

L-użu ta' ċertifikati u materjali ERM

Diċembru 2008

Din in-nota ta' applikazzjoni tiddekrivi xi aspetti prattiċi assoċjati mal-immaniġġjar u l-użu ta' materjali ta' referenza ċertifikati (CRMs) fil-laboratorji. Il-valuri varji pprovduti fuq iċ-ċertifikat, l-użu mill-ġdid tal-materjali, kif tikkalkula korrezzjoni minħabba l-umdità u l-interpretazzjoni tad-dikjarazzjoni ta' traċċabilità huma spjegati wkoll.

Awtur: Thomas Linsinger

Kummissjoni Ewropea - Centru Kongunt tar-Riċerka

Istitut dwar Materjali u Kejl ta' Referenza (IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Il-Belġju

Email: thomas.linsinger@ec.europa.eu

INTRODUZZJONI

Li tifhem l-informazzjoni li tinsab fiċ-ċertifikati ta' materjali ta' referenza u l-użu korrett ta' dawn il-materjali, huma meħtieġa biex tikseb il-benefiċċju massimu minnhom. Din in-nota ta' applikazzjoni tispjega t-termini bażiċi li jintużaw fuq iċ-ċertifikati ERM, u tagħti gwida dwar l-immaniġġjar prattiku tal-materjali.

TERMINI FUQ IĊ-ĊERTIFIKAT

Tipi ta' valuri assenjati

Tliet kategoriji ta' valuri huma assenjati għal materjali ta' referenza bil-marka ERM:

Valuri ċertifikati jissodisfaw l-oġġetti standards għall-affidabilità. Huma traċċabbli għal referenzi ddikjarati u huma akkompanjati minn dikjarazzjoni kompatibbli u mkabbra dwar l-inċertezza GUM (ISO Gwida 98 "Gwida għall-espressjoni ta' inċertezza fil-kejl"), li hi valida għaż-żmien kollu kemm idum tajjeb l-ERM-CRM.

Valuri indikattivi mhumix iċ-ċertifikati minħabba jew inċertezza akbar minn dik meħtieġa għall-użu intenzjonat jew minħabba varjetà insuffiċjenti ta' metodi li jintużaw fil-karatterizzazzjoni. Għalhekk, l-informazzjoni mhijiex adattata għal ċertifikazzjoni fil-preċiżjoni meħtieġa għal valuri ċertifikati.

Informazzjoni addizzjonali dwar il-materjal huma valuri maħluqa waqt l-eżerċizzju taċ-ċertifikazzjoni, li normalment huma r-riżultat ta' metodu wieħed biss u jindikaw il-grad ta' qawwa, aktar milli valur preċiż.

Fil-qosor, il-valuri ċertifikati huma daww il-valuri li l-korp li jiċċertifika hu kunfidenti li jassenja bl-ikbar preċiżjoni, filwaqt li valuri indikattivi juru inċertezzji oġġetti u/jew ma jkunx fihom dikjarazzjoni sħiħa ta' traċċabilità. Din il-ġerarkija fl-affidabilità tintwera mill-fatt li valuri ċertifikati biss ikunu fuq l-ewwel paġna taċ-ċertifikat. Dan ifisser li l-valuri ċertifikati huma aktar siguri minn valuri indikattivi, li, min-naħa tagħhom, huma aktar siguri minn informazzjoni addizzjonali dwar il-materjal.

Dikjarazzjoni ta' traċċabilità metroloġika

Il-valuri ċertifikati u indikattivi jiġu b'dikjarazzjoni ta' traċċabilità. Dawn id-dikjarazzjonijiet jidentifikaw il-kejl b'mod mhux ambigwu, kif ukoll it-traċċabilità tal-valuri assenjati għal dan il-kejl (ara wkoll il-politika tal-ERM dwar it-traċċabilità fuq www.erm-crm.org). Dan l-informazzjoni tingħata f'żewġ *footnotes* fuq iċ-ċertifikati jew il-valuri indikattivi u l-kejl (ara Figuri 1 u 2). Jezistu l-alternattivi li ġejjin:

Il-kejl jista' jkun definit b'mod strutturali ("razzjonali") bħal cadmium totali jew ochratoxin A, jew definit b'mod proċedurali (empiriku), bħal fibra tad-dieta, cadmium li jista' jiġi estratt jew *impact toughness*, li huma definiti permezz ta' protokollu speċifiċi ta' kejl.

Għal kejl definit b'mod strutturali, il-prinċipji tal-ERM huma aktar stretti minn daww ta' Gwida ISO 34 u 35, u jeħtieġu d-disponibilità tar-riżultati miksuba minn mill-inqas żewġ metodi kompletament indipendenti jew il-konferma tar-riżultati minn metodi primarji tal-kejl permezz ta' metodu indipendenti biex tintwera l-assenza ta' kwalunkwe preġudizzju fil-metodu tal-valuri assenjati.

Il-valuri assenjati għall-kejl jistgħu jiġu intraċċati għall-International System of Units (SI) jew għal artefatt (skali empiriċi). Fl-ewwel każ, il-fatturi kollha tal-input jiġu kkalibrati bi standards li l-valuri tagħhom huma traċċabbli għall-SI, filwaqt li fil-każijiet tal-aħħar, jintużaw standards arbitrari għal mill-inqas pass wieħed fil-kalibrazzjoni (eż. preparazzjoni ta' referenza primarja f'kimika klinika tal-Organizzazzjoni Dinjija għas-Saħħa, *Vienna Standard Mean Ocean Water* (VSMOW) għal tibdil kimiku).

F'ċertifikati iktar bikrija tal-ERM, din l-informazzjoni kienet tingħata flimkien f'*footnote* waħda (Figura 1). Minn meta saret l-adozzjoni għal politika komuni tal-ERM dwar it-traċċabilità, din informazzjoni tingħata

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.

Figura 1: Dikjarazzjoni ta' traċċabilità ta' ERM-AD452/IFCC. Il-kejl jiġi definit b'mod proċedurali u tiġi ssoponuta kalibrazzjoni kif suppost tal-fatturi

f'żewġ *footnotes*, waħda marbuta mal-identità tal-kejl innifsu, u l-oħra tispeċifika t-traċċabilità tal-valuri assenjati lilha.

It-teħid tal-kampjun minimu

Kull materjal hu intrinsikament eteroġenu. L-ammont minimu ta' materjal li hu rappreżentattiv tal-unità sħiħa (flickun, kunjett eċċ.) hu definit bħala t-teħid tal-kampjun minimu (Figura 2). Il-valur iċċertifikat u l-

inċertezza tiegħu ma jistgħux jiġu garantiti għal sottokampjuni iżgħar mit-teħid tal-kampjun minimu.

Data ta' skadenza

Il-manifatturi ta' materjali ta' referenza jggarantixxu l-integrità tal-materjal u l-validità ta' ċertifikat għal żmien speċifikat (magħruf bħala ż-żmien kemm idum tajjeb), bil-patt li l-materjal ma jinfetħax u li jinħażen fil-kundizzjonijiet rakkomandati. Dan ma jfissirx awtomatikament li l-utent għandu jarmi l-kampjun mhux użat għadjarba ż-żmien kemm idum tajjeb ikun għadda, iżda l-manifattur ma jistax jggarantixxi aktar l-istabbiltà. L-utenti jistgħu jkomplu jużaw materjal taħt ir-responsabbiltà tagħhom stess, jekk ikollhom evidenza addizzjonali ta' stabbiltà (eż. l-ebda tiddil fiċ-ċarts tal-kontroll tal-kwalità, paragun ma' materjali oħrajn), madankollu ċ-ċertifikat tal-materjal mhux ser ikun validu.

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.		

Figura 2: Iż-żmien kemm idum tajjeb u t-teħid tal-kampjun minimu huma mmarkati bil-blu u bl-aħdar, rispettivament.

Iż-żmien kemm idum tajjeb jista' jiġi mtawwal mill-manifattur jekk informazzjoni addizzjonali dwar l-istabbiltà ssir disponibbli. Madankollu, dan jirreferi biss għal kampjuni ġodda li jkunu nxtraw, u mhux għal kampjuni li jkunu tqassmu qabel l-estensjoni taż-żmien kemm idum tajjeb originali.

Istruzzjonijiet għall-użu

L-istruzzjonijiet għall-użu jagħtu deskrizzjoni dettaljata għal kull materjal. Dawn id-deskrizzjonijiet jistgħu jirreferu għal korrezzjoni minħabba piż xott (Figura 3), il-proċedura tar-rikostituzzjoni, l-użu tal-valuri, il-ħażna tal-materjal eċċ. Jekk dawn l-istruzzjonijiet ma jiġux segwiti, il-valuri assenjati ma jkunux validi.

TEMI DWAR L-IMMANIĠĠJAR

Metodu ta' kejl li għandu jintuża

Il-metodu tal-kejl irid jiddetermina l-istess kejl kif deskritt fiċ-ċertifikat. Dan ifisser li, għal kejl definit b'mod proċedurali, il-metodu speċifikat fuq iċ-ċertifikat irid jintuża. Għal kejl definit b'mod strutturali, kwalunkwe metodu li jiddetermina dan il-kejl jista' jintuża u għandu jagħti riżultati mhux ippreġudikati.

L-istrumenti kollha jridu jkunu kkalibrati kif suppost biex jiġi żgurat li r-riżultati tal-kejl ikunu traċċabbli għall-istess referenza bħal dik tal-valur iċċertifikat. Għal riżultati li jkunu traċċabbli għal artefatt, irid jintuża standard li l-valur tiegħu jkun traċċabbli għall-istess artefatt.

Użu ta' fliexken miftuħin

Għal unitajiet li jkunu nfetħu, il-bdil jew anki d-degradazzjoni tal-materjal tista' sseħħ, u dan ma jkunx jista' jiġi kkalkulat waqt il-proċess ta' ċertifikazzjoni. Għalhekk, il-manifatturi ta' CRM ma' jistgħux jggarantixxu l-valuri assenjati ta' unitajiet miftuħa. Jithalla għall-gudizzju tal-utent dwar jekk dan materjal jistax jintuża b'mod addizzjonali jew le, u liema kundizzjonijiet tal-ħażna jew trattament huma meħtieġa. Bħala linja gwida ġenerali, il-materjali għandhom jinħażnu f'post magħluq, frisk, xott u fid-ldam. Aktar informazzjoni hi spiss disponibbli fir-rapport ta' ċertifikazzjoni, li hu disponibbli b'xejn fuq www.erm-crm.org. Fi kwalunkwe każ, materjali minn kontenituri miftuħa għandhom jintużaw kemm jista' jkun malajr wara li jinfetħu biex tiġi mminimizzata l-bidla.

Korrezzjoni minħabba l-umdità

ħafna valuri ċertifikati huma ddikjarati bħala kontenut skont il-piż xott ta' kampjun. Minħabba li riżultati minn metodi differenti (eż. forn tat-tnixxif, titrazzjoni Karl Fischer, forn tat-tnixxif *vacuum*) jistgħu jkunu differenti b'mod sinifikanti, il-proċedura għall-korrezzjoni minħabba l-umdità trid tkun iddikjarata b'mod ċar fuq iċ-ċertifikat (Figura 3) u dan il-metodu

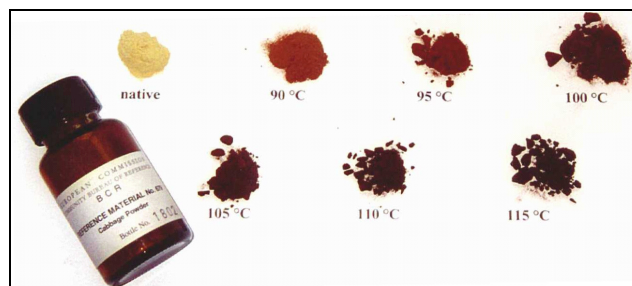


Figura 4: L-effett ta' kundizzjonijiet differenti ta' tnixxif fuq materjal ta' referenza ta' kaboċċa. Kundizzjoni ta' tnixxif speċifikata fuq iċ-ċertifikat: 16-il siegħa f'temperatura ta' 70 °C

għandu jintuża. Li tuża kundizzjonijiet differenti jista' jibdel il-materjal b'mod sinifikanti (Figura 4) u r-riżultati miksuba. Id-determinazzjoni tal-piż xott trid titwettag fuq sottokampjun separat.

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.

Figura 3: Definizzjoni ta' korrezzjoni minħabba piż xott għal ERM-CE477. Jekk jogħġbok innota t-teħid tal-kampjuni differenti rakkomandati għall-korrezzjoni minħabba piż xott u kejl iċċertifikat (f'dan il-każ butyltins), li jirriflettu l-gradji differenti ta' omogeneità għall-umdità