

ERM-sertifikaattien ja materiaalien käyttö

Joulukuu 2008

Tekijä: Thomas Linsinger

Euroopan komissio - Yhteinen tutkimuskeskus
Vertailumateriaalien ja mittausten tutkimuslaitos
(IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgia

Sähköposti: thomas.linsinger@ec.europa.eu

www.erm-crm.org

Näissä ohjeissa kuvataan joitakin käytännön näkökohtia, jotka liittyvät sertifioitujen vertailumateriaalien (CRM) käsittelyyn ja käyttöön laboratorioissa. Ohjeissa selitetään myös sertifikaatin mukaiset arvot, materiaalien uudelleenkäyttö, kosteuskorjauksen käyttäminen ja jäljitettävyytensä lausunnan tulkitseminen.

JOHDANTO

Vertailumateriaalisertifikaattien sisältämän tiedon ymmärtäminen ja näiden materiaalien oikea käyttö on tärkeää, jotta niistä saataisiin mahdollisimman suuri hyöty. Tämä ohje selittää ERM-sertifikaateissa käytetyt perustermit ja antaa ohjeita materiaalien käsittelyyn.

SERTIFIKAATIN EHDOT

Annettujen arvojen tyyppi

ERM-merkityt vertailumateriaalit on jaettu arvon mukaan kolmeen luokkaan:

Sertifioidut arvot täyttävät korkeimmat luotettavuusstandardit. Ne voidaan jäljittää annettujen viitteiden mukaan ja niihin kuuluu GUM-yhteensopiva (ISO Guide 98 Guide to the expression of uncertainty in measurement) laajennettu epävarmuuslausunto, joka on voimassa koko ERM-sertifioitujen vertailumateriaalien varastoitusajan.

Indikaatiivisia arvoja ei ole sertifioitu joko tarkoitettuun käyttöön vaadittua suuremman epävarmuuden takia tai luonnehdinnassa käytettyjen menetelmien riittämättömän vaihtelevuuden takia. Tiedot eivät tämän vuoksi ole soveltuvia sertifiointiin sertifioiduista arvoista vaaditulla tarkkuudella.

Lisämateriaalitiedot ovat sertifiointin toteutuksen aikana luotuja arvoja, jotka ovat usein vain yhden menetelmän tuottamia tuloksia ja osoittavat pikemminkin suuruusjärjestystä kuin tarkkaa arvoa.

Lyhyesti sanottuna sertifioituja arvoja ovat ne arvot, joille sertifioiva elin voi luottavaisesti myöntää korkeimman tarkkuuden, kun taas indikaatiivisilla arvoilla on korkeampia epävarmuuksia ja/tai niiltä puuttuu täysi jäljitettävyytensä lausunto. Tämä luotettavuushierarkia näkyy siinä, että sertifikaatin ensimmäisellä sivulla näkyvät vain sertifioidut arvot. Tästä seuraa se, että sertifioidut arvot ovat varmempia kuin indikaatiiviset arvot, jotka taas puolestaan ovat varmempia kuin lisämateriaalitiedot.

Lausunto metrologisesta jäljitettävyydestä

Sertifioituihin ja indikaatiivisiin arvoihin liittyy jäljitettävyytensä lausunto. Nämä lausunnot yksikäsitteisesti yksilöivät mittaussuureen sekä tälle mittaussuureelle annettujen arvojen jäljitettävyyden (katso lisätietoja jäljitettävyyteen liittyvistä ERM-ohjeista osoitteesta www.erm-crm.org). Tämä tieto annetaan yhtenä tai kahtena alaviitteenä sertifioiduissa tai indikaatiivisissa arvoissa ja mittaussuureissa (katso kuvat 1 ja 2). Vaihtoehtoja ovat:

Mittaussuureet voi määrittää rakenteellisesti ("rationaalinen"), kuten kokonaiskadmiumia tai okratoksiini A:ta varten, tai muodollisesti ("empiirinen"), kuten ravintokuitua, poistettavaa kadmiumia tai

iskulujuutta varten, jotka määritetään tiettyjen mittaussuureiden avulla.

ERM-periaatteet ovat rakenteellisesti määritetyille mittaussuureille tiukempia kuin ISO-oppaiden 34 ja 35 periaatteet. Ne vaativat, että saatavilla on vähintään kahdella itsenäisellä menetelmällä saatuja tuloksia tai ensisijaisella mittaussuureella saatuja, itsenäisellä menetelmällä vahvistettuja tuloksia, jotta voidaan osoittaa, ettei annetuilla arvoilla ole menetelmäpoikkeamia.

Mittaussuureille annetut arvot voi jäljittää kansainväliseen mittaussuurejärjestelmään (SI) tai häiriösignaaliin (empiiriset asteikot). Ensimmäisessä tapauksessa kaikki syötetekijät on kalibroitu standardeilla, joiden arvot voi jäljittää SI-järjestelmään. Jälkimmäisissä tapauksissa vähintään yhdessä kalibroinnin vaiheessa on käytetty mielivaltaisia standardeja (esimerkiksi maailman terveysjärjestön (WHO) ensisijainen vertailuvalmistelu kliinisessä kemiassa ja Vienna Standard Mean Ocean Water -standardi (VSMOW) kemiallista siirtymää varten).

Aikaisemmissa ERM-sertifikaateissa tämä tieto oli yhdistetty yhteen alaviitteeseen (Kuva 1). Sen jälkeen kun yhteiset jäljitettävyyteen liittyvät ERM-ohjeet otettiin käyttöön, nämä tiedot on annettu kahdessa alaviitteessä,

ERM® - AD452/IFCC		
GAMMA-GLUTAMYLTRANSFERASE		
	Certified value ¹	Uncertainty ²
Catalytic concentration in reconstituted material	114.1 U/L 1.90 µkat/L	2.4 U/L 0.04 µkat/L
1) This value is the unweighted mean of 12 sets of results, independently obtained from 12 laboratories. It is traceable to the IFCC primary reference method at 37 °C. The material must be reconstituted according to the specified procedure (see below). Values were converted from U/L into µkat/L by multiplication with 0.01667.		

Kuva 1: ERM-AD452/IFCC:n jäljitettävyytensä lausunto. Mittaussuure on muodollisesti määritetty ja kaikkien syötetekijöiden kalibrointi oletetaan oikeaksi.

joista toinen liittyy mittaussuureen identiteettiin ja toinen määrittää sille annettujen arvojen jäljitettävyyden.

Vähimmäisnäyte

Jokainen materiaali on luontaisesti heterogeenistä. Pienin määrä materiaalia, joka voi edustaa koko yksikköä (pulloa, ampullia, jne.), määritellään vähimmäisnäytteeksi (Kuva 2). Sertifioitua arvoa ja sen epävarmuutta ei voi taata aliotoksista, jotka ovat pienempiä kuin vähimmäisnäyte.

Erääntymispäivä

Vertailumateriaalien valmistajat takaavat materiaalin muuttumattomuuden ja sertifiikaatin kelpoisuuden tietyn ajanjakson ajan (varastoitavuusaika), jos materiaali on avaamatonta ja varastoitu suositeltujen varastointiolosuhteiden mukaan. Tämä ei automaattisesti tarkoita sitä, että käyttäjän on heitettävä käyttämätön näyte pois varastoitavuusajan umpeuduttua, vaan että valmistaja ei voi taata näytteen stabiliteettia pitempään. Käyttäjät voivat kuitenkin jatkaa materiaalin käyttämistä omalla vastuullaan, jos heillä on lisänäyttöä stabiliteetista (esimerkiksi ei muutoksia laadunvalvontakaavioissa, vertailu muihin materiaaleihin). Materiaalisertifikaatti ei kuitenkaan tällöin päde.

ERM® - BC367		
RAPESEED (COLZA)		
Parameter	Certified value ¹	Uncertainty
Total glucosinolate (GSL)	99 mmol/kg	9 mmol/kg
Sulphur	10.3 g/kg	0.5 g/kg
1) The certified values for both GSL and S are the unweighted mean of the means of the accepted sets as defined in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO, 1995. Uncertainty arising from characterisation as well as from homogeneity and stability assessment were taken into consideration. 2) Estimated expanded uncertainty U with a coverage factor $k = 2$, corresponding to a level of confidence of 95% as defined in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO, 1995. Uncertainty arising from characterisation as well as from homogeneity and stability assessment were taken into consideration.		
This certificate is valid for one year after purchase		
Sales date:		
The minimum sample intake is: - 500 mg for total glucosinolate (GSL) determination, - 20 g for sulphur calibration by XRF (preparation of discs), - 200 mg for sulphur determination after digestion.		

Kuva 2: Varastoitavuusaika ja vähimmäisnäyte on merkitty sinisellä ja vihreällä.

Tuotteen valmistaja voi pidentää varastoitavuusaikaa, jos stabiiludesta saadaan lisätietoja. Tämä koskee kuitenkin vain äskettäin ostettuja näytteitä, eikä näytteitä, jotka on toimitettu ennen varastoitavuusajan pidentämistä.

Käyttöohjeet

Käyttöohjeet antavat yksityiskohtaisen kuvauksen jokaisesta materiaalista. Nämä kuvaukset voivat viitata kuivamassan korjaukseen (Kuva 3), uudelleenliuottamismenettelyyn, arvojen käyttöön, materiaalin varastointiin, jne. Jos näitä ohjeita ei

INSTRUCTIONS FOR USE

The sample can be used as it is from the bottle. Before a bottle is opened, it should be shaken manually for 5 min so that the material is re-homogenised. The correction to dry mass should be made on a separate portion of 100 mg which should be dried in an oven at 102 °C for 3-4 h until constant mass is attained. The recommended minimum sample intake is 500 mg.

Kuva 3: Kuivamassan korjauksen määrittely standardille ERM-CE477.

Ota huomioon erilaiset suositellut näytteenotot kuivamassan korjaukselle ja sertifioiduille mittaussuureille (tässä tapauksessa butyyliinitat), jotka osoittavat kosteuden ja butyyliinitojen tasalaatuisuuden eri asteita.

noudateta, annetut arvot eivät päde.

KÄSITTELEMINEN

Käytettävä mittaussuure

Mittaussuuren on mitattava samaa mittaussuureta, jota sertifiikaatissa on kuvattu. Tämä tarkoittaa, että jos mittaussuure määritetään muodollisesti, on käytettävä sertifiikaatissa määriteltyä menetelmää. Kun mittaussuure on määritetty rakenteellisesti, mitä tahansa tätä mittaussuureta mittaavaa menetelmää voi käyttää ja sen tulisi antaa tasapuolisia tuloksia.

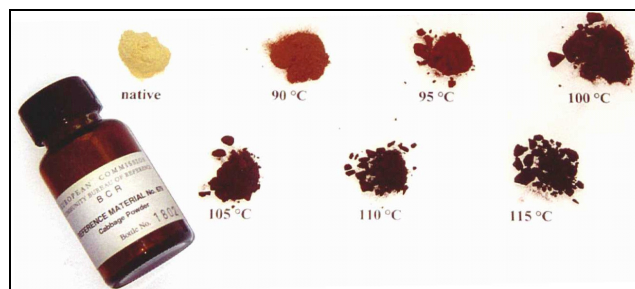
Kaikki instrumentit tulee kalibroida kunnolla, jotta voidaan varmistaa, että mittaustulokset pystytään jäljittämään samaan vertailuun kuin sertifioidu arvo. Jos tulokset jäljitetään häiriösignaaliin, on käytettävä standardia, jonka arvo on jäljitettävissä samaan häiriösignaaliin.

Avattujen pullojen käyttäminen

Jos yksikkö on avattu, materiaali voi muuttua tai jopa hajota, mitä ei voi ottaa huomioon sertifiointiprosessin aikana. Tämän vuoksi sertifioidun vertailumateriaalien tuottajat eivät voi taata avattujen yksiköiden annettuja arvoja. On käyttäjän arvioitavissa, voiko tällaista materiaalia enää käyttää ja mitkä varastointiolosuhteet tai käsittely ovat tarpeellisia. Yleisesti ottaen materiaalit tulisi varastoida viileässä, kuivassa ja pimeässä suljettuina. Lisätietoja saa usein sertifiointiraportista, joka on vapaasti saatavilla osoitteesta <http://www.erm-crm.org>. Avatut materiaalit tulisi joka tapauksessa käyttää mahdollisimman pian avaamisen jälkeen muutosten minimoimiseksi.

Kosteuskorjaus

Monet sertifioidut arvot annetaan sisältönä näytteen kuivamassan mukaan. Koska erilaisten menetelmien (kuten kuivausuuni, Karl Fischer -titraus, tyhjiökuivausuuni) tuottamat tulokset voivat vaihdella huomattavasti, kosteuskorjauksen menetelmä on selvästi mainittava sertifiikaatissa (Kuva 3) ja tätä menetelmää on käytettävä. Erilaisten olosuhteiden



Kuva 4: Erilaisten kuivausolosuhteiden vaikutus kaalin vertailumateriaaliin. Sertifiikaatissa määritetyt kuivausolosuhteet: 16 tuntia 70 °C lämmössä

käyttäminen voi huomattavasti muuttaa materiaalia (Kuva 4) ja saatavia tuloksia. Kuivamassan määrittely on tehtävä erilliselle aliotokselle.