

## Χρήση πιστοποιητικών ERM και υλικών

Δεκέμβριος 2008

Συντάκτης: Thomas Linsinger

Ευρωπαϊκή επιτροπή - Κοινό Κέντρο Ερευνών  
Ινστιτούτο Υλικών και Μετρήσεων Αναφοράς  
(IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Βέλγιο

Ηλ. ταχυδρ.: thomas.linsinger@ec.europa.eu

www.erm-crm.org

Το παρόν σημείωμα εφαρμογής περιγράφει μερικές πρακτικές απόψεις που σχετίζονται με το χειρισμό και τη χρήση των πιστοποιημένων υλικών αναφοράς (CRM) σε εργαστήρια. Επίσης εξηγούνται οι ποικίλες τιμές που παρέχονται σε ένα πιστοποιητικό, η επαναχρησιμοποίηση των υλικών, η εφαρμογή διόρθωσης υγρασίας και η ερμηνεία της δήλωσης ιχνηλασιμότητας.

### ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η κατανόηση των πληροφοριών που υπάρχουν σε πιστοποιημένα υλικά αναφοράς και η ορθή χρήση αυτών των υλικών είναι απαραίτητα για την εξασφάλιση του μέγιστου οφέλους από αυτά. Το παρόν σημείωμα εφαρμογής εξηγεί τους βασικούς όρους που χρησιμοποιούνται στα πιστοποιητικά ERM και παρέχει καθοδήγηση για τον πρακτικό χειρισμό των υλικών.

### ΌΡΟΙ ΤΟΥ ΠΙΣΤΟΠΟΙΗΤΙΚΟΥ

#### Τύποι αποδιδόμενων τιμών

Υπάρχουν τρεις κατηγορίες τιμών που αποδίδονται σε επώνυμα υλικά αναφοράς-ERM:

Οι Πιστοποιημένες τιμές ικανοποιούν τα υψηλότερα πρότυπα αξιοπιστίας. Είναι ιχνηλάσιμες στις καθορισμένες αναφορές και συνοδεύονται από τον Οδηγό για την Έκφραση της Αβεβαιότητας των Μετρήσεων (GUM) (Οδηγός ISO 98 "Οδηγός για την έκφραση της αβεβαιότητας στις μετρήσεις") συμβατή δήλωση διευρυμένης αβεβαιότητας, έγκυρη για το σύνολο του χρόνου αποθήκευσης των ERM-CRM.

Οι Ενδεικτικές τιμές δεν πιστοποιούνται είτε λόγω μεγαλύτερης από την απαιτούμενη αβεβαιότητα για την προοριζόμενη χρήση είτε λόγω μη επαρκή αριθμού τρόπων μεθόδων που χρησιμοποιούνται στο χαρακτηρισμό. Επομένως, οι πληροφορίες κρίνονται ακατάλληλες για την πιστοποίηση ως προς την απαιτούμενη ακρίβεια των πιστοποιημένων τιμών.

Οι Συμπληρωματικές πληροφορίες υλικών είναι τιμές που έχουν δημιουργηθεί κατά την εξέταση πιστοποίησης, οι οποίες αποτελούν συνήθως αποτέλεσμα μίας μόνο μεθόδου και δείχνουν την τάξη μεγέθους παρά μία ορθή τιμή.

Συνοπτικά, οι πιστοποιημένες τιμές είναι εκείνες οι τιμές στις οποίες το σώμα πιστοποίησης μπορεί με βεβαιότητα να αποδώσει την υψηλότερη ακρίβεια, ενώ οι ενδεικτικές τιμές εμφανίζουν μεγαλύτερες αβεβαιότητες και/ή τους λείπει πλήρης δήλωση ιχνηλασιμότητας. Η αξιοπιστία της παρούσας ιεραρχίας φαίνεται από το γεγονός ότι μόνο οι πιστοποιημένες τιμές βρίσκονται στην πρώτη σελίδα του πιστοποιητικού. Το συμπέρασμα είναι ότι οι πιστοποιημένες τιμές έχουν μεγαλύτερη βεβαιότητα από τις ενδεικτικές τιμές, οι οποίες με τη σειρά τους είναι έχουν μεγαλύτερη βεβαιότητα από τις συμπληρωματικές πληροφορίες υλικών.

#### Μετρολογική δήλωση ιχνηλασιμότητας

Οι πιστοποιημένες και ενδεικτικές τιμές συνοδεύονται από δήλωση ιχνηλασιμότητας. Οι παρούσες δηλώσεις αναμφίβολα προσδιορίζουν τη μετρώμενη ουσία καθώς και την ιχνηλασιμότητα των τιμών που αποδίδονται στην παρούσα μετρώμενη ουσία (δείτε επίσης την πολιτική ERM για την ιχνηλασιμότητα στην ιστοσελίδα [www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org)). Οι παρούσες πληροφορίες δίδονται σε μία ή δύο υποσημειώσεις στις πιστοποιημένες ή ενδεικτικές τιμές και μετρώμενες ουσίες (δείτε Σχήματα 1 και 2). Υπάρχουν οι ακόλουθες εναλλακτικές:

Οι μετρώμενες ουσίες μπορούν να ορίζονται από άποψη δομής ("λογικά") όπως συμβαίνει με το σύνολο του καδμίου ή την ωχρατοξίνη Α, ή ορίζονται διαδικασιακά (εμπειρικά), όπως συμβαίνει με την τροφική ίνα, το εκχύλισμα καδμίου ή την

αντίσταση έναντι κρούσης, οι οποίες ορίζονται μέσω συγκεκριμένων πρωτοκόλλων μετρήσεων.

Για μετρώμενες ουσίες που ορίζονται από άποψη δομής, οι αρχές ERM είναι αυστηρότερες από εκείνες του Οδηγού ISO 34 και 35 και απαιτούν διαθεσιμότητα των αποτελεσμάτων που προέρχονται από τουλάχιστον δύο ολοκληρωτικά ανεξάρτητες μεθόδους ή επιβεβαίωση των αποτελεσμάτων που προέρχονται από κύριες μεθόδους μέτρησης προερχόμενες από ανεξάρτητη μέθοδο για να επιδείξουν την έλλειψη κάθε μεθόδου που είναι αμερόληπτη από αποδιδόμενες τιμές.

Οι τιμές που αποδίδονται στις μετρώμενες ουσίες μπορούν να ανιχνευτούν με το Διεθνές Σύστημα Μονάδων (SI) ή ένα τέχνημα (εμπειρικές μονάδες μέτρησης). Στην προηγούμενη περίπτωση, εκτελείται βαθμονόμηση όλων των εισερχόμενων παραγόντων με πρότυπα των οποίων οι τιμές ανιχνεύονται στο SI, ενώ στις τελευταίες περιπτώσεις έχουν χρησιμοποιηθεί αυθαίρετα πρότυπα για τουλάχιστον ένα βήμα της βαθμονόμησης (π.χ. ο Παγκόσμιος Οργανισμός Υγείας για την κύρια προετοιμασία αναφοράς στην κλινική χημεία, το πρότυπο Vienna Standard Mean Ocean Water (VSMOW) για χημική αλλαγή).

Σε προηγούμενα πιστοποιητικά ERM, αυτές οι πληροφορίες συνδέονταν σε μία υποσημείωση (Σχήμα 1). Από τη θέσπιση της κοινής πολιτικής ERM για την ιχνηλασιμότητα, αυτές οι πληροφορίες δίδονται σε δύο υποσημειώσεις, η μία συνδέεται με την ταυτότητα της ίδιας της μετρώμενης ουσίας, η άλλη

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

Σχήμα 1: Δήλωση ιχνηλασιμότητας της ERM-AD452/IFCC (ΓΟΚΧ). Η μετρώμενη

καθορίζει την ιχνηλασιμότητα των αποδιδόμενων σε αυτής τιμών.

### Ελάχιστο δείγμα πρόσληψης

Κάθε υλικό είναι από τη φύση του ετερογενές. Η ελάχιστη ποσότητα υλικού που είναι αντιπροσωπευτική ολόκληρης της μονάδας (μπουκαλί, φιάλη κλπ.) ορίζεται ως το ελάχιστο δείγμα πρόσληψης (Σχήμα 2). Η πιστοποιημένη τιμή και η αβεβαιότητα δεν μπορούν να εγγυηθούν για επιμέρους δείγματα μικρότερα από το ελάχιστο δείγμα πρόσληψης.

### Ημερομηνία λήξης

Οι παραγωγοί των υλικών αναφοράς εγγυώνται την ακεραιότητα του υλικού και την αξιοπιστία του πιστοποιητικού για ορισμένο χρονικό διάστημα (γνωστό ως χρόνο αποθήκευσης), δεδομένου ότι το υλικό δεν έχει ανοιχτεί και είναι αποθηκευμένο υπό τις προτεινόμενες συνθήκες αποθήκευσης. Αυτό δε σημαίνει αυτόματα ότι ο χρήστης πρέπει να απορρίψει το μη χρησιμοποιημένο δείγμα μόλις λήξει ο χρόνος αποθήκευσης, αλλά ο παραγωγός δεν μπορεί να εγγυηθεί πλέον τη σταθερότητα. Οι χρήστες μπορούν να συνεχίσουν να χρησιμοποιούν ένα υλικό με δική τους ευθύνη, αν έχουν συμπληρωματικές αποδείξεις σταθερότητας (π.χ. καμία αλλαγή στα διαγράμματα ποιοτικού ελέγχου, σύγκριση με άλλα υλικά), ωστόσο το πιστοποιητικό του υλικού δεν θα είναι έγκυρο.

ERM® - BC367		
RAPESEED (COLZA)		
Parameter	Certified value <sup>1</sup>	Uncertainty <sup>2</sup>
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.

Σχήμα 2: Ο χρόνος αποθήκευσης και το ελάχιστο δείγμα πρόσληψης συνδέονται με την και πρόσληψη υλικού.

Ο χρόνος αποθήκευσης μπορεί να διευρυνθεί από τον παραγωγό αν διατεθούν συμπληρωματικές πληροφορίες σταθερότητας. Ωστόσο, αυτό, αναφέρεται μόνο σε δείγματα που έχουν αγοραστεί πρόσφατα και όχι σε δείγματα που έχουν διανεμηθεί πριν την παράταση του αυθεντικού χρόνου αποθήκευσης.

### Οδηγίες χρήσης

Οι οδηγίες χρήσης παρέχουν λεπτομερή περιγραφή για κάθε υλικό. Αυτές οι οδηγίες μπορούν να αναφέρονται σε διόρθωση της ξηρής μάζας (Σχήμα 3), σε διαδικασία ανασύστασης, σε χρήση των τιμών, σε αποθήκευση του υλικού κλπ. Αν δεν ακολουθήσετε τις παρούσες οδηγίες, οι αποδιδόμενες τιμές δεν είναι έγκυρες.

### ΌΕΜΑΤΑ ΧΕΙΡΙΣΜΟΥ

#### Μέθοδος μέτρησης που πρέπει να χρησιμοποιείται

Η μέθοδος μέτρησης πρέπει να καθορίζει την ίδια μετρώμενη ουσία όπως περιγράφεται στο πιστοποιητικό. Αυτό σημαίνει ότι για μετρώμενες ουσίες που ορίζονται διαδικασιακά, πρέπει να χρησιμοποιηθεί η μέθοδος που καθορίζεται στο πιστοποιητικό. Για μετρώμενες ουσίες που ορίζονται από άποψη δομής, κάθε μέθοδος που καθορίζει την παρούσα μετρώμενη ουσία μπορεί να χρησιμοποιηθεί και πρέπει να επιφέρει αμερόληπτα αποτελέσματα.

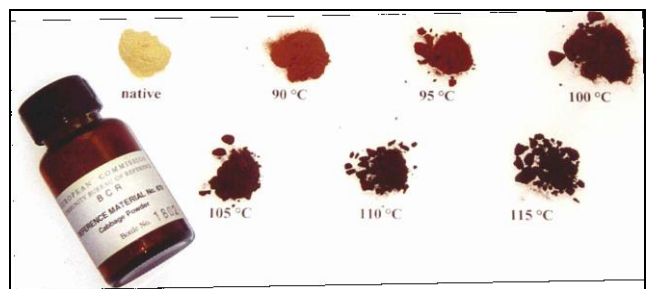
Όλα τα εργαλεία πρέπει να έχουν βαθμονομηθεί σωστά για να διασφαλίσουν ότι τα αποτελέσματα της μέτρησης είναι ανιχνεύσιμα στην ίδια αναφορά με την πιστοποιημένη τιμή. Για ανιχνεύσιμα αποτελέσματα σε ένα τέχνημα, πρέπει να χρησιμοποιηθεί ένα πρότυπο του οποίου η τιμή είναι ανιχνεύσιμη στο ίδιο τέχνημα.

#### Χρήση ανοιγμένων μπουκαλιών

Για ανοιγμένες μονάδες, μπορεί να πραγματοποιηθεί μετατροπή ή ακόμη αποδόμηση του υλικού η οποία δεν μπορεί να υπολογιστεί κατά τη διαδικασία πιστοποίησης. Επομένως, οι παραγωγοί CRM δεν μπορούν να εγγυηθούν τις αποδιδόμενες τιμές των ανοιχτών μπουκαλιών. Εξαρτάται από την κρίση του χρήστη αν μπορεί ή όχι να χρησιμοποιήσει παραπέρα αυτό το υλικό και ποιες συνθήκες αποθήκευσης ή μεταχείρισης είναι απαραίτητες. Ως γενική κατευθυντήρια γραμμή, τα υλικά πρέπει να διατηρούνται σε δροσερό, ξηρό, σκοτεινό μέρος και κλειστά. Περισσότερες πληροφορίες συχνά διατίθενται στην έκθεση σχετικά με την πιστοποίηση, η οποία βρίσκεται σε ελεύθερη διάθεση στην ιστοσελίδα [www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org). Σε κάθε περίπτωση τα υλικά που προέρχονται από ανοιγμένα δοχεία πρέπει να χρησιμοποιούνται όσο το δυνατόν συντομότερα μετά το άνοιγμα με σκοπό την ελαχιστοποίηση της αλλαγής.

#### Διόρθωση υγρασίας

Πολλές πιστοποιημένες τιμές δηλώνονται ως περιεχόμενο ανά ξηρή μάζα δείγματος. Ως αποτελέσματα από διαφορετικές μεθόδους (π.χ. ξηραντήρας, πιλοδότηση Karl Fischer, ξηραντήρας με αερισμό) μπορεί να διαφέρουν σημαντικά, η διαδικασία για διόρθωση της υγρασίας πρέπει να δηλώνεται ξεκάθαρα στο πιστοποιητικό (Σχήμα 3) και πρέπει να χρησιμοποιείται αυτή η μέθοδος. Η χρήση διαφορετικών συνθηκών μπορεί να μετατρέψει σημαντικά το υλικό (Σχήμα 4)



Σχήμα 4: Αποτελέσματα διαφορετικών συνθηκών ξήρανσης σε λάχανο ως υλικό αναφοράς. Καθορισμένη συνθήκη ξήρανσης στο πιστοποιητικό: 16 ώρες στους 70 °C

και τα ληφθέντα αποτελέσματα. Ο καθορισμός της ξηρής μάζας πρέπει να πραγματοποιείται σε ξεχωριστό επιμέρους δείγμα.

#### 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.

Σχήμα 3: Ο ορισμός της διόρθωσης της ξηρής μάζας για ERM-CE477.

Παρακαλώ να έχετε υπόψη τα διαφορετικά προτεινόμενα δείγματα πρόσληψης για διόρθωση της ξηρής μάζας και των πιστοποιημένων μετρώμενων ουσιών (σ' αυτήν την περίπτωση βουτυλο-παραγωγο),