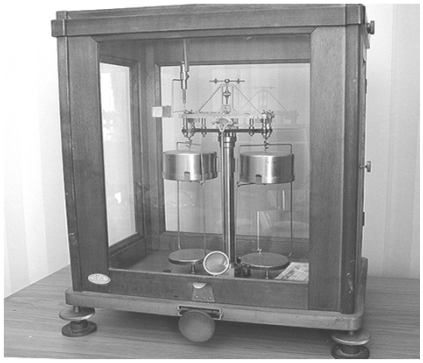
NOWOCZESNA METROLOGIA CHEMICZNA

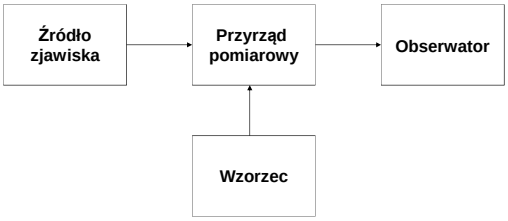


W.W.KUBIAK – BLOK SPECJALISTYCZNY – ANALITYKA I KONTROLA JAKOŚCI

- Pomiar i jego cechy
- Pomiary analityczne z wykorzystaniem instrumentów pomiarowych
- Jak na podstawie pomiaru wielkości fizycznej/fizykochemicznej określić dokładnie skład chemiczny próbki?
- Co to jest niepewność pomiarowa i w jaki sposób ją oszacować
- Budżet (bilans) niepewności pomiarowej
- Jaki wpływ na dokładność i wiarygodność wyniku ma spójność pomiarowa
- Gdzie tkwią przyczyny błędów popełnianych przy analizie?
  - przygotowanie do pomiaru
  - pomiar
  - interpretacja wyniku
- Jak sprawdzić czy otrzymany wynik jest wiarygodny
- Dlaczego metody analityczne należy walidować i jak to robić

METROLOGIA - nauka o pomiarach (metron – miara, logos – słowo, nauka)

Pomiar - doświadczalne porównanie określonej wielkości mierzalnej z wzorcem tej wielkości przyjętym za jednostkę miary, którego wynikiem jest przyporządkowanie wartości liczbowej mówiącej ile razy wielkość mierzona jest większa lub mniejsza od wzorca.



Pożądane cechy pomiaru:
- wiarygodność,
- dokładność,
- jednolitość w skali krajowej i międzynarodowej,
- spójność pomiarowa

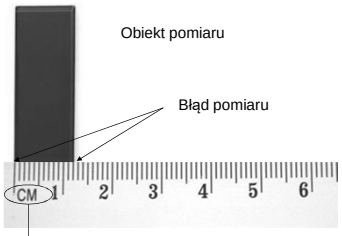
WALIDACJA

SYSTEM ZAPEWNIENIA JAKOŚCI

$$wynik\ pomiaru = x_{śr} \pm \varepsilon\,\{jednostka\}$$

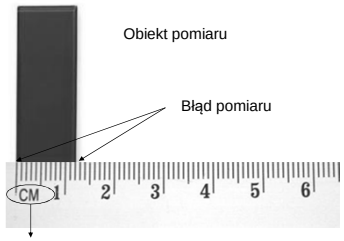
Metrologia fizyczna i techniczna

Przyrząd pomiarowy
(przymiar liniowy)

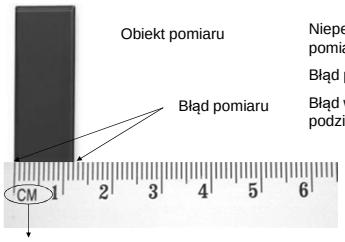


Przyrząd pomiarowy
(przymiar liniowy)

Metr – odległość jaką pokonuje światło próżni w czasie 1/299 792 458 s. (od 1983r.)



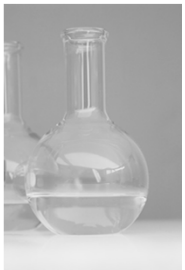
Metr – odległość jaką pokonuje światło próżni w czasie 1/299 792 458 s. (od 1983r.)



Metr – odległość jaką pokonuje światło próżni w czasie 1/299 792 458 s. (od 1983r.)

Metrologia chemiczna

Obiekt pomiaru



Przyrząd pomiarowy

Pomiar pośredni

OBIEKT POMIARU

OBLICZENIA **POMIAR** **KALIBRACJA**

INTERPRETACJA WYNIKU

WYNIK

Odmiany metrologii:

- Techniczna
- Fizyczna
- Chemiczna
- Biochemiczna i biologiczna

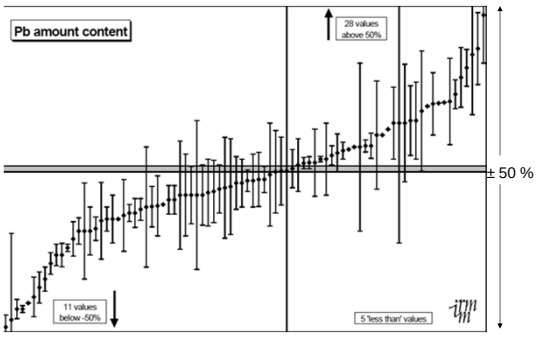
Metrologia fizyczna (także techniczna) opiera się na **bezpośrednim** pomiarze wielkości mierzonej (odległość, temperatura, ciśnienie itp.). Nie zależy od rodzaju próbki. Na dokładność ma wpływ kalibracja instrumentu.

Metrologia chemiczna (także biochemiczna i biologiczna) opiera się na **pośrednim** pomiarze wielkości mierzonej (stężenie, zawartość). Zależy od rodzaju próbki. Na dokładność ma wpływ pobór próbki, przygotowanie próbki, kalibracja metody i/lub instrumentu.

Międzylaboratoryjne porównanie oznaczenie ołowiu w winie

124 najlepsze laboratoria Europejskie

[Bulska, Ślesin 2004]



Przedział certyfikacji 27,5 ± 0,3 ppb

Dlaczego ważna jest metrologia chemiczna?

Na podstawie wyników chemicznych pomiarów analitycznych podejmowane są istotne decyzje dotyczące:

- dopuszczenia danego produktu żywnościowego do spożycia
- dopuszczenia leku do terapii
- zakwalifikowanie surowca/produktu do klasy czystości
- orzeczenie o winie/niewinności oskarżonego
- stwierdzenie czy środowisko/warunki pracy są szkodliwe czy nie

Wyniki analiz chemicznych mogą być źródłem norm wprowadzanych w formie rozporządzeń i mających konsekwencje prawne.

Wyniki analityczne odgrywają istotną rolę w badaniach naukowych w chemii, technologi chemicznej, naukach materiałowych, metalurgii, mineralogii, nauce o surowcach, rolnictwie, gleboznawstwie, przemyśle spożywczym, kryminalistyce, archeologii, farmacji, medycynie, toksykologii i wielu wielu innych.

Instrument pomiarowy – urządzenie elektroniczne (rzadziej mechaniczne) przy pomocy którego przeprowadza się pomiar wielkości fizycznych lub chemicznych.

Niektóre instrumenty pomiarowe stosowane w życiu codziennym:

Niektóre instrumenty pomiarowe stosowane w analityce chemicznej:

POMIAR MASY

WAGA – podstawowy instrument pomiarowy chemika analityka:

Metody wagowe (grawimetria, elektrograwimetria)

Określenie wielkości próbki

Przygotowanie wzorców

Kalibracja metody

Niektóre instrumenty pomiarowe stosowane w analityce chemicznej:

POMIAR OBJĘTOSCI

Precyzyjny i dokładny pomiar objętości możliwy jest tylko za pośrednictwem pomiaru masy (konieczne uwzględnienie gęstości)

Przybliżony pomiar objętości - menzurki

Chemicy analitycy potrafią odmierzać precyzyjnie zadaną objętość roztworu

Niektóre instrumenty pomiarowe stosowane w analityce chemicznej:

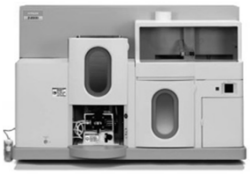
KONDUKTOMETR – pomiar przewodnictwa roztworów elektrolitów

pH-METR / JONOMETR – pomiar pH lub aktywności innych jonów

ANALIZATOR ELEKTROCHEMICZNY (POLAROGRAF) – pomiar stężeń różnymi technikami woltampero-metrycznymi i polarograficznymi z elektrodą rtęciową o kontrolowanym wzroście kropli (CGMDE)

SPEKTROFOTOMETR – pomiar stężenia na podstawie adsorpcji promieniowania w zakresie UV/VIS

FOTOMETR PŁOMIENIOWY – pomiar stężeń metali alkalicznych i ziem alkalicznych na podstawie emisji promieniowania



SPEKTROMETR ASA – pomiar stężeń pierwiastków metodą absorpcji promieniowania

SPEKTROMETR ICP-MS – pomiar stężeń pierwiastków metodą spektrometrii mas po jonizacji w palniku plazmowym

SPEKTROMETR ICP-OES – pomiar stężeń pierwiastków na podstawie emisji promieniowania przez atomy wzbudzone w palniku plazmowym

SPEKTROMETR FLUORESCENCJI RENTGENOWSKIEJ – pomiar stężeń pierwiastków na podstawie emisji charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego

WYSOKOSPRAWNY CHROMATOGRAF CIECZOWY (HPLC) – pomiar stężeń związków chemicznych po ich rozdzieleniu na kolumnie chromatograficznej.

ANALIZATOR FIA (Wstrzykowa Analiza Przepływowa) – automatyczny pomiar stężeń pierwiastków i związków chemicznych.

TITRATOR AUTOMATYCZNY POTENCJOMETRYCZNY – pomiar zawartości jonów metodą miareczkowania potencjometrycznego.

KULOMETRYCZNY TITRATOR ZAWARTOŚCI WODY – titrator wykorzystujący metodę kulometryczną oznacznia wody w substancjach organicznych (metoda Karla Fishera)

ICP-OES

SKALA

KONDUKTOMETR

Metody instrumentalne

Metody instrumentalne są to metody w których informację analityczną uzyskuje się za pomocą aparatury pomiarowej. Stanowią one warsztat doświadczalny wykorzystywany do prowadzenia prac:

- badawczych;
- analitycznych;
- kontroli procesów.

Poprawne stosowanie metod instrumentalnych wymaga pełnego zrozumienia:

- zasady fizykochemicznej na której oparta jest metoda instrumentalna;
- praw fizycznych stanowiących podstawę pracy instrumentu pomiarowego;
- ograniczeń wynikających z zastosowania metody pomiarowej;
- przypadków w których instrument może być najlepiej użyty zgodnie z zasadą.

NIESTETY!!!

Często w praktyce (niestety także w badaniach naukowych):

- Sprzęt analityczny traktowany jest jak „czarna skrzynka”

- Poziom świadomości analitycznej, chemizmu procesów analitycznych, podstaw teoretycznych stosowanych metod a szczególnie zasady działania instrumentu pomiarowego JEST ŻENUJĄCO NISKI!

Wynika to z FAŁSZYWEGO przekonania, że posiadanie doskonałego i kosztownego sprzętu rozwiąże każdy problem.

Właściciel, dysponent czy operator sprzętu analitycznego to nie jest jeszcze chemik analityk!!!

Efektem takiego stanu rzeczy są:

- Wyniki podawane bez oceny ich miarodajności (bez oszacowanej niepewności pomiarowej)

- Tłumaczenie błędnych wyników i artyfaktów – „tak pokazał instrument”

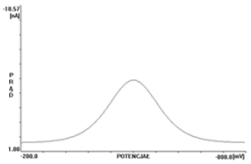
- „Rewolucyjne teorie”

Tym sposobem zamiast **miarodajnej informacji** pojawia się **dezinformacja**, która może mieć katastrofalne skutki!

Przy wyborze techniki instrumentalnej oprócz czynników merytorycznych (wynikających z parametrów analitycznych metody) powinny być uwzględniane:

- koszt aparatury;
- koszt utrzymania aparatury i niezbędnego do pracy wyposażenia dodatkowego (materiały, odczynniki, części zamienne, wzorce);
- złożoność postępowania analitycznego;
- wymagania od obsługi zręczności technicznej i manualnej.

Jak na podstawie pomiaru wielkości fizycznej lub fizykochemicznej określić skład chemiczny próbki?



A=
12,3
10,2
15,6
17,0
11,2
….

?

WYNIK ANALIZY

np.

Zawartość Pb w próbce wynosi

23,5 ± 0,2 mg

lub

stężenie Pb w próbce wynosi:

0,052 ± 0,003 %

Mierzona wielkość związana jest **<u>ścisłą</u>** zależnością z informacją analityczną (metody definitywne)

Ścisłe zależności:

Pomiary masy i stechiometria (analiza wagowa, grawimetria, elektro-grawimetria)

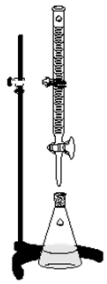
$Pb^{2+} + S^{2-} = PbS$

Pomiar objętości i stechiometria (miareczkowanie)

Pomiary ładunku i prawa Faradaja

$$m = q\frac{M}{nF}$$

Prawa rozpadu promieniotwórczego (metoda aktywacji neutronowej)



Mierzona wielkość związana jest z informacją analityczną zależnością znaną w przybliżeniu (metody kalibracyjne)

Znana zależność funkcyjna typu:

Sygnał = f(stężenie)

Jest wyprowadzona przy zastosowaniu wielu założeń upraszczających, nie pozwalających na ich analityczne użycie lub wielkości stałych stosowanych w tych zależnościach są znane tylko w przybliżeniu.

Np. równania Ilkovica, Nicholskiego, Cottrela, Nernsta, Lamberta-Beera itd.

ROZWIĄZANIE

Wyznaczenie zależności empirycznej – funkcji pomiarowej

Sygnał = f(stężenie)

W procesie kaibracji metody

KALIBRACJA

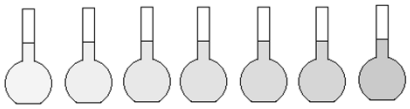
Kalibracja - proces, w którym wyznaczana jest zależność funkcyjna pomiędzy mierzonym w danej metodzie sygnałem a wielkością określającą ilość oznaczanego składnika na podstawie danych obarczonych błędami przypadkowymi.
Kalibracja instrumentu (cechowanie, wzorcowanie) - proces, w którym przenoszona jest nominalna (certyfikowana) wartość przypisana do wzorca (próbki wzorcowej) na rzeczywiste wartości sygnału otrzymywane przy pomiarze danym instrumentem.

Kalibracja polega na wyznaczeniu funkcji pomiarowej *F* (zwanej także funkcją kalibracyjną):

$y = F(x)$

gdzie: *y* - mierzony sygnał (prąd, natężenie światła itp.) *x* - wielkość związana z ilością oznaczanej substancji (stężenie, masa itp.).

W celu wyznaczenia funkcji kalibracyjnej należy:
Dokonać szeregu pomiarów w roztworach standardowych o różnym stężeniu substancji oznaczanej. Zwykle stosuje się 7-10 roztworów o różnych stężeniach. Pomiar w każdym roztworze standardowym powtarzany jest zwykle 3-razy, a do dalszej interpretacji wykorzystywana jest ich średnia (po ewentualnym odrzuceniu błędów skrajnych i grubych).



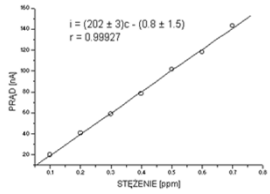
Otrzymany zestaw par liczb: (stężenie roztworu standardowego zmierzony sygnał) stanowi dane kalibracyjne.

stężenie [ppm]	prąd [nA]
0.100	20.0
0.200	40.6
0.300	59.0
0.400	78.3
0.500	101
0.600	118
0.700	143

Do tych danych dopasowuje się funkcję kalibracyjną

Przykładowy zestaw danych kalibracyjnych i przebieg funkcji podany jest na rysunku.

stężenie [ppm]	prąd [nA]
0.100	20.0
0.200	40.6
0.300	59.0
0.400	78.3
0.500	101
0.600	118
0.700	143

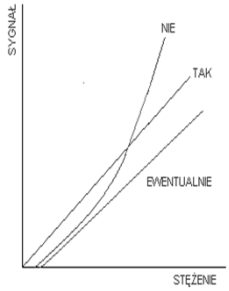


Aby otrzymać informację analityczną na podstawie zmierzonego sygnału konieczna jest f-cja analityczna Φ:

$$x=\Phi(y)$$

Funkcja analityczna Φ jest funkcją odwrotną do funkcji pomiarowej *F*.

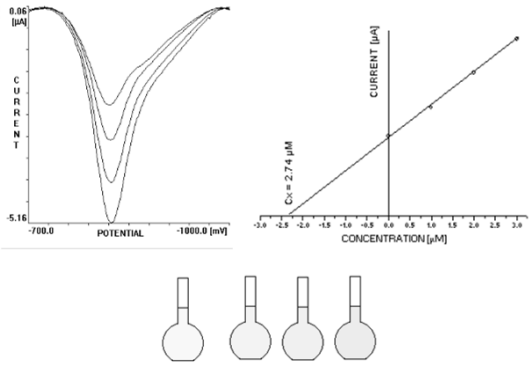
W większości metod analitycznych dąży się do liniowej funkcji pomiarowej ponieważ:
- możliwe jest określenie błędu predykcji (oznaczenia ilościowego);
- wyznaczenie funkcji odwrotnej jest trywialne;
- czułość oznaczenia jest stała w całym zakresie stężeń.



Inne metody oznaczeń ilościowych:

METODA DODATKU WZORCA

Stężenie analitu w próbce jest obliczane na podstawie zmiany sygnału po dodaniu do próbki wzorca analitu. Dodatek może być pojedynczy lub wielokrotny. Objętość dodawanego wzorca powinna być zaniedbywalnie mała w stosunku do objętości próbki. Metoda daje prawidłowe wyniki jeżeli wyraz wolny liniowej funkcji pomiarowej stosowanej metody analitycznej nie różni się istotnie od zera.



Metoda dodatku wzorca jest szczególnie przydatna gdy matryca próbki jest skomplikowana lub nieznana. Ponieważ objętość dodawanego wzorca jest zaniedbywalnie mała w stosunku do objętości próbki zmiany stężenia matrycy (a zatem także jej wpływ na wynik) są zaniedbywalne.

Kalibracja instrumentu (cechowanie, wzorcowanie)

Proces regulacji instrumentu pomiarowego prowadzący do obniżenia błędu pomiaru charakterystycznej dla niego wielkości fizycznej do poziomu określonego klasą dokładności.

Kalibracji instrumentu dokonuje się przy użyciu wzorców mierzonej wielkości fizycznej (siły elektromotorycznej, napięcia, oporności, przewodnictwa, luminancji itd.)

WZORCE I MATERIAŁY ODNIESIENIA

PIERWOTNE WZORCE FIZYCZNE I CHEMICZNE

- Wzorzec masy (1 kg).
- Wzorzec długości (1 m).
- Wzorzec jednostki masy atomowej (izotop C^{12}).
- Srebro 5N (tj. zawartość Ag > 99.999%, do kulometru srebrowego).
- Stała Faradaya ($F = 9.64845 \cdot 10^7$ C),
- liczba Avogadro $N = 6.02209 \cdot 10^{23}$ cząsteczek/mol).

Historyczny wzorzec 1 kg

Wzorce chemiczne - substancje o wysokiej czystości stosowane do kalibracji instrumentów i metod analitycznych. Wymagania:

- Skład stechiometryczny.
- Wysoka czystość (99.99% lub lepiej).
- Nie powinny być higroskopijne.
- Nie powinny reagować z dwutlenkiem węgla i tlenem.
- Powinny mieć wysoką masę cząsteczkową.

Przykłady: Na_2CO_3, KCl

Certyfikowane materiały odniesienia (CRM) - wykorzystywane są do kalibracji instrumentów pomiarowych, metod analitycznych, sprawdzania wiarygodności procesów analitycznych, laboratoriów i analityków oraz do charakteryzowania właściwości substancji i materiałów.

W analityce wykorzystuje się **matrycowe certyfikowane materiały odniesienia** (certyfikowane są wartości stężeń śladowych pierwiastków w typowej matrycy próbki naturalnej).

Przykłady:

Matryca biologiczna:
Liście tytoniu typu Oriental, CTA-OTL-1
atestowane zawartości: Al, As, Ba, Br, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Eu, K, La, Li, Mg, Mn, Ni, P, Pb, Rb, S, Se, Sm, Sr, Tb, Th, V, Zn

Liście Tytoniu-Oriental (CTA-OTL-1)

Materiał pochodzenia geologicznego, atestowany na zawartość 29 pierwiastków.

Pierwiastki, dla których podane są ***wartości atestowane***:
Al, As, Ba, Br, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Eu, K, La, Li, Mg, Mn, Ni, P, Pb, Rb, S, Se, Sm, Sr, Tb, Th, V, Zn.

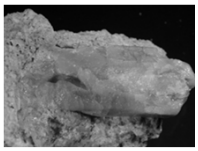
Pierwiastki, dla których podane są ***wartości informacyjne***:
Au, Cl, Fe, Hf, Hg, Mo, Na, Sb, Sc, U, Yb.

Cena opakowania (50g): 600 zł.

Tytoń (Nicotiana tabacco)

IEAE Tuna Fish, IEAE-350
atestowane zawartości: Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Rb, Se, Zn, MeHg(metylortęć)
oraz: liście (kapusty, pomidora, szpinaku, jabłoni), siano, porosty, mąka, tkanka ostrygi, igły świerka, plankton itd.

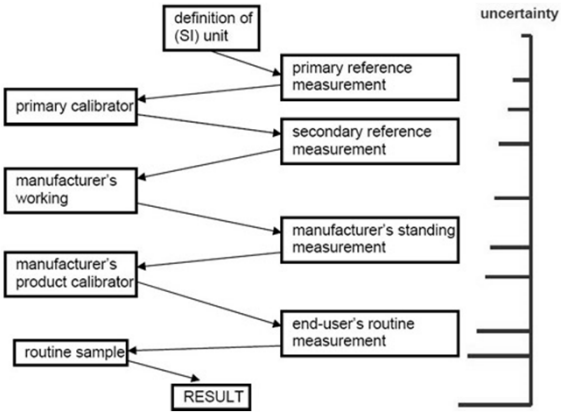
Matryca nieorganiczna:
Koncentrat apatytowy, CTA-AC-1
atestowane zawartości: Ba, Ca, Ce, Co, Cu, Eu, Gd, Hf, La, Lu, Mn, Na, Nd, Sc, Si, Sm, Ta, Tb, Th, Ti, U, V, Y, Yb, Zn
oraz: popiół lotny, osad rzeczny, gleba itd.



SPÓJNOŚĆ POMIAROWA

Spójność pomiarowa to właściwość wyniku pomiaru (lub wzorca jednostki miary), pozwalająca na jego powiązanie z określonymi odniesieniami (najczęściej z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miar) za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, o określonej niepewności.

Dzięki spójności pomiarowej wyniki są porównywalne.



Trudności zachowania spójności pomiarowej w pomiarach analitycznych:

- określenie, co jest przedmiotem oznaczenia
- interferencje
- niejednorodność próbki
- nietrwałość próbki
- przygotowanie próbki
- prawidłowość wykonania pomiaru
- wyznaczenie niepewności wyniku

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

Niepewność pomiarowa, jedno z ważniejszych terminów metrologii, określa stopień dokładności wykonanego pomiaru fizykochemicznego.

Niepewność pomiarowa używana jest w dwóch przypadkach: potocznie do przedstawienia zastrzeżeń odnośnie otrzymanych wyników pomiarów, a także w kontekście metrologicznym jako parametr wyznaczający granice zmienności wyników pomiarów.

Dlatego też musi być podawana przy każdym wyniku badań.

Pojęcie oceny niepewności pomiarowej zostało wprowadzone w 1993 roku zgodnie z zaleceniami międzynarodowego dokumentu zatytułowanego Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). W 1999 Główny Urząd Miar wydał tłumaczenie tego dokumentu na język polski.

ŹRÓDŁA NIEPEWNOŚCI ANALIZY ILOŚCIOWEJ

- niepełne zdefiniowanie analitu
- pobieranie próbek
- nieilościowy przebieg procesu rozdzielania/zatężania
- kontaminacja
- błędy osobowe odczytu wyników
- wpływ warunków środowiskowych na procedurę analityczną
- niepewność przyrządów pomiaru masy i objętości
- wartości przypisane wzorcom i materiałom odniesienia
- wartości stałych wykorzystywanych w obliczeniach
- przybliżenia i założenia upraszczające w procedurze pomiarowej
- błędy przypadkowe

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

Niepewność pomiaru w sposób sumaryczny przedstawia niepewności wszystkich etapów postępowania analitycznego.

Niepewność pomiaru jest parametrem określającym przedział wokół wartości przyjętej jako wynik pomiaru, w którym na założonym poziomie prawdopodobieństwa można spodziewać się wystąpienia wartości prawdziwej (oczekiwanej).

Standardowa niepewność pomiaru – niepewność pomiaru przedstawiona i obliczona jako odchylenie standardowe

Złożona standardowa niepewność wyniku oznaczenia – standardowa niepewność oznaczenia, której wartość uwzględnia niepewności standardowe parametrów wpływających na wynik analizy (np. niepewność pomiaru, niepewność wzorca, niepewność stałych użytych do obliczeń itp.). Obliczana jest na podstawie prawa propagacji tj.

$$u_c = \sqrt{\sum_n u_i^2}$$

Niepewność względna – stosunek niepewności do wartości wielkości mierzonej

Niepewność rozszerzona – wielkość określająca przedział w którym można z założonym prawdopodobieństwem (poziomem istotności) oczekiwać wystąpienia wartości prawdziwej (oczekiwanej). Niepewność rozszerzona powstaje przez pomnożenie niepewności całkowitej u_c przez współczynnik rozszerzenia k

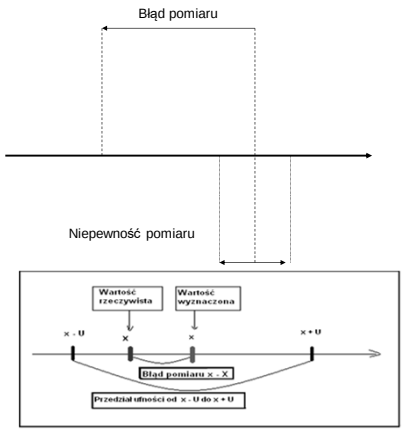
$$U = ku_c$$

Współczynnik rozszerzenia – zależny od przyjętego poziomu istotności mnożnik wybierany zwykle z przedziału 2 – 3

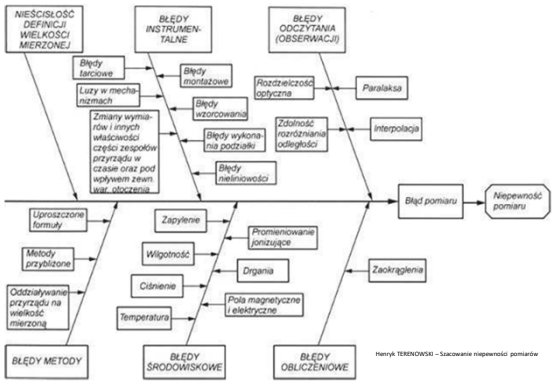
Niepewność typu A: metoda szacowania niepewności na podstawie pomiarów statystycznych

Niepewność typu B: metoda wykorzystująca inne niż statystyczne metody oszacowania niepewności:

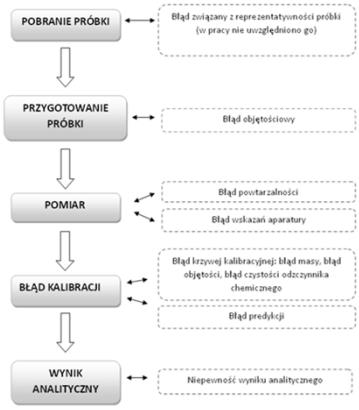
- wcześniejsze doświadczenia
- wcześniejsze wyniki podobnych badań
- dostarczone przez producenta specyfikacje instrumentów, odczynników, naczyń miarowych
- niepewność obliczona na podstawie badań materiałów odniesienia



NIEPEWNOŚĆ POMIARU



BUDŻET (BILANS) NIEPEWNOŚCI POMIAROWEJ



Gdzie szukać źródeł niepewności?

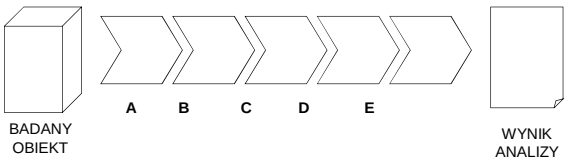
Błędy popełniane w różnych etapach procesu analitycznego

Co jest niezbędne aby wynik analizy był rzetelny?

-Wiarygodne wyznaczenie zawartości analitu w próbce analitycznej (obiekcie pomiaru)

- DOKŁADNA ZNAJOMOŚĆ WIELKOŚCI (MASY LUB OBJĘTOŚCI) PRÓBKI ANALITYCZNEJ (OBIEKTU POMIARU).

OD BADANEGO OBIEKTU DO WYNIKU ANALIZY - informacja do obliczeń



A - próbka
B - obiekt pomiaru (próbka analityczna)
C - pomiar (czy sygnał uzyskujemy z całej próbki lub **znanej** jej części)
D - kalibracja
E - niepewność

Stan skupienia próbki analitycznej (obiektu pomiaru) i jego wpływ na dokładność:

GAZ – trudna do określenia wielkość próbki (masa lub objętość), możliwe straty. Zwykle stosuje się metody izolacyjne (zamknięcie porcji gazu pod określonym ciśnieniem w hermetycznym zbiorniku) lub integracyjne (absorpcja gazu w ciekłych lub stałych absorberach). Gazy są homogeniczne do poziomu cząsteczkowego.

CIECZ / ROZTWÓR CIEKŁY – precyzyjne określenie wielkości próbki (zarówno masa jak i objętość). Nieskomplikowany, szybki, dokładny i precyzyjny sposób odmierzania zadanej objętości. Ciecze i roztwory rzeczywiste są homogeniczne do poziomu cząsteczkowego.

CIAŁO STAŁE – łatwy dokładny i precyzyjny pomiar masy, trudny dokładny pomiar objętości. Ciała stałe są homogeniczne tylko do poziomu rozdrobnienia (proszki) lub krystalitów (ciała lite). Homogeniczność ciał stałych amorficznych jest złudna. W przypadku stałych obiektów pomiaru nie jest znana dokładnie masa/objętość ciała z której pochodzi sygnał analityczny.

WALIDOWANE PARAMETRY JAKOŚCIOWE METODY ANALITYCZNEJ

Walidacja - kompleksowa procedura sprawdzająca **czy metoda analityczna jest wolna od błędów** (systematycznych i przypadkowych) nie tylko w ramach kalibracji ale przede wszystkim **wynikających z interferencji przy analizie próbek rzeczywistych**.

Najczęściej walidowane parametry metody:

Dokładność – poprzez analizę certyfikowanych materiałów odniesienia, stosowanie metody porównawczej, porównania międzylaboratoryjne lub metodę odzysku.

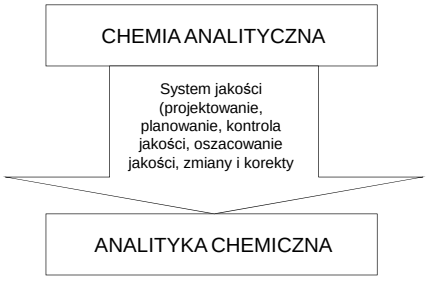
Precyzja – poprzez analizę próbek standardowych lub CRM

Zakres roboczy (zakres liniowości) – wyznaczenie funkcji pomiarowej dla roztworów standardowych

Selektywność – roztwory standardowe

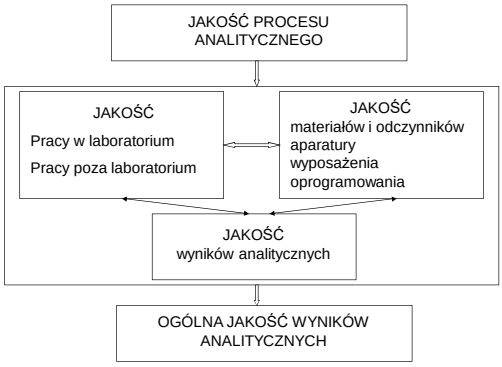
Elementy systemu zapewnienia jakości:

- **ocena precyzji** - analiza próbek kontrolnych
- **ocena dokładności:**
  - analiza certyfikowanych materiałów odniesienia
  - zastosowanie metody odniesienia
  - badania międzylaboratoryjne (interkalibracja)
  - metoda odzysku
  - karty kontrolne
- **audyty**

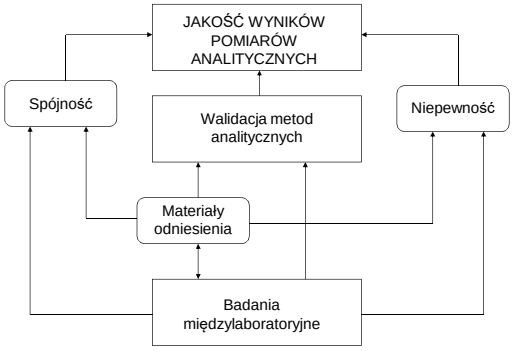


Systemy zapewnienia jakości laboratoriów analitycznych:

- dobra praktyka laboratoryjna (GLP)
- akredytacja laboratorium wg. ISO guide 17025 lub EN 45001
- certyfikacja wg. ISO 9001



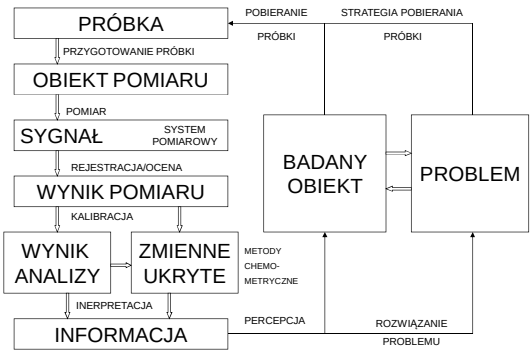
Elementy składowe systemu kontroli i zapewnienia jakości



NA ZAKOŃCZENIE…

PROCES ANALITYCZNY

RAZ JESZCZE



Co daje nam prawo sądzić, że uzyskane w wyniku pomiaru liczby niosą informację o mierzonej wielkości (stężeniu, zawartości, pH itd.)?

KALIBRACJA METODY

LUB INSTRUMENTU **!**

$$wynik\ analizy = x_{śr} \pm \varepsilon$$

!!!