IZABELA ŁUCZAK HENRYKA SZEWCZYK EWA BULSKA

Dynamiczny rozwój technologiczny stanowi wyzwanie dla metrologów. W pomiarach wielkości chemicznych do zapewnienia spójności pomiarowej wykorzystuje się wzorce chemiczne, najczęściej substancje chemiczne o certyfikowanej czystości lub matrycowe materiały odniesienia o certyfikowanej zawartości danej substancji. Konieczne staje się reagowanie na wyzwania, jakie stawia przed nami metrologia chemiczna.

Spójność pomiarowa

I WZORCOWANIE PRZYRZĄDÓW POMIAROWYCH

Metrologia, a szczególnie zasady prowadzenia pomiarów, odgrywa istotną rolę w badaniach naukowych, a te z kolei tworzą bazę rozwoju samej metrologii. Szybki rozwój nauki pozwala na poszerzanie granic możliwości pomiarowych, a to oznacza konieczność rozwoju coraz lepszych narzędzi i metod pomiarowych. We współczesnym świecie burzliwy rozwój wiedzy i technik pomiarowych obejmuje te dziedziny, w których rozwój metrologii jest istotny dla przemysłu i badań podstawowych. W najbliższych latach należy oczekiwać dynamicznego wzrostu zapotrzebowania na najwyższej jakości usługi i badania metrologiczne. Związane jest to z powstawaniem i rozwojem nowych obszarów działalności gospodarczej, w których metrologia znajduje zastosowanie.

Nowe obszary rozwoju metrologii to farmacja, biotechnologia, medycyna (ze szczególnym uwzględnieniem technologii zapłodnienia *in vitro*, nanomedycyny), bezpieczeństwo żywności (organizmy genetycznie modyfikowane), bezpieczeństwo energetyczne, ochrona środowiska i przeciwdziałanie zmianom klimatu, technologie wymiany informacji, techniki satelitarne, ochrona prywatności obywateli, ochrona przed terroryzmem (lotniska), nowe technologie wojskowe, a nawet sport (badania antydopingowe). Wśród wyzwań stojących przed współczesną metrologią można wyodrębnić dwa najważniejsze:

- zwiększanie dokładności pomiarów,
- poszukiwanie nowych źródeł zapewnienia spójności pomiarowej.

W odniesieniu do pierwszego wyzwania warto podkreślić, że wymagana dokładność pomiarowa poprawiała się w wielu dziedzinach w ostatnich dziesięcioleciach o przynajmniej rząd wielkości w ciągu dekady. Można to zaobserwować na przykład dla pomiarów długości oraz czasu i częstotliwości. Wysokie wymagania co do dokładności pomiarów związane są z rozwojem takich dziedzin, jak: nanotechnologia, produkcja włókien optycznych używanych w telekomunikacji, w obszarach technologii rentgenowskich i w wielu innych.

Drugie wyzwanie, poszukiwanie nowych wzorców i jednostek pomiarowych, dotyczy przede wszystkim dziedzin znajdujących się ciągle poza głównym nurtem zainteresowań metrologów. Należy tu wymienić nie tylko pomiary wielkości chemicznych, ale również pomiary specyficznych cech i zjawisk, na przykład smaku, zapachu, koloru, twardości czy różnych czynników aktywności biologicznej. Wraz z rozwojem technologicznym rośnie zapotrzebowanie na wiarygodne i porównywalne metody pomiarowe w tych obszarach, a zapewnienie spójności pomiarowej jest tradycyjnie uważane za obowiązek i powinność państwa.

Wzorce pomiarowe są jednym z narzędzi pozwalającym spełniać metrologiczne zasady prowadzenia pomiarów. Warto podkreślić, że wzorce pełnią kluczową rolę w zapewnieniu wiarygodności wyników pomiarów i pozwalają na jednoznaczne ustalanie relacji ilościowej pomiędzy wartością mierzonej wielkości a sygnałem pomiarowym. Natomiast stosowanie wzorcowanych przyrządów pomiarowych pozwala na właściwe porównywanie produktów, ich ocenę i wycenę, a stale rosnąca dokładność odtwarzania jednostek miar umożliwia rozwój przemysłowy we wszystkich obszarach gospodarczych i wspiera postęp we wszystkich dyscyplinach związanych z naukami technicznymi i przyrodniczymi. Dlatego tak ważne jest utrzymywanie wzorców o najwyższej dokładności pomiarowej, w każdym państwie pragnącym uczestniczyć w globalnym rozwoju.

Według definicji metrologicznej wzorzec to urządzenie przeznaczone do definiowania, realizowania,

zachowania lub odtwarzania jednostki miary jednej lub wielu wartości wielkości mierzonej i służące jako odniesienie. Wśród wzorców o najwyższej dokładności wyróżnia się państwowe wzorce pomiarowe i wzorce odniesienia. Wzorzec państwowy to, uznany urzędowo w danym kraju, wzorzec stanowiący podstawę do przypisywania wartości innym wzorcom pomiarowym danej wielkości. Wzorzec odniesienia to wzorzec miary o najwyższej zazwyczaj jakości metrologicznej, dostępny w danym miejscu lub danej organizacji, który stanowi odniesienie dla wykonywanych tam pomiarów. Wzorce te służą do przekazywania jednostki miary innym wzorcom i przyrządom pomiarowym wykorzystywanym w praktyce pomiarowej. Zdolność przekazywania jednostki miary określa się terminem spójności pomiarowej, bez której żaden wynik pomiaru nie może być uznany na świecie za zgodny z obowiązującym układem jednostek miar. Uniwersalnym, międzynarodowym systemem jednostek miar jest układ SI, przyjęty i zalecany przez Generalną Konferencję Miar. System SI obejmuje siedem jednostek podstawowych: metr (m), kilogram (kg), sekunda (s), amper (A), kelwin (K), mol (mol), kandela (cd).

Obecnie rozwój i utrzymywanie wzorców pomiarowych o najwyższej dokładności władze państwowe powierzają specjalnie do tego celu powołanym krajowym instytucjom metrologicznym NMI (ang. National Metrology Institute). W Polsce rolę takiej instytucji na mocy Ustawy z dnia 11 maja 2001 roku „Prawo o miarach" (z późniejszymi zmianami) pełni Główny Urząd Miar (GUM) z siedzibą w Warszawie. Państwowe wzorce pomiarowe są zatem gwarantem spójności pomiarowej, bez której żaden użytkownik przyrządów pomiarowych w danym kraju nie mógłby mieć pewności, że wytwarzane lub sprzedawane przez niego produkty będą spełniały wymagania niezbędne do zapewnienia jakości oraz konkurencyjności na rynku krajowym i międzynarodowym.

Dylematy współczesnych metrologów

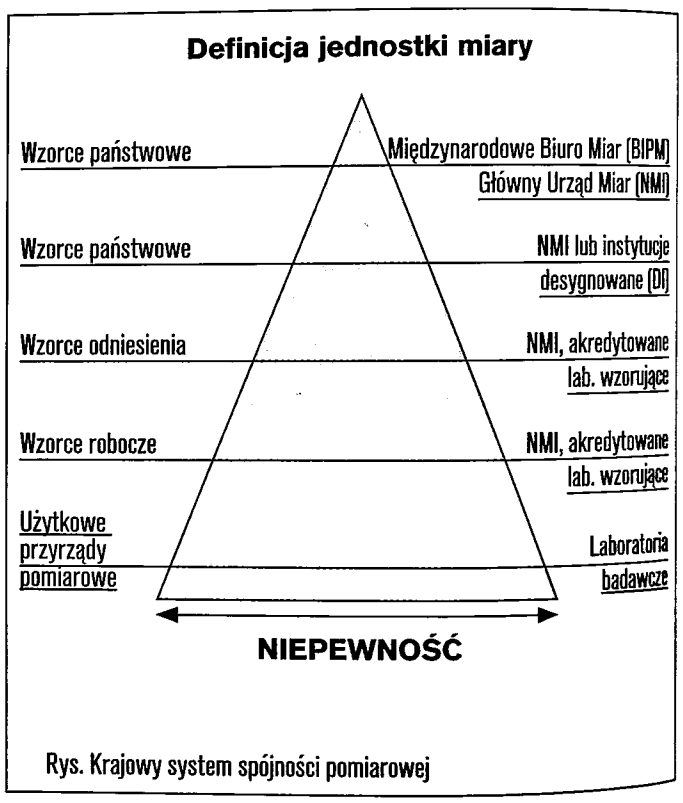
Rozwój aparatury pomiarowej, wykorzystywanej w laboratoriach chemicznych, pociąga za sobą problemy jej wzorcowania. Jednym z elementów rozwoju jest stosowanie coraz bardziej złożonych procedur wyznaczania wyników pomiaru i estymacji zależności kalibracyjnych. W tym obszarze zauważa się szybki rozwój procedur wzorcowania, w tym wprowadzanie nowoczesnych technik rozpoznawania obrazów stosowanych w pomiarach fizykochemicznych do analizy jakościowej, których celem jest identyfikacja składników. Graficzne odwzorowanie obecności różnych substancji w badanym obiekcie (próbce), na przykład w formie chromatogramów, porównuje się z chromatogramem („obrazem") wyznaczonym na podstawie teoretycznych obliczeń lub chromatogramem („obrazem") zarejestrowanym dla mieszaniny wzorców danych substancji (wzorców chemicznych).

Zapewnienie spójności pomiarowej

Spójność pomiarowa to podstawowe pojęcie metrologii.

> Spójność pomiarowa jest to właściwość wyniku pomiaru, przy której wynik może być związany z odniesieniem poprzez udokumentowany, nieprzerwany łańcuch wzorcowań, z których każde wnosi swój udział do niepewności pomiaru.
> PKN-ISO/IEC Guide 99:2010, 2.41

Według definicji pochodzącej z *Międzynarodowego słownika metrologii. Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM)* PKN-ISO/IEC Guide 99:2010 spójność pomiarowa to powiązanie wyniku pomiaru z wzorcami pomiarowymi. Łańcuch powiązań powinien stanowić nieprzerwany łańcuch porównań, który zapewnia, że wynik pomiaru lub wartość wzorca jest powiązana z odniesieniem na wyższym poziomie. Na najwyższym poziomie znajduje się wzorzec pomiarowy pierwotny.



Rys. Krajowy system spójności pomiarowej

Na rysunku przedstawiono powszechnie przyjętą hierarchię wzorców z zaznaczeniem ich miejsca w hierarchii metrologicznej oraz wzrastającej niepewności dla wzorców „niższego rzędu". Najwyższe znaczenie metrologiczne przypisuje się definicji jednostki miary. Po prawej stronie podane są instytucje utrzymujące lub wykorzystujące odpowiednie wzorce. Akronim NMI określa Narodowy Instytut Metrologiczny.

Przedstawiona hierarchia wzorców odwzorowuje funkcjonującą infrastrukturę metrologiczną zapewniającą dostęp do jednostki miary spójnej z wzorcem najwyższego rzędu dla wszystkich zainteresowanych stron. Bardzo ważną składową tej piramidy jest przypisana do wyników ich niepewność. Jak widać, przechodząc od szczytu piramidy w dół, na każdym kolejnym szczeblu jest ona coraz większa, gdyż zależy od wyniku poprzedniego wzorcowania. W tym miejscu warto zapoznać się z definicją hierarchii wzorcowań.

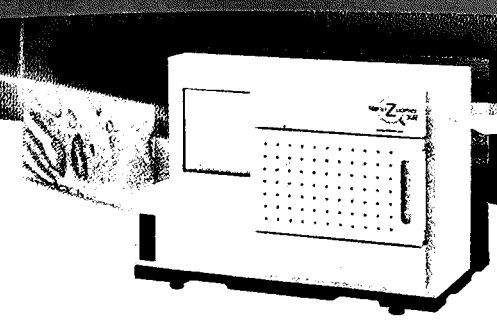
Hierarchia wzorcowań jest to ciąg wzorcowań od odniesienia do końcowego układu pomiarowego, gdzie wynik każdego wzorcowania zależy od wyniku poprzedniego wzorcowania.
PKN-ISO/IEC Guide 99:2010, 2.40

Istotą hierarchii wzorcowania jest ciąg wzorcowań, w którym wynik wzorcowania na danym etapie zależy od wyniku poprzedniego wzorcowania, stąd zwiększająca się niepewność pomiaru. Znajomość przypisywanej niepewności wyniku przy wzorcowaniu jest niezmiernie ważna, gdyż uwzględniamy ją w budżecie niepewności pomiarów realizowanych w laboratorium badawczym. Należy pamiętać, że często nawet duże wartości niepewności mogą być akceptowane, a czasami niezbędne jest prowadzenie pomiarów tak, aby uzyskać bardzo małe wartości niepewności. Najważniejsze jest, aby laboratorium rzetelnie wyznaczało wartość niepewności przypisywanej do podawanych wyników.
Wyznaczenie złożonej niepewności standardowej wymaga stosowania prawa propagacji, co oznacza kolejne sumowanie wariancji, czyli kwadratów z wartości niepewności standardowej. Przy sumowaniu wariancji należy uwzględnić zarówno wyniki wyznaczone bezpośrednio w laboratorium, jak i dane producenta, na przykład czystość odczynników, niepewność wartości certyfikowanej czy też wcześniejsze doświadczenia laboratorium. W związku z tym wyróżnia się dwa sposoby wyznaczania niepewności: typu A i typu B, co szerzej opisane jest w dokumencie EA-4/02 *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration* (Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu).
Warto podkreślić, że w praktyce laboratoryjnej stosowane są pojęcia „wzorcowanie" i „kalibracja". Zgodnie z definicją podaną w *Międzynarodowym słowniku metrologicznym* oba pojęcia są tożsame, przy czym w języku polskim termin „wzorcowanie" jest stosowany często w przypadku przyrządów wykorzystywanych do pomiaru wielkości fizycznych, natomiast termin „kalibracja" jest częściej stosowany w odniesieniu do przyrządów stosowanych w pomiarach chemicznych.

Wzorcowanie przyrządów pomiarowych

Jak wspomniano wcześniej, podstawowym sposobem zapewnienia wiarygodności i dokładności wyniku pomiaru jest jego powiązanie z wzorcami pomiarowymi. Realizuje się to poprzez wzorcowanie, które obejmuje wyznaczenie charakterystyki metrologicznej przyrządu pomiarowego. Wykonuje się to drogą bezpośredniego lub pośredniego porównania z wzorcami. Wystawiane jest świadectwo wzorcowania, na podstawie którego użytkownik decyduje, czy przyrząd pomiarowy jest odpowiedni do przewidywanego zastosowania.

Definiujemy Sztukę obrazowania całego slajdu na nowo!



- **Ultra szybkie skanowanie** - znakomite polepszenie prędkości (35s w trybie 40x dla rozmiaru próbki 15 x 15 mm) i pojemności zasobnika do 320 slajdów dla dużej wydajności badań.
- **Proste sterowanie** - intuicyjne oprogramowanie i nowa, potężna przeglądarka do szybkiego i łatwego przeglądania slajdów.
- **Wolny od błędółw system** - odporne i solidne skanowanie. Automatyczna kalibracja systemu.
- **Wolne od rozmycia obrazowanie** - ostry obraz całej próbki. Dynamiczna wstępna justacja ostrości (Dynamic Pre-Focusing, DPF) i selekcja (focus scoring).

Aplikacje:

- **Rutynowa i komputerowa diagnostyka w laboratoriach patologicznych**
- **Badania naukowe**
- **Szkolenie i edukacja**
- **Archiwizacja**

HAMAMATSU
PHOTON IS OUR BUSINESS

NanoZoomer XR
www.nanozoomer.com

> **Wzorcowanie, kalibracja jest to działanie, które, w określonych warunkach, w pierwszym kroku ustala zależność pomiędzy odwzorowywanymi przez wzorzec pomiarowy wartościami wielkości wraz z ich niepewnościami pomiaru a odpowiadającymi im wskazaniami wraz z ich niepewnościami, a w drugim kroku wykorzystuje tę informację do ustalenia zależności pozwalającej uzyskać wynik pomiaru na podstawie wskazania.**
> **PKN-ISO/IEC Guide 99:2010, 2.39**

W praktyce oznacza to, że wzorcowanie określa metrologiczną jakość danego przyrządu pomiarowego, gwarantując przy tym prawidłowe określenie charakterystyk, dokładności i spójności pomiarowej. Wzorcowanie pozwala na ocenę, na jakim poziomie zdolności metrologicznych jest dany przyrząd pomiarowy i czy spełnia wymagania użytkowania. Taka informacja potrzebna będzie laboratorium przez cały okres pracy danego przyrządu.

Ważne jest przy tym, aby użytkownik odpowiednio zaplanował zakres wykorzystania metrologicznego danego przyrządu pomiarowego. Istotna jest w związku z tym informacja na temat przewidywanego zakresu pomiarowego, w jakim przyrząd będzie wykorzystywany, gdyż w tym zakresie przyrząd musi być wzorcowany, a następnie nadzorowany. Ważne jest również właściwe postępowanie odnośnie do zapewnienia spójności pomiarowej w przewidzianym przedziale pomiarowym.

Zatem dlaczego przyrządy pomiarowe należy wzorcować? Wzorcowanie zapewnia, że:

- odczyty z danego przyrządu pomiarowego są zgodne z wynikami pomiarów dla innych przyrządów,
- możliwe jest określenie dokładności odczytów z przyrządu pomiarowego,
- możliwe jest potwierdzenie niezawodności przyrządu pomiarowego, czyli potwierdzenie zaufania do jego wskazań.

Dodatkowo wzorcowanie przyrządu pomiarowego zapewnia, że:

- wynik wzorcowania pozwala albo na przypisanie wartości wielkości mierzonej do wskazań, albo na określenie poprawek do wskazań,
- możliwe jest wyznaczenie właściwości metrologicznych, takich jak oddziaływanie wielkości wpływających,
- wynik wzorcowania zostaje zapisany w świadectwie wzorcowania lub w protokole wzorcowania.

W przypadku wielu wzorcowań możliwe jest bezpośrednie odniesienie do jednostek miary układu SI. Wyjątkiem są pomiary wielkości chemicznych (np. czystość substancji lub jej skład chemiczny). W takich przypadkach wzorcowanie powinno zapewnić zaufanie do pomiarów poprzez ustalenie powiązania z odpowiednimi wzorcami jednostek miar spoza układu SI, na przykład w następujący sposób:

- wykorzystywanie certyfikowanych materiałów odniesienia dostarczonych przez kompetentnego dostawcę, pozwalające na zapewnienie wiarygodnej fizycznej lub chemicznej charakterystyki materiału,
- wykorzystywanie ustalonych metod i/lub uzgodnionych wzorców, które są jednoznacznie opisane i przyjęte przez wszystkie uczestniczące strony,
- udział w programach porównań międzylaboratoryjnych, pod warunkiem że w programie zastosowane zostały wzorce o wcześniej ustalonej charakterystyce metrologicznej.

Certyfikowane materiały odniesienia

W celu zapewnienia spójności pomiarów chemicznych stosuje się najczęściej materiały odniesienia lub certyfikowane materiały odniesienia. Znaczenie tych dwóch terminów najlepiej określają definicje podane w *Międzynarodowym słowniku metrologicznym*.

> **Materiał odniesienia, RM (ang. *Reference Material*), jest to materiał dostatecznie jednorodny i stabilny, jeżeli chodzi o określone właściwości, który przyjęto jako odpowiedni do zamierzonego wykorzystania w pomiarach lub przy badaniu cech nominalnych.**
> **PKN-ISO/IEC Guide 99:2010, 5.13**

> **Certyfikowany materiał odniesienia, CRM (ang. *Certified Reference Material*), jest to materiał odniesienia, któremu towarzyszy dokumentacja wystawiona przez miarodajną instytucję i podająca jedną lub więcej wartości określonej właściwości wraz ze związanymi z nimi niepewnościami i spójnością, przy użyciu zwalidowanych procedur.**
> **PKN-ISO/IEC Guide 99:2010, 5.14**

Materiały odniesienia powinny mieć, jeżeli to możliwe, powiązanie z jednostkami miar SI lub z certyfikowanymi materiałami odniesienia. Wartości związane z RM mogą nie być metrologicznie powiązane z wzorcami, natomiast wartości związane z CRM (z definicji) są powiązane z wzorcami.

Pracownia Wzorców Chemicznych Wydziału Chemii Analitycznej i Fizykochemii Okręgowego Urzędu Miar w Łodzi

Pracownia Wzorców Chemicznych (PWCh) Wydziału Chemii Analitycznej i Fizykochemii Okręgowego Urzędu Miar w Łodzi zajmuje się wytwarzaniem CRM od początku lat dziewięćdziesiątych ubiegłego wieku. Obecnie ma w swojej ofercie ponad 100 rodzajów CRM z przeznaczeniem do różnych metod analizy chemicznej.

Wzorce stosowane są zarówno w analizie jakościowej do identyfikacji składników mieszanin, jak i w analizie ilościowej do określania zawartości składników lub zanieczyszczeń w materiałach chemicznych, biologicznych, w glebie, powietrzu, wodach naturalnych i ściekach. Ponadto mogą być wykorzystywane do:

- zapewnienia spójności pomiarowej,
- oceny poprawności stosowanych metod pomiarowych (walidacja),
- wzorcowania przyrządów pomiarowych,
- badania biegłości (porównania wewnątrzlaboratoryjne i międzylaboratoryjne),

■ zapewnienia jakości wyników pomiarów (karty kontrolne).

Wszystkie wytwarzane w Pracowni Wzorców Chemicznych certyfikowane materiały odniesienia są zaopatrzone w świadectwo materiału odniesienia, w którym podana jest pełna charakterystyka metrologiczna oraz numer serii, data ważności, sposób użycia wraz z warunkami użytkowania i przechowywania, co jest zgodne z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005.

Wartość niepewności rozszerzonej obliczana jest zgodnie z zaleceniami zawartymi w dokumencie EA-4/02 dla poziomu ufności około 95% (wartość współczynnika rozszerzenia k = 2).

CRM wytwarzane w Pracowni Wzorców Chemicznych można podzielić na:

■ Wzorce do analizy instrumentalnej

Do grupy tej należą wzorce jednoskładnikowe jonów wybranych pierwiastków, o certyfikowanej wartości stężenia danego jonu wyrażonej w g/dm^3, oraz wzorce trójskładnikowe o certyfikowanej wartości stężenia trzech kationów lub jonów zawierających azot. Roztwory wzorcowe z tej grupy znajdują szerokie zastosowanie w wielu metodach analizy instrumentalnej, a w szczególności w metodach spektrofotometrycznych w zakresie UV VIS, spektrometrycznych (ICP OES, ASA), metodach elektrochemicznych: kulometria, amperometria, woltamperometria itd. Są one najczęściej wykorzystywane do pomiarów ilościowych pozwalających na wyznaczenie zawartości określonego składnika metodą krzywej wzorcowej. Wzorce te mogą być również wykorzystywane w metodzie miareczkowej jako titranty lub być stosowane do ustalania miana titrantów.

Wielkością odtwarzaną przez wzorce z tej grupy jest stężenie masowe danego jonu w roztworze równe 1 g/dm^3. Podane wartości stężenia masowego są wartościami nominalnymi. Odtwarzane wartości stężenia dla danych serii materiałów odniesienia podawane są w świadectwach materiałów odniesienia.

Fot. Zdjęcie dwóch ampułek zawierających wzorce do chromatografii gazowej

■ Wzorce do chromatografii gazowej

Są to wzorce substancji organicznych o certyfikowanej zawartości głównego składnika powyżej 99,5% z przeznaczeniem do chromatografii gazowej. Wzorce do chromatografii gazowej są wykorzystywane jako materiały odniesienia w ilościowej analizie chromatograficznej do określania zawartości składników głównych lub zanieczyszczeń w materiałach chemicznych, biologicznych, w glebie, powietrzu, wodach naturalnych i ściekach. Mogą być także stosowane w analizie jakościowej do identyfikacji składników w próbce badanego materiału.

■ Wzorce do analizy wód i ścieków

Do grupy tej zalicza się wytwarzane wzorce fizykochemicznych właściwości, zestawy analityczne i wzorce wieloskładnikowe.

Wzorce fizykochemicznych właściwości wody są stosowane do oceny jakości różnego rodzaju wód i ścieków w monitoringu środowiska. Do tej grupy wzorców należą: wzorce twardości ogólnej wody, wzorce barwy wody oraz wzorce mętności.

Zestawy analityczne są przeznaczone do półilościowej analizy stężenia określonego jonu w wodzie lub ściekach. Zestawy do analizy wód i ścieków skracają czas analizy, umożliwiają wykonanie oznaczenia składu badanej próbki w miejscu pobrania, eliminując tym samym błędy związane ze zmianą składu wody w czasie transportu próbek do właściwego laboratorium. Znalazły zastosowanie w różnorodnych laboratoriach przemysłowych zajmujących się badaniem wód i ścieków.

Wzorce wieloskładnikowe przeznaczone są do pomiarów porównawczych zawartości kilku jonów (kationów i/lub anionów) w wodzie lub ściekach. Zakres stężeń jonów w mieszaninie jest dobrany do zastosowań i odpowiada najwyższym dopuszczalnym zawartościom zanieczyszczeń w wodzie do picia, wodach śródlądowych i w ściekach.

■ Roztwory wzorcowe chlorku sodu NaCl, chlorku potasu KCl, chlorku wapnia $CaCl_2$

Roztwory wzorcowe NaCl, KCl, $CaCl_2$ to wzorce o certyfikowanej wartości stężenia chlorku sodu, chlorku potasu, chlorku wapnia równej 10 mmol/dm^3 lub 20 mmol/dm^3.

Wymienione roztwory są przeznaczone do wykonywania pomiarów zawartości jonów w roztworach wodnych badanych próbek metodami analizy instrumentalnej podobnie jak roztwory wzorcowe jednoskładnikowe.

Znajdują zastosowanie w laboratoriach zajmujących się monitorowaniem środowiska, a także mogą być stosowane w analityce lekarskiej.

■ Ciekłe wzorce gęstości (densymetryczne)

Wzorce gęstości przygotowuje się z substancji organicznych o wysokim stopniu czystości, niskiej higroskopijności oraz możliwie wysokiej obojętności chemicznej. Cieczami przeznaczonymi do sporządzania wzorców gęstości są węglowodory alifatyczne, alicykliczne, aromatyczne i ich pochodne. Wzorce gęstości przeznaczone są do wzorcowania i sprawdzania przyrządów do pomiaru gęstości cieczy. Gęstość cieczy zmienia się wraz ze zmianą temperatury. Wielkością odtwarzaną przez tę grupę materiałów odniesienia jest gęstość wyrażana w kg/m^3 certyfikowana w przedziale temperatur (15 ÷ 50) °C.

Szczegółowa oferta Pracowni Wzorców Chemicznych dostępna jest na stronie www.gum.gov.pl/oumlodz.

Wzorcowanie w chromatografii gazowej

Jak wspomniano wcześniej, jedną z grup materiałów odniesienia wytwarzanych przez PWCh są zatopione w ampułkach wzorce do chromatografii gazowej (fot., str. 32).

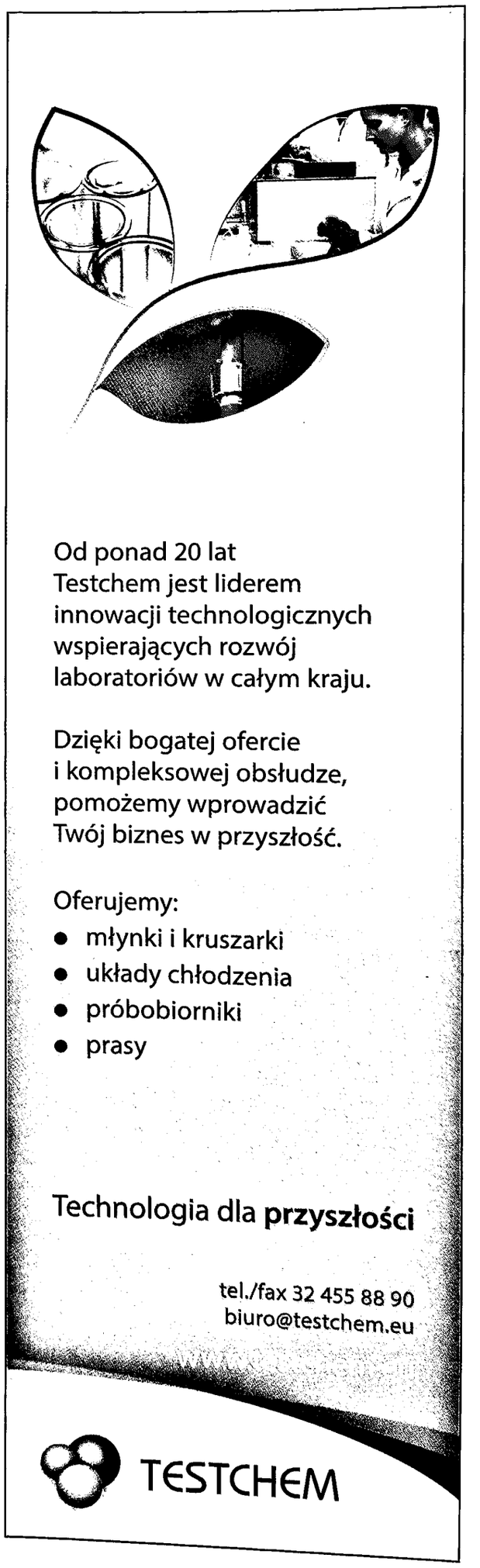
Wielkością odtwarzaną przez materiał odniesienia jest czystość substancji P wyrażona w procentach [%], którą wyznacza się na stanowisku pomiarowym do analizy chromatografii gazowej. Czystość wzorców nie powinna ulegać zmianom podczas przechowywania.

Wzorce przygotowuje się z substancji organicznych o wysokim stopniu czystości i zawartości głównego składnika powyżej 99,5%. W przypadku gdy oznaczona czystość substancji wyjściowej jest niższa od wymaganej, oczyszcza się ją poprzez wielokrotną destylację lub rektyfikację kolumnową.

Podobnie jak pozostałe chromatograficzne techniki analityczne, chromatografia gazowa jest metodą względną, to znaczy wymaga wzorcowania (kalibracji). W laboratoriach chemicznych codzienną praktyką jest kalibrowanie układu chromatograficznego za pomocą dostępnych wzorców chemicznych, mających często ograniczoną wiarygodność z uwagi na brak bezpośredniego powiązania z wzorcem najwyższego rzędu. Z tego względu istnieje potrzeba opracowania odpowiednich procedur wzorcowania chromatografów gazowych za pomocą serii wzorców, dla których możliwe jest jednoznaczne przypisanie czasów retencji dla poszczególnych substancji i ich pełna identyfikacja.

To zagadnienie oraz opis metody opracowanej dla potrzeb wzorcowania wybranego modelu chromatografu gazowego zostaną przedstawione w kolejnym artykule z serii poświęconej spójności pomiarów chemicznych.

Izabela Łuczak*, Henryka Szewczyk*, Ewa Bulska**

* Okręgowy Urząd Miar w Łodzi, Sekcja Jakości, Wydział Chemii Analitycznej i Fizykochemii

** Uniwersytet Warszawski, Wydział Chemii, Centrum Nauk Biologiczno-Chemicznych UW