

Materiały odniesienia – krótka charakterystyka oraz wymagania dotyczące ich produkcji w oparciu o projekt MODAS

Kinga Dubalska, Małgorzata Rutkowska, Piotr Konieczka, Jacek Namieśnik

W artykule przedstawiono ogólny schemat toku postępowania prowadzącego do przygotowania materiałów odniesienia. Można też przeczytać o realizacji prac w ramach projektu rozwojowo-badawczego (MODAS).

Streszczenie

Monitoring poziomu zanieczyszczenia poszczególnych elementów środowiska przez związki organiczne jest przedmiotem coraz powszechniejszego zainteresowania. Wraz ze wzrostem poziomu świadomości prośrodowiskowej, kluczowego znaczenia nabiera zagadnienie rozwoju i wprowadzenia do praktyki laboratoryjnej odpowiednich systemów kontroli i oceny jakości wyników pomiarów analitycznych (QA/QC) [1]. Elementem składowym takich systemów są materiały odniesienia o różnej charakterystyce metrologicznej.

W pracy przedstawiono ogólny schemat toku postępowania prowadzącego do przygotowania materiałów odniesienia oraz wykorzystanie materiałów w analizie środowiskowej. Przedstawiono również informacje o realizacji prac w ramach projektu rozwojowo-badawczego (MODAS) ukierunkowanego na przygotowanie materiału – kandydata na certyfikowany materiał odniesienia, który będzie charakteryzował się zarówno różnorodnością składu matrycy, jak i szerokim wachlarzem analitów.

Wstęp

Materiały odniesienia (RMs) oraz certyfikowane materiały odniesienia (CRMs) odgrywają istotną rolę we wszystkich elementach systemu zapewnienia jakości wyników pomiarów. Według międzynarodowych organizacji, tj.: International Organization for Standardization (ISO), the International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), the Co-operation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC) and the International Laboratory Accreditation Conference (ILAC) stosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia jest powszechnie

wymagane w celu uzyskania wiarygodnych i jednolitych wyników pomiarów w różnych dziedzinach życia [2].

Charakterystyka, wykorzystanie i proces produkcji certyfikowanych materiałów odniesienia

Zakres zastosowań materiałów odniesienia jest bardzo szeroki, są one wykorzystywane w trakcie:

- procesu walidacji procedur analitycznych, gdzie stosowane są do wyznaczania poprawności pomiaru,
- porównań międzylaboratoryjnych, gdzie stosowane są jako ich przedmiot – materiał do badań,
- szacowania niepewności pomiaru,
- dokumentowania spójności pomiarowej [3].

Niecertyfikowane materiały odniesienia (laboratoryjny materiał odniesienia i materiał do kontroli jakości) i certyfikowane materiały odniesienia (pierwotny materiał odniesienia i certyfikowany materiał odniesienia) różnią się głównie dokładnością (wartością niepewności wyznaczenia określonych parametrów). Z tego też względu certyfikowane materiały odniesienia zajmują wyższe miejsce w hierarchii metrologicznej. Na rysunku (na str. obok) przedstawiono schemat typowej procedury analitycznej z zaznaczeniem etapów, na których wykorzystywane są materiały odniesienia o różnej wartości metrologicznej.

Istotnym faktem jest jednak to, że wytwarzanie i certyfikacja materiałów odniesienia jest procesem niezwykle trudnym, czasochłonnym i pracochłonnym. Na przygotowanie materiału odniesienia składają się następujące czynności:

- wybór rodzaju materiału,
- pozyskanie odpowiedniej ilości materiału,
- dobór i zakup odpowiednich pojemników, etykiet, itp.,

- wstępne przygotowanie materiału (rozdrobienie, przesiewanie, wydzielenie frakcji o odpowiedniej wielkości ziarna),
- wstępne badanie jednorodności materiału,
- określenie zawartości składników głównych,
- konfekcjonowanie materiału do pojemników,
- ostateczne badanie jednorodności materiału,
- sterylizacja materiału (zapewnienie trwałości biologicznej),
- oznaczenie wilgotności,
- organizacja porównania międzylaboratoryjnego w celu przeprowadzenia procesu certyfikacji,
- statystyczne opracowanie uzyskanych wyników (odrzućcie wyników odbiegających, obliczenie średnich, odchyłeń standardowych, przedziałów ufności),
- ustalenie wartości atestowanych na podstawie sformułowanych wcześniej kryteriów, a następnie wydrukowanie atestu [4].

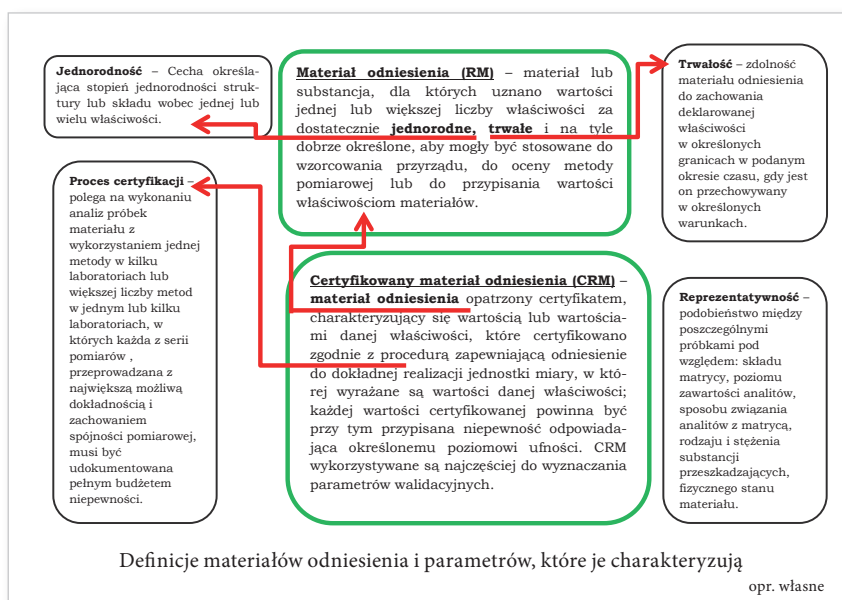
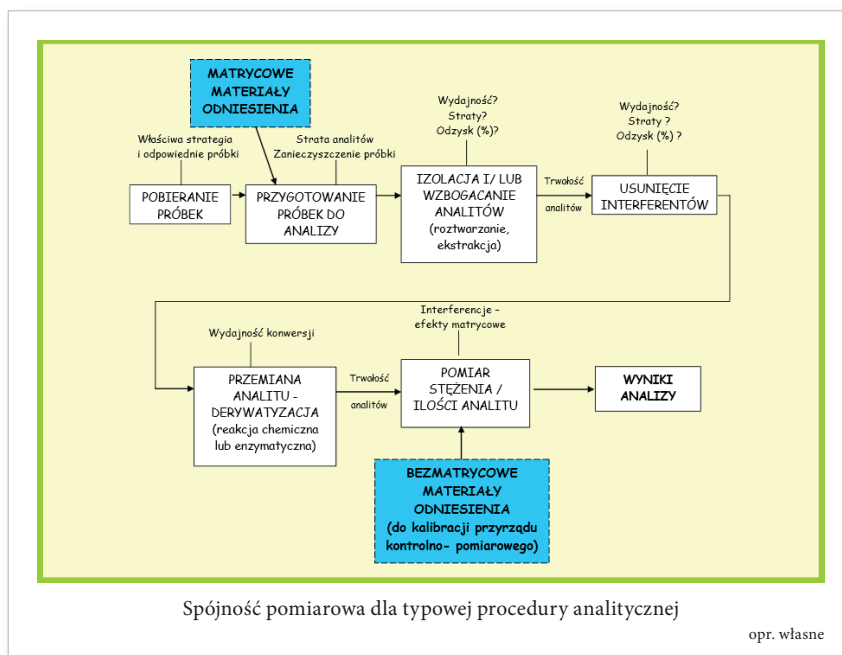
Materiały odniesienia należy przygotować w taki sposób, aby były jednorodne, trwałe i miały stałą charakterystykę w wystarczająco długim okresie czasu. Parametrami, które charakteryzują certyfikowany materiał odniesienia są:

- reprezentatywność,
- jednorodność,
- trwałość,
- wartość certyfikowana [5].

Pomimo znacznej ilości istniejących materiałów odniesienia wciąż istnieje ogromne zapotrzebowanie na certyfikowane materiały odniesienia o złożonym składzie matrycy.

Projekt MODAS

Celem projektu MODAS jest wyprodukowanie „pakietu” sześciu certyfikowanych materiałów odniesienia, które można traktować jako odpowiedź na zapotrzebo-



wanie polskich laboratoriów analitycznych w zakresie szeroko pojętej analityki środowiskowej. Materiały te będą charakteryzowały się zarówno różnorodnością składu matrycy, jak i szerokim wachlarzem analitów (zestawionych w tabeli).

Wyprodukowane certyfikowane materiały odniesienia, po zakończeniu realizacji projektu, będą stanowiły próbki wykorzystywane w badaniach służących atestacji polskich laboratoriów analitycznych. Materiały te będą charakteryzowały się przede wszystkim reprezentatywnością w stosunku do typowych próbek środowiskowych analizowanych w polskich laboratoriach analitycznych oraz będą stanowiły istotne uzupełnienie dla aktualnej

Tabela: Zadania realizowane w ramach projektu

Lp.		Matryca	Oznaczone substancje
1.	PRODUKCJA	Gleba silnie zanieczyszczona przez związki z grupy zanieczyszczeń organicznych	WWA, PCB, pestycydy, związki metaloorganiczne, pozostałości farmaceutyków
2.		Osad denny	metale, związki cynoorganiczne oraz rtęcioorganiczne i pozostałości farmaceutyków
3.		Tkanka dorsza (filety)	metale ciężkie oraz ksenobiotyki z grupy WWA i PCB
4.		Tkanka kormorana	metale ciężkie oraz trwałe związki organiczne
5.		Tkanka śledzia	metale ciężkie oraz związki cynoorganiczne oraz trwałe związki organiczne
6.		Włókna szklane	związki powierzchniowe (chemicznie związane z powierzchnią włókna) będące źródłem lotnych związków organicznych
7.	CERTYFIKACJA	Badania trwałości i jednorodności wytworzonych materiałów	
8.		Badania certyfikacyjne wytworzonych materiałów	
9.		Statystyczne opracowanie wyników badań certyfikacyjnych, sporządzenie raportów certyfikacyjnych	

oferty certyfikowanych materiałów odniesienia dostępnych na rynku.

Spełnienie powyższych wymagań w stosunku do wyprodukowanych materiałów odniesienia pozwoli na pewno na szerokie ich stosowanie w procesach kontroli jakości polskich laboratoriów analitycznych.

Projekt zawiera dziewięć zadań głównych. Pierwszeństwo z nich dotyczy bezpośredniej produkcji poszczególnych materiałów odniesienia, a pozostałe trzy związane są z certyfikacją [6].

Poszczególne zadania będą realizowane przez poszczególnych członków Konsorcjum w składzie:

- ♦ Politechnika Gdańska
- ♦ Instytut Chemii i Techniki Jądrowej w Warszawie
- ♦ Politechnika Warszawska
- ♦ Uniwersytet Warszawski
- ♦ Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
- ♦ Politechnika Wrocławska
- ♦ Politechnika Śląska
- ♦ LGC Standards.

Członkowie Konsorcjum będą uczestniczyli w realizacji zadań (każdy w ramach swoich możliwości) na poszczególnych etapach produkcji, począwszy od etapu pobrania materiału wyjściowego poprzez badania jednorodności i trwałości na etapie certyfikacji kończąc.

Dodatkowo w ramach zadania będą prowadzone działania mające na celu propagowanie informacji zarówno związanych z realizacją projektu – w trakcie jego trwania, jak i zachęcające przyszłych odbiorców wytworzonych cer-

tyfikowanych materiałów odniesienia do ich wykorzystania w ramach badań międzylaboratoryjnych.

Podsumowanie

Materiały odniesienia odgrywają istotną rolę we wszystkich elementach systemu kontroli jakości wyników pomiarów. Komisja Europejska od ponad 30 lat wspiera programy badawcze ukierunkowane na poprawę jakości pomiarów fizycznych, biologicznych i chemicznych poprzez stosowanie odpowiednich materiałów odniesienia. W praktyce stosuje się szeroką gamę materiałów odniesienia, a ilość materiałów dostępnych na rynku ciągle rośnie.

Bibliografia

- [1] J. Namieśnik, B. Zygumt: *Role of reference materials in analysis of environmental pollutants; The Science of the Total Environment* 228 (1999), s. 243-257.
- [2] P. Quevauviller: *Requirements for production and use of Certified Reference Materials for speciation analysis: A European Commission perspective; Spectrochim. Acta, Part B* 53 (1998), s. 1261-1279.
- [3] B. Zygumt, E. Kremer, M. Rompa, P. Konieczka, J. Namieśnik: *Zastosowanie materiałów odniesienia w analityce organicznych zanieczyszczeń środowiska, Chemia i Inżynieria Ekologiczna* 7 (2003), s. 655-678,
- [4] R. Dybczyński: *Materiały odniesienia w nieorganicznej analizie śladowej; Analityka* 1 (2003), s. 10-16.
- [5] P. Konieczka: *The Role of and the Place of Method Validation in the Quality Assurance and Quality Control (QA/QC) System; Critical Reviews in Analytical Chemistry* 37 (2007), s. 173-190.
- [6] Dokumenty własne.

