

## (HITELES) ANYAGMINTÁK KIVÁLASZTÁSA

2020. február

*Az anyagminták (RM) és a hiteles anyagminták (CRM) korlátozottak, időnként drágák és nem mindig alkalmasak minden célra egy mérési folyamat során.*

*Jelen alkalmazási jegyzet célja, hogy megismertesse a végfelhasználókat a megfelelő (hiteles) anyagminták, (C)RM-ek kiválasztásával, így segítve azok megfelelő használatát.*

Szerző: Giovanni Emma

Európai Bizottság - Közös Kutatási Központ  
Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgium

Email: giovanni.emma@ec.europa.eu

### BEVEZETÉS

Az anyagmintagyártók korlátozott száma miatt az anyagminták (RM-ek) és/vagy hitelesített anyagminták (CRM-ek) nem állnak rendelkezésre nagy mennyiségben. Továbbá egy adott (hiteles) anyagmintát egy adott mérés során kizárólag egyetlen célra lehet felhasználni, és a minta megfelelőségét mindig ellenőrizni kell. Ez a magyarázat arra, hogy miért nehéz a megfelelő (hiteles) anyagminták kiválasztása, és miért kíván időnként kompromisszumokat is.

Van azonban néhány iránymutatás, amelyek segítenek ebben a választásban, ez az alkalmazási jegyzet ezekre próbál rávilágítani. Ezek az alábbi három lépésben foglalhatók össze:

1. A (C)RM tervezett felhasználásának meghatározása
2. Az összes rendelkezésre álló információ ellenőrzése
3. A kiválasztott (C)RM rendelkezésre állásának igazolása az Ön régiójában.

### 1. A (C)RM TERVEZETT FELHASZNÁLÁSÁNAK MEGHATÁROZÁSA

Az anyagmintákat és/vagy hiteles anyagmintákat egy mérési folyamat során számos célra fel lehet használni. Ezek közé tartozik a kalibrálás, a mérési visszavezethetőség megállapítása, a módszer validálása (a mérés helyessége és pontossága), minőségellenőrzés és értékek hozzárendelése egyéb anyagokhoz.

Ezért a (C)RM kiválasztásában az első lépés a tervezett felhasználás beazonosítása, különösen azért, mert nem minden anyag alkalmas az összes különböző alkalmazás céljára. Kulcsfontosságú tényezők a mérendő mennyiség, a mennyiségérték annak bizonytalanságával, a visszavezethetőség és az anyag fajtája (mátrix vagy tiszta anyag).

### A mérendő mennyiség definíciója

Míg bizonyos mérendő mennyiségek szerkezetileg meghatározottak (az ólom az ólom), másokat egy specifikus módszerrel kell meghatározni (például enzimaktivitás az IFCC referencia eljárásával mérve 37 °C-on; az acél ütőszilárdsága az ISO-148 alapján). A mérendő mennyiség meghatározásának leírását a (C)RM kísérődokumentuma tartalmazza. A (C)RM-ben található mérendő mennyiség meghatározásának összhangban kell lennie annak a módszernek a meghatározásával, amely céljára a C(RM) felhasználásra kerül.

### Mennyiségi érték, bizonytalanság és visszavezethetőség

A laboratóriumi minőségrendszerek szabványai, mint az ISO/IEC 17025 vagy az ISO 15189 előírják a mérési eredmények mérési visszavezethetőségének követelményét. A mérési visszavezethetőség megállapítása céljából a CRM mellé mérési visszavezethetőségi nyilatkozatot kell biztosítani. A nyilatkozat tartalmazza a mérendő mennyiség azonosítására szolgáló meghatározást, valamint a mennyiségértéket. Ez a CRM-et egy metrológiai szabványhoz kapcsolja, amely lehet az SI (International System of Units) vagy bármely egyéb elfogadott, egyezményes skála (szabványleírásokban, nemzetközi ajánlásokban vagy egyéb referencia dokumentumokban meghatározott, CRM-ek hozzárendelt értékeihez igazított önkényes skálák).

Miután igazolásra került, hogy a CRM alkalmas a tervezett felhasználásra, fontos megerősíteni azt is, hogy a mennyiségérték és annak társított bizonytalansága a kívánatos mértékű. A mennyiségértéknek a módszer működési tartományán belül kell lennie, a bizonytalanságnak pedig megfelelőnek kell lennie arra a célra, amelyre a CRM felhasználásra kerül. Sohasem szabad megfeledkezni arról, hogy a CRM

bizonytalansága belekerül az adott módszer által kapott eredmény végső bizonytalanságába. Így, amennyiben a CRM-et olyan célokra használják fel, mint például kalibrálás, érték hozzárendelése egyéb anyagokhoz vagy helyességértékelés, a bizonytalanságnak a lehető legkisebbnek kell lennie, vagy ideális esetben kisebbnek kell lennie, mint bármely egyéb, bizonytalansághoz hozzájáruló tényező. Egyéb alkalmazások esetén, mint például a pontosság értékelése vagy minőségellenőrzés, elegendő a megfelelő homogenitású (C)RM.

### **Tiszta anyag vagy mátrix alapú (C)RM**

Egy módszer mérési fázisának kalibrálására vagy egyéb anyagok esetében érték hozzárendelésére (elterjedt gyakorlatok, amelyek magukba foglalják a kalibráló anyagok előkészítésének módszereit) alapesetben tiszta anyagú CRM kerül felhasználásra. A tiszta anyagokat kémiai tisztaságuk és egyéb fizikai tulajdonságaik jellemzik. Néha, bizonyos technológiák, például az XRF vagy ICP-AES esetében, mátrix alapú CRM szükséges. Ez akkor fordul elő, amikor a mátrix hatást gyakorol az analitikai mérési folyamata során.

Egyéb célokra, mint például módszer validálása (helyesség és pontosság értékelése) valamint minőségellenőrzés, mérésstanilag visszavezethető hitelesített értékek szükségesek. A visszavezethetőségi lánc megtörésének elkerülése céljából a műveletek legnagyobb részében ezért a mátrix alapú CRM az előnyben részesített opció. Ideális esetben az alkalmazott módszer a CRM mátrixát is tartalmazza. Ettől eltérő esetben léteznek olyan eszközök, amelyek útmutatással szolgálnak a végfelhasználók részére, amely segítségével a megfelelő mátrix alapú CRM azonosítható. Ezek közül az egyik az AOAC zsír-fehérje-szénhidrát háromszög, amely a különböző mátrix alapú élelmiszer CRM-ek hasonlóságának értékelésére használható (Wolf and Andrews 1995; Philips et al., 2013).

## **2. AZ ÖSSZES RENDELKEZÉSRE ÁLLÓ INFORMÁCIÓ ELLENŐRZÉSE**

A (C)RM kiválasztási folyamatában a második lépés az összes rendelkezésre álló információ ellenőrzése. A CRM bizonytalansággal, a (C)RM stabilitással, a visszavezethetőségi nyilatkozattal, a minőségbiztosítással, a gyártási folyamattal, a mérésekkel és az adatkezeléssel kapcsolatos információt fel kell

tüntetni a (C)RM tanúsítványban, a tanúsítási jelentésben vagy mindkettőben.

Minden feltüntetett információ lényeges és körültekintően ellenőrizendő bármilyen (C)RM beszerzését megelőzően.

A CRM végleges bizonytalanságát a mérési bizonytalanságra vonatkozó útmutató (Guide to the expression of uncertainty in measurements - GUM - ISO/IEC 98-3. útmutató) alapján kell kiszámolni, az ISO 35. iránymutatása értelmében. Ez a dokumentum specifikus útmutatást nyújt a hivatalos anyagminták tanúsítása során elvégzendő a homogenításra, a stabilitásra és a jellemzésre vonatkozó vizsgálatok tekintetében.

A stabilitás egy fontos paraméter, amit figyelembe kell venni, ha a (C)RM-et minőségellenőrzés céljára használják, mint például ellenőrző táblázatokhoz, mivel ebben az esetben az anyag hosszabb időn át kerül felhasználásra.

A visszavezethetőségi nyilatkozatot egyértelműen kell megfogalmazni és lehetővé kell tennie a végfelhasználók számára az adott CRM azonosítására szolgáló meghatározás és mennyiségérték beazonosítását.

A minőségértékelési információnak lehetővé kell tennie a végfelhasználók számára, hogy igazolni tudják, hogy a (C)RM-et egy kompetens RM Gyártó állította elő. Az ISO/IEC 17025 szerint az RM Gyártó ISO 17034 szerinti akkreditációja (Referenciaanyag-gyártók/referenciaanyag-előállítók felkészültségének általános követelményei) tekinthető a kompetenciát igazoló bizonyítéknak. A nem-akkreditált gyártók kötelesek további bizonyítékok bemutatni, illetve legalább az ISO 17034 szabványnak való megfelelést igazolni annak érdekében, hogy a végfelhasználók értékelni tudják a gyártó minőségi rendszerét.

Végül pedig a gyártási folyamat, a mérések és az adatkezelés részleteit átlátható módon kell feltüntetni, mert ezek befolyásolhatják az anyag megválasztását.

## **3. A RÉGIÓBAN VALÓ RENDELKEZÉSRE ÁLLÁS IGAZOLÁSA**

A (C)RM kiválasztási folyamatában az utolsó fontos lépés a régióban való rendelkezésre állás igazolása. Ezt mindig ellenőrizni kell az anyagminta gyártójánál és/vagy a helyi forgalmazónál. Bizonyos anyagok, különösen a genetikailag módosított szervezetekből vagy

élő állatból gyártott anyagok bizonyos országokban korlátozás alá eshetnek, és/vagy azokat a vámhatóságok feltartóztathatják, nem optimális körülmények között tárolhatják.

## **HOL TALÁLHATÓAK (HIVATALOS) ANYAGMINTÁK**

Anyagminták és/vagy hiteles anyagminták az alábbi helyeken érhetők el:

- Anyagmintagyártók katalógusai, például:  
<https://crm.jrc.ec.europa.eu>
- Vegyi anyag-forgalmazók katalógusai
- Online adatbázisok, például:  
[www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)

## ÖSSZEFOGLALÁS

Az alábbi táblázat áttekintést nyújt egy anyagminta különböző alkalmazási módok szempontjából szükséges tulajdonságairól:

	Módszer kalibrálása	Módszer validálása: helyesség	Módszer validálása: Pontosság	Rutin minőségellenőrzés	Érték hozzárendelése más anyagokhoz
Mérendő mennyiség meghatározása	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében	Nem releváns <sup>1)</sup>	Nem releváns <sup>1)</sup>	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében
Mennyiségérték	A módszer működési tartományán belül	A módszer működési tartományán belül	A módszer működési tartományán belül	A módszer működési tartományán belül	A módszer működési tartományán belül
Bizonytalanság	A lehető legkisebb	Lehetőleg kisebb, mint egyéb bizonytalansági tényezők	Homogenitás jobb, mint sorozatok közötti variáció	Homogenitás jobb, mint sorozatok közötti variáció	A lehető legkisebb
A hozzárendelt érték visszavezethetősége	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében	Nem releváns <sup>1)</sup>	Nem releváns <sup>1)</sup>	Ugyanaz, mint az alkalmazott módszer esetében
Mátrix	Tiszta anyag Mátrix RM	Mátrix RM	Mátrix RM	Mátrix RM	Tiszta anyag Mátrix RM
CRM szükséges vagy nem hiteles RM elegendő?	CRM szükséges	CRM szükséges	Nem hiteles RM elegendő, CRM lehetséges	Nem hiteles RM elegendő, CRM lehetséges	CRM szükséges
Rendelkezésre áll-e tanúsítvány vagy terméktájékoztató adatlap?	Lényeges	Lényeges	Hasznos	Hasznos	Lényeges
Rendelkezésre áll-e egyéb információ?	Nagyon hasznos	Nagyon hasznos	Nagyon hasznos	Nagyon hasznos	Nagyon hasznos

<sup>1)</sup> Rutin minőségellenőrzés és pontosság értékelése során az összehasonlítás alapja a laboratórium által kapott átlagértékek összehasonlítása. Ezért az anyagminta gyártója által megadott esetleges értékek meghatározása és a visszavezethetősége nem releváns.

## REFERENCIÁK - TOVÁBBI SZAKIRODALOM

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (2015) ISO Guide 33, Reference materials – Good practice in using reference materials (ISO 33. útmutatás: Referenciaanyagok - Jó gyakorlatok referenciaanyagok használatához), Genf, Svájc

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (2017) ISO/IEC 17025 Vizsgáló- és kalibrálólaboratóriumok felkészültségének általános követelményei, Genf, Svájc

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (2012) ISO 15189 Orvosi laboratóriumok. A minőségre és a felkészültségre vonatkozó követelmények, Genf, Svájc

W. R. Wolf and K. W. Andrews: A system for defining reference materials applicable to all food matrices (Referenciaanyagok meghatározási rendszere valamennyi élelmiszer mátrixhoz), Fresen J Anal Chem (1995) 352:73-76

M. M. Phillips et al., Standard reference materials for food analysis. (Szabvány anyagminták élelmiszerek vizsgálatához) Anal Bioanal Chem (2013) 405:4325-4335

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (1995) ISO/IEC Guide 98-3, Uncertainty of measurements – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) (Mérési bizonytalanság - 3. szakasz: Útmutatás a mérési bizonytalanság kifejezéséhez), Genf, Svájc

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (2017) ISO Guide 35, Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability, (ISO 35. útmutatás: Referenciaanyagok - Útmutató a homogenitás és a stabilitás jellemzéséhez és értékeléséhez), Genf, Svájc

Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (2016) ISO 17034 A referenciaanyagok előállítására vonatkozó általános kompetenciakövetelmények, Genf, Svájc

J. S. Kane, The Use of Reference Materials: A Tutorial. (Referenciaanyagok használata: Útmutató) Geostand Geoanal Res (2001) 25:7-22