

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

NA Dok 26C

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier

Dokument kategori: Krav
Fagområde: Laboratorier

Formål

Dette dokumentet angir krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr som brukes ved akkrediterte prøvingslaboratorier. Alternative metoder kan benyttes der ordet bør eller kan er brukt i dokumentet, dersom de alternative metodene viser seg å gi samme resultat.

Innholdsfortegnelse

1. Definisjoner og forklaringer	2
2. Generelt.....	3
3. Kalibrering av volumetrisk utstyr	4
4. Kontroll av volumetrisk utstyr	5
5. Referanser / relevant litteratur	5

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

1. Definisjoner og forklaringer

Sporbarhet

Resultatet av en måling, eller verdien av en normal, som kan relateres til gitte referanser (vanligvis nasjonale eller internasjonale normaler) via en ubrutt kjede av sammenlikninger som alle har en gitt usikkerhet (Ref 1).

Kontroll

En samling av handlinger som under spesifiserte betingelser, verifiserer at utstyret oppfyller de krav til nøyaktighet som kreves. Alle typer av kontroller som faller inn under denne beskrivelse skal skje i henhold til en dokumentert prosedyre.

Vekter

Vekter som brukes for kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr skal være sporbart kalibrert i henhold til kravene i NA-Dok 26A (Ref 3). Vekten skal være kalibrert for de aktuelle områdene som benyttes ved volumkalibrering eller volumkontroll. Måleusikkerheten oppgitt i kalibreringsbeviset må være lavere enn de krav som er fastsatt for det volumetriske utstyret.

Termometre

Termometre som benyttes for bestemmelse av temperatur i væske i forbindelse med kontroll av volumetrisk utstyr skal være sporbart kalibrert eller kontrollert i henhold til kravene i NA-Dok 26B (Ref 4).

Kalibrering

En samling av handlinger som, under spesifiserte betingelser, etablerer forholdet mellom verdier gitt av et måleinstrument eller målesystem, eller verdier gitt ved et referansemateriale eller materielt mål, og de tilhørende verdier realisert av referansenormaler (Ref 1).

Kalibrering skal primært utføres av et kalibreringslaboratorium som er akkreditert av Norsk Akkreditering (NA), eller som er akkreditert av et annet akkrediteringsorgan som har signert den multilaterale avtalen innen EA (European Co-operation for Accreditation), eller ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation) eller kalibreringen kan utføres av et nasjonalt laboratorium som aksepteres av NA. Resultatet skal alltid angis med tilhørende måleusikkerhet.

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

2. Generelt

Volumetrisk utstyr

Det benyttes mange typer volumetrisk utstyr i prøvingslaboratorier. Eksempler på slikt utstyr er:

- målekolber og målesylindere
- glasspipetter, plast engangspipetter og automatpipetter (fast og variabelt volum, flere kanaler)
- dispensere og byretter
- autofortynnere og pipetteringsroboter
- filtreringsoppsatser

Kravene som stilles til volumetrisk utstyr vil variere i forhold til bruksområde. Laboratoriet har ansvaret for å vise at det volumetriske utstyr oppfyller kravene. Laboratoriet bør ta hensyn til eventuelle anbefalinger gitt av utstysleverandøren.

Ekstern kalibrering

Ekstern kalibrering av volumetrisk utstyr skal primært utføres av et kalibreringslaboratorium som er akkreditert for volumkalibrering av:

- Norsk Akkreditering (NA)
- Annet akkrediteringsorgan som har signert den multilaterale avtalen innen EA (European Cooperation for Accreditation) eller ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation)
- Nasjonalt laboratorium som aksepteres av NA

Intern kalibrering og kontroll

NA krever ikke ekstern kalibrering av volumetrisk utstyr dersom intern kalibrering/kontroll gjennomføres i henhold til kravene gitt i dette dokumentet.

Det stilles følgende krav til akkrediterte laboratorier som utfører intern kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr:

- Laboratoriet skal peke ut personell som har kunnskap og kompetanse til å utføre intern kalibrering og kontroll på en korrekt måte. Opplæring og godkjenning av personell skal være dokumentert.
- Intern kalibrering av volumetrisk utstyr skal gjøres på en sporbar kalibrert vekt og med nylig kokt vann. Vanntemperaturen skal kontrolleres på kalibreringstidspunktet. Vekter og termometre skal tilfredsstillende kravene beskrevet i punkt 1. Dersom tettheten av vannet avviker fra 1 g/cm^3 skal det korrigeres for dette (Ref 7).
- Kontroll av utstyr skal i hovedsak utføres som beskrevet i punktet ovenfor. Det skal imidlertid benyttes væske som er tilpasset rutinebruk av utstyret. Dersom utstyr sendes til tjenesteleverandør for kontroll, skal laboratoriet forsikre seg om at de kravene som er angitt ovenfor oppfylles. Kalibreringsstatus for vektene som er brukt i volumkontrollen hos tjenesteleverandøren skal være dokumentert.
- Intern kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr skal dokumenteres. Rådata skal arkiveres.

Glassutstyr

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

Glassutstyr av klasse A/AS kan normalt benyttes uten kalibrering. Laboratoriet har ansvar for å verifisere at dette er gyldig, spesielt for små volum. Glassutstyr av klasse B skal normalt ikke benyttes til kvantitativ analyse.

Engangsutstyr

Det er ikke krav om kalibrering av engangsutstyr dersom produsenten er ISO 9001 sertifisert og kvalitetskontrollsertifikat fra produsent viser tilfredsstillende volumkalibrering/kontroll. Engangsutstyr må kontrolleres på stikkprøvebasis på batch-nivå ved mottak i laboratoriet.

“Black box” instrumenter med integrerte volumetriske enheter

Det er ikke krav om å kalibrere volumetriske enheter i “black box” instrumenter som inneholder integrerte volumetriske enheter. Slike instrumenter kontrolleres indirekte ved bruk av det interne kontrollprogrammet for den enkelte metode. I tillegg forutsettes det at slike instrumenter har tilfredsstillende service og vedlikeholdsprogram som er dokumentert.

Annet

Ved kontroll av utstyr som leverer store volum, for eksempel dispensere er det tilstrekkelig å kontrollere dette mot en målekolbe klasse A/AS. Det er opp til laboratoriet å avgjøre når dette er tilstrekkelig. For små volum der gravimetri ikke er egnet kan fotometri benyttes.

3. Kalibrering av volumetrisk utstyr

Kalibrering skal utføres på alt volumetrisk utstyr som kan ha en innvirkning på analyseresultatet.

Kalibreringsfrekvens vil være avhengig av type utstyr, hvordan det benyttes, hvor ofte det benyttes, krav til vedlikehold samt laboratoriets krav til nøyaktighet. Det er opp til laboratoriet å vise at fastsatt frekvens er tilstrekkelig. En bra grunnregel er å utføre kalibrering med høy frekvens for nytt utstyr. Deretter benyttes oppnådde kalibreringsresultater til å etablere en mer adekvat kalibreringsfrekvens.

Intern kalibrering skal utføres i henhold til en skriftlig prosedyre, og resultatene skal dokumenteres. Intern kalibrering skal inkludere minst følgende punkter:

- repeterbarhet
- reproduserbarhet
- bestemmelse av maksimal feilvisning

For utstyr med variabelt volum skal kalibrering utføres på et hensiktsmessig antall volum. Flerkanalspipetter skal kontrolleres på alle kanaler.

Repeterbarhet

Hensikten med bestemmelse av repeterbarheten er å påse at utstyret kan levere gjentakende målinger med tilfredsstillende spredning. Dette gjøres ved å utføre målinger under samme forhold og med samme operatør og utstyr. Ved kontroll av utstyr med variabelt volum skal volumet ikke justeres mellom hver måling. Voluminnstillingen skal være fast gjennom hele måleserien.

Reproduserbarhet

Hensikten med bestemmelse av reproduserbarheten er å sikre at håndtering av utstyr med ulike operatører samt ulike innstillinger av variabelt utstyr ikke påvirker resultatene i vesentlig grad. Dette gjøres ved å variere de nevnte parametrene mest mulig samt å stille volumet inn på nytt mellom hvert replikat.

Bestemmelse av maksimal feilvisning

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

Laboratoriet skal fastsette største tillatte avvik. Bestemmelse av den maksimale feilvisningen for volumet gjøres enten ved å veie utstyret med og uten væske eller å veie utpipettert / levert volum. For utstyr veid med og uten væske vil massen på væsken dividert med tettheten* på væsken gi det riktige volumet. Slike veiinger skal gjennomføres i samsvar med de krav som er beskrevet under punkt 2, Intern kalibrering og kontroll.

$$V_{\text{utstyr}} = \frac{m_{\text{utstyr}}}{\rho_{\text{væske}}}$$

* tettheten på væsken skal bestemmes som beskrevet i anerkjente oppslagsverk, for eksempel Handbook of Chemistry and Physics (Ref 7).

Bestemmelsen kan med fordel utføres i forbindelse med fastsettelse av repeterbarhet og reproduserbarhet. Når det ikke hensiktsmessig å bestemme repeterbarheten ved alle bruksvolum på justerbart utstyr, må bestemmelse av maksimal feilvisning skje separat.

4. Kontroll av volumetrisk utstyr

Hensikt

Hensikten med kontroll av volumetrisk utstyr er å påse at volumet ikke endres over tid, slik at det ikke lenger samsvarer med fastsatte krav. Kontrollen skal utføres i henhold til en skriftlig prosedyre.

Med unntak av antall målinger utføres og dokumenteres kontroll på samme måte som beskrevet i punkt 3, Reproduserbarhet. For volumetrisk kontroll er det vanligvis tilstrekkelig med en kontrollmåling. Kontrolldata bør plottes i et trenddiagram (kontrollkort) for enkelt å kunne følge opp stabiliteten til utstyret. Laboratoriet skal ha en skriftlig prosedyre for gjennomføring av volumetrisk kontroll og oppfølging av kontrolldata.

Kontrollfrekvens

Kontrollfrekvens vil være avhengig av type utstyr, hvordan det benyttes, hvor ofte det benyttes, krav til vedlikehold samt laboratoriets krav til nøyaktighet. Det er opp til laboratoriet å vise at valgt frekvens er tilstrekkelig for å dokumentere at det volumetriske utstyret fungerer tilfredsstillende. En god grunnregel er å utføre kontroller av nytt utstyr med høy frekvens i begynnelsen. De oppnådde kontrollresultater kan benyttes til å etablere en mer adekvat kontrollfrekvens. Dersom kontrollintervallet for justerbare pipetter overstiger 1 uke, skal det finnes tilgjengelig dokumentasjon på at det utvidete intervallet er akseptabelt i forhold til laboratoriets krav til nøyaktighet. Basert på kontrollresultatene skal laboratoriet beslutte hvorvidt utstyret skal godkjennes eller ikke.

Krav til kontrollresultater

Krav til kontrollresultater kan eksempelvis angis som et intervall som resultatene skal ligge innenfor. Intervallet skal være basert på faglige kriterier knyttet til metoden hvor det volumetriske utstyret brukes. Laboratoriet må fastsette intervallet slik at det samsvarer med metodens måleusikkerhet.

5. Referanser / relevant litteratur

1. ISO/IEC Guide 99 International vocabulary of metrology; Basic and general concepts and associated terms (VIM)
2. NA Dok 52 Angivelse av måleusikkerhet ved kalibreringer (norsk oversettelse av EA 4/02)
3. NA Dok 26A Krav til kalibrering og kontroll av vekter for akkrediterte prøvingslaboratorier.

Krav til kalibrering og kontroll av volumetrisk utstyr for akkrediterte prøvingslaboratorier (NA Dok 26C)	Dok.id.: D00064
Norsk akkreditering/Norwegian Accreditation	Krav/Requirement

4. NA Dok 26B Krav til kalibrering og kontroll av termometre for akkrediterte laboratorier
5. EURAMET/cg-19/v.01 Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration
6. NS-EN ISO/IEC 17025 Generelle krav til prøvings- og kalibreringslaboratoriets kompetanse
7. Handbook of chemistry and physics, <http://www.hbcnetbase.com/>
8. NMKL prosedyre 13 Volumetrisk kontroll
9. ISO 8655 Stempeldrevet volumetrisk utstyr (Del 1-7)

Kryssreferanser

Eksterne referanser