

KAIP PASIRINKTI (SERTIFIKUOTAS) ETALONINES MEDŽIAGAS

2020 m. vasario mėn.

Etaloninės medžiagos (EM) ir sertifikuotos etaloninės medžiagos (SEM) yra ribotos, kartais brangios ir ne visada tinkamos naudoti matavimo proceso metu.

Šia pastaba dėl taikymo siekiama supažindinti galutinius naudotojus su tinkamų (S)EM parinkimu ir taip paremti jų tinkamą naudojimą.

Autorius Giovanni Emma

Europos Komisija – Jungtinis tyrimų centras
Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgium

El. paštas giovanni.emma@ec.europa.eu

ĮVADAS

Etaloninės medžiagos (EM) ir sertifikuotos etaloninės medžiagos (SEM) nėra itin lengvai prieinamos dėl riboto etaloninių medžiagų gamintojų skaičiaus. Be to, atliekant konkretų matavimą tam tikra (S)EM gali būti naudojama tik vienam tikslui, o jos tinkamumą reikia visada patikrinti. Tai paaiškina, kodėl (sertifikuotos) etaloninės medžiagos atrankos procesas yra sudėtingas ir kartais reikalauja kompromisų.

Tačiau yra keletas gairių šiam pasirinkimui palengvinti, kurios apibrėžiamos šioje pastaboje dėl taikymo. Jas galima apibendrinti trimis etapais:

1. numatomos (S)EM naudojimo paskirties apibrėžtis,
2. visos turimos informacijos patikrinimas,
3. pasirinktos (S)EM prieinamumo jūsų regione patikra.

1. NUMATOMOS (S)EM NAUDOJIMO PASKIRTIES APIBRĖŽTIS

Matavimo procese EM ir (arba) SEM gali būti naudojamos keleriopai. Naudojimo paskirtys apima kalibravimą ir metrologinės sieties nustatymą, metodo patvirtinimą (teisingumą ir tikslumą), kokybės kontrolę ir verčių priskyrimą kitoms medžiagoms.

Todėl pirmasis žingsnis renkantis (S)EM yra nustatyti numatytąją paskirtį, ypač todėl, kad ne visos medžiagos yra tinkamos naudoti įvairioms paskirtims. Pagrindiniai klausimai yra matuojamojo dydžio apibrėžtis, kiekio vertė ir jos matavimo neapibrėžtis bei atsekamumas ir medžiagos rūšis (matrica ar gryna medžiaga).

Matuojamojo dydžio apibrėžtis

Nors kai kurie matuojamieji dydžiai yra apibrėžti struktūriškai (švinas yra švinas), kiti yra apibrėžti konkrečiu metodu (pvz., fermentinis aktyvumas, matuojamas pagal Tarptautinės klinikinės biochemijos ir laboratorinės medicinos federacijos (angl. IFCC) atskaitos procedūrą, esant 37 °C temperatūrai; plieno smūginis tūsumas, išmatuotas pagal standartą ISO 148). Matuojamojo dydžio apibrėžties būdas aprašytas dokumente, pridedamame prie (S)EM. (S)EM matuojamojo dydžio apibrėžtis turi atitikti metodo, kuriam turėtų būti naudojama (S)EM, apibrėžtį.

Kiekio vertė, matavimo neapibrėžtis ir atsekamumas

Laboratorių kokybės sistemų standartuose, kaip antai ISO/IEC 17025 arba ISO 15189, reikalaujama matavimo rezultatų metrologinės sieties. Siekiant nustatyti metrologinę sietį, būtinas SEM metrologinės sieties pareiškimas. Pareiškime pateikiama tapatybės (matuojamojo dydžio) ir kiekio vertės apibrėžtis. Taip SEM susiejama su metrologiniu standartu, kuris galėtų būti arba SI (Tarptautinė vienetų sistema), arba bet kurios kitos įprastos skaičių sistemos (atsitiktinės skaičių sistemos, pagrįstos SEM priskirtomis vertėmis, kurios nurodytos standartinėse specifikacijose, tarptautinėse rekomendacijose arba kituose informaciniuose dokumentuose).

Patikrinus, kad SEM tinka numatytajai paskirčiai, svarbu patikrinti, ar kiekio vertė ir jos matavimo neapibrėžtis yra tokios, kokių reikia. Kiekio vertė turi atitikti metodo darbinį intervalą, o jos matavimo neapibrėžtis turi būti tinkama tam tikslui, kuriam bus naudojama SEM. Visada svarbu atminti, kad SEM matavimo neapibrėžtis bus įtraukta į rezultato, gauto taikant metodą, galutinę matavimo neapibrėžtį. Todėl, jei SEM naudojama tokiems tikslams kaip kalibravimas, verčių priskyrimas kitoms medžiagoms arba teisingumo vertinimas, matavimo neapibrėžtis

turėtų būti kuo mažesnė arba (idealiu atveju) mažesnė nei bet kuri kita matavimo neapibrėžties įvestis. Kitokios paskirties atveju, kaip antai tikslumo vertinimas arba kokybės kontrolė, pakanka tinkamo (S)EM homogeniškumo.

(S)EM – gryna medžiaga arba matrica

Metodo matavimo etapui kalibruoti arba vertėms kitoms medžiagoms priskirti (plačiai paplitusios praktikos, kai naudojami kalibracinių medžiagų ruošimo metodai) paprastai naudojama SEM, kuri yra gryna medžiaga. Grynos medžiagos apibūdinamos pagal jų cheminį grynumą ir kitas fizines savybes. Kartais tam tikriems metodams, pvz., XRF arba ISP–ASS, reikalingos SEM, kurios yra matricos. Tai nutinka, kai matrica turi įtakos analizės matavimo proceso metu.

Kitais tikslais, pavyzdžiui, metodo patvirtinimui (teisingumui ir tikslumui), kokybės kontrolei, reikalingos metrologiškai atsekamos sertifikuotos vertės. Siekiant išvengti atsekamumo grandinės pažeidimo, daugeliu atvejų pasirenkamos SEM, kurios yra matricos. Idealiu atveju naudojamo metodo taikymo sritis apima SEM matricą. Priešingu atveju esama tam tikrų priemonių, kuriomis galutiniai vartotojai galėtų vadovautis identifikuodami teisingą SEM–matricą. Viena iš tokių priemonių – AOAC riebalų, baltymų ir angliavandenių trikampis, kuris gali būti naudojamas skirtingų maistinių SEM–matricų panašumui vertinti (Wolf and Andrews 1995; Philips et al., 2013).

2. VISOS TURIMOS INFORMACIJOS PATIKRINIMAS

Antrasis (S)EM pasirinkimo žingsnis yra patikrinti visą turimą informaciją. Informacija apie SEM matavimą neapibrėžti, (S)EM stabilumą, atsekamumo pareiškimą, kokybės užtikrinimą, gamybos procesą, matavimus ir duomenų apdorojimą turėtų būti įtraukta į (S)EM sertifikata, į sertifikavimo ataskaitą arba į abu šiuos dokumentus.

Visa pateikta informacija yra svarbi ir ją reikia atidžiai patikrinti prieš įsigyjant bet kurią (S)EM.

Galutinė SEM matavimo neapibrėžties turi būti apskaičiuota pagal matavimų neapibrėžties išraiškos rekomendaciją (ISO/IEC 98–3 rekomendacija), kaip numatyta ISO 35 rekomendacijoje. Šiame dokumente taip pat pateikiamos konkrečios homogeniškumo, stabilumo ir apibūdinimo tyrimų gairės sertifikuojant (S)EM.

Stabilumas – svarbus parametras sprendžiant, ar (S)EM naudotina kokybės kontrolės tikslais, pvz., sudarant kontrolines diagramas, nes šiuo atveju medžiaga naudojama ilgiau.

Atsekamumo pareiškimas turi būti aiškiai pateiktas ir turėtų sudaryti sąlygas galutiniams naudotojams nustatyti konkrečios SEM tapatybės ir kiekio vertės apibrėžtį.

Kokybės užtikrinimo informacija turėtų padėti galutiniams naudotojams patikrinti, ar (S)EM pagamino kompetentingas EM gamintojas. Pagal standartą ISO/IEC 17025 kompetencijos įrodymu laikomas EM gamintojo akreditavimas pagal ISO 17034 (standartą, kuriuo nustatomi etaloninių medžiagų gamintojų kompetencijos reikalavimai). Jei gamintojai neakredituoti, turėtų būti gauti papildomi įrodymai, bent atitikties standarto ISO 17034 reikalavimams, kad galutiniai naudotojai galėtų vertinti gamintojo kokybės sistemą.

Galiausiai gamybos proceso, matavimų ir duomenų apdorojimo duomenys turėtų būti skaidrūs, nes jie gali turėti įtakos medžiagos pasirinkimui.

3. PRIEINAMUMO REGIONE PATIKRA

Paskutinis svarbus (S)EM pasirinkimo žingsnis yra jos prieinamumo regione patikra. Tokią informaciją visada reikėtų tikslinti su etaloninių medžiagų gamintoju ir (arba) vietiniu platintoju. Kai kurių medžiagų, ypač pagamintų iš genetiškai modifikuotų organizmų ar gyvulių, prieinamumas gali būti ribojamas tam tikrose šalyse ir (arba) sustabdomas muitinėje, kur tokios medžiagos laikomos neoptimaliomis sąlygomis.

KUR RASTI (SERTIFIKUOTAS) ETALONINES MEDŽIAGAS

EM ir (arba) SEM galima rasti:

- informaciniuose medžiagų gamintojų kataloguose, pvz., <https://crm.jrc.ec.europa.eu>;
- cheminių produktų platintojų kataloguose;
- internetinėse duomenų bazėse, pvz., www.comar.bam.de.

SANTRAUKA

Toliau pateiktoje lentelėje apžvelgiamos EM savybės, kurios reikalingos skirtingoms EM naudojimui paskirtims:

	Kalibravimo metodas	Patvirtinimo metodas: teisingumas	Patvirtinimo metodas: tikslumas	Įprastinė kokybės kontrolė	Verčių priskyrimas kitoms medžiagoms
Matuojamojo dydžio apibrėžtis	Tokia pati kaip naudojamo metodo	Tokia pati kaip naudojamo metodo	Neaktualu ¹⁾	Neaktualu ¹⁾	Tokia pati kaip naudojamo metodo
Kiekio vertė	Atitinka metodo darbinį intervalą	Atitinka metodo darbinį intervalą	Atitinka metodo darbinį intervalą	Atitinka metodo darbinį intervalą	Atitinka metodo darbinį intervalą
Matavimo neapibrėžtis	Kiek įmanoma mažesnė	Idealiu atveju mažesnė nei bet kurios kitos matavimo neapibrėžties įvestys	Homogeniškumas didesnis nei tarpserijinė variacija	Homogeniškumas didesnis nei tarpserijinė variacija	Kiek įmanoma mažesnė
Priskirtos vertės atsekamumas	Toks pat kaip naudojamo metodo	Toks pat kaip naudojamo metodo	Neaktualu ¹⁾	Neaktualu ¹⁾	Toks pat kaip naudojamo metodo
Matrica	EM – gryna medžiaga, matrica	EM – matrica	EM – matrica	EM – matrica	EM – gryna medžiaga, matrica
Būtina SEM ar pakanka nesertifikuotos EM?	Būtina SEM	Būtina SEM	Pakanka nesertifikuotos EM, galima SEM	Pakanka nesertifikuotos EM, galima SEM	Būtina SEM
Ar yra sertifikatas arba preparato informaciniai dokumentai?	Labai svarbu	Labai svarbu	Naudinga	Naudinga	Labai svarbu
Ar yra kitos informacijos?	Labai naudinga	Labai naudinga	Labai naudinga	Labai naudinga	Labai naudinga

¹⁾ Siekiant palyginti atliekant įprastinę kokybės kontrolę ir tikslumo įvertinimą palyginama laboratorijoje gauta vidutinė vertė. Todėl galimų gamintojo pateiktų EM verčių apibrėžtis ir atsekamumas neaktualūs.

ŠALTINIAI IR NUORODOS

ISO Guide 33:2015, Reference materials – Good practice in using reference materials, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

ISO 15189:2012, Medical laboratories – Requirements for quality and competence, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

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

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

ISO/IEC Guide 98-3, Uncertainty of measurements – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995), International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

ISO Guide 35:2017, Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.

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