



**SLOVENSKÝ METROLOGICKÝ ÚSTAV**  
Karloveská 63, 842 55 Bratislava 4  
Centrum chémií

**PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA**  
**NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE**  
NE č.027

Osoba zodpovedná za etalón

**Ing. Marta Obenrauchová**

Dátum vydania: november 2010

Výtlačok č.

Celkom výtlačkov: 2 ks

Spracoval: Ing. Marta Obenrauchová

Preveril: Ing. Viliam Pätoprstý, PhD.

Celkový počet strán: 27

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 2
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## OBSAH

<b>1</b>	<b>VŠEOBECNE .....</b>	<b>3</b>
1.1	ORGANIZAČNÉ A EKONOMICKÉ ZABEZPEČENIE UCHOVÁVANIA A POUŽÍVANIA ETALÓNU .....	3
<b>2</b>	<b>ETALÓN .....</b>	<b>4</b>
2.1	NÁZOV ETALÓNU A JEHO JEDNOZNAČNÁ IDENTIFIKÁCIA.....	4
2.2	NADVÄZNOŠŤ NA ZÁKLADNÉ JEDNOTKY SI A PRÍRODNÉ KONŠTANTY .....	4
2.2.1	<i>Veličiny potrebné pre funkciu etalónu .....</i>	5
2.2.2	<i>Kalibrácia etalónu a zariadení používaných v etalóne .....</i>	6
2.2.3	<i>Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení .....</i>	8
2.2.4	<i>Dodržanie navrhovaného programu .....</i>	8
2.2.5	<i>Postup pri vzniku poruchy.....</i>	8
2.3	ÚDRŽBA ZARIADENÍ.....	8
2.3.1	<i>Preventívna údržba a kontrola technického stavu .....</i>	8
2.3.2	<i>Údržba, kontrola technického stavu a podmienok uchovávania etalónu .....</i>	9
2.4	OPRAVY ZARIADENÍ.....	9
2.5	EVIDENCIA.....	10
2.6	MEDZINÁRODNÉ POROVNÁVACIE MERANIA .....	10
<b>3</b>	<b>PRIESTORY A PROSTREDIE .....</b>	<b>10</b>
3.1	UMIESTNENIE ETALÓNU .....	10
3.2	POŽADOVANÉ PARAMETRE PROSTREDIA .....	11
3.3	PODMIENKY ULOŽENIA ETALÓNU.....	11
<b>4</b>	<b>POUŽÍVANIE ETALÓNOV A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ .....</b>	<b>12</b>
4.1	POUŽÍVANIE ETALÓNU JE VYMEDZENÉ NA NASLEDOVNÉ ČINNOSTI.....	12
4.2	POUŽÍVANIE ETALÓNU OSOBAMI.....	12
4.3	BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA.....	12
<b>5</b>	<b>PRENOS JEDNOTKY .....</b>	<b>13</b>
5.1	MERANIE .....	13
5.2	DOKLADY .....	14
5.3	EVIDENCIA A POSTUP PRI VYBAVOVANÍ POŽIADAVIEK NA METROLOGICKÉ SLUŽBY .....	15
5.4	PREBERANIE A ODOVZDÁVANIE MERADIEL NA KALIBRÁCIU .....	15
5.5	VYBAVOVANIE SŤAŽNOSTÍ .....	15
<b>6</b>	<b>ZÁZNAMY.....</b>	<b>15</b>
<b>7</b>	<b>DOKUMENTÁCIA ETALÓNU .....</b>	<b>15</b>
7.1	ZÁKLADNÝ OBSAH DOKUMENTÁCIE ETALÓNU .....	15
7.2	KOMPLEXNOSŤ DOKUMENTÁCIE.....	156
7.3	ZÁKLADNÁ DOKUMENTÁCIA NÁRODNÉHO ETALÓNU .....	16
7.4	PODROBNÝ ZOZNAM ZÁKLADNEJ DOKUMENTÁCIE NÁRODNÉHO ETALÓNU .....	16
<b>8</b>	<b>SYSTÉM KONTROLY .....</b>	<b>17</b>
8.1	KONTROLA ČINNOSTÍ VYKONÁVANÁ OSOBOU ZODPOVEDNOU ZA ETALÓN.....	17
8.2	KONTROLA VEDENÍM ÚSTAVU (INTERNÉ AUDITY).....	18
8.3	PREVIERKA NÁRODNÉHO ETALÓNU .....	18
<b>9</b>	<b>PRÍLOHY .....</b>	<b>18</b>

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 3
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## 1 VŠEOBECNE

Cieľom týchto pravidiel je stanoviť zásady uchovávania a používania národného etalónu spektrálnej transmitancie, ktoré majú vytvárať základ na zabezpečenie jednotnosti a správnosti merania spektrálnej transmitancie v SR. Cieľom činnosti laboratória je vytvorenie podmienok na dlhodobé plnenie funkcie etalónu a zabezpečenie, aby všetky činnosti spojené s realizáciou jednotky spektrálnej transmitancie 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 uchovávania a používania etalónu a na jeho nevyhnutné zdokonaľovanie sú pre dané obdobie stanovené záväznými úlohami ústavu.

Pre odbornú spôsobilosť pracovníkov podieľajúcich sa na zabezpečení uchovávania 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 uchovávania 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.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 4
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## 2 ETALÓN

### 2.1 Názov etalónu a jeho jednoznačná identifikácia

**Národný etalón spektrálnej transmitancie, NE č. 027** (UV-VIS molekulový absorpčný spektrometer Cary 4E od fy Varian, v. č. EL 9606324) je zariadenie určené na realizáciu transmitančnej a absorbančnej stupnice v spektrálnom rozsahu vlnovej dĺžky od 180 nm do 900 nm pre spektrálnu šírku pásma žiarenia v rozmedzí od 0,1 nm do 5,0 nm.

Slúži za základ určovania hodnôt spektrálnej transmitancie a odvodených veličín (absorbancie a absorpčného koeficienta) ostatných meradiel spektrálnej transmitancie, prostredníctvom certifikovaných referenčných materiálov (ďalej len CRM).

Meranie na etalóne je založené na princípe priameho korektného merania spektrálnej transmitancie alebo absorbancie pri požadovanej vlnovej dĺžke v súlade s Lambert-Beerovým zákonom (absorpcia žiarenia je úmerná hrúbke absorbujúcej vrstvy a koncentrácii vzorky).

Realizácia stupnice spektrálnej transmitancie/absorbancie (za použitia primárnej metódy s dvojtvorovou clonou, založenej na princípe svetelnej aditívnosti kontinuálne zoslabovaného žiarenia) a prenos jednotky prostredníctvom CRM je v súlade s celosvetovým trendom (najmä však s trendom vedúcich národných metrologických laboratórií NIST a NPL).

### 2.2 Nadväznosť na základné jednotky SI a prírodné konštanty

Spektrálna transmitancia a jej odvodené veličiny (absorbancia a absorpčný koeficient) sa uplatňujú v opticky priepustných systémoch, kde prebieha fotochemická reakcia vplyvom interakcie elektromagnetického žiarenia s atómami (atómová absorpčná spektrometria) alebo molekulami prípadne iónmi (molekulová absorpčná spektrometria).

Jednotky spektrálnej transmitancie a odvodených veličín umožňujú vyjadrenie množstva absorbovaného žiarenia, ktoré je úmerné hrúbke absorbujúcej vrstvy a koncentrácii analyzovanej látky v súlade s Lambert-Beerovým zákonom.

Jednotka hrúbky absorbujúcej vrstvy a koncentrácie sa neprenáša do výsledku merania pri primárnej metóde svetelnej aditívnosti s dvojtvorovou clonou.

Jednotka hrúbky absorbujúcej vrstvy sa prenáša do výsledku merania pri kalibrácii prenosných CRM vo forme roztokov. Táto je nadviazaná na vnútornú hrúbku štandardnej kvety NIST SRM 932, ktorá je nadviazaná priamo na jednotku dĺžky *meter* (m).

Jednotka koncentrácie (obyčajne hmotnostnej) sa prenáša do výsledku merania pri kalibrácii prenosných CRM len v procese ich prípravy vo forme sady roztokov s odstupňovaným obsahom absorbujúcej zložky, ktorý odpovedá optimálnemu meraciemu rozsahu stupnice spektrálnej transmitancie v rozmedzí (10÷90) %T a meraciemu rozsahu stupnice absorbancie v rozmedzí (0,3÷1,5). Jednotka hmotnostnej koncentrácie  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  ( $\text{kg}\cdot\text{l}^{-1}$ ,  $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ ,  $\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$ ) je nadviazaná na jednotku hmotnosti *kilogram* (kg) a na jednotku objemu ( $\text{m}^3$ ) nadviazanú na jednotku dĺžky *meter* (m).

Definične sú jednotky spektrálnej transmitancie a odvodených veličín nadviazané na základné jednotky SI nasledovne:

- spektrálna transmitancia je bezrozmerná veličina definovaná pomerom prepusteného a dopadajúceho žiarivého toku na opticky priepustnú látku, realizovaná prostredníctvom jed-

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 5
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

notky veličiny žiarivého toku *wat* ( $W \equiv \text{J}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $\text{N}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $\text{kg}\cdot\text{m}^2\cdot\text{s}^{-3}$ ) odvodenej od jednotky veličiny žiarivej energie *joule* ( $J \equiv \text{W}\cdot\text{s}$ ,  $\text{N}\cdot\text{m}$ ,  $\text{kg}\cdot\text{m}^2\cdot\text{s}^{-2}$ ) a od jednotky času *sekunda* (s);

- absorbancia je bezrozmerná veličina definovaná ako záporný logaritmus spektrálnej transmitancie (relatívne množstvo absorbovaného žiarenia), realizovaná prostredníctvom jednotky bezrozmernej veličiny spektrálnej transmitancie;
- špecifický molárny alebo hmotnostný absorpčný koeficient je definovaný ako absorbancia prepočítaná na jednotku dĺžky dráhy absorbovaného žiarenia (hrúbky absorbujúcej vrstvy) a špecifikovanú jednotku koncentrácie absorbujúcej zložky v roztoku. Jednotka molárneho absorpčného koeficienta  $\text{m}^2\cdot\text{mol}^{-1}$  ( $\text{l}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) je realizovaná prostredníctvom jednotky dĺžky *meter* (m) a jednotky koncentrácie látkového množstva  $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$  ( $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ,  $\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ), ktorá je nadviazaná na jednotku látkového množstva *mól* (mol) a na jednotku objemu ( $\text{m}^3$ ) nadviazanú na jednotku dĺžky *meter* (m). Jednotka hmotnostného absorpčného koeficienta  $\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$  ( $\text{l}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ,  $\text{dm}^3\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) je realizovaná prostredníctvom jednotky veličiny dĺžky *meter* (m) a jednotky hmotnostnej koncentrácie  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  ( $\text{kg}\cdot\text{l}^{-1}$ ,  $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ ,  $\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$ ), ktorá je nadviazaná na jednotku hmotnosti *kilogram* (kg) a na jednotku objemu ( $\text{m}^3$ ) nadviazanú na jednotku dĺžky *meter* (m).

### 2.2.1 Veličiny potrebné pre funkciu etalónu

Pre správnu funkciu etalónu spektrálnej transmitancie je potrebná nadväznosť na nasledovné veličiny (aj keď sa tieto nepodieľajú priamo na tvorbe jednotky spektrálnej transmitancie):

- ◆ **Dĺžka** – používa sa pri nepriamom stanovení špecifického absorpčného koeficienta CRM rozptylu žiarenia (absorbancia prepočítaná na jednotku hrúbky a koncentrácie roztoku); ďalej pri kalibrácii súboru CRM absorbančnej stupnice a prenose jednotky spektrálnej transmitancie/absorbancie a absorpčného koeficienta do praxe. Dĺžka dráhy absorbovaného žiarenia (hrúbka absorbujúcej vrstvy roztoku vymedzená vnútornou hrúbkou kyvety) je nadviazaná na 1 cm štandardnú kyvetu SRM 932 NIST s rozšírenou neistotou  $5\cdot 10^{-4}$  cm, nadviazanou na národný etalón dĺžky USA. Rozšírená neistota prenosu jednotky dĺžky do praxe je  $1,1\cdot 10^{-3}$  cm.
- ◆ **Koncentrácia** (obyčajne hmotnostná) – sa podobne ako dĺžka používa pri nepriamom stanovení špecifického absorpčného koeficienta CRM rozptylu žiarenia a prenose tejto jednotky; ďalej pri príprave sady roztokov CRM absorbančnej stupnice s odstupňovaným obsahom absorbujúcej zložky, ktorý odpovedá optimálnemu meraciemu rozsahu stupnice spektrálnej transmitancie v rozmedzí (10÷90) %T a meraciemu rozsahu stupnice absorbancie v rozmedzí (0,3÷1,5). Odmerné banky sú kalibrované na presný objem gravimetricky s redistilovanou vodou (hustota vody je určená na základe tabuliek BIPM). Váhy sú kalibrované pomocou závaží nadviazaných na NE hmotnosti SMU.
- ◆ **Teplota** – využíva sa ako pomocný parameter pri príprave sady roztokov CRM a pri zabezpečovaní teploty používania a uchovávaní etalónu a CRM, kde sa používa teplomer s rozlíšením 0,1°C až 0,2°C nadviazaný prostredníctvom etalónového odporového snímača teploty Geraberg na NE teplotnej stupnice SMU 020/A s nadväznosťou na medzinárodnú teplotnú stupnicu v zmysle dokumentu ITS90.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 6
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

Teplota sa ďalej využíva pri kalibrácii sady roztokov CRM, optických filtrov a kyviet a pri určovaní teplotných koeficientov prenosných CRM, kde sa používa termostat s rozlíšením  $0,1^{\circ}\text{C}$  nadviazaný prostredníctvom referenčného odporového snímača teploty na NE teplotnej stupnice SMU 020/A a teplotný snímač s rozlíšením  $0,01^{\circ}\text{C}$  nadviazaný prostredníctvom odporového snímača teploty Pt 100 na NE teplotnej stupnice SMU 020/A s nadväznosťou na medzinárodnú teplotnú stupnicu ITS90 v trojitom bode vody ( $0,0100^{\circ}\text{C}$ ) a pri teplote tuhnutia india ( $156,5985^{\circ}\text{C}$ ).

- ◆ **Vlnová dĺžka** – je dôležitá pri kalibrácii CRM stupnice vlnovej dĺžky a prenose jednotky vlnovej dĺžky; používa sa pri kalibrácii CRM absorbančnej stupnice a rozptylu žiarenia pri požadovanej vlnovej dĺžke ako významný vplyvový parameter. Stupnica hodnôt vlnovej dĺžky je nadviazaná na presne definované čiarové zdroje žiarenia (Hg, Ne, Ar) s rozšírenou neistotou  $2,9 \cdot 10^{-2}$  nm. Čiarové zdroje žiarenia sú nadviazané na hodnotu vlnovej dĺžky  $605,78021$  nm oranžovej čiary izotopu kryptónu,  $\text{Kr}^{86}$ ). Rozšírená neistota prenosu jednotky vlnovej dĺžky do praxe je  $3,1 \cdot 10^{-2}$  ( $\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{Hg}$ ) a  $5,4 \cdot 10^{-2}$  ( $\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{Ne, Ar}$ ).
- ◆ **Relatívna vlhkosť** – používa sa ako pomocný parameter pri príprave sady roztokov CRM pre UV-VIS spektrometriu, konkrétne pri vážení; veličina nemá vplyv na meranie.

## 2.2.2 Kalibrácia etalónu a 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 spektrálnej transmitancie ide o nasledovné zariadenia:

1. UV-VIS spektrometer Cary 4E (NE spektrálnej transmitancie)
2. VIS spektrometer Spekol 11 (samostatné prídavné zariadenie k NE)
3. štandardná kyveta SRM 932 NIST
4. ostatné kyvety
5. kalibračné spektrálne lampy (Hg, Ne, Ar)
6. teplotný snímač
7. sklený teplomer ortuťový
8. analytické váhy
9. odmerné banky

Kalibrácia etalónu sa vykonáva v pravidelných intervaloch 1x/5rokov. Rutinná kontrola etalónu za využitia softwarového kalibračného programu sa robí pred každou samostatnou sériou meraní (CRM, MS, MPM a pod.).

Kalibrácia absorpčnej stupnice etalónu sa vykonáva v súlade s inštrukciou UV Instruments at work (UV-62: Measuring photometric accuracy using the double aperture primary method; Varian Australia Pty Ltd, November 1993). Kalibrácia stupnice vlnovej dĺžky sa vykonáva v súlade s inštrukciami Varian Optical Spectroscopy Instruments (OSI) Accessories/Applications (Mercury Lamp for Cary No 8510092800/95 a 99) a Oriel Instruments (Power Supply Model 6060/6061/96 Operation Instruction; Typical Spectra of Spectral Calibration Lamps). Uvedené inštrukcie sú implementované v návodoch na kalibráciu etalónu v rámci laboratória transmitancie.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 7
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

Rutinná kontrola etalónu za využitia softwarového kalibračného programu (Instrument Performance Tests-IPT) zahŕňa:

- kontrolu stupnice vlnovej dĺžky na princípe priameho merania a porovnávania polohy a reprodukovateľnosti 2 intenzívnych spektrálnych čiar zabudovanej deutériovej lampy pri 486,0 nm a 656,1 nm;
- kontrolu základnej línie 100 %T (odpovedajúca nulovej absorbančii) s následnou interpoláciou a automatickou korekciou línie pozdĺž meracieho rozsahu stupnice vlnovej dĺžky od 185 nm do 900 nm;
- kontrolu fotometrického šumu pre absorbančnú hladinu 0 pri 500 nm;
- kontrolu rozlišovacej schopnosti pri SŠP = 0,01 nm.

V čase medzi jednotlivými kalibráciami absorpčnej stupnice etalónu sa robí kontrola (ak je to potrebné) prostredníctvom referenčných materiálov absorbančnej stupnice, napr. sada opticky neutrálnych filtrov SRM 930D NIST, sada ND filtrov fotometrickej lineariry Varian, sada ND a modrých filtrov Varian, Starna Spectrometric Reference Set-4UV (Potassium Dichromate Solution, Reference 4) alebo CRM Std. 1404 REFMACAL (pre cekový softvérovo riadený USP test) podľa postupu v príslušnom certifikáte alebo návode na použitie.

Kontrola stupnice vlnovej dĺžky etalónu v čase medzi jednotlivými kalibráciami sa robí (ak je to potrebné) prostredníctvom referenčných materiálov stupnice vlnovej dĺžky, napr. SRM 2034 NIST (Holmium Oxide Solution), Starna Spectrometric Reference Set-4UVR (Samarium Perchlorate Solution, Reference 2), Varian Filter Kit (Holmium Oxide glass filter, Didymium Oxide glass filter) alebo CRM Std. 1404 REFMACAL (pre celkový softvérovo riadený USP test) podľa postupu v príslušnom certifikáte alebo návode na použitie.

Stanovenie množstva rozptylu žiarenia etalónu sa v prípade potreby robí prostredníctvom referenčných materiálov pre rozptyl žiarenia, napr. SRM 2032 NIST (Crystalline Potassium Iodide), SRM 2033 NIST (Crystalline Potassium Iodide with Attenuator) alebo Starna Spectrometric Reference Set-4UVR (Saturated Lithium Carbonate Solution, Reference 3) podľa postupu v príslušnom certifikáte alebo návode na použitie.

Kalibrácia samostatného prídavného zariadenia k etalónu (spektrometer Spekol 11) sa vykonáva pred kalibráciou CRM v súlade s príslušnými internými návodmi na kalibráciu.

Kalibráciu vnútornej hrúbky štandardnej kyvety SRM 932 vykonáva výrobca (NIST USA). Kalibráciu vnútornej hrúbky ostatných kyviet vykonáva SMU na NE č. 027 podľa pracovného postupu č. 06/260/00. Kalibrácia vnútornej hrúbky má neobmedzenú platnosť. Kalibrácia čistoty optických okienok sa vykonáva pred každým meraním.

Kalibrácia kalibračných spektrálnych lúčov (vykonaná výrobcom) má neobmedzenú platnosť.

Kalibrácie mimo laboratória etalónu spektrálnej transmitancie (teplotný snímač, teplomer, váhy a odmerné banky) sa robia v stanovených intervaloch (pozri prílohu 1 tohto dokumentu a tab. č. 1-5 Súhrnnej správy pre revíziu NE č. 027/10) podľa kalibračných postupov používaných v príslušných laboratóriách. Harmonogram

Všetky návody a postupy na kalibráciu sú zdokumentované v Súhrnnej správe k revízii národného etalónu č. 027/10 a v Prílohe 3 tohto dokumentu.

Prehľad údajov o údržbe, nadväznosti, kalibrácii a kontrole NE sp. transmitancie a účasti na medzinárodných porovnávacích meraniach je uvedený v prílohách 3 a 4 tohto dokumentu.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 8
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

### 2.2.3 Podrobný program kalibrácií etalónových zariadení

Podrobný program kalibrácií etalónu a etalónových zariadení potrebných pre zabezpečenie činnosti etalónu, s uvedením pracoviska kde sa kalibrácia realizuje, je uvedený v prílohe 1. Prehľad o kalibráciách, kontrolách, poruchách a údržbe je vedený v elektronickej podobe formou samostatnej prílohy ku pravidlám používania a uchovávania národného etalónu.

### 2.2.4 Dodržanie navrhovaného programu

Za dodržanie navrhovaného programu kalibrácie etalónových zariadení zodpovedá osoba zodpovedná za etalón.

### 2.2.5 Postup pri vzniku poruchy

Pri poruche sa etalónové zariadenie odpojí od elektrickej siete a táto skutočnosť sa bezodkladne nahlási riaditeľovi centra chémie a podniknú sa kroky k náprave v súlade s internými smernicami ústavu. Osoba zodpovedná za etalón zabezpečí opravu, výmenu, príp. 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 alebo oprave mohli byť zmenené metrologické parametre ktoréhokoľvek etalónového zariadenia, osoba zodpovedná za etalón určí pravidlá a podmienky mimoriadnej kalibrácie, príp. kontrolného merania alebo kontroly zariadenia.

V prípade poruchy etalónu spektrálnej transmitancie, vyžadujúcej výmenu monochromátora, je nevyhnutná kontrola kalibrácie stupnice vlnovej dĺžky a množstva rozptýleného žiarenia. Výmenu je potrebné zaznamenať v laboratórnom denníku a v samostatnej priebežne doplňanej prílohe v elektronickej forme (prehľad o kalibráciách, kontrolách, poruchách a údržbe).

V prípade poruchy etalónu spektrálnej transmitancie, vyžadujúcej výmenu zdroja UV žiarenia (deutériova lampa) alebo zdroja VIS žiarenia (halogénová lampa) je nevyhnutná rutinná kontrola za využitia softwarového kalibračného programu (pozri časť 2.2.2). Výmenu je potrebné zaznamenať v laboratórnom denníku a v samostatnej priebežne doplňanej prílohe.

V prípade poruchy etalónu spektrálnej transmitancie, vyžadujúcej výmenu fotonásobiča, je nevyhnutná nová kalibrácia transmitančnej/absorbančnej stupnice. Výmenu je potrebné zaznamenať v laboratórnom denníku a v samostatnej priebežne doplňanej prílohe.

## 2.3 Údržba zariadení

### 2.3.1 Preventívna údržba a kontrola technického stavu

Súčasťou starostlivosti o etalóny a etalónové zariadenia, ako aj o pomocné zariadenia je ich preventívna údržba a kontrola technického stavu. Súčasťou etalónu poväčšine nevyžadujú údržbu. Funkčnosť zariadenia sa kontroluje zapnutím. Údržbu vykonávajú pracovníci laboratória podľa postupov vypracovaných v súlade s návodmi na používanie zariadení. V prípadoch, ak údržba niektorého zariadenia vyžaduje externého dodávateľa údržby, pri jeho výbere sa postupuje v zmysle schválených organizačných smerníc ústavu. Spôsob a interval údržby a kontroly technického stavu etalónu a jeho súčastí určuje harmonogram.



Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 9
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

### 2.3.2 Údržba, kontrola technického stavu a podmienok uchovávania etalónu

Údržba a kontrola technického stavu etalónu a jeho častí sa vykonáva podľa časového harmonogramu, ktorý spracováva osoba zodpovedná za etalón (Príloha 2). 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 príp. jeho častí je stanovený s ohľadom na používanie príslušnej časti etalónu. Každú činnosť týkajúcu sa údržby a kontroly technického stavu etalónu je potrebné zaznamenať v laboratórnom denníku a v samostatnej priebežne dopĺňanej prílohe v elektronickej forme (prehľad o kalibráciách, kontrolách, poruchách a údržbe).

Údržba etalónu spočíva v pravidelnom odstraňovaní UV absorbujúcich a ostatných nečistôt z optických častí etalónového zariadenia (napr. z opt. okienok spektrálnych lúčových tyčiek a kyviek, zo vstupných a výstupných okienok svetelného lúča a pod.), v kontrole optickej dráhy svetelného lúča vo vzorkovom priestore etalónu (v závislosti od typu použitého držiaka vzorky) ako aj v čistení ostatných zariadení.

Kontrola technického stavu etalónu sa vykonáva pri každom meraní v súlade s návodom na obsluhu zariadenia. Kontrola podmienok uchovávania etalónu sa vykonáva pri každej kalibrácii a meraní zameraním aktuálnych podmienok pri meraní a ich porovnaním s požiadavkami na prostredie etalónu. V prípade nedodržania požiadaviek na prostredie sa meranie neuskutoční a osoba zodpovedná za etalón zabezpečí nápravu v najkratšom možnom termíne.

## 2.4 Opravy zariadení

V prípade, ak opravu zariadení vykonávajú pracovníci laboratória, pred začatím opravy sa vypracuje postup opravy, kde musí byť uvedený predpokladaný rozsah opravy, zodpovednosť za jej realizáciu a spôsob následnej kontroly metrologických parametrov. Za vykonanú opravu časti etalónu v podmienkach laboratória zodpovedá osoba zodpovedná za etalón.

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 oprávárov odporúčaných výrobcov.

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 osoba zodpovedná za etalón, ktorý zodpovedá za výber vhodných meradiel z hľadiska ich technických a metrologických parametrov.

V kompetencii osoby zodpovednej za etalón je vymeniť časti etalónu, ktorých zmena neovplyvní metrologické parametre etalónu. 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 o etalóne prípadne o jeho revízii ako aj v certifikáte etalónu. Každá zmena niektorej časti etalónu aj s jej zdôvodnením a prípadným dokladovaním zistených výsledkov sa musí uviesť v príslušnom denníku etalónu a v samostatnej priebežne dopĺňanej prílohe v elektronickej forme (prehľad o kalibráciách, kontrolách,

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 10
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

poruchách a údržbe) s odkazom na príslušný doklad (napr. servisný výkaz). Konštrukčné zmeny etalónu, ktoré neovplyvnia metrologické parametre etalónu a premiestňovanie etalónu je možné len so súhlasom osoby zodpovednej za etalón. Výmenu niektorej súčasti zostavy, prípadne doplnenie zostavy etalónu ďalším zariadením, pri ktorom je možná zmena parametrov etalónu, posudzuje Vedecká rada SMU.

## 2.5 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 (pozri tiež Prílohu 3). Za aktualizáciu týchto záznamov je zodpovedný garant etalónu.

## 2.6 Medzinárodné porovnávacie merania

Základným kritériom pre medzinárodnú akceptovateľnosť etalónu a potvrdenie jeho metrologických parametrov sú výsledky dosiahnuté v rámci medzinárodných porovnávacích meraní. Osoba zodpovedná za etalón 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 5 rokov.

## 3 PRIESTORY A PROSTREDIE

### 3.1 Umiestnenie etalónu

Národný etalón spektrálnej transmitancie je umiestnený v SMU v laboratóriu č. H-319 (základná zostava a prídavné zariadenia), príp. aj v laboratóriách č. H-308 a I-228 (zariadenia na čistenie vody, elektrická pec, sušiareň, termostat, váhy a závažia).

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. Etalón je počas uloženia zakrytý plášťom, ktorý ho chráni pred prípadnou prašnosťou alebo záplavou.

Výrobca zariadenia neuvádza žiadne informácie o prípustnej hladine radiácie (elektromagnetického žiarenia), infrazvuku a hluku v akustickom pásme, prípadne ultrazvuku a spôsoby ochrany zariadenia voči týmto vplyvom.

V laboratóriu sa nesmú prechovávať horľavé, agresívne a toxické látky, spôsobujúce koróziu optických častí etalónu.

Z hľadiska bezpečnosti a opatrení, ktoré majú zabrániť poškodeniu etalónu počas jeho používania a uchovávaní, je laboratórium vybavené detektormi pre prípad požiaru.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 11
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

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

### 3.2 Požadované parametre prostredia

Počas používania etalónu musí byť v laboratóriu zabezpečené udržiavanie teploty v rozmedzí  $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

Počas uchovávania etalónu musí byť v laboratóriu zabezpečené udržiavanie teploty v rozsahu od  $15^\circ\text{C}$  do  $30^\circ\text{C}$ .

Pred ďalším používaním etalónu pri meraní je potrebné zabezpečiť udržiavanie teploty v rozmedzí  $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ , minimálne 1 deň.

V prípade, že teplota nie je v požadovanom intervale, je povolené robiť len orientačné výskumné merania.

Teplota sa meria skleným teplomerom a zaznamenáva sa do poznámky pri meraní.

Relatívna vlhkosť  $(50 \pm 30)\%$ , rovnako ako tlak vzduchu neovplyvňuje výsledky merania.

### 3.3 Podmienky uloženia etalónu

Prídavné zariadenie pre kontrolu spektrometrickej linearity a správnosti absorpčnej stupnice etalónu vo forme dvojtvorovej clony, sa vkladá medzi výstupnú štrbinu monochromátora a vstupnú štrbinu fotodetektora do optickej dráhy vzorkového lúča, len v čase skúšania. V ostatnom čase sa prechováva v originálnom puzdre, v skrini.

Prídavné zariadenie pre nastavenie požadovanej intenzity žiarenia (opticky neutrálny zoslabovač žiarenia) vo forme cirkulačného disku je pri kontrole spektrometrickej linearity a správnosti absorpčnej stupnice etalónu (príp. pri iných meraniach vyžadujúcich zoslabenie intenzity žiarenia, napr. pri meraní veľmi nízkych hodnôt spektrálnej transmitancie) umiestnený medzi výstupnou štrbinou monochromátora a vstupnou štrbinou fotodetektora, v optickej dráhe referenčného lúča, len v čase uvedených skúšok a meraní. V ostatnom čase sa prechováva v originálnom puzdre v skrini (príp. ostane v základnej neutrálnej pozícii).

Štandardná spektrometrická kyveta SRM 932 NIST, ako integrálna časť etalónu, sa používa len pri meraniach súvisiacich s kalibráciou roztokov CRM pre UV-VIS spektrometriu, pri medzinárodných porovnávacích meraniach národných etalónov prostredníctvom roztokov CRM pre UV-VIS spektrometriu, pri kalibrácii pracovných kyviet a pri ostatných meraniach vyžadujúcich vysokú metrologickú úroveň. Kyveta slúži len ako "držiak" vzorky. Pri manipulácii s kyvetou je potrebné vyhýbať sa styku s vonkajšími stenami optických okienok kvôli ich znečisteniu a mechanickému poškodeniu (škrabance). Kyveta sa počas merania, i po ňom musí udržiavať v čistom stave. Po každej sérii meraní sa kyveta čistí 5-minútovým pôsobením etanolu pre UV kvôli odstráneniu UV- absorbujúcich nečistôt, vymytím teplou ( $60^\circ\text{C}$ ) a nakoniec studenou redestilovanou vodou. Opticky čistá a suchá kyveta sa v čase mimo prevádzky uchováva v originálnom puzdre v skrini.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 12
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## 4 POUŽÍVANIE ETALÓNU A ETALÓNOVÝCH ZARIADENÍ

### 4.1 Používanie etalónu je vymedzené na nasledovné 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, CRM, optických filtrov a kyviet.

Každé meranie je potrebné zaznačiť v laboratórnom denníku etalónu. Všetky kroky a podmienky merania musia byť zaznamenané vo forme meracieho záznamu a/alebo protokolu. Výsledkom merania v prípade kalibrácie etalónu, optických filtrov a kyviet je vyhotovenie certifikátu o kalibrácii. Výsledkom merania v prípade kalibrácie certifikovaných referenčných materiálov je vyhotovenie certifikátu CRM. Výsledkom merania v prípade medzinárodných porovnávacích meraní je vyhotovenie reportu (správy o výsledkoch merania).

### 4.2 Používanie etalónu osobami

Do laboratória transmitancie (H-319) môže samostatne vstupovať len osoba zodpovedná za etalón, vedúci oddelenia optochémie a pracovník zaškolený na prácu s etalónom spektrálnej transmitancie. Prístup iných osôb je možný len v sprievode osoby zodpovednej za etalón.

Etalón spektrálnej transmitancie 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 a poverená 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. Marta Obenrauchová, je absolventkou CHTF SVŠT (odbor Analytická chémie). Má odbornú prax 25 rokov v danom odbore a je vyškolená v oblasti všeobecnej metrologie a metrologických predpisov. Záznamy o dosiahnutej kvalifikácii sú súčasťou Príručky kvality Centra chémie.

### 4.3 Bezpečnostné opatrenia

Z hľadiska bezpečnosti a zachovania metrologických vlastností etalónu nie je dovolené jeho premiestňovanie, a to ani v rámci laboratória. Ak jeho premiestnenie je nutné, musí sa robiť až po odbornom zaistení monochromátora a ostatných optických častí voči možným nárazom a otrasom (po odpojení od elektrickej siete a počítača) servisným technikom. Akékoľvek premiestňovanie etalónu je potrebné zaznačiť v laboratórnom denníku.

Z hľadiska bezpečnosti a zachovania metrologických vlastností etalónu sa rovnako vyžaduje aj jeho umiestnenie v bezprašnom prostredí (klimatizované laboratórium bez okien, s

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 13
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

umývateľnou podlahou) na pevnom prístrojovom stole, ktorý zabezpečuje etalón pred možnými vibráciami a otrasmi. Počas uloženia je zakrytý plášťom, ktorý ho chráni pred prípadnou prašnosťou alebo záplavou.

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

Pri núdzovom transporte v prípade ohrozenia je potrebné rozpojiť všetky hadice od termostatu. Musia sa rozpojiť aj prepojenia medzi zariadeniami navzájom a prepojenia počítača. Spektrometrická kyveta sa musí vybrať so vzorkového priestoru etalónu a prenášať oddelene od ostatných zariadení v originálnom puzdre. Je potrebné zaistiť optické časti voči možným nárazom a otrasom, a otvor vzorkového priestoru pred otvorením.

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 (napojenie na záložný zdroj).

Pred mechanickým poškodením je zariadenie chránené svojou konštrukciou. Zvláštnu pozornosť treba pri manipulácii venovať skleneným kvetám 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 opakovanej prípravy a kalibrácie referenčných materiálov pre UV-VIS spektrometriu sú bližšie uvedené v príslušných pracovných postupoch:

- PP 10/260/00 Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky. Oxid holmia.
- PP 11/260/00 Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu absorbančnej stupnice. Dichroman draselný.
- PP 12/260/00 Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu absorbančnej stupnice. Kobalt-nikel.
- PP 13/260/00 Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu heterochromatického rozptylu žiarenia. Jodid draselný.
- PP 26/260/05 Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky. Oxid neodýmu.

Metódy a postupy merania pri práci s etalónom v procese kalibrácie optických filtrov a kyviet pre UV-VIS spektrometriu v rámci metrologických služieb sú bližšie uvedené v príslušných pracovných postupoch:

- PP 06/260/00 Pracovný postup na kalibráciu spektrometrických kyviet.
- PP 22/260/01 Pracovný postup na kalibráciu optických filtrov.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 14
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

Metódy a postupy merania pri práci s etalónom v procese jeho vlastnej kalibrácie sú bližšie uvedené v príslušných návodoch laboratória transmitancie.

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 kalibráciách, kontrolách, poruchách a údržbe je vedený v laboratórnom denníku a elektronicky vo forme samostatnej prílohy ku pravidlám používania a uchovávania národného etalónu.

## 5.2 Doklady

Doklady o kalibrácii obsahujú základné údaje podľa OS 02 (Certifikáty a dokumenty vydávané SMU). Vzor je súčasťou príslušného prac. postupu alebo návodu. Všetky vydané doklady o kalibrácii etalónu, CRM a požadovaných meradiel (optické filtre a kyvety) sú v laboratóriu evidované a kópie týchto dokladov sú archivované.

V certifikáte o kalibrácii meradla okrem iného je uvedená presná identifikácia laboratória; adresa zákazníka; presne popísané kalibrované meradlo (výrobca, typ, v.č.); stručný popis použitej metódy kalibrácie; etalóny a zariadenia, ktoré boli použité pri kalibrácii s deklarováním ich nadväznosti a štandardných neistôt. Výsledky kalibrácie sú uvedené s ich neistotami; podmienky kalibrácie s toleranciami a ďalšie dôležité údaje.

V certifikáte CRM okrem iného je uvedený názov a adresa výrobcu; názov CRM, jeho kód a číslo šarže; certifikované hodnoty s príslušnými neistotami; metóda získania hodnôt; vyhlásenie o ich nadväznosti; doba platnosti certifikátu; údaj o balení alebo veľkosti jednotky; očakávané použitie; návod na použitie; podmienky skladovania.

Certifikát národného etalónu okrem relevantných údajov uvedených v OS 02 (bod 4.2.1) musí obsahovať názov a sídlo vlastníka etalónu, logo ústavu, štátny znak, názov etalónu, hodnotu jednotky, príp. stupnice hodnôt reprodukovanej etalónom, meno osoby zodpovednej za etalón, údaj o nadväznosti etalónu, základné metrologické charakteristiky etalónu, miesto uchovávania a používania etalónu, prístrojovú zostavu etalónu, prehľad odovzdávania hodnôt príslušnej jednotky (stupnice) na ostatné meradlá, prehľad kľúčových porovnávacích meraní, dátum schválenia návrhu.

Všetky kalibračné certifikáty CRM sú v centre evidované v elektronickej forme, a kópie vystavených certifikátov sú archivované v miestnosti H-324.

Kalibračné certifikáty z metrologických služieb sú v centre evidované v elektronickej forme, a kópie vystavených certifikátov sú archivované v laboratóriu H-319.

Certifikáty z kalibrácie etalónu sú v centre evidované v elektronickej forme, a kópie vystavených certifikátov sú archivované v miestnosti H-322.

Všetky prvotné meracie záznamy sú evidované v elektronickej forme v laboratóriu H-319 (kópie sú archivované v miestnosti H-322). Všetky záznamy a protokoly o meraní sú evidované v elektronickej forme v miestnosti H-322 (kópie sú archivované v miestnosti H-319).

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 15
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

### 5.3 Evidencia a postup pri vybavovaní požiadaviek na metrologické služby

Požiadavky na metrologické služby v nadväznosti na etalón spektrálnej transmitancie 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 riadime podľa schválených organizačných smerníc ústavu a príslušných rozhodnutí riaditeľa ústavu.

### 5.4 Preberanie a odovzdávanie meradiel na kalibráciu

Postup pri preberaní meradiel na kalibráciu a ich odovzdanie po kalibrácii sa riadi schválenými organizačnými smernicami ústavu.

RM SMU na kalibráciu a/alebo meradlá na kalibráciu od zákazníkov sa po vystavení preberacieho protokolu umiestnia do laboratória H-319 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 tech. záznamov, uchovávanie, ochrana a archivovanie sú definované v organizačnej smernici OS25 Záznamy o meraní.

O všetkých vykonávaných meraniach sa uchováva záznam v súbore d:\Varian1\CaryWinuv\DataFiles2\\*.\*\*, kde 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), pravidlá uchovávaní a používania etalónu a pravidlá príp. postupy pri medzinárodnom porovnávaní etalónu prípadne niektorých jeho vybratých 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 spektrálnej transmitancie. Za komplexnosť a správnosť údajov v dokumentácii etalónu zodpovedá osoba zodpovedná za etalón.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 16
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

### 7.3 Základná dokumentácia národného etalónu

Základnú dokumentáciu národného etalónu spektrálnej transmitancie tvorí:

- ◆ Súhrnná správa o etalóne (zahrňujúca technické a metrologické parametre);
- ◆ Správy o výsledkoch periodickej kontroly (revízie) etalónu;
- ◆ Pravidlá používania a uchovávania etalónu;
- ◆ Prílohy dokladujúce metrologické parametre etalónu a jeho medzinárodnú akceptovateľnosť;
- ◆ Osvedčenie (certifikát) o národnom etalóne;
- ◆ 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 porovnaníach etalónov;
- ◆ Pracovné postupy a/alebo návody pre všetky formy použitia etalónu a jeho sledovania:
  - údržba etalónu a zariadení,
  - kalibrácia a technická kontrola zariadení,
  - merania,
  - návody na obsluhu,
  - pri vzniku poruchy, strate metrologických parametrov a následný návrh opravy,
  - zahrňujúce spôsob zabezpečenia následnej kontroly zariadení po vzniku poruchy.
- ◆ Záznam porovnávacích meraní, kalibrácií, kontroly a údržby etalónu a zariadení;
- ◆ Laboratórny 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 príp. jeho častiach, a pod.).

### 7.4 Podrobný zoznam základnej dokumentácie národného etalónu

- ◆ Výskumná (vedecká) správa o etalóne z roku 1999;
- ◆ Súhrnná správa o etalóne z roku 2000;
- ◆ Súhrnná správa k revízii etalónu z roku 2004;
- ◆ Súhrnná správa k revízii etalónu z roku 2010;
- ◆ Pravidlá používania a uchovávania etalónu;
- ◆ Meracie záznamy, protokoly a certifikáty z kalibrácie a kontroly meradiel a zariadení:
  - národný etalón spektrálnej transmitancie č. 027 (UV-VIS spektrometer Cary 4E);
  - samostatné prídavné zariadenie k NE (VIS spektrometer Spekol 11);
  - spektrometrická kyveta (integrálna časť spektrometra);
  - certifikované referenčné materiály;
  - teplotný snímač;
  - termostat;
  - sklený teplomer ortuťový;
  - analytické váhy;
  - odmerné banky.



Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 17
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

- ◆ Správy o medzinárodných porovnávacích meraniach:
  - bilaterálne porovnávacie merania s LNE (Francúzsko);
  - porovnávacie merania v rámci projektu COOMET 138/SK/96;
  - kľúčové porovnávacie merania v rámci projektu CCPR K-6;
  - kľúčové porovnávacie merania v rámci projektu EURAMET-PR-K6.
- ◆ Interné návody na kalibráciu národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027 (stupnica vlnovej dĺžky, absorbančná/transmitančná stupnica, rozptyl žiarenia);
- ◆ Pracovné postupy na kalibráciu súboru CRM pre UV-VIS spektrometriu (PP 10/260/00; PP 11/260/00; PP 12/260/00; PP 13/260/00; PP 26/260/05), kyviet (PP 06/260/00), optických filtrov (PP 22/260/01) a UV-VIS spektrometrov (PP 23/260/01);
- ◆ Návody na obsluhu národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027 (UV-VIS spektrometer Cary 4E) a jeho prídavných a pomocných zariadení (záložný zdroj, dvojtvorová clona, zoslabovač žiarenia, ortuťová príp. neónová, argónová, xenónová a kryptónová kalibračná lampa so samostatným napäťovým DC zdrojom; teplotný snímač, termostat, súbor RM na rutinnú kontrolu parametrov etalónu analytické váhy AE 240S a AG 285; predvážky PM 6100) a samostatné prídavné zariadenie k NE č. 027 (VIS spektrometer Spekol 11) a jeho prídavných a pomocných zariadení (ortuťová kalibračná lampa, analytické váhy Mettler AE 240S a Mettler AG 285; predvážky Mettler PM 6100, CRM stupnice vlnovej dĺžky SMU J01, CRM absorbančnej stupnice SMU J03 a NIST SRM 930);
- ◆ Laboratórny denník etalónu (záznamy o používaní etalónu);
- ◆ Záznamy s výsledkami experimentálnych meraní.

## 8 SYSTÉM KONTROLY

Kontrola činností súvisiacich s používaním a uchovávaním národného etalónu spektrálnej transmitancie 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 preverka 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 spektrálnej transmitancie zodpovedá osoba zodpovedná za etalón. Zložkami tejto kontroly sú všetky činnosti zamerané na zachovanie metrologických parametrov etalónu, ako aj činnosti súvisiace s prenosom jednotky spektrálnej transmitancie a jej stupnice na referenčné materiály a meradlá hierarchicky postavené nižšie. 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.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 18
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## 8.2 Kontrola vedením ústavu (interné audity)

Činnosť laboratória súvisiaca s národným etalónom spektrálnej transmitancie je periodicke 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 zisteniach 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 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 uchovávania a používania etalónu, kvalifikáciu personálu pracujúceho s etalónom, zabezpečenie prenosu reprodukovateľných hodnôt na ostatné meradlá. 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 (certifikátu) o národnom etalóne.

## 9 PRÍLOHY

- 1) Program kalibrácie a kontrol meradiel
- 2) Harmonogram údržby meradiel
- 3) Evidenčná karta meradla
- 4) Údaje o nadväznosti, kalibrácii a kontrole meradla
- 5) Prehľad o kalibrácii, kontrolách, poruchách a údržbe meradla  
(samostatná príloha v elektronickej forme)

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 19
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## PROGRAM KALIBRÁCIE MERADIEL

## Príloha 1

Názov meradla	Identifikácia	Spôsob „kontroly“	Zodpovednosť	Pracovný postup	Interval kontrol	Posledná kontrola	Následná kontrola
NE č. 027 (UV-VIS spektrometer)	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	kalibrácia stupnice vlnovej dĺžky ( $\lambda$ ) a absorpčnej stupnice (A/T)	Obenrauchová SMU/ lab. transmitancie SMU	Interné návody na kalibráciu etalónu nezávislými m. za použitia kalibračných lúčov (Hg, Ar, Ne) a dvojtvorovej clony ( D.A.M.)	5 rokov ( $\lambda$ ) 5 rokov(A/T)	06/2008 ( $\lambda$ ) -Hg 10/2010 ( $\lambda$ ) -Ne/Ar  04/2009 (A/T) -DAM	06/2013 10/2015  04/2014
spektrometrická kyveta UV-VIS (1 cm hrúbka)	NIST SRM 932 v.č. 126 (opt. okienka z kremenného skla)	kontrola optickej čistoty	Obenrauchová/ lab. transmitancie SMU	priame meranie, nezávislé na použití RM: TPM7330-1/94 PP06/260/00	pri meraní	pri meraní	pri meraní
sklený teplomer	Labortherm-N (+15 až +65)°C delenie 0,2°C	kalibrácia	Obenrauchová SMU/ lab. teploty SMU	PP8/270/00 (porovnanie s etalónom)	3 roky	03/2010	03/2013
teplotný snímač	Varian Cary 09-1429 v.č.EL 99093583	kalibrácia	Obenrauchová SMU/ lab. teploty SMU	PP9 až 11/270/00 (porovnanie s etalónom)	5 rokov	04/2008	04/2013
analytické váhy elektronické	Mettler Toledo AG285 v.č. 1122131984	kalibrácia	Máriássy SMU/ Centrum hmotnosti a tlaku SMU	PP05/220/00 (porovnanie s etalónovým závažím)	3 roky (justáž pri meraní)	09/2009	09/2012
analytické váhy	Mettler AE240S v.č. G 23051	kalibrácia	Hudec SMU/ Centrum hmotnosti a tlaku SMU	PP05/220/00 (porovnanie s etalónovým závažím)	2 roky (justáž pri meraní)	03/2010	03/2012
predvážky (el váhy II. triedy presnosti)	Mettler PM 6100 v.č. M 63552	kalibrácia	Hudec SMU/ Centrum hmotnosti a tlaku SMU	PP05/220/00 (porovnanie s etalónovým závažím)	2 roky (justáž pri meraní)	03/2010	03/2012
odmerné banky	100 mL	kalibrácia	Obenrauchová SMU/ Centrum hmotnosti	I-13 10 gravimetricky	neobmedze-	03/2006	-
muflová pec	LM 212.11 v.č. 792 a	kalibrácia	Máriássy SMU/ lab. teploty SMU	PP10/270/00	8 rokov	04/2010	04/2018
muflová pec	LM 212.11 v.č. 004	kalibrácia	Hudec SMU/ lab. teploty SMU	PP10/270/00	5 rokov	02/2007	02/2012
termostat obehový	Haake DC3/B3 003-0357 v.č.196012594/05	kalibrácia	Obenrauchová SMU/ lab. teploty SMU	PP04/270/00	5 rokov	02/2007	02/2012
VIS spektrometer	Spekol 11, CZJ v.č. 831282	kalibrácia ( $\lambda$ )  orientačná kontrola (A/T)	Obenrauchová SMU/ lab. transmitancie SMU	m. závislé na použití RM, v súlade s certifikátom	5 rokov príp. pred kalibráciou CRM	02/2004 ( $\lambda$ )  06/2004 (A/T-informatívne)	pred kalibráciou CRM
spektrometrická kyveta VIS	Glas-Kleinkuvette, CZJ (opt. sklo, 1cm)	a) kontrola optickej čistoty  b) kalibrácia vnútornej hrúbky	Obenrauchová SMU/ lab. transmitancie SMU	a) priame meranie b) porovnávacie meranie s kyvetou NIST SRM 932  TPM7330-1/94 PP06/260/00	a) pri meraní  b) neobmedzený	a) pri meraní  b) 02-06/04	a) pri meraní  b) neobmedzené

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 20
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## HARMONOGRAM ÚDRŽBY MERADIEL

## Príloha 2

Názov zariadenia	Identifikácia	Popis údržby	Zodpovednosť	Interval údržby	Dátum poslednej údržby	Dátum následnej údržby
odmerné banky	100 mL	odmastenie	Obenrauchová, SMU	podľa potreby	05/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	čistenie opt. okienok spektrálnych lúčov	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	čistenie opt. okienok v opt. dráhe lúča vo vzorkovom priestore	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2010	podľa potreby
UV-VIS Spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	čistenie povrchu optiky	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2010	podľa potreby
spektrometrická kveta	Starna (obdoba NIST) č. 1, 2, 3, 4 (S-9.97, 9.98, 9.98, 10.00)	čistenie optických okienok kvety	Obenrauchová, SMU	podľa potreby	04/2010	podľa potreby
obehový termostat	Haake DC3/B3 003-0357 v.č.196012594/059	vyčistenie usadenín, doplnenie kvapaliny	Obenrauchová, SMU	podľa potreby	07/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	čistenie zoslabovača, žiarenia RBA, vo vzorkovom priestore	Obenrauchová, SMU	podľa potreby	03/2009	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	centrovanie optickej dráhy svet. lúča na vstupe do vzorky	Obenrauchová, SMU	po výmene držiakov vzorky	08/2006	po výmene držiakov vzorky
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	výmena/nastavenie Q halogénovej (WI) spektrálnej lampy	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2003	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	inštalácia teplotného snímača	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2003	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	výmena/nastavenie deutériovej (D <sub>2</sub> E) spektrálnej lampy	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	výmena data komunikačnej riadiacej jednotky (softvér, PC s CD mechanikou a farebná tlačiareň OKI C110)	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	03/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	inštalácia konečnej verzie robeného ADL meracieho programu absorbančie pre viacero vln dĺžok súčasne s voľbou SAT, SŠP a počtu opakovaných meraní	Ing. K. Kovacs, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	11/2004	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	nastavenie a úprava držaka sp. lúčov (blokovanie otáčania odstránené)	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	11/2009	podľa potreby
Sp. kveta	NISTSRM932; Varian Cary 4E	čistenie optických okienok kvety	Obenrauchová, SMU	podľa potreby	07/2010	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	výmena ulomeného náhr. dielu pohonu vlnovej dĺžky	Ing. K. Kovacs, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	11/2004	podľa potreby
UV-VIS spektrometer	Varian Cary 4E v.č. EL 96063243	výmena ulomeného náhr. dielu SLIT pohonu (štrby)	Ing. D. Čontoš, Servis prístrojov fy AMEDIS, Ba	podľa potreby	11/2009	podľa potreby

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 21
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

**EVIDENČNÁ KARTA MERADLA**
**Príloha 3, str. 1**

<b>NÁRODNÝ ETALÓN SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027: UV-VIS spektrometer</b>			
Typové označenie	<b>CARY 4E</b>	Dátum prevzatia	<b>2.8.1996</b>
Výrobca	<b>Varian</b>	Dátum uvedenia do prevádzky	<b>7.8.-12.9.1996</b>
Výrobné číslo	<b>EL 96063243</b>	Stav pri prevzatí	<b>nový</b>
Inventárne číslo	<b>III-07237</b>	Iné relevantné údaje	
Umiestnenie meradla	<b>objekt H, laboratórium č. 319</b>		
Odborný garant etalónu	<b>Slovenský metrologický ústav, Bratislava</b>		
Osoba zodpovedná za meradlo	<b>Ing. Marta Obenrauchová</b>		
<b>Metrologické charakteristiky a technické parametre meradla (zariadenia)</b>			
<b>Spektrálny rozsah</b>	(185÷900) nm		
<b>Menovitá hodnota</b>		<b>Časová stálosť/11 r</b>	
spektrálna transmitancia	(0÷100) % T	sp. transmitancia	(0,0004÷0,002) % T
absorbancia	(0÷1,5)	absorbancia	-0,00001÷(-0,00006)
<b>Korekcia hodnoty</b>		<b>Rozlíšenie</b>	
spektrálna transmitancia	0,0045÷0,014 % T	sp. transmitancia	0,00001 % T
absorbancia	-0,00012÷(-0,00065)	absorbancia	0,00001
<b>Neistota kalibrácie (k=2)</b>		<b>Iné relevantné údaje</b>	neistota kalibrácie zahŕňa (okrem iného) zložku štandardnej neistoty, prislúchajúcu časovej stálosti kalibrácie
spektrálna transmitancia	(0,0021÷0,0066) % T		
absorbancia	(0,000057÷0,00029)		
<b>Časti UV-VIS spektrometra CARY 4E:</b>			
<ul style="list-style-type: none"> <li>- základná zostava (štandardné vybavenie) etalónu;</li> <li>- systémové prídavné zariadenia (používané pri kalibrácii etalónu);</li> <li>- ostatné prídavné a náhradné zariadenia (používané pri meraní a rutínnej kontrole etalónu).</li> </ul>			
Podrobné informácie o jednotlivých častiach etalónu sú uvedené ďalej v prílohe 3.			
<b>Zoznam základnej súvisiacej dokumentácie:</b>			
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Výskumná správa úlohy 200330 z roku 1999;</li> <li>- Súhrnná správa o etalóne z roku 2000;</li> <li>- Súhrnná správa pre revíziu národného etalónu sp. transmitancie z roku 2004;</li> <li>- Súhrnná správa pre revíziu národného etalónu sp. transmitancie z roku 2010.</li> </ul>			
Kompletný zoznam súvisiacej dokumentácie je uvedený ďalej v prílohe 3.			

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 22
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## EVIDENČNÁ KARTA MERADLA

Príloha 3, str. 2

### Časti UV-VIS spektrometra CARY 4E

#### Základná zostava (štandardné vybavenie) etalónu (dátum prevzatia: 2.8.1996)

- štandardné zdroje žiarenia (deutériová D<sub>2</sub>E lampa so spojeným spektrom v ultrafialovej oblasti a halogénová QI lampa so spojeným spektrom vo viditeľnej oblasti);
- disperzný systém (dvojitý Littrowov mriežkový monochromátor žiarenia s filtrovým predispenzátorom);
- optický systém (dvojlúčový);
- separačný lúčový systém (elektrický prerušovač lúča);
- teplotne stabilizovaný spektrometrický systém, prepojený s termostatom HAAKE DC3/B3 (štandardná pravouhlá kyveta NIST SRM 932 pre UV-VIS oblasť spektra s hrúbkou (1,00000±0,00005) cm; 2 1 cm kalibrované kyvety Varian 6Q pre UV-VIS oblasť; sada štandardných, polohovateľných a prietokových (v. č. EL 96062002-3) držiakov Varian pre opticky priepustné kvapalných látok);
- elektronický systém (fotoelektrický detektor žiarenia R928 PMT, zosilňovač, signálové systémy, potenciometer);
- odčítací, ovládací, vyhodnocovací a riadiaci (počítač COMPAQ, monitor, tlačiareň).

#### Systémové zariadenia používané pri kalibrácii etalónu

- ortuťová kalibračná lampa (Varian/Jelight Company Inc., v. č. 0416) - systém pre kontrolu stupnice vlnovej dĺžky a stupnice spektrálnej šírky pásma žiarenia (dátum prevzatia: 2.8.1996);
- dvojitá clona (Varian) - systém pre kontrolu spektr. linearity a správnosti absorpčnej stupnice (dátum prevzatia: 11.10.1997);
- automatizovaná dvojitá clona UV 0912M304 (Varian, v. č. 15/1/10) - systém pre kontrolu spektrometrickej linearity a správnosti transmitančnej a absorbančnej stupnic (dátum prevzatia: 22.2.2010);
- opticky neutrálny zoslabovač žiarenia (Varian, v. č. EL96053122) - systém pre nastavenie požadovanej intenzity žiarivého toku pri meraní (dátum prevzatia: 2.8.1996);
- sada držiakov pre opticky priepustné pevné látky s koncovým nosičom, Varian (dátum prevzatia: 12.7.1999);
- teplotný snímač Cary 09-1429 (Varian, v. č. EL99093583) na meranie a kontrolu teploty vzoriek, (dátum prevzatia: 11.10.1999);
- sada štandardných spektrometrických kyviet Varian, z kremenného skla, 1 cm (dátum prevzatia: 11.10.1999);

#### Ostatné prídavné a náhradné zariadenia používané pri meraní a rutínnej kontrole etalónu

- sada RM STARNA 4UVR pre kontrolu parametrov etalónu (dátum prevzatia: 2.8.1996);
- ortuťová kalibračná lampa (Varian/Jelight Company Inc.), v. č. 1022 (dátum prevzatia: 3.7.2000);
- deutériová D<sub>2</sub>E lampa - zdroj UV žiarenia (dátum prevzatia: 3.7.2000);
- halogénová QI lampa - zdroj VIS žiarenia (dátum prevzatia: 3.7.2000);
- prietokový držiak pravouhlých 5 cm kyviet pre kvapalných látok, výrobca Technocentrum (dátum prevzatia: 2001);
- magnetický držiak pre opticky priepustné pevné látky (dátum prevzatia: 17.10.2001);
- sada štandard. spektrometrických kyviet Varian, z kremenného skla, 5 cm (dátum prevzatia: 17.10.2001);
- záložný zdroj (stabilizátor napätia) ON-LINE PS10N (dátum prevzatia: 6.11.2001);
- argónová (v. č. 13010286) a neónová (v. č. 15011030) kalibračná lampa, LOT/Oriel Instruments (dátum prevzatia: 16.11.2001);
- DC zdroj a držiak pre kalibračné lampy (dátum prevzatia: 16.11.2001);
- xenónová (v. č. 17012085) a kryptónová (v. č. 14011031) kalibračná lampa, LOT/Oriel Instruments (dátum dodania: 26.6.2002);
- optické filtre – krátkovlnný, dlhovlnný prevodový, sklený ochranný (dátum dodania: 26.6.2002);
- halogénová QI lampa - zdroj VIS žiarenia (dátum prevzatia: 7.5.2003);
- univerzálny držiak pre kyvety a opt. filtre s rôznou hrúbkou absorbujúcej vrstvy do 10 cm (dátum prevzatia: 7.5.2003);
- spojovací diel pre pohon motora vln. dĺžky – Coupling Helical flexible Fix Kit for motor drive board (dátum prevzatia: 26.11.2004);
- spojovací diel pre pohon motora štrbiny – Coupling Helical flexible Fix Kit for motor drive board (dátum prevzatia: 25.11.2009);
- halogénová QI lampa - zdroj VIS žiarenia (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- deutériová D<sub>2</sub>E lampa - zdroj UV žiarenia (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- zdrojová doska pre ortuťovú lampu - PWB Hg Lamp Supply Cary 4/5LIB 100/200 (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- doska pre primárne zdroje žiarenia - Assy PWB MTOR DRIVE (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- sada ND filtrov Varian z opt. skla NG na kontrolu fotometr. linearity s držiakom (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- sada ND a modrých filtrov Varian s držiakom (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- ortuťová kalibračná lampa (Varian/Jelight Company Inc.), v. séria B3682 (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- nastaviteľný držiak pre pravouhlé 1 cm kyvety s regulovateľnosťou zvislej pozície (dátum prevzatia: 30.12.2009);
- certifikovaný RM Std 1404 (Varian) pre USP validation test etalónu (dátum prevzatia: 22.10.2010);
- zásobník (kazeta) - Film holder 160 mm (dátum prevzatia: 22.10.2010);
- náhradný prietokový držiak Varian pre pravouhlú 1 cm kyvetu s temperovat. plášťom (dátum prevzatia: 22.10.2010);
- riadiaca jednotka Cary 4E (odčítací, vyhodnocovací a riadiaci systém) s počítačom (dátum prevzatia: 22.2.2010);

#### Software:

- S/W CARY WIN EASY UV SCAN PKG (dátum prevzatia: 17.10.2001);
- ADL Cary 100-500 RBA Series II-Accessory controller upgrade kit (dátum prevzatia: 6.10.2010).

#### Samostatné prídavné spektrometrické zariadenie ku UV-VIS spektrometra CARY 4E:

- VIS spektrometer Spekol 11 s príslušenstvom, VEB Carl Zeiss Jena (dátum prevzatia: 9.4.2004/DL:22.4.2004).

(Ktoré nie sú samostatne evidované. Zdroje, detektory, snímače, prídavné zariadenia, softvér – názov a identifikácia)

Meradlá sú súčasťou meracieho systému: **národný etalón spektrálnej transmitancie č. 027**

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 23
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## EVIDENČNÁ KARTA MERADLA

Príloha 3, str. 3

### Zoznam súvisiacej dokumentácie:

#### Kompletná dokumentácia k vyhláseniu národného etalónu

##### Vedeckovýskumné správy

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie (záverečná výskumná správa úlohy č. 200 330 pre vedeckú oponentúru), vrátane samostatnej Prílohy, Bratislava, SMU, január 1999.

Obenrauchová, M.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie .Súhrnná správa o etalóne, Bratislava, SMU, február 2000.

Obenrauchová, M.: Pravidlá používania a uchovávanía etalónu spektrálnej transmitancie, Bratislava, SMU, december 2000.

Obenrauchová, M.: Certifikát národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027/02 (konečná verzia), Bratislava, SMU, marec 2003.

Obenrauchová, M.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie. Nadväznosť na jednotky SI, Bratislava, SMU, september 2000.

Obenrauchová, M.: Ekonomické zabezpečenie používania a uchovávanía primárneho etalónu spektrálnej transmitancie, Bratislava, SMU, september 2000.

##### Články

Obenrauchová, M.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie. In: *Metrológia a skúšobníctvo*, roč. 4, 1999, č. 6, s. 2 – 10.

##### Súhrnné správy z medzinárodných porovnávacích meraní

Obenrauchová, M.: Report CCPR-K6 Key Comparison Spectral Regular Transmittance, Bratislava, SMU, November 2000.

Obenrauchová, M.: Report COOMET N<sub>o</sub> 138/SK/96 Comparison of spectral transmittance standards, Bratislava, SMU, April 2000.

Obenrauchová, M.: Report International Comparison of LNE and SMU spectral transmittance standard equipments by means CRMs, Bratislava, SMU, October 1998.

Cédric R., Marschal A.: Report International Comparison of LNE and SMU spectral transmittance standard equipments by means CRMs, Paris, LNE, July 2000.

##### Súhrnné správy z medzinárodných porovnávacích meraní po roku 2004 (po revízii NE)

Obein, G. - Bastie, J. - Obenrauchová, M. ai: Report on the CCPR Key Comparison K6 : Spectral regular transmittance. INM-LNE/CNAM, 2008, 106 s. Abstrakt publikovaný elektronicky: IoP electronic journals, Metrologia 46, Technical Supplement 2009, 02002.

(návody na obsluhu, pracovné postupy na kalibráciu, údržbu, kontrolu meradla (zariadenia), denníky, a pod.)

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 24
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## EVIDENČNÁ KARTA MERADLA

Príloha 3, str.4

### Zoznam súvisiacej dokumentácie (pokračovanie):

#### Súvisiace vedeckovýskumné správy

Obenrauchová, M.: Certifikovaný referenčný materiál CRM 10.7.M03, kobalt-nikel. Správa o príprave a certifikácii 1. a 2. výr. série RM absorbancie pre UV- VIS spektrometriu. Bratislava: SMU, 1994.

Obenrauchová, M.: Certifikovaný referenčný materiál CRM 10.7.M02, dichroman draselný. Správa o príprave a certifikácii 1. výr. série RM absorbancie pre UV-VIS spektrometriu. Bratislava: SMU, 1994.

Máriássy, M., Mathiasová, A., Vyskočil, L.: Dichroman draselný. Správa o príprave a certifikácii RM zloženia. Bratislava: SMU, 1994.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V., Przeczek, B., Veselská, E.: Primárna etalonáž spektrometrie UV-VIS (správa úlohy č. 200047). CRM pre rozptýl žiarenia, jodid draselný (príprava a certifikácia 2. výr. série). CRM absorbancie, dichroman draselný (recertifikácia 2. výr. série). CRM absorbancie kobalt-nikel (príprava a certifikácia 3. výr. série). Bratislava: SMU, 1996.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Realizácia etalonáže v spektrálnych metódach. Primárna etalonáž v oblasti UV-VIS spektrometrie (správa úlohy č. 200033, časť B). Bratislava: SMU, 1997, s.17-65.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 200330). Bratislava: SMU, január 1999.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie (pokračovanie správy úlohy č. 200330). Bratislava: SMU, december 1999.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 200303). Bratislava: SMU, 2000.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie a zdokonaľovanie etalónu spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 200064). Bratislava: SMU, 2001.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Primárny etalón spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 260064). Bratislava: SMU, 2002.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie a zdokonaľovanie etalónu spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 260063). Bratislava: SMU, 2003.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Národný etalón spektrálnej transmitancie (správa úlohy č. 260064). Bratislava: SMU, 2004.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov spektrálnej transmitancie, refraktometrie a vývoj, príprava a certifikácia RM (správa úlohy č. 260320). Bratislava: SMU, 2005.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov spektrálnej transmitancie, indexu lomu a vývoj, príprava a certifikácia RM (správa úlohy č. 260320). Bratislava: SMU, 2006.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov spektrálnej transmitancie, indexu lomu a vývoj, príprava a certifikácia RM (správa úlohy č. 260320). Bratislava: SMU, 2007.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov spektrálnej transmitancie, refraktometrie a vývoj, príprava a certifikácia RM (správa úlohy č. 26320-0). Bratislava: SMU, 2008.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov sp. transmitancie, refraktometrie, vybudovanie etalónu vlhkosti tuhých látok a vývoj a certifikácia RM (správa úlohy č. 26320-0). Bratislava: SMU, 2009.

Obenrauchová, M., Pätoprstý, V.: Uchovávanie, zdokonaľovanie a rozvoj etalónov spektrálnej transmitancie, refraktometrie a vývoj a certifikácia RM (správa úlohy č. 26320-0). Bratislava: SMU, 2010.

#### Súhrnné správy pre revíziu národného etalónu

Obenrauchová, M.: Národný etalón spektrálnej transmitancie: Súhrnná správa pre revíziu národného etalónu spektrálnej transmitancie. Číslo etalónu 027. Bratislava : SMU, október 2004. 40 s., prílohy.

Obenrauchová, M.: Národný etalón spektrálnej transmitancie: Súhrnná správa pre revíziu národného etalónu spektrálnej transmitancie. Číslo etalónu 027. Bratislava : SMU, október 2010. 54 s., prílohy.



Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 25
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

## EVIDENČNÁ KARTA MERADLA

Príloha 3, str.5

### Zoznam súvisiacej dokumentácie (pokračovanie):

#### Návody na obsluhu a použitie

Varian CARY UV-VIS Operation Manual N<sub>o</sub> 8510137500: Cary spectrophotometer-Hardware operation manual N<sub>o</sub> 85101375/95; Spectra Grafics Application N<sub>o</sub> 8510093300/92; Cary WinUV software manual N<sub>o</sub> 8510162500/97; Cary OS/2 system N<sub>o</sub> 8510124900/96; Expert System N<sub>o</sub> 8510101800/92; Cary FITF software N<sub>o</sub> 8510137600/95 (Instalation, Getting started, ADL, Training experiments, Test procedures, Editors).

Varian CARY SERIES UV-VIS ADL News; Newsletters N<sub>o</sub> 8510097100.

Varian OPTICAL SPECTROSCOPY INSTRUMENTS (OSI) Accessories/Applications: Dual Thermostat-table Rectangular Cell Holders N<sub>o</sub> 8510080100/92; Dual Thermostatable Cylindrical Cell Holders N<sub>o</sub> 8510079600/90; Rear Beam Attenuator N<sub>o</sub> 8510079200/95; Double Aperture Accessory N<sub>o</sub> 8510095500/95; Accessory Controller Board N<sub>o</sub> 8510078600/95; Extended Sample Compartment N<sub>o</sub> 8510091400/92; Mercury Lamp N<sub>o</sub> 8510092800/95 a 8510092800/99; Automated Double Aperture Accessory N<sub>o</sub> 8510212800/04.

Varian CARY Quick Reference Card N<sub>o</sub> 85 101070 00: ADL; Editor.

Varian CARY CUSTOMER TRAINING, Houten, February 11-13, 1997.

Elteco návod na obsluhu záložného zdroja PS 10N, 15N a 20N: NS-PS 10-20N SN01001117 (ISO9001).

Oriel Instruments Power Supply Model 6060/6061/96 Operation Instruction.

VEB CZJ prospekt Spekolu 11 Nr. 32-311-1 (vrátane návodu na obsluhu a opt. schémy 32-G 311).

#### Pracovné postupy a návody, inštrukcie, certifikáty, brožúry

Obenrauchová, M.: PP 06/260/00. Pracovný postup na kalibráciu spektrometrických kyviet.

Obenrauchová, M.: PP 10/260/00. Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky pre UV-VIS spektrometriu. Oxid holmia.

Obenrauchová, M.: PP 11/260/00. Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu absorbančnej stupnice pre UV-VIS spektrometriu. Dichroman draselný.

Obenrauchová, M.: PP 12/260/00. Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu absorbančnej stupnice pre UV-VIS spektrometriu. Kobalt-nikel.

Obenrauchová, M.: PP 13/260/00. Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu heterochromatického rozptylu žiarenia pre UV-VIS spektrometriu. Jodid draselný.

Obenrauchová, M.: PP 22/260/01. Prac. postup na kalibráciu optických filtrov pre UV-VIS spektrometriu.

Obenrauchová, M.: PP 23/260/01. Pracovný postup na kalibráciu meradiel spektrálnej transmitancie pre UV-VIS spektrálnu oblasť.

Obenrauchová, M.: PP 26/260/05. Pracovný postup na prípravu a kalibráciu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky pre UV-VIS spektrometriu. Oxid neodýmu.

Obenrauchová, M.: Návod na prípravu referenčného materiálu absorbančnej stupnice pre UV-VIS spektrometriu. Dichroman draselný. Pre laboratórium RM. Bratislava: SMU, 2003.

Obenrauchová, M.: Návod na prípravu referenčného materiálu absorbančnej stupnice pre UV-VIS spektrometriu. Kobalt-nikel. Pre laboratórium RM. Bratislava: SMU, 2003.

Obenrauchová, M.: Návod na prípravu referenčného materiálu heterochromatického rozptylu žiarenia pre UV-VIS spektrometriu. Jodid draselný. Pre laboratórium RM. Bratislava: SMU, 2003.

Obenrauchová, M.: Návod na prípravu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky pre UV-VIS spektrometriu. Oxid holmia. Pre laboratórium RM. Bratislava: SMU, 2003.

Obenrauchová, M.: Návod na prípravu referenčného materiálu stupnice vlnovej dĺžky pre UV-VIS spektrometriu. Oxid neodýmu. Pre laboratórium RM. Bratislava: SMU, 2005.

Obenrauchová, M.: Návod na kalibráciu absorpčnej stupnice národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027 za použitia dvojotvorovej clony v prostredí MS Windows. Bratislava: SMU, 2009.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 26
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

**EVIDENČNÁ KARTA MERADLA**
**Príloha 3, str.6**
**Zoznam súvisiacej dokumentácie (pokračovanie):**
**Pracovné postupy a návody, inštrukcie, certifikáty, brožúry**

Obenrauchová, M.: Návod na kalibráciu stupnice vlnovej dĺžky národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027 v prostredí MS Windows. Bratislava: SMU, 2010.

Obenrauchová, M.: Návod na kalibráciu rozptýleného žiarenia národného etalónu spektrálnej transmitancie č. 027(nediferenčná metóda v prostredí MS Windows). Bratislava: SMU, 2010.

Francis R.: UV Instruments at work UV-62: Measuring photometric accuracy using the double aperture method, Varian Australia Pty Ltd, November 1993.

Varian Certificate: The Double Aperture primary method of determining photometric accuracy, 1997.

Certifikáty SRM NIST pre UV-VIS spektrometriu: 930D, 931, 932, 935, 2034, 2032 a 2033.

Certifikáty CRM SMU pre UV-VIS spektrometriu: J01, J01a, J02, J03, J04.

Certifikát SRM Varian UV-VIS spektrometriu: Holmium oxide and Didymium filter kit.

Reference Materials for Ultra Violet and Visible Spektrometry Booklet (Reference Set 4UVR and 6UVP), Starna Pty Ltd, Australia, 1980.

Typical Spectra of Spectral Calibration Lamps Booklet, Oriel Instruments (Ultraviolet Products Corporation), Statford, CT USA, 1996.

Varian Certificate of Calibration CRM 1404 Spectrophotometer Calibration Kit, Unit Number 308 (REF-MACAL, USA): CRM 100-Filter 963 (Holmium Oxide Solution/Cuvette Wavelength Standard); CRM 300-Filter 310-327 (Potassium dichromate Solution/ Cuvette Photometric Standard); CRM 400-Filter 410-353, 420-353, 430-353 (Neutral-Density Glass Photometric Standard).

Instruction sheet for the Cary WinUV Rear Beam Attenuator-software ADL series II (Varian).

**Zoznam metrologických a technických predpisov súvisiacich s národným etalónom**

STN 01 0115:1991	Terminológia v metrológii.
STN 01 0130	Zákonné meracie jednotky.
STN 01 1307	Veličiny a jednotky vo fyzikálnej chémii.
TPM 0050:1992	Etalóny. Vyjadrovanie chýb a neistôt.
TPM 0051:1993	Stanovenie neistôt pri meraniach.
	International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology.
NBS SP 330:1986	The international system of units (SI).
	IUPAC (Names, symbols, definitions and units of quantities in optical spectroscopy) 1985.
ISO 6286:1982(E)	Molecular Absorption spectrometry - Vocabulary -- General - Apparatus.
	Guide to the expression of uncertainty in measurement (BIPM, OIML,... ISO) 1993.
ISO Guide 30:1992(E)	Terms and definitions used in convection with reference materials.
ISO Guide 35:1989(E)	Certification of reference materials - General and statistical principles.
ISO Guide 34:2000(E)	Quality system guidelines for the production of reference materials.
STN ISO 31-6:1997	Veličiny a jednotky.
	6. časť: Svetlo a príbuzné elektromagnetické žiarenia (01 1301).
STN ISO 31-8:1997	Veličiny a jednotky.
	8. časť: Fyzikálna chémia a molekulová fyzika (01 1301).
TPM 7330:1994	Molekulové absorpčné spektrometre pre UV-VIS spektrálnu oblasť.
	Pracovné meradlá. Metrologické požiadavky.
TPM 7331:1994	Molekulové absorpčné spektrometre pre UV-VIS spektrálnu oblasť.
	Pracovné meradlá. Metódy skúšania pri kalibrácii.

Slovenský metrologický ústav, Centrum chémie, Karloveská 63, 842 55 Bratislava IV		
<b>PRAVIDLÁ POUŽÍVANIA A UCHOVÁVANIA NÁRODNÉHO ETALÓNU SPEKTRÁLNEJ TRANSMITANCIE č. 027</b>		
Počet výtlačkov: 2	Dátum vydania: november 2010	Strana: 27
Spracoval: Ing. M. Obenrauchová		Počet strán: 27

### Údaje o nadväznosti, kalibrácii a kontrole meradla

### Príloha 4

(národný etalón spektrálnej transmitancie č. 027, UV-VIS spektrometer Varian Cary 4E)

Por. č.	Spôsob „kontroly“	Zodpovednosť	Pracovný postup	Doklad	Dátum-Interval
1	Interná kalibrácia a kontrola časovej stálosti kalibrácie spektrometrickej linearity a správnosti transmitančnej a absorbančnej stupnice etalónu	M. Obenrauchová	Primárna certifikovaná nezávislá double aperture metóda (DAM), v súlade s postupom v: - inštrukcii UV Instruments at work UV-62: Measuring photometric accuracy using the double aperture method, Varian Australia Pty Ltd, november 1993; - výskumnej správe č. 200330 (SMU Bratislava, január 1999); - internom návode na kalibráciu etalónu nezávislou metódou za použitia dvojotvorovej clony( DAM).	Dátový súbor (prvotný merací záznam); Záznam (protokol) o meraní (prípadne výskumná správa č. 200330/01/99); Certifikáty NE č. 027 z rokov: 2002, 2004 a 2010; Certifikáty o kalibrácii č. 608/260/36/08 (z 15.9.2009).	5 rokov
2	Interná kalibrácia a kontrola časovej stálosti kalibrácie stupnice vlnovej dĺžky etalónu	M. Obenrauchová	Metóda priameho merania a porovnávania spektrálnej polohy emisných čiar Hg, Ne a Ar kalibračných lúčov, v súlade s postupom v: - manuáli Varian OSI Accessories/Application: Mercury Lamp No 85100 928 00/95; - operačnom manuáli spektrál. lúčov Oriol Instruments; - výskumných správach č. 200330, SMU Bratislava, január 1999 a č. 260320, SMU Bratislava, december 2005; - internom návode na kalibráciu etalónu nezávislou metódou za použitia spektrálnych kalibračných lúčov (Hg, Ar, Ne).	Dátový súbor (prvotný merací záznam); Záznam (protokol) o meraní (prípadne výskumné správy č. 200330/01/99 č. 260320/12/05); Certifikáty NE č. 027 z rokov: 2002, 2004 a 2010; Certifikáty o kalibrácii: č. 607/260/36/08-Hg (z 30.6.2008); č. 297/260/36/10-NeAr (z 30.6.2008).	5 rokov
3	Interná kalibrácia (kontrola) čistoty opt. okienok štandardnej spektrometrickej kyvety SRM 932 NIST(integrál. časť etalónu)	M. Obenrauchová	PP 06/260/00 Pracovný postup na kalibráciu spektrometrických kyviet	Dátový súbor (prvotný merací záznam); Certifikát NIST SRM 932	pred každou sériou meraní
4	Medzinárodné porovnávacie meranie v rámci projektu COOMET No.138/SK/96 (organizované SMU)	M. Obenrauchová	V súlade s návodom na použitie v certifikáte použitého CRM SMU absorbančnej stupnice: - sada roztokov dichromanu draselného; - sada roztokov zmesi iónov kobalt-nikel.	Certifikáty použitých CRM SMU; Reporty zúčastnených krajín; Súhrnný report SMU.	06/1998 1998-2000 29.6.2000
5	Bilaterálne medzinárodné porovnávacie meranie medzi SMU a LNE	M. Obenrauchová	V súlade s návodom na použitie v certifikáte použitého CRM SMU a CRM LNE absorbančnej stupnice: - sada roztokov dichromanu draselného; - sada roztokov zmesi iónov kobalt-nikel.	Certifikáty použitých CRM SMU; Certifikáty použitých CRM LNE; Report SMU a LNE; Report SMU a LNE;	06/1998 06/1995 20.10.1998 6.06.2000
5	Kľúčové medzinárodné porovnávacie meranie v rámci projektu BIPM CCPR-K6 (organizované BNM-INM/CNAM)	M. Obenrauchová	V súlade s inštrukciami v technickom protokole pre meranie spektrálnej transmitancie sady štandardných filtrov	Dátový súbor (prvotný merací záznam); Report SMU	07-09/2000 27.11.2000
	Kalibrácia akreditovaným laboratóriom, „interná“ kalibrácia, medzinárodné porovnanie	Meno zamestnanca, resp. názov organizácie	Názov a identifikácia pracovného postupu, príslušného predpisu	Certifikát, správa, interný protokol, a pod.	Doba, počet meraní .....