



EWA KREMER



MARTYNA ROMPA



BOGDAN ZYGMUNT



JACEK NAMIEŚNIK

Katedra Chemii Analitycznej
Wydziału Chemicznego
Politechniki Gdańskiej
e-mail: chemanal@p.gda.pl

Ewa Kremer, Martyna Rompa, Bogdan Zygmunt, Jacek Namieśnik

Materiały odniesienia

**WYTWARZANIE. BADANIA. ZASTOSOWANIE W PRAKTYCE
ANALITYCZNEJ. GRANTY FINANSOWANE
PRZEZ WSPÓLNOTĘ EUROPEJSKĄ**

Jakość prowadzonych pomiarów analitycznych jest bardzo ważnym elementem w analityce organicznych zanieczyszczeń środowiska.

Ważną rolę w sterowaniu jakością pomiarów odgrywają materiały odniesienia (Reference Materials – RM). Są to takie substancje lub materiały, których jedna lub więcej wartości ich właściwości są dostatecznie jednorodne i na tyle dobrze określone, aby mogły być stosowane do kalibracji przyrządu, oceny metody pomiarowej lub do przypisania wartości cechom materiałów.

Materiały odniesienia stosowane w praktyce laboratoryjnej można zaliczyć do trzech grup:

- pierwotne materiały odniesienia (*Primary Reference Materials – PRM*),
- certyfikowane materiały odniesienia (*Certified Reference Materials – CRM*),
- laboratoryjne materiały odniesienia (*Laboratory Reference Materials – LRM*).

W przypadku certyfikowanych materiałów odniesienia musi być podana niepewność na określonym poziomie ufności. Pierwotne materiały odniesienia to CRM o najwyższej jakości metrologicznej (wartości certyfikowane charakteryzują się spójnością pomiarową z jednostkami SI). W tym miejscu trzeba dodać, że zagadnienia związane z tymi dwoma typami materiałów odniesienia były już przedmiotem kilku publikacji w czasopiśmie „Analityka”.

W przypadku laboratoryjnych materiałów odniesienia wartości stężeń analitów nie są certyfikowane. Wytwarza się je głównie w celu przeprowadzenia badań międzylaboratoryjnych i w wewnętrznej kontroli jakości.

Laboratoryjne materiały odniesienia mogą być wytwarzane i wybierane w ten sposób, aby lepiej odzwierciedlały typ matrycy próbek analizowanych rutynowo; pozwala to lepiej naśladować trudności, które normalnie występują w przypadku analizy próbek rutynowych.

Próbki takich materiałów można stosować jako próbki badane w ramach badań międzylaboratoryjnych.

Badanie międzylaboratoryjne definiuje się jako zorganizowanie, wykonanie i ocenę testów dla tych samych lub podobnych próbek przez dwa lub więcej laboratoria zgodnie z wcześniej ustalonymi warunkami (ISO Guide 43).

Znane są różne typy badań międzylaboratoryjnych:

- certyfikacja materiałów, celem której jest scharakteryzowanie wybranego materiału lub próbki badanej,
- badania normalizacyjne, których celem jest badanie sprawności metody,
- badanie biegłości (określane także terminem badania porównawcze kalibracyjne), których celem jest ocena sprawności laboratoriów uczestniczących,
- porównania międzylaboratoryjne, w których grupa laboratoriów pracuje nad udoskonaleniem własnej sprawności albo badanej metody.

Laboratoryjne materiały odniesienia mogą być stosowane jako próbki kontrolne, w ramach planowanego systemu kontroli jakości, jak również mogą być przygotowane i wybrane po to, aby otrzymać matrycę bardziej zgodną z rutynowo analizowanymi próbkami niż inne materiały odniesienia (RM), używane na przykład jako próbki kontrolne. Należy ustalić kryteria oceny wyników, to znaczy określić, co jest dopuszczalnym odchyleniem od przyjętej wartości odniesienia materiału LRM. Są dwa alternatywne sposoby ustalenia kryteriów i oceny wyników z wykorzystaniem próbek kontrolnych:

- statystyczny, na podstawie statystycznych kart kontrolnych (określanych także terminem „karta Shewharta”);
- empiryczny, poprzez określenie tolerancji (zgodnej z przeznaczeniem – ang. *fit-for-purpose*) dla dopuszczalnych odchyień, stosując karty akceptacji lub ekwiwalentne narzędzia.

Ocenę wyników analizy próbek kontrolnych z wykorzystaniem kart kontrolnych, w zależności od tego, jak próbki kontrolne są stosowane, można prowadzić według dwóch sposobów:

- jeżeli identyczna liczba (kilku) próbek kontrolnych jest ciągle analizowana z danej partii (albo danego dnia), wówczas sensowne jest rozpatrzenie średniej próbki kontrolnej i kontrola tej średniej za pomocą karty kontrolnej wartości średniej;
- gdy stosuje się tylko jedną próbkę kontrolną (lub kilka, lecz liczba zmienia się z partii na partię lub z dnia na dzień), wówczas sensowne jest rozpatrywanie każdej próbki kontrolnej indywidualnie; w tym

przypadku należy stosować karty kontrolne pojedynczych pomiarów.

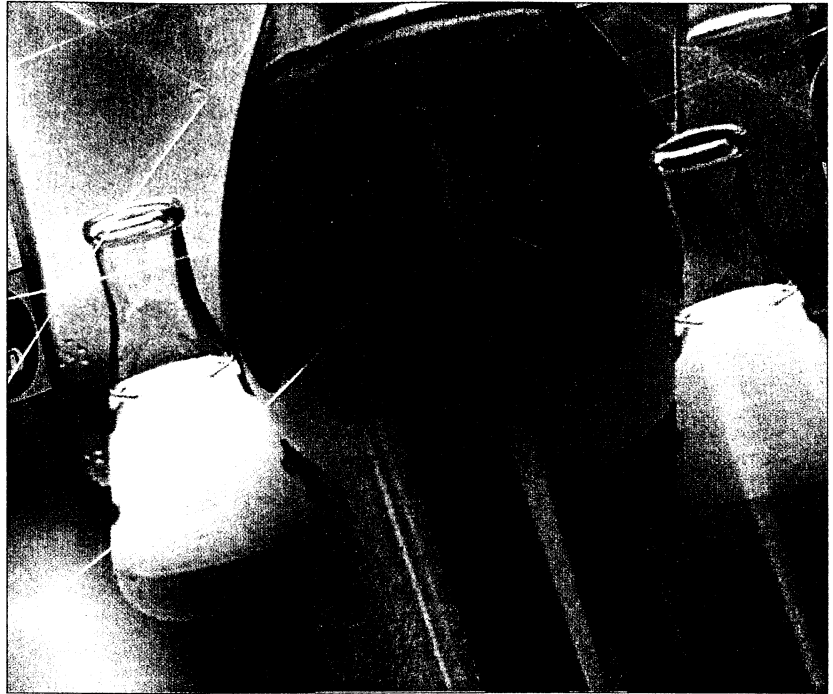
Oprócz oceny wartości średniej oraz wartości pojedynczych pomiarów cenne informacje można uzyskać z rozrzutów:

■ kiedy ustali się zasadę kontroli dla wartości średniej, miarą rozrzutu może być rozstęp wartości (max – min) dla każdej średniej, i ten rozrzut można kontrolować kartą rozstępu;

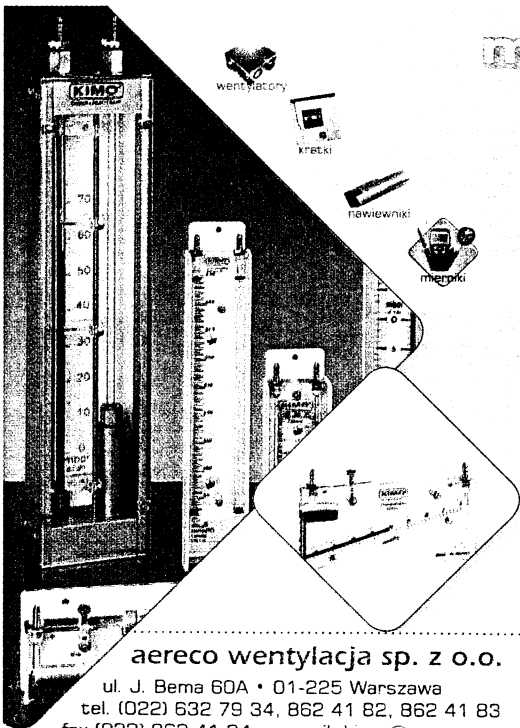
■ kiedy kontrola koncentruje się na punktach pojedynczych pomiarów, rozrzut można mierzyć jako rozstęp między każdą kolejną parą wartości, i te „skoki” mogą być kontrolowane z wykorzystaniem karty ruchomego rozstępu.

Zaleca się stosowanie karty kontrolnej wartości średniej oraz karty pojedynczych pomiarów łącznie z innymi kartami opracowanymi w celu wykrywania nietypowych rozrzutów albo „skoków” – odpowiednio, karty rozstępu i karty ruchomego rozstępu. Powodem stosowania takich kombinacji (średnia i rozstęp oraz pojedynczy pomiar i ruchomy rozstęp) jest fakt, że pozwalają one wykryć różne nietypowe sytuacje bez dodatkowego nakładu pracy analitycznej.

Karty kontrolne są narzędziami statystycznymi do monitorowania trendów i stabilności procesów, dlatego też główna zaleta wiąże się z możliwościami, jakie karty dają w zakresie monitorowania procesu analitycznego. Pewne wady są generalnie związane z tym, że karty:



■ wprawdzie odzwierciedlają stabilność procesu analitycznego, ale to jeszcze niekoniecznie jest równoznaczne z gwarancją uzyskania poprawnego wyniku, ■ wymagają wprowadzenia bardziej złożonego podejścia.



monitoring
filtrów
i wentylacji



aereco

wentylacja higrosterowana

manometry cieczowe KIMO

MG manometr ukośny
dokładność 2%
skale: mmH₂O, Pa

TJ manometr pionowy
dokładność 1%
skale: mmH₂O, Pa, mbar, mmHg, daPa

łatwy odczyt na jednej kolumnie
ruchoma skala
zintegrowana poziomica

KIMO – precyzyjny pomiar

zapraszamy na Targi Analityki i Techniki Pomiarowych
„EUROLAB 2004”
3-5 marca, Warszawa, PKiN

aereco wentylacja sp. z o.o.

ul. J. Bema 60A • 01-225 Warszawa
tel. (022) 632 79 34, 862 41 82, 862 41 83
fax (022) 862 41 84 • e-mail: biuro@aereco.com.pl

www.aereco.com.pl

kalkulator kosztów wentylacji online

Bydgoszcz 0608/283888 • Gdańsk 0606/954535
Katowice 0606/638548 • Kraków 0606/638488
Lublin 0606/638528 • Poznań 0606/423860
Warszawa 0608/574333 • Wrocław 0606/638558

Analityka 2004

Tak! Chcę wiedzieć więcej na temat wentylacji higrosterowanej.
 Tak! Chcę otrzymywać informacje na temat mierników **KIMO**.

Imię i nazwisko

Adres

e-mail

Zawód, tel. kontaktowy

Wyrażam zgodę na przetwarzanie moich danych osobowych zawartych na kuponie w celach marketingowych firmy aereco wentylacja sp. z o.o. zgodnie z ustawą o ochronie danych osobowych (Dz. U. Nr 133 poz. 893).

data i podpis