

Wprowadzenie do metrologii chemicznej

Metrologia chemiczna
czyli o jakości pomiarów
chemicznych

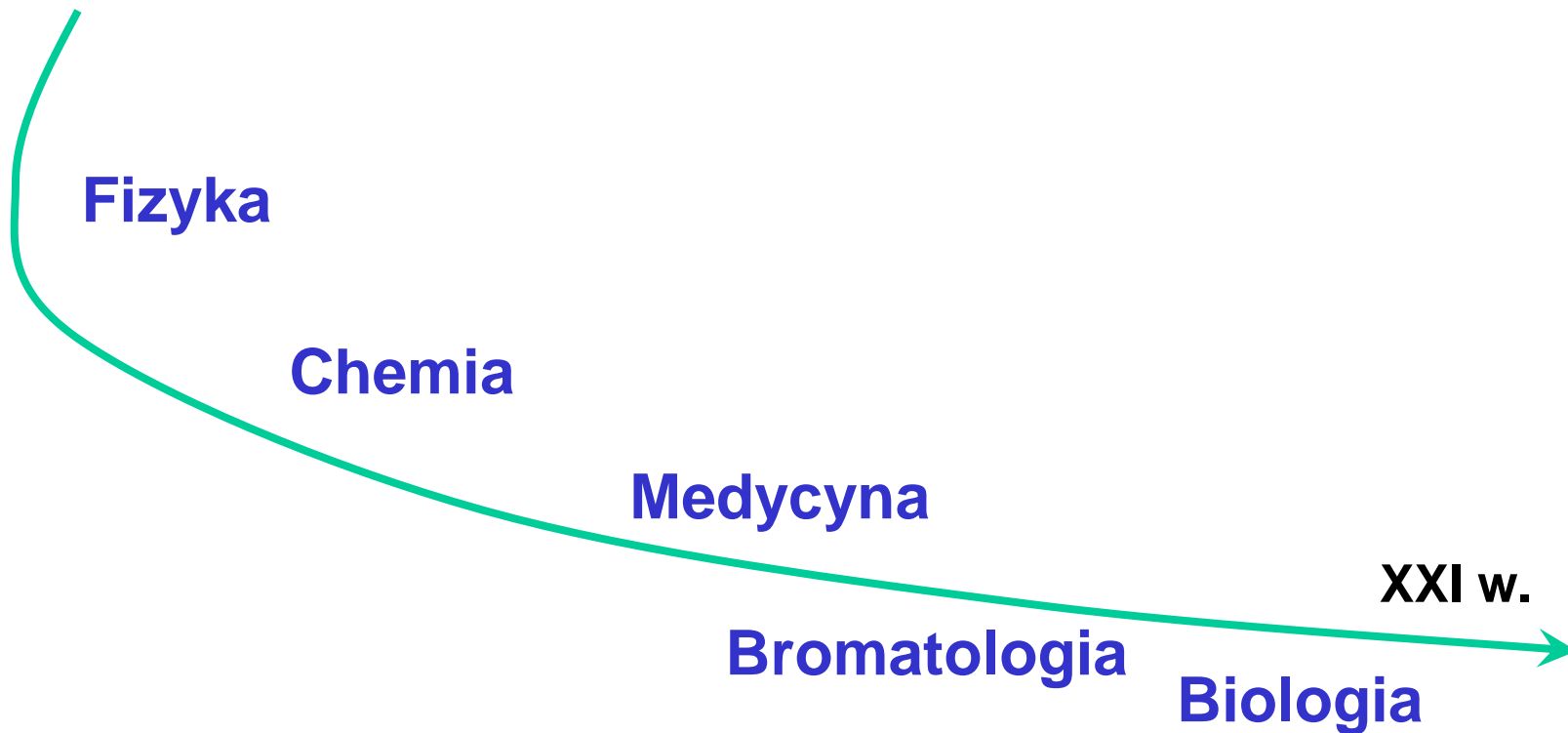
O czym będzie wykład?

- Czym jest metrologia chemiczna?
- Dlaczego znajomość metrologii jest ważna?
- Jaką rolę pełni w pomiarach?
- Czym się różni od metrologii w pomiarach fizycznych?

- Omówimy terminy metrologiczne
- Powiążemy zasady metrologii z jakością wyników
- Przedstawimy znaczenie metrologii w aspekcie współpracy międzynarodowej

Metrologia w różnych dyscyplinach

Określ obiekt badań i operacyjną wartość pomiarową



Metrologia => nauka o pomiarach
zgodna z wymaganiami normy ISO/IEC 17025

- **walidacja procedury pomiarowej**
- **spójność pomiarowa wz. wzorca X**
- **wyznaczanie niepewności wyniku pomiaru**

Wyniki pomiarów chemicznych.....

Not only water crosses borders, also results of chemical measurements:

- **Pomiędzy laboratoriami**
(n.p. wspólne bazy danych)
- **Pomiędzy krajami**
 - **Są podstawą wielu regulacji prawnych**
(laboratoria referencyjne, urzędy państwowe)

QUANTITY: Zawartość – wyznaczona ilość analizowanego składnika (analitu) w próbce [stężenie; zawartość; liczba zliczeń; aktywność]

ANALYTE: Analit – oznaczany składnik [Cd, azotany]

MEASURANT: obiekt mierzony – forma lub postać oznaczanego analitu

UNIT: jednostka – sposób określenia zawartości analitu względem próbki

STATE REFERENCE: odniesienie – [względem SI]

Jednostki

Nazwy

Długości mila lądowa; mila morska;
staja; kabel; sążeń; jard; **stopa**; przęsto;
ogniwo; dłoń; sznur; pręt; cal; linia;
kaliber; cycero; punkt

Powierzchni taunship; mila kwadratowa; akr; rud; sznur
kwadratowy; sążeń kwadratowy; jard kwadratowy

Objętości sążeń sześcienny; kord; tona rejestrowana;
chaldron; ćwierć; sak; buszel; garniec; galon; kwarta; pinta; gill;
uncja; minim; beczka;

Masy tona; long cwt; sług; funt; funt aptekarski; penniweit

Międzynarodowy Układ Jednostek (SI) :

*‘usystematyzowany zbiór jednostek miar,
przyjętych i zalecanych przez
Generalną Konferencję Miar’*

Metr jednostka długości;

Kilogram jednostka masy;

Sekunda jednostka czasu;

Amper jednostka prądu elektrycznego;

Kelwin jednostka temperatury termodynamicznej;

Kandela jednostka światłości;

Mol jednostka liczności materii (**dopiero od 1971 r**)

Międzynarodowy Układ Jednostek (SI) :

*‘usystematyzowany zbiór jednostek miar,
przyjętych i zalecanych przez
Generalną Konferencję Miar’*

Metr jednostka długości;

Kilogram jednostka masy;

Sekunda jednostka czasu;

Amper jednostka prądu elektrycznego;

Kelwin jednostka temperatury termodynamicznej;

Kandela jednostka światłości;

Mol jednostka liczności materii (dopiero od 1971 r)

MF

MC

Laboratorium podaje wyniki klientowi

Wynik = wartość ± niepewność

Czy to jest łatwe?

- ISO-GUM*) → Przewodnik określający sposób obliczania niepewności

*) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements (1995)

Często spotykane stwierdzenia

- ☹️ Nasz wynik jest **prawidłowy**, nie musimy tego wykazywać
- ☹️ Nie ma potrzeby zapewniania & wykazywania **spójności pomiarowej** wyniku
- ☹️ Nie jest możliwe zapisanie **równania modelowego**
- ☹️ Wyznaczanie **niepewności wyniku** jest bardzo trudne
- ☹️ Im mniejsza wartość po “ **±** ” tym lepszy wynik
- ☹️ Mamy wieloletnie doświadczenie i zawsze podajemy prawidłowe wyniki

Metrologia = Nauka o pomiarach

**czyli o rozumieniu procedury pomiarowej,
a nie o dążeniu do osiągnięcia najmniejszej
niepewności wyniku**

Obecnie wyniki pomiarów wykorzystywane są:

- w sterowaniu procesami technologicznymi
- w wymianie towarów i usług
- w tworzeniu i realizacji aktów prawnych
(około 40% dyrektyw **EU** wymaga pomiarów)

Istotne jest stosowanie zasad metrologii!

Komisja Europejska wspiera działania w tym zakresie!

Wiarygodność pomiarów chemicznych

podejście

Tradycyjne

- Powiązanie pomiarów z własnym wzorcem
- Zróżnicowane sposoby wyrażania wiarygodności wyników
- Wielokrotne powtarzanie pomiarów poprawia wiarygodność

Metrologiczne

- ✓ Powiązanie pomiarów z międzynarodowo uznanym wzorcem
- ✓ Ujednolicony sposób wyrażania wiarygodności (niepewność wg ISO GUM)
- ✓ Powtarzanie pomiarów nie poprawia wiarygodności

- **Informacja:** „Prawda” istnieje tylko teoretycznie, wynik pomiaru jest zawsze przybliżeniem
- **Realizm:** to co robisz nie jest doskonałe
- **Przejrzystość:** opisz procedurę pomiarową zgodnie z rzeczywistością
- **Podejście krytyczne:** analizuj, to co robisz
- **Terminologia:** stosuj przyjęte definicje

Przedstawianie wyniku pomiarów

Wynik = wartość \pm niepewność

Łatwe?

- Niepewność wyraża wiarygodność wyniku
- ISO-GUM → jednolite podejście do szacowania niepewności
- VIM → jednolita terminologia (*litr vs. litr nasypowy*)

Metrologia w pomiarach własności fizycznych i chemicznych

Fizyka : wykorzystuje się pomiary bezpośrednie,
→ najczęściej niezależnie od rodzaju próbki
(*długość, masa, temperatura, ...*)

Różnice

Chemia : wykorzystuje się pomiary pośrednie,
→ z reguły zależne od rodzaju próbki

Stężenie Cd w ...

- ✓ wodzie morskiej
- ✓ glebie
- ✓ krwi
- ✓ żywności

Metrologia w fizyce i w chemii

Fizyka : Pomiar = porównywanie wartości mierzonych
np. temperatura w odniesieniu do jednostki, K

Główne wpływy: (wyposażenie) kalibracja
przyrządu pomiarowego

Chemia : Pomiar = porównywanie zawartości analitu
np. [DDT] w mleku w odniesieniu mol/kg; mg/kg)

Główne wpływy:
pobieranie próbek, ekstrakcja, mineralizacja próbki;
i... (wyposażenie) kalibracja przyrządu pomiarowego

Podobieństwa

Pomiar: zbiór operacji mających na celu wyznaczenie wartości wielkości mierzonej

Wielkość mierzona: wielkość stanowiąca przedmiot pomiaru

Analit: oznaczane indywiduum

Równanie modelowe: zależność opisująca sposób obliczania wyniku pomiaru (*zawsze jest stosowane!*)

Postępowanie metrologiczne

- ✓ Wybór odpowiedniej techniki oraz zwalidowanej procedury pomiarowej / potwierdzenie parametrów analitycznych
- ✓ Poprawny opis procedury analitycznej (równanie modelowe)
- ✓ Określenie jednostki odniesienia (spójność pomiarowa)
- ✓ Oszacowanie niepewności wyników
- ✓ Wybór odpowiednich CRMs i ich właściwe zastosowanie

Organizacje metrologiczne

- Narodowe instytuty metrologiczne
(i ich partnerzy w zakresie pomiarów chemicznych)
- Regionalne organizacje metrologiczne
(EUROMET, SIM, APMP ...)
- ☒ Służą „gotowymi” rozwiązania w zakresie spójności pomiarowej (np. wartość przenoszona przez CRM lub przez pomiary odniesienia)
- ☒ Tworzą zorganizowaną sieć instytucji metrologicznych (np. www.euromet.org)
- ☒ Stosują zasadę przejrzystości, czyli konieczność dokumentowania i potwierdzania swojej zdolności pomiarowej

Umowa o wzajemnym uznanawaniu (MRA)

Państwa, sygnatariusze MRA przyjęły porozumienie o wzajemnym uznanawaniu państwowych wzorców jednostek :

„wzajemne uznawanie wyników pomiarów i wzorcowań laboratorów metrologicznych”

[podpisano w BIPM, Paryż (październik 1999)]

Łatwo powiedzieć, trudniej wykonać