

# SÚHRNNÁ SPRÁVA

## k previerke národného etalónu

**Národný etalón:** NE 022/02 Národný etalón látkového množstva

**Osoba zodpovedná  
za národný etalón:** Ing. Michal Máriássy, CSc.

**Správu vypracoval:** Ing. Michal Máriássy, CSc.

**Bratislava, december 2010**

## OBSAH

<b>1. Technicko ekonomické zdôvodnenie potreby a výberu NE látkového množstva</b>	<b>3</b>
<b>2. Podrobný popis NE látkového množstva a s ním spojených zariadení .</b>	<b>6</b>
<b>3. Špecifikácia metrologických vlastností NE látkového množstva</b>	<b>6</b>
<b>Základné metrologické parametre:</b>	<b>7</b>
<b>4. Prehľad výsledkov výskumu a vývoja a medzinárodných porovnaní.</b>	<b>8</b>
<b>Technický stav NE látkového množstva:</b>	<b>8</b>
<b>Výsledky medzinárodných porovnávacích meraní:</b>	<b>9</b>
<b>5. Inštitúcie, útvary a osoby zodpovedné za NE látkového množstva</b>	<b>10</b>
<b>6. Zoznam publikácií o NE látkového množstva</b>	<b>11</b>
<b>7. Zoznam dokumentov súvisiacich s NE látkového množstva</b>	<b>13</b>
príloha 1 Certifikát NE 22	15
príloha 2 Pravidlá uchovávania a používania NE látkového množstva	19
príloha 3 Správa z porovnania CCQM-K59	35
príloha 4 Správa z porovnania CCQM-K48	55
príloha 5 CMC tabuľky v databáze BIPM	77
Príloha 6 Návrh certifikátu národného etalónu látkového množstva - 2010	79

Názov etalónu: Národný etalón látkového množstva NE 022

Forma a dátum vyhlásenia etalónu: Osvedčenie o národnom etalóne pod číslom 022/99 zo dňa 15.6.1999 vydané UNMS SR v Bratislave; certifikovaný Slovenským metrologickým ústavom v súlade s ustanovením §6 a §32 ods. 2 písm. d) zákona č. 142/2000 Z. z. o metrologii a o zmene a doplnení niektorých zákonov dňa 25.7.2002 a 15.12.2004 - certifikát č. 022/04, Revízia 1 (príloha 1).

Osoba zodpovedná za národný etalón: Ing. Michal Máriássy, PhD.

## 1. TECHNICKO-EKONOMICKÉ ZDÔVODNENIE POTREBY A VÝBERU NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

Jednou zo základných úloh SMU definovanými Štatútom SMU je výskum, vývoj, realizácia a medzinárodné porovnávanie primárnych etalónov a stupníc národohospodársky významných fyzikálnych veličín. Ako výsledok tejto činnosti je odovzdanie týchto stupníc do praxe - teda nadviazanie etalónov nižších rádov na etalóny SMU.

Metrológia látkového množstva má v systéme nadväznosti a kalibrácie meradiel významné postavenie, vyplývajúce najmä z troch skutočností:

1. Hlavnou jednotkou látkového množstva je mól, šiesta základná jednotka sústavy SI.

Mól je látkové množstvo sústavy, ktorá obsahuje práve toľko elementárnych jedincov (entít), koľko je atómov v 0,012 kg uhlíka 12. Keď sa používa mól, elementárne entity musia byť špecifikované a môžu nimi byť atómy, molekuly, ióny, elektróny, iné častice alebo špecifikované zoskupenia týchto častíc.

Samotná definícia neumožňuje priamu realizáciu jednotky podľa definície, v praxi sa preto používajú rôzne prístupy.

2. Meranie látkového množstva k najrozšírenejším meraniam, aj keď v porovnaní s fyzikálnymi meraniami pomerne menej presným (relatívna neistota merania dosahuje prinajlepšom okolo  $10^{-5}$  až  $10^{-6}$ ). Rozsah merania látkového množstva na Slovensku sa pohybuje od  $10^{-20}$  do 0,05 mol. Merania látkového množstva sú potrebné nielen v chémii samotnej a chemickom priemysle, ale aj v ostatných oblastiach od geológie, hutníctva atď. po potravinárstvo, zdravotníctvo a obchod. Veľmi dôležitou oblasťou je aj ekológia. Okrem toho sa meranie chemického zloženia, či už priamo alebo nepriamo, využíva aj pri etalonáži ďalších fyzikálnych veličín, ako napr. teplota, viskozita, pH.

3. Látkové množstvo, ako základná fyzikálna veličina sústavy SI, sa priamo podieľa na odvodení a realizácii hodnôt ďalších fyzikálnochemických veličín a limituje presnosť ich merania.

V SMU Bratislava sa metrologii látkového množstva venuje náležitá pozornosť, výsledkom ktorej je kvalita prístrojového vybavenia laboratória látkového množstva SMU porovnateľná s úrovňou iných metrologicky vyspelých štátov, aj keď umožňuje len merania v oblasti látok používaných na kalibračné účely.

### Princíp coulometrie

Coulometria je založená na priamej alebo nepriamej elektrochemickej premene stanovovanej látky. Na úplnú elektrochemickú premenu látkového množstva  $n$  je potrebný elektrický náboj  $Q$ , ktorého veľkosť vyjadruje Faradayov zákon:

$$Q = n \cdot z \cdot F \quad (1)$$

kde  $z$  - nábojové číslo elektrochemickej reakcie  
 $n$  - látkové množstvo stanovovanej látky  
 $F$  - Faradayova konštanta

Pri ampérostatickej coulometrii sa roztok elektrolyzuje konštantným prúdom, takže náboj sa vypočíta ako súčin priemerného prúdu a doby trvania elektrolýzy; prúd sa pritom meria ako pokles napätia na etalónovom rezistore. Stanovenie látkového množstva je teda v priamom vzťahu k základným jednotkám SI a nevyžaduje porovnanie s referenčným materiálom. Faradayova konštanta patrí k základným prírodným konštantám. Komisia pre elektroanalytickú chémiu navrhla už v roku 1974 na základe dosiahnutého stavu Faradayovu konštantu za základný chemický štandard [1].

Národný etalón látkového množstva plní svoju funkciu od roku 1998, nadväzujúc na činnosť predchádzajúceho manuálneho zariadenia pracujúceho na rovnakom princípe. Slovenský národný etalón látkového množstva sa používa na prenos stupnice látkového množstva na primárne referenčné materiály a na zabezpečenie metrológie odvodených fyzikálnych veličín bezprostredne závislých od látkového množstva. Medzi tieto veličiny patrí najmä koncentrácia látkového množstva, hmotnostná koncentrácia, atď.

Z celosvetového hľadiska ešte problém etalonáže a nadväznosti v chémii nie je úplne zvládnutý. Existujú oblasti, v ktorých sa dosahuje jednotnosť merania, avšak problémom je práve priama nadväznosť na primárne etalóny. Pritom v extenzitnom vyjadrení rozsah meraní látkového množstva teoreticky pokrýva škálu od  $10^{-23}$  mol po desiatky milimólov.

V zahraničí sa práce v oblasti etalonáže látkového množstva rozvíjajú v niekoľkých oblastiach:

- Zabezpečenie primárnej etalonáže látkového množstva - okrem coulometrických zariadení sa v niektorých ústavoch uberajú charakterizáciou čistých látok určením obsahu všetkých nečistôt, čo je mimoriadne náročné na vybavenie a zdroje.
- Zabezpečenie nadväznosti pre merania stopových obsahov látok v rôznych matriciach, najmä za použitia IDMS
- Veľké metrologické ústavy najvyspelejších štátov sa v poslednom čase venujú aj otázkam etalonáže v bioanalýze, etalonáži pri analýze povrchov a pod.

V BIPM sa po r. 2000 začali tiež budovať laboratória zaoberajúce sa metrológiou v chémii – najprv v oblasti analýzy plynov, najmä ozónu a neskôr práce zamerané na stanovenie čistoty organických látok.

Principiálne je možné budovať primárnu etalonáž aj použitím iných princípov ako coulometricky (meranie izotopového zloženia čistých látok na hmotnostnom spektrometri a tým nadviazania mólovej hmotnosti daného prvku na mólovú hmotnosť uhlíka  $^{12}\text{C}$  alebo gravimetria (analytická metóda), ktorá je založená na meraní hmotnosti čistej látky, na ktorú sa transformovala stanovovaná látka), avšak situácia sa v takýchto prípadoch komplikuje nutnosťou poznať presný hmotnostný zlomok príslušného prvku v danej čistej látke, t.j. informáciu o látkovom zložení.. Obyčajne sa čistota takýchto látok vyjadruje odčítaním obsahu nečistôt od 100%. Podmienkou pre správne použitie však je znalosť obsahu všetkých nečistôt, vrátane rozpustených plynov, prípadne vody, čo je málokedy splnené z dôvodov časovej, prístrojovej a ekonomickej náročnosti. Tieto metódy sú preto použiteľné v prípadoch, keď sa nevyžaduje zvlášť nízka hodnota neistoty.

Ostatné etalonážne metódy (vrátane IDMS) sú metódami porovnávacími, a teda nie sú vhodné na primárnu etalonáž, ale na prenos jednotky pri meraní v komplikovanejších maticiach, resp. v stopovej analýze. Z tohto hľadiska je zvlášť významná metóda IDMS (Izotopová zriedňovacia hmotnostná spektrometria), použitím ktorej sa eliminujú niektoré zdroje chýb pri chemickom spracovaní vzorky a interferencie pri meraní.

Prevažná väčšina chemických metód je deštruktívnych (vzorka sa pri meraní spotrebuje), alebo je predmetom merania niektorá intenzitná veličina. Látkové množstvo nie je reálne možné merať (a dávkovať) priamo. Pre odmeriavanie sa musí používať niektorá integrálna veličina ako hmotnosť alebo objem. Preto pre prenos jednotky sa využívajú referenčné materiály, v ktorých sa certifikuje niektorá intenzitná veličina, v ktorej vystupuje látkové množstvo, ako napr. koncentrácia látkového množstva ( $\text{mol/dm}^3$ ) alebo látkový obsah ( $\text{mol/kg}$ ) (resp. po vynásobení mólovou hmotnosťou hmotnostný zlomok).

Primárny etalón sa používa na certifikáciu čistých látok - primárnych referenčných materiálov zloženia s kombinovanou neistotou obsahu hlavnej zložky pod 0,01%, prípadne roztokov čistých látok bez rušivej matrice. V súčasnosti sú z primárnych referenčných materiálov SMU dostupné EDTA (interný materiál), kyselina amidosírová, hydrogénftalan draselný, dichroman draselný, chlorid draselný, tris a oxid arzenitý. Prostredníctvom týchto referenčných materiálov sa potom môže uskutočniť prenos jednotky na referenčné materiály na nižšej metrologickej úrovni – napríklad jednoprvkové (25 druhov) a aniónové roztoky (5 druhov). Tieto referenčné materiály sú široko používané priamo koncovými používateľmi pri chemických meraniach v najrôznejších oblastiach. Merania na etalóne sa využívajú aj pri primárnej etalonáži pH (stanovenie molality HCl) a pri etalonáži elektrolytickej konduktivity (obsah hlavnej zložky v KCl).

SMU zabezpečuje RM pre zákazníkov priamo, SLM ako medzičlánok nie je potrebný. Priame tržby za CRM naviazané na etalón látkového množstva predstavujú okolo 18 000 EUR. Tieto CRM sa používajú priamo na kalibráciu v chemických meraniach alebo pri príprave, resp. certifikačných analýzach referenčných materiálov nižších rádo.

Výpočet látkového obsahu stanovovanej látky sa robí podľa nasledujúceho vzťahu:

$$v = \frac{U_1 \cdot (t_1 - kor_1) + U_2 \cdot t_2 + U_3 \cdot (t_3 + kor_2)}{z \cdot F \cdot m' \cdot kor \cdot R} \quad (2)$$

- kde  $v$  - látkový obsah  
 $z$  - nábojové číslo  
 $F$  - Faradayova konštanta  
 $m'$  - zdanlivá hmotnosť navážky  
 $kor$  - korekcia na vztlak vzduchu  
 $kor_1$  - korekcia na rozdiel medzi koncovým bodom a časom nasatia do oddeľovacej časti  
 $kor_2$  - korekcia na zmenu indikačného signálu po vytlačení roztoku z oddeľovacej časti  
 $R$  - odpor etalónového rezistora  
 $U_1$  - napätie počas predtitrácie (prúd  $I=U/R$ )  
 $U_2$  - napätie počas hlavnej elektrolýzy  
 $U_3$  - napätie počas dotitrovania  
 $t_1$  - celkový čas predtitrácie od koncového bodu predtitrácie  
 $t_2$  - čas hlavnej elektrolýzy  
 $t_3$  - celkový čas dotitrovania po koncový bod dotitrovania

## 2. PODROBNÝ POPIS NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA A S NÍM SPOJENÝCH ZARIADENÍ .

Etalón látkového množstva tvorí zostava etalónových a pomocných zariadení:

1. prúdový zdroj CURRENT SOURCE 7961	inv.č. III-6724
2. indikačná jednotka INDICATION UNIT 8971	inv.č. III-6724
3. digitálny voltmeter Solartron 7071	v.č. 100964
4. mikrováhy S4	v.č. 71001486
5. analytické váhy AG285	v.č. 1122131984
6. etalónové závažia	v.č. 018/99
7. etalónové rezistory nominálnej hodnoty 1 $\Omega$	v.č. 1001512,1001513
8. CURRENT SOURCE 8011A (Applied Precision)	v.č. 4527110104
9. INDICATION UNIT 7011A (Applied Precision)	v.č. 4627110104
10. pomocné zariadenia	
piestová byreta 665 Dosimat	v.č. 90375
termostaty E203 a E206T	v.č. W02035, W07002
coulometrické nádoby	
ventilová jednotka	v.č. 001
počítač	v.č.129309634B
valve unit 9018A	v.č. 4727110104
počítač	v.č. HUB7451FS2
coulometrické články pre acidobázické, oxidačno-redukčné, zrážacie a komplexotvorné stanovenia	
miešačka RH3	v.č. 7854
olejová výveva RV5/2B	v.č. 24014
muflová pec LM 212.11	v.č. 792
záložný zdroj BK500MI	v.č. PB9810318476
elektródy	
evakuovateľné banky	
Potenciostat/Galvanostat Model 273	v.č. 14111
XY zapisovač XY4105	v.č. 451
sklené teplomery	
MiliQ Gradient	v.č. F3KN03892 E
ohrevná doska Jenway 1101	v.č. 1333
iónový chromatograf ICS 2500	inv.č. III - 07370
sušiareň laboratórna	v.č. 5973
konduktometer OK-102	v.č. 458
Ventil redukčný RV FM 62/Ar	
Prevodník GPIB	

## 3. ŠPECIFIKÁCIA METROLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

Na uchovávanie a reprodukovanie jednotky látkového množstva v SMU slúži etalón látkového množstva, ktorého zostava je uvedená v kap.2. Správnosť uchovávanej a reprodukovanej jednotky je zabezpečovaná pravidelnými nadviazaniami zariadení na ostatných veličín v SMU, ako aj medzinárodným porovnaním s analogickými zariadeniami iných metrologických ústavov.

Špecifikácia a metrologické vlastnosti vyplývajú z účelu a použitia NE látkového množstva. NE látkového množstva slúži pre nadviazanie referenčných materiálov postupmi, popísanými v pracovných postupoch 01/260/00, 18/260/00, 25/260/03.

### Základné metrologické parametre:

Rozsah realizácie stupnice látkového množstva: štandardne 0,0001 až 0,01 mol

Prúdový zdroj, rozsah 1-400 mA, stabilita (24h) 5  $\mu$ A, šum 0,5  $\mu$ A; časovač 0-10000 s, neistota časového intervalu pod 0,1 ms, galvanické odopínanie elektród; plávajúci; GPIB

Prúdový zdroj 8011A, rozsah 1-400 mA, stabilita (24h) 1  $\mu$ A, šum 0,2  $\mu$ A; časovač 0-10000 s, neistota časového intervalu pod 0,1 ms, galvanické odopínanie elektród; plávajúci; RS-232

Indikačná jednotka, potenciometrická aj amperometrická (3-el.) indikácia, plávajúca, galvanické odopínanie elektród,  $\pm 1,5$  V, GPIB

Indikačná jednotka 7011A, potenciometrická aj amperometrická (3-el.) indikácia, plávajúca, galvanické odopínanie elektród,  $\pm 1,5$  V, RS-232

Váhy Mettler AG285, rozsah 200 g, d = 0,1 mg, opakovateľnosť 0,2 mg; rozsah 80 g, d = 0,01 mg, opakovateľnosť 0,05 mg;

Mikrováhy Sartorius S4, rozsah 4 g, d = 0,0001 mg, opakovateľnosť 0,0005 mg

Digitálny voltmeter, rozlíšenie 7 1/2 dig., ročná stabilita 10  $\mu$ V/V

Súbor závaží, trieda presnosti E1

Etalónový rezistor, 1  $\Omega$ , ročná stabilita 10  $\mu\Omega$ , teplotný koeficient pod 5  $\mu\Omega/(\Omega K)$

Pri meraní na etalóne medzi faktory, ktoré ovplyvňujú neistotu výsledkov patria okrem faktorov súvisiacich so samotným etalónom aj chemické faktory. Tieto sú spojené s chemickými reakciami prebiehajúcimi v pracovnom článku a väčšinou prevyšujú neistotu súvisiacu so samotným etalónom. Podrobný rozbor neistôt a možných zdrojov chýb je uvedený v správe [2]. Najväčšie zložky neistoty z chemických zdrojov sú:

- prúdová účinnosť
- nedokonalé premytie
- straty v aerosóle
- nečistoty v elektrolyte
- ovplyvnenie zložkami ovzdušia
- difúzia do/z priestoru pomocnej elektródy
- vnášanie vzorky
- drift elektród

Rozhodujúce súčasti etalónu majú ročnú časovú stabilitu okolo  $2 \cdot 10^{-6}$  (rezistory),  $3 \cdot 10^{-6}$  (voltmeter),  $4 \cdot 10^{-6}$  (závažia) a  $10^{-7}$  (časový spínač). Pri pravidelnej zmene hodnôt voltmetra a rezistorov s časom je možné v riadiacom programe možnosť drift korigovať, čo zvyšuje stabilitu etalónu.

Celkové zhodnotenie uplatňujúcich sa zdrojov neistoty a zhodnotenie celkovej neistoty je v tabuľke 1. Neistoty z chemických zdrojov závisia od meranej látky a jej látkového množstva - pri zmešovaní vzorky neistota rastie.

Etalón látkového množstva pokrýva rozsah od  $10^{-4}$  mol do  $10^{-2}$  mol s možnosťou merania aj menších hodnôt za predpokladu zmenšenia použitej nádoby, resp. akceptovania vyššej neistoty merania.

**Tabuľka 1** Zhodnotenie neistôt merania.

<b>Neistota typu A</b>	
• Typická smerodajná odchýlka merania (0,5 g vzorka)	0,002 %
• Typická smerodajná odchýlka priemeru (pre n=10)	0,0007 %
• Typická smerodajná odchýlka priemeru (n=6, roztok 0,01-1 mol/L)	0,03-0,001 %
<b>Neistoty typu B</b>	
• Neistota hmotnosti	0,0007 %
• Neistota odporu	0,0003 %
• Neistota napätia	0,001 %
• Neistoty z chemických zdrojov	
• (0,5 g vzorka)	0,001-0,006 %
• roztok 0,01-1 mol/L	0,03-0,001%
<b>Celkom:</b>	
Tuhá vzorka (0,5 g)	
• <b>štandardná neistota typu A</b>	<b>0,0007 %</b>
• <b>výsledná neistota typu B</b>	<b>0,0017-0,006 %</b>
Roztok 0,01-1 mol/L	
• <b>štandardná neistota typu A</b>	<b>0,03-0,001 %</b>
• <b>výsledná neistota typu B</b>	<b>0,03-0,002 %</b>

#### 4. PREHLAD VÝSLEDKOV VÝSKUMU A VÝVOJA A MEDZINÁRODNÝCH POROVNANÍ.

##### Technický stav NE látkového množstva:

Po vyhlásení národného etalónu v roku 1999 [2,3] sa sústredilo úsilie pracovníkov pracujúcich s týmto štátnym etalónom na rozvoj metód merania, vylepšenie softwaru a vývoj nových metód nadväzovania referenčných materiálov na primárne RM. Výsledky sú popísané v správach z výskumných úloh [10-24]. Od roku 2000 sa nové metódy začali používať pri kalibrácii jednoprvkových roztokov (PP 18/260/00); od roku 2003 aj pri kalibrácii aniónových roztokov (PP 25/260/03).

V oblasti softwaru sa urobili zmeny pre zlepšenie ovládania, poskytnutie viac informácií obsluhu, rozšírenie aplikácií na spätné titrácie atď. V roku 2009 bola dokončená verzia pracujúca pod OS Windows pre nové zariadenia.

V roku 2001 sa zakúpila ohrevná doska Jenway 1101.

V roku 2003 sa nahradili váhy Mettler AE240S váhami Mettler AG285

V roku 2003 sa nahradil redestilačný prístroj Biduplex zariadením na čistenie vody MiliQ Gradient



V roku 2003 sa zakúpil pre potreby etalónu iónový chromatograf ICS 2500. Pracuje s elektrochemickým generátorom elučného činidla a vodivostnou alebo fotometrickou detekciou. Chromatograf umožňuje detegovať a kvantifikovať koncentráciu nečistôt, ktoré môžu mať vplyv na namerané hodnoty pri meraniach na coulometrickom zariadení.

V roku 2004 vedecká rada pri revízii etalónu odporučila inovovať coulometrické zariadenie. Nové zariadenie bolo po doriešení ovládania (zmena ovládania inovovaných zariadení z GPIB na RS-232, voltmeter bolo potrebné naďalej ovládať pomocou GPIB) a predbežnom testovaní [21] zaradené do používania v roku 2009 po fatálnej poruche doterajšieho zariadenia.

### Výsledky medzinárodných porovnávacích meraní:

Základom kontroly etalónu látkového množstva v SMÚ sú medzinárodné porovnávacie merania.

Medzinárodné porovnávacie merania sa organizujú na úrovni CCQM a SMU sa ich pravidelne zúčastňuje. V roku 1998-9 sa zúčastnil medzinárodného porovnávania čistých látok (KCl, NaCl, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), výsledky boli uvedené v súhrnnej správe o etalóne z r. 1999.

V rokoch 1999-2000 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K8 jednoprvkových kalibračných roztokov, výsledky boli uvedené v správe k revízii etalónu z r. 2004.

V roku 2001-2 sa uskutočnila štúdia a v roku 2003-4 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K29 aniónových kalibračných roztokov, výsledky boli uvedené v správe k revízii etalónu z r. 2004.

V roku 2002 sa uskutočnila štúdia CCQM-P19.1 – Analýza HCl, výsledky boli uvedené v správe k revízii etalónu z r. 2004.

V roku 2002 sa uskutočnila štúdia CCQM-P36 a v roku 2004 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K34 – analýza hydrogénftalanu draselného; výsledky boli uvedené v správe k revízii etalónu z r. 2004.

V roku 2007 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K59 aniónových kalibračných roztokov (dusičnany a dusitany, príloha 3). Výsledky SMU v porovnaní s referenčnou hodnotou sú uvedené v tabuľke 2:

**Tabuľka 2** Výsledky SMU v CCQM-K59 (údaje pre hmotnostnú koncentráciu)

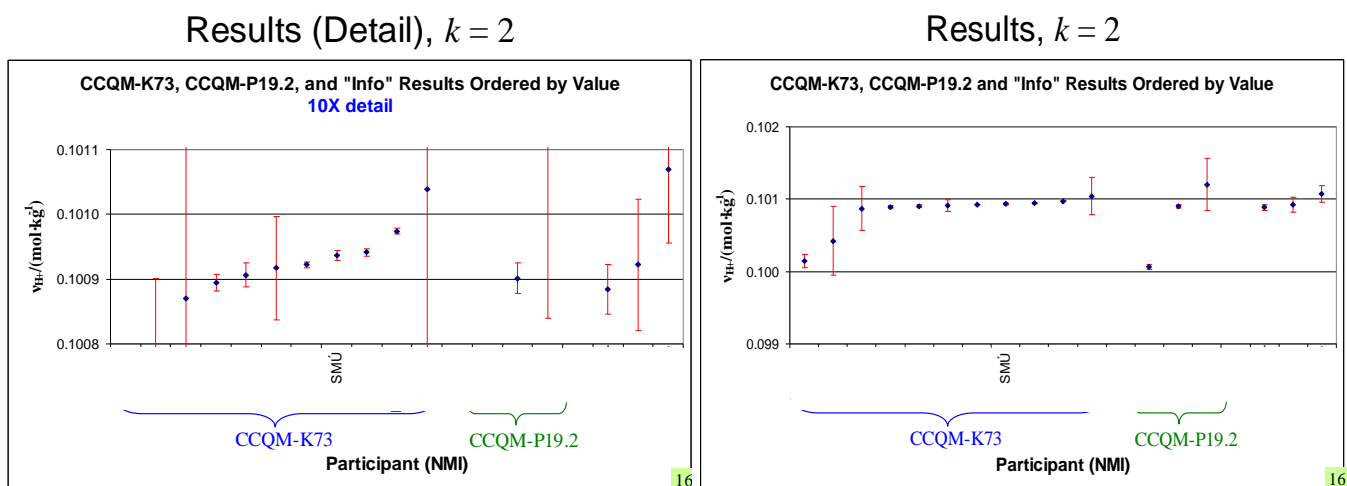
Anión	Referenčná hodnota /g kg <sup>-1</sup>	Odchýlka SMU /g kg <sup>-1</sup>	Neistota (k=2) /g kg <sup>-1</sup>
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1,0168	0,0000	0,0011
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1,0119	0,0001	0,0024

V roku 2008 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K48 – analýza chloridu draselného (príloha 4). Výsledky SMU v porovnaní s referenčnou hodnotou sú uvedené v tabuľke 3:

**Tabuľka 3** Výsledky SMU v CCQM-K48 (údaje pre látkový obsah chloridov)

Referenčná hodnota /mol.kg <sup>-1</sup>	Odchýlka SMU /mol.kg <sup>-1</sup>	Neistota (k=2) /mol.kg <sup>-1</sup>
13,41229	0,00001	0,00178

V roku 2009 sa vykonalo kľúčové porovnávacie meranie CCQM-K73 – analýza kyseliny chlorovodíkovej. Referenčná hodnota zatiaľ nebola stanovená. Výsledky SMU v porovnaní s ostatnými účastníkmi sú uvedené nižšie na obrázku 1:

**Obrázok 1** Výsledky porovnania CCCQM-K73

## 5. INŠTITÚCIE, ÚTVARY A OSOBY ZODPOVEDNÉ ZA NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

### Umiestnenie NE látkového množstva:

Slovenský metrologický ústav Bratislava, centrum 260, laboratórium elektrochémie, objekt H, lab. č. 305, 307, 308

### Osoby zodpovedné za NE látkového množstva a vykonávajúce merania:

Ing. Michal Máriássy, CSc. - zodpovedá za technický stav NE látkového množstva, zabezpečuje a realizuje rozvoj prístrojového vybavenia NE látkového množstva, vykonáva primárne merania na etalóne a nadviazanie RM nižších rádo.

Vykonáva potrebné úpravy zariadení a kontroluje metrologické parametre meradiel v zostave NE.

Ing Zuzana Hanková - Vykonáva merania na iónovom chromatografe. Vykonáva primárne merania na etalóne a nadviazanie RM nižších rádo.

## 6. ZOZNAM PUBLIKÁCIÍ O NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

### Dokumentácia o NE látkového množstva:

1. IUPAC, Commission on Electroanalytical Chemistry: Status of the Faraday Constant as an Analytical Standard. Pure Appl. Chem. 45 (1976) 127
2. Máriássy, M.: Etalón látkového množstva. (záverečná výskumná správa), SMU Bratislava 1998
3. Máriássy, M.: Slovenský národný etalón látkového množstva: Súhrnná správa o etalóne, SMU Bratislava 1999
4. Máriássy, M.: Slovenský národný etalón látkového množstva: Súhrnná správa k revízii etalónu, SMU Bratislava 2004

### Publikácie o NE látkového množstva a súvisiace:

5. Máriássy, M.: Informácia o novom etalóne látkového množstva, *Metrológia a skúšobníctvo* 1999, 4, č.1-2, s. 44–5
6. Máriássy, M., Vyskočil, L., Mathiasová, A.: Link to the SI via primary direct methods. *Accred Qual Assur* 2000, 5, č.10-11, s. 437-440
7. Máriássy, M.: Coulometry for purity determination (prednáška). CCQM Primary Methods Symposium, 4-5 April 2000 (Zborník publikovaný BIPM na CD)
8. Markus Ostermann, Michael Berglund, P. D. P. Taylor, M. Máriássy: Certification of the chlorine content of the isotopic reference materials IRMM-641 and IRMM-642 *Fresenius J Anal Chem* (2001) 371: 721-725
9. Mariassy M., Pratt K.W. and Spitzer, P.: Major applications of electrochemical techniques at national metrology institutes, *Metrológia* 2009, 46(3), p.199-213

### Práce pri vývoji a udržiavaní NE sú popísané v nasledovných správach SMU:

10. Pozri [2]
11. Pozri [3]
12. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národného etalónu látkového množstva. Záverečná správa úlohy 200 060. Bratislava: SMU, december 1999. 7 s
13. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národného etalónu látkového množstva. Záverečná správa úlohy 200 061. Bratislava: SMU, december 2000. 8 s
14. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národného etalónu látkového množstva. Záverečná správa úlohy 200 061. Bratislava: SMU, december 2001. 6 s
15. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národného etalónu látkového množstva. Záverečná správa úlohy 260 061. Bratislava: SMU, december 2002. 18 s
16. Vyskočil, L.: Primárne etalóny látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity. Záverečná správa úlohy 260 061. Bratislava: SMU, december 2003. 9 s
17. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národného etalónu látkového množstva. Záverečná správa úlohy 260 061. Bratislava: SMU, január 2005. 7 s
18. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity Záverečná správa úlohy 260060. Bratislava: SMU, december 2005. 12 s + prílohy
19. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity Záverečná správa úlohy 260060. Bratislava: SMU, december 2006. 9 s + prílohy

20. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity. Záverečná správa úlohy 260060. Bratislava: SMU, december 2007. 9 s + prílohy
21. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity. Záverečná správa úlohy 26060-0. Bratislava: SMU, december 2008. 11 s + prílohy
22. Máriássy, M.: iMERA – plus Traceable measurements for biospecies and ion activity in clinical chemistry. Záverečná správa úlohy 20853-0. Bratislava: SMU, december 2009. 5 s
23. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity. Záverečná správa úlohy 26060-0. Bratislava: SMU, december 2009. 14 s + prílohy
24. Máriássy, M.: Uchovávanie a zdokonaľovanie národných etalónov látkového množstva, pH a elektrolytickej konduktivity. Záverečná správa úlohy 26060-0. Bratislava: SMU, december 2010. 13 s + prílohy

Výsledky medzinárodných porovnávacích meraní sú zachytené v správach:

25. K.W. Pratt: International Comparison CCQM-P7. Final Report 1999
26. H Felber, M Weber and C Rivier: Final report on key comparison CCQM-K8 of monoelemental calibration solutions. Metrologia 39 (Technical Supplement 2002) 08002
27. M. Weber, J. Wüthrich: Pilot Study CCQM-P32 on Anion Calibration Solutions. Final Report 2003
28. K.W. Pratt: International Comparisons CCQM-P19 and CCQM-P19.1. Final Report 2004
29. M. Máriássy: Final report of the study CCQM-P36 Assay of potassium hydrogen phthalate. 2003
30. M. Weber a J. Wüthrich: Key comparison CCQM-K29: Anion calibration solutions: final report Metrologia 2006, 43, Tech. Suppl., 08012
31. M. Máriássy: Key comparison CCQM-K29.1: Anion calibration solution: Metrologia 2006, 43, Tech. Suppl., 08013
32. Máriássy M., Breitenbach M., Oberroeder C., Hwang E., Lim Y., Pratt K.W., Hioki A., Suzuki T., Liandi M., Bing W., Yu S., Skutina A.V., Terentiev G.I.: CCQM-K34 Final Report: Assay of potassium hydrogen phthalate, Metrologia, 2006, 43, Tech. Suppl., 08008
33. Máriássy M., Final report on key comparison CCQM-K34.1: Assay of potassium hydrogen phthalate, Metrologia, 2007, 44, Tech. Suppl., 08009
34. Máriássy M., Skutina A., Borges P.P.: Final report on key comparison CCQM-K34.2: Assay of potassium hydrogen phthalate, Metrologia, 2010, 47, Tech. Suppl., 08003
35. Máriássy M., Hioki A., Konopelko L.A., Dimchoglo I., Winchester M., Butler T., Case R., Hernández A., Galli A., Alvarez P., Lee J.H., Royer C., Shi N., Chao J., Wu B., Li H.: Final report on key comparison CCQM-K59: Determination of nitrite and nitrate in calibration solutions, Metrologia, 2008, 45, Tech. Suppl., 08015
36. L.Ma, M.Máriássy a KW Pratt: Final report on the key comparison CCQM-K48: Assay of potassium chloride. Metrologia 2010, 47, Tech. Suppl., 08009

## 7. ZOZNAM DOKUMENTOV SÚVISIACICH S NE LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

- PP 01/260/00 Pracovný postup na kalibráciu RM na etalóne látkového množstva  
PP 05/260/00 Pracovný postup na prípravu jednoprvkových CRM  
PP 18/260/00 Pracovný postup na kalibráciu RM – jednoprvkových roztokov  
PP 25/260/03 Pracovný postup na kalibráciu RM – roztokov aniónov

### Prílohy:

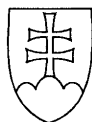
1. Certifikát NE 22 z roku 2004
2. Pravidlá používania a uchovávanía etalónu látkového množstva
3. Final report on key comparison CCQM-K59: Determination of nitrite and nitrate in calibration solutions ([http://kcdb.bipm.org/appendixB/appbresults/ccqm-k59/ccqm-k59\\_final\\_report.pdf](http://kcdb.bipm.org/appendixB/appbresults/ccqm-k59/ccqm-k59_final_report.pdf))
4. Final report on the key comparison CCQM-K48: Assay of potassium chloride ([http://kcdb.bipm.org/appendixB/appbresults/ccqm-k48/ccqm-k48\\_final\\_report.pdf](http://kcdb.bipm.org/appendixB/appbresults/ccqm-k48/ccqm-k48_final_report.pdf))
5. CMC tabuľky v databáze BIPM, týkajúce sa etalónu látkového množstva
6. Návrh nového certifikátu NE 22



*SMU*

**Slovenský metrologický ústav**  
Karloveská 63, 842 55 Bratislava 4

Počet strán: 3



## CERTIFIKÁT NÁRODNÉHO ETALÓNU

č. 022/04, Revízia 1

Slovenský metrologický ústav v súlade s ustanovením § 6 a § 32 ods. 2 písm. d) zákona č. 142/2000 Z. z. o metrologii a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení zákona č. 431/2004 Z. z. (ďalej len "zákon") na základe posúdenia Súhrnnej správy pre revíziu národného etalónu látkového množstva č. 022/04 zo dňa 19. 11. 2004 potvrdzuje, že všetky podmienky ustanovené v § 1 ods. 1 vyhlášky Úradu pre normalizáciu metrologiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky č. 210/2000 Z. z. o meradlách a metrologickej kontrole v znení neskorších predpisov (ďalej len "vyhláška") na schválenie etalónu za národný etalón boli splnené.

<b>Názov etalónu:</b>	<b>ETALÓN LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA</b>
<b>Veličina a hodnota (stupnica hodnôt) jednotky reprodukovanej etalónom:</b>	<b>látkové množstvo v rozsahu hodnôt od 0,0001 mol do 0,01 mol</b>
<b>Názov a sídlo vlastníka etalónu:</b>	<b>Slovenský metrologický ústav, Karloveská 63, 842 55 Bratislava</b>
<b>Osoba zodpovedná za etalón:</b>	<b>Ing. Michal Máriašsy, CSc.</b>
<b>Dátum schválenia revízie:</b>	<b>19. 11. 2004</b>

Základné údaje o etalóne a podmienkach používania a uchovávaní etalónu podľa § 1 ods. 2 vyhlášky sú uvedené v Súhrnnej správe pre revíziu národného etalónu látkového množstva č. 022/04.

Osoba zodpovedná za etalón (vlastník etalónu) má povinnosť oznámiť Slovenskému metrologickému ústavu všetky úpravy, doplnenia a zmeny etalónu, ktoré môžu mať vplyv na jeho technické charakteristiky, metrologické charakteristiky alebo môžu ovplyvniť ustanovené podmienky uchovávaní a používania etalónu.

Certifikát č. 022/04 Revízia 1 nahrádza v plnom rozsahu certifikát č. 022/02 zo dňa 25. 7. 2002

V Bratislave, 15. 12. 2004

Prof. Ing. Matěj Bílý, DrSc.  
generálny riaditeľ

CERTIFIKÁT č. 022/04, Revízia 1

strana 2 z 3 strán

**Nadväznosť:** Národný etalón látkového množstva je nadviazaný na hodnotu Faradayovej konštanty a národné etalóny jednotky jednosmerného napätia a odporu, času a hmotnosti SMU.

**Základné metrologické charakteristiky etalónu:**

Rozsah realizácie látkového množstva: 0,001 mol až 0,01 mol (čisté látky),  
resp. 0,0001 mol až 0,01 mol (roztoky)

*Čisté látky:*

Relatívna štandardná neistota typu A  $1 \times 10^{-5}$  až  $3 \times 10^{-6}$   
Relatívna štandardná neistota typu B  $6 \times 10^{-5}$  až  $17 \times 10^{-6}$

*Roztoky:*

Relatívna štandardná neistota typu A  $3 \times 10^{-4}$  až  $1 \times 10^{-5}$   
Relatívna štandardná neistota typu B  $3 \times 10^{-4}$  až  $2 \times 10^{-5}$

**Zostava etalónu:**

- prúdový zdroj CURRENT SOURCE 7961 (Applied Precision), v.č. 001
- indikačná jednotka INDICATION UNIT 8971 (Applied Precision), v.č. 001
- digitálny voltmeter Solartron 7071 (Schlumberger), v.č. 100964
- mikrováhy S4 (Sartorius), v.č. 71001486
- analytické váhy AG285 (Mettler), v.č. 1122131984
- súprava etalónových závaží (MTT), v.č. 018/99
- etalónové rezistory nominálnej hodnoty  $1 \Omega$  (Metra), v.č. 1001512, 1001513

*pomocné zariadenia:*

piestová byreta 665 Dosimat, v.č. 90375  
termostaty E203, v.č. W02035 a E206T, v.č. W07002  
coulometrické články pre acidobázické, oxidačno-redukčné, zrážacie  
a komplexotvorné stanovenia  
ventilová jednotka, v.č.001  
počítač, v.č.129309634B  
miešačka RH3, v.č.7854  
olejová výveva RV5/2B, v.č.24014  
muflová pec LM 212.11, v.č.792  
záložný zdroj BK500MI, v.č.PB9810318476  
evakuovateľné sklené banky, objem 500 ml  
Potenciostat/Galvanostat Model 273, v.č.14111  
XY zapisovač XY4105, v.č.451  
sklené teploměry 15-26 °C, 0-30 °C, 0-50 °C, 0-150 °C  
MiliQ Gradient, v.č. F3KN03892 E  
ohrevná doska Jenway 1101, v.č. 1333  
sušiareň laboratórna, v.č. 5973  
iónový chromatograf ICS2500, inv.č. III - 07370  
zariadenie na čistenie vody MiliQ Gradient, v.č. F3KN03892 E  
konduktometer OK-102, v.č. 458



CERTIFIKÁT č. 022/04, Revízia 1

strana 3 z 3 strán

**Prehľad odovzdávania hodnoty príslušnej jednotky  
(stupnice) na ostatné meradlá:**

*Metóda:* Coulometrická titrácia, ďalší prenos prostredníctvom primárnych certifikovaných referenčných materiálov podľa pracovných postupov PP01/260/00, PP18/260/00, PP25/260/03

*Rozšírená neistota:*

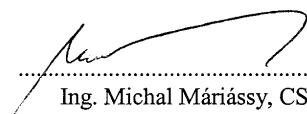
Pre čisté látky:  $U = (0,004 \text{ až } 0,012) \%$

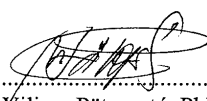
Pre roztoky ( $c \sim (0.005 - 1) \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ):  $0,07 \text{ až } 0,005 \%$

**Prehľad kľúčových porovnávacích meraní:**

CCQM-P7, CCQM-P19.1, CCQM-K8, CCQM-K29, CCQM-K34

**Miesto uchovávania a používania etalónu:** Slovenský metrologický ústav, Bratislava  
Centrum chémie, laboratórny objekt H,  
miestnosť č. 307, 308, 305

  
.....  
Ing. Michal Máriássy, CSc.  
osoba zodpovedná za etalón

  
.....  
Ing. Viliam Pätoprstý, PhD  
riaditeľ centra chémie

*Tento certifikát môže byť rozmnožovaný len celý a nezmenený.  
Rozmnožovať jeho časti možno len s písomným súhlasom Slovenského metrologického ústavu.*



## PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA ETALÓNU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA NE č.022

### OBSAH

1	VŠEOBECNE .....	20
1.1	Organizačné a ekonomické zabezpečenie uchovávania a používania etalónu .....	20
2	ETALÓN .....	21
2.1	Nadväznosť na základné jednotky SI a prírodné konštanty .....	21
2.1.1	Veličiny potrebné pre funkciu etalónu látkového množstva .....	21
2.1.2	Kalibrácia zariadení používaných v etalóne .....	21
1.1.3	Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení .....	22
1.1.4	Postup pri vzniku poruchy .....	22
1.2	Údržba zariadení .....	22
1.2.1	Preventívna údržba .....	22
1.2.2	Údržba etalónu a jeho častí .....	22
1.3	Opravy zariadení .....	22
1.4	Evidencia .....	23
1.5	Medzinárodné porovnávacie merania .....	23
3	PRIESTORY A PROSTREDIE .....	23
3.1	Umiestnenie národného etalónu látkového množstva .....	23
1.2	Požadované parametre prostredia .....	24
4	POUŽÍVANIE ETALÓNOV A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ .....	24
4.1	Používanie etalónu je vymedzené na nasledovné činnosti .....	24
4.2	Používanie etalónu osobami .....	24
1.3	Bezpečnostné opatrenia .....	25
5	PRENOS JEDNOTKY .....	25
5.1	Meranie .....	25
1.2	Doklady .....	26
1.3	Evidencia a postup pri vybavovaní požiadaviek na metrologické služby .....	26
1.4	Preberanie a odovzdávanie meradiel na kalibráciu .....	26
1.5	Vybavovanie sťažností .....	26
6	ZÁZNAMY .....	26
7	DOKUMENTÁCIA ETALÓNU .....	27
7.1	Základný obsah dokumentácie etalónu .....	27
7.2	Komplexnosť dokumentácie .....	27
1.3	Základná dokumentácia národného etalónu .....	27
1.4	Podrobný zoznam základnej dokumentácie národného etalónu .....	28
8	SYSTÉM KONTROLY .....	28
8.1	Kontrola činností vykonávaná osobou zodpovednou za etalón .....	28
1.2	Kontrola vedením ústavu (interné audity) .....	29
1.3	Previerka národného etalónu .....	29
9	Prílohy .....	31
	Príloha 1 Program kalibrácie a kontrol meradiel .....	31
	Príloha 2 Harmonogram údržby meradiel .....	32
	Príloha 3 Postupy interných kontrol meradiel .....	33

## 1 VŠEOBECNE

Cieľom týchto pravidiel je stanoviť zásady uchovávaní a používania národného etalónu 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 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 uchovávaní a používania etalónu a na jeho nevyhnutné zdokonaľovanie sú pre dané obdobie stanovené záväznými úlohami ústavu.

Pre odbornú spôsobilosť pracovníkov podieľajúcich sa na zabezpečení uchovávaní 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 uchovávaní etalónu
- ◆ periodickú kontrolu a vyhodnocovanie metrologických parametrov etalónu
- ◆ medzinárodné porovnanie etalónu
- ◆ prenos reprodukovateľných 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

## 2 ETALÓN

### 2.1 NADVÄZNOŠŤ NA ZÄKLADNÉ JEDNOTKY SI A PRÍRODNÉ KONŠTANTY

Látkové množstvo je základnou veličinou používanou v chémii a jej jednotkou je mol – jedna zo základných jednotiek SI. Látkové množstvo charakterizuje chemickú ekvivalenciu. Definícia mólu ako základnej jednotky bola vynútená podstatou chemických reakcií, keď množstvá reagujúcich látok je síce možné vyjadriť v jednotkách hmotnosti, ale tieto množstvá nie sú od hmotnosti priamo závislé. Meranie látkového množstva v chémii má určité osobitosti. Väčšina meracích prístrojov totiž funguje ako kalibrovateľný komparátor. Nositeľom jednotky je referenčný materiál, ktorý sa v procese merania spravidla spotrebuje. Tento fakt spôsobil, že pri chemických meraniach látkového množstva a odvodených veličín sa kladie dôraz aj na meracie metódy, a to o niečo viac, ako napríklad pri fyzikálnych meraniach.

Etalón látkového množstva je založený na Faradayovom zákone, podľa ktorého je látkové množstvo premenené pri elektrochemickej reakcii úmerné elektrickému náboju. Meranie je nadviazané na etalóny SMU elektrického napätia a odporu, času, hmotnosti a prírodnú konštantu – Faradayovu konštantu.

#### 2.1.1 VELIČINY POTREBNÉ PRE FUNKCIU ETALÓNU LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

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

- ◆ **Odpor** – nadväznosť sa realizuje prostredníctvom etalónových  $1 \Omega$  rezistorov. Tieto sa využívajú na nepriame meranie elektrického prúdu. Hodnota odporu rezistorov je nadviazaná na NE odporu SMU.
- ◆ **Jednosmerné napätie** – používa sa pri nepriamom meraní elektrického prúdu. Napäťové stupnice digitálneho multimetra sú nadviazané na NE jednosmerného napätia SMU.
- ◆ **Čas** – časová stupnica prúdového zdroja je nadviazaná na NE času a frekvencie SMU.
- ◆ **Hmotnosť** – je dôležitá pri prenose jednotky pomocou RM pri určovaní intenzitných veličín (látkový obsah). Váhy sú kalibrované pomocou závaží nadviazaných na NE hmotnosti SMU.
- ◆ **Teplota** – hoci sa nepodieľa priamo na tvorbe jednotky látkového množstva, využíva sa pri určovaní pomocných parametrov pri príprave vzoriek, určovaní korekcie na vztlak vzduchu a pri zabezpečovaní teploty rezistorov.

#### 2.1.2 KALIBRÁCIA ZARIADENÍ POUŽÍVANÝCH V ETALÓNE

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

1. prúdový zdroj
2. digitálny voltmeter
3. etalónové závažia
4. analytické váhy
5. etalónové  $1 \Omega$  rezistory
6. sklené teploměry

Kalibrácia pomocných zariadení a odmerných nádob sa robí podľa postupov uvedených v tomto dokumente, kalibrácie mimo laboratória etalónu 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 zariadenie odpojí od elektrickej siete, označí, 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 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. Údržbu vykonávajú 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 určený v programe kalibrácií a kontrol súčastí etalónu. (Príloha 1).

### 2.2.2 ÚDRŽBA ETALÓNU A JEHO ČASTÍ

Údržba etalónu a jeho častí sa vykonáva podľa časového harmonogramu, ktorý spracováva garant etalónu na obdobie nasledujúcich dvoch rokov (príloha 2). O každej činnosti týkajúcej sa údržby etalónu sú vedené záznamy buď v evidenčnej karte etalónového zariadenia, alebo formou správy o údržbe v zošite údržby a opráv 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.

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.

## 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, EUROMET, 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 LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA

Slovenský národný etalón látkového množstva je umiestnený v SMU v objekte H v laboratóriách č. 307, resp. aj 308 (zariadenia na čistenie vody, elektrická pec, sušiareň, výveva, ohrevná doska, váhy a závažia) a 305 (iónový chromatograf).

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) na pevnom prístrojovom stole, ktorý zabezpečuje etalón pred možnými vibráciami a otrasmi.

Vzhľadom na to, že laboratórium je bez okien, je nutná sústavná výmena vzduchu klimatizačnou technikou.

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.

### 3.2 POŽADOVANÉ PARAMETRE PROSTREDIA

#### *a) počas používania etalónov:*

- ◆ teplota  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ; táto teplota musí byť v laboratóriu udržiavaná už najmenej 1 deň pred meraním. Teplota sa meria skleným teplomerom; zaznamenáva sa do poznámky pri meraní. V prípade, že teplota nie je v požadovanom intervale, je povolené robiť len výskumné merania.
- ◆ relatívna vlhkosť  $(50 \pm 30)\%$ ; rovnako ako tlak vzduchu neovplyvňuje výsledky merania

#### *b) počas uloženia etalónov:*

- ◆ teplota  $23\text{ °C} \pm 7\text{ °C}$
- ◆ relatívna vlhkosť  $(0 \dots 85)\%$ ;

## 4 POUŽÍVANIE ETALÓNOV A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ

### 4.1 POUŽÍVANIE ETALÓNU JE VYMEDZENÉ NA NASLEDUJÚCE 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 laboratória 307 môže samostatne vstupovať len osoba zodpovedná za etalón, vedúci oddelenia elektrochémie a pracovník zaškolený na prácu s etalónom látkového množstva. Prístup iných osôb je možný len v sprievode osoby zodpovednej za etalón.

Etalón 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.

Terajšia osoba zodpovedná za etalón, Ing. Michal Máriássy, CSc., je absolventom CHTF SVŠT (odbor Technická analytická a fyzikálna chémia) a má odbornú prax 18 rokov. Záznamy o dosiahnutej kvalifikácii sú súčasťou Príručky kvality Centra chémie.

Na prácu s etalónom je zaškolená aj Ing. Zuzana Hanková, absolventka FCHPT (odbor fyzikálna chémia).

#### 4.3 BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA

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.

Aby sa zabránilo poškodeniu etalónu počas jeho používania a uchovávaní, je laboratórium vybavené detektormi pre prípad požiaru.

Pri núdzovom transporte v prípade ohrozenia je potrebné rozpojiť hadice medzi nádobkou a ventilovou jednotkou a všetky hadice od termostatov; ako aj prepojenia káblov k nádobke a rezistoru. Musia sa aj rozpojiť prepojenia medzi zariadeniami navzájom a prepojenia počítača. Nádobky sa musia prenášať oddelene od ostatných zariadení. Pred premiestňovaním mikrováh S4 je potrebné pretočiť kolieska do polohy TA.

V prípade dlhotrvajúceho výpadku elektrického prúdu v laboratóriu počas merania sa meranie ukončí a vypnú sa hlavné vypínače na súčastiach etalónového zariadenia. Po opätovnom zapojení sa merania zopakujú (po teplotnej stabilizácii a nastavení meracích parametrov etalónu, v súlade s návodom na jeho obsluhu). Náhly výpadok elektrického prúdu neovplyvňuje metrologické vlastnosti etalónu.

V prípade dlhodobého odstavenia etalónu sa vypne voltmeter a potom aj záložný zdroj. Odpoja sa hadice od nádoby a uzavru sa ich konce, aby nedošlo k nasatiu kvapaliny do ventilov.

Záložný etalónový rezistor musí byť v období, keď nie je používaný, umiestnený v skrini.

S etalónovými rezistorami a závažiami sa musí manipulovať veľmi pozorne. Každý prudký náraz alebo preťaženie (prúd nad 700 mA) niektorého z etalónových rezistorov treba zaznačiť do denníka etalónu s presným identifikovaním rezistora. V takomto prípade je potrebná kontrola hodnoty etalónu porovnaním s druhým etalónom.

Pred mechanickým poškodením sú prístroje chránené svojou konštrukciou. Zvláštnu pozornosť treba pri manipulácii venovať skleneným coulometrickým nádobkám pre nebezpečenstvo rozbitia i rozliatia obsahu. Prípadné vytečené chemikálie sa likvidujú podľa platných bezpečnostných predpisov.

## 5 PRENOS JEDNOTKY

### 5.1 MERANIE

Metódy a postupy merania pri práci s etalónom v procese kalibrácie referenčného materiálu sú bližšie uvedené v príslušnom pracovnom postupe (PP01/260/00 Pracovný postup na kalibráciu RM na etalóne látkového množstva, PP25/260/03 Pracovný postup na kalibráciu RM

– roztokov aniónov, resp. PP18/260/00 Pracovný postup na kalibráciu RM – jednoprvkových roztokov).

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. 324. Okrem výsledkov kalibrácie s ich neistotami sú uvedené aj ďalšie dôležité údaje.

Certifikáty interných RM i protokoly z interných kontrol sú archivované v elektronickej forme v miestnosti H314.

## 5.3 EVIDENCIA A POSTUP PRI VYBAVOVANÍ POŽIADAVIEK NA METROLOGICKÉ SLUŽBY

Požiadavky na metrologické služby v nadväznosti na etalón látkového množstva sú centrálné evidované v SMU. Pri ich vybavovaní v laboratóriu (cez príjem materiálu 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. 307 do priestorov na to určených.

## 5.5 VYBAVOVANIE SŤAŽNOSTÍ

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

## 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.

O všetkých vykonávaných coulometrických meraniach sa uchováva záznam v súbore coul.log, v ktorom je uvedený dátum a čas merania i názov a cesta výsledkového súboru.

## 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,
- ◆ Interné protokoly a záznamy o vykonaných kontrolách meradiel a zariadení,
- ◆ Správy o medzinárodných aj medzilaboratórnych porovnávaní etalónov,
- ◆ Pracovné postupy (pre všetky formy použitia etalónov a jeho sledovania):
  - údržba etalónov a zariadení,
  - kalibrácia a technická kontrola zariadení
  - merania
  - návody na obsluhu
  - pri vzniku poruchy, strate metrologických parametrov a následný návrh nápravy
  - zahrňujúce spôsob zabezpečenia následnej kontroly zariadení po vzniku poruchy
- ◆ Záznam porovnávacích meraní, kalibrácií, kontroly a údržby etalónu a zariadení.
- ◆ Denník etalónu (záznamy o používaní 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

- ◆ Výskumná správa o etalóne z roku 1998
- ◆ Súhrnná správa o etalóne z roku 1999
- ◆ Súhrnná správa k revízii etalónu z roku 2004
- ◆ Súhrnná správa k revízii etalónu z roku 2010
- ◆ Pravidlá používania a uchovávanía etalónu
- ◆ kalibračné protokoly z kalibrácie meradiel:
  - etalónové závažia
  - analytické váhy
  - voltmeter
  - etalónové rezistory
  - prúdový zdroj (časová stupnica)
- ◆ Interné protokoly a záznamy o vykonaných kontrolách meradiel a zariadení
- ◆ Správy o medzinárodných porovnávacích meraniach COOMET 136/SK/96, CCQM-P7, CCQM-P19, CCQM-P19.1, CCQM-P30, CCQM-P36, CCQM-P32, CCQM-K8, CCQM-K29, CCQM-K29.1, CCQM-K34, CCQM-K34.1, CCQM-K34.2, CCQM-K48, CCQM-K59
- ◆ Pracovný postup na kalibráciu RM na etalóne látkového množstva (PP 001/260/00)
- ◆ Pracovný postup na kalibráciu RM – jednoprvkových roztokov (PP 018/260/00)
- ◆ Pracovný postup na kalibráciu RM – roztokov aniónov (PP025/260/03)
- ◆ Návod na obsluhu:
  - prúdový zdroj, indikačná jednotka
  - byreta Dosimat
  - multimeter Solartron 7071
  - termostaty Lauda E206T, E203
  - váhy Sartorius S4, Mettler AG285
  - súčasti iónového chromatografu ICS 2500
  - zariadenie na čistenie vody MilliQ Gradient
- ◆ záznamy s výsledkami experimentálnych meraní
- ◆ kalibračné certifikáty pomocných meradiel a zariadení

## 8 SYSTÉM KONTROLY

Kontrola činností súvisiacich s používaním a uchovávaním národného etalónu 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 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.

## 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 zisteníach 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 uchovávaní a používania etalónu, kvalifikáciu personálu pracujúceho s etalónom, zabezpečenie prenosu reprodukovaných 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.



**9 PRÍLOHY****PRÍLOHA 1 PROGRAM KALIBRÁCIE A KONTROL MERADIEL**

Názov meradla	Identifikácia	Spôsob „kontroly“	Zabezpečuje garant v spolupráci s	Pracovný postup	Interval kontrol	Dátum poslednej kontroly	Dátum následnej kontroly
prúdový zdroj	CURRENT SOURCE 7961	kalibrácia časovej stupnice	lab. času	PP	4 roky	10/2005	10/2009
prúdový zdroj	CURRENT SOURCE 8011A	kalibrácia časovej stupnice	lab. času	PP	4 roky	08/2009	08/2013
digitálny voltmeter	Solartron 7071	kalibrácia js stupnice	lab. napätia	PP	1 rok	4/2010	4/2011
etalónové závažia	v.č. 018/99	kalibrácia	lab. hmotnosti	PP	1 rok	11/2010	11/2011
pracovné závažie 0,5 g	MM01	kalibrácia	-	v prílohe	1rok	03/2010	3/2011
etalónové 1 $\Omega$ rezistory	vč. 1000513, 1000512	kalibrácia	lab. odporu	PP	3 roky	4/2010	4/2013
sklené teplomery	LM001, LM002, LM003, LM004	kalibrácia	lab. teploty	PP	5 rokov	12/2007	12/2012
Muflová pec	LM212.11	kalibrácia teploty	lab. teploty	PP	8 rokov	4/2010	4/2018
mikrováhy	S4	kalibrácia interného závažia	-	v prílohe	2 roky	3/2010	3/2012
analytické váhy	AG285	kalibrácia	lab. hmotnosti	PP	3 roky	9/2009	9/2012
prúdový zdroj	CS 7961, 8011A	justáž DA prevodníka	-	v prílohe	podľa potreby	4/1999	-
prúdový zdroj	CS 7961, 7011A	kontrola funkcie	-	riadiaci program	pri meraní	-	-
digitálny voltmeter	Solartron 7071	kontrola	-	riadiaci program	pri meraní	-	-
sklené teplomery	LM001, LM002, LM003, LM004	kontrola	-	v prílohe	1 rok	5/2010	5/2011
Ventilová jednotka	9018A	tesnosť	-	v prílohe	podľa potreby	6/2009	-
Záložný zdroj	UPC	funkcia	-	-	1 rok	6/2010	6/2011
Termostat	E206T	kontrola teploty exter. teplomerom	-	v prílohe	1 rok	6/2010	6/2011
Potenciostat	PAR 273	kontrola funkcie	-	-	pred meraním	-	-
analytické váhy	AG285	Kontrola interného závažia, linearity, opakovateľnosti	-	PP05/220/00	1 rok	8/2010	8/2011
etalónové 1 $\Omega$ rezistory	vč. 1000513, 1000512	kontrola rozdielu hodnôt	-	v prílohe	1 rok	4/2010	4/2011
Piestová byreta	665 Dosimat	funkcia	-	riadiaci program	pri meraní	-	-
nástavce byrety	byr1, byr2, byr3	kontrola objemu	-	v prílohe	5 rokov	8/2007	8/2012
indikačné elektródy	rôzne	justovanie	-	riadiaci program	pred, resp. počas série meraní	-	-
odmerné banky a pipety	rôzne	kalibrácia	-	NBSIR 74-461	neobmedzene	1992	-

## PRÍLOHA 2 HARMONOGRAM ÚDRŽBY MERADIEL

Názov zariadenia	Identifikácia	Popis údržby	Zodpovednosť	Interval údržby	Dátum poslednej údržby	Dátum následnej údržby
Olejová výveva	RV5/2B	výmena oleja	Máriássy	pri poklese vákua	1991	podľa potreby
Termostat	E203	doplnenie vody, vyčistenie	Máriássy	podľa potreby	8/2010	podľa potreby
mikrováhy	S4	vyčistenie (dodávateľsky)	Máriássy	6 rokov	1/2004	2010
analytické váhy	AG285	vyčistenie (dodávateľsky)	Máriássy	4 roky	8/2009	2013
iónový chromatograf	ICS2500	výmena lampy AD25	Hanková	podľa potreby (asi po 1000 h)	8/2006	podľa potreby
iónový chromatograf	ICS2500	výmena tesnenia pumpy IP25	Hanková	podľa potreby	10/2003	podľa potreby
iónový chromatograf	ICS2500	výmena EluGen zásobníka	Hanková	podľa potreby (po vyčerpaní)	10/2003	podľa potreby
iónový chromatograf	ICS2500	periodická kontrola tesnosti, príp. oprava netesností a vyčistenie senzorov vylitia	Hanková	podľa potreby	11/2003	podľa potreby
iónový chromatograf	ICS2500	periodická regenerácia ASRS	Hanková	podľa potreby	12/2006	podľa potreby
zar. na čistenie vody	MiliQ Gradient	Výmena čistiacich kaziet, UV lampy a filtra	Máriássy	pri poklese špecif. odporu pod 18 M $\Omega$ /cm , alebo po 18 mesiacoch	06/2010	2011



## PRÍLOHA 3 POSTUPY INTERNÝCH KONTROL MERADIEL

### 9.1.1 KONTROLA SKLENÝCH TEPLOMEROV

Pomôcky: termostat Hart (III-6754) a kalibrovaný odporový teplomer ASL F300 (III-6610) pri etalóne elektrolytickej konduktivity

Do kúpeľa termostatu sa po ustálení pracovnej teploty 25,00 °C vloží kalibrovaný teplomer do predpísaného ponoru a počká sa na ustálenie hodnoty (asi 5 min) a mierne sa poklepe na teplomer. Do pracovného zošita sa zaznamená označenie teplomera a odčítaná hodnota, ktorá sa porovná s hodnotou pri kalibrácii. Rozdiel hodnôt musí byť menší než neistota kalibrácie, ináč sa meranie zopakuje. V prípade pretrvávania odchýlky sa teplomer dá znovu kalibrovať.

### 9.1.2 KONTROLA ETALÓNOVÝCH REZISTOROV

Pomôcky: Kalibrovaný voltmeter Solartron 7071

Kontrola sa vykoná porovnaním údajov voltmetra pre odpor dvoch kalibrovaných rezistorov. Voltmeter Solartron 7071 sa pripraví na štvorvodičové meranie a prepne sa do módu „True ohm“. Kábel sa pripojí na meraný rezistor. Nastaví sa rozlíšenie na 7½ digitu, rozsah na „auto“, digitálny filter na „simple average“, nn=100 a spustí sa jedno meranie. Vynuluje sa história. Spustí sa kontinuálne meranie. Po jednej hodine sa meranie zastaví a z histórie sa opíšu namerané hodnoty, z ktorých sa vypočíta priemer. Zapojí sa druhý rezistor a meranie sa opakuje. Rozdiel hodnôt pre oba rezistory sa nemá odchyľovať od rozdielu certifikovaných hodnôt viac ako 10 μΩ. V prípade väčšej odchýlky sa meranie zopakuje a pri pretrvávani odchýlky sa rezistory dajú znova kalibrovať.

### 9.1.3 NASTAVENIE DA PREVODNÍKA PRÚDOVÉHO ZDROJA

Pomôcky: Kalibrovaný voltmeter Solartron 7071 a termostatovaný kalibrovaný rezistor 1 Ω. V menu prúdového zdroja sa zvolí Kalibrácia DA prevodníka a striedavo sa nastavujú hodnoty jednotlivých bitov DA prevodníka podľa tabuľky, odsúhlasia sa a hneď po odčítaní hodnoty prúdu sa bity znova vynulujú. Hodnoty sa zaznamenajú. Hodnoty závislosti bity vs. prúd sa uložia do súboru v predpísanom formáte a vyhodnotia sa programom cscalae.exe, dodaným výrobcom. Vypočítanými hodnotami konštant sa prepíšu hodnoty v menu prúdového zdroja. Pôvodné aj nové hodnoty zostanú uložené v dátových súboroch.

### 9.1.4 KONTROLA TESNOSTI VENTILOVEJ JEDNOTKY

Po natlakovaní systému na 0,2 MPa a zavretí redukčného ventilu nesmie tlak klesnúť na 0,1 MPa pri uzavretých hadiciach skôr než za 4 h.

### 9.1.5 KONTROLA OLEJOVEJ VÝVEVY

Podľa PP01/260/00 sa určí hustota vzduchu. Potom sa odčíta tlak vzduchu z barometra pri etalóne pH alebo z údajov v počítačovej sieti SMU a z teploty, tlaku a približnej vlhkosti sa vypočíta hustota vzduchu. Rozdiel nameranej hustoty vzduchu a vypočítanej musí byť menší než 0,001 kg.m<sup>-3</sup>.

### 9.1.6 KONTROLA TEPLoty V TERMOSTATE E206T EXTERNÝM TEPLOMEROM

Pomôcky: Kalibrovaný teplomer s delením stupnice 0,05°C a rozsahom zahŕňajúcim 23°C

Zapne sa termostat, chladiaca voda a nechá sa ustáliť pracovný režim najmenej 30 min od dosiahnutia pracovnej teploty. Po ustálení teploty sa teplomer ponorí do kúpeľa a zmeria sa

teplota na rôznych miestach kúpeľa (vpredú, v strede aj vzadu). Údaje sa zaznamenajú do pracovného zošita. Rozpätie nameraných teplôt musí byť menšie než 0,1°C a priemerná teplota sa musí v rámci neistoty kalibrácie teplomera zhodovať s nastavenou teplotou.

#### 9.1.7 KALIBRÁCIA INTERNÉHO ZÁVAŽIA MIKROVÁH S4

Pomôcky: 100 mg závažie zo sady 018/99.

Pred meraním sa nechá ustáliť režim váh a vytemperovať etalónové závažie v skrinke váh najmenej 30 min. Váhy sa vynulujú. Naloží sa interné kalibračné závažie, odčíta sa údaj váh (A), kalibračné závažie sa zloží a naloží sa etalónové 100 mg závažie a odčíta sa údaj váh (B). Meranie sa niekoľkokrát zopakuje. Určí sa rozdiel údajov váh ( $D_i$ ) pre jednotlivé váženia etalónového závažia:

$$D_i = B_i - (A_i + A_{i+1})/2$$

a z jednotlivých hodnôt  $D_i$  sa spočíta aritmetický priemer a neistota typu A; neistota typu B zodpovedá neistote etalónového závažia. Priemerná hodnota zodpovedá rozdielu hmotností interného a etalónového závažia.

#### 9.1.8 KONTROLA OBJEMU NÁSTAVCA BYRETY METROHM

Postupuje sa podľa aplikačného bulletinu Metrohm č.238.

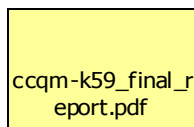
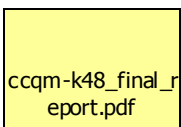
#### 9.1.9 KALIBRÁCIA PRACOVNÉHO 0,5 G ZÁVAŽIA

Pomôcky: 500 mg závažie zo sady 018/99, mikrováhy Sartorius S4.

Pred meraním sa nechá ustáliť režim váh a vytemperovať etalónové závažie v skrinke váh najmenej 30 min. Váhy sa vynulujú. Naloží sa pracovné závažie, odčíta sa údaj váh (A), pracovné závažie sa zloží a naloží sa etalónové 500 mg závažie a odčíta sa údaj váh (B). Meranie sa niekoľkokrát zopakuje. Určí sa rozdiel údajov váh ( $D_i$ ) pre jednotlivé váženia etalónového závažia:

$$D_i = B_i - (A_i + A_{i+1})/2$$

a z jednotlivých hodnôt  $D_i$  sa spočíta aritmetický priemer a neistota typu A; neistota typu B zodpovedá neistote etalónového závažia. Priemerná hodnota zodpovedá rozdielu hmotností pracovného a etalónového závažia.



## Amount of substance, high purity chemicals, Slovakia (Slovak Republic), SMU (Slovenský Metrologický Ústav)



Note: In the case where an uncertainty range is given, the expanded uncertainty range is expressed as the uncertainty of the smallest value of the quantity to the uncertainty of the largest value of the quantity.

The expanded uncertainties correspond to  $k = 2$  (level of confidence 95%).

NMI Service Identifier	Measurement Service Sub-Category	Matrix	Measurand		Dissemination Range of Measurement Capability			Range of Expanded Uncertainties as Disseminated				Range of Certified Values In Reference Materials			Range of Expanded Uncertainties for Certified Value				Mechanism(s) for Measurement Service Delivery	Comments
			Analyte or Component	Quantity	From	To	Unit	From	To	Unit	Is the expanded uncertainty a relative one?	From	To	Unit	From	To	Unit	Is the expanded uncertainty a relative one?		
I-08	Inorganic compounds	high purity chlorides	chloride	Amount-of-substance content	6	20	mol/kg	0.012	0.012	%	Yes								Calibration	
I-09	Inorganic compounds	high purity acids	acid	Amount-of-substance content	5	15	mol/kg	0.006	0.004	%	Yes								Calibration	
I-01	Inorganic compounds	high purity potassium dichromate	oxidants expressed as potassium dichromate	Mass fraction	99.9	100	%	0.005	0.005	%	Yes	99.983	99.983	%	0.007	0.007	%	Yes	CRM (A04)	The mass fraction given was calculated expressing the oxidimetric assay (includes trace impurities) as potassium dichromate; Approved on 01 March 2005
I-02	Inorganic compounds	high purity potassium hydrogen phthalate	total acid expressed as potassium hydrogen phthalate	Mass fraction	99.9	100	%	0.005	0.005	%	Yes	99.997	99.997	%	0.006	0.006	%	Yes	CRM (A02)	The mass fraction given was calculated expressing the assay of acid (includes trace acid impurities) as potassium hydrogen phthalate. Approved on 01 March 2005
I-03	Inorganic compounds	high purity potassium chloride	total halides (except F) expressed as potassium chloride	Mass fraction	99.9	100	%	0.012	0.012	%	Yes	99.993	99.993	%	0.012	0.012	%	Yes	CRM (A05)	The mass fraction given was calculated expressing the argentometric assay (includes bromides and iodides) as KCl. Approved on 01 March 2005
I-04	Inorganic compounds	high purity arsenic(III) oxide	reductants expressed as arsenic(III) oxide	Mass fraction	99.9	100	%	0.004	0.004	%	Yes	99.975	99.975	%	0.008	0.008	%	Yes	CRM (A03)	The mass fraction given was calculated expressing the assay by iodometry (includes trace impurities) as arsenic (III) oxide. Approved on 01 March 2005
I-05	Inorganic compounds	high purity amidosulfuric acid	total acid expressed as amidosulfuric acid	Mass fraction	99.9	100	%	0.004	0.004	%	Yes	99.996	99.996	%	0.004	0.004	%	Yes	CRM (A01)	The mass fraction given was calculated expressing the assay of acid (includes trace acid impurities) as amidosulfuric acid. Approved on 01 March 2005

Amount of substance, Inorganic solutions, Slovakia, SMU (Slovenský Metrologický Ústav)

Note: In the case where an uncertainty range is given, the expanded uncertainty range is expressed as the uncertainty of the smallest value of the quantity to the uncertainty of the largest value of the quantity.  
The expanded uncertainties correspond to  $k = 2$  (level of confidence 95%)



NMI Service Identifier	Measurement Service Sub-Category	Matrix	Measurand		Dissemination Range of Measurement Capability			Range of Expanded Uncertainties as Disseminated				Range of Certified Values in Reference Materials			Range of Expanded Uncertainties for Certified Value				Mechanism(s) for Measurement Service Delivery	Comments
			Analyte or Component	Quantity	From	To	Unit	From	To	Unit	Is the expanded uncertainty a relative one?	From	To	Unit	From	To	Unit	Is the expanded uncertainty a relative one?		
I-05a	Other than elemental and anionic solutions	aqueous solution of Cr(VI)	oxidants expressed as Cr(VI)	Amount-of-substance content	0.01	1.5	mol/kg	0.02	0.005	%	Yes							Calibration	Oxidimetric value including contributions from trace impurities	
I-07a	Other than elemental and anionic solutions	aqueous solution of As(III)	reductants expressed as As(III)	Amount-of-substance content	0.01	1	mol/kg	0.01	0.004	%	Yes							Calibration	Reductometric value including contributions from trace impurities	
I-08a	Other than elemental and anionic solutions	aqueous solution of pure chlorides	total halides (except F) expressed as chloride	Amount-of-substance content	0.01	5	mol/kg	0.04	0.012	%	Yes							Calibration		
I-09a	Other than elemental and anionic solutions	aqueous solution of hydrochloric acid	total acid expressed as hydrochloric acid	Amount-of-substance content	0.01	2	mol/kg	0.03	0.004	%	Yes							Calibration		
I-09b	Inorganic solutions	aqueous solution of sulfuric acid	total acid expressed as sulfuric acid	Amount-of-substance content	0.01	2	mol/kg	0.03	0.004	%	Yes							Calibration		
I-10-1	Elemental solutions	mono-elemental solution	aluminium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B02	Approved on 19 July 2010
I-10-2	Elemental solutions	mono-elemental solution	bismuth	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B06	
I-10-3	Elemental solutions	mono-elemental solution	calcium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B07	Approved on 19 July 2010
I-10-4	Elemental solutions	mono-elemental solution	cadmium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B08	
I-10-5	Elemental solutions	mono-elemental solution	cobalt	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B09	Approved on 19 July 2010
I-10-6	Elemental solutions	mono-elemental solution	copper	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B12	Approved on 19 July 2010
I-10-7	Elemental solutions	mono-elemental solution	iron	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B13	Approved on 19 July 2010
I-10-8	Elemental solutions	mono-elemental solution	lead	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B26	Approved on 19 July 2010
I-10-9	Elemental solutions	mono-elemental solution	mercury	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B15	
I-10-10	Elemental solutions	mono-elemental solution	magnesium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B20	Approved on 19 July 2010
I-10-11	Elemental solutions	mono-elemental solution	manganese	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B21	
I-10-12	Elemental solutions	mono-elemental solution	nickel	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B24	Approved on 19 July 2010
I-10-13	Elemental solutions	mono-elemental solution	strontium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.20	0.20	%	Yes	CRM B32	Approved on 19 July 2010
I-10-14	Elemental solutions	mono-elemental solution	zinc	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.1	0.06	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B37	Approved on 19 July 2010
I-10-15	Elemental solutions	mono-elemental solution	arsenic	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.25	0.25	%	Yes	CRM B03	Approved on 19 July 2010
I-10-16	Elemental solutions	mono-elemental solution	silver	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.08	0.08	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.18	0.18	%	Yes	CRM B01	Approved on 19 July 2010
I-10-17	Elemental solutions	mono-elemental solution	chromium	Mass concentration	0.9	10	g/L	0.14	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.22	0.22	%	Yes	CRM B10	Approved on 19 July 2010
I-10-18	Elemental solutions	mono-elemental solution	tin	Mass concentration	0.9	10	g/L	0.17	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.24	0.24	%	Yes	CRM B31	Approved on 19 July 2010
I-10-19	Elemental solutions	mono-elemental solution	thallium	Mass concentration	0.9	10	g/L	0.19	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.25	0.25	%	Yes	CRM B35	Approved on 19 July 2010
I-10-20	Elemental solutions	mono-elemental solution	boron	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B04	
I-10-21	Elemental solutions	mono-elemental solution	phosphorus	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.2	0.1	%	Yes	0.98	1.01	g/L	0.2	0.2	%	Yes	CRM B25	
I-10-22	Elemental solutions	mono-elemental solution	vanadium	Mass concentration	0.5	10	g/L	0.15	0.1	%	Yes	0.99	1.02	g/L	0.28	0.28	%	Yes	CRM B36	Approved on 19 July 2010
I-10-23	Elemental solutions	mono-elemental solution	barium	Mass concentration	0.9	10	g/L	0.13	0.1	%	Yes	0.102	1.05	g/L	0.21	0.21	%	Yes	CRM B05	Approved on 19 July 2010
I-50-0	Anionic solutions	water	chloride	Mass concentration	0.9	2	g/L	0.05	0.04	%	Yes	0.95	1.05	g/L	0.18	0.18	%	Yes	CRM B50	Approved on 24 June 2009
I-50-1	Anionic solutions	water	phosphate	Mass concentration	0.9	2	g/L	0.12	0.1	%	Yes	0.95	1.05	g/L	0.28	0.28	%	Yes	CRM B51	Approved on 24 June 2009
I-50-2	Anionic solutions	water	sulfate	Mass concentration	0.9	2	g/L	0.08	0.06	%	Yes	0.95	1.05	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B52	Approved on 24 June 2009
I-50-3	Anionic solutions	water	nitrate	Mass concentration	0.9	2	g/L	0.09	0.07	%	Yes	0.95	1.05	g/L	0.19	0.19	%	Yes	CRM B53	Approved on 19 July 2010
I-50-4	Anionic solutions	water	nitrite	Mass concentration	0.9	2	g/L	0.16	0.13	%	Yes	0.95	1.05	g/L	0.23	0.23	%	Yes	CRM B54	Approved on 19 July 2010



## CERTIFIKÁT NÁRODNÉHO ETALÓNU

č. 022/10, Revízia 2

Slovenský metrologický ústav v súlade s ustanovením § 6 a § 32 ods. 2 písm. d) a zákona č. 142/2000 Z. z. o metrológii a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení zákona č. 431/2004 Z. z. (ďalej len "zákon"), na základe posúdenia Súhrnnej správy pre revíziu národného etalónu látkového množstva č. 022/10 zo dňa 30. 11. 2010 potvrdzuje, že všetky podmienky ustanovené v § 1 ods. 1 vyhlášky Úradu pre normalizáciu metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky č. 210/2000 Z. z. o meradlách a metrologickej kontrole v znení neskorších predpisov (ďalej len "vyhláška") na schválenie etalónu za národný etalón boli splnené.

**Názov etalónu:**

**ETALÓN LÁTKOVÉHO MNOŽSTVA**

**Veličina a hodnota (stupnica hodnôt)  
jednotky reprodukovanej etalónom:**

**látkové množstvo v rozsahu hodnôt  
od 0,0001 mol do 0,01 mol**

**Názov a sídlo vlastníka etalónu:**

**Slovenský metrologický ústav,  
Karloveská 63, 842 55 Bratislava**

**Osoba zodpovedná za etalón:**

**Ing. Michal Máriássy, CSc.**

**Dátum schválenia revízie:**

**15. 12. 2010**

Základné údaje o etalóne a podmienkach používania a uchovávaní etalónu podľa § 1 ods. 2 vyhlášky sú uvedené v Súhrnnej správe pre revíziu národného etalónu látkového množstva č. 022/10.

Osoba zodpovedná za etalón (vlastník etalónu) má povinnosť oznámiť Slovenskému metrologickému ústavu všetky úpravy, doplnenia a zmeny etalónu, ktoré môžu mať vplyv na jeho technické charakteristiky, metrologické charakteristiky alebo môžu ovplyvniť ustanovené podmienky uchovávaní a používania etalónu.

Certifikát č. 022/10 Revízia 2 nahrádza v plnom rozsahu certifikát č. 022/04 Revízia 1 zo dňa 15. 12. 2004

V Bratislave, 30. 11. 2010

prof. Ing. Rudolf Durný, DrSc.  
generálny riaditeľ

**Nadväznosť:** Národný etalón látkového množstva je nadviazaný na hodnotu Faradayovej konštanty a národné etalóny jednotky jednosmerného napätia a odporu, času a hmotnosti SMU.

### Základné metrologické charakteristiky etalónu:

Rozsah realizácie látkového množstva: 0,001 mol až 0,01 mol (čisté látky),  
resp. 0,0001 mol až 0,01 mol (roztoky)

#### Čisté látky:

Relatívna štandardná neistota typu A  $1 \times 10^{-5}$  až  $3 \times 10^{-6}$   
Relatívna štandardná neistota typu B  $6 \times 10^{-5}$  až  $17 \times 10^{-6}$

#### Roztoky:

Relatívna štandardná neistota typu A  $3 \times 10^{-4}$  až  $1 \times 10^{-5}$   
Relatívna štandardná neistota typu B  $3 \times 10^{-4}$  až  $2 \times 10^{-5}$

### Zostava etalónu:

1. prúdový zdroj CURRENT SOURCE 7961	inv.č. III-6724
2. indikačná jednotka INDICATION UNIT 8971	inv.č. III-6724
3. digitálny voltmeter Solartron 7071	v.č. 100964
4. mikrováhy S4	v.č. 71001486
5. analytické váhy AG285	v.č. 1122131984
6. etalónové závažia	v.č. 018/99
7. etalónové rezistory nominálnej hodnoty 1 $\Omega$	v.č. 1001512,1001513
8. CURRENT SOURCE 8011A (Applied Precision)	v.č. 4527110104
9. INDICATION UNIT 7011A (Applied Precision)	v.č. 4627110104
10. pomocné zariadenia	
piestová byreta 665 Dosimat	v.č. 90375
termostaty E203 a E206T	v.č. W02035, W07002
coulometrické nádoby	
ventilová jednotka	v.č. 001
počítač	v.č.129309634B
valve unit 9018A	v.č. 4727110104
počítač	v.č. HUB7451FS2
coulometrické články pre acidobázické, oxidačno-redukčné, zrážacie a komplexotvorné stanovenia	
miešačka RH3	v.č. 7854
olejová výveva RV5/2B	v.č. 24014
muflová pec LM 212.11	v.č. 792
záložný zdroj BK500MI	v.č. PB9810318476
elektrody	
evakuovateľné banky	
Potenciostat/Galvanostat Model 273	v.č. 14111
XY zapisovač XY4105	v.č. 451
sklené teplomery	
MiliQ Gradient	v.č. F3KN03892 E
ohrevná doska Jenway 1101	v.č. 1333

iónový chromatograf ICS 2500  
sušiareň laboratórna  
konduktometer OK-102  
Ventil redukčný RV FM 62/Ar  
Prevodník GPIB

inv.č. III - 07370  
v.č. 5973  
v.č. 458

### Metrologické parametre kľúčových meradiel

Prúdový zdroj 7961, rozsah 1-400 mA, stabilita (24h) 5  $\mu$ A, šum 0,5  $\mu$ A; časovač 0-10000 s, neistota časového intervalu pod 0,1 ms, galvanické odopínanie elektród; plávajúci; GPIB  
Prúdový zdroj 8011A, rozsah 1-400 mA, stabilita (24h) 1  $\mu$ A, šum 0,2  $\mu$ A; časovač 0-10000 s, neistota časového intervalu pod 0,1 ms, galvanické odopínanie elektród; plávajúci; RS-232  
Indikačná jednotka 8971, potenciometrická aj amperometrická (3-el.) indikácia, plávajúca, galvanické odopínanie elektród,  $\pm 1,5$  V, GPIB  
Indikačná jednotka 7011A, potenciometrická aj amperometrická (3-el.) indikácia, plávajúca, galvanické odopínanie elektród,  $\pm 1,5$  V, RS-232  
Váhy Mettler AG285, rozsah 200 g, d = 0,1 mg, opakovateľnosť 0,2 mg; rozsah 80 g, d = 0,01 mg, opakovateľnosť 0,05 mg;  
Mikrováhy Sartorius S4, rozsah 4 g, d = 0,0001 mg, opakovateľnosť 0,0005 mg  
Digitálny voltmeter, rozlíšenie 7 1/2 dig., ročná stabilita 10  $\mu$ V/V  
Súbor závaží, trieda presnosti E1  
Etalónový rezistor, 1  $\Omega$ , ročná stabilita 10  $\mu\Omega$ , teplotný koeficient pod 5  $\mu\Omega/(\Omega K)$

### Prehľad odovzdávania hodnoty jednotky (stupnice) na ostatné meradlá:

*Metóda:* Coulometrická titrácia, ďalší prenos prostredníctvom primárnych certifikovaných referenčných materiálov podľa pracovných postupov PP01/260/00, PP18/260/00, PP25/260/03

*Rozšírená neistota:*

Pre čisté látky: U = (0,004 až 0,012) %

Pre roztoky ( $c \sim (0,005 - 1) \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ): (0,07 až 0,005) %

### Prehľad kľúčových porovnávacích meraní:

CCQM-P7, CCQM-P19.1, CCQM-K8, CCQM-K29, CCQM-K34, CCQM-K48,  
CCQM-K59, CCQM-K73

### Miesto uchovávanania a používania etalónu :

Slovenský metrologický ústav, Bratislava  
Centrum chémie, laboratórny objekt H,  
miestnosti č.305, 307, 308,

.....  
Ing. Michal Máriássy, CSc.  
osoba zodpovedná za etalón

*Tento certifikát môže byť rozmnožovaný len celý a nezmenený.  
Rozmnožovať jeho časti možno len s písomným súhlasom Slovenského metrologického ústavu.*