

Wybór i rola CRMów w monitorowaniu ważności wyników

dr Anna Pietrzak

Samodzielne Laboratorium Chemii

Głównego Urzędu Miar



informacje ■ akredytacja ■ prawo
wyposażenie ■ szkolenia ■ konferencje

Certyfikowany materiał odniesienia (CRM)

Certyfikowany materiał odniesienia (CRM) to materiał odniesienia, któremu towarzyszy **dokumentacja** wystawiona przez **miarodajną instytucję** i podająca jedną lub więcej wartości określonej właściwości wraz ze związanymi z nimi **niepewnością** i **spójnością**, przy użyciu zwalidowanych procedur.

Materiał odniesienia (RM)

Materiał dostatecznie jednorodny i stabilny jeżeli chodzi o określone właściwości, który przyjęto jako odpowiedni do zamierzonego jego wykorzystania w **pomiarach** lub przy badaniu **cech nominalnych**.

Źródło: *International Vocabulary of Metrology*

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 i inne
- Materiały odniesienia stanowiące **obiekty** o określonych właściwościach, takich jak smak, zapach, liczba oktanowa i inne.



Rola chemicznych materiałów odniesienia

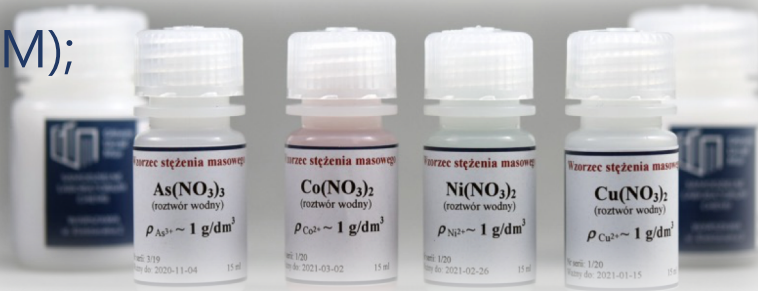
- **Wzorcowanie/kalibracja przyrządów pomiarowych** - czyste substancje, roztwory wzorcowe i mieszaniny gazowe, fizykochemiczne materiały odniesienia.
- **Walidacja procedur analitycznych**, sprawdzanie poprawności stosowania procedur analitycznych – matrycowe materiały odniesienia (w rzadkich przypadkach, także kalibracja).
- **Potwierdzenie kompetencji** laboratoriów i analityków.



Wybór właściwego materiału odniesienia

Wybór jest obarczony ryzykiem błędów związanych z:

- poziomem zawartości analitów w materiale;
- zgodnością matrycy materiału i badanych próbek;
- spójnością pomiarową;
- niepewnością;
- jakością certyfikatu;
- trwałością materiału (np. roztwory lotnych substancji w lotnym rozpuszczalniku);
- statusem materiału (RM czy CRM);
- dostępnością materiału;
- ceną.



Wymagania dla użytkownika

„Laboratorium powinno zapewnić, aby wyniki pomiarów były powiązane z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar (SI) poprzez certyfikowane wartości certyfikowanych materiałów odniesienia o wykazanej spójności pomiarowej z SI dostarczanych przez kompetentnego producenta...

Uwaga 2 Producenci materiałów odniesienia, którzy spełniają wymagania ISO 17034 są uznawani za kompetentnych.”

[PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02]



Wymagania dla użytkownika

- *„Certyfikowane wartości przypisane CRM są uznawane jako posiadające potwierdzoną (ustanowioną) spójność pomiarową gdy:*
 - 1) *CRM są wyprodukowane przez NMI i są zarejestrowane w bazie BIPM KCDB*
 - 2) *CRM są wyprodukowane przez akredytowanych producentów....*

(...)

W przypadku stosowania CRM wyprodukowanych w GUM, które nie są zarejestrowane w bazie BIPM KCDB, wystarczającymi dowodami umożliwiającymi wykazanie spójności pomiarowej są certyfikaty spełniające wymagania ISO 17034 wydane przez GUM, w powiązaniu z powszechnie dostępną informacją dla każdego CRM, dostarczającą dowodów (...), potwierdzających, że dostarczane przez GUM CRM zostały wyprodukowane zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO 17034”

[PCA DA-06 wyd. 7]



Główny
Urząd
Miar

dokładnie
100 lat
1919-2019



Główny
Urząd
Miar

Krajowa Instytucja Metrologiczna (ang. National Metrology Institute – NMI)

- zapewnia jednolitość miar i wymaganą dokładność pomiarów wielkości fizycznych w RP oraz ich powiązanie z międzynarodowym systemem miar



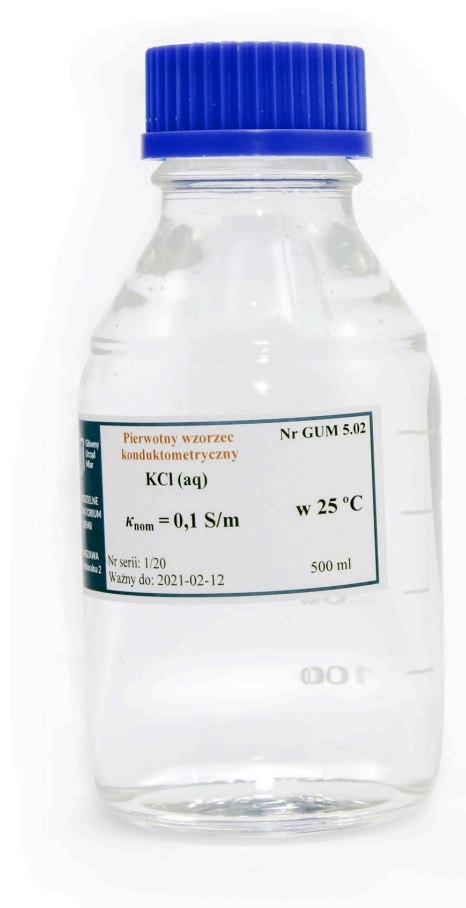
Baza danych porównań kluczowych BIPM (ang. Key Comparison Date Base)

- zawiera informacje o uznanych na całym świecie zdolnościach pomiarowych (CMC) dla usług oferowanych przez NMI, a także o kluczowych i uzupełniających porównaniach międzynarodowych



Międzynarodowe porozumienie o wzajemnym uznawaniu państwowych wzorców jednostek miar oraz świadectw wzorcowania i świadectw pomiarów wydawanych przez krajowe instytucje metrologiczne, zawarte pod auspicjami Międzynarodowego Komitetu Miar (CIPM)

Wymagania dla producenta



„Przy produkcji CRM, spójność pomiarowa wartości certyfikowanej powinna być ustanowiona zgodnie z mającymi zastosowanie wymaganiami ISO/IEC 17025. RMP powinien przedstawić dowody zapewnienia spójności pomiarowej wartości certyfikowanej z ustalonym odniesieniem. [7.9.1]

Ustanowione odniesienie powinno być praktyczną realizacją definicji jednostki miary lub procedurą pomiarową zawierającą jednostkę miary, lub wzorcem pomiarowym. [7.9.2]

W przypadku gdy jest to technicznie możliwe, RMP powinien wykazać, że ustanowione odniesienie jest spójne z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar (SI). [7.9.3]”

PN-EN ISO 17034:2017-03

Główny Urząd Miar jest producentem certyfikowanych materiałów odniesienia (CRMs).

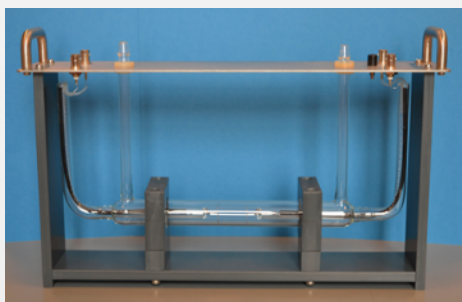
- Produkcja CRMs przebiega zgodnie z ogólnymi wymaganiami norm PN-EN ISO 17034:2017-03 oraz PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02, a także z dodatkowymi wytycznymi zawartymi w ISO Guide 31 i ISO Guide 35.
- Główny Urząd Miar przypisuje wartości właściwości oraz ich niepewności z zapewnieniem spójności pomiarowej z jednostkami Międzynarodowego Układu Jednostek Miar.
- Szczegółowy tryb postępowania w zakresie produkcji opisany jest w procedurze ogólnej „Produkcja materiałów odniesienia”, planach produkcji oraz instrukcjach.



Spójność pomiarowa



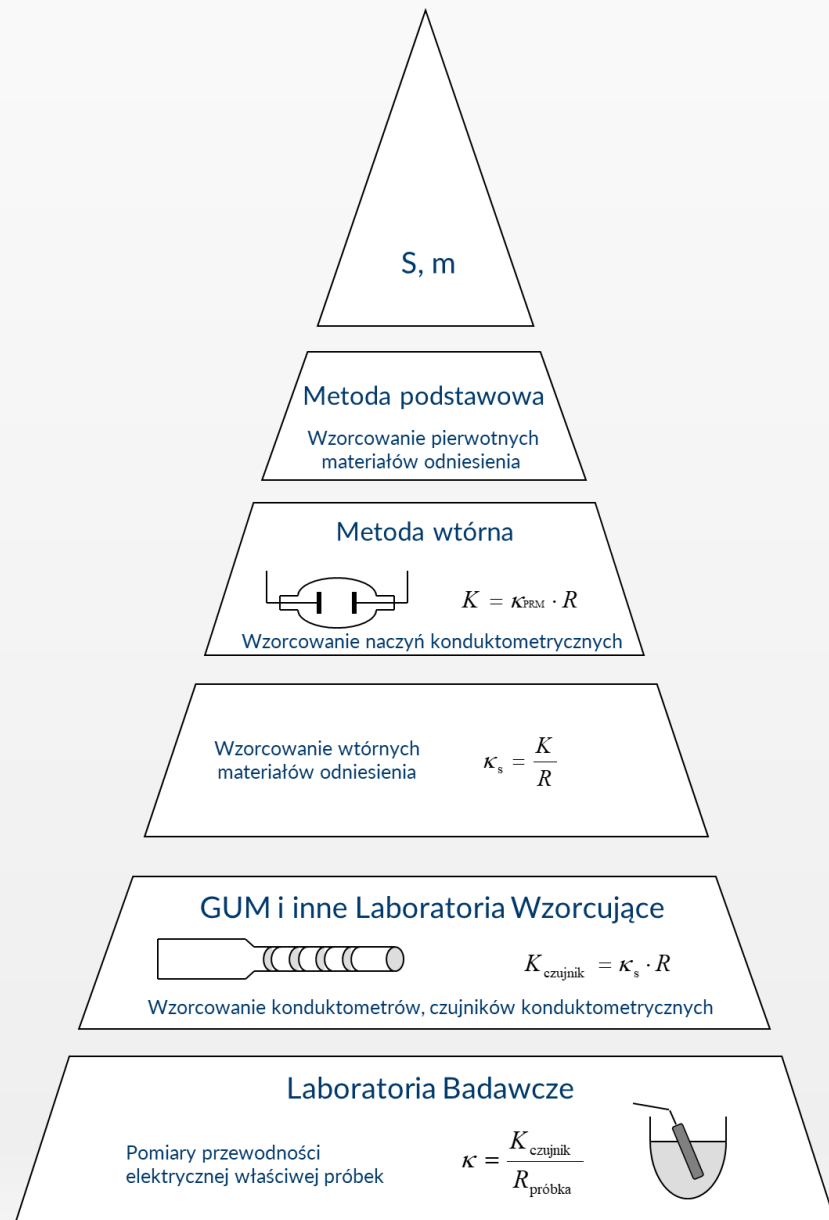
Państwowy wzorec jednostki miary przewodności elektrycznej właściwej (metoda podstawowa)



Naczynie konduktometryczne typu Jonesa



Pierwotne i wtórne wzorce konduktometryczne



Kontrola jakości produkcji i certyfikacji



Wybór i
przetwarzanie
materiału do
produkcji

Charakteryzowanie
materiału
odniesienia

Przypisywanie
wartości
właściwości oraz
ich niepewności

Konfekcjonowanie
Etykiety i
dokumenty



niepodległa



Dziedziny

Usługi

Projekty EU

Transfer wiedzy

Współpraca

O nas

SI

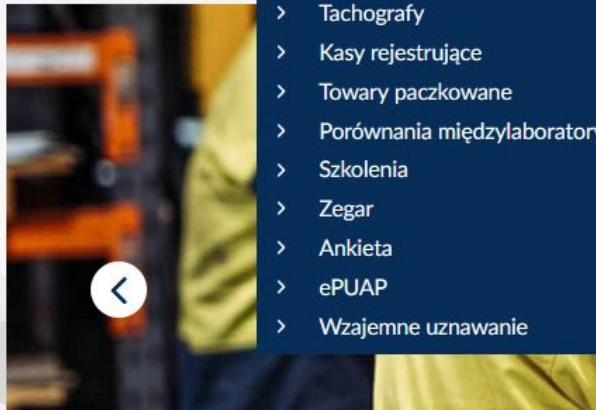
Kariera



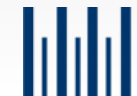
Czas w Polsce (CE)

- > Usługi wzorcowania
- > Katalog CRM
- > Certyfikacja
- > Wykazy
- > Tachografy
- > Kasy rejestrujące
- > Towary paczkowane
- > Porównania międzylaboratoryjne
- > Szkolenia
- > Zegar
- > Ankieta
- > ePUAP
- > Wzajemne uznawanie

więcej informacji na temat usługi >



KATALOG CERTYFIKOWANYCH MATERIAŁÓW ODNIESIENIA produkowanych w Laboratorium Chemii Głównego Urzędu Miar									
Lp.	Nr klasyfikacji metrologicznej	Nr GUM	Materiał odniesienia	Wielkość odtwarzana	Jednostka	Dane metrologiczne	Niepewność rozszerzona	Spójność pomiarowa wartości certyfikowanej (metoda pomiarowa)	BIPM KCDB
Certyfikowane densymetryczne materiały odniesienia - ciekłe wzorce gęstości									
1	D.2.2.4	1.1	n-Heksan	gęstość	kg/m ³	660 (w 20 °C)	0,05	Państwowy wzorec jednostki miary gęstości	CMCs BIPM KCDB
2		1.2	n-Heptan			684 (w 20 °C)	0,05		
3		1.3	2,2,4-Trimetylopentan (izooktan)			692 (w 20 °C)	0,05		
4		1.4	n-Nonan			718 (w 20 °C)	0,05		
5		1.5	n-Oktan			703 (w 20 °C)	0,05		
6		1.6	Metylocykloheksan			770 (w 20 °C)	0,05		
7		1.7	Cykloheksan			778 (w 20 °C)	0,05		



KATALOG CERTYFIKOWANYCH MATERIAŁÓW ODNIESIENIA produkowanych w Laboratorium Chemii 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





- **wielopierwiastkowe wzorce metali**

dedykowane do analiz wód i ścieków technikami instrumentalnymi według wytycznych norm ISO

- **wzorce redoks**

materiały odniesienia przeznaczone do wzorcowania układów pomiarowych służących do pomiarów potencjału utleniająco-redukującego

- **gazowe materiały odniesienia do legalizacji analizatorów spalin**

mieszanki CO/CO₂/C₃H₈ o określonym składzie ilościowym i czystości