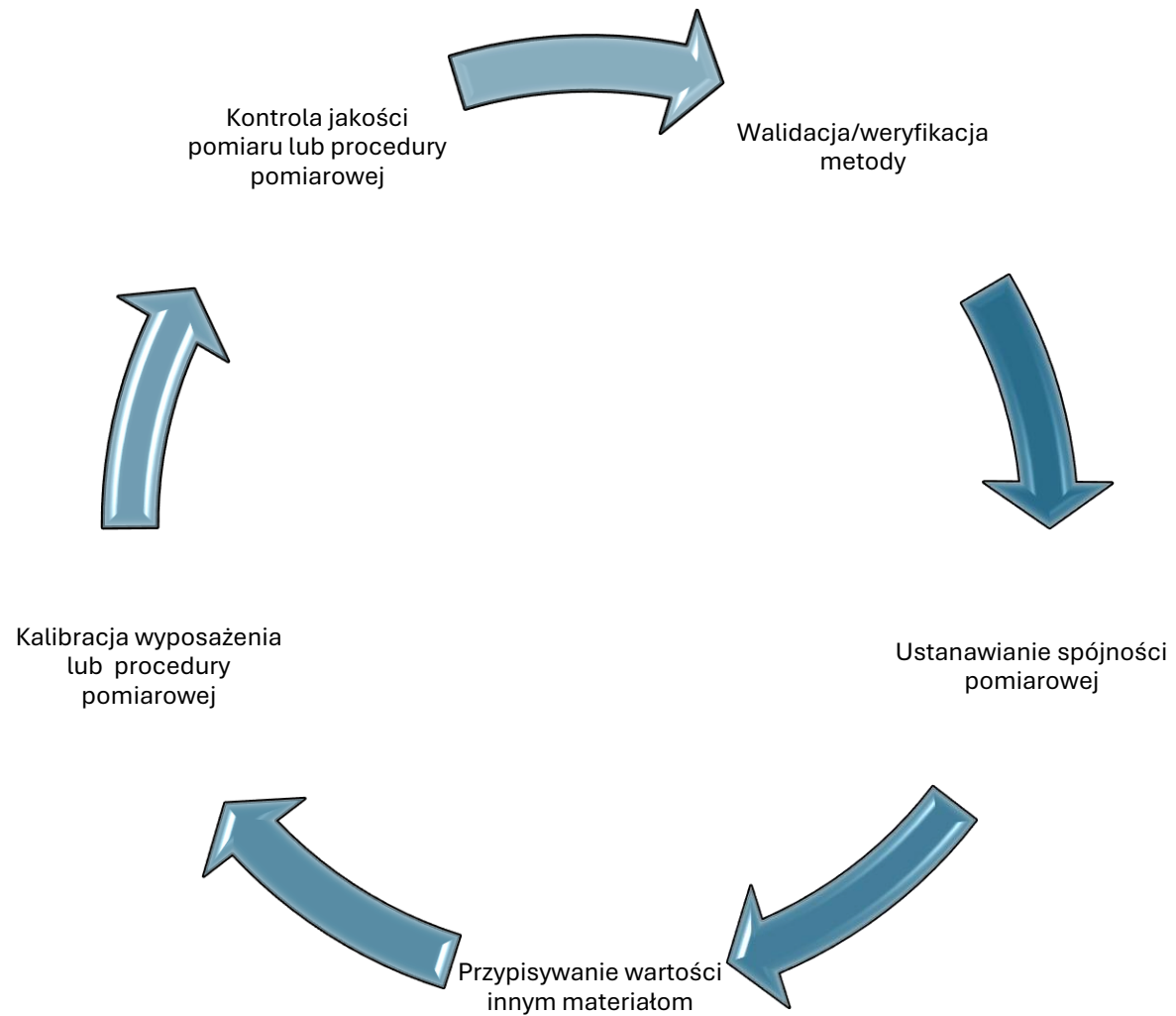
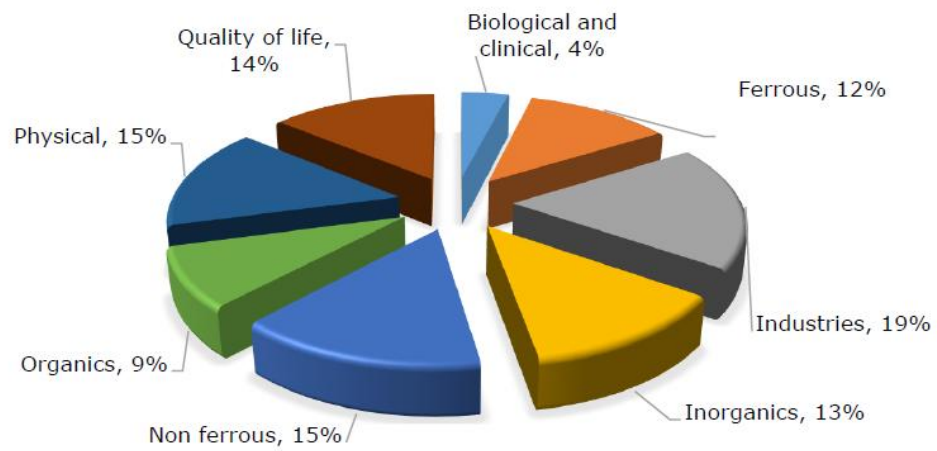


# DOBRE PRAKTYKI W UŻYTKOWANIU MATERIAŁÓW ODNIESIENIA

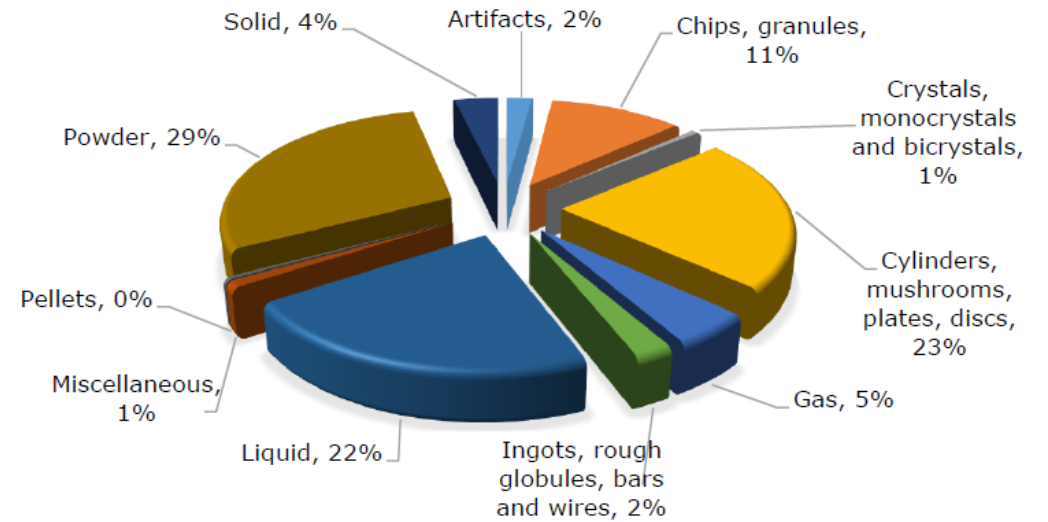


KATARZYNA WIĘCEK





**Figure 1:** Percentage distribution of CRM by fields of application (27).

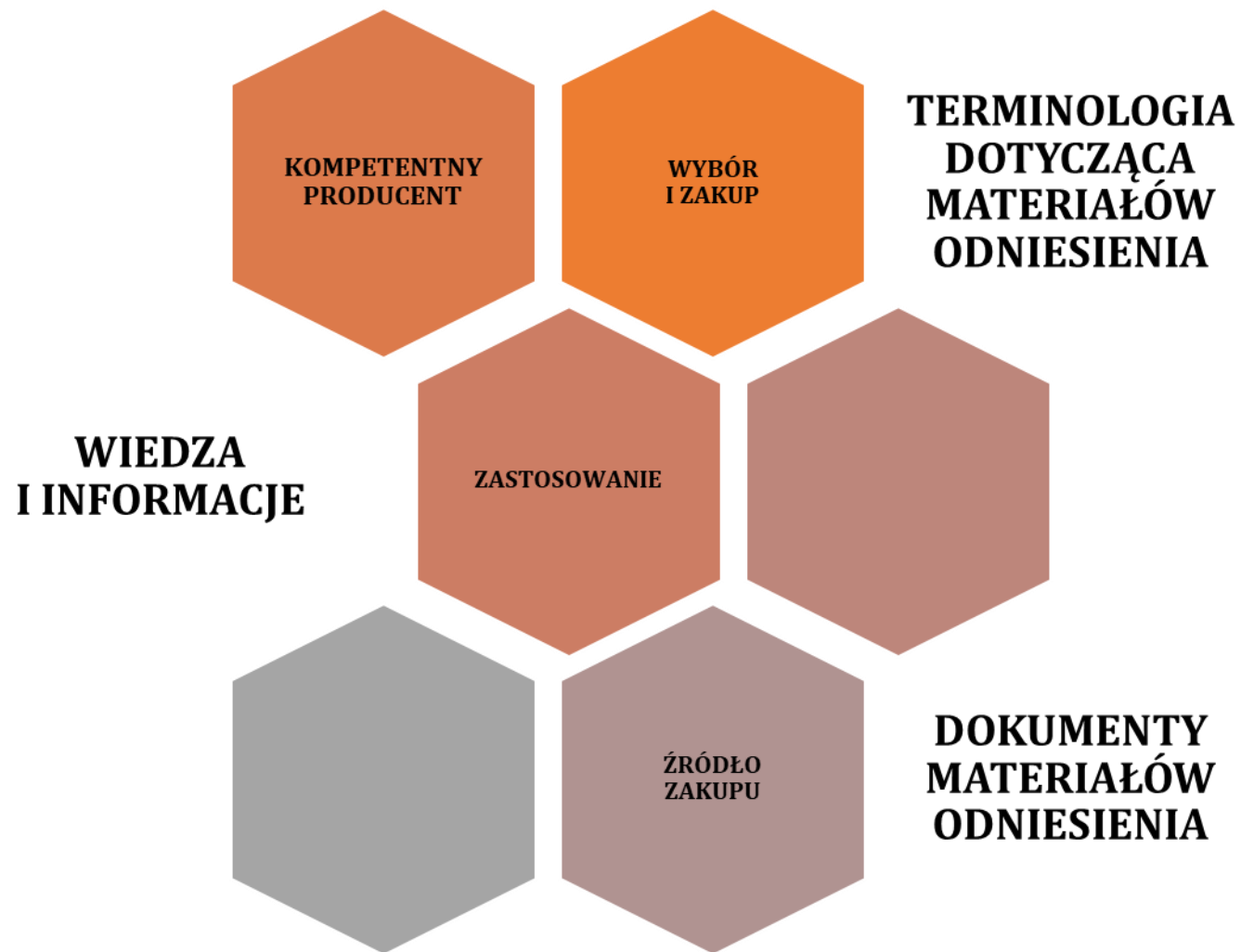


**Figure 2:** Origin of RMs at the level of COMAR database (27).

ODPOWIEDZIALNOŚĆ  
UŻYTKOWNIKA  
MATERIAŁU  
ODNIESIENIA

ODPOWIEDNI DO  
ZAMIERZONEGO  
ZASTOSOWANIA





WZROST POPYTU  
ŚWIADOMOŚĆ WYMAGAŃ

LICZBA LABORATORIÓW  
NOWE OBSZARY  
BADAWCZE  
RÓŻNORODNOŚĆ

NIEWŁAŚCIWE  
WYKORZYSTYWANIE  
CRM/RM ?

ZAPEWNIENIE CIĄGŁOŚCI  
DOSTAW

CZAS PRODUKCJI

OGRANICZENIE  
SPRZEDAŻY – STABILNOŚĆ  
MATERIAŁU

## Przykłady opisu materiałów odniesienia:

- *jednostka składa się z dwóch zgrzewanych termicznie, aluminiowanych woreczków, z których każdy zawiera około 10 g zmielonej yerba mate*
- *jednostka składa się z czterech puszek, z których każda zawiera około 85 g mieszanki produktów wieprzowych i drobiowych, mieszanych w procesie komercyjnym*
- *jednostka składa się z trzech 10-gramowych hermetycznie zamkniętych szklanych fiolek z popiołem lotnym sproszkowanym do wielkości cząstek mniejszej niż 150  $\mu\text{m}$  i wymieszanym w celu uzyskania wysokiego stopnia jednorodności*
- *jednostka składa się z dwóch kartonów papierosów zawierających 10 paczek po 20 papierosów w każdym*
- *aluminiowy, cylindryczny wzorzec wysokości stopnia z trzema nominalnymi stopniami o wymiarach 10  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$  i 100  $\mu\text{m}$*
- *Każdy element ma nominalną średnicę 21,5 mm i wysokość 25 mm*
- *jednostka składa się z dwóch dysków, każdy o średnicy około 40 mm, grubości około 3 mm i wadze około 9,5 g*
- *Jednostka składa się z 15 g mąki ryżowej w butelkach ze szkła oranżowego*

	OCENA PRECYZJI	OCENA BŁĘDU SYSTEMATYCZNEGO	KALIBRACJA
SPECYFIKACJA WŁAŚCIWOŚCI	WYMAGANE	WYMAGANE	WYMAGANE
WARTOŚĆ WŁAŚCIWOŚCI		WYMAGANE	WYMAGANE
NIEPEWNOŚĆ		WYMAGANE	WYMAGANE
JEDNORODNOŚĆ	WYMAGANE	A	A
STABILNOŚĆ	WYMAGANE	A	A
USTANOWIENIE SPÓJNOŚCI POMIAROWEJ		WYMAGANE	WYMAGANE
INSTRUKCJA UŻYTKOWANIA	WYMAGANE	WYMAGANE	WYMAGANE
OKRES WAŻNOŚCI CERTYFIKATU		WYMAGANE	WYMAGANE

## WARTOŚĆ WŁAŚCIWOŚCI

SPECYFIKACJA  
WŁAŚCIWOŚCI

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

OKRES WAŻNOŚCI  
CERTYFIKATU



**Wartość certyfikowana** - wartość przypisana właściwości materiału odniesienia, która została scharakteryzowana przez metrologicznie ważną procedurę i której towarzyszy oświadczenie o niepewności oraz oświadczenie o spójności pomiarowej, zidentyfikowane w dokumencie materiału odniesienia

*Jest przeznaczony do;*

- *stosowania w ocenie metod analitycznych stosowanych do klasyfikacji popiołów lotnych z węgla*
- *do oznaczania pierwiastków składowych w popiołach lotnych z węgla lub materiałach o podobnej matrycy*

*Jest przeznaczony przede wszystkim do:*

- *kalibracji przyrządów służących do pomiaru radioaktywności*
- *do monitorowania procedur radiochemicznych*

*Jest przeznaczony do:*

- *stosowania jako wzorzec kalibracji do pomiaru współczynnika wzmocnienia (skala) w osi Z (pionowej) i odchylenia liniowego mikroskopów powierzchniowych trójwymiarowych (3D) do pomiaru topografii powierzchni wykorzystywanych w analizie śladów narzędzi kryminalistycznych*
- *statystyczna kontrola procesu pomiaru w systemie kontroli jakości*
- *kalibracja, regulacja lub weryfikacja mikroskopu topografii powierzchni (przez laboratorium kryminalistyczne, wykwalifikowaną stronę trzecią lub producenta mikroskopu).*

*Jest przeznaczony do:*

- *do walidacji chemicznych i instrumentalnych metod analizy zawartości pierwiastków w szkle.*

*Jest przeznaczony przede wszystkim do walidacji metod oznaczania wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych (WWA) w yerba mate i podobnych matrycach, a także może być stosowany do kontroli jakości przy ustalaniu wartości wewnętrznych materiałów kontrolnych*

**Wartość odniesienia (wartość niecertyfikowana)** - wartość przypisana właściwości materiału odniesienia, która nie spełnia wszystkich wymagań wartości certyfikowanej, ale jest odpowiednia do określonych celów

Może mieć ograniczone informacje na temat spójności pomiarowej lub niepewności pomiaru lub większą niepewność niż ta, która byłaby wymagana do kalibracji

Do konkretnych celów może należeć na przykład porównanie wyników laboratoryjnych ze średnią z innych laboratoriów lub walidacja procedur w przypadku braku wystarczającej ilości certyfikowanych materiałów odniesienia

**Wartość informacyjna** - wartość właściwości materiału odniesienia, która jest podawana wyłącznie w celach informacyjnych

Wartości informacyjne mogą być przydatne na przykład do wykorzystania w ocenie precyzji metody  
Zaleca się podanie informacji o pochodzeniu wartości informacyjnej i powodach, dla których nie jest ona certyfikowana, aby umożliwić użytkownikom ocenę jej przydatności do zamierzonego zastosowania

*Wartości informacyjne: wartości informacyjne nie posiadają wystarczających informacji, aby ocenić związaną z nimi niepewność, lub przeprowadzono jedynie ograniczoną liczbę analiz. Wartości te nie mogą być wykorzystane do ustanawiania spójności metrologicznej.*

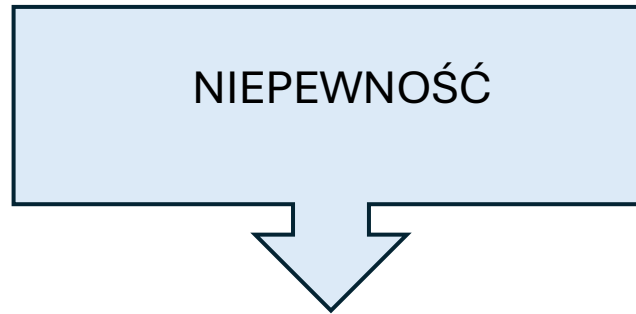
*Wartość informacyjna to wartość, która może zainteresować użytkownika materiału odniesienia, ale nie ma wystarczających informacji, aby ocenić niepewność związaną z tą wartością; w związku z tym niepewność nie jest podawana.*

*Wartości informacyjne nie mogą być wykorzystywane do ustanawiania spójności pomiarowej.*

*Wartości odniesienia (niecertyfikowane) nadają się do wykorzystania w rozwoju metod, harmonizacji metod i kontroli procesów, ale nie spełniają kryteriów certyfikacji ani nie zapewniają zgodności metrologicznej z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar (SI).*

*Są to najlepsze oszacowania rzeczywistych wartości w oparciu o dostępne dane. Wartości są podawane z niepewnością, która może odzwierciedlać jedynie powtarzalność pomiarów, może nie obejmować wszystkich źródeł niepewności i/lub może odzwierciedlać brak wystarczającej zgodności statystycznej między wieloma zastosowanymi metodami analitycznymi.*

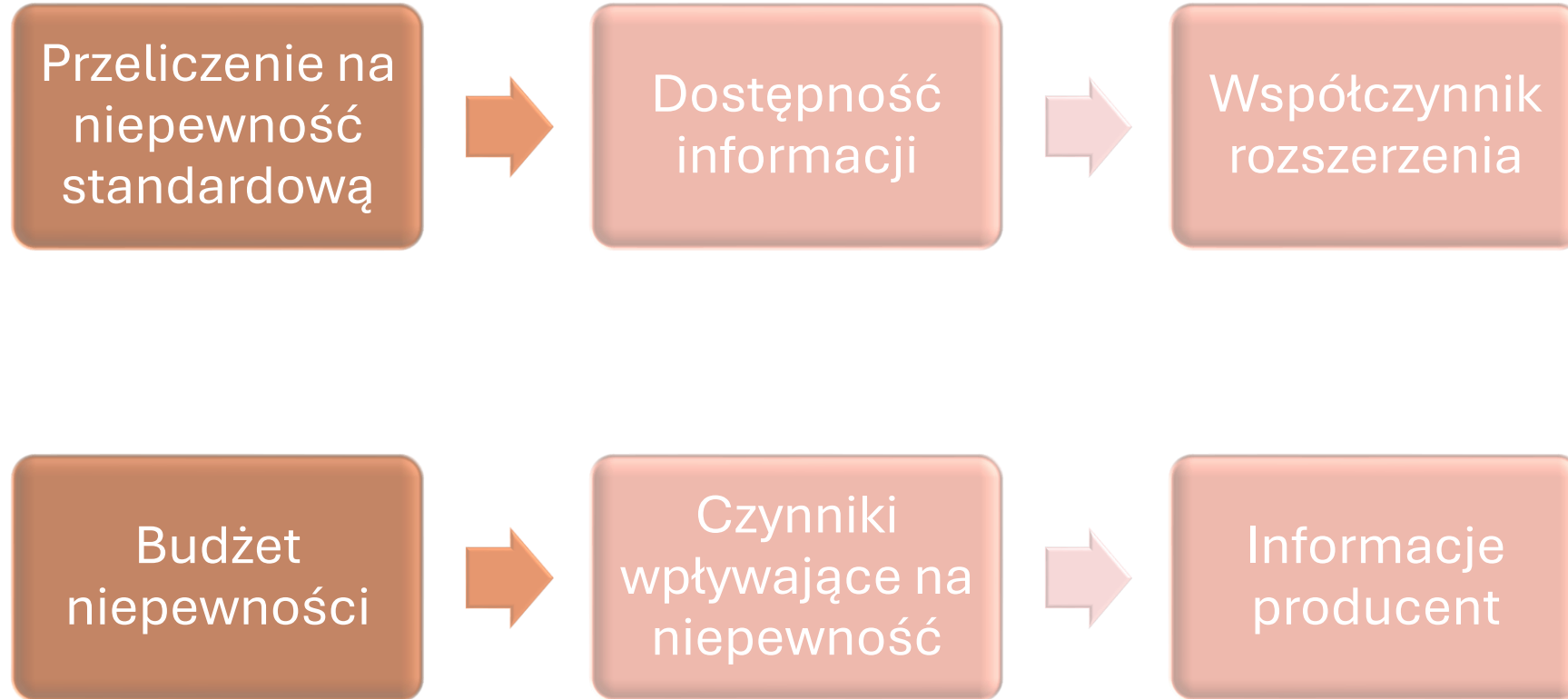
Do CRM dołączany jest certyfikat, w którym określa się między innymi certyfikowane właściwości, ich wartości oraz związane z nimi niepewności

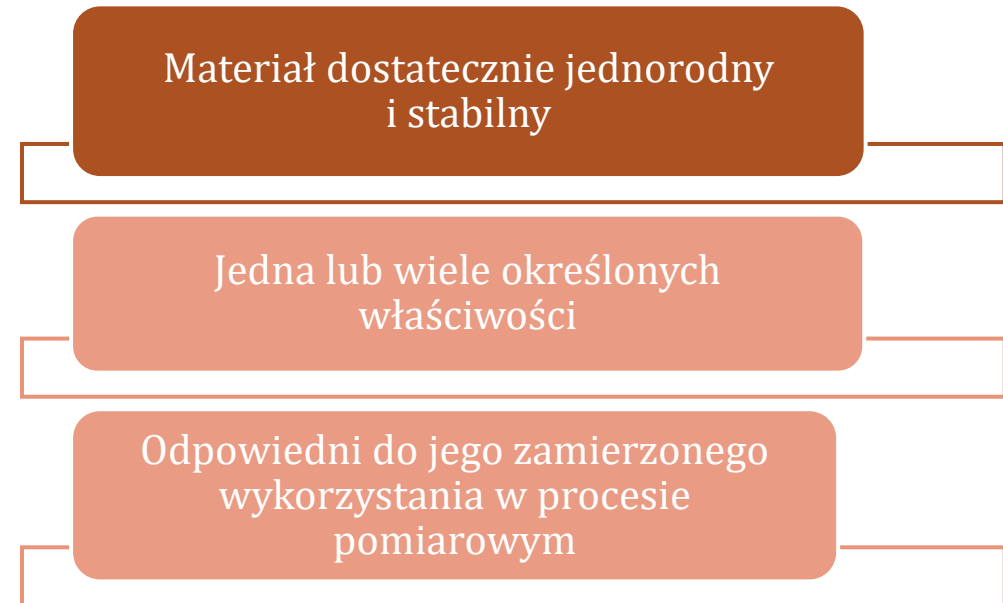
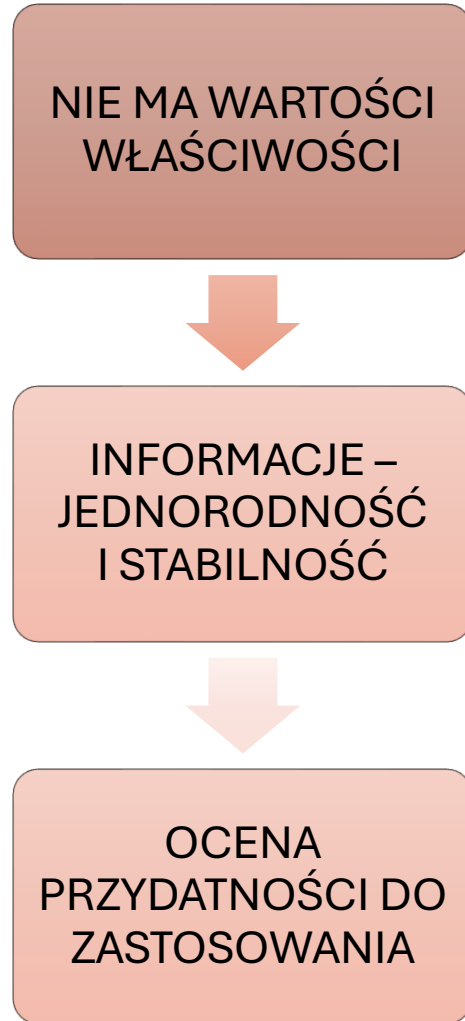


Podana niepewność powinna mieć zastosowanie do pojedynczego opakowania, które ma być wykorzystane w procesie pomiaru

$$X = (0,23 \pm 0,03) \text{ mg/kg} \quad (k=2)$$

$$u = \frac{U}{k}$$

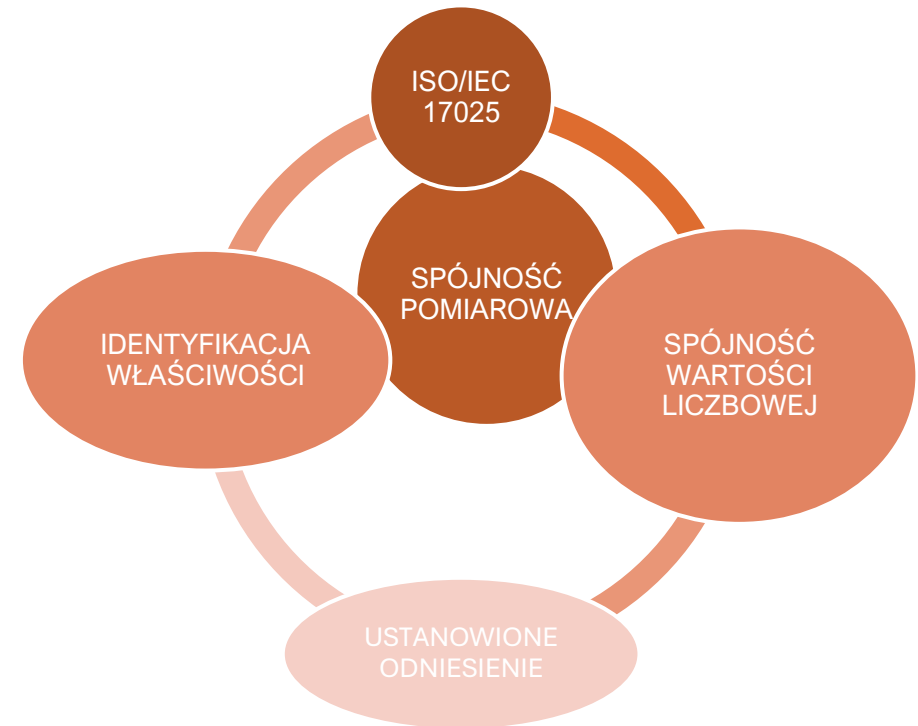




## WŁAŚCIWOŚĆ WYNIKU POMIARU

### INFORMACJE:

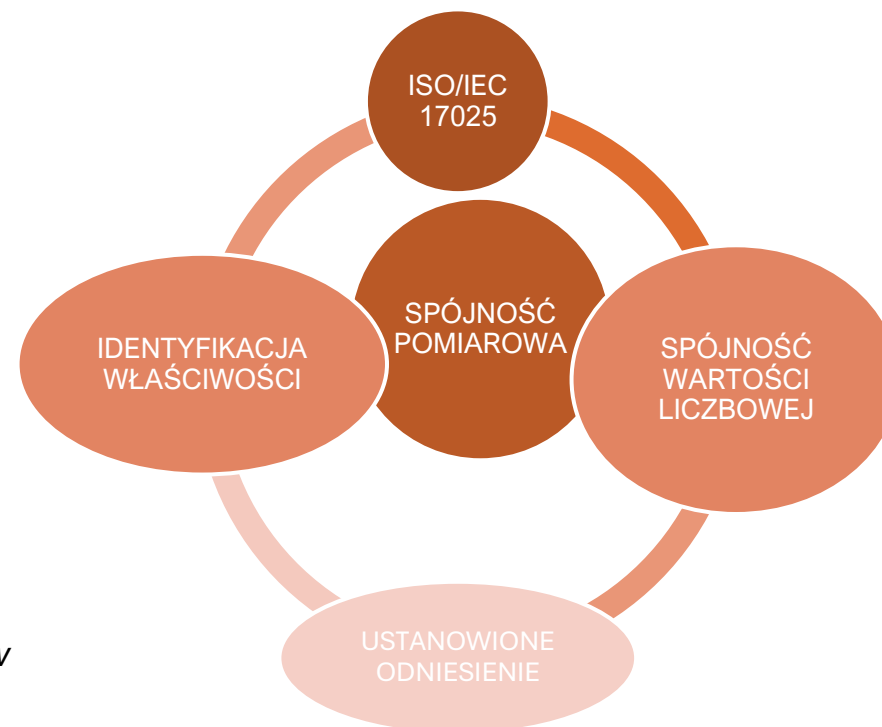
- DOKŁADNA IDENTYFIKACJA WIELKOŚCI MIERZONEJ
- SPÓJNOŚĆ WARTOŚCI LICZBOWEJ,
- USTANOWIONE ODNIESIENIE



Ustanowione odniesienie powinno być praktyczną realizacją jednostki miary lub procedurą pomiarową zawierającą jednostkę miary lub wzorcem pomiarowym

Przykłady:

- *spójność pomiarowa opiera się na stosowanej metodzie (ASTM E2187)*
- *wartość certyfikowana jest spójna z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar (SI) poprzez jednostkę ułamka masowego, wyrażonego w miligramach na kilogram lub miligramach na gram*
- *podane wartości można odnieść do następujących podstawowych wzorców odniesienia: XXX 0123*



## OCENA STABILNOŚCI – ODPOWIEDZIALNOŚĆ PRODUCENTA

Ocenić stabilność wszystkich istotnych właściwości RM w proponowanych warunkach przechowywania

Ocenić stabilność wszystkich istotnych właściwości RM w proponowanych warunkach transportowania

Ustalić wszelkie niezbędne zalecenia dotyczące przechowywania i stosowania materiału

Wybrać program monitorowania stabilności materiałów do długotrwałego przechowywania

Brak możliwości zapewnienia stabilności wartości certyfikowanej – uwzględnienie w niepewności pomiaru

Ocena wpływu na stabilność wielokrotnego pobierania próbek z danej jednostki RM

## OCENA STABILNOŚCI – ODPOWIEDZIALNOŚĆ PRODUCENTA

MINIMALNA NAWAŻKA  
REPREZENTATYWNOŚĆ

WIELOKROTNOŚĆ  
PODPRÓBKOWANIA

POJEDYNCZE PORCJE

INSTRUKCJA UŻYTKOWANIA

Jeżeli w instrukcji użytkowania dopuszczono wielokrotne pobieranie próbek z danej jednostki RM lub wielokrotne używanie całego RM, należy ocenić możliwy wpływ na stabilność materiału

**i podjąć odpowiednie działania**

**Odpowiednim działaniem może być** np. dostarczenie szczegółowych instrukcji obsługi i użytkowania po otwarciu jednostki RM

Przechowywać w temperaturze otoczenia, w ciemnym i suchym miejscu, zaleca się unikanie bezpośredniej ekspozycji na światło słoneczne lub źródła ciepła

Otwarta butelka musi być chroniona przed wilgocią atmosferyczną i być szczelnie zakręcona

Przed użyciem należy dokładnie wymieszać

Zaleca się oznaczanie wilgoci w próbce analitycznej przed wykonywaniem oznaczeń

## Przykłady:

- *skład i powierzchnia właściwa popiołu mogą ulec zmianie pod wpływem wilgoci zawartej w powietrzu, dlatego CRM należy zużyć jak najszybciej po otwarciu. Jeśli nie zostanie zużyty natychmiast, należy zabezpieczyć go przed wilgocią atmosferyczną, przenosząc otwarty CRM do szczelnie zamkniętej fiolki i przechowując w eksykatorze*
- *podano dokładny sposób otwarcia fiolki*
- *do oznaczeń analitycznych należy użyć próbki o masie co najmniej 500 mg, stosując środki ostrożności zapobiegające wchłanianiu wilgoci*
- *certyfikacja materiału jest ważna bezterminowo, w ramach określonej niepewności pomiaru, pod warunkiem, że materiał jest prawidłowo przechowywany i obsługiwany oraz nie doszło do parowania ani zmiany składu*
- *certyfikacja traci ważność w przypadku uszkodzenia, zanieczyszczenia lub innej modyfikacji materiału*
- *próbki papierosów należy chronić przed uszkodzeniami fizycznymi i środowiskowymi podczas transportu i przechowywania. Ważne jest, aby próbki nie uległy zgnieceniowi ani deformacji w żaden sposób. Należy ostrożnie obchodzić się z próbkami, aby zapobiec ich zanieczyszczeniu podczas przechowywania i chronić je przed degradacją przez owady*
- *ten materiał należy przechowywać w zamrażarce w temperaturze około  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$*
- *te papierosy są przeznaczone wyłącznie do użytku badawczego, istnieją istotne zagrożenia dla zdrowia związane z narażeniem na dym tytoniowy, te papierosy nie są przeznaczone do spożycia przez ludzi i nie mogą być sprzedawane ani dystrybuowane konsumentom*

## Przykłady:

- *roztwór w ampułce jest towarem niebezpiecznym (materiałem niebezpiecznym) ze względu na radioaktywność. Ampułkę powinny otwierać wyłącznie osoby uprawnione do postępowania z materiałem radioaktywnym*
- *powierzchnie należy sprawdzić pod kątem kurzu lub innych zanieczyszczeń. Próbkę należy solidnie zamocować na mikroskopie, aby upewnić się, że nie poruszy się ani nie będzie się kotłować podczas pomiaru. Po zamocowaniu, przed rozpoczęciem pomiaru, należy odczekać kilka minut, aby próbka osiągnęła równowagę termiczną*
- *certyfiakat dotyczy tylko pierwszego użycia, ponieważ materiał wchłania dodatkową wilgoć po otwarciu opakowania. Nie gwarantuje się uzyskania tych samych wyników, jeśli pozostały proszek zostanie użyty w późniejszym terminie, chyba że zostanie przeprowadzone niezależne oznaczenie wilgotności*
- *przed użyciem zawartość opakowania należy dokładnie wymieszać. Przed otwarciem odczekać 1 minutę, aby zawartość mogła się ustabilizować*
- *przed użyciem zawartość puszkki należy dokładnie wymieszać w celu zapewnienia jednorodności. Zalecaną techniką jest przeniesienie całej zawartości puszkki do plastikowego worka, a następnie ręczne ściśnięcie worka w celu wymieszania materiału. Należy zachować ostrożność, aby uniknąć oddzielenia tłuszczu od materiału*
- *RM jest transportowany w suchym lodzie i powinien pozostać zamrożony podczas transportu. Materiał należy przechowywać w stanie zamrożonym w temperaturze -80 °C natychmiast po otrzymaniu*

**Producent nie ponosi odpowiedzialności za zmiany, które zajdą podczas przechowywania materiału u klienta, zwłaszcza w przypadku otwartych butelek**

## OCENA PRECYZJI

- działania podejmowane przez laboratorium podczas opracowywania lub walidacji/weryfikacji metody
- materiały odniesienia obejmujące zakres metody pod względem matryc (lub zmienności w obrębie matrycy) i poziomów wartości właściwości
- materiały odniesienia o określonej jednorodności i stabilności
- potwierdzona stabilność przez okres trwania pomiarów w ocenie precyzji
- precyzja może zależeć od wartości wielkości mierzonej (informacje o nominalnych wartościach właściwości)
- niezależne pomiary
- zakres procedury pomiarowej uwzględniony w ocenie precyzji (zakres procesu a wyznaczone odchylenie standardowe)
- niepewność materiału odniesienia (wystarczająco niska, aby wykryć istotne odchylenia)

## OCENA BŁĘDU SYSTEMATYCZNEGO

- zastosowanie certyfikowanego materiału odniesienia
- poprawność wykonania wszystkich etapów procedury pomiarowej
- wykazanie spójności pomiarowej wyniku z podanym odniesieniem dla wartości właściwości CRM
- problem modyfikacji rutynowej procedury pomiarowej
- użycie więcej niż jednego CRM do sprawdzenia metody w zakresie wartości wielkości mierzonej właściwym dla zakresu metody
- zastosowane materiały odniesienia a rutynowe próbki

## OCENA BŁĘDU SYSTEMATYCZNEGO

$$|x_{meas} - x_{CRM}| \leq k \cdot \sqrt{u_{meas}^2 + u_{CRM}^2}$$

- wartości zmierzone i wartości właściwości CRM zgodne w ramach ich niepewności
- wynik uzyskany dla CRM potwierdza metrologiczne powiązanie wyników uzyskanych z procedury pomiarowej

## KALIBRACJA

- zastosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia
- spójność pomiarowa w kalibracji
- wybór CRM
  - - postać fizyczna
  - - właściwości objęte certyfikatem CRM
  - - zakres wartości i ich znaczenie dla zakresu pomiarowego
  - - zamienność materiału odniesienia
- zastosowanie zestawu CRM
- uwzględnienie niepewności związanej z wartością właściwości w ocenie niepewności pomiaru wynikającej z kalibracji
- sprawdzenie procesu kalibracji
- rodzaje kalibracji

## PRZYPISYWANIE WARTOŚCI INNYM MATERIAŁOM

- CRM-y wykorzystywane do przygotowywania innych RM np. poprzez mieszanie, rozcieńczanie lub w inny sposób,
- nadzór nad wyposażeniem i warunkami środowiskowymi
- sprawdzenie spójności wartości przypisanych RM
- „czystość” materiału odniesienia, zanieczyszczenia
- metody przygotowania (grawimetria, wolumetria)
- kontrola stabilności
- okres przydatności
- kontrola jakości

## CZĘSTOTLIWOŚĆ KORZYSTANIA Z MATERIAŁÓW ODNIESIENIA



**Dokument materiału odniesienia** - dokument zawierający wszystkie informacje niezbędne do korzystania z materiału odniesienia

Wymagana i zalecana zawartość dokumentu materiału odniesienia jest opisana w normach ISO17034 i ISO 33401.

Producenci materiałów odniesienia używają różnych terminów do opisu dokumentu materiału odniesienia, w tym certyfikatu, certyfikatu materiału odniesienia, certyfikatu analizy i karty informacyjnej produktu

---

---

REFERENCE MATERIAL DATA SHEET

---

---

**REFERENCE MATERIAL CERTIFICATE**

**REFERENCE MATERIAL INFORMATION SHEET**

*Certificate of Analysis*

**PN-ISO 33401:2024-09 *Materiały odniesienia. Zawartość certyfikatów, etykiet i dokumentacji towarzyszącej***

W dokumencie termin „**certyfikat materiału odniesienia**” używany jest w odniesieniu do dokumentu towarzyszącego CRM, a termin „**karta informacyjna produktu**” używany jest w odniesieniu do dokumentu towarzyszącego każdemu innemu rodzajowi RM.

**Dokument RM obejmuje koncepcje zarówno certyfikatu materiału odniesienia, jak i karty informacyjnej produktu.**

Specyfikacje dotyczące kart informacyjnych produktu, certyfikatów RM i etykiet podane w poniższych punktach obejmują te wymienione w normie ISO 17034.

## HISTORIE ZMIAN W DOKUMENTACH MATERIAŁÓW ODNIESIENIA

### Przykłady:

- *usunięto wartość informacyjną dla .....*
- *usunięto certyfikowane wartości dla ..... z powodu zaobserwowanej niestabilności*
- *przedłużono okres ważności*
- *zmiany redakcyjne*
- *zaokrąglenie wartości ułamka masowego dla .....*
- *dodanie informacji o metodzie*

DZIĘKUJĘ ZA UWAGĘ



KATARZYNA WIĘCEK