

ERM sertifikatų ir medžiagų naudojimas

2008 m. gruodžio mėn.

Autorius: Thomas Linsinger

Europos Komisija. Jungtinių tyrimų centras
Etaloninių medžiagų ir matavimų institutas
(IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Gelis, Belgija

El. paštas thomas.linsinger@ec.europa.eu

www.erm-crm.org

Šiame naudojimo vadove aprašyti kai kurie sertifikuotųjų pamatinių medžiagų (CRM) tvarkymo ir naudojimo laboratorijose praktiniai aspektai. Taip pat paaiškintos sertifikate nurodytos įvairios vertės, pakartotinis medžiagų naudojimas, drėgmės korekcijos taikymas ir atsekamumo aprašo interpretacija.

ĮVADAS

Norint kuo geriau išnaudoti pamatinių medžiagų sertifikatus, reikia suprasti juose pateikiamą informaciją ir šias medžiagas teisingai panaudoti. Šiame naudojimo vadove paaiškinamos pagrindinės ERM sertifikatų naudojimo sąlygos bei pateikiamos praktinio medžiagų naudojimo gairės.

SERTIFIKATE PATEIKIAMOS SĄLYGOS

Priskiriamųjų verčių tipai

ERM pažymėtoms pamatinėms medžiagoms priskiriamos trijų kategorijų vertės:

Sertifikuotosios vertės atitinka aukščiausius patikimumo standartus. Jos yra atsekamos iki nurodytų nuorodinių verčių ir pridama su GUM (1998 m. ISO gairės „Matavimo neapibrėžties aprašo gairės“) suderinamas išplėstinis neapibrėžties aprašas, tinkantis visam ERM-CRM galiojimo laikotarpiui.

Teikiamosios vertės nėra sertifikuotos, nes jos pasižymi arba didesne, nei reikalaujama numatomajam naudojimui, neapibrėžtimi, arba nepakankama parametru apibrėžimui naudotų metodų įvairove. Todėl informacija yra netinkama sertifikavimui tokiu tikslumu, koks reikalingas sertifikuotoms vertėms.

Papildoma informacija apie medžiagą yra vertės, sukurtos atliekant sertifikavimą, kurios paprastai gaunamos tik vienu metodu ir labiau nurodo didumo tvarką, o ne tikslią vertę.

Apibendrinant, sertifikuotosios vertės yra tos vertės, dėl kurių sertifikuojančioji institucija yra įsitikinusi, kad jos priskiriamos didžiausiu tikslumu, o teikiamosios vertės pasižymi didesne neapibrėžtimi ir (arba) joms trūksta visaverčio atsekamumo aprašo. Šią patikimumo hierarchiją nurodo tas faktas, kad pirmajame sertifikato puslapyje pateikiamos tik sertifikuotosios vertės. Iš to seka, kad sertifikuotosios vertės yra patikimesnės nei teikiamosios vertės, kurios, savo ruožtu, yra patikimesnės už papildomą informaciją apie medžiagą.

Metrologinis atsekamumo aprašas

Su atsekamumo aprašu pateikiamos sertifikuotosios ir teikiamosios vertės. Šie aprašai nedviprasmiškai nurodo matuojamąjį dydį bei šiam dydžiui priskirtų verčių atsekamumą (taip pat žr. ERM atsekamumo politiką adresu www.erm-crm.org). Ši informacija pateikiama vienoje arba dvejose sertifikuotųjų arba teikiamųjų verčių ir matuojamųjų dydžių išnašose (žr. 1 ir 2 pav.). Galimos šios alternatyvos:

Matuojamosios vertės gali būti apibrėžtos struktūriškai („racionalios“), pavyzdžiui, dėl bendro kadmio arba ochratoksino A kiekio, arba apibrėžtos procedūriškai („empirinės“), pavyzdžiui, dėl maistinių skaidulų,

ekstrahuojamo kadmio arba smūginio atsparumo, kurie apibrėžiami specialiais matavimų protokolais.

Struktūriškai apibrėžtiems matuojamiesiems dydžiams ERM principai yra griežtesni nei ISO 34 ir 35 gairių, taip pat jiems reikalingi rezultatai, gauti naudojant ne mažiau kaip du visiškai nepriklausomus metodus arba kad rezultatai būtų patvirtinti nepriklausomu metodu naudojant pirminį matavimo metodą, kad būtų parodyta, jog nėra jokių priskirtųjų verčių metodo paklaidų.

Matuojamiesiems dydžiams priskirtos vertės gali būti atsektos iki tarptautinės matų sistemos (SI) arba iki klaidingojo rodmens (empirinės skalės). Pirmuoju atveju, visi įvesties veiksniai yra kalibruojami naudojant standartus, kurių vertės yra atsekamos iki SI, o kitais atvejais bent viename kalibravimo veiksmo buvo naudojami sutartiniai standartai (pvz., Pasaulio sveikatos organizacijos medicininės chemijos pirminis etaloninis preparatas, Vienos standartinis vidutinis vandenyno vanduo (VSMOV), cheminiam poslinkiui matuoti).

Ankstesniuose ERM sertifikatuose ši informacija buvo sujungta į vieną išnašą (1 pav.). Priėmus bendrąją ERM atsekamumo politiką, ši informacija pateikiama dvejose išnašose, iš kurių viena yra susijusi su paties matuojamojo dydžio tapatybe, o kita nurodo jam priskirtų verčių atsekamumą.

ERM® - AD452/IFCC		
GAMMA-GLUTAMYLTRANSFERASE		
	Certified value ¹	Uncertainty ²
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.

1 pav.: ERM-AD452/IFCC atsekamumo aprašas. Matuojamasis dydis yra procedūriškai apibrėžtas, taip pat vertinama, kad visi įvesties veiksniai buvo

Minimalus mėginio ėminys

Kiekviena medžiaga iš vidaus yra heterogeniška. Minimalus mėginio ėminys yra minimalus visą kiekį (butelį, ampulę ir kt.) atspindintis medžiagos kiekis (2 pav.). Sertifikuotoji vertė ir jos neapibrėžtis negali būti garantuoti mėginių dalies, kurie mažesni už minimalų mėginio ėminį, atveju.

Galiojimo terminas

Pamatinių medžiagų gamintojai garantuoja medžiagos vientisumą ir sertifikato tinkamumą nustatytam laikui

(tokiam pačiam, kaip ir galiojimo terminas), jei medžiaga yra neatidaryta ir laikoma rekomenduojamomis laikymo sąlygomis. Tai automatiškai nereiškia, kad vartotojas turi atsisakyti nepanaudoto mėginio, jei pasibaigęs jo galiojimo laikas, tačiau gamintojas nebegali garantuoti jo stabilumo. Vartotojai gali ir toliau naudoti medžiagą prisiimdami atsakomybę, jei jie turi papildomų stabilumo įrodymų (pvz., nėra pasikeitimų kokybės kontrolės diagramose, palyginimas su kitomis medžiagomis), tačiau medžiagos sertifikatas nebegalios.

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.

2 pav.: Galiojimo terminas ir minimalus mėginio ėminys yra atitinkamai žymimi mėlyna ir žalia spalva.

Gamintojas gali pratęsti galiojimo terminą, jei gaunama papildomos informacijos apie stabilumą. Tačiau, tai tinka tik naujai įsigytiems mėginiams, o ne mėginiams, parduotiems prieš pradinio galiojimo termino pratęsimą.

Naudojimo instrukcijos

Naudojimo instrukcijose pateikiamas išsamus kiekvienos medžiagos aprašymas. Šiuose aprašymuose gali būti pateikiama nuoroda į sausos medžiagos masės korekciją (3 pav.), atstatymo procedūrą, verčių panaudojimą, medžiagos laikymą, ir kt. Jei šių instrukcijų nesilaikoma, priskirtosios vertės negalioja.

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.

3 pav.: Sausos medžiagos masės korekcijos apibrėžtis ERM-CE477.

Atkreipkite dėmesį į skirtingus sausos medžiagos masės rekomenduojamo mėginio ėminius ir sertifikuotus matuojamuosius dydžius (šiuo atveju butilinius), parodančius skirtingus drėgmės ir

TVARKYMO PROBLEMOS

Naudotinas matavimo metodas

Matavimo metodu privalo būti nustatytas tas pats matuojamasis dydis, kaip aprašyta sertifikate. Tai reiškia, kad procedūriškai apibrėžtiems matuojamiesiems dydžiams privalo būti naudojamas sertifikate nurodytas metodas. Struktūriškai apibrėžtiems matuojamiesiems dydžiams gali būti naudojamas bet kuris šį matuojamąjį dydį nustatantis metodas, kuris turėtų duoti rezultatus be paklaidos.

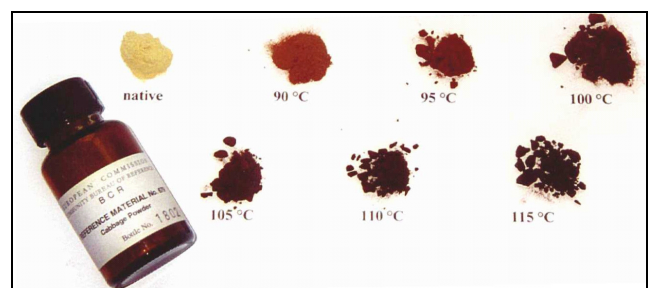
Visi instrumentai privalo būti tinkamai kalibruoti, siekiant užtikrinti, kad matavimo rezultatai būtų atsekami iki tos pačios norminės vertės, kaip ir sertifikuotoji. Rezultatams, kurie atsekami iki klaidingojo rodmenų, privalo būti naudojamas standartas, kurio vertė yra atsekama iki to paties klaidingojo rodmenų.

Atidarytų butelių naudojimas

Atidarytose talpyklose gali įvykti medžiagos pasikeitimas arba net skaidymas, į kurį nebuvo galima atsižvelgti sertifikavimo proceso metu. Todėl CRM gamintojai negali garantuoti atidarytų talpyklų priskirtųjų verčių. Ne vartotojui spręsti, ar šią medžiagą galima toliau naudoti, ar ne, ir kokios reikalingos laikymo sąlygos ar apdorojimas. Bendro pobūdžio rekomendacija – medžiagos turi būti laikomos vėsioje, sausoje ir tamsioje vietoje bei uždarytoje talpykloje. Papildomos informacijos dažnai galima rasti sertifikavimo ataskaitoje, kurią nemokamai galima rasti www.erm-crm.org. Bet kuriuo atveju, medžiagas iš atidarytų talpyklų reikia sunaudoti kuo greičiau, kad pokyčiai sumažėtų iki minimumo.

Drėgmės korekcija

Daugelis sertifikuotųjų verčių yra nurodomos kaip kiekis mėginio sausos medžiagos masės atžvilgiu. Kadangi skirtingais metodais (pvz., džiovinimu krosnyje, Karlo Fischerio titravimu, vakuuminio džiovinimo krosnyje) gauti rezultatai gali žymiai skirtis, drėgmės korekcijos procedūra turi būti aiškiai nurodyta sertifikate (3 pav.) ir šį metodą privaloma naudoti. Naudojant skirtingas



4 pav.: Skirtingų džiovinimo sąlygų poveikis kopūsto pamatinei medžiagai. Sertifikate nurodytos džiovinimo sąlygos: 16 val. esant 70 °C

sąlygas medžiaga (4 pav.) ir gauti rezultatai gali žymiai pasikeisti. Sausos medžiagos nustatymas turi būti atliekamas su atskira mėginio dalimi.