

A vegyi laboratóriumok minőségbiztosításának metrológiai vonatkozásai

dr. Kormos Fiammetta

Raluca Ripan – Kémiai Kutató Intézet, Kolozsvár

A laboratóriumok mérőeszközeinek metrológiai (mérésügyi) ellenőrzése elengedhetetlen feltétele a minőségbiztosítás megvalósításának. Bemutatjuk néhány metrológiai sajátosság meghatározását valószínűség-számítással, valamint a mérésügyi ellenőrzés lebonyolításának folyamatábráját. A metrológiai ellenőrzés szükségessége és a hibás értékek csökkenése közötti kapcsolatot grafikus módszerekkel (folyamatábra, hisztogram) tanulmányozzuk.

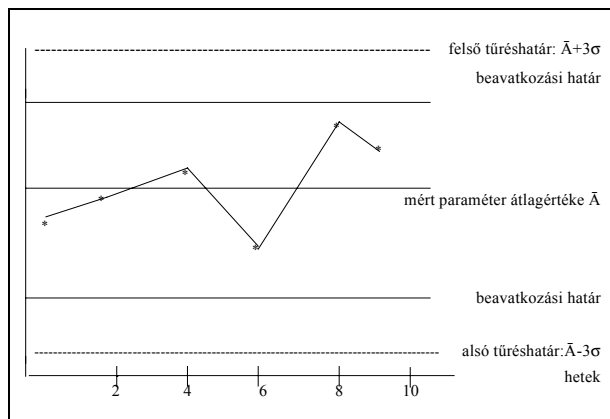
A laboratóriumok akkreditálásának és megbízhatósága megítélésének egyik legfontosabb kritériuma a minőségbiztosítás megvalósítása metrológiai szempontból is. A minőségbiztosítási rendszer azoknak a mérőeszközöknek a metrológiai ellenőrzését irányozza elő, amelyekkel végzett mérések eredménye az egészség-, környezet- vagy vagyonvédelem szempontjából fontos.

A vizsgálatok eredményét a mérési és számítási adatok feldolgozásával nyerjük. A mérés célja: egy mérhető mennyiség értékének meghatározása. A mérés eredménye tartalmazza a következő adatokat:

- a mérendő mennyiség elnevezését
- a zavaró mennyiségek határértékeit
- a referenciaszintet
- a kiválasztott mértékegységet
- a meghatározott mérőszám értékét
- a mérési bizonytalanság értéket, amely a mért mennyiség szóródását jellemzi.

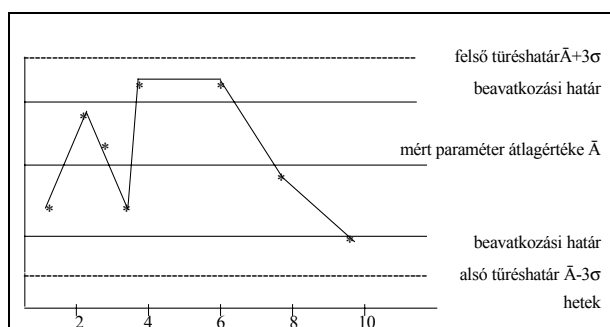
A mérések kivitelezésére a mérőeszközöket használjuk. A mérőeszközök ellenőrzését az Országos Mérésügyi Hivatal (Institutul Național de Metrologie) végzi. Ez nemcsak formális ellenőrzést jelent, hanem a mérési eredmények visszavezethetőségét is biztosítja. A visszavezethetőség a mérési eredmény azon sajátossága, hogy időben bármikor visszavezethető a nemzetközileg elfogadott etalonra.

Az ellenőrzés lebonyolításának időpontját pontosan be kell tervezni. Ehhez hozzásegíthet egy szabályozókártya kidolgozása, amely vizsgálja a metrológiai ellenőrzés időpontja és a meghibásodások gyakorisága közti összefüggést (1-es ábra).



1/a. ábra

Folyamat szabályozókártya: mérési értékek a metrológiai ellenőrzést követő időszak első felében



1/b. ábra

Folyamat szabályozókártya : mérési értékek a metrológiai ellenőrzés lejárta után

Ezen kártyák célja elsősorban a speciális hibaokok (metrológiai ellenőrzés lejárta) jelenléte feltárása. Ha a mérési értékek meghaladják a tűréshatárt, azonnali beavatkozásra van szükség. Abban az esetben, ha az értékek a beavatkozási határ felé tolódnak el, ez azt jelenti, hogy véletlen hibaokok jelentek meg. Ilyenkor azonnal meg kell ismételni a mérést. A tűréshatárt valószínűség-számítás alapján határozzák meg :

$$\bar{A} \pm 3\sigma$$

ahol \bar{A} - a mérésiértékek átlaga, σ -a szórást adja meg, (1-es kifejezés)

$$\sigma = \left(\frac{\sum (\bar{A} - A_v)^2}{n} \right)^{1/2} \quad (1)$$

A mért értékek hitelességét igen szemléltető módon a hisztogramok (2-es ábra) segítségével is vizsgálhatjuk. Ilyenkor az adatokat csoportokba összpontosítjuk és ezek eloszlását tanulmányozzuk. A vízszintes tengelyen a csoportba sorolt adatok, a függőleges tengelyen a mért értékek száma, az ún. gyakoriság szerepel. Az egyes gyakoriságokat, arányos magasságú oszlopokkal ábrázolják.

A leggyakrabban vizsgált metrológiai sajátságok a méréstartomány, a pontosság, ismételhetőség reprodukibilitás, a mérőeszköz ellenállóképessége egyes befolyásoló mennyiségekkel szemben, a mérési bizonytalanság, az élettartam, illetéktelen beavatkozással szembeni védettség. A reprodukibilitást (r) és a mérési bizonytalanságot (ϵ) szintén, valószínűségi számítás alkalmazva, a következő képletek (2,3) alapján számítják ki:

$$\sigma = \left(\frac{\sum (\bar{A} - A_v)^2}{n-1} \right)^{1/2} \quad (2)$$

$$\epsilon = \frac{\sum \bar{A} - A_v}{A_v} \cdot 100 \quad (3)$$

A mérésügyi eljárások alapján egy mérőeszköz hitelesíthető vagy minősíthető. A hitelesítés célja elbírálni, hogy a mérőeszköz típus megfelel-e a mérésügyi előírásoknak.

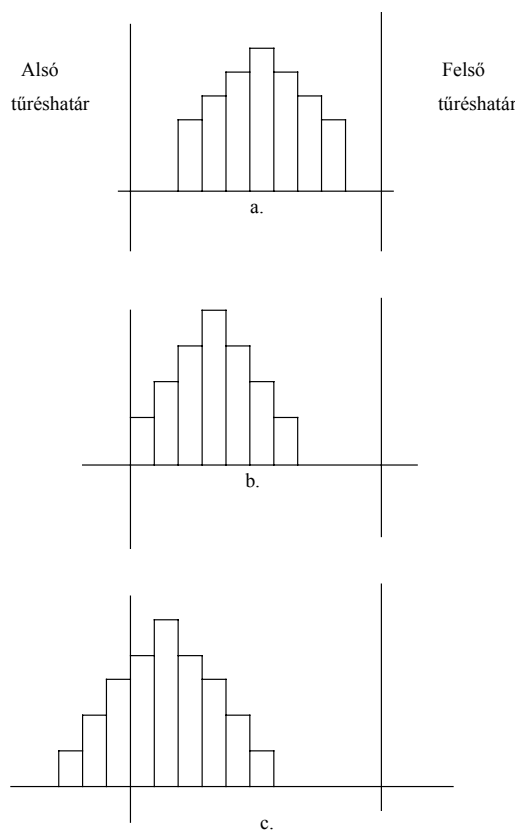
A minősítés meghatározza, hogy az illető mérőeszköz használható-e hiteles mérések végzésére. Egy mérőkészülék minősítését célzó tevékenység kötelező szakaszait egy folyamatábrán (3-as ábra) lehet bemutatni.

A minőségjavítási folyamatban a rendszeres adatgyűjtés és ezek feljegyzése, alkotja a megértés, döntés és beavatkozás alapját. A feljegyzések készítésének egyik eszköze a folyamatábra. A folyamatábra egy bizonyos folyamat eseményeinek egymásutánosságát írja le és ábrázolja. Az ábrázoláshoz szabványos jeleket használnak. A kezdés és befejezés eseménye egy-egy körbe, az egyes lépések pedig téglalapokba kerülnek. A döntéseket csúcsokra állított rombuszok, míg a folyamat irányát nyilak jelölik. A döntési helyeken a folyamat a feltett kérdésre adott válasznak megfelelően kétfelé ágazik. A folyamatábrán feltűnethető, hogy egy bizonyos szakaszért ki felel (laborfőnök, mérésügyi ellenőr, stb.).

A minősítést minden egyes meghibásodás után meg kell ismételni. Zavarok nélküli üzemeltetés esetén mérésügyi jogszabályok határozzák meg a minősítés megismétlésének periodicitását. Így nálunk évente ellenőrzik a spektrofotométereiket, a pH-, mV- métereiket, a konduktométereiket, mérlegeket, hőmérőket. Viszont a kromatográfokat, az

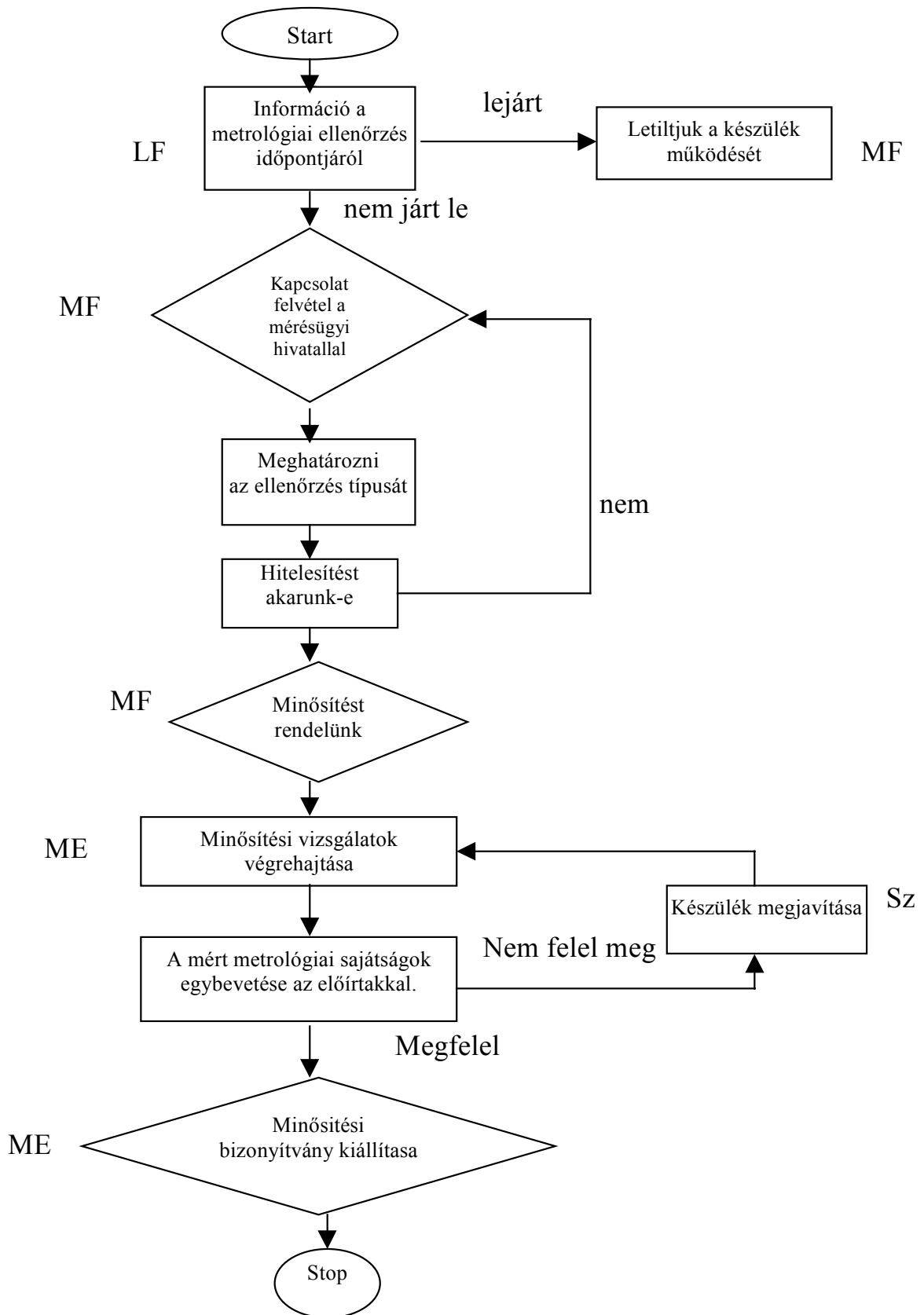
üveg mérőeszközöket (mérőhenger, mérőlombik pipetta) csak kétévenként kell minősíteni. Ha az ellenőrzés végén a mérőeszköz megfelel, a minősítés eredményeként a mérésügyi ellenőr rányomja bélyegzőjét a készülékre és metrológiai ellenőrzési bizonyítványt állít ki.

A nem kötelező hitelesítésű mérőeszközök ellenőrzésének másik változata a mérőeszközök kalibrálása. A kalibráció azon műveletek összessége, amelyekkel megállapítható az összefüggés egy mérőeszköz kijelzése és a megfelelő mennyiségek etalonnal mért vagy reprodukált, helyes értéke között. A kalibrálás eredménye lehetővé teszi a mérendő mennyiség egyes értékeinek és a mérőeszköz megfelelő jelzéseinek egymáshoz rendelését. Így az A típusú üveg mérőeszközök az ISO 9001-nek megfelelő kalibrációs tanúsítvánnyal rendelkeznek. Ezeket a legtöbb esetben elfogadják a metrológiai ellenőrzési bizonyítvány helyett.



2. ábra
Hisztogramok

- az értékek a tűréshatáron belül vannak, a szórás kicsi \Rightarrow ez egy kedvező állapot, hiteles mérési eredmények;
- az értékek a tűréshatáron belül vannak, a szórás nagyobb és nem központos \Rightarrow valószínű hibás értékek megjelenése;
- a szórás nagy, az értékek kívül kerültek a tűréshatáron \Rightarrow hibás értékek nagy számban vannak jelen, sürgős beavatkozás szükséges.



3. ábra

Mérőeszköz metrológiai ellenőrzésének folyamatábrája

Rövidítések: LF – laborfőnök; MF – mérésügyi felelős; ME – mérésügyi ellenőr; Sz – szakember

A helyes kalibrálás feltételei: az alkalmazott etalon legyen visszavezetve az országos etalonokra, vagy ha az adott mérésterületen nincs országos etalon, akkor a nemzetközi etalonokra; a kalibráláshoz használt etalon legyen pontosabb a kalibrált eszköznél; az alkalmazott kalibrálási módszer legyen dokumentálva és a kalibrálás eredményeit jegyzőkönyvben vagy kalibrálási bizonyítványban rögzítsék.

A mérőeszközök metrológiai ellenőrzése szerves részt képez a munkahelyi gazdálkodás hatékonyságának javításában. Alapköve hogy a "just in time" vezetési elv szerint, a mérőeszközök a megfelelő időben, a megfelelő helyen és a megfelelő állapotban álljanak a dolgozók rendelkezésére. Természetesen ennek elengedhetetlen feltétele az eszközök

megfelelő karbantartása. A dolgozók fegyelmezett viselkedése és minden előírás betartása, a mérőeszközök ápoltságát biztosítja. Mindezeknek a metrológiai vonatkozású feltételeknek a tiszteletben tartása garanciát képez a minőségbiztosításra.

Irodalom

- [1.] Gaál Z., Kovács Z.: Megbízhatóság, karbantartás. Veszprémi Egyetemi Kiadó, 1994.
- [2.] Balogh A., Dukáti F., Sallay L.: Minőségellenőrzés és megbízhatóság, Műszaki Könyvkiadó Budapest, 1980.
- [3.] Veress G. : A minőségügy alapjai, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1996.