



Certyfikowane materiały odniesienia

Ewa Malejczyk

2024

Historia materiałów odniesienia

1870 r. – pierwsza wzmianka w literaturze o zastosowaniu materiałów odniesienia.

1888 r. – Międzynarodowy Kongres Chemików w Chicago: „materiały odniesienia powinny odgrywać w chemii analitycznej taką samą rolę, jak metr w pomiarach długości i kilogram w pomiarach masy”.

1965 r. – 1969 r. – działalność Zakładu Metrologicznego Fizykochemii GUM zostaje rozszerzona o tematykę materiałów odniesienia: densymetrycznych, wiskozymetrycznych, pehametrycznych, higrometrycznych, refraktometrycznych, polarymetrycznych, spektrofotometrycznych.

1967 r. – zgłoszenie wzorców fizykochemicznych, opracowanych i wytwarzanych w GUM, do międzynarodowego katalogu IUPAC.

1975 r. – powołano Komitet ds. materiałów odniesienia przy Międzynarodowej Organizacji Normalizacyjnej ISO - ISO/REMCO.

1981 r. – pierwsza uzgodniona na forum międzynarodowym definicja materiału odniesienia, która pojawiła się w Przewodniku ISO 30.



2016 r. – ISO Guide 34 -> ISO 17034: 2016 - Ogólne wymagania dotyczące kompetencji producentów materiałów odniesienia



2016 r. – Komitet Techniczny 322 ds. Materiałów Odniesienia



2018 r. – pierwszy akredytowany w Polsce producent materiałów odniesienia

W 2021 r. ISO/REMCO po 46 latach działalności zmienia się w ISO/TC 334

- ISO Guide 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions  • ISO 33400 Reference materials – Vocabulary
- ISO Guide 31:2015 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation  • ISO 33401 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation
- ISO Guide 33:2015 Reference materials – Good practice in using reference materials  • ISO 33403 Reference materials – Guidance for the use of reference materials
- ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability  • ISO 33405 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability
- ISO Guide 80:2014 Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)  • ISO/TR 33402 Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)

Aktualny stan prac normalizacyjnych ISO

- | | | |
|--|---|---|
| • ISO Guide 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions | ➔ | • ISO 33400 Reference materials – Vocabulary |
| • ISO Guide 31:2015 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation | ➔ | • ISO 33401 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation |
| • ISO Guide 33:2015 Reference materials – Good practice in using reference materials | ➔ | • ISO 33403 Reference materials – Guidance for the use of reference materials |
| • ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability | ➔ | • ISO 33405 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability |
| • ISO Guide 80:2014 Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs) | ➔ | • ISO/TR 33402 Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs) |

Aktualny stan prac normalizacyjnych PKN

planowana data publikacji PN: **17.09.2024**



- ISO 33401 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation

planowana data publikacji PN: **14.01.2025**



- ISO 33403 Reference materials – Guidance for the use of reference materials

planowana data publikacji PN: **14.01.2025**



- ISO 33405 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

Definicje

- **Wzorzec pomiarowy**

Realizacja definicji danej wielkości o zadeklarowanej wartości wielkości, której towarzyszy związana z nią niepewność pomiaru; realizacja ta służy jako odniesienie.

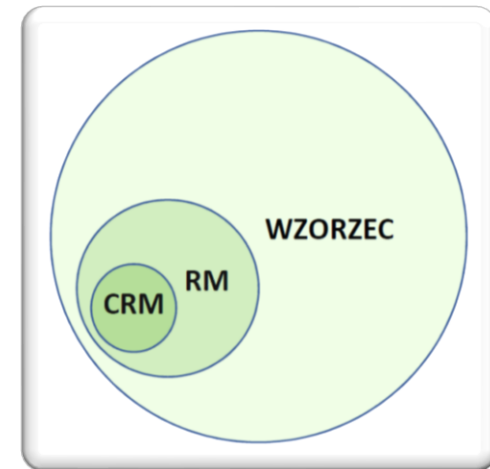
„Realizacja definicji danej wielkości” może być dokonana za pomocą układu pomiarowego, miary materialnej lub materiału odniesienia.

- **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.

- **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.



Rodzaje chemicznych materiałów odniesienia



- **Czyste substancje** z określoną czystością i/lub zawartością zanieczyszczeń
- **Roztwory wzorcowe** i mieszaniny gazowe, sporządzane zazwyczaj grawimetrycznie z czystych substancji
- **Matrycowe materiały odniesienia**, naturalne lub syntetyczne
- **Fizykochemiczne materiały odniesienia**, dla których określono właściwości, takie jak temperatura topnienia, lepkość, gęstość, współczynnik załamania światła...
- Materiały odniesienia stanowiące **objekty** o określonych właściwościach, takich jak smak, zapach, liczba oktanowa...

Rola chemicznych materiałów odniesienia

- **Wzorcowanie/kalibracja przyrządów pomiarowych** - czyste substancje, roztwory wzorcowe i mieszaniny gazowe, fizykochemiczne materiały odniesienia
- **Walidacja procedur analitycznych** sprawdzanie poprawności stosowania procedur analitycznych
- **Potwierdzanie kompetencji** laboratoriów i analityków



KATALOG CERTYFIKOWANYCH MATERIAŁÓW ODNIESIENIA

produkowanych w Zakładzie Chemii Fizycznej i Środowiska GUM

- wzorce gęstości (densymetryczne)
- wzorce lepkości (wiskozymetryczne)
- wzorce pH - pierwotne i wtórne
- wzorce przewodności elektrycznej właściwej elektrolitów (konduktometryczne) – pierwotne i wtórne
- wzorce ilości substancji – pierwotne
- wzorce współczynnika załamania światła (refraktometryczne)
- wzorce skręcalności optycznej (polarymetryczne)
- wzorce stężenia masowego pierwiastków
- wzorce napięcia powierzchniowego (tensjometryczne)
- wzorcowe roztwory wodne etanolu



Wieloparametrowe certyfikowane materiały odniesienia

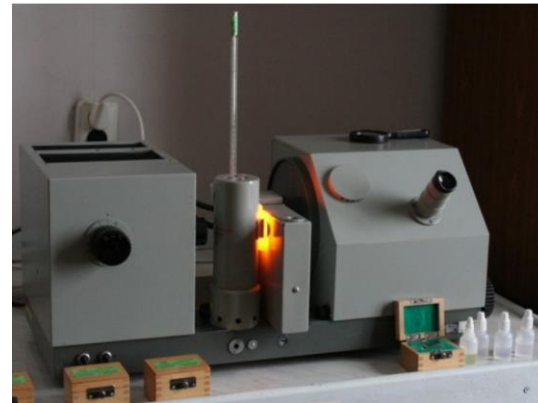
Gęstość



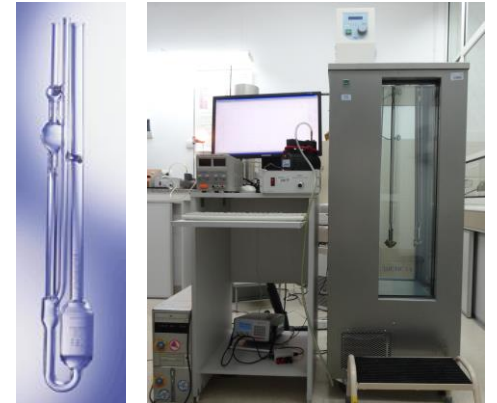
**Napięcie
powierzchniowe**



**Współczynnik
załamania światła**



Lepkość

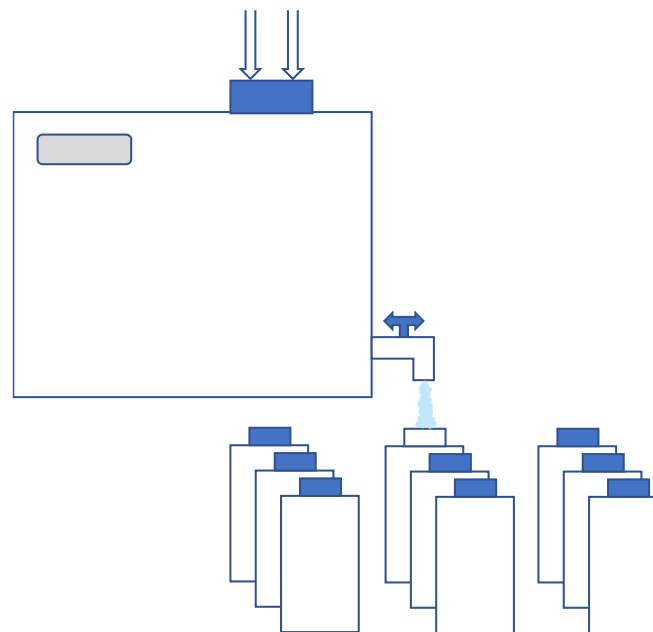


Wybór materiału
do produkcji CRM

Pakowanie

Etykietowanie

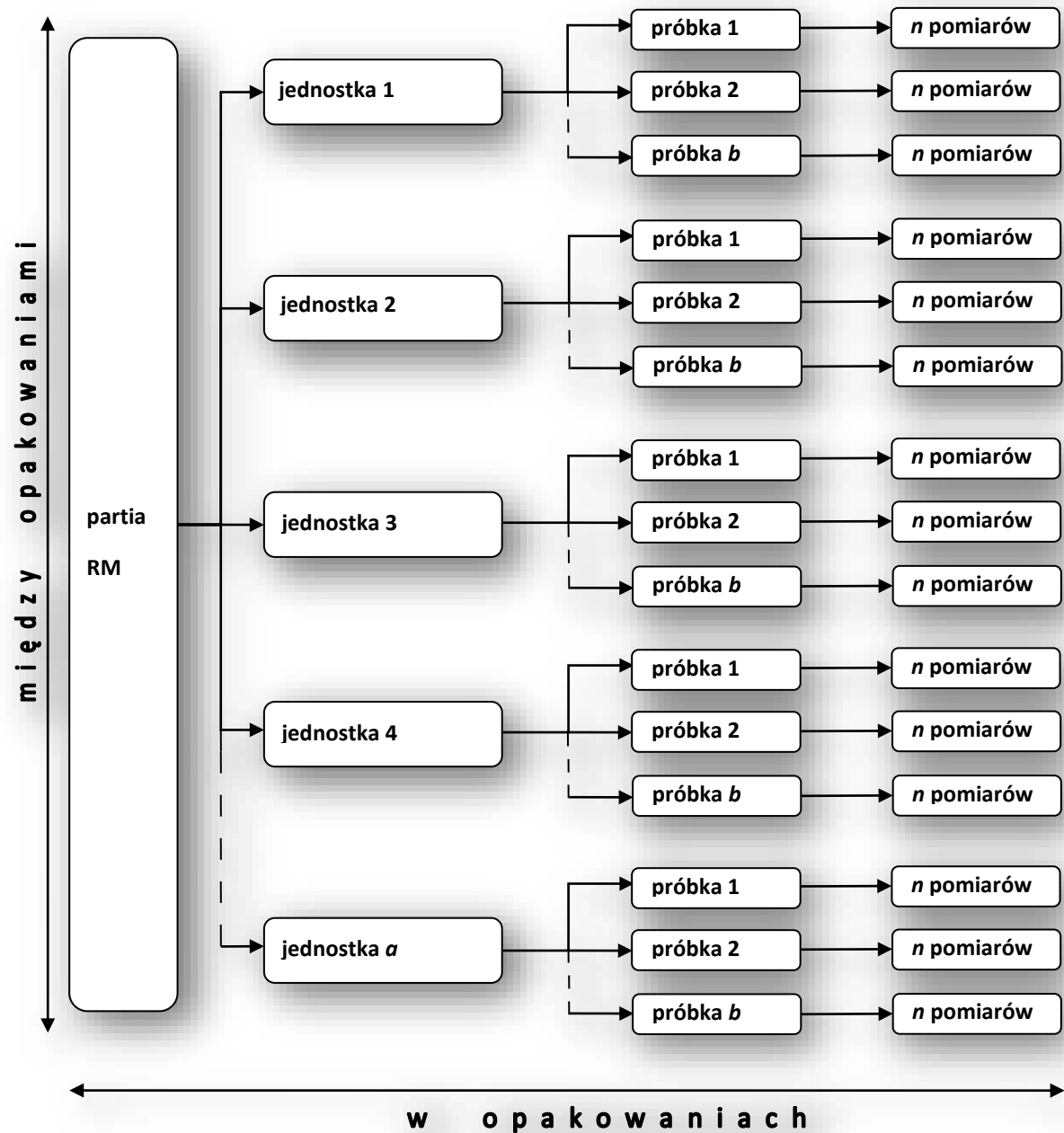
Przygotowanie partii CRM



Przypisanie wartości właściwości i jej niepewności

CHARAKTERYZACJA	JEDNORODNOŚĆ	STABILNOŚĆ	WARTOŚĆ PRZYPISANA
wyznaczenie wartości właściwości	między opakowaniami u_{bb}	długoterminowa u_{lts}	$X_{CRM} = Y_{char} + \delta_{hom} + \delta_{stab}$
Y_{char}	wewnątrz opakowań u_{wb}	krótkoterminowa u_{sts}	NIEPEWNOŚĆ CRM
$u_{Y_{char}}$	$u_{\delta_{hom}} = \sqrt{u_{bb}^2 + u_{wb}^2}$	$u_{\delta_{stab}} = \sqrt{u_{lts}^2 + u_{sts}^2}$	$U_{CRM} = k \sqrt{u_{Y_{char}}^2 + u_{\delta_{hom}}^2 + u_{\delta_{stab}}^2}$

SCHEMAT PRÓBKOWANIA



Jednorodność CRM

MIĘDZY OPAKOWANIAM I

- Minimalna liczba opakowań – 10 % partii.
- Minimalna liczba próbek z opakowania – oszacowana na podstawie mocy testu przy poziomie ufności 95 % i poziomie mocy 80 %.
- Metoda wyboru opakowań – partię opakowań, ułożonych w kolejności ich zamykania podczas konfekcjonowania, podzielono na równe części i z każdej części wybrano losowo jedno opakowanie.
- Opakowania zmierzono w innej kolejności niż ich kolejność w partii materiału, co pozwoliło wyeliminować ewentualny dryf przyrządu pomiarowego.

WEWNĄTRZ OPAKOWAŃ

- Warunek: minimum 5 stopni swobody

a opakowań

b próbek

n pomiarów

Faul F, Erdfelder E, Lang A-G, Buchner A (2007) G*Power 3: A flexible statistical power analysis program for the social, behavioral, and biomedical sciences. Behaviour Research Methods 39:175–191. <https://doi.org/10.3758/BF03193146>

Regresja liniowa

$$y_i = b_1 x_i + b_0 + \varepsilon_i$$

b_1 – współczynnik nachylenia prostej

b_0 – wartość przecięcia prostej z osią y

x_i – zmienna niezależna (objaśniająca)

y_i – zmienna zależna (objaśniana, przewidywana)

ε_i – błąd losowy

Regresja liniowa

$$b_1 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad \text{z błędem} \quad s_{b_1} = \frac{s_{y/x}}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$b_0 = \bar{y} - b_1 \bar{x} \quad \text{z błędem} \quad s_{b_0} = s_{y/x} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2}{n \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

gdzie:

n – liczba punktów na podstawie których wyznaczono linię prostą

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$
$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n}$$
$$s_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - b_1 x_i - b_0)^2}{n - 2}}$$

Regresja liniowa

Sprawdzian zachodzenia liniowego związku

Hipoteza zerowa $H_0: \beta_1 = 0$

Hipoteza alternatywna $H_A: \beta_1 \neq 0$

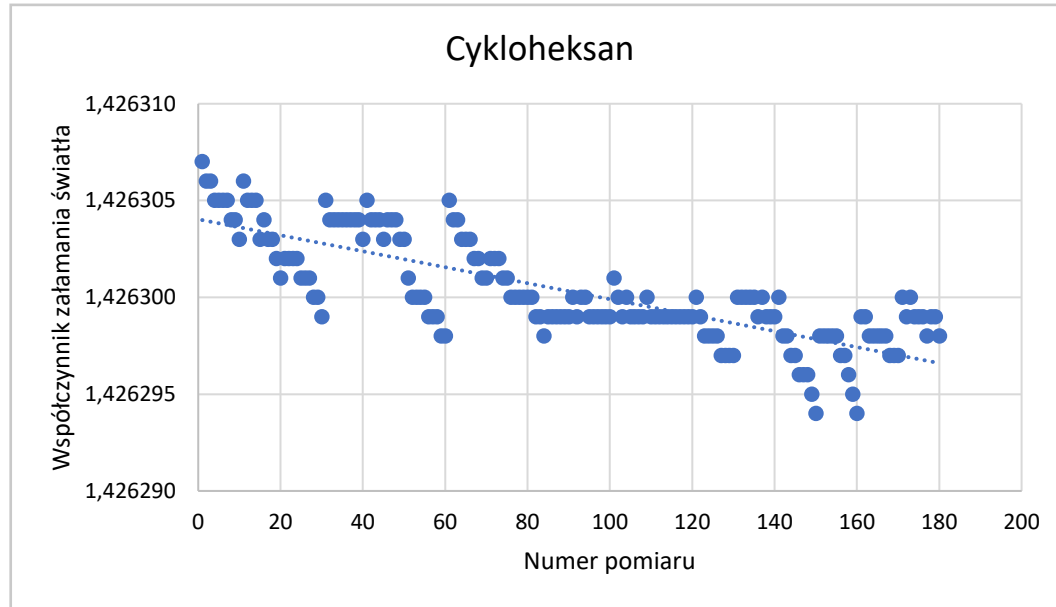
Statystyka testu: $t = \frac{b_1}{s_{b_1}}$

Obszar odrzucenia: $R_\alpha = (-\infty; -t_{\text{kryt}}) \cup (t_{\text{kryt}}; +\infty)$

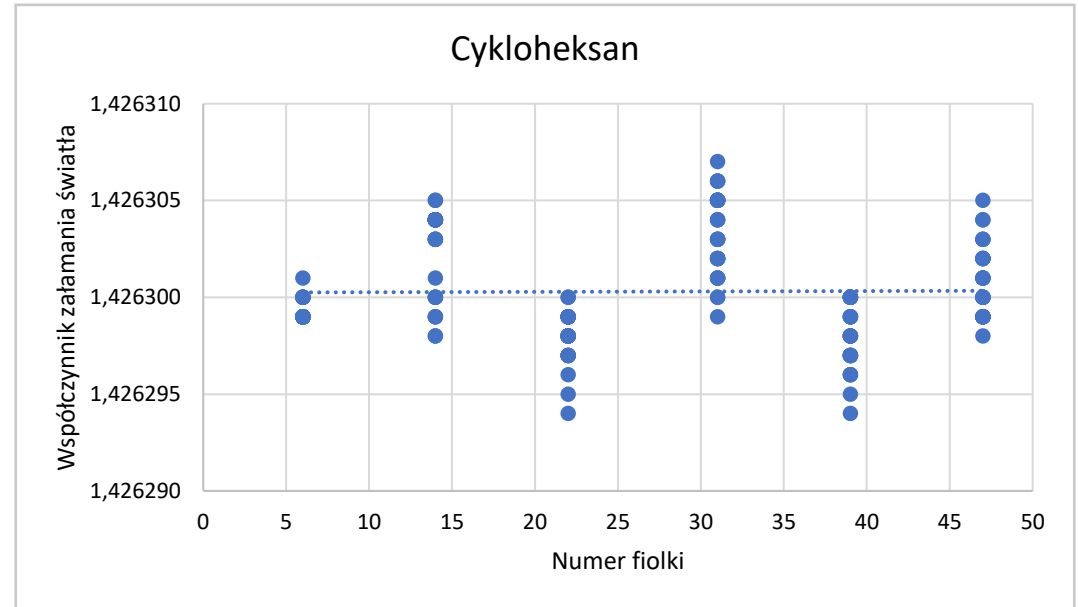
Wartość t_{kryt} odczytujemy z tablic dla rozkładu t -Studenta dla poziomu istotności α (wariant dwustronny testu).

Jeżeli $t \in R_\alpha$ to odrzucamy hipotezę zerową na poziomie istotności α .

TREND WYNIKAJĄCY Z DRYFU PRZYRZĄDU POMIAROWEGO



TREND ZWIĄZANY Z KONFEKCJONOWANIEM



Sprawdzian zachodzenia liniowego związku:

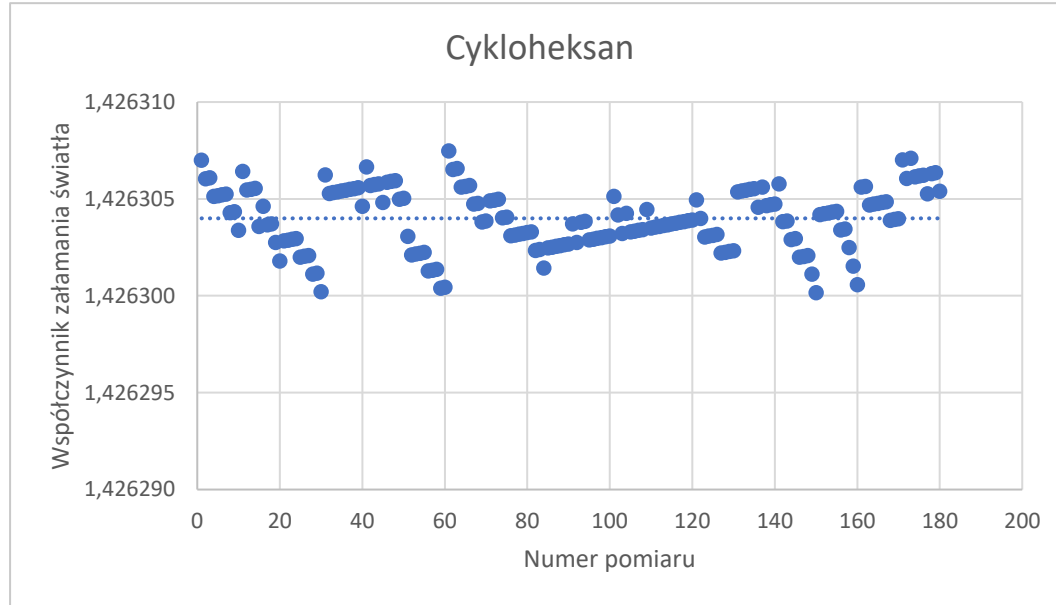
$$R\alpha = (-\infty; -t_{kryt} > \cup < t_{kryt}; +\infty)$$

$$t = b_1/s_{b1} \quad -18,4$$

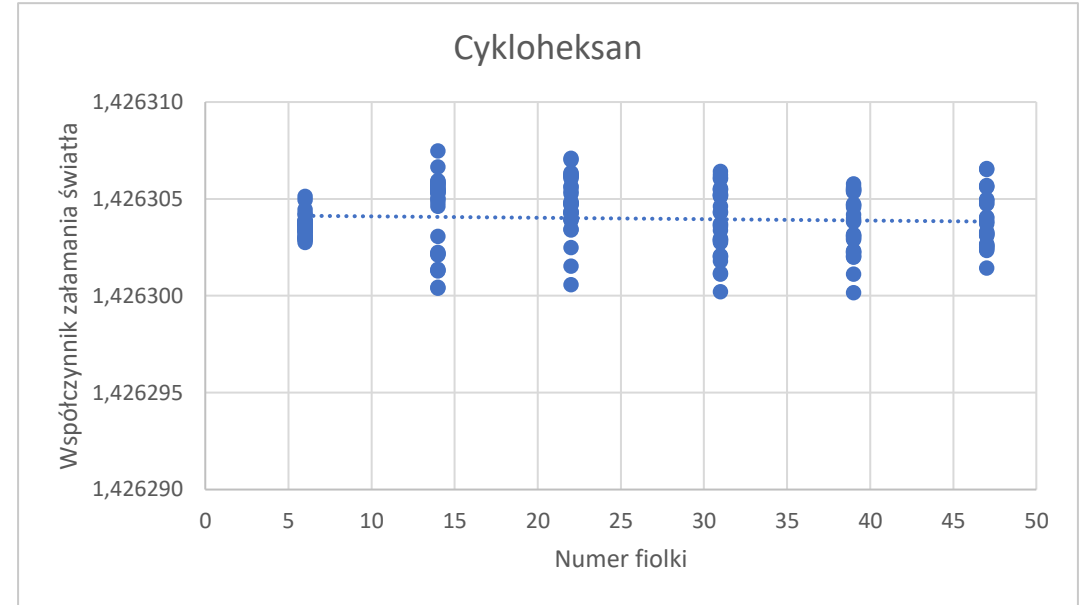
$$t_{kryt} \quad 1,97$$

Wniosek: istnieje istotny trend związany z dryfem przyrządu pomiarowego.

TREND WYNIKAJĄCY Z DRYFU PRZYRZĄDU POMIAROWEGO – po korekcji



TREND ZWIĄZANY Z KONFEKCJONOWANIEM – po korekcji



Sprawdzian zachodzenia liniowego związku:

$$R\alpha = (-\infty; -t_{kryt}] \cup [t_{kryt}; +\infty)$$

$$t = b_1/s_{b1} \quad -0,44$$

$$t_{kryt} \quad 1,97$$

Wniosek: nie ma istotnego trendu związanego z kolejnością zamykania materiału w opakowaniach podczas konfekcjonowania.

Dwuczynnikowa zagnieżdżona analiza wariancji

Źródło zmienności	Sumy kwadratów <i>SS</i>	Stopnie swobody <i>df</i>	Średnie kwadraty <i>MS</i>	<i>F</i>
Czynnik A	$SSA = bn \sum_{i=1}^a (\bar{x}_{i..} - \bar{x}_{...})^2$	$a - 1$	$MSA = \frac{SSA}{a - 1}$	$F = \frac{MSA}{MSB}$
Czynnik B (czynnik A)	$SSB = n \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{x}_{ij.} - \bar{x}_{i..})^2$	$a(b - 1)$	$MSB = \frac{SSB}{a(b - 1)}$	$F = \frac{MSB}{MSE}$
W obrębie podgrup	$SSE = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - \bar{x}_{ij.})^2$	$ab(n - 1)$	$MSE = \frac{SSE}{ab(n - 1)}$	
Ogólna	$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - \bar{x}_{...})^2$	$abn - 1$		

a – oznacza liczbę wszystkich poziomów czynnika A

b – oznacza liczbę wszystkich poziomów czynnika B

n – oznacza liczbę wyników dla danego i -tego poziomu czynnika A i j -tego poziomu czynnika B

i – numeruje poszczególne poziomy czynnika A, $i = 1, \dots, a$

j – numeruje poszczególne poziomy czynnika B, $j = 1, \dots, b$

k – numeruje kolejne wyniki w obrębie pojedynczego poziomu czynnika A i B, $k = 1, \dots, n$

$\bar{x}_{...} = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk}}{abn}$ jest średnią ogólną

$\bar{x}_{ij.} = \frac{\sum_{k=1}^n x_{ijk}}{n}$ jest średnią w obrębie i -tego poziomu czynnika A i j -tego poziomu czynnika B

$\bar{x}_{i..} = \frac{\sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk}}{bn}$ jest średnią w obrębie i -tego poziomu czynnika A

Gęstość cykloheksanu

Źródło zmienności	Sumy kwadratów <i>SS</i>	Stopnie swobody <i>df</i>	Średnie kwadraty <i>MS</i>	<i>F</i>
Czynnik A	$SSA = 1,11 \cdot 10^{-10}$	5	$MSA = 2,21 \cdot 10^{-11}$	5,21
Czynnik B (czynnik A)	$SSB = 5,10 \cdot 10^{-11}$	12	$MSB = 4,25 \cdot 10^{-12}$	7,94
W obrębie podgrup	$SSE = 8,67 \cdot 10^{-11}$	162	$MSE = 5,35 \cdot 10^{-13}$	
Ogólna	$SST = 2,48 \cdot 10^{-10}$	179		

$$u_{bb} = \sqrt{\frac{MSA - MSB}{bn}}$$

$$u_{bb} = 0,0000008 \text{ g/cm}^3$$

$$u_{wb} = \sqrt{\frac{MSB - MSE}{n}}$$

$$u_{wb} = 0,0000006 \text{ g/cm}^3$$

Jednoczynnikowa analiza wariancji

Źródło zmienności	Sumy kwadratów <i>SS</i>	Stopnie swobody <i>df</i>	Średnie kwadraty <i>MS</i>	<i>F</i>
Pomiędzy grupami	$SSTR = \sum_{i=1}^a n(\bar{x}_i - \bar{x})^2$	$a - 1$	$MSTR = \frac{SSTR}{a - 1}$	$F = \frac{MSTR}{MSE}$
W obrębie grup	$SSE = \sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^n (x_{ik} - \bar{x}_i)^2$	$a(n - 1)$	$MSE = \frac{SSE}{a(n - 1)}$	
Ogólna	$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^n (x_{ik} - \bar{x})^2$	$an - 1$		

n – oznacza liczbę wyników dla i -tego poziomu czynnika

a – oznacza liczbę wszystkich poziomów czynnika

k – numeruje kolejne wyniki w obrębie pojedynczego poziomu czynnika, $k = 1, \dots, n$

i – numeruje poszczególne poziomy czynnika, $i = 1, \dots, a$

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^n x_{ik}}{an}$ jest średnią ogólną

$\bar{x}_i = \frac{\sum_{k=1}^n x_{ik}}{n}$ jest średnią w obrębie i -tego poziomu czynnika

Napięcie powierzchniowe cykloheksanu

Źródło zmienności	Sumy kwadratów <i>SS</i>	Stopnie swobody <i>df</i>	Średnie kwadraty <i>MS</i>	<i>F</i>
Pomiędzy grupami	$SSTR = 1,11 \cdot 10^{-10}$	5	$MSTR = 2,21 \cdot 10^{-11}$	5,21
W obrębie grup	$SSE = 8,67 \cdot 10^{-11}$	162	$MSE = 5,35 \cdot 10^{-13}$	
Ogólna	$SST = 2,48 \cdot 10^{-10}$	179		

$$u_{bb} = \sqrt{\max\left(\frac{MSTR - MSE}{n}, 0\right)}$$

$$u_{bb} = 0,0016 \text{ mN/m}$$

Stabilność CRM

- Długoterminowa

$$u_{\text{ITS}} = s_{b_1} \cdot (t_{m_1} + t_{\text{cert}})$$

gdzie:

t_{m_1} to przedział czasu między wzorcowaniem a wystawieniem certyfikatu

t_{cert} to okres ważności certyfikatu

- Krótkoterminowa

Hipoteza zerowa $H_0: \beta_1 = 0$

Hipoteza alternatywna $H_A: \beta_1 \neq 0$

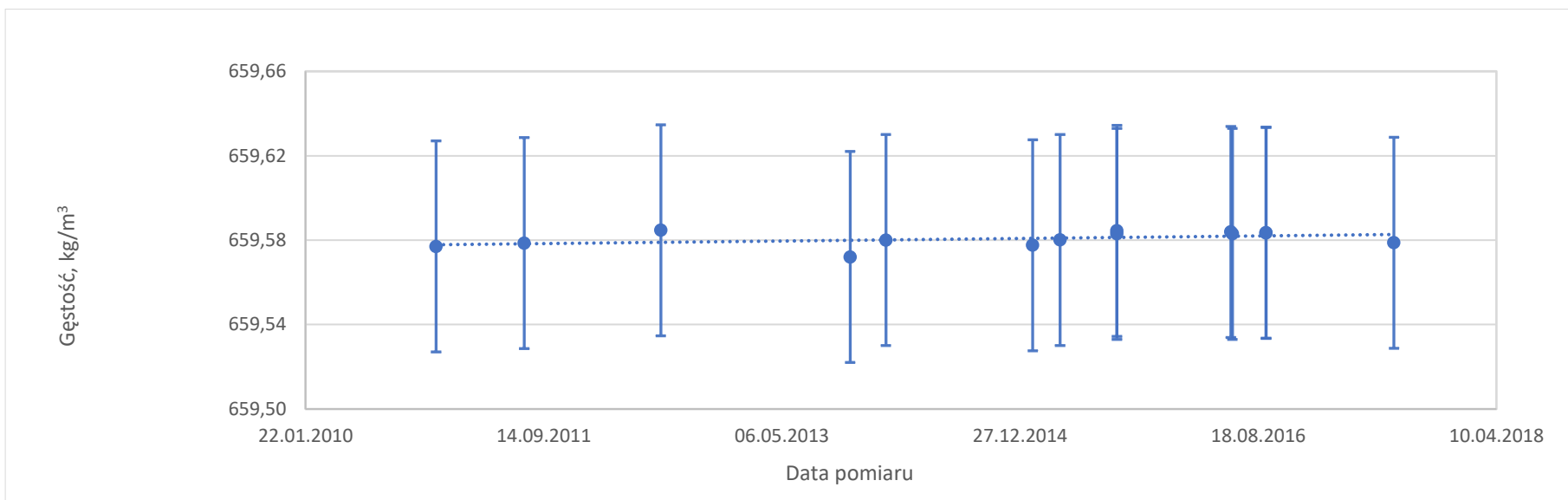
Statystyka testu: $t = \frac{b_1}{s_{b_1}}$

Obszar odrzucenia: $R_\alpha = (-\infty; -t_{\text{kryt}}) \cup (t_{\text{kryt}}; +\infty)$

Wartość t_{kryt} odczytujemy z tablic dla rozkładu t -Studenta dla poziomu istotności α (wariant dwustronny testu).

Jeżeli $t \in R_\alpha$ to odrzucamy hipotezę zerową na poziomie istotności α .

Stabilność długoterminowa CRM



DOPASOWANIE MODELU LINIOWEGO:

$$y = 2 \cdot 10^{-6} x + 659,578$$

y – gęstość, kg/m³

x – czas, liczba dni

Stabilność długoterminowa CRM

Sprawdzian zachodzenia liniowego związku:	
$H_0:$	$b_1 = 0$
$H_A:$	$b_1 \neq 0$
statystyka:	$t = b_1/s_{b_1}$
Obszar odrzucenia:	$R\alpha = (-\infty; -t_{kryt}) \cup (t_{kryt}; +\infty)$
Jeżeli $t \in R\alpha$ to odrzucamy hipotezę zerową na poziomie istotności $\alpha = 0,05$.	
b_1/s_{b_1}	1,53
t_{kryt}	2,18

Statystyka t nie wpada do obszaru odrzucenia, więc nachylenie nie jest istotne.
Materiał jest stabilny.

$$u_{lts} = s_{b_1}(t_{m1} + t_{cert})$$

s_{b_1} – błąd standardowy nachylenia krzywej

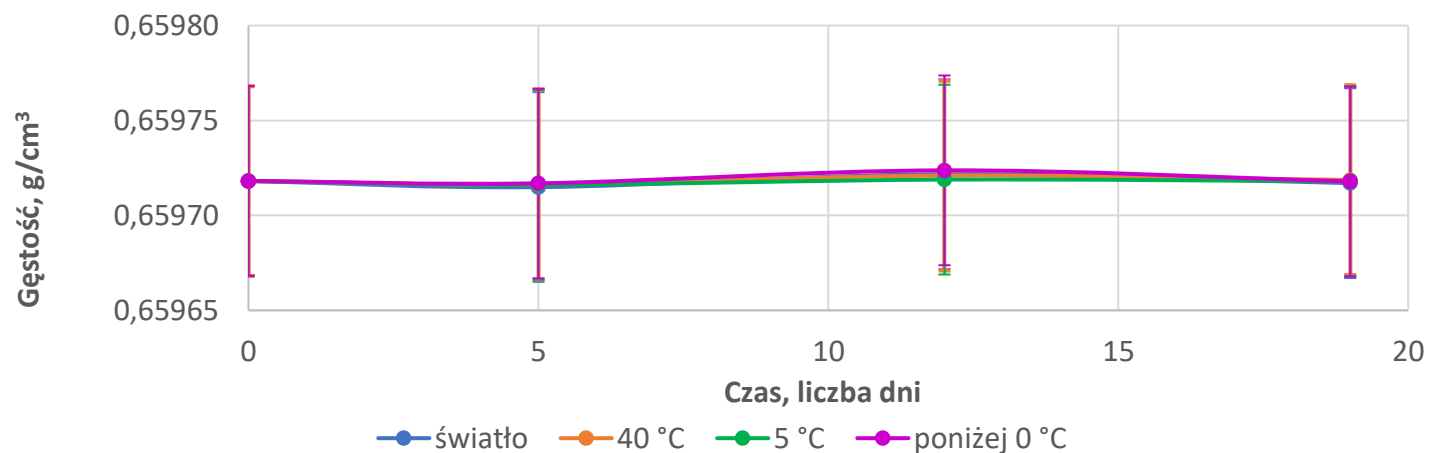
t_{m1} – okres czasu pomiędzy wzorcowaniem a wystawieniem świadectwa CRM

t_{cert} – okres ważności CRM

$$u_{lts} = 0,000001 \text{ g/cm}^3$$

Stabilność krótkoterminowa CRM

czynnik	0 dni	po 5 dniach	po 12 dniach	po 19 dniach
naświetlenie	0,659718	0,659715	0,659722	0,659717
temp. 40 °C	0,659718	0,659716	0,659721	0,659719
temp. 5 °C	0,659718	0,659716	0,659719	0,659718
poniżej 0 °C	0,659718	0,659717	0,659724	0,659718



Stabilność krótkoterminowa CRM

Naświetlenie	5 °C	40 °C	Ponizżej 0 °C
<p>DOPASOWANIE MODELU LINIOWEGO:</p> $y = 5,95 \cdot 10^{-8} x + 0,659717$ <p>y – gęstość, g/cm³ x – czas, liczba dni</p>	<p>DOPASOWANIE MODELU LINIOWEGO:</p> $y = 1,02 \cdot 10^{-7} x + 0,659718$ <p>y – gęstość, g/cm³ x – czas, liczba dni</p>	<p>DOPASOWANIE MODELU LINIOWEGO:</p> $y = 4,45 \cdot 10^{-8} x + 0,659717$ <p>y – gęstość, g/cm³ x – czas, liczba dni</p>	<p>DOPASOWANIE MODELU LINIOWEGO:</p> $y = 9,32 \cdot 10^{-8} x + 0,659718$ <p>y – gęstość, g/cm³ x – czas, liczba dni</p>

Stabilność krótkoterminowa CRM

Sprawdzian zachodzenia liniowego związku:					
$H_0:$	$b_1 = 0$				
$H_A:$	$b_1 \neq 0$				
statystyka:	$t = b_1/s_{b1}$				
Obszar odrzucenia:	$R\alpha = (-\infty; -t_{kryt}) \cup (t_{kryt}; +\infty)$				
Jeżeli $t \in R\alpha$ to odrzucamy hipotezę zerową na poziomie istotności $\alpha = 0,05$.					

Naświetlenie

40 °C

5 °C

Ponizżej 0 °C

b_1/s_{b1}	0,28
t_{kryt}	4,30

b_1/s_{b1}	0,86
t_{kryt}	4,30

b_1/s_{b1}	0,53
t_{kryt}	4,30

b_1/s_{b1}	0,41
t_{kryt}	4,30

Statystyka t nie wpada do obszaru odrzucenia, więc nachylenie nie jest istotne. Materiał jest stabilny.

Niepewność CRM

Składowe niepewności:

$u_{Y_{char}}$		0,000010	g/cm ³
$u_{\delta_{hom}}$	u_{bb}	0,000001	g/cm ³
	u_{wb}	0,000001	g/cm ³
$u_{\delta_{stab}}$	u_{lts}	0,000001	g/cm ³
	u_{sts}	-	

Niepewność rozszerzona przy prawdopodobieństwie rozszerzenia ok. 95 % i współczynnika rozszerzenia $k = 2$:

$$U_{CRM} = 0,00002 \text{ g/cm}^3$$

Międzynarodowy Układ Jednostek Miar SI (wzorce 1 kg i 1 m)

Wzorce gęstości PTB
(1 kg kule krzemowe)



Źródło: strony internetowe producentów gęstościomierzy oscylacyjnych

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

ŚWIADECTWO MATERIAŁU ODNIESIENIA

Data wydania: 12 września 2023 r.

Strona: 1 / 3

MATERIAŁ ODNIESIENIA	n-Heksan	Nr GUM	1.1	Nr serii	1.2/2023
WIELKOŚĆ ODTWARZANA	Wielkością odtwarzaną przez materiał odniesienia jest gęstość. Wartość wielkości odtwarzanej przez materiał odniesienia podano na stronie 2 świadectwa wraz z wartością niepewności rozszerzonej.				
DATA WAŻNOŚCI MATERIAŁU ODNIESIENIA	31 sierpnia 2024 r.				
SPÓJNOŚĆ POMIAROWA	Wartości gęstości zostały odniesione do utrzymywanego w GUM państwowego wzorca jednostki miary gęstości.				
PRZEZNACZENIE	Materiał odniesienia jest przeznaczony do wzorcowania i sprawdzania przyrządów do pomiaru gęstości cieczy.				

z up. Prezesa
Wydał(a):
dr Magdalena Garnuszek

p.o. Zastępcy Dyrektora
Zakładu Chemii Fizycznej
i Środowiska

Opatrzył kwalifikowaną pieczęcią elektroniczną: Marzena Gawrych.
Świadectwo nie jest ważne bez kwalifikowanej pieczęci elektronicznej.



ŚWIADECTWO
MATERIAŁU
ODNIESIENIA
wydane przez:

Laboratorium Wzorców Fizykochemicznych Zakładu Chemii Fizycznej
i Środowiska w Głównym Urzędzie Miar

ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa
tel.: 22 581 9201, e-mail: chemistry@gum.gov.pl

Data wydania: 12 września 2023 r.

Strona: 2 / 3

WARTOŚCI
WIELKOŚCI
ODTWARZANEJ

Temperatura °C	Gęstość kg/m ³
15	664,58
20	660,09
25	655,56

Wartości gęstości materiału odniesienia dla zakresu temperatur od 15 °C do 25 °C należy obliczać z równania:

$$\rho = c_0 + c_1 \cdot t + c_2 \cdot t^2$$

gdzie:

$$c_0 = +677,837 \text{ kg/m}^3,$$

$$c_1 = -0,8732 \text{ kg/(m}^3 \cdot \text{°C)},$$

$$c_2 = -7,17 \cdot 10^{-4} \text{ kg/(m}^3 \cdot \text{°C}^2),$$

t – temperatura w stopniach Celsjusza.

Niepewność rozszerzona wartości gęstości nie przekracza 0,05 kg/m³.

Podana wartość niepewności została wyznaczona zgodnie z zaleceniami zawartymi w dokumencie [1] i stanowi niepewność rozszerzoną przy prawdopodobieństwie rozszerzenia ok. 95 % i współczynniku rozszerzenia k = 2.

METODA
PRZYGOTOWANIA
MATERIAŁU
ODNIESIENIA

Materiał odniesienia sporządzony w Laboratorium Wzorców Fizykochemicznych zgodnie z instrukcją [2] i planem produkcji [3], zarejestrowany pod nr [4].

UŻYTKOWANIE
I PRZECHOWYWANIE

Materiał odniesienia powinien być przechowywany w zatopionych ampułkach, zabezpieczonych przed uszkodzeniem, bez dostępu światła i stosowany jednorazowo, bezpośrednio po otwarciu ampułki.

DOKUMENTY
ZWIĄZANE

- EA-4/02 M: 2022 „Ocena niepewności pomiaru przy wzorcowaniu”.
- Instrukcja „Postępowanie podczas sporządzania i przechowywania ciekłych materiałów odniesienia” nr IP1-M.D, wyd. 9 z 17.01.2022.
- Plan produkcji „Densymetryczne certyfikowane materiały odniesienia (ciekłe wzorce gęstości)” nr PPR1-M.D z 17.01.2022.
- Nr rej. prod. Z2-Z25.4180.60.2023.401.

Autoryzował(a):
Elżbieta Lenard

Kierownik Laboratorium Wzorców
Fizykochemicznych

ŚWIADECTWO
MATERIAŁU
ODNIESIENIA
wydane przez:

Laboratorium Wzorców Fizykochemicznych Zakładu Chemii Fizycznej
i Środowiska w Głównym Urzędzie Miar

ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa
tel.: 22 581 9201, e-mail: chemistry@gum.gov.pl

Data wydania: 12 września 2023 r.

Strona: 3 / 3

Główny Urząd Miar (GUM) realizuje zadania wynikające z ustawy z dnia 11 maja 2001 r. - Prawo o miarach. Jest instytucją najwyższej rangi w dziedzinie metrologii w Rzeczypospolitej Polskiej jako tzw. krajowa instytucja metrologiczna.

Podstawowym celem działalności Głównego Urzędu Miar jest zapewnienie jednolitości miar i wymaganej dokładności pomiarów wielkości fizycznych w Rzeczypospolitej Polskiej oraz ich powiązania z międzynarodowym systemem miar.

Główny Urząd Miar, jako krajowa instytucja metrologiczna jest źródłem, od którego akredytowane laboratoria wzorcuje wywodzą swoją spójność pomiarową. Nadrzędna rola krajowej instytucji metrologicznej potwierdzona jest w międzynarodowym dokumencie ILAC P10:07/2020 „Polityka ILAC dotycząca spójności pomiarowej wyników pomiarów” oraz w dokumencie DA-06 wydanym przez Polskie Centrum Akredytacji „Polityka dotycząca zapewnienia spójności pomiarowej wyników pomiarów”. Wzorce GUM, do których są odnoszone wyniki wzorcowań (informacja o spójności pomiarowej zamieszczona na pierwszej stronie świadectwa) są powiązane z wzorcami laboratoriów europejskich i światowych krajowych instytucji metrologicznych poprzez udział we wzajemnych porównaniach wzorców lub/i poprzez wzorcowania przeprowadzone w tych laboratoriach.

Laboratoria wzorcuje GUM mają wdrożony system jakości zgodnie z normą PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących” oraz PN-EN ISO 17034:2017-03 „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji producentów materiałów odniesienia”.

GUM jest sygnatariuszem międzynarodowego „Porozumienia o wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania i świadectw pomiarów wydawanych przez krajowe instytucje metrologiczne”, zawartego pod auspicjami Międzynarodowego Komitetu Miar (tzw. CIPM MRA).

Dane dotyczące zdolności w zakresie wzorcowania i pomiarów (CMCs) są zawarte w Dodatku C do CIPM MRA. Niniejsze świadectwo spełnia wymagania CIPM MRA, w szczególności zapisów w Dodatku C. W ramach CIPM MRA wszystkie uczestniczące instytucje uznają ważność świadectw wzorcowania i świadectw pomiaru wystawianych przez innych sygnatariuszy, w odniesieniu do wielkości, zakresów i niepewności pomiarów wymienionych w Dodatku C (szczegóły patrz: www.bipm.org).

DZIĘKUJĘ

Ewa Malejczyk

ewa.malejczyk@gum.gov.pl

www.gum.gov.pl

