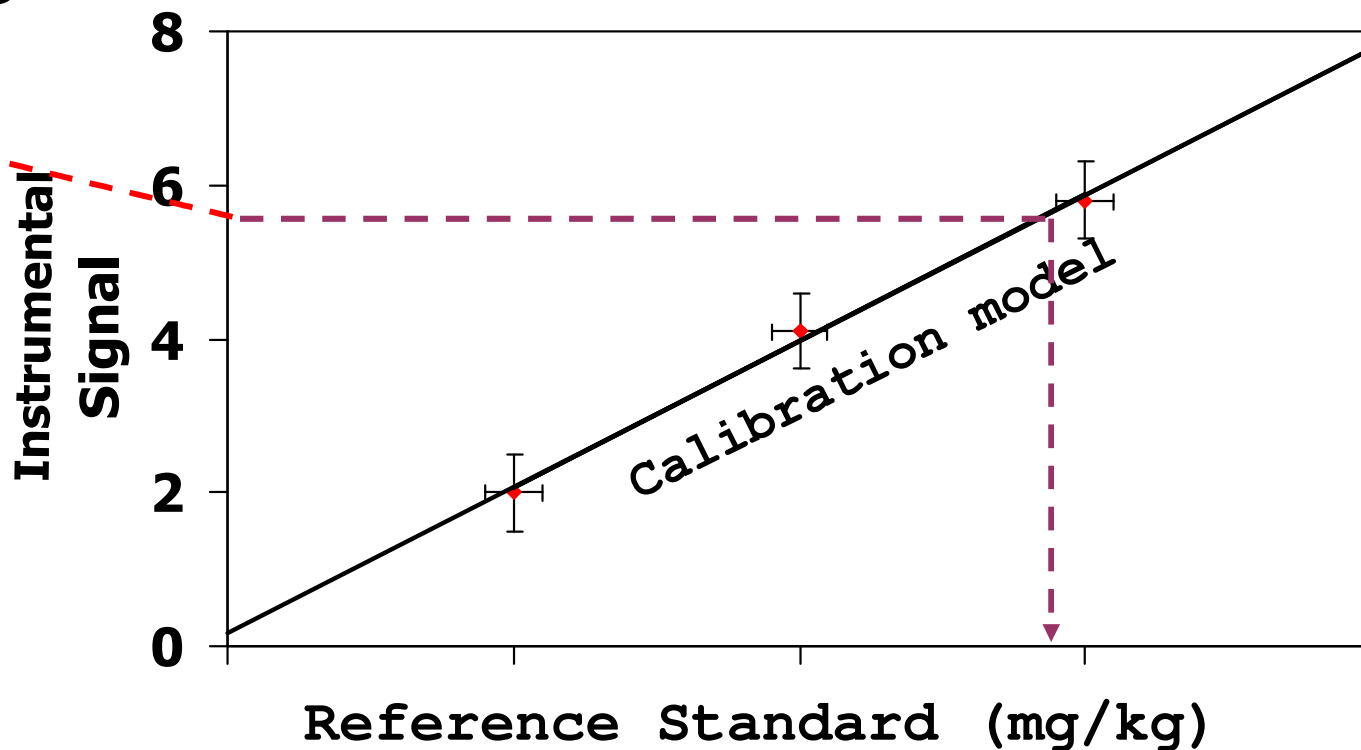
- BIPM
- Narodowy Instytut Metrologiczny
- Laboratorium wzorujące
- Laboratorium pomiarowe
- Laboratorium badawcze

Niepewność

*[ILAC-G2:1994]
Traceability of Measurements*

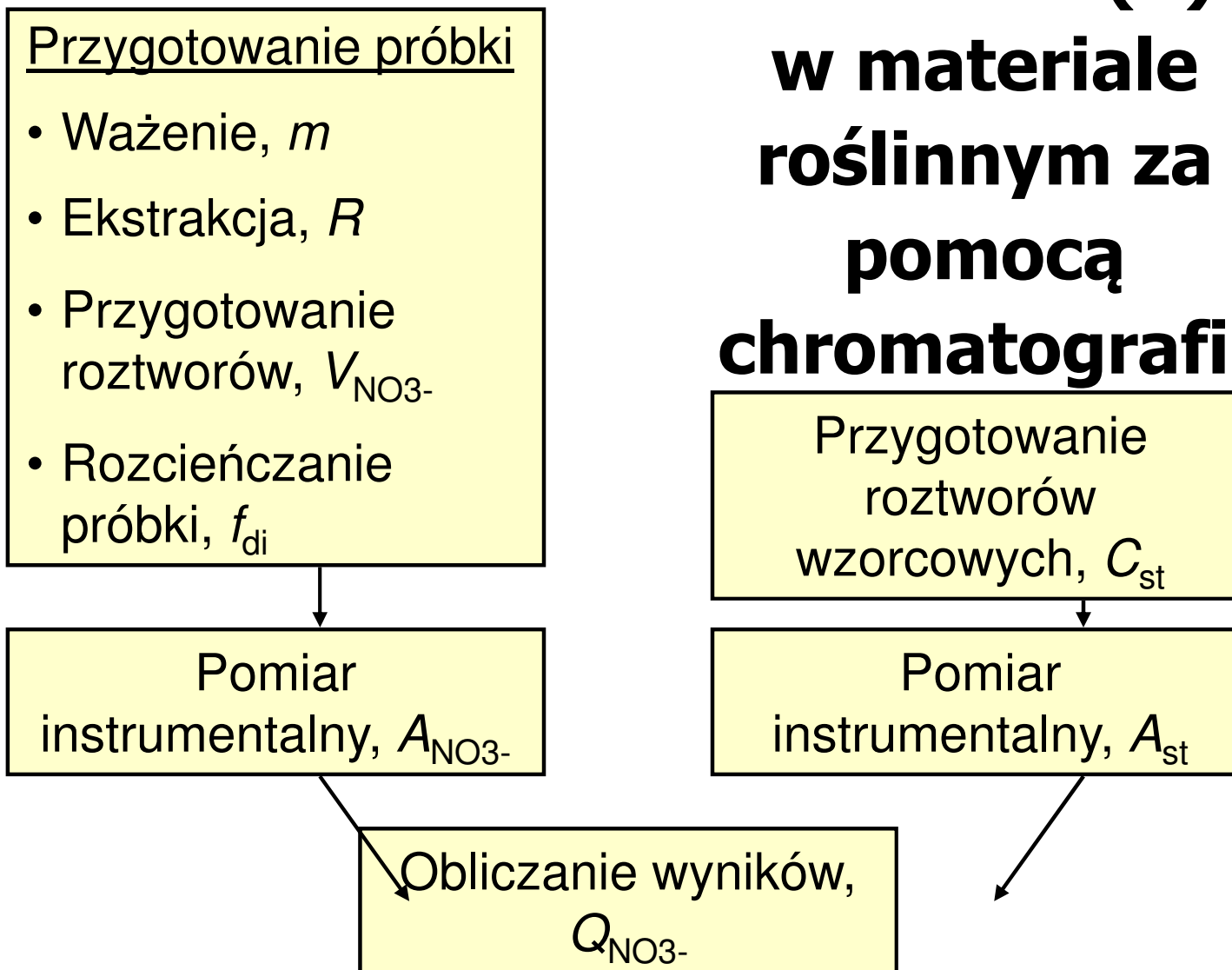
Spójne? względem?

Ważenie



Spójne? względem?

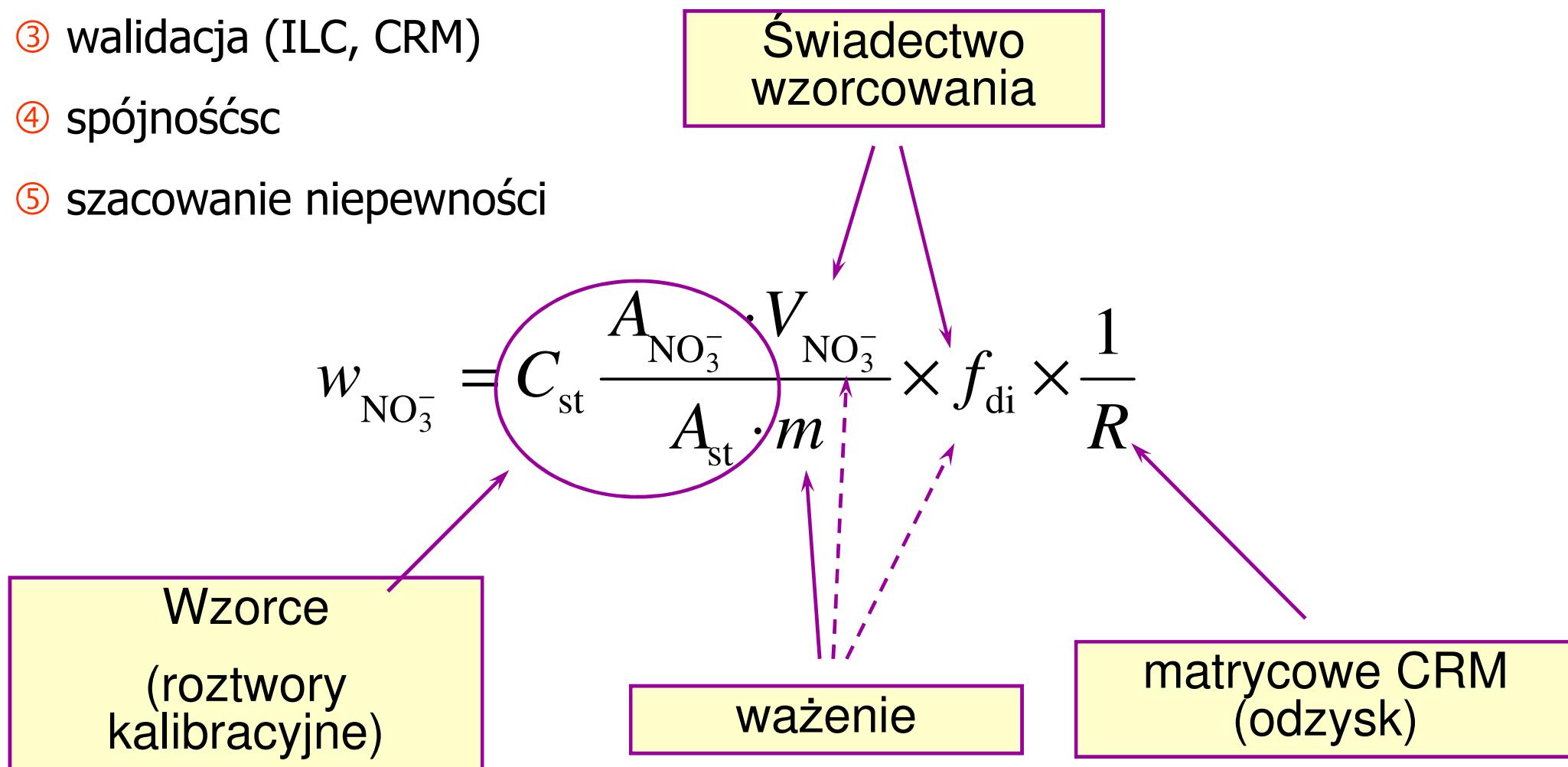
Oznaczenie azotanów(V) w materiale roślinnym za pomocą chromatografii



- ① **Określenie wartości mierzonej**
- ② **Wybór odpowiednich:**
 - procedury pomiarowej; - równania modelowego
- ③ **Wykazanie (poprzez walidację) poprawności:**
 - Wybranych warunków pomiarowych; - równania modelowego
- ④ **Wykazanie spójności pomiarowej:**
 - wybór odpowiedniego wzorce; - kalibracja za pomocą wzorców
- ⑤ **Wyznaczenie niepewności**

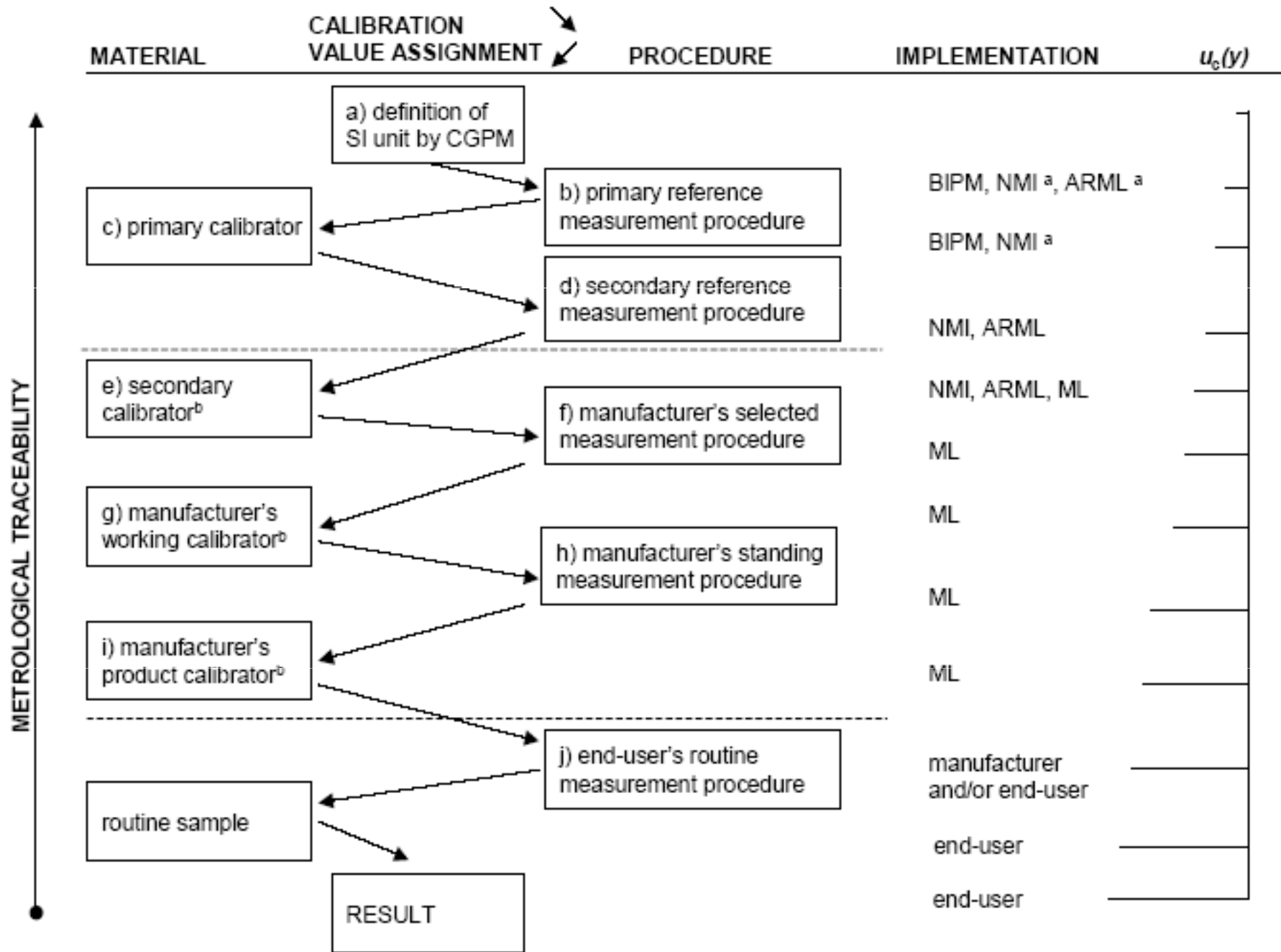
[EURACHEM/CITAC Guide, 2002]

- ① wartość mierzona: zawartość azotanów w materiale roślinnym
- ② równanie modelowe
- ③ walidacja (ILC, CRM)
- ④ spójność
- ⑤ szacowanie niepewności

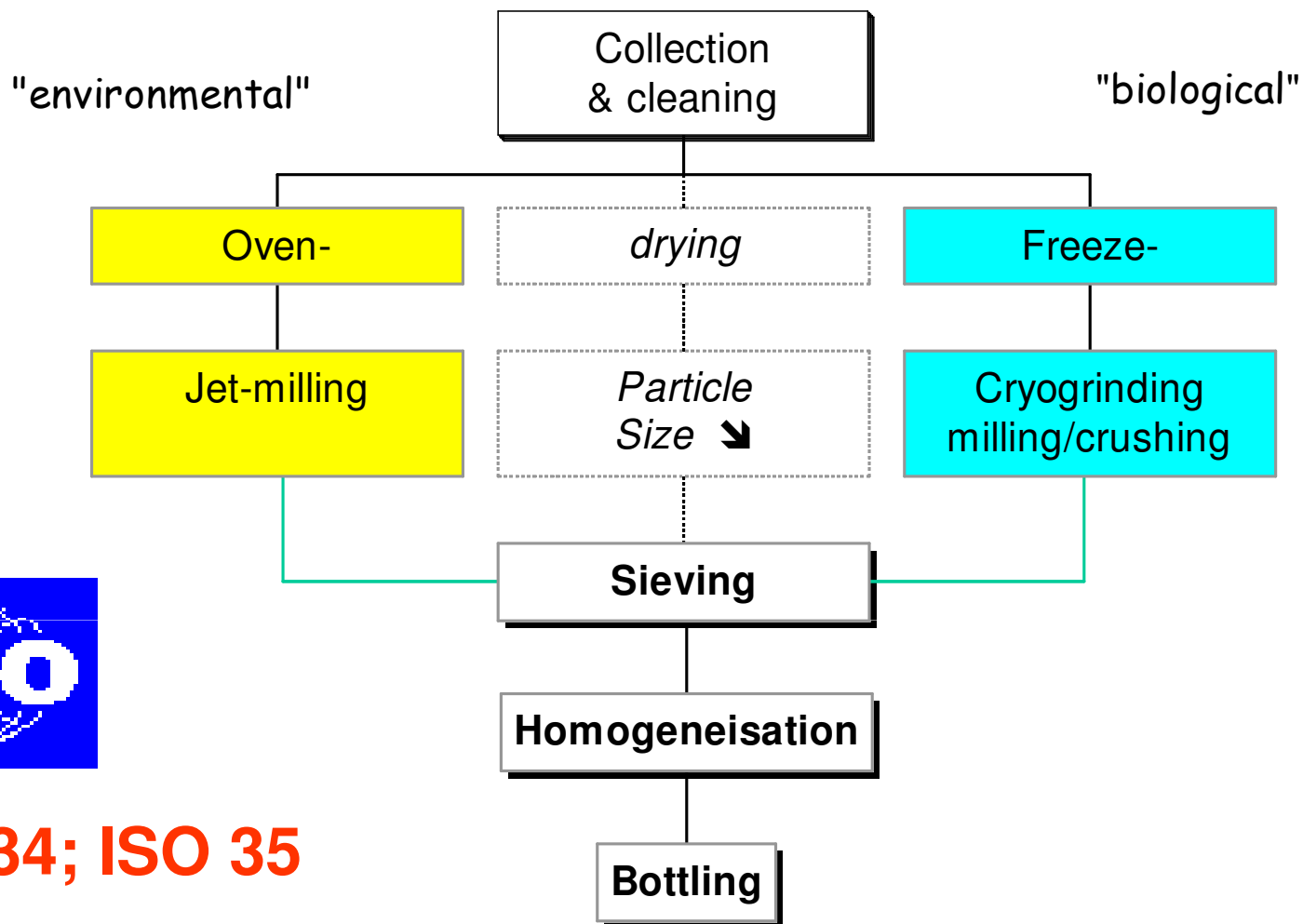


Realizacja spójności pomiarowej w pomiarach chemicznych

- **Czyste wzorce kalibracyjne**
(roztwór wzorcowy Pb do pomiarów AAS)
- **Czyste substancje wzorcowe**
(wysokiej czystości Cu do przygotowania roztworów matrycowych)
- **Matrycowe substancje odniesienia (C)RM**
(cholesterol w surowicy krwi)



Wytwarzanie (C)RM



ISO 34; ISO 35

FOSFATAZA ZASADOWA
ALKALINE PHOSPHATASE
(ALP)

| | |
|--|----------------------------------|
| IFCC, bufor AMP z p-nitrofenylofosforanem p-Nitrophenylphosphate, AMP buffer (IFCC) | 197 U/l (37°C) 126 U/l (25°C) |
| DGKC, bufor DEA z p-nitrofenylofosforanem p-Nitrophenylphosphate, DEA buffer (DGKC) | 278 U/l (37°C) 178 U/l (25°C) |
| Sucha chemia / Dry chemistry | 187 U/l |

FOSFATAZA ZASADOWA
ALKALINE PHOSPHATASE
(ALP)

| | |
|--|----------------------------------|
| IFCC, bufor AMP z p-nitrofenylofosforanem p-Nitrophenylphosphate, AMP buffer (IFCC) | 349 U/l (37°C) 223 U/l (25°C) |
| DGKC, bufor DEA z p-nitrofenylofosforanem p-Nitrophenylphosphate, DEA buffer (DGKC) | 454 U/l (37°C) 290 U/l (25°C) |
| Sucha chemia / Dry chemistry | 304 U/l |





PREZES
GŁÓWNEGO URZĘDU MIAR
Warszawa, ul. Elektoralna 2

Warszawa, 26 września 2003 r.

DECYZJA NR UW 15/2003

Na podstawie art. 104 kodeksu postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2000 r. Nr 98, poz. 1071 z późn. zm.) i § 5 ust. 1 pkt 1 rozporządzenia Ministra Gospodarki, Pracy i Polityki Społecznej z dnia 30 stycznia 2003 r. w sprawie uznawania wzorców jednostek miar za państwowe wzorce jednostek miar (Dz. U. Nr 31, poz. 257)

UZNAJĘ

Wzorzec jednostki miary napięcia elektrycznego stałego, który jest układem pomiarowym składającym się z wzorca pierwotnego opartego na zjawisku Josephsona ze złączem o napięciu znamionowym 10 V oraz systemu pomiarowego do kontroli charakterystyk i kalibracji, za państwowy wzorzec jednostki miary.

Dokumentację państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego stanowi świadectwo wraz z załącznikami, którymi są:

- 1) księga państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego,
- 2) hierarchiczny układ sprawdzeń przyrządów do pomiarów napięcia elektrycznego stałego,
- 3) dokumentacja techniczna państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego,
- 4) instrukcja obsługi państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego.

Miejscem stosowania i przechowywania państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego jest Główny Urząd Miar, Zakład Metrologii Elektrycznej, 00-139 Warszawa, ul. Elektoralna 2.

Od decyzji przysługuje wniosek o ponowne rozpatrzenie sprawy do Prezesa Głównego Urzędu Miar w terminie 14 dni od dnia jej doręczenia.



Włodzimierz Sanocki



PREZES
GŁÓWNEGO URZĘDU MIAR

ul. Elektoralna 2,
00-950 Warszawa P-10

tel.: (0 22) 620 59 70

fax: (0 22) 620 83 78
e-mail: electricity@gum.gov.pl

ŚWIADECTWO PAŃSTWOWEGO WZORCA JEDNOSTKI MIARY NR 15

NAZWA WZORCA

Państwowy wzorzec jednostki miary napięcia elektrycznego stałego uznany decyzją Prezesa Głównego Urzędu Miar nr UW 15/2003 z dnia 26 września 2003 r. (MP z 2004 r. Nr 1, poz. 20).

CHARAKTERYSTYKA

Państwowy wzorzec jednostki miary napięcia elektrycznego stałego, jest układem pomiarowym składającym się z wzorca pierwotnego opartego na zjawisku Josephsona ze złączem o napięciu znamionowym 10 V oraz systemu pomiarowego do kontroli charakterystyk i kalibracji.
Wartość niepewności rozszerzonej względnej odtworzenia jednostki miary przy poziomie ufności 95 % ($k = 2$) wynosi $U = 5 \cdot 10^{-5}$.

MIEJSCE STOSOWANIA I PRZECHOWYWANIA

Główny Urząd Miar, Zakład Metrologii Elektrycznej
ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa.

ZAŁĄCZNIKI DO ŚWIADECTWA

- 1) księga państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego,
- 2) hierarchiczny układ sprawdzeń przyrządów do pomiarów napięcia elektrycznego stałego,
- 3) dokumentacja techniczna państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego,
- 4) instrukcja obsługi państwowego wzorca jednostki miary napięcia elektrycznego stałego.



Warszawa, 20 stycznia 2004 r.

Włodzimierz Sanocki