

## Използване на ERM сертификати и материали

Декември 2008

Author: Thomas Linsinger

Европейска комисия - Съвместен  
изследователски център

Институтът за референтни материали и  
измервания (ИРМИ)

Rieteseweg 111, 2440 Geel, Belgium

Email: thomas.linsinger@ec.europa.eu

Това приложение описва някои практически аспекти, свързани с манипулирането и употребата на сертифицирани сравнителни материали (ССМ) в лаборатории. Обяснени са също разнообразните стойности, дадени в сертификата, повторната употреба на материалите, приложението на корекция за влажността и интерпретацията на твърденията за проследимост.

### ВЪВЕДЕНИЕ

Разбирането на информацията, съдържаща се в сертификатите за стандартните материали и правилното използване на тези материали е необходимо за извличане на максимална полза от тях. Това приложение обяснява основните термини, използвани в ERM сертификатите и дава указания за практическото използване на материалите.

### ТЕРМИНИ В СЕРТИФИКАТА

#### Видове определени (фиксиранни) стойности

Определени са три категории стойности за ERM-обозначени сравнителни материали:

Сертифицираните стойности изпълняват най-високите стандарти за надеждност. Те са проследили до установените стандарти и са придружени от GUM (ISO Guide 98 „Указание за допускане на несигурност при измерването“) съответни разширени твърдения за несигурност валидни за целия срок на годност на ERM-ССМ.

Указателните стойности не са сертифицирани поради по-висока несигурност от изискваната за предназначенията употреба или недостатъчно разнообразие от методи, използвани при тяхното характеризиране. Следователно информацията е неподходяща за сертификация според точността, която се изисква за сертифицираните стойности.

Допълнителна информация за материала са стойности, създадени по време на сертификационния процес, които обикновено са резултат само от един метод и показват по-скоро мащаба на величината, отколкото точната стойност.

В обобщение, сертифицираните стойности са тези стойности, които сертификационният орган уверено определя като максимално точни, докато указателните стойности показват по-висока несигурност и/или недостатъчна пълна проследимост. Тази йерархия в надеждността е показана от факта, че само сертифицираните стойности са на първата страница на сертификата. Следователно сертифицираните стойности са по-сигурни от указателните стойности, които от своя страна са по-сигурни от допълнителната информация за материала.

#### Твърдение за метрологична проследимост

Сертифицираните и указателни стойности се съпровождат от твърдение за проследимост. Тези твърдения недвусмислено определят измерваното количество и проследимостта на стойностите, определени за това измервано количество (вижте също политиката на ERM по отношение на проследимостта на [www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org)). Тази информация е дадена в една или две бележки под линията на сертифицираната или указателна стойност и измерваното количество (Вижте фигури 1 и 2). Съществува следната алтернатива:

Измерваните количества може да са структурно определени („рационални“), като общия кадмий или охратоксин А, или определени по време на процедурата („емпирични“), като например диетични фибри, екстрактируем кадмий или съпротивителна твърдост, които са дефинирани чрез специфични протоколи на измерване.

За структурно дефинирани количества за измерване, ERM принципите са по-стриктни от тези на ISO Guide 34 „35 и изискват наличие на резултати, получени от най-малко два напълно независими метода или потвърждение на резултатите от основни методи на измерване от независим метод, за демонстриране на липсата на методично отклонение от определените стойности.

Стойностите определени за измерваните количества може да се проследят според Международната система за измервателни единици (SI) или артефакт (емпирични таблици). В първия случай всички входни фактори са калибрирани със стандарти, чиито стойности са проследими според SI, където са използвани арбитражни

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

Фигура 1: Твърдение за проследимост на ERM-AD452/IFCC. Измерваното количество е процедурно определено и е приета подходяща калибрация на всички входни фактори.

стандарти за поне една стъпка на калибрирането (например Основна стандартна подготовка в клиничната химия на Световната здравна организация, Vienna Standard Mean Ocean Water (VSMOW) за химична трансформация).

При по-ранните ERM сертификати, тази информация беше обединена в една бележка под линията (Фигура 1). След приемането на обща ERM политика по отношение на проследимостта, тази информация се дава в две бележки под линията, едната свързана с определяне на самото измервано количество, другата удостоверяваща проследимостта на стойностите, определени за него.

#### Минимално количество за използване на пробата

Всеки материал е вътрешно хетерогенен. Минималното количество материал, който е представителен за цялата единица (шише, флакон и т.н.) се дефинира като минимално количество проба за използване (Фигура 2).

Сертифицираната стойност и нейната несигурност не могат да бъдат гарантирани за проби по-малки от минималното количество за използване на пробата.

### Срок на годност

Производителите на сравнителни материали гарантират интегритета на материала и валидността на сертификата за определено време (известно като срок на годност), при условие, че материалът не е отворен и се съхранява при препоръчаните условия на съхранение. Това не означава автоматично, че потребителят трябва да изхвърли неизползаните проби след изтичането на този срок, но производителят не може да гарантира стабилността им по-дълго. Потребителите могат да продължат да използват материала на тяхна собствена отговорност, ако имат допълнителни доказателства за стабилност (например няма промени в контролните диаграми за качество, сравнение с други материали), но въпреки това сертификата на материала няма да е валиден.

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

Фигура 2. Срокът на годност и минималното количество проба за използване са обозначени в синьо и зелено съответно.

Срокът на годност може да бъде удължен от производителя, ако е налице допълнителна информация за стабилността. Това се отнася само за новопродадени образци, а не за проби, разпространени преди изтичането на оригиналния срок на годност.

### Инструкции за употреба

Тези инструкции дават подробно описание за всеки материал. Тези описания могат да се отнасят за корекция на сухото вещество (Фигура 3), процедурата на преобразуване, използване на стойностите, съхранение на материала и т.н. Ако не следват тези инструкции, определените стойности не са валидни.

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. <u>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.</u> The recommended minimum sample intake is 500 mg.

Фигура 3. : Определението на корекция за сухо вещество за ERM-CE 47. Моля отбележете различните минимални количества проба за използване за корекция за сухо вещество и сертифицирани количества за измерване (в този случай бутилини), отразяващи различни степени на съотношение на влажност и бутилини.

### ВЪПРОСИ, СВЪРЗАНИ С ИЗПОЛЗВАНЕТО

#### Метод на измерване, който трябва да бъде използван

Методът на измерване трябва да определя същото количество за измерване, както е описано в сертификата. Това означава, че за процедурно дефинирани количества за измерване, трябва да бъде използван методът, определен в сертификата. За структурно дефинирани количества за измерване, всеки метод определящ това количество за измерване може да бъде използван и трябва да дава резултати без отклонения.

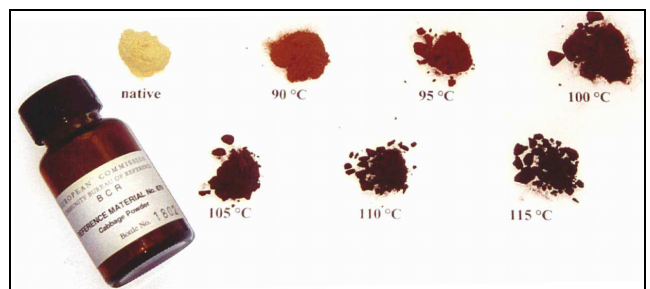
Всички инструменти трябва да бъдат подходящо калибрирани за осигуряване на проследимостта на резултатите от измерването към съответните стандарти като сертифицираната стойност. За резултати проследими към артефакт, трябва да бъде използван стандарт, чиято стойност е проследима към същия артефакт.

#### Използване на отворени шишета

При отворени шишета, може да се появи изменение или дори деградация на материала, което не може да бъде отчетено при процеса на сертификация. Следователно производителите не могат да гарантират определените стойности за отворени елементи. Потребителят трябва да прецени дали този материал може да се използва по-нататък и какви условия на съхранение или третиране са необходими. Като общи указания, материалите трябва да бъдат съхранявани затворени, на хладно, сухи, тъмни места. Допълнителна информация може да се използва на разположение в доклада за сертификация, който е на разположение свободно на [www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org). Така или иначе, материали от отворени контейнери трябва да се използват възможно най-скоро след отваряне, за да се намали до минимум промяната им.

#### Корекция на влажността

Много сертифицирани стойности са определени като съдържание в сухо вещество от пробата. Тъй като резултатите от различни методи (например изсушаване в пещ, Karl Fischer титруване, изсушаване чрез вакуум) могат да се различават значимо, на сертификата трябва да бъде ясно обозначена процедурата за корекция на влажността (Фигура 3) и трябва да бъде използван този метод. Използването на различни условия може значително да



Фигура 4: Ефекти на различни условия на изсушаване върху сравнителен материал от зеле. Специфицирани условия на изсушаване на сертификата : 16 часа при 70°C

промени материала (Фигура 4) и получените резултати. Определянето на сухата маса трябва да бъде извършено на отделна проба.