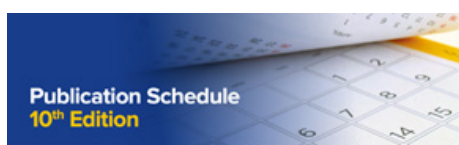




NA MALIČKOSTECH ZÁLEŽÍ

Problematika malých navážek
a 10. Evropská farmakopoeia (Ph.Eur.)



JIŽ MICHELANGELO BUONARROTI ŘÍKAL, ŽE:
**„NA MALIČKOSTECH ZÁLEŽÍ DOKONALOST A DOKONALOST
TO NENÍ MALIČKOST“**



www.edqm.eu



Klasifikace vah dle Ph.Eur

Důležitým faktorem je, že požadavky jsou stanoveny na váhy jako „pracovní měřidla“. Váhy jsou zde klasifikovány na základě velikostí skutečného dílku a počtu dílků váhy. V České republice dlouho přetrvává princip ověřování vah a klasifikace vah jako „stanovených měřidel“ do tříd přesnosti. Tento princip je, ale pro tyto účely nedostatečný, protože nejmenší „ověřovací dílek“ $e = 0,001\text{ g}$ (10^{-3} g) a k němu stanovené tolerance a požadavky jsou pro dnešní analytické účely příliš velké.

Ph.Eur. zavádí klasifikaci na základě skutečného dílku d (známého také pod pojmem odečitelnost). Dílek d je nejmenší interval po sobě dvou následujících hodnot stupnice váhy. Laicky nejmenší dílek váhy, který lze z indikace odečíst.

Typ (pod-typ) váhy		Dílěk d [g]	Klasifikace pro stanovená měřidla*
Přesné váhy		d od 1g do 0,001g	II. třída přesnosti
Analytické váhy		d ≤ 0,0001 ... (10 ⁻⁴)	I. třída přesnosti
	Semi mikro váhy	d = 0,00001 ... (10 ⁻⁵)	
	Mikro váhy	d = 0,000001 ... (10 ⁻⁶)	
	Ultramikro váhy	d = 0,0000001 ... (10 ⁻⁷)	

*) Klasifikaci pro stanovená měřidla zde uvádím jen pro orientaci, protože v ČR je zvykem používat klasifikaci vah podle tříd přesnosti. Eu.Ph. tuto klasifikaci nepřipouští.

Jak můžeme z tabulky vidět, je jasné, že pracovat s dílkem $e=0,001$ g je zcela nedostatečné pro většinu těchto vah. Tolerance odvozené z normy ČSN EN 45 501 na základě ověřovacího dílku „e“ jsou příliš velké.

Podmínky instalace

Kapitola věnuje velkou pozornost způsobu instalace, umístění vah a jejich provozu. Při kvalifikaci váhy pro daný účel bude nyní nutné pečlivě zvážit a zdokumentovat její umístění a vnější vlivy (podmínky okolí), které na váhu působí. Bude nyní na uživateli váhy stanovit podle druhu váhy a jejího vybavení rizika vyplývající z vlivu slunečního záření, teploty, proudění vzduchu, magnetismu, elektrostatického náboje ... a dalších vlivů. Tato rizika zhodnotit a na jejich základě zvolit vhodný druh váhy a podmínky instalace.

Pro ověření těchto vlivů bude důležitým faktorem tzv. „první kalibrace“ váhy, kalibrace váhy v místě používání po její instalaci v podmínkách co nejbližších praktickému použití váhy. **Díky stanovení chyb indikace včetně nejistoty váhy budeme schopni posoudit splnění požadavků Eu.Ph. 2.1.7.**

Nádoby použité k vážení vzorků

Dalším ovlivňujícím faktorem jsou nádoby použité na vážení vzorků. Kromě vhodné volby neelektrostatické a nemagnetické nádoby je potřeba věnovat pozornost její velikosti a teplotě. Vlivem rozdílné teploty okolí a váženého objektu dochází k proudění vzduchu, které s ohledem na velikost navážky má vliv na její přesnost.

Splnění požadavků na výkon váhy

Základními způsoby na prokázání splnění požadavků jsou: **Kalibrace váhy** – která zajišťuje její návaznost na jednotky SI. Její součástí musí být stanovení nejistoty měření. Kalibrace může provádět uživatel sám nebo je svěřit kompetentní třetí osobě. U kalibrací těchto vah lze jednoznačně doporučit provádět kalibrace pomocí akreditované kalibrační laboratoře, která provádí kalibrace podle metodiky EURAMET cg.18 ver. 4 (2015). Důvodem je to, že na českém trhu působí subjekty provádějící kalibrace dle vlastních postupů, které jsou často velmi zjednodušené, aby bylo dosaženo co nejnižší ceny kalibrace. Aplikace těchto postupů na váhy s dílkem menším než 1g může vést k chybným výsledkům.

Opakované mezikalibrační kontroly – Smyslem těchto kontrol je stanovení relativní systematické a náhodné chyby v období mezi kalibracemi. **Při těchto kontrolách nesmí ani jedna z chyb přesáhnout hodnotu 0,10 %.** Kontroly popsané v Eu.Ph. může provádět vyškolený uživatel váhy, který musí být vybaven odpovídajícím závažím, které odpovídá OIML R111 nebo americkému standardu ASTM E617.

Četnost kalibrací a kontrol

Četnost kalibrací a kontrol je ponechána na uživateli, který musí tyto četnosti definovat v dokumentaci systému řízení kvality. Zde je potřeba vycházet z obecně platných doporučení pro stanovení kalibračních intervalů a zejména zohlednit rizika vyplývající z chybného vážení.

Kapitola 2.1.7 doporučuje provádění kalibrací před a po údržbě nebo opravě váhy. Tento požadavek je poměrně neobvyklý, ale metrologicky zcela správný. Údržba nebo oprava váhy jsou významné zásahy do měřidla a mohou způsobit změnu výkonu váhy. Kalibrací před údržbou si ověříme stav měřidla a potvrdíme jeho výkon v období před technickým zásahem (kalibrace „as found“). Kalibrací po údržbě (kalibrace „as left“) si ověříme, že po technickém zásahu do měřidla, měřidlo i nadále splňuje příslušné požadavky, případně si tím ověříme kvalitu a smysl opravy.

V případě, že uživatel používá váhy vybavené funkcí interního justování vestavěným závažím, lze četnost mezikalibračních kontrol přiměřeně snížit, ale nelze je zcela vypustit, aby byla zajištěna včasná indikace zhoršení výkonu váhy např. opotřebením nebo technickou závadou.

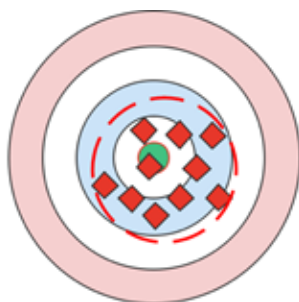
Opakované mezikalibrační kontroly

Opakované mezikalibrační kontroly Eu.Ph. stanoví dvě základní kontroly, které musí uživatel provádět:

- 1. Zkoušku opakovatelnosti** ke stanovení dominantní relativní náhodné chyby váhy
- 2. Zkoušku citlivosti** ke stanovení dominantní složky relativní systematické chyby váhy

Samozřejmě, že na chyby vah působí celá řada dalších faktorů a výsledky vážení a k nim přiřazené nejistoty lze stanovit přesněji, ale toto se děje při dobře provedené kalibraci.

Zkouška opakovatelnosti



● Cílová hodnota navážky

— Rozptyl hodnot

Vliv chyby opakovatelnosti je největší na začátku rozsahu vážení a je v celém rozsahu poměrně konstantní. Při realizaci malých navážek, které jsou obvyklé pro analytické metody, jsou dominantní zdroje chyb, chyba opakovatelnosti a chyba plynoucí ze zaokrouhlení dílku váhy. Charakteristickým parametrem náhodné chyby z deseti opakovaných měření je směrodatná odchylka s [g]. Zkoušku provedeme opakováním 10-ti vážení stejného závaží o velikosti cca. 5 % váhového rozsahu váhy. Abychom neovlivnili výsledek měření problematickou manipulací se závažím, použijeme vždy jeden kus závaží v rozsahu 100 mg ... 5 % Max váhy. Z důvodu obtížné manipulace závaží o menší nominální hmotnosti nepoužíváme. Zkoušku opakovatelnosti považujeme za úspěšnou, pokud:

$$(2 \times s) / m_{\text{snw}} \times 100 \leq 0,10 \% [1]$$

Kde:

s [g]

Směrodatná odchylka ze souboru hodnot 10-ti opakovaných vážení

m_{snw} [g]

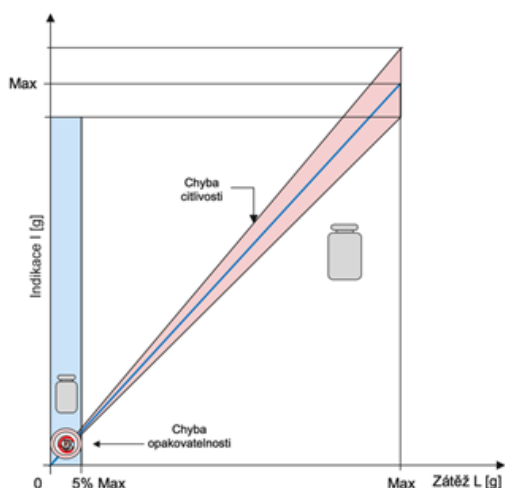
Nejmenší čistá navážka realizovaná na dané váze

V případě, že nám směrodatná odchylka vyjde nulová nebo téměř nulová, musíme vzít v úvahu vliv zaokrouhlení indikace dílku váhy. Toho docílíme tím, pokud:

$$s < 0,41 d \text{ [2]}$$

Potom ve vztahu [1] nahradíme s hodnotou 0,41d

Zkouška citlivosti



Tato zkouška citlivosti nám určuje vztah mezi nominální nebo konvenční hodnotou zátěže (zkušebního závaží) a indikací váhy. Zatímco zkoušku opakovatelnosti mělo smysl provádět v části rozsahu blízké 0 (kolem 5 %), tuto zkoušku naopak má smysl provádět blízko konci rozsahu Max nebo v místech, kde nejčastěji vážíme, ale rozhodně ne pod 5 % Max. Vhodná zkušební zátěž je kalibrované závaží odpovídající OIML R111 třídy přesnosti F1. Tedy vhodná zkušební zátěž leží v intervalu:

$$5 \% \text{ Max} < m < \text{Max} \text{ [3]}$$

Kde:

m [g] Hodnota zkušební zátěže pro zkoušku citlivosti

Zkoušku citlivosti považujeme za úspěšnou, pokud:

$$(m-l)/m \times 100 \leq 0,05 \% \text{ [4]}$$

Kde:

l [g] Indikace váhy

m [g] Hodnota zkušební zátěže pro zkoušku citlivosti

Závěr

Závěrem lze konstatovat, že tímto dodatkem se Evropská Farmakopoeia dostává v oblasti vážení pro analytické účely na světovou úroveň. Uvedené principy v metrologii platí již dávno, ale doposud nebylo v Evropě a v České republice obvyklé je zohledňovat. Důvodem často bylo to, že dosavadní předpisy hovořily o pojmech přesnost, kalibrace, tolerance ... na obecné úrovni a tak bylo velmi obtížné plnění těchto požadavků vyžadovat a kontrolovat. To vedlo k využívání institutu „ověřování“ měřidel jako důkazu prokázání shody s požadavky, které u vah jsou explicitně dány ČSN EN 45 501. Dalším důvodem bylo, že jejich zavedení zvyšuje ekonomickou náročnost a klade vyšší nároky na obsluhu a údržbu vah. Kapitola 2.1.7 dodatku 10.6 ulehčuje roli metrologům a osobám odpovědným za kvalitu tím, že stanoví poměrně konkrétní a jasné požadavky.

Ing. Daniel Šťastný, společnost PROMETROLOGY 5.0 s.r.o.
1. 9. 2021

PROMETROLOGY 5.0

PROEDUCATION

ODBORNÁ ŠKOLENÍ

- Vážení podle požadavků řízení kvality a GLP, GMP
- Vážení v souladu s Eu. Ph. a USP, GLP a GMP
- Pipetování podle požadavků řízení kvality a GLP, GMP
- Metrologie a systémy řízení kvality
- Metrologie a problematika hotově baleného zboží
- Měření a vážení v obchodní praxi

PROCONSULTING

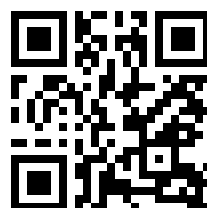
KONZULTACE V OBLASTI METROLOGIE

- Zavedení a zpracování **metrologické dokumentace**
- Podpora **kvalifikace a validace** měřidel a procesů
- Podpora a pomoc při akreditaci podle **ISO 17 025**
- Podpora a pomoc při zavedení systémů pro kontrolu **hotově baleného zboží**

PROSOLUTION

SOFTWARE PRO METROLOGII A SERVIS

- **Instant Team PRO Servis** – správa a řízení servisních zakázek a techniků
- **Instant Team PRO Metrology** – správa a řízení kalibrací a údržby měřidel
- **Instant Team PRO CAL** – kalibrace elektronických vah s neautomatickou činností
- **ScalesNet** – systém pro kompletní správu a kalibraci závaží od primárních po běžné laboratoře hmotnosti
- Všechny naše systémy lze **validovat** a zařadit jako součást systémů řízení kvality.



KONTAKTUJTE NÁS JEŠTĚ DNES:

info@prometrology50.cz | tel.: +420 739 330 577 | www.prometrology.cz