

Uporaba ERM certifikata i materijala

prosinac 2008.

Ova uputa za primjenu opisuje neke praktične aspekte u vezi rukovanja i uporabe certificiranih referentnih materijala (CRM) u laboratorijima. Pored toga, objašnjava i različite vrijednosti dane na certifikatu, ponovnu uporabu materijala, primjenu korekcije vlage i interpretaciju izjave o sljedivosti.

UVOD

Neophodno je razumjeti informacije iz certifikata referentnih materijala te pravilno koristiti te materijale kako bi se dobila najveća moguća korist od njih. Ova uputa za primjenu objašnjava osnovne izraze koji se koriste na ERM certifikatima i pruža smjernice za rukovanje materijalima u praksi.

TERMINI NA CERTIFIKATU

Vrste dodijeljenih vrijednosti

ERM referentnim materijalima se dodjeljuju tri kategorije vrijednosti:

Certificirane vrijednosti ispunjavaju najveće standarde pouzdanosti. One su sljedeće prema navedenim referencama i popraćene su izjavom o proširenoj nesigurnosti koja je kompatibilna s vodičem GUM (ISO Vodič 98 "Vodič za izražavanje nesigurnosti u mjerenju") i važi za čitav rok trajanja ERM-CRM-a.

Indikativne vrijednosti nisu certificirane ili zbog veće nesigurnosti nego što se zahtijeva za predviđenu namjenu ili zbog nedovoljne raznolikosti metoda koje su korištene u karakterizaciji. Stoga takve informacije nisu prikladne za certifikaciju s preciznošću koja se zahtijeva za certificirane vrijednosti.

Dodatne informacije o materijalima su vrijednosti koje su nastale tijekom postupka certifikacije, a koje su većinom rezultat samo jedne metode i označavaju red veličine, a ne preciznu vrijednost.

Sažeto rečeno, certificirane vrijednosti su one vrijednosti kojim tijelo za certifikaciju može pouzdano dodijeliti najveću preciznost, dok indikativne vrijednosti ispoljavaju veće nesigurnosti i/ili nemaju potpunu izjavu o sljedivosti. Ovu hijerarhiju pouzdanosti potvrđuje činjenica da se samo certificirane vrijednosti nalaze na prvoj stranici certifikata. Iz toga proizilazi da su certificirane vrijednosti sigurnije od indikativnih vrijednosti koje su opet sigurnije od dodatnih informacija o materijalima.

Izjava o mjeriteljskoj sljedivosti

Certificirane i indikativne vrijednosti imaju izjavu o sljedivosti. Ove izjave nedvosmisleno određuju mjernu veličinu te sljedivost vrijednosti dodijeljenih toj mjernoj veličini (također pogledajte politiku ERM-a o sljedivosti na www.erm-crm.org). Ove

Autor: Thomas Linsinger

Europska komisija - Zajednički istraživački centar

Institut za referentne materijale i mjerenja (IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgija

Adresa e-pošte:

thomas.linsinger@ec.europa.eu

informacije su navedene u jednoj ili dvije fusnote o certificiranim i indikativnim vrijednostima te mjernim veličinama (pogledajte slike 1 i 2). Postoje sljedeće alternative:

Mjerne veličine mogu biti strukturalno definirane ("racionalne"), kao za ukupni kadmij ili okratoksin A, ili proceduralno definirane ("empirijske"), kao za dijetalna vlakna, kadmij koji se može ekstrahirati ili otpornost na udar, koje se izražavaju posebnim mjernim protokolima.

Za strukturalno definirane mjerne vrijednosti načela ERM-a su stroža nego načela ISO Vodiča 34 i 35 i zahtijevaju dostupnost rezultata dobivenih putem barem dvije potpuno nezavisne metode ili potvrdu rezultata primarnim metodama mjerenja nezavisnom metodom koja će dokazati da u dodijeljenim vrijednostima ne postoji nikakva pristranost metode.

Vrijednosti koje su dodijeljene mjernoj veličine se mogu provjeriti u Međunarodnom sustavu mjernih jedinica (SI) ili artefaktu (empirijske ljestvice). U prvom slučaju svi ulazni faktori se kalibriraju sa standardima čije vrijednosti se mogu provjeriti u SI-u, dok se u drugom slučaju proizvoljni standardi koriste u barem jednom koraku prilikom kalibracije (npr. pripremanje osnovne reference u kliničkoj kemiji Svjetske zdravstvene organizacije, Bečka standardna prosječna oceanska voda (VSMOV) za

ERM® - AD452/IFCC		
GAMMA-GLUTAMYLTRANSFERASE		
	Certified value ¹	Uncertainty ²
Catalytic concentration in reconstituted material	114.1 U/L	2.4 U/L
	1.90 µkat/L	0.04 µkat/L

1) This value is the unweighted mean of 12 sets of results, independently obtained from 12 laboratories. It is traceable to the IFCC primary reference method at 37 °C. The material must be reconstituted according to the specified procedure (see below). Values were converted from U/L into µkat/L by multiplication with 0.01667.

Slika 1: Izjava o sljedivosti ERM-AD452/IFCC. Mjerna veličina je proceduralno definirana i pretpostavlja se pravilno kalibriranje svih ulaznih faktora.

kemijski pomak).

Na ranijim ERM certifikatima ove informacije su bile kombinirane u jednu fusnotu (slika 1). Od usvajanja opće politike ERM-a o sljedivosti, ove informacije se navode u dvije fusnote, od kojih je

jedna vezana za identitet same mjerne veličine, a druga za određivanje sljedivosti vrijednosti koje su joj dodijeljene.

Minimalna količina uzimanja uzorka

Svaki materijal je po prirodi heterogen. Minimalna količina materijala koja predstavlja čitavu jedinicu (bocu, bočicu itd.) se definira kao minimalna količina uzimanja uzorka (slika 2). Nije moguće jamčiti certificiranu vrijednost i nesigurnost za poduzorke manje od minimalne količine uzimanja uzorka.

Rok valjanosti

Proizvođači referentnih materijala jamče ispravnost materijala i certifikata tijekom navedenog vremena (poznatog pod nazivom rok trajanja), pod uvjetom da se materijal ne otvara i da se čuva u preporučenim uvjetima skladištenja. To ne znači automatski da korisnik mora odbaciti neiskorišteni uzorak po isteku roka trajanja, već da proizvođač ne može dulje jamčiti stabilnost. Korisnici mogu nastaviti koristiti materijal na vlastitu odgovornost ako posjeduju dodatni dokaz o stabilnosti tvari (npr. da nije došlo do promjena u grafikonima kontrole kvalitete, usporedbu s drugim tvarima), ali će certifikat materijala biti nevažeći.

ERM® - BC367		
RAPESEED (COLZA)		
Parameter	Certified value ¹	Uncertainty
Total glucosinolate (GSL)	99 mmol/kg	9 mmol/kg
Sulphur	10.3 g/kg	0.5 g/kg

1) The certified values for both GSL and S are the unweighted mean of the means of the accepted sets GSL and 7 for S). The values are traceable to SI.

2) Estimated expanded uncertainty U with a coverage factor $k = 2$, corresponding to a level of confidence of 95% as defined in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO, 1995. Uncertainty arising from characterisation as well as from homogeneity and stability assessment were taken into consideration.

This certificate is valid for one year after purchase.

Sales date:

The minimum sample intake is:

- 500 mg for total glucosinolate (GSL) determination,
- 20 g for sulphur calibration by XRF (preparation of discs),
- 200 mg for sulphur determination after digestion.

Slika 2: Rok trajanja i minimalna količina uzimanja uzorka su označeni plavo, odnosno zeleno.

Proizvođač može produljiti rok trajanja ako se otkriju dodatne informacije o stabilnosti. Međutim, to se odnosi samo na nove kupljene uzorke, a ne na uzorke koji su isporučeni prije produljena originalnog roka trajanja.

Upute za uporabu

Upute za uporabu pružaju detaljan opis za svaki materijal. Ti opisi mogu se odnositi na korekciju suhe mase (slika 3), postupak otapanja, uporabu vrijednosti, čuvanje materijala itd. Ako se ne slijede ove upute, dodijeljene vrijednosti će biti nevažeće.

PROBLEMI S RUKOVANJEM

Metoda mjerenja koju treba koristiti

Metoda mjerenja mora utvrditi istu mjernu veličinu kao što je opisana na certifikatu. To znači da se za proceduralno definirane mjerne veličine mora koristiti metoda navedena na certifikatu. Za strukturalno definirane mjerne veličine može se koristiti bilo koja metoda za određivanje te mjerne veličine i takva metoda treba dati nepristrane rezultate.

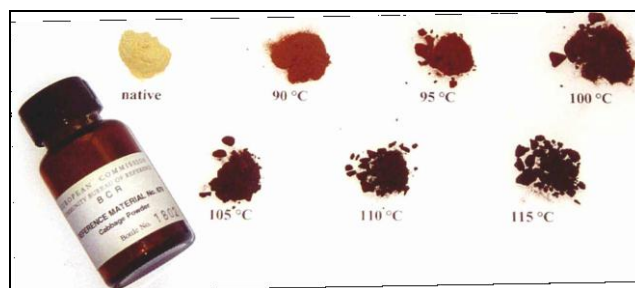
Svi instrumenti se moraju ispravno kalibrirati kako bi svi mjerni rezultati bili sljedivi prema istoj referenci kao i certificirana vrijednost. Za rezultate koji su sljedivi prema artefaktu mora se koristiti standard čija je vrijednost sljediva prema istom artefaktu.

Uporaba otvorenih boca

Kod otvorenih jedinica može doći do izmjene ili čak degradacije koja se nije mogla objasniti tijekom procesa certifikacije. Prema tome, proizvođači CRM-a ne mogu jamčiti za dodijeljene vrijednosti otvorenih jedinica. Korisnik svojom prosudbom mora odrediti može li se materijal dalje koristiti i koji su uvjeti skladištenja ili obrade neophodni. Opće je pravilo da se materijali trebaju čuvati zatvorene na hladnom, suhom i tamnom mjestu. Dodatne informacije su često dostupne na certifikacijskom izvješću koje je dostupno na www.erm-crm.org. U svakom slučaju, materijale iz otvorenih spremnika treba iskoristiti što prije nakon otvaranja, kako bi se promjene minimizirale.

Korekcija vlage

Mnoge se certificirane vrijednosti navode kao sadržaj po suhoj masi uzorka. Budući da se rezultati različitih metoda (npr. sušionik, Karl Fischerova metoda titracije, vakuumski sušionik) mogu značajno razlikovati, postupak za korekciju vlage mora biti jasno naveden na certifikatu (slika



Slika 4: Učinak različitih uvjeta sušenja na referentnom materijalu kupusa. Navedeni uvjeti sušenja na certifikatu: 16 sati pri 70 °C

3) i ta se metoda mora koristiti. Korištenje drugih uvjeta može značajno izmijeniti materijal (slika 4) i dobivene rezultate. Određivanje suhe mase se mora obaviti na odvojenom poduzorku.

INSTRUCTIONS FOR USE

The sample can be used as it is from the bottle. Before a bottle is opened, it should be shaken manually for 5 min so that the material is re-homogenised. The correction to dry mass should be made on a separate portion of 100 mg which should be dried in an oven at 102 °C for 3-4 h until constant mass is attained. The recommended minimum sample intake is 500 mg.

Slika 3 Definicija korekcije suhe mase za ERM-CE477. Molimo obratite pažnju na različitu preporučenu količinu uzimanja uzoraka za korekciju suhe mase i certificirane mjerne veličine (u ovom slučaju butiline), što odražava različite stupnjeve homogenosti za vlagu i butiline.