



UNIwersytet
Warszawski

Wzorcowanie – kalibrowanie wyposażenia. Wytwarzanie chemicznych materiałów odniesienia.

Ewa Bulska, Andrzej Gawor

Wydział Chemii, Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych
Uniwersytet Warszawski

17.12.2024 r. - Warszawa - Spotkanie Sekcji Laboratoriów Chemicznych POLLAB-CHEM/EURACHEM-PL

nr członkowski Pollab: 834

METODY DEFINITYWNE

Primary method / metoda podstawowa

Definite method / metoda definitywna (bezwzględna)

Direct primary measurement procedure / metoda podstawowa bezpośrednia

Ratio primary reference measurement procedure / metoda podstawowa ilorazowa



METODY DEFINITYWNE

„**Metody definitywne** to metody analityczne o trwałych i **dobrze poznanych podstawach teoretycznych**, przebadane doświadczalnie w celu zminimalizowania błędów systematycznych i dające wyniki charakteryzujące się wysoką precyzją”,
(PL, H. Polkowska-Motrenko)

„**Definitive methods** of chemical analysis are those that have a valid and **well described theoretical foundation**, have been experimentally evaluated so that reported results have negligible systematic errors, and have high levels of precision”
Uriano i Gravatt (1977)



METODY DEFINITYWNE

„**Metoda definitywna** to metoda o wyjątkowym statusie naukowym, która dostarcza wyniki pomiaru danej właściwości o dokładności wystarczającej do certyfikacji materiału odniesienia. Metoda taka musi posiadać **dobrze poznane podstawy teoretyczne** i charakteryzować się wielkością błędu systematycznego na tyle małą, że nie ma ona wpływu na planowane zastosowanie metody

IUPAC (1995)



INTERNATIONAL UNION OF
PURE AND APPLIED CHEMISTRY

METODY DEFINITYWNE

„*Metoda definitywna* to metoda

Wyniki muszą być odnoszone bezpośrednio do podstawowych jednostek miar lub pośrednio na **podstawie teorii** poprzez zastosowanie odpowiednich **równań matematycznych**. Metody definitywne wraz z certyfikowanymi materiałami odniesienia mają podstawowe znaczenie dla przenoszenia dokładności, a więc realizacji spójności pomiarowej”



IUPAC (1995)



INTERNATIONAL UNION OF
PURE AND APPLIED CHEMISTRY

„**Podstawowa pomiarowa procedura odniesienia** to metoda o najwyższej jakości metrologicznej, oparta na **teorii opisanej matematycznie**, całkowicie zrozumiała, wynikom której można przypisać niepewność wyrażoną w jednostkach SI.

Podstawowa pomiarowa procedura odniesienia bezpośrednia nie odwołuje się do wzorców mierzonej wielkości, natomiast procedura **ilorazowa** mierzy wartość stosunku nieznannej wielkości do wzorca tej samej wielkości, przy czym w całości musi być ona opisana matematycznie”

BIPM (1998)



metoda podstawowa/pierwotna musi spełniać szereg kryteriów:
aby była...

- jednoznacznie opisana teoretycznie za pomocą równania matematycznego
- powiązana z jednostkami układu SI
- **aby** wartość wielkości mierzonej **była** wyznaczana na podstawie równania definicyjnego tej wielkości.

Komitet doradczy ds. liczności materii (CCQM)



METODY PODSTAWOWE-PIERWOTNE

Podstawowe/pierwotne metody pomiarowe (**PMM**) są często wykorzystywane:

- *w procesie przygotowywania wzorców chemicznych*
- *w certyfikacji materiałów odniesienia*

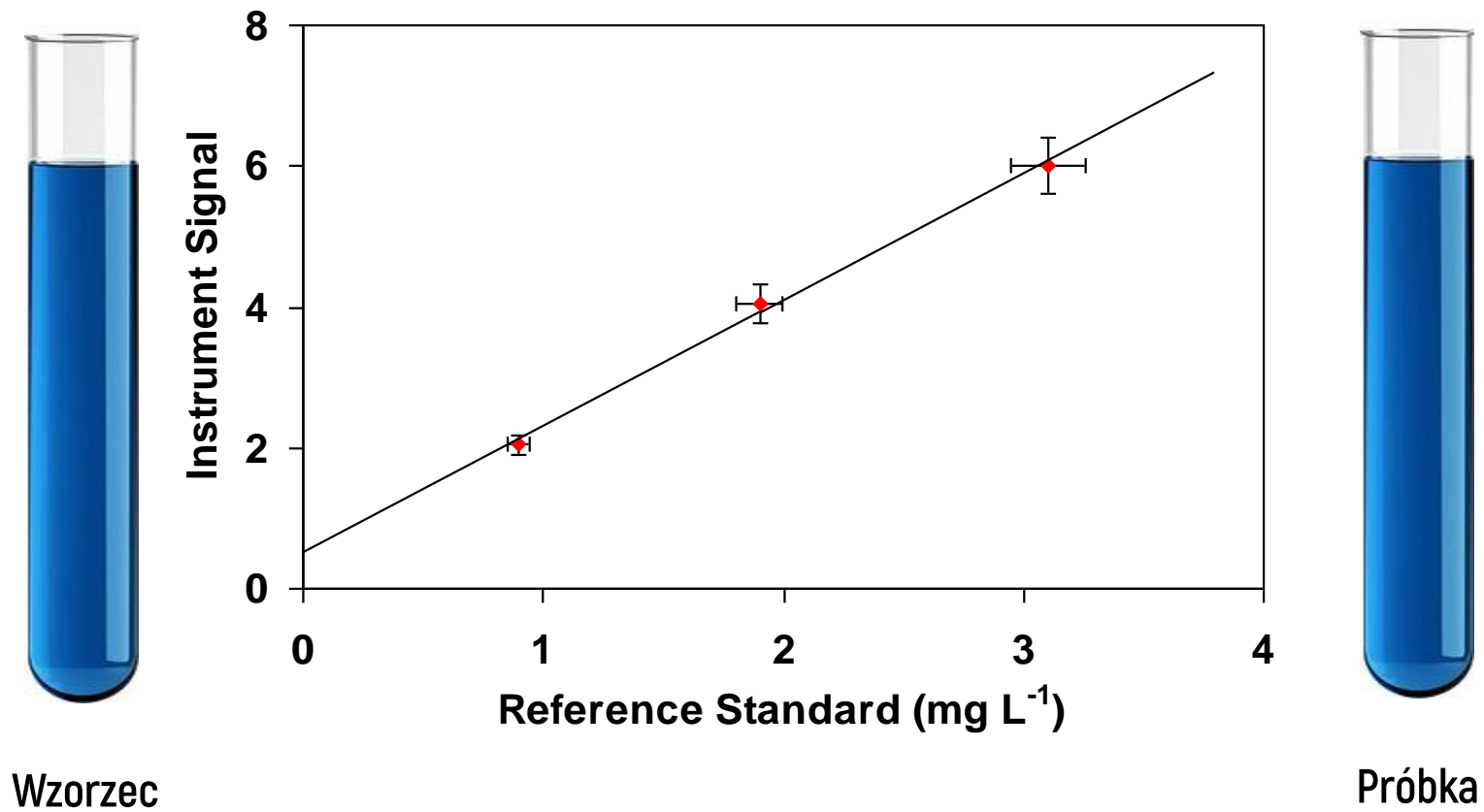
WARTO STOSOWAĆ PMM:

- metody wagowe;
- metody kulometryczne;
- instrumentalna neutronowa analiza aktywacja;
- technika rozcieńczeń izotopowych spektrometrii mas.



SYSTEM ZAPEWNIANIA JAKOŚCI POMIARÓW CHEMICZNYCH

Kalibrowanie / wzorcowanie





2.39 (6.11) wzorcowanie kalibracja

działanie, które w określonych warunkach, w pierwszym kroku ustala zależność pomiędzy odwzorowywanymi przez **wzorzec pomiarowy wartościami wielkości** wraz z ich **niepewnościami pomiaru**, a odpowiadającymi im **wskazaniami** wraz z ich niepewnościami, a w drugim kroku wykorzystuje tę informację do ustalenia zależności pozwalającej uzyskać **wynik pomiaru** na podstawie wskazania

UWAGA 1 Efektem wzorcowania może być protokół, funkcja wzorcowania, **wykres wzorowania**, **krzywa wzorcowania**, albo tablica wzorcowania. W niektórych przypadkach może ona składać się z poprawek lub mnożników **poprawkowych** wskazania wraz z towarzyszącą niepewnością.

UWAGA 2 Wzorcowania nie należy mylić z **adiustacją układu pomiarowego**, często mylnie nazywaną „samowzorcowaniem”, ani z **weryfikacją** wzorcowania.

UWAGA 3 Często za wzorcowanie uważany jest sam pierwszy krok wspomniany w powyższej definicji.



PRZEWODNIK

ICS 01.040.17; 17.020

PKN-ISO/IEC Guide 99

kwiecień 2010

Wprowadza
ISO/IEC Guide 99:2007, IDT

Międzynarodowy słownik metrologii
Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy
z nimi związane (VIM)

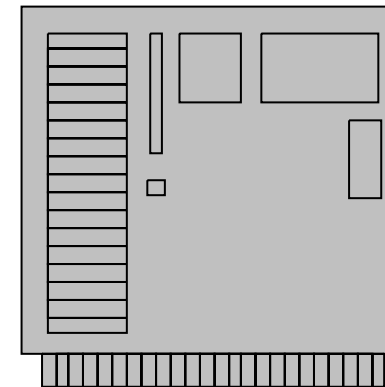
Wzorcowanie *versus* kalibrowanie
np. wzorcowanie pehametrów

Dylematy laboratoriów badawczych

- przyrządy pomiarowe wzorcowane przez laboratoria wzorcujące
- przyrządy pomiarowe wzorcowanie / kalibrowane w laboratorium za pomocą wzorców chemicznych (np. roztwór zawierający Cu, Ni i Mn), materiałów odniesienia
- przyrządy pomiarowe wymagające sprawdzania bieżącego

Wzorcowanie *versus* kalibrowanie
np. wzorcowanie pehametrów

orkiestra < == > laboratorium

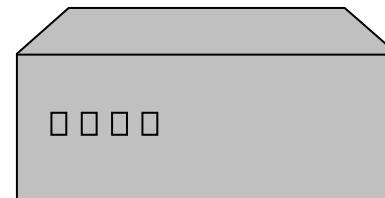
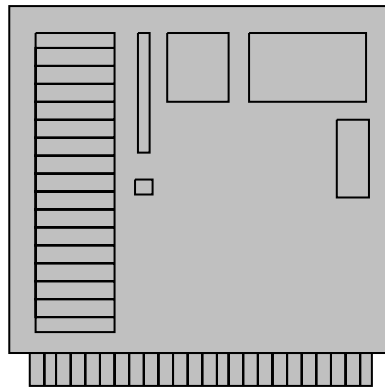


Wzorcowanie *versus* kalibrowanie np. wzorcowanie pehametrów

pehametr (pomiar elektryczny) : wzorcowanie zewnętrzne
1 – 2 lata

pehametr z elektrodą (pomiar pH) : kalibrowanie w laboratorium
na bieżąco (materiał odniesienia pH)

pehametr z elektrodą (pomiar pH) : sprawdzanie w laboratorium
okresowo (materiał odniesienia pH)



WYZWANIE : dobór wzorców/CRM'ów

Niezbędną częścią większości procedur analitycznych jest etap

wzorcowania/kalibrowania:

czyli ustalanie zależności pomiędzy odpowiedzią układu pomiarowego (sygnał analityczny) a stężeniem analitu.

Konieczne:

- wzorce chemiczne (czyste substancje);
- matrycowe materiały odniesienia.



ISTOTNA RÓŻNICA POMIĘDZY „ODNIESIENIEM” W POMIARACH FIZYCZNYCH I CHEMICZNYCH

Pomiary fizyczne i fizykochemiczne

„Odniesienie” jest z góry ustalone,

np. metr przy pomiarach długości, kilogram przy ważeniu itp., wykonawca pomiaru nie dokonuje (i nie może dokonywać) wyboru

Pomiary chemiczne

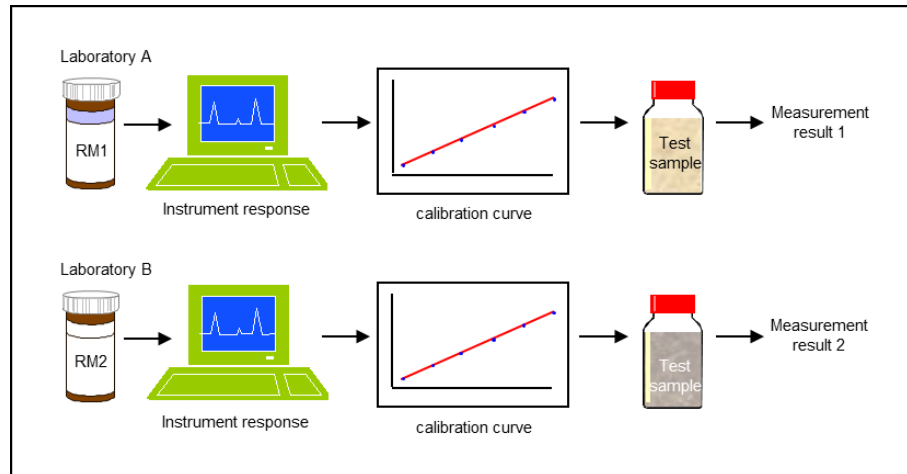
Analityk musi zidentyfikować materiał (materiały) odniesienia odpowiednie do wykonywanych analiz.

Wybór odniesienia jest zawsze decyzją analityka, może nie być najwłaściwszy.

Odpowiedni materiał odniesienia nie zawsze jest osiągalny.

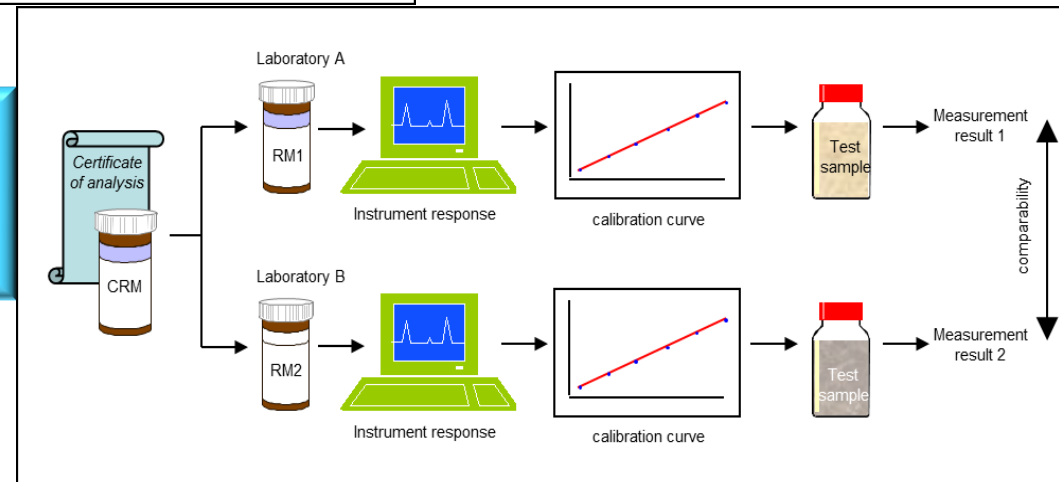
SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

POSZUKIWANIE WSPÓLNEGO PUNKTU ODNIESIENIA



Każde laboratorium tworzy
własną skalę pomiarową

Wszystkie laboratoria
odwołują się do
wspólnego odniesienia



SYSTEM ZAPEWNIANIA JAKOŚCI POMIARÓW CHEMICZNYCH

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

2.41 (6.10)

spójność pomiarowa

powiązanie z wzorcami pomiarowymi

właściwość **wyniku pomiaru**, przy której wynik może być związany z odniesieniem poprzez udokumentowany, nieprzerwany łańcuch **wzorcowań**, z których każde wnosi swój udział do **niepewności pomiaru**

2.42

łańcuch spójności pomiarowej

łańcuch spójności

ciąg **wzorców pomiarowych i wzorcowań** użytych do stworzenia połączenia **wyniku pomiaru z odniesieniem**



PKN
POLSKI KOMITET
NORMALIZACYJNY

PRZEWODNIK

ICS 01.040.17; 17.020

PKN-ISO/IEC Guide 99

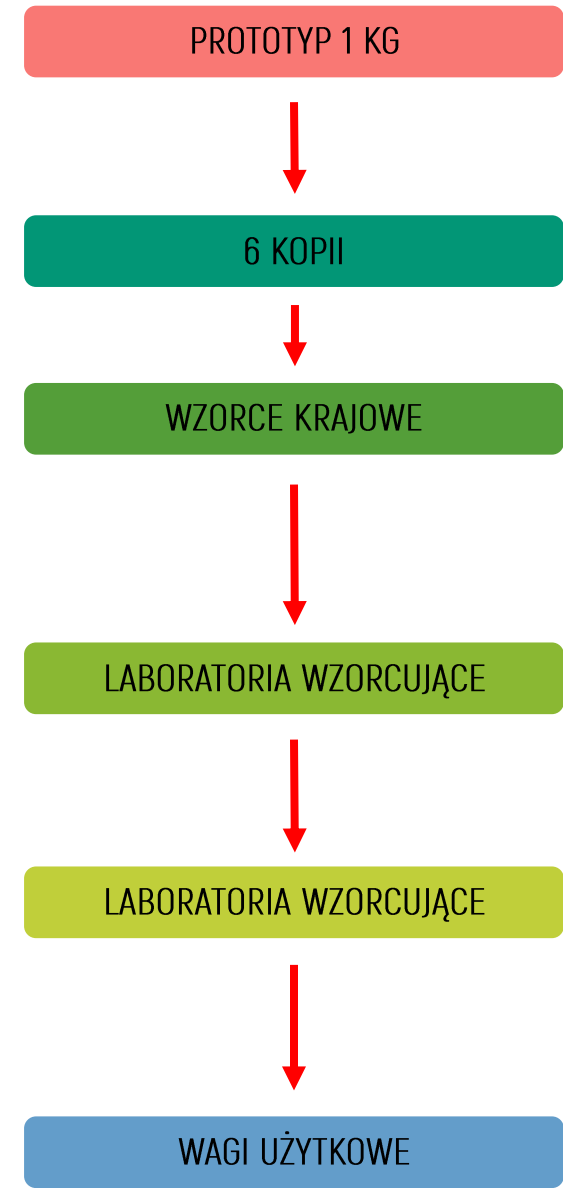
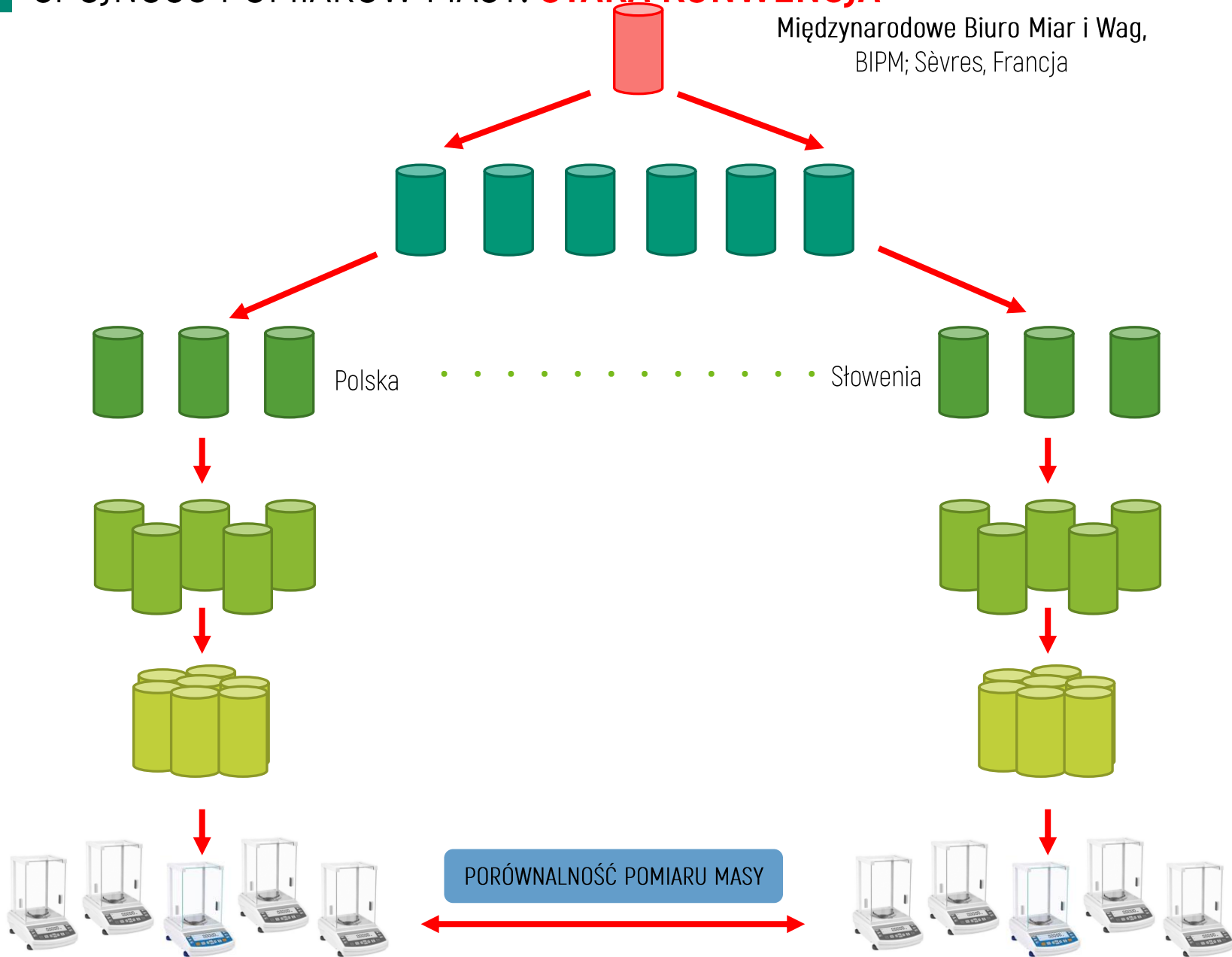
kwiecień 2010

Wprowadza
ISO/IEC Guide 99:2007, IDT

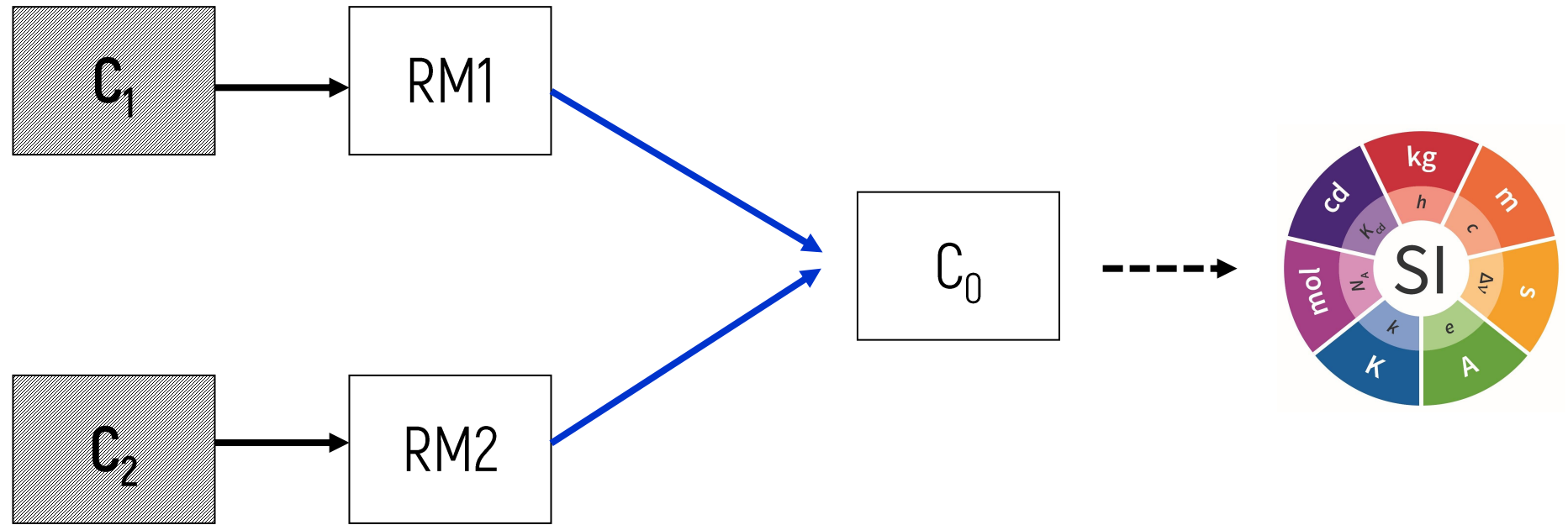
Międzynarodowy słownik metrologii
Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy
z nimi związane (VIM)

SPÓJNOŚĆ POMIARÓW MASY: STARA KONWENCJA

Międzynarodowe Biuro Miar i Wag,
BIPM; Sèvres, Francja



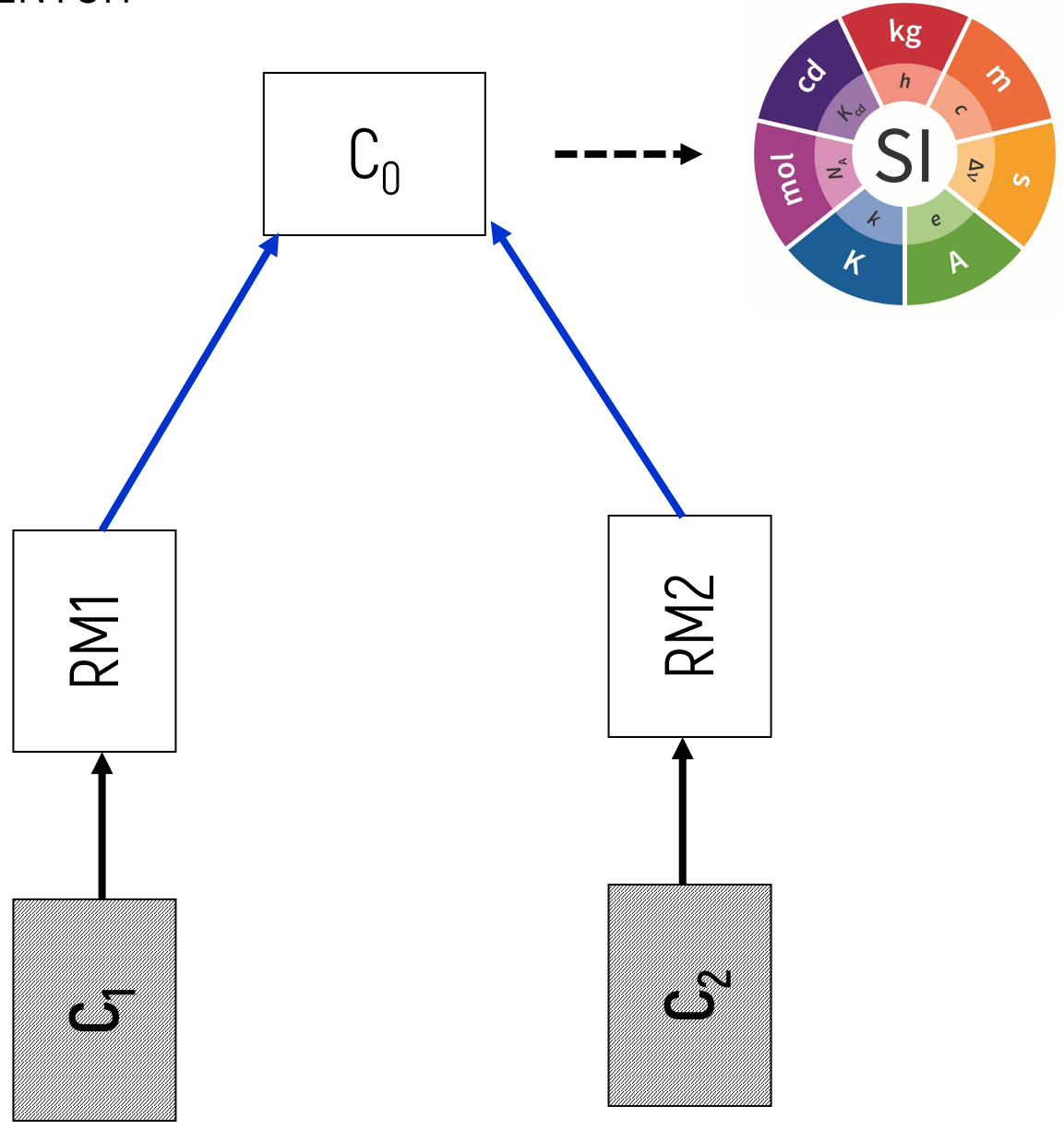
SPÓJNOŚĆ POMIARÓW CHEMICZNYCH



Czy C_1 & C_2 są porównywalne?

Tak, poprzez wspólny wzorzec odniesienia

SPÓJNOŚĆ POMIARÓW CHEMICZNYCH



REDEFINICJA SI: WZORZEC KILOGRAMA

Nowe definicje jednostek miar obowiązują od maja 2019 roku.



Gruntowna „rewolucja” objęła cztery jednostki miar: kilogram, amper, mol i kelwin.

Nowe brzmienie definicji zostało ostatecznie sformułowane i zatwierdzone podczas XXVI Generalnej Konferencji Miar, która odbyła się w dniach 13-16 listopada 2018 roku.

REDEFINICJA SI: WZORZEC KILOGRAMA

Stara definicja:

Jednostka masy, która jest równa masie międzynarodowego prototypu kilograma przechowywanego w Międzynarodowym Biurze Miar w Sèvres.

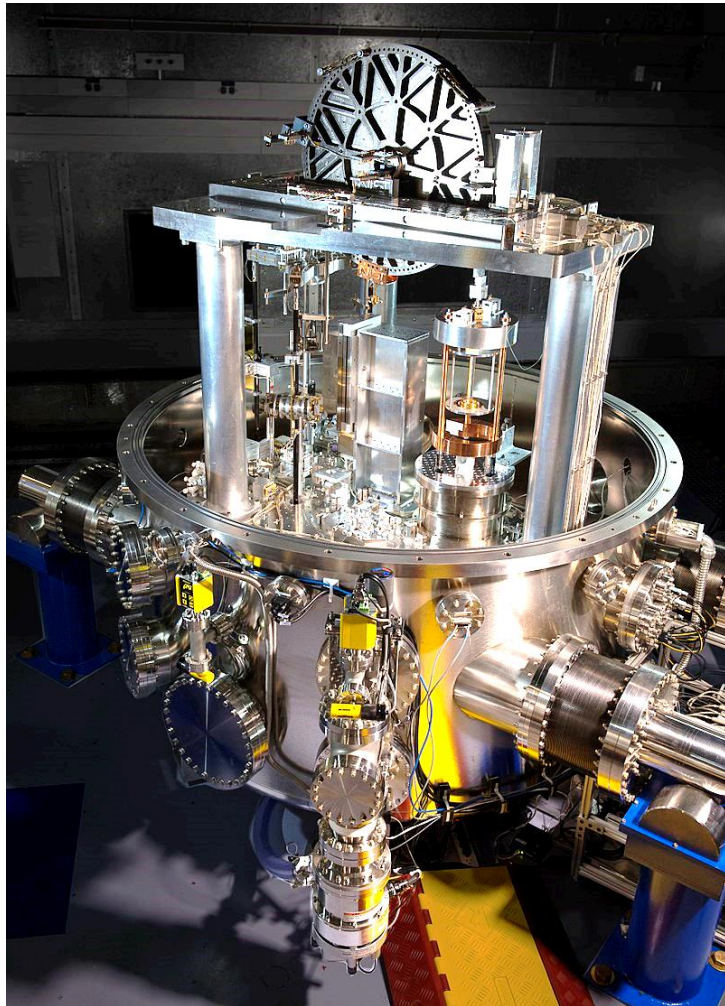
Nowa definicja:

Kilogram, oznaczenie kg, jest to jednostka masy w SI. Jest ona zdefiniowana poprzez przyjęcie ustalonej wartości liczbowej stałej Plancka h , wynoszącej $6,62607015 \cdot 10^{-34}$, wyrażonej w jednostce J·s, która jest równa $\text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, przy czym metr i sekunda zdefiniowane są za pomocą c i $\Delta\nu_{\text{CS}}$.

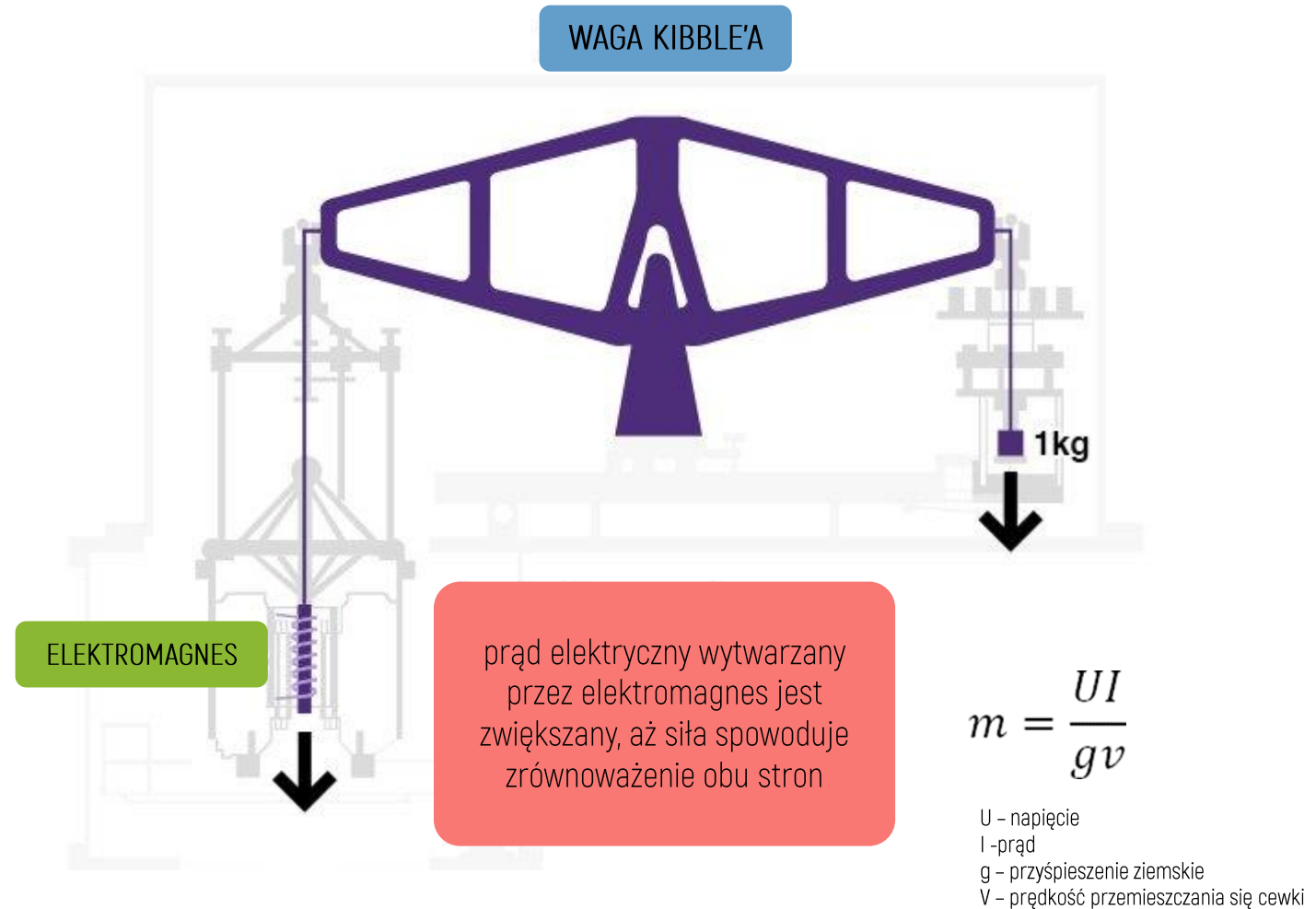


masa → kilogram → kg

REDEFINICJA SI: WZORZEC KILOGRAMA



The Kibble Balance, NIST-4
The National Institute
of Standards and Technology (NIST)



Wzorzec masy jest zdefiniowany z wykorzystaniem "stałej Plancka".
Wykorzystuje się tzw. wagę prądową, której pomysłodawcą był **dr Bryan Kibble**,
a która potocznie nazywana jest **wagą Watta**.

REALIZACJA SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ W POMIARACH CHEMICZNYCH

- ❑ **Czyste wzorce kalibracyjne**
(roztwór wzorcowy Pb do pomiarów AAS)
- ❑ **Czyste substancje wzorcowe**
(wysokiej czystości Cu do przygotowania roztworów matrycowych)
- ❑ **Matrycowe substancje odniesienia (C)RM**
(cholesterol w surowicy krwi)



SPÓJNOŚĆ POMIARÓW CHEMICZNYCH

Przygotowanie próbki

- Ważenie, m
- Ekstrakcja, R
- Przygotowanie roztworów, $V_{\text{NO}_3^-}$
- Rozcieńczanie próbki, f_{di}

Pomiar instrumentalny,
 $A_{\text{NO}_3^-}$

Obliczanie wyników, $Q_{\text{NO}_3^-}$

Przygotowanie roztworów
wzorcowych, C_{st}

Pomiar instrumentalny, A_{st}

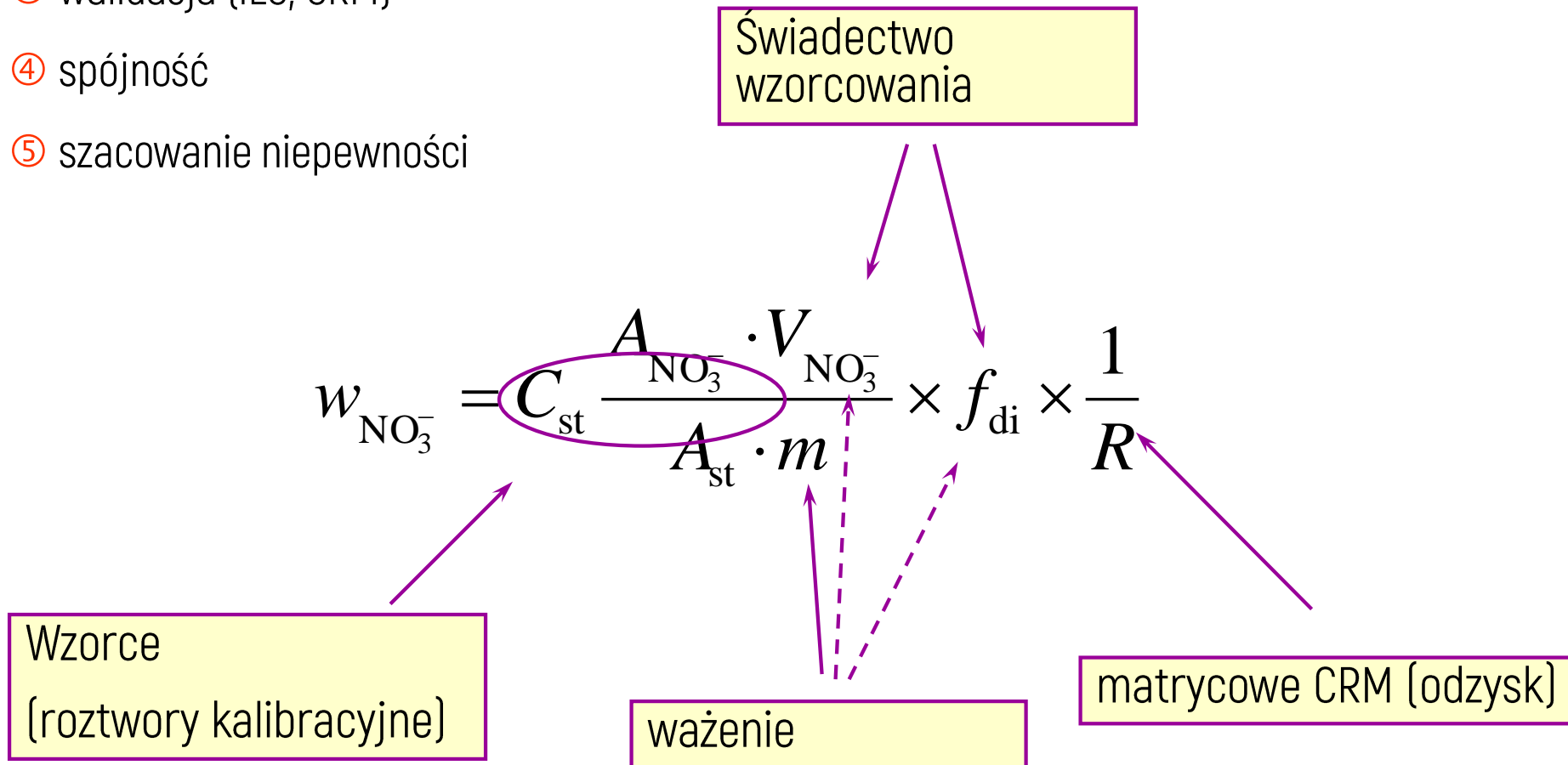
Oznaczanie azotanów(V)
w materiale roślinnym za pomocą
chromatografii jonowej



SPÓJNOŚĆ POMIARÓW CHEMICZNYCH

WYKAZANIE SPÓJNOŚCI

- ① wartość mierzona: zawartość azotanów w materiale roślinnym
- ② równanie modelowe
- ③ walidacja (ILC, CRM)
- ④ spójność
- ⑤ szacowanie niepewności



Rośliny: ustanawianie wartości odniesienia dla CRM

CRM dostępne handlowo:

BCR 670 Aquatic Plant

CTA-OTL-1 Oriental Tobacco leaves

INCT-TL-Tea Leaves

INCT-MPH-2 Mixed Polish Herbs

Certyfikacja zawartości wybranych lantanowców:

Techniki : NAA / IC UV-Vis

Brak wartości odniesienia : Pr, Nd, Gd, Dy, Ho, Er and Tm

(głównie z powodu małych zawartości < DL dla IC UV-Vis)



NAA + ICP-MS : wyznaczenie wartości orientacyjnych
(*TRV - tentative recommended values*)

*Bulska E., Danko B., Dybczyński R., Krata A., Kulisa K., Samczynski Z., Wojciechowski M.,
„ICPMS in comparison with NAA and IC UV/VIS for the determination of lanthanides in plant materials”.
Talanta (2012)*

Rośliny: ustanawianie wartości odniesienia dla CRM

TRVs => CRV

INCT TL-1. Tea Leaves. ng g ⁻¹			
La	1000 ± 70	995 ± 26	936 ± 47
Ce	790 ± 76	783 ± 11	741 ± 23
Pr	---	192 ± 6	186 ± 12
Nd	810	783 ± 12	785 ± 34
Sm	177 ± 22	172 ± 16	174 ± 19
Eu	49,9 ± 9,4	51 ± 4	47,4 ± 6,5
Gd	---	185 ± 14	183 ± 21
Tb	26,5 ± 2,4	24,7 ± 0,9	23,1 ± 1,5
Dy	---	156 ± 5	159 ± 10
Ho	---	29 ± 2	27.6 ± 5.6
Er	---	91 ± 3	89 ± 8.5
Tm	17	17,5 ± 1,8	18,6 ± 2,4
Yb	118 ± 19	112 ± 8	106 ± 9
Lu	16,8 ± 2,4	15,2 ± 1,4	15,6 ± 1,9



NAA

ICP-MS

Kolekcja CRM GUM, Refmat, UW



BHH
HUTA BAILDON
40-952 Katowice, ul. Żelazna 9
Hutniczy Zakład Wytwarzania-Doświadczalnia
MIKROHUTA

INSTITUT METALURGI ŻELAZA
44-100 Gliwice, ul. K. Miarki 12/14
Zakład Chemii i Ochrony Środowiska

ŚWIADECTWO
ANALIZY PODSTAWOWEGO WZORCA SPEKTRALNEGO STALI
GATUNEK H18NI0MT
MW - 34

WYNIKI ANALIZ CHEMICZNYCH

Laboratoryjny	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	W	Mo	Ti
1	0.11	1.00	0.01	0.003	0.011	20.76	0.18	0.48	1.00	0.48
2	0.14	1.73	0.02	0.016	0.014	20.83	0.14	0.50	1.53	0.50
3	0.11	1.70	0.03	0.013	0.015	20.84	0.11	0.49	-	0.50
4	0.10	1.74	0.01	0.020	0.012	20.85	0.10	0.48	1.59	0.49
5	0.10	1.75	0.02	0.010	0.012	20.84	0.06	0.51	1.56	-
6	0.11	1.73	0.08	0.017	0.012	20.88	0.12	0.50	1.82	0.48
7	0.11	1.69	0.08	0.013	0.011	20.70	0.16	0.46	1.52	0.47
7	0.11	1.72	0.02	0.016	0.012	20.82	0.08	0.49	1.57	0.49
Δ	0.005	0.02	0.01	0.0015	0.0015	0.06	0.06	0.02	0.04	0.01

Δ - przedział ufności obliczony dla prawdopodobieństwa 95 %

Analizy chemiczne wykonały laboratoria chemiczne następujących Instytutów:

- Instytut Metalurgii Żelaza, Zakład Chemii i Ochrony Środowiska - Gliwice
- Huta Baildon, Zakład Badawczy - Katowice
- HZWD Mikrohuta, Laboratorium Chemiczne - Strzemieszyce
- Huta Malapanew, Laboratorium Chemiczne - Ozimek k/Opola
- Huta Stalowa Wola, Laboratorium Chemiczne - Stalowa Wola
- Huta Batory, Laboratorium Chemiczne - Chorzów Batory
- Huta im. M. Nowotki, Centralne Laboratorium Chemiczne - Ostrowiec Świętokrzyski

Zakład Doświadczalny "Chemipan"
Instytutu Chemii Fizycznej i Instytutu
Chemii Organicznej Polskiej Akademii Nauk
w Warszawie

ŚWIADECTWO WZORCA DO CHROMATOGRAFII GAZOWEJ
METYLOETYLKETON
 $CH_3CCH_2CH_3$

Seria I/1989
Czerwiec Czystość: 99,9% w/w ± 0,02%
okres ważności: 2 lata dla p=95%

Czystość próbki wzorca z niniejszej serii została określona metodą chromatografii gazowej w następujących warunkach
KOLUMNA 3mx3mm, 10% (Carbowax 20M+4% KOH)
na Chromosorbie W
TEMPERATURA kolumna - 60°C
dozownik - 160°C
detektor - 160°C

PRZEPŁYW GAZU azot, 15 ml/min
NOSNEGO
DETEKTOR płomieniowo-jonizacyjny
Zawartość ampułki służy do jednorazowego użytku

Kierownik Laboratorium
Analitycznego
dr Maria Pietrzyk



PRODUKCJA CRM – ZREALIZOWANE PROJEKTY



Project

ALCOREF - Certified forensic alcohol reference materials



Opracowanie na potrzeby wymiaru sprawiedliwości wzorców nowych substancji psychoaktywnych oraz szybkich testów do ich wykrywania



**CENTRALNE LABORATORIUM
KRYMINALISTYCZNE POLICJI**



Partnerzy w konsorcjum:

TUBITAK - NMI / Turcja (koordynator),
NTUA - Politechnika Ateńska / Grecja,
MoE - NMI / Serbia,
IMBiH - NMI / Bośnia i Hercegowina,
IJS - DI / Słowenia,
BAM - DI / Niemcy,
GUM - NMI / Polska
CNBCh - Uniwersytet Warszawski / Polska,
SYKE - DI / Finlandia.



PRODUKCJA

CERTYFIKOWANYCH MATERIAŁÓW ODNIESIENIA

Całościowy proces obejmujący:

- prawidłowe przygotowanie materiału,
- wykazanie jego **jednorodności** i **trwałości**
- charakterystykę **dokładności** i **spójności pomiarowej** w którym, **wszystkie składowe budżetu niepewności** "próbki dostarczonej do użytkownika" powinny być odpowiednio wyznaczone zgodnie z Przewodnikiem ISO Niepewność Pomiarów (GUM)



PRODUKCJA CRM



pkn
POLSKI KOMITET
NORMALIZACYJNY

POLSKA NORMA
ICS 03.120.20

PN-EN ISO 17034

Wprowadza
EN ISO 17034:2016, IDT
ISO 17034:2016, IDT

Zastępuje
-

Ogólne wymagania dotyczące kompetencji
producentów materiałów odniesienia

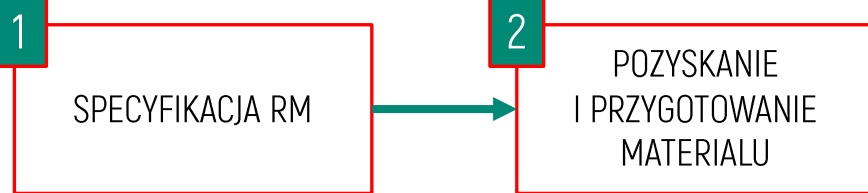
1

SPECYFIKACJA RM

- Zdobyć materiał wyjściowy o wymaganych właściwościach w odpowiedniej ilości.
- Zaplanowanie wielkości jednostki RM odpowiedniej do przeprowadzenia pomiaru.
- Określenie liczby jednostek potrzebnych do dystrybucji, badań jednorodności, stabilności i charakterystyki RM.

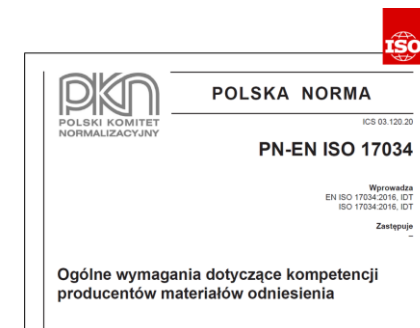


PRODUKCJA CRM

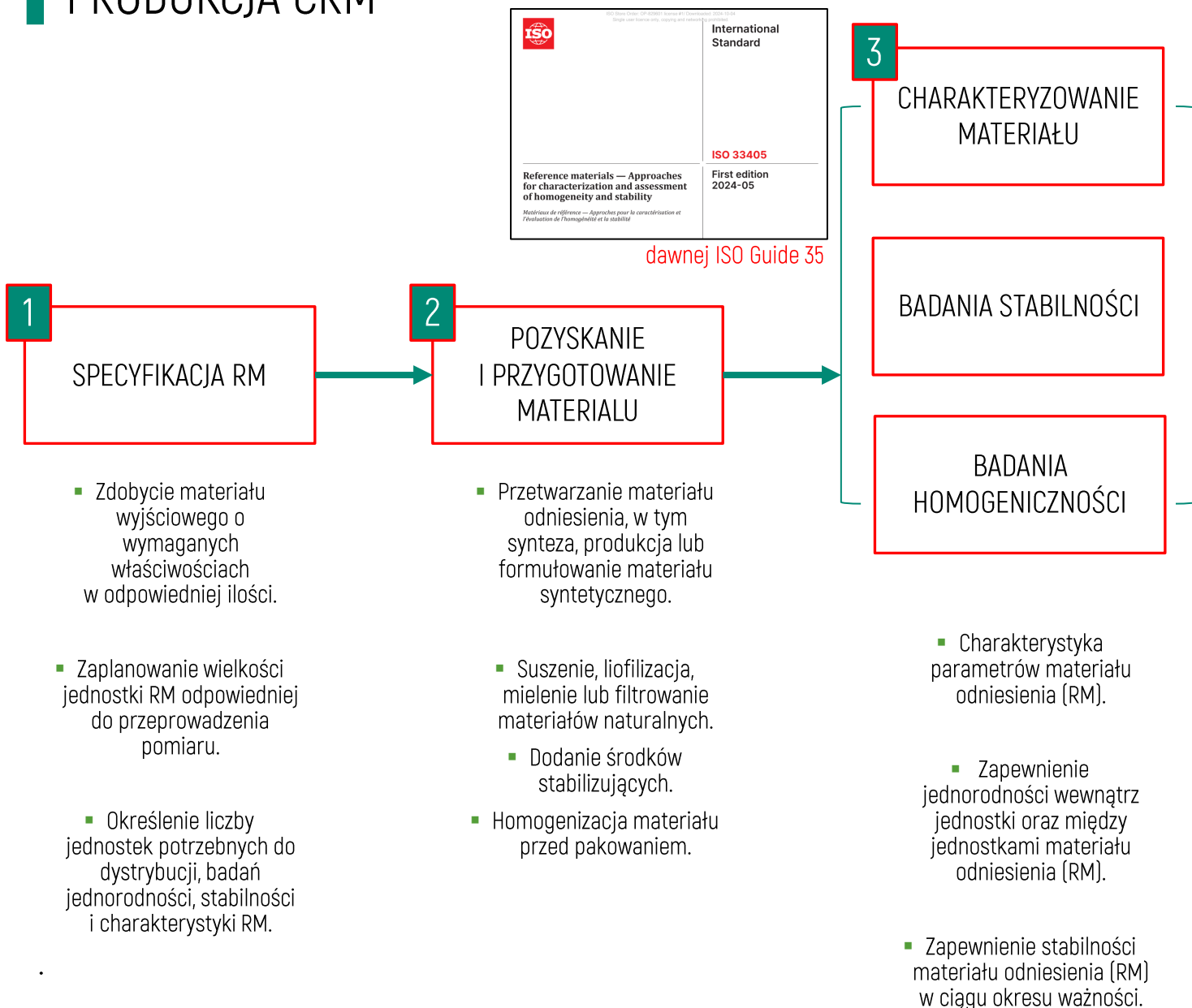


- Zdobycie materiału wyjściowego o wymaganych właściwościach w odpowiedniej ilości.
- Zaplanowanie wielkości jednostki RM odpowiedniej do przeprowadzenia pomiaru.
- Określenie liczby jednostek potrzebnych do dystrybucji, badań jednorodności, stabilności i charakterystyki RM.

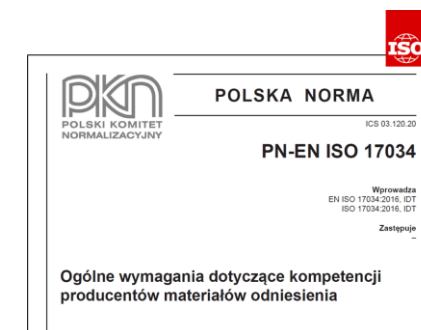
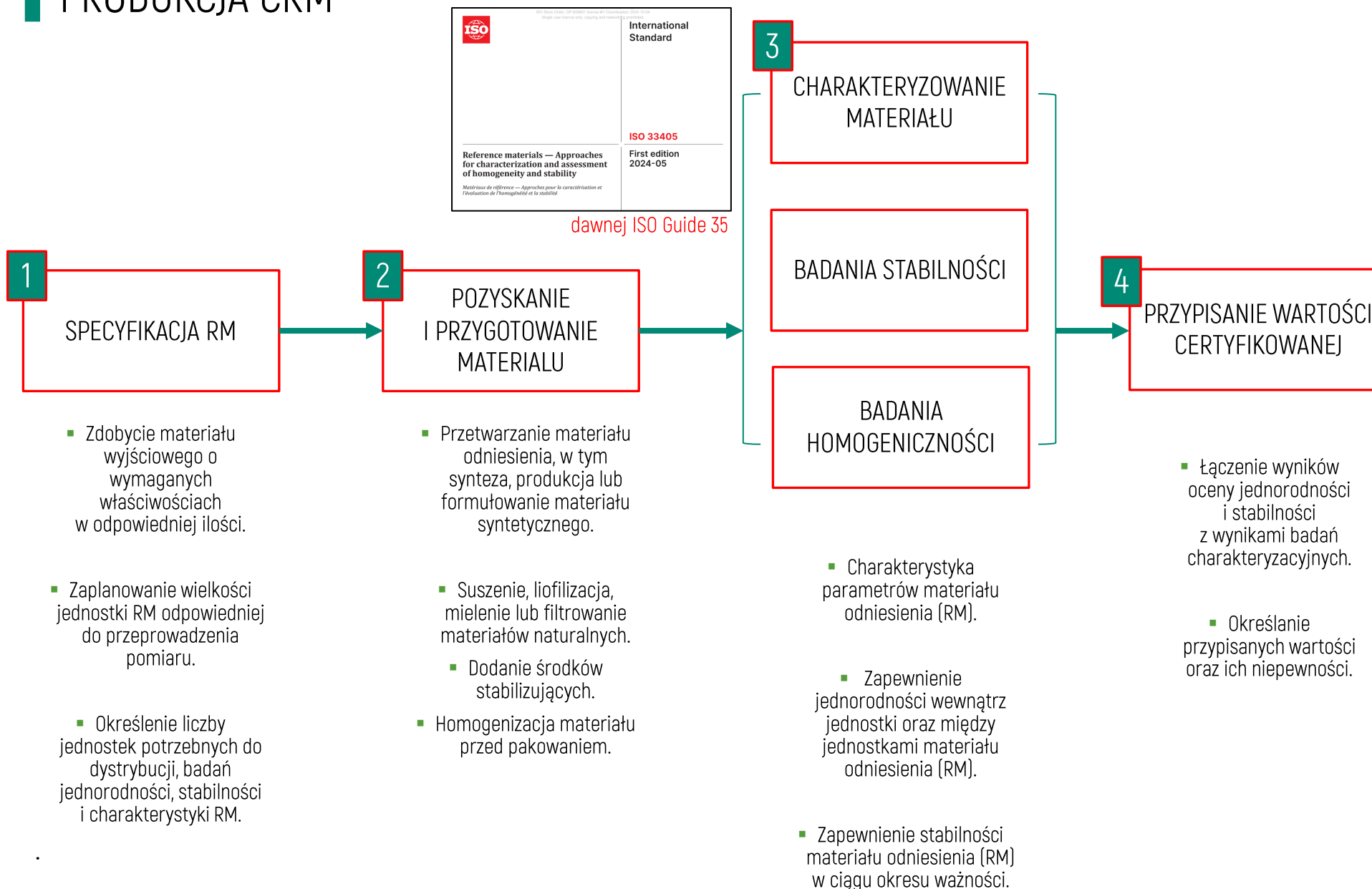
- Przetwarzanie materiału odniesienia, w tym synteza, produkcja lub formułowanie materiału syntetycznego.
- Suszenie, liofilizacja, mielenie lub filtrowanie materiałów naturalnych.
- Dodanie środków stabilizujących.
- Homogenizacja materiału przed pakowaniem.



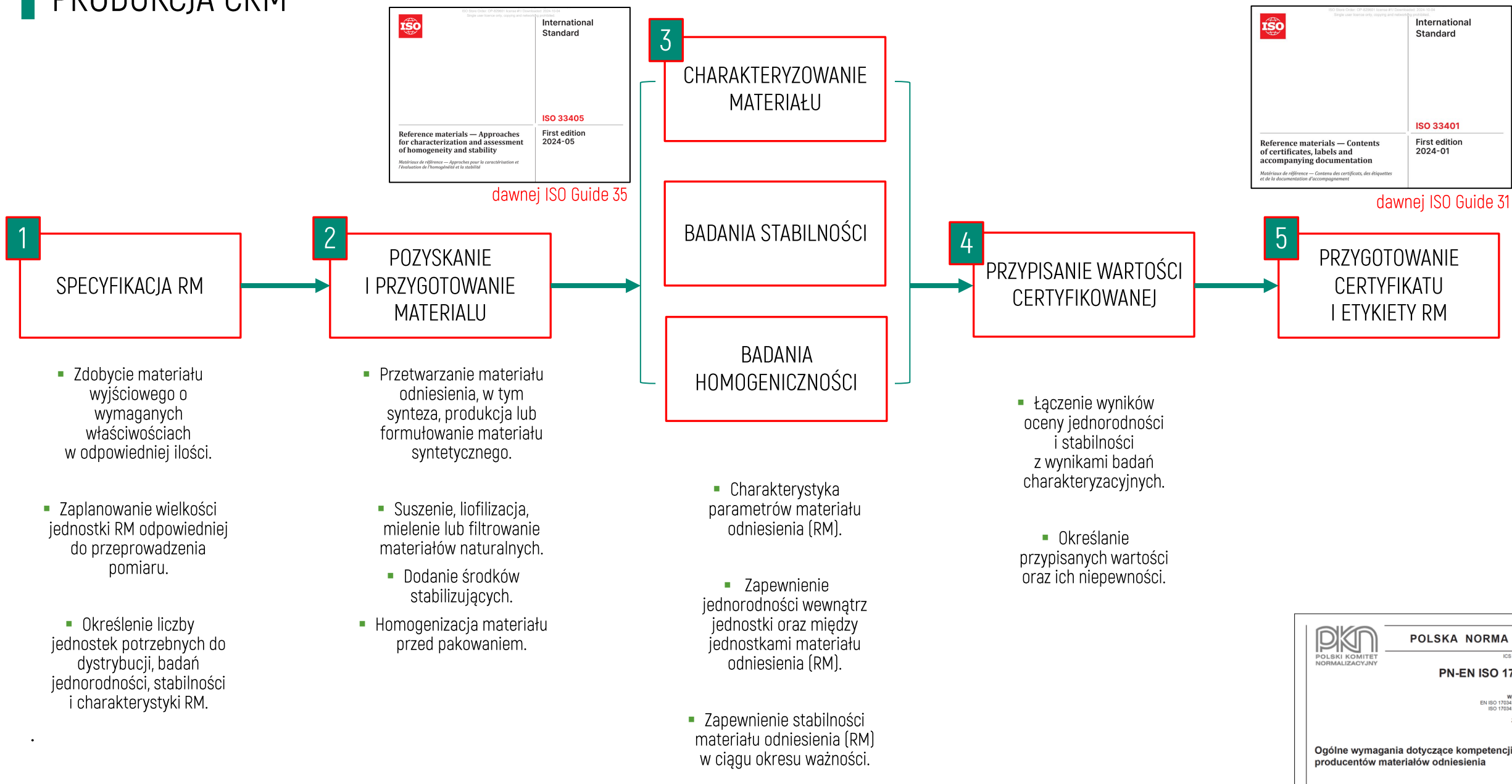
PRODUKCJA CRM



PRODUKCJA CRM



PRODUKCJA CRM



5.14 (6.14)

certyfikowany materiał odniesienia **CRM**

materiał odniesienia, któremu towarzyszy dokumentacja wystawiona przez miarodajną instytucję i podająca jedną lub więcej wartości określonej właściwości wraz ze związanymi z nimi niepewnościami i spójnością, przy użyciu zwalidowanych procedur

PRZYKŁAD Surowica ludzka o przyporządkowanej **wartości** stężenia cholesterolu i związanej z tą wartością **niepewności pomiaru** zapisanej w towarzyszącym certyfikacie, użyta jako **kalibrator** lub materiał do kontroli **poprawności pomiaru**.

UWAGA 1 'Dokumentacja' dana jest w postaci 'certyfikatu' (patrz ISO Guide 31:2000).

UWAGA 2 Procedury wytwarzania i certyfikacji certyfikowanych materiałów odniesienia dane są podane, np. w ISO Guide 34 i ISO Guide 35.

UWAGA 3 W niniejszej definicji, „niepewność” oznacza zarówno ‘niepewność pomiaru’, jak i ‘niepewność związaną z wartością **cechy nominalnej**’, taką jaka dotyczy identyczności i kolejności. „Spójność” oznacza zarówno ‘**spójność pomiarową** wartości wielkości’, jak i ‘spójność wartości cechy nominalnej’.



POLSKI KOMITET
NORMALIZACYJNY

PRZEWODNIK

ICS 01.040.17: 17.020

PKN-ISO/IEC Guide 99

kwiecień 2010

Wprowadza
ISO/IEC Guide 99:2007, IDT

Międzynarodowy słownik metrologii
Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy
z nimi związane (VIM)

3.2

certyfikowany materiał odniesienia

CRM

materiał odniesienia o jednej lub wielu określonych właściwościach scharakteryzowanych przez metrologicznie poprawną procedurę, któremu towarzyszy certyfikat podający wartość określonej właściwości, związaną z nią niepewność oraz stwierdzenie o spójności pomiarowej

Uwaga 1 do hasła: Pojęcie wartość obejmuje właściwość nominalną czyli cechę jakościową, taką jak tożsamość lub sekwencja. Niepewność dla takiej cechy może być wyrażana jako prawdopodobieństwo^{N1)} lub poziom ufności.

Uwaga 2 do hasła: Metrologicznie poprawne procedury dla produkcji i certyfikacji materiałów odniesienia wymienione są między innymi w ISO Guide 35.

Uwaga 3 do hasła: W ISO Guide 31 podano wytyczne dotyczące zawartości certyfikatów materiałów odniesienia.

Uwaga 4 do hasła: ISO/IEC Guide 99:2007 zawiera analogiczną definicję.



3.3

materiał odniesienia

RM

materiał dostatecznie jednorodny i stabilny, w zakresie jednej lub wielu określonych właściwości, który przyjęto jako odpowiedni do jego zamierzonego wykorzystania w procesie pomiarowym

Uwaga 1 do hasła: Materiał odniesienia jest terminem ogólnym.

Uwaga 2 do hasła: Właściwości mogą być ilościowe lub jakościowe, np. tożsamość substancji lub związków.

Uwaga 3 do hasła: Zastosowania mogą obejmować wzorcowanie systemu pomiarowego, ocenę procedury pomiarowej, przypisanie wartości do innych materiałów oraz kontrolę jakości.

Uwaga 4 do hasła: ISO/IEC Guide 99:2007 ma analogiczną definicję, ale termin „pomiar” ogranicza do wartości ilościowych. Jednak Uwaga 3 do tej definicji w ISO/IEC Guide 99:2007 obejmuje w szczególności właściwości jakościowe, zwane „cechami nominalnymi”.



POLSKA NORMA

ICS 03.120.20

PN-EN ISO 17034

Wprowadza
EN ISO 17034:2016, IDT
ISO 17034:2016, IDT

Zastępuje
_

**Ogólne wymagania dotyczące kompetencji
producentów materiałów odniesienia**

OCENA ISTOTNOŚCI METROLOGICZNEJ PARAMETRÓW SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ

- zgodna matryca i zgodny poziom zawartości
- oczekiwana niepewność wyniku
- udział U w budżecie niepewności
- spójność pomiarowa wartości
certyfikowanych CRM
- udokumentowane kompetencje producenta
CRM
- cena



SYSTEM ZAPEWNIANIA JAKOŚCI POMIARÓW CHEMICZNYCH

W pomiarach chemicznych **RM** oraz **CRM** pełnią rolę podobną do **wzorców jednostek międzynarodowego układu miar**.

Umożliwiają przeniesienie wartości danej właściwości (np. zawartości pierwiastka w danej matrycy) pomiędzy różnymi laboratoriami i niezależne odtworzenie jej w różnych ośrodkach.

Stosowanie CRM to narzędzie:

- oceny nowych metod analitycznych;
- porównywanie różnych metod;
- porównywanie kompetencji laboratoriów;
- sprawdzenie kompetencji laboratoriów.



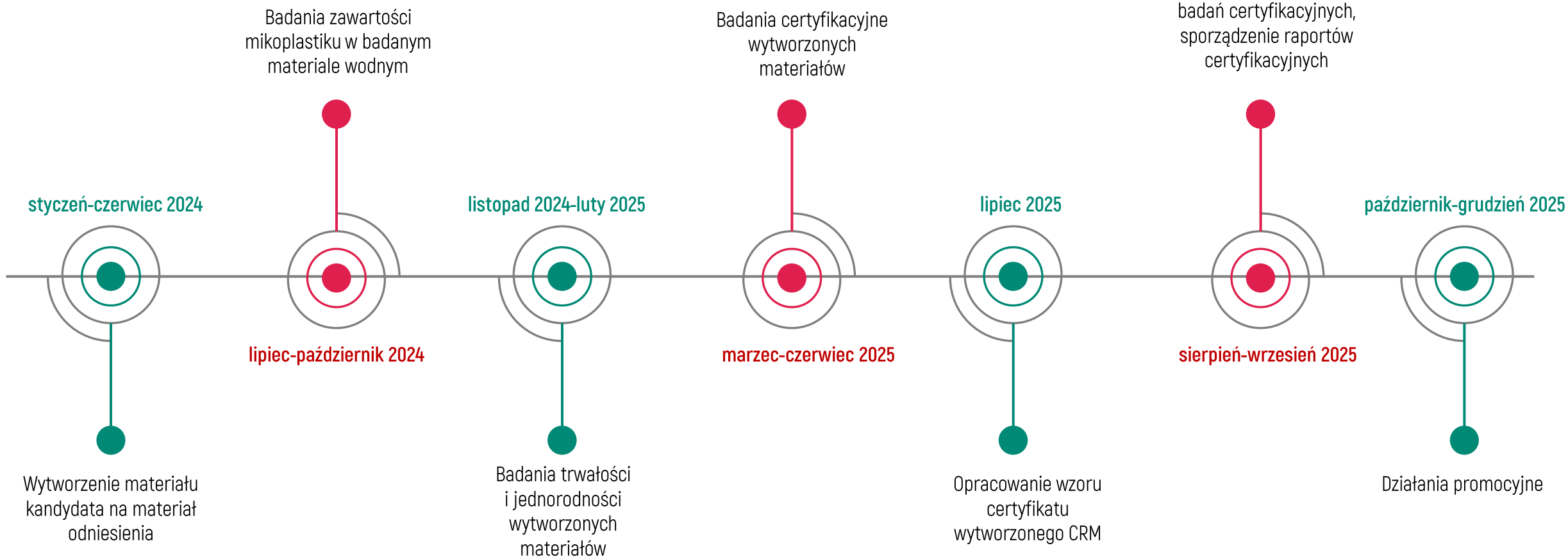
PRODUKCJA CRM – AKTUALNIE PROWADZONE PROJEKTY

Multifunkcyjny roślinny matrycowy materiał odniesienia: liście i owoce truskawek (MultiBio CRM) o certyfikowanej zawartości metali i mikroplastiku dla zapewnienia spójności pomiarowej w polskich laboratoriach.

Wytworzenie multifunkcyjnego matrycowego materiału odniesienia: Multifunkcyjne Polskie Wody Naturalne (MPWN CRM) o certyfikowanej zawartości metali, jonów nieorganicznych oraz pozostałości mikroplastiku dla zapewnienia spójności pomiarowej w polskich laboratoriach.



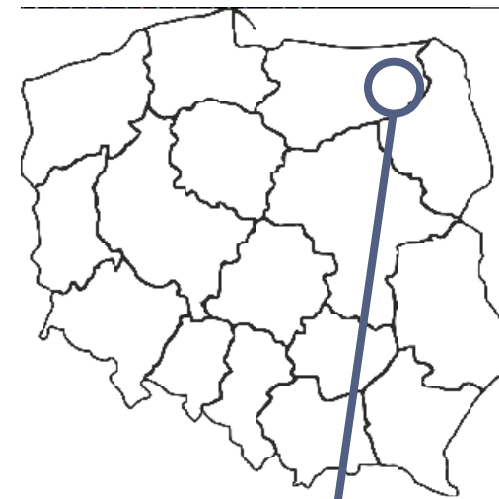
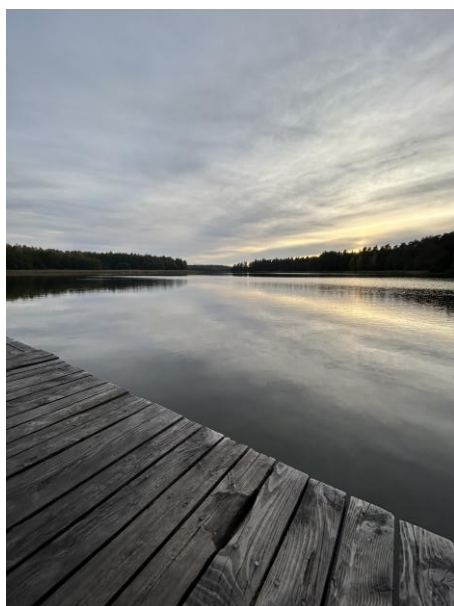
Statystyczne opracowanie wyników badań certyfikacyjnych, sporządzenie raportów certyfikacyjnych



PRODUKCJA CRM – WYTWORZENIE WODNEGO CRM

Etap: Wytworzenie materiału

- Wybór lokalizacji
- Pobranie 60 l
- Przygotowanie: zakwaszenie, filtrowanie: (1) wstępne, (2) 1 μm
- Charakterystyka: ocena wstępnej zawartości substancji przewidzianych do certyfikacji



Wytworzenie multifunkcyjnego matrycowego materiału odniesienia: Multifunkcyjne Polskie Wody Naturalne (MPWN CRM) o certyfikowanej zawartości metali, jonów nieorganicznych oraz pozostałości mikroplastiku dla zapewnienia spójności pomiarowej w polskich laboratoriach.



MPWN CRM
elements and microplastic

PRODUKCJA CRM – WYTWORZENIE WODNEGO CRM

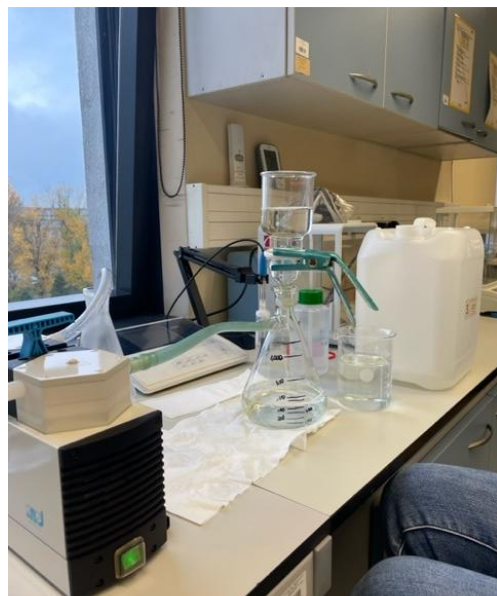
Etap: Wytworzenie materiału

- Przygotowanie:
- zakwaszenie,
- filtrowanie:
 - (1) wstępne
 - (2) 1 μm

- Charakterystyka: ocena wstępnej zawartości substancji przewidzianych do certyfikacji

Modyfikacja składu

- Be ▪ Co ▪ As ▪ Ag ▪ U
- Al ▪ Ni ▪ Se ▪ Cd ▪ Hg
- V ▪ Cu ▪ Rb ▪ Sb
- Cr ▪ Zn ▪ Mo ▪ Pb



PRODUKCJA CRM – WYTWORZENIE WODNEGO CRM



MPWN CRM
elements and microplastic

Certified Reference Material

No: 0000001

Date of Production: 06.12.2024

Expiry Date: The expiration date is 2 years after opening

The certified reference material of water was prepared in accordance with the requirements of ISO 17034:2016 as part of the Poland Metrology II project, funded by the Ministry of Science and Higher Education under agreement PM-II/SP/0061/2024/02.

The material was prepared within the framework of a consortium, with the University of Warsaw as the leader and the Central Office of Measures and Jan Kochanowski University of Kielce as partners.

RESPONSIBLE ENTITY:

University of Warsaw
Biological and Chemical Research Centre
Żwirki i Wigury 101, 02-089 Warsaw, Poland
E-mail: akredytacja@uw.edu.pl

Caution: Contains 2% HNO₃.
Handle with care.


Storage: Store locked up.
Dispose of contents and
containers according to
local regulations.



~250 ml

The certified values with their associated uncertainties, as well as all relevant information regarding the material, are provided in the accompanying certificate.

ISO Store Order: OP-829601 license #1/ Downloaded: 2024-10-04
Single user licence only, copying and network[ing] prohibited.

	International Standard
	ISO 33401
Reference materials — Contents of certificates, labels and accompanying documentation	First edition 2024-01
<i>Matériaux de référence — Contenu des certificats, des étiquettes et de la documentation d'accompagnement</i>	

ISO Store Order: OP-829601 license #1/ Downloaded: 2024-10-04
Single user licence only, copying and network[ing] prohibited.

	International Standard
	ISO 33405
Reference materials — Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability	First edition 2024-05
<i>Matériaux de référence — Approches pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité</i>	

PRODUKCJA CRM – WYTWORZENIE WODNEGO CRM



Etap: Charakterystyka materiału

- Opracowanie metody SP-ICP-MS
- Metoda M GF-AAS
- Metoda FTIR
- Pobieranie nowej porcji wody
- Opracowanie przygotowania wody do badania (zakwaszenie, brak filtracji, filtracja)
- Wybór naczyń (objętość, tworzywo)

Etap: Charakterystyka materiału

- Pakowanie
- Radiacja
- Jednorodność opakowaniowa i między opakowaniowa
- Trwałość (przechowywanie w temp. 4 °C - 8 °C)
- Opracowanie przygotowania wody do badania (zakwaszenie, brak filtracji, filtracja)
- Wybór naczyń (objętość, tworzywo)

**ZACHĘCAMY DO
UDZIAŁU W
CERTYFIKACJI
MATERIAŁU:**



akredytacja@uw.edu.pl



prof. dr hab. Ewa Bulska



dr hab. Barbara Wagner, prof. ucz.



prof. Ludwik Halicz



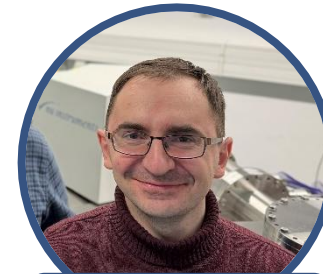
dr Marcin Wojciechowski



dr Anna Ruszczyńska



dr hab. Jakub Karasiński



dr Andrii Tupys



dr Andrzej Gawor



dr Magdalena Michalska-Kacymirow



dr inż. Aleksandra Towarek



mgr inż. Agnieszka Borowiec



mgr Agata Jagielska



mgr Klaudia Tetfejer



mgr Olha Dushna