

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Референтни материјали




Јелена Бебић

jelenabebic@dmdm.rs

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Преглед

- Улога
- Појам референтних материјала
- Употреба
- Производња
- Избор

Београд, 17. мај 2011.


Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Улога

Мерна несигурност се увек односи на наведену референцу.

Да би се резултати поредили, морају имати заједничку референцу.

Референце би требало да су што општије

Најопштија референца: SI 

Резултати мерења требало би да су следиви до SI

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Улога

Уколико је следивост до SI неостварива или проблематична услед

- узорковања / припреме узорка / трансформације узорка
- прихваћених (нормализованих) метода
- релативних метода / параметара дефинисаних методама
- јединица ван SI (нпр. pH, октански број)

следивост се остварује до одговарајућих

- оверених референтних материјала
- договорених метода
- договорених вредности

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Дефиниције

Референтни материјал (RM) је материјал, довољно **хомоген** и **стабилан** у односу на одређене особине, за који је утврђено да може да се **користи за намеравану употребу** у процесу **мерења** или у **испитивању називних особина**.

Оверени референтни материјал (OPM, CRM) је референтни материјал, **праћен уверењем** издатим од неког надлежног тела, који обезбеђује једну или више одређених вредности особина са придруженом несигурношћу и следивост, користећи валидоване процедуре.

(VIM 3; ISO/IEC guide 99:2007)

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Врсте референтних материјала

- Примарни и секундарни референтни материјали
- Интерни референтни материјали, лабораторијски, "in house"
- Матрикс референтни материјали

"Природна" супстанца окарактерисана на састав одеђених главних, споредних или хемијских састојака у траговима (нпр. млеко у праху са наведеним садржајем масти, речни муљ са наведеном концентрацијом метала)

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Оверене вредности величине

ОРМ прати:

- Документација (уверење или сертификат)
- Процедуре за производњу и оверивање у складу са нпр. ISO Упутством 34 и ISO Упутством 35
- Изјава о метролошкој следивости и мерној несигурности
- Јасна дефиниција мерене величине / особине
- Датум истека важења (уверења)

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

CERTIFICATE OF ANALYSIS
ERM®-BD273

Оверена вредност је следива до SI

Уверење је важеће годину дана након куповине
Минимална количина узорка коју треба користити је 1 g

TOASTED BREAD		Issue Factor
Certified result ¹	POB	Uncertainty ²
POB	POB	POB
POB	POB	POB

NOTE
ERM® Reference Material (ERM®) is not intended for use as a reference material in the analysis and control of the material. Reference Material (ERM®) is intended for use as a reference material in the analysis and control of the material. Reference Material (ERM®) is not intended for use as a reference material in the analysis and control of the material. Reference Material (ERM®) is not intended for use as a reference material in the analysis and control of the material.

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

ОПИС УЗОРКА

АНАЛИТИЧКЕ МЕТОДЕ КОРИШЋЕНЕ ЗА ОВЕРИВАЊЕ

УПУТСТВО ЗА УПОТРЕБУ ... је предвиђен за валидацију методе и у сврхе контроле квалитета.

DESCRIPTION OF THE SAMPLE
The sample consists of 20 g of toasted bread powder of various rate, smaller than 0.25 mm in particle size. The water content shall be determined and kept at a temperature of 105 °C for 24 h in a desiccator.

ANALYTICAL METHODS USED FOR CERTIFICATION
The participant laboratories applied various methodologies of their own choice which in all cases involved a series of measurements, including the use of reference materials, where such measurements are not laboratory specific. Double-blind analysis (blinded and unblinded) procedures were used and the results were compared to the reference values. The certification was performed by ERM® laboratory using the following methods: Gravimetric, Spectrophotometric, Titrimetric, Volumetric, and other methods.

PARTICIPANTS
ERM®-BD273 was certified by the following laboratories:
VWA (Vergoeding van Waren, Eindhoven (NL))
Mettler-Toledo (CH)
Canton Public Analyst Laboratory, Dublin (IE)
National Food Reference Laboratory, Cork (IE)
National Reference Laboratory, Garmisch (DE)
Netherlands Reference Center, Leusden (NL)
Central European Calibration Laboratory, Budapest (HU)
Slovakia and Hungary Calibration Laboratory, Bratislava (SK)
Bulgarian Calibration and Research Centre, Plovdiv (BG)
Reference Laboratory for Metrology and Calibration, Berlin (DE)

SAFETY INFORMATION
The material is not hazardous.

INSTRUCTIONS FOR USE
ERM®-BD273 is suitable for method validation and quality control purposes. The certified value has been assigned to the material "as is" - no special treatment has been applied. Nevertheless the water content of 2.7-2.9 g/100 g may be influenced by the storage conditions (see the stability information).

STORAGE
The unopened bottles of the material should be kept at a temperature equal to or lower than 25 °C. The material should be kept in a desiccator. The material should be kept in a desiccator. The material should be kept in a desiccator. The material should be kept in a desiccator.

LEGAL NOTICE
ERM® is not responsible for any person acting on their behalf. ERM® is not responsible for any person acting on their behalf. ERM® is not responsible for any person acting on their behalf. ERM® is not responsible for any person acting on their behalf.

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Употреба

- Валидација методе
Процена прецизности, истинитости, селективности, постојаности.
- Еталонирање опреме или аналитичког процеса
Вредност коју показује аналитички инструмент, математичким прорачуном, директно се повезује са овереном вредношћу одређене карактеристике референтног материјала коју се мери.
- Интерна контрола квалитета
Контрола квалитета у лабораторијама одржава се преко интерних стандарда и радних раствора следивих до одговарајућег ОРМ-а.

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Провера померености (bias)

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

Критеријум прихватања резултата и њихове упоредивости

```

    graph TD
      ORM[ORM] --> P[Припрема узорка]
      P --> E[Еталонирање опреме]
      E --> M[Мерење]
      M --> R[Резултат]
      R --> S[Сертификат]
      S --> OV[Оверена вредност]
      R --> POC{Поређење ОК?}
      POC -- Da --> RV[Резултат валидован]
      POC -- Ne --> NR[Невалидован резултат]
  
```

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Производња ОРМ према ISO Упутству 35

Интегрисан процес

- планирања и контроле производње
- правилне припреме материјала
- испитивања хомогености и стабилности
- карактеризације материјала
- процене мерне несигурности

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Избор одговарајућег ОРМ-а

- Матрикс, концентрациони опсег, врста што сличнија испитним узорцима
- Мерна несигурност ОРМ не већа од 1/3 захтеване мерне несигурности узорка
- Следивост ОРМ-а
- Да ли је произвођач ОРМ-а акредитован?
- Цена

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Водећи произвођачи ОРМ-а

Информације и каталози на мрежи:

COMAR	www.comar.bam.de
IRMM	www.irmm.jrc.be
BAM	www.bam.de
NIST	www.nist.gov
LGC	www.lgcstandards.com
ERM	www.erm-crm.org
VIRM	www.virm.net



Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

Правила за коришћење референтних материјала

- Проверити намеравану употребу
- Придржавати се упутства произвођача по питању услова складиштења
- Поштовати минималну прописану количину за анализе
- Уколико је потребно кориговати резултате
- Избегавати контаминацију
- Пратити прописану методу припреме узорка ако је применљиво
- Не користити ОРМ након истека рока употребе (осим у случају продуженог важења уверења)

Београд, 17. мај 2011.

Министарство економије и регионалног развоја
Дирекција за мере и драгоцене метале

ХВАЛА НА ПАЖЊИ!

jelenabebic@dmdm.rs