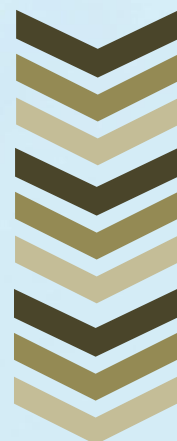
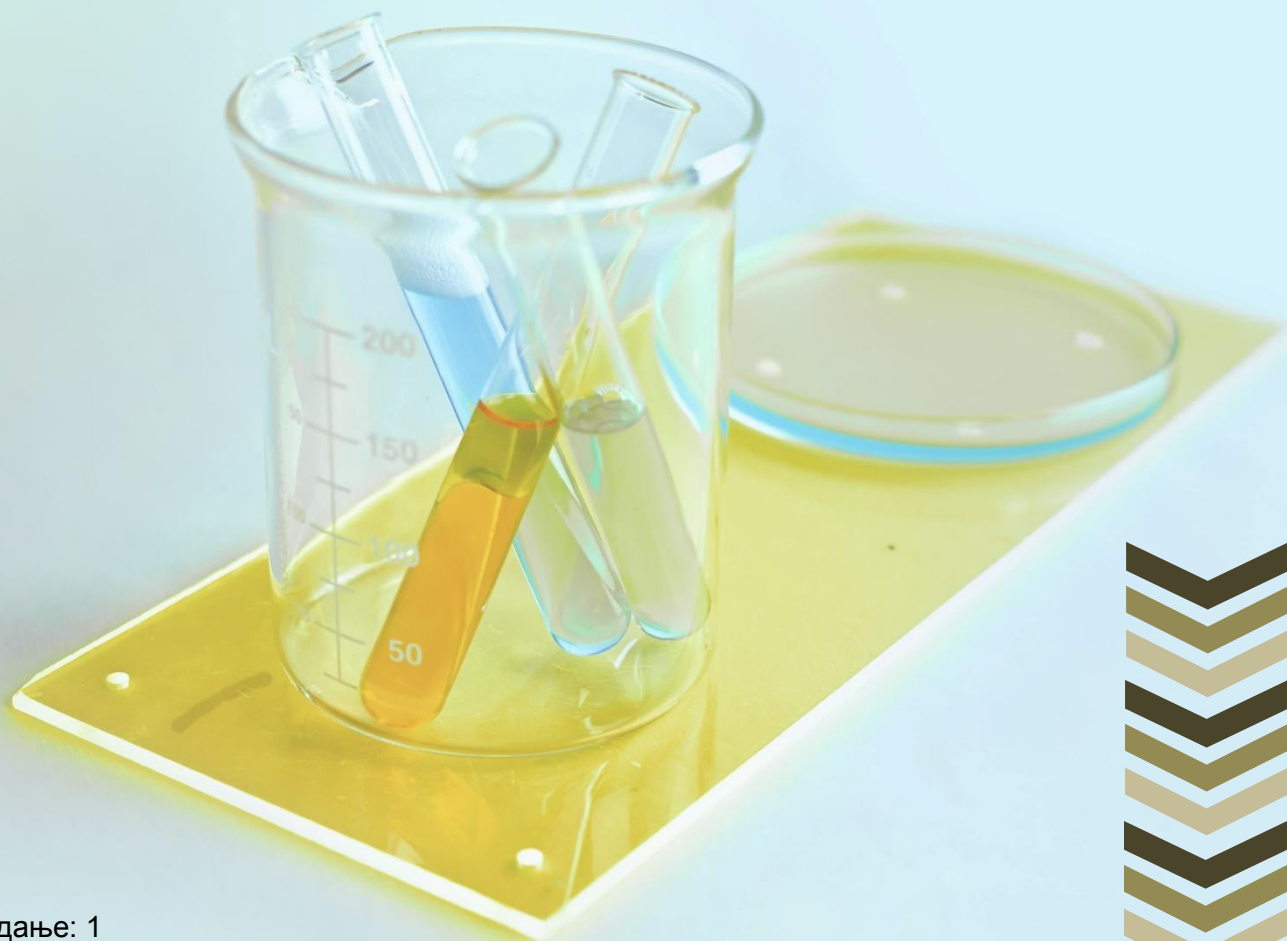
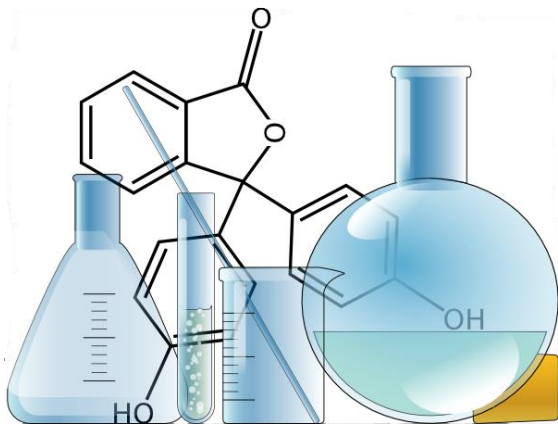




ПОСЕБНА ИЗДАЊА

## ЗНАЧАЈ И ПОТРЕБА ЕТАЛОНИРАЊА ЛАБОРАТОРИЈСКОГ ПОСУЂА И ВОЛУМЕТРИЈСКИХ АПАРАТА СА КЛИПОМ

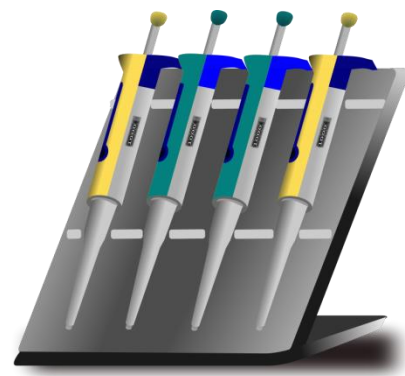




## САДРЖАЈ:

|   |          |
|---|----------|
| <b>1. ДИО I - ЛАБОРАТОРИЈСКО ПОСУЂЕ.....</b>                | <b>2</b> |
| 1.1 Опсег.....  | 2        |
| 1.2 Називни волумен .....                                   | 2        |
| 1.3 Класификација / употреба / означавање .....             | 2        |
| 1.4 Еталонирање.....  | 4        |
| <b>2. ДИО II - ВОЛУМЕТРИЈСКИ АПАРАТИ СА КЛИПОМ .....</b>    | <b>6</b> |
| 2.1 Опсег.....  | 6        |
| 2.2 Називни волумен .....                                   | 6        |
| 2.3 Класификација / употреба / означавање .....             | 6        |
| 2.4 Еталонирање.....  | 7        |
| <b>3. РЕФЕРЕНТНИ ДОКУМЕНТИ.....</b>                         | <b>9</b> |
| 3.1 Стандарди .....   | 9        |
| 3.2 Упутства и инструкције .....                            | 10       |
| 3.3 Истраживања, анализе и добра лабораторијска пракса..... | 11       |

## ПРИЛОГ: Интерне међупровјере



## УВОДНЕ НАПОМЕНЕ

Поуздано мјерење се постиже искључиво (исправно) еталонираним мјерилима, а општи захтјеви у погледу еталонирања и остваривања слједивости за мјерила и мјерну опрему су дефинисани стандардом BAS EN ISO/IEC 17025.

Овај документ садржи препоруке и упутства за еталонирање, односно остваривања слједивости за лабораторијско посуђе и волуметријске апарате са клипом које лабораторије користе као мјерила и/или еталоне у свом свакодневном раду. Значајно је да и власници мјерила буду упознати и са процесом и захтјевима еталонирања како би знали шта могу тражити, односно очекивати од лабораторија за еталонирање.

Први дио овог документа се односи на лабораторијско стаклено/пластично посуђе, а други дио на волуметријске апарате са клипом укључујући ручне, електронске, фиксне, промјениве, једно и више-каналне микропипете, бирете, диспензере, шприце итд.

У оквиру уводних напомена важно је нагласити слjedeће:

- Власници мјерила и лабораторије за еталонирање требају претходно пажљиво комуницирати и договорити начин оцјене усклађености предмета еталонирања. Општи захтјеви у погледу еталонирања, укључујући и оцјену усаглашености која подразумијева и мјерну несигурност (Decision Rules), су дати у стандарду BAS EN ISO/IEC 17025. С друге стране, карактеристике већине мјерила малог волумена су дате у појединачним међународним стандардима који, између осталог, садрже и податке о максимално дозвољеним грешкама и који у процесу оцјене усаглашености не укључују мјерну несигурност. Уколико лабораторија за еталонирање пружа услуге оцјене усаглашености која подразумијева и мјерну несигурност, власник мјерила може тражити ту врсту услуге али обје стране требају бити свјесне чињенице да референтни документи различито приступају начину оцјене усаглашености предмета еталонирања.
- Приликом куповине нових мјерила произвођачи често достављају и "Сертификат о еталонирању" који не садржи ознаку (симбол) ILAC MRA / EA MLA / CIPM MRA што значи да лабораторија која је издала Сертификат не посједује компетенције потврђене од треће стране и да као таква не може обезбиједити потребну слједивост резултата еталонирања. Генерално, овакви "Сертификати" представљају контролу квалитета коју проводи произвођач на излазу мјерила из процеса производње.
- Власници мјерила се требају детаљно упознати са опсегом и могућностима мјерења и еталонирања појединих лабораторија и то искључиво увидом у прилог акредитацији Института за акредитовање Босне и Херцеговине ([www.bata.gov.ba](http://www.bata.gov.ba)) или увидом у могућности мјерења и еталонирања (Calibration and Measurement Capabilities – CMC) лабораторија Института за метрологију Босне и Херцеговине које су потврђене од Међународног бироа за тегове и мјере и уврштене у базу података кључних интеркомпарација ([BIPM/KCDB/CMC-IMBIB](http://BIPM/KCDB/CMC-IMBIB)).
- У прилогу овог документа дат је начин интерне међупровјере предметних мјерила. Важно је нагласити да међупровјере ни у којем случају не могу замијенити редовна еталонирања, али резултати међупровјера могу бити корисни за утврђивање промјене карактеристика мјерила у времену (дрифт), што може бити корисно при утврђивању периода еталонирања.

## 1. ДИО I - ЛАБОРАТОРИЈСКО ПОСУЂЕ

### 1.1 ОПСЕГ

У даљем тексту израз "лабораторијско посуђе" се односи на посуђе које је израђено од стакла или од пластике у које спадају, како слиједи:

- Тиквице са једном ознаком,
- Градуиране пипете и пипете са једном ознаком,
- Аутоматске пипете,
- Пикнометри,
- Бирете,
- Градуирани цилиндри (мензуре).

### 1.2 НАЗИВНИ ВОЛУМЕН

Називни волумен за стаклено посуђе је волумен који мјерило треба да садржи ("In") или да испоручи ("Ex") и који може бити дефинисан рубом, једном ознаком или, у случају градуираног посуђа гдје једна од линија представља називни волумен.

### 1.3 КЛАСИФИКАЦИЈА / УПОТРЕБА / ОЗНАЧАВАЊЕ

#### 1.3.1 Класификација

Комерцијално доступно лабораторијско посуђе је обично израђено од сљедећих материјала:

- Обично стакло,
- Боросиликатно стакло,
- Термички отпорни полимери,
- Полипропилен (PP),
- Полиметилпентен (PMP).

Генерално, све волуметријске посуде могу бити намјењене да садрже или испоручују називни волумен. Сваки тип се даље дијели према томе да ли је намјењен за појединачне или за више волумена, тј. да ли има једну или више ознака.

Лабораторијско стаклено посуђе се према тачности сврстава у двије класе:

- Класа А, или
- Класа Б

Разлика између ове двије класе огледа се у границама максимално дозвољене грешке, као што је то дато у релевантним интернационалним стандардима. Уобичајено је да су максимално дозвољене грешке за класу Б двоструко веће него за класу А.

#### 1.3.2 Употреба

Лабораторијско посуђе класе А треба да се користи само у случајевима када је тачност критична за извођење конкретне методе што значи да такво посуђе мора бити еталонирано. У ријетким случајевима лабораторијско посуђе не мора бити еталонирано уколико назначена максимално дозвољена грешка не прелази једну петину тачности мјерења. На примјер, ако захтјев за мјерењем волумена износи  $100 \text{ cm}^3 \pm 0.1 \text{ cm}^3$ , нема потребе за употребом еталонираног мјерила уколико максимално дозвољена грешка таквог мјерила износи  $1/5$  захтијеване тачности, тј.  $<0.1/5 \text{ cm}^3$  ( $<0.02 \text{ cm}^3$ ).

Треба имати у виду да су максимално дозвољене грешке лабораторијског посуђа са једном ознаком доста мање од градуираних.

Правила добре праксе за употребу и одржавање су, како слиједи:

- Препоручује се да се еталонирање бирета, градуираних пипета и мензура изводи у неколико тачака, радије него у само једној тачки која означава максимални капацитет.
- Препоручује се употреба оптичких помагала која, када је то потребно, омогућавају лакше и тачније читање скале или ознаке волумена.
- Лабораторијско посуђе се користи и одржава тако да се не оштети или учине промјене које могу компромитирати грешку мјерења исказану у сертификату о еталонирању.
- Треба избјегавати високе температуре (укључујући чишћење, сушење, итд.).
- Избјегавати растворе, киселине и соли које могу да оштете површину посуђа.
- Избјегавати машинско прање.
- Свако онечишћење унутар посуђа које није могуће уклонити водом треба уклонити одговарајућим раствором прије прања.
- Треба се придржавати препорука произвођача, посебно уколико се ради о пластичном посуђу.
- Прије употребе потребно је увијек пажљиво провјерити да ли има оштећења /или страних материјала у посуђу.
- Треба бити пажљив са кориштењем уља јер евентуално онечишћење ће поред контаминације проузроковати и промјене називног волумена.

За лабораторијско посуђе чији резултати мјерења значајно утичу на провођење методе потребно је посједовати валидан сертификат о еталонирању који је издала лабораторија са потврђеним компетенцијама.

Треба нагласити да се еталонирање лабораторијског посуђа проводи водом познате густине и да је, у основи, резултат еталонирања волумена "димензиона" величина ( $\text{cm}^3$ ,  $\text{dm}^3$ ) што значи да употреба течности које се значајно разликују од воде (вискозитет и/или површински напон) може резултирати значајним грешкама мјерења. У оваквим случајевима препоручује се гравиметријска припрема раствора, уколико је примјењиво.

### 1.3.3 Означавање

У складу са релевантним међународним стандардима сваки примјерак се означава, како слиједи:

- 1) *Максимално дозвољена грешка*: Класа А или Б (не односи се на аутоматске пипете);
- 2) *Капацитет*: ml, mL,  $\text{cm}^3$  су дозвољене ознаке за јединицу волумена;
- 3) *Референтна температура, односно температура еталонирања*: Може зависити од наміјене и/или употребе (обично  $20^\circ\text{C}$ );
- 4) *Идентификациони број*: Сво лабораторијско посуђе класе А треба да носи неизбрисив идентификациони број. За посуђе класе Б идентификациони број није обавезан. У случају када посуђе посједује одвојиве дијелове који имају утицај на мјерење, исти морају бити нумерисани;
- 5) *Вријеме истакања и чекања*: Бирете и пипете са једном или више ознака класе А морају имати назначено вријеме истакања а у неким случајевима и вријеме чекања, што је прописано релевантним међународним стандардима;
- 6) У складу са релевантним стандардима лабораторијско посуђе мора посједовати:
  - боју кода (пипете: BAS EN ISO 835, BAS EN ISO 648, а код треба бити у складу са BAS ISO 1769),

- ознаку или име добављача,
  - ознаку "In" или "Ex" којом се дефинише да ли је посуђе намијењено да садржи или испоручи назначени волумен;
- 7) Пипете са више ознака "blow-out" типа морају имати угравирани бијели прстен и ознаку "blow-out".

Постојеће и ознаке еталонирања на посуђу (наљепнице, и сл.) треба да омогуће лако и недвосмислено препознавање одговарајућих сертификата о еталонирању. Ознаке еталонирања требају бити постављене на начин да не узрокују никакву штету на предмету а ознака треба бити позиционирана изван "критичних подручја" као што су ознака типа, скала и слично.

Посуђе које је евентуално еталонирано за специјалне потребе или услове треба бити јасно одвојено од осталог, "стандардно" еталонираног посуђа.

#### 1.4 ЕТАЛОНИРАЊЕ

Као што је преходно поменуто, еталонирање посуђа се обавезно ради у случајевима када је тачност мјерила од критичног значаја за реализацију конкретне методе анализе/испитивања/тестирања.

Еталонирање мора провести искључиво лабораторија која има потврђене компетенције од треће стране кроз акредитацију или једнаковриједну процедуру (објављен СМС) која може доказати слједивост резултата еталонирања до националних еталона.

##### 1.4.1 Процедура еталонирања

Еталонирање посуђа мора бити извршено у складу са захтјевима стандарда BAS EN ISO 4787 а волумен се одређује гравиметријском методом, користећи воду која одговара захтјевима BAS EN ISO 3696. Прије почетка еталонирања, потребно је провјерити да ли је посуђе чисто, а посебну пажњу треба обратити на евентуално присуство масноће. Маса воде коју мјерило садржи или испоручује на датој температури треба бити тачно измјерена, а волумен се израчунава на стандардној температури и притиску, или по посебном захтјеву што зависи од намјене или начина кориштења.

Вага која се користи у процесу еталонирања треба бити прикладна волумену и еталонирана на адекватан начин. Прикладност ваге која се користи се одређује према резолуцији и мјерној несигурности, како је то дато у стандарду BAS EN ISO 4787.

| Називни волумен                               | Карактеристике ваге |                               |                    |
|---|---------------------|-------------------------------|--------------------|
|   | Резолуција<br>(mg)  | Стандардна девијација<br>(mg) | Линеарност<br>(mg) |
| $100 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \text{ mL}$   | 0.1                 | 0.2                           | 0.2                |
| $10 \text{ mL} < V < 1000 \text{ mL}$         | 1                   | 1                             | 2                  |
| $1000 \text{ mL} \leq V \leq 2000 \text{ mL}$ | 10                  | 10                            | 20                 |
| $V > 2000 \text{ mL}$                         | 100                 | 100                           | 200                |

Коректно еталонирање и кориштење лабораторијског посуђа, као и свих волуметријских посуда генерално, значајно зависи од температуре. Лабораторијско посуђе се обично еталонира на 20°C али, у зависности од намјене, референтна

температура може бити било која о чему треба водити рачуна приликом подношења захтјева за еталонирање. Као посљедице термичке експанзије течности и (дјелимично) материјала посуђа, грешке које произилазе њиховом употребом на температурама различитим од температуре еталонирања могу бити значајне. У неким случајевима разлика температуре од 5°C може узроковати грешку мјерења већу од 0.1%.

Грешка мјерења утврђена еталонирањем пореди се са максимално дозвољеном грешком декларисаном стандардом за конкретно мјерило (3.1) и доноси оцјена усаглашености.

#### 1.4.2 Интервал еталонирања

Треба имати у виду чињеницу да се капацитет лабораторијског посуђа мијења у складу са условима и начином употребе што је посебно значајно за посуђе класе А. Еталонирање треба да се понавља у одређеним интервалима који зависе од природе употребе и утврђују се експериментално, праћењем и документовањем промјена карактеристика кроз редовне међупровјере и еталонирања.

У почетном периоду, док се не утврди стварна промјена карактеристика мјерила (дрифт), период еталонирања не треба бити дужи од једне године, с тим што се овај период сматра минималним и за исти није потребна посебна валидација и доказивање стабилности.

Према неким искуствима максимални (необавезујући) период еталонирања лабораторијског посуђа не би требао бити дужи од 5 година.

#### 1.4.3 Сертификат о еталонирању

Минимални захтјеви у погледу садржаја сертификата о еталонирању су, како сlijеди:

- Општи подаци о предмету еталонирања;
  - назив произвођача,
  - тип и модел,
  - класа (А или Б) – уколико је примјењиво,
  - серијски број – уколико је примјењиво,
  - називни волумен,
- Тип "In" или "Ex" и референтна температура (20°C);
- Околински услови током еталонирања (температура, атмосферски притисак и релативна влажност);
- Упућивање на релевантне референтне документе (3);
- Подаци о кориштеним еталонима и мјерној опреми;
- Грешка мјерења и буџет мјерне несигурности;
- Оцјена усаглашености (поређење утврђене грешке мјерења са максимално дозвољеном);
- Датум еталонирања;
- Идентификација особља које је провело еталонирање.

## 2. ДИО II - ВОЛУМЕТРИЈСКИ АПАРАТИ СА КЛИПОМ

### 2.1 ОПСЕГ

У ову групу спадају волуметријски апарати са клипом, а сачињавају је сљедећа мјерила:

- Механичке и електронске ручне пипете (микрорипете),
- Диспензери,
- Дилутери,
- Клипне бирете, и
- Шприце.

Апарати који су у најширој употреби су механичке и електронске ручне пипете (микрорипете) и представљају алтернативу традиционалним стакленим пипетама. Производе се као једно и вишеканалне и могу имати фиксни или промјениви волумен. Узорак течности се усисава у наставак, тзв. "тип", након чега се исти истискује. Тачност истиснутог волумена зависи од густине и вискозитета течности и других фактора као што су температура, трење, брзина пуњења, итд.

Остали наведени апарати углавном функционишу на сличном принципу, тако да су и захтјеви у погледу еталонирања врло слични. Као изузетак се издвајају шприце које се дијеле у двије основне категорије: високо квалитетни метални и стаклени инструменти, обично направљени за посебну употребу и једнократне пластичне шприце ниске тачности. Високо квалитетне шприце обично имају тачност и прецизност бољу од 1%, док је тачност пластичних шприца обично око 5%.

### 2.2 НАЗИВНИ ВОЛУМЕН

Називни волумен представља волумен који је назначио произвођач, волумен који мјерило треба да садржи ("In") или да испоручи ("Ex") а који се користи за идентификацију, односно приказ мјерног опсега.

### 2.3 КЛАСИФИКАЦИЈА / УПОТРЕБА / ОЗНАЧАВАЊЕ

#### 2.3.1 Класификација

Не постоји посебна класификација према тачности. Максимално дозвољене систематске и случајне грешке су дате у стандардима (BAS EN ISO 8655), с тим да и произвођачи могу специфицирати своје вриједности. Максимално дозвољене грешке микрорипета могу значајно да варирају у зависности од произвођача и, у принципу, су мање од оних које су дате у стандардима.

#### 2.3.2 Употреба

Иако су ови апарати и инструменти израђени од инертних материјала, потребно је обратити пажњу када се употребљавају корозивне течности или у микробиолошким и/или клиничким примјенама.

Лако испариве течности могу утицати на заптивање што ће имати директан утицај на резултате мјерења. Нпр. код микрорипета, радни медиј смије доћи само у контакт са једнократним наставком ("типом"), а никако и са кућиштем мјерила.

За неке примјене, може бити потребно стерилизовати шприцу у аутоклаву што може довести до трајне промјене карактеристика, односно волумена шприце. Уколико се шприца користи за методе које траже високу тачност, шприца се мора еталонирати прије употребе.

Треба се досљедно придржавати приручника и упутстава произвођача који се односе на руковање, одржавање и чување мјерила.



У случају микропипета посебну пажњу треба посветити употреби наставка ("типова"), тј. за најбоље резултате мјерења треба користити искључиво наставке које је препоручио произвођач. У случају дуготрајног, континуираног рада са микропипетама долази до њиховог загријавања што може проузроковати значајне грешке у мјерењу (до 3%). Такође, разлика у атмосферском притиску у лабораторији за еталонирање и на мјесту кориштења може проузроковати грешку мјерења.

За апарате промјењивог волумена препоручује се да се волумен увијек поставља у истом правцу и, ако је могуће, да се тачност подешеног волумена провјери приликом сваке промјене.

Овдје треба напоменути да се прије употребе микропипета промјењивог волумена треба упознати са спецификацијама произвођача у погледу тачности, нарочито уколико је у питању опсег гдје је минимални волумен мањи од 20  $\mu\text{L}$ . У неким случајевима декларисана грешка може бити већа од 40%, што ове и овакве апарате дисквалификује као мјерила која имају значај за извођење конкретне методе.

Свакодневна употреба мјерила овог типа захтјева добро обучено, стручно особље. У сваком случају, захтјеви у погледу еталонирања треба да одговарају употреби сваког конкретног мјерила и мјерило у употреби треба имати валидан сертификат о еталонирању.

### 2.3.3 Означавање

Постојеће и ознаке еталонирања треба да омогуће лако и недвосмислено препознавање одговарајућих сертификата о еталонирању. Ознаке еталонирања требају бити постављене изван "критичних подручја" као што су ознака типа, називни волумен и слично.

## 2.4 ЕТАЛОНИРАЊЕ

Еталонирање мора провести искључиво лабораторија која има потврђене компетенције од треће стране кроз акредитацију или једнаковриједну процедуру (објављен СМС) која може доказати сљедивост резултата еталонирања до националних еталона.

### 2.4.1 Процедура еталонирања

Волуметријски апарати са клипом се еталонирају у складу са стандардима BAS EN ISO 8655. Волумен се одређује гравиметријском методом на стандардној температури и притиску, користећи воду која одговара захтјевима BAS EN ISO 3696.

Захтјеви у погледу вага које се користе за еталонирање су дате у стандарду BAS EN ISO 8655-6.

| Називни волумен                                | Карактеристике ваге |                                     |   |
|--|---------------------|-------------------------------------|---|
|  | Резолуција<br>(mg)  | Поновљивост<br>и линеарност<br>(mg) | Стандардна<br>мјерна<br>несигурност<br>(mg) |
| $1 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \mu\text{L}$     | 0.001               | 0.002                               | 0.002                                       |
| $10 \mu\text{L} \leq V \leq 100 \mu\text{L}$   | 0.01                | 0.02                                | 0.02  |
| $100 \mu\text{L} \leq V \leq 1000 \mu\text{L}$ | 0.1                 | 0.2                                 | 0.2   |
| $1 \text{ mL} \leq V \leq 10 \text{ mL}$       | 0.1                 | 0.2                                 | 0.2   |
| $10 \text{ mL} \leq V \leq 200 \text{ mL}$     | 1                   | 2                                   | 2   |

Као што се види из претходне табеле за апарате којима се мјере волумени мањи од 10  $\mu\text{L}$ , еталонирање захтјева кориштење вага највише тачности и прецизности, резолуције

$\leq 0.001$  mg. Није потребно посебно наглашавати да се овдје ради о изузетно скупим мјерним инструментима што значи да се власници мјерила требају детаљно упознати са опремом коју посједује лабораторија која ће провести еталонирање.

У случајевима када постоји значајна разлика у надморској висини, односно атмосферском притиску између лабораторије власника мјерила и лабораторије за еталонирање, препоручљиво је тражити од лабораторије за еталонирање да проведе одговарајућу корекцију резултата јер исказана грешка може бити и вишеструко већа од исказане мјерне несигурности.

Када су у питању микропипете од изузетног је значаја да се еталонирање проводи искључиво са наставцима ("типovima") који се користе и у свакодневной употреби. Број мјерења (понављања) за један волумен не треба бити мањи од 10, како је то специфицирано у стандарду, јер су недавно проведене студије показале да мањи број понављања значајно утиче на резултате еталонирања.

Апарати са промјењивим волуменом се еталонирају на декларисани минимални, максимални и 50% максималног волумена.

Код еталонирања је потребно испитати и утврдити систематску и случајну грешку мјерења испорученог у односу на подешени/задати волумен и то на неколико различитих подешавања у случају мјерила са промјењивим волуменом. Када су у питању апарати са подешавањем волумена, тачност одабраног волумена може зависити од тога да ли је подешавање урађено "према горе" или "према доле".

Систематска и случајна грешка мјерења утврђена еталонирањем пореди се са максимално дозвољеним грешкама декларисаним стандардом (3.1) и доноси се оцјена усаглашености.

У случају вишеканалних апарата, сваки канал се еталонира засебно.

#### 2.4.2 Интервал еталонирања

Због природе ових мјерних апарата, те различите учесталости и начина употребе није могуће дефинисати или препоручити одређени период еталонирања. Потребно је путем редовних међупровјера и к еталонирања пратити и документовати промјене карактеристика мјерила ("drift") што ће омогућити утврђивање оптималног периода еталонирања за сваки конкретан случај.

#### 2.4.3 Сертификат о еталонирању

Минимални захтјеви у погледу садржаја сертификата о еталонирању су, како слиједи:

- Општи подаци о предмету еталонирања;
  - назив произвођача
  - тип и модел + (једно или више канални)
  - серијски број
  - називни волумен + (фиксни или промјењиви волумен)
- Основна карактеристика "In" или "Ex" и референтна температура (20°C);
- Подаци о кориштеном наставку (типу);
- Околински услови током еталонирања (температура, атмосферски притисак и релативна влажност);
- Упућивање на референтне документе (3);
- Подаци о кориштеним еталонима и мјерној опреми;
- Систематска и случајна грешка, буџет мјерне несигурности;
- Оцјена усаглашености (поређење утврђене систематске и случајне грешке мјерења са максимално дозвољеним);
- Датум еталонирања;
- Идентификација особља које је провело еталонирање.

### 3. РЕФЕРЕНТНИ ДОКУМЕНТИ

#### 3.1 СТАНДАРДИ

|   |   |
|---|---|
| BAS EN ISO 384:2017                                   | Лабораторијско стаклено и пластично посуђе – Принципи дизајна и израде волуметријског прибора                                 |
| BAS EN ISO 4787:2012                                  | Лабораторијско посуђе – Волуметријски инструменти – Методе тестирања капацитета и употребе                                    |
| BAS EN ISO 385:2012                                   | Лабораторијско посуђе – Бирете  |
| BAS EN ISO 648:2011                                   | Лабораторијско стаклено посуђе – Пипете са једном ознаком волумена  |
| BAS EN ISO 835:2011                                   | Лабораторијско стаклено посуђе – Градуисане пипете  |
| BAS EN ISO 1042:2010                                  | Лабораторијско посуђе – Волуметријско посуђе са једном ознаком  |
| BAS ISO 1769:2013                                     | Лабораторијско посуђе – Пипете – Означавање бојом   |
| BAS ISO 3507:2013                                     | Лабораторијско посуђе – Пикнометри  |
| BAS EN ISO 4788:2010                                  | Лабораторијско посуђе – Мензуре   |
| BAS ISO 595-1:2002<br>(повучен)                       | Стаклене или метал/стакло шприце за медицинску вишекратну употребу – Дио 1: Димензије   |
| BAS EN ISO 8655-1:2011<br>BAS EN ISO 8655-1/Cor1:2011 | Волуметријска апаратура на клипни погон – Дио 1: Терминологија, општи захтјеви и препоруке корисницима                        |
| BAS EN ISO 8655-2:2011<br>BAS EN ISO 8655-2/Cor1:2011 | Волуметријска апаратура на клипни погон – Дио 2: Пипета са клипом   |
| BAS EN ISO 8655-3:2011<br>BAS EN ISO 8655-3/Cor1:2011 | Волуметријска апаратура на клипни погон – Дио 3: Бирета са клипом   |
| BAS EN ISO 8655-4:2011<br>BAS EN ISO 8655-4/Cor1:2011 | Волуметријска апаратура на клипни погон – Дио 4: Разрјеђивачи   |
| BAS EN ISO 8655-5:2011<br>BAS EN ISO 8655-5/Cor1:2011 | Волуметријска апаратура на клипни погон – Дио 5: Диспензери   |
| BAS EN ISO 8655-6:2011<br>BAS EN ISO 8655-6/Cor1:2011 | Клипне волуметријске апаратуре – Дио 6: Гравиметријске методе за одређивање грешке мјерења                                    |
| BAS EN ISO 8655-7:2011<br>BAS EN ISO 8655-7/Cor1:2011 | Клипне волуметријске апаратуре – Дио 7: Не гравиметријске методе за оцјену перформанси опреме                                 |
| ISO 8655-8:2022                                       | Piston-operated volumetric apparatus – Part 8: Photometric reference measurement procedure for the determination of volume    |
| ISO 8655-9:2022                                       | Piston-operated volumetric apparatus – Part 9: Manually operated precision laboratory syringes                                |
| ISO/DIS 8655-10<br>(Under development)                | Piston-operated volumetric apparatus – Part 10: User guidance and requirements for competence, training, and POVA suitability |
| ISO 23783<br>(Under development)                      | Automated liquid handling systems   |

|  |  |
|--|--|
| BAS ISO/TR 20461:2013<br>BAS ISO/TR 20461/Cor 1:2013 | Одређивање мјерне несигурности мјерења волумена гравиметријском методом            |
| BAS EN ISO 3696:2008                                 | Вода за кориштење у аналитичким лабораторијама – Спецификације и методе испитивања |

НАПОМЕНА: Крајем 2021.године објављен је ревидирани стандард ISO 4787 који у новом издању поред стакленог третира и посуђе израђено од пластике.

Почетком 2022.године објављена је ревидирана серија стандарда ISO 8655 која је допуњена са два нова стандарда ISO 8655-8 и ISO 8655-9, а очекује се и објављивање новог стандарда ISO 8655-10 као и ISO 23783.

Ускоро се очекује и објављивање ревидираног техничког извјештаја ISO/TR 20461.

### 3.2 УПУТСТВА И ИНСТРУКЦИЈЕ

1. [EURAMET Calibration Guide No. 19: Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration | TC-F | \(Version 3.0, 09/2018\)](#),
2. [EURAMET Calibration Guide No. 21: Guidelines on the Calibration of Standard Capacity Measures Using the Volumetric Method | TC-F | \(Version 2.0, 05/2020\)](#),
3. [US National Institute of Standards and Technology NIST: Special Publication 250-72: Calibration Services for Liquid Volume \(03/2006\)](#),
4. [US National Institute of Standards and Technology NIST: Standard Operating Procedures \(Repozitorijum; Free Download\)](#),
5. [United Kingdom Accreditation Service UKAS-LAB 15 – Traceability: Volumetric Apparatus \(Edition 3, 04/2019\)](#),
6. [Physikalisch-Technische Bundesanstalt PTB: Testing instructions \(Repozitorijum; Engleski jezik–Komerцијално; Njemački jezik–Free Download\)](#),
7. [Deutscher Kalibrierdienst DKD-R 8-1: Calibration of piston-operated pipettes with air cushion \(12/2011\)](#),
8. [Deutscher Kalibrierdienst DKD-R 8-2: Calibration of Multiple Delivery Dispensers \(01/2018\)](#),
9. [Deutscher Kalibrierdienst DKD-R 8-3: Calibration of single stroke dispensers and piston burettes \(03/2020\)](#),
10. [Tanaka, M., et. al: Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports \(Metrologia, 2001, 38, 301-309\)](#),
11. [Institut za akreditiranje BiH, BATA OD 07-3: Pravila za prihvatljivu sljedivost mjerenja \(05/2021\)](#),
12. [BIPM – Joint Committee for Guides in Metrology JCGM 100 GUM: Evaluation of measurement data – guide to the expression of uncertainty in measurement \(2010\)](#),
13. [BIPM – Joint Committee for Guides in Metrology JCGM 200 VIM: International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms \(Edition 3, 2012\)](#).

### 3.3 ИСТРАЖИВАЊА, АНАЛИЗЕ И ДОБРА ЛАБОРАТОРИЈСКА ПРАКСА

1. *EURAMET PROJECT 1295: Guide on the Calibration, Operation and Handling of Micropipettes (01/2019),*
2. *EURAMET Project no. 1486: Calibration of a motorized syringe (single stroke dispenser without valve) - Comparison between the procedure of ISO 8655-6 and the new working document ISO 8655-8 (02/2020),*
3. *US National Institute of Standards and Technology NIST: Good Laboratory Practices (Repozitorijum; Free Download),*
4. *US National Institute of Standards and Technology NIST: Good Measurement Practices (Repozitorijum; Free Download),*
5. *United Kingdom National Physical Laboratory NPL: Measurement Good Practice Guide No. 69: The Calibration and Use of Piston Pipettes (07/2004),*
6. *Deutscher Kalibrierdienst DKD-E 8-2: Analysis of influencing parameters on calibration of piston-operated pipettes with air cushions (05/2013),*
7. *Eppendorf – Userguide No. 21: Influence of physical parameters on the dispensed volume of air-cushion pipette (06/2015),*
8. *Study of Spaelti-TS AG: The influence of altitude on the volume result of a piston pipette with air cushion (12/2011),*
9. *Poster: COVID-19 Crisis & The use of pipettes in diagnostic tests.*

## ПРИЛОГ

### – ИНТЕРНЕ МЕЋУПРОВЈЕРЕ –

У наставку се даје један, у основи, скраћени поступак еталонирања лабораторијског посуђа и волуметријских апарата са клипом који може послужити за провођење интерних међупровјера.

Основна претпоставка за провођење валидних међупровјера је да лабораторија посједује еталониране термометре и ваге и са карактеристикама које су дате раније у тексту.

Израз за прорачун волумена течности гравиметријском методом еталонирања је:

$$V_0 = (I_L - I_E) \cdot \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \cdot \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \cdot [1 - \gamma(t - t_0)] \quad \dots (1)$$

гдје је:

$V_0$  – волумен, на референтној температури  $t_0$  (mL);

$I_L$  – резултат вагања пуне посуде или помоћне посуде – текуће мјерење (g);

$I_E$  – резултат вагања празне посуде или помоћне посуде – претходно мјерење (g);

$\rho_w$  – густина воде на температури еталонирања ( $^{\circ}\text{C}$ ) – Танак формула (g/mL);

$\rho_A$  – густина ваздуха (g/mL);

$\rho_B$  – густина тегова кориштених приликом еталонирања ваге (7.95 g/mL);

$\gamma$  – кубни коефицијент топлинског ширења материјала мјерила које се еталонира ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ );

$t$  – температура воде ( $^{\circ}\text{C}$ );

$t_0$  – референтна температура ( $20^{\circ}\text{C}$ ).

Једначина (1) је комплексна, али за потребе међупровјере се може поједноставити:

$$V_0 = (I_L - I_E) \cdot Z \quad \dots (2)$$

гдје је:

$$Z = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \cdot \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \cdot [1 - \gamma(t - t_0)] \quad \dots (3)$$

Z-Фактор се израчунава према изразу (3) али се може представити табеларно, усвајајући претпоставке које неће значајно утицати на резултате мјерења које се проводи у сврху међупровјере. Овдје Z-Фактор представља корекцију за густину воде, ефекат потиска и температурни ефект ширења материјала.

Поменуте табеле се односе на корекције за лабораторијско посуђе (стакло) и микропипете (полипропилен) у функцији температуре воде и атмосферског притиска у лабораторији. Претпоставке су да је референтна температура воде  $20^{\circ}\text{C}$ , а релативна влажност ваздуха у просторији/лабораторији 50%.

Поступак међупровјере је једноставан (2). Разлика масе воде у конкретной или помоћној посуди (g) се множи Z-Фактором који је дат у табелама у наставку и добија се волумен воде на референтној температури од  $20^{\circ}\text{C}$  (mL). Свако мјерење треба поновити најмање 3 (три) пута.

Међупровјере се могу проводити и мање поузданом волуметријском методом, једноставним преливањем или вишекратним наливањем у референтну, претходно еталонирану, посуду. Потребно је водити рачуна о томе да се референтна посуда користи само и искључиво у сврху међупровјера.

Међупровјере треба проводити добро обучено особље са вишегодишњим искуством на начин и у складу са поступком приликом еталонирања ("In", "Ex", вријеме истакања, чекања, итд.). Током међупровјера потребно је предузети мјере да се смањи ефекат испаравања.

Табела 1: Лабораторијско посуђе (стакло)

| Temp. vode<br>(°C) | Gustina vode<br>(g/mL) | Z-Faktor (Borosilikatno staklo 3.3: $\gamma=9.9 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|--------------------|------------------------|---|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
|                    |                        | Vazdušni pritisak (mbar)  |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|                    |                        | 930   | 940     | 950     | 960     | 970     | 980     | 990     | 1000    | 1010    | 1020    | 1030    | 1040    |
| 15.0               | 0.999103               | 1.00193   | 1.00194 | 1.00195 | 1.00196 | 1.00197 | 1.00198 | 1.00199 | 1.00200 | 1.00202 | 1.00203 | 1.00204 | 1.00205 |
| 15.5               | 0.999026               | 1.00200   | 1.00201 | 1.00202 | 1.00203 | 1.00204 | 1.00205 | 1.00206 | 1.00208 | 1.00209 | 1.00210 | 1.00211 | 1.00212 |
| 16.0               | 0.998946               | 1.00207   | 1.00208 | 1.00210 | 1.00211 | 1.00212 | 1.00213 | 1.00214 | 1.00215 | 1.00216 | 1.00217 | 1.00218 | 1.00219 |
| 16.5               | 0.998863               | 1.00215   | 1.00216 | 1.00217 | 1.00218 | 1.00219 | 1.00220 | 1.00221 | 1.00222 | 1.00224 | 1.00225 | 1.00226 | 1.00227 |
| 17.0               | 0.998778               | 1.00223   | 1.00224 | 1.00225 | 1.00226 | 1.00227 | 1.00228 | 1.00229 | 1.00230 | 1.00231 | 1.00232 | 1.00234 | 1.00235 |
| 17.5               | 0.998689               | 1.00231   | 1.00232 | 1.00233 | 1.00234 | 1.00235 | 1.00236 | 1.00237 | 1.00239 | 1.00240 | 1.00241 | 1.00242 | 1.00243 |
| 18.0               | 0.998598               | 1.00240   | 1.00241 | 1.00242 | 1.00243 | 1.00244 | 1.00245 | 1.00246 | 1.00247 | 1.00248 | 1.00249 | 1.00250 | 1.00251 |
| 18.5               | 0.998504               | 1.00248   | 1.00249 | 1.00251 | 1.00252 | 1.00253 | 1.00254 | 1.00255 | 1.00256 | 1.00257 | 1.00258 | 1.00259 | 1.00260 |
| 19.0               | 0.998408               | 1.00257   | 1.00258 | 1.00260 | 1.00261 | 1.00262 | 1.00263 | 1.00264 | 1.00265 | 1.00266 | 1.00267 | 1.00268 | 1.00269 |
| 19.5               | 0.998309               | 1.00267   | 1.00268 | 1.00269 | 1.00270 | 1.00271 | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 |
| 20.0               | 0.998207               | 1.00276   | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00281 | 1.00282 | 1.00283 | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 | 1.00287 | 1.00288 |
| 20.5               | 0.998102               | 1.00286   | 1.00287 | 1.00288 | 1.00289 | 1.00290 | 1.00291 | 1.00292 | 1.00293 | 1.00295 | 1.00296 | 1.00297 | 1.00298 |
| 21.0               | 0.997995               | 1.00296   | 1.00297 | 1.00298 | 1.00299 | 1.00300 | 1.00301 | 1.00303 | 1.00304 | 1.00305 | 1.00306 | 1.00307 | 1.00308 |
| 21.5               | 0.997885               | 1.00307   | 1.00308 | 1.00309 | 1.00310 | 1.00311 | 1.00312 | 1.00313 | 1.00314 | 1.00315 | 1.00316 | 1.00317 | 1.00318 |
| 22.0               | 0.997773               | 1.00317   | 1.00318 | 1.00319 | 1.00320 | 1.00321 | 1.00322 | 1.00323 | 1.00325 | 1.00326 | 1.00327 | 1.00328 | 1.00329 |
| 22.5               | 0.997658               | 1.00328   | 1.00329 | 1.00330 | 1.00331 | 1.00332 | 1.00333 | 1.00334 | 1.00335 | 1.00336 | 1.00337 | 1.00339 | 1.00340 |
| 23.0               | 0.997541               | 1.00339   | 1.00340 | 1.00341 | 1.00342 | 1.00343 | 1.00344 | 1.00345 | 1.00347 | 1.00348 | 1.00349 | 1.00350 | 1.00351 |
| 23.5               | 0.997421               | 1.00351   | 1.00352 | 1.00353 | 1.00354 | 1.00355 | 1.00356 | 1.00357 | 1.00358 | 1.00359 | 1.00360 | 1.00361 | 1.00362 |
| 24.0               | 0.997299               | 1.00362   | 1.00363 | 1.00364 | 1.00365 | 1.00366 | 1.00367 | 1.00369 | 1.00370 | 1.00371 | 1.00372 | 1.00373 | 1.00374 |
| 24.5               | 0.997174               | 1.00374   | 1.00375 | 1.00376 | 1.00377 | 1.00378 | 1.00379 | 1.00380 | 1.00381 | 1.00382 | 1.00383 | 1.00385 | 1.00386 |
| 25.0               | 0.997047               | 1.00386   | 1.00387 | 1.00388 | 1.00389 | 1.00390 | 1.00391 | 1.00393 | 1.00394 | 1.00395 | 1.00396 | 1.00397 | 1.00398 |

\*Референтна температура воде 20°C / Релативна влажност ваздуха у лабораторији 50%

Табела 2: Микропипете (полипропилен)

| Temp. vode<br>(°C) | Gustina vode<br>(g/mL) | Z-Faktor (Polipropilen: $\gamma=2.4 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|--------------------|------------------------|---|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
|                    |                        | Vazdušni pritisak (mbar)  |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|                    |                        | 930   | 940     | 950     | 960     | 970     | 980     | 990     | 1000    | 1010    | 1020    | 1030    | 1040    |
| 15.0               | 0.999103               | 1.00308   | 1.00309 | 1.00310 | 1.00312 | 1.00313 | 1.00314 | 1.00315 | 1.00316 | 1.00317 | 1.00318 | 1.00319 | 1.00320 |
| 15.5               | 0.999026               | 1.00304   | 1.00305 | 1.00306 | 1.00307 | 1.00308 | 1.00309 | 1.00310 | 1.00311 | 1.00312 | 1.00313 | 1.00314 | 1.00316 |
| 16.0               | 0.998946               | 1.00300   | 1.00301 | 1.00302 | 1.00303 | 1.00304 | 1.00305 | 1.00306 | 1.00307 | 1.00308 | 1.00309 | 1.00310 | 1.00311 |
| 16.5               | 0.998863               | 1.00296   | 1.00297 | 1.00298 | 1.00299 | 1.00300 | 1.00301 | 1.00302 | 1.00303 | 1.00304 | 1.00305 | 1.00306 | 1.00307 |
| 17.0               | 0.998778               | 1.00292   | 1.00293 | 1.00294 | 1.00295 | 1.00296 | 1.00297 | 1.00298 | 1.00300 | 1.00301 | 1.00302 | 1.00303 | 1.00304 |
| 17.5               | 0.998689               | 1.00289   | 1.00290 | 1.00291 | 1.00292 | 1.00293 | 1.00294 | 1.00295 | 1.00296 | 1.00297 | 1.00298 | 1.00299 | 1.00300 |
| 18.0               | 0.998598               | 1.00286   | 1.00287 | 1.00288 | 1.00289 | 1.00290 | 1.00291 | 1.00292 | 1.00293 | 1.00294 | 1.00295 | 1.00296 | 1.00297 |
| 18.5               | 0.998504               | 1.00283   | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 | 1.00287 | 1.00288 | 1.00289 | 1.00290 | 1.00291 | 1.00292 | 1.00294 | 1.00295 |
| 19.0               | 0.998408               | 1.00281   | 1.00282 | 1.00283 | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 | 1.00287 | 1.00288 | 1.00289 | 1.00290 | 1.00291 | 1.00292 |
| 19.5               | 0.998309               | 1.00278   | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 | 1.00287 | 1.00288 | 1.00289 | 1.00290 |
| 20.0               | 0.998207               | 1.00276   | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00281 | 1.00282 | 1.00283 | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 | 1.00287 | 1.00288 |
| 20.5               | 0.998102               | 1.00275   | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 | 1.00283 | 1.00284 | 1.00285 | 1.00286 |
| 21.0               | 0.997995               | 1.00273   | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00282 | 1.00283 | 1.00284 | 1.00285 |
| 21.5               | 0.997885               | 1.00272   | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 | 1.00283 |
| 22.0               | 0.997773               | 1.00271   | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00283 |
| 22.5               | 0.997658               | 1.00270   | 1.00271 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 |
| 23.0               | 0.997541               | 1.00270   | 1.00271 | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 |
| 23.5               | 0.997421               | 1.00270   | 1.00271 | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 |
| 24.0               | 0.997299               | 1.00270   | 1.00271 | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 |
| 24.5               | 0.997174               | 1.00270   | 1.00271 | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 |
| 25.0               | 0.997047               | 1.00271   | 1.00272 | 1.00273 | 1.00274 | 1.00275 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00278 | 1.00279 | 1.00280 | 1.00281 | 1.00282 |

\*Референтна температура воде 20°C / Релативна влажност ваздуха у лабораторији 50%