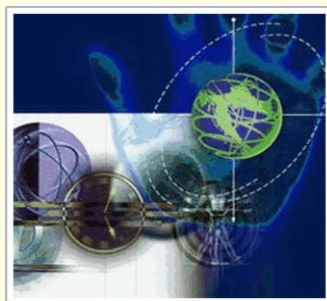




DRŽAVNI ZAVOD ZA MJERITELJSTVO
Laboratorij za kemijska mjerenja
(LKM)

REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST



Miroslav Banić



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Kada se mjerenja (ispitivanja) obavljaju uporabom različitih fizikalnih, kemijskih ili analitičkih metoda, tada se nužno postavljaju osnovna pitanja kao što su:

- O kakvom se postupku (procesu) radi (jednostavnom) ili (složenom) ?**
- Kakvu je opremu potrebno upotrebiti ?**
- Koje je etalone odnosno referentne materijale potrebno upotrijebiti ?**



REFERENTNI MATERIJALI,
SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Razlika između fizikalnih i kemijskih (analitičkih) mjerenja:

Fizikalna mjerenja (jednostavan proces)



Kemijska (analitička) mjerenja (složeni proces)





Radi li se o kemijskom (analitičkom) procesu (složeni proces) iz prethodnog prikaza, bit će nužna uporaba referentnih materijala (RM) odnosno certificiranih referentnih materijala (CRM) kako bi se omogućila i dokazala sljedivost rezultata mjerenja.

To je posebno važno kod akreditacija ispitnih laboratorija, pa tako norma HRN EN ISO/IEC 17025:2007 hr,en u točki 5.4.6.2 izričito navodi *“Ispitni laboratoriji moraju imati postupke za procjenu mjerne nesigurnosti i moraju primjenjivati te postupke. U određenim slučajevima narav ispitne metode može spriječiti stroge, mjeriteljski i statistički valjane izračune mjerne nesigurnosti. U tim slučajevima laboratorij mora barem pokušati utvrditi sve sastavnice mjerne nesigurnosti i napraviti razumnu procjenu, osiguravajući pritom da oblik izvješćivanja rezultata ne daje pogrešan dojam o nesigurnosti.”*⁴



Razumna procjena mora se temeljiti na poznavanju radnih značajka metode i područja mjerenja te mora upotrebljavati, npr. prijašnja iskustva i validacijske podatke.”

Ovdje valja istaknuti da točka 5.4.6.2 sadrži i dvije važne napomene koje se često zanemaruju, a to su:

Napomena 1: Potreban stupanj strogosti u procjeni mjerne nesigurnosti ovisi o čimbenicima kako što su:

- zahtjevi ispitne metode
- zahtjevi kupca
- postojanje uskih granica na kojima se temelje odluke o sukladnosti sa specifikacijom.



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Napomena 2: *U onim slučajevima gdje dobro poznata ispitna metoda navodi granične vrijednosti glavnih izvora mjerne nesigurnosti i navodi oblik prikazivanja izračunatih rezultata, smatra se da je laboratorij zadovoljio ovu točku pridržavajući se te ispitne metode i uputa o izvješćivanju.*

Kad se govori o primjeni referentnih materijala (RM) ili certificiranih referentnih materijala (CRM) pri različitim ispitnim metodama, tada je potrebno obratiti pozornost kakvi i koji nam RM ili CRM stoje na raspolaganju. Primjerice, LKM (Laboratorij za kemijska mjerenja) DZM-a uglavnom obavlja ispitivanja i mjerenja različitih slitina zlata, srebra i platine kao i slitina drugih kovina pomoću nekoliko različitih mjernih metoda.



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

LKM redovito učestvuje u međunarodnim interlaboratorijskim usporedbenim ispitivanjima (već više od 10 godina) u organizaciji dviju udruga za ispitivanja predmeta od plemenitih kovina i to:

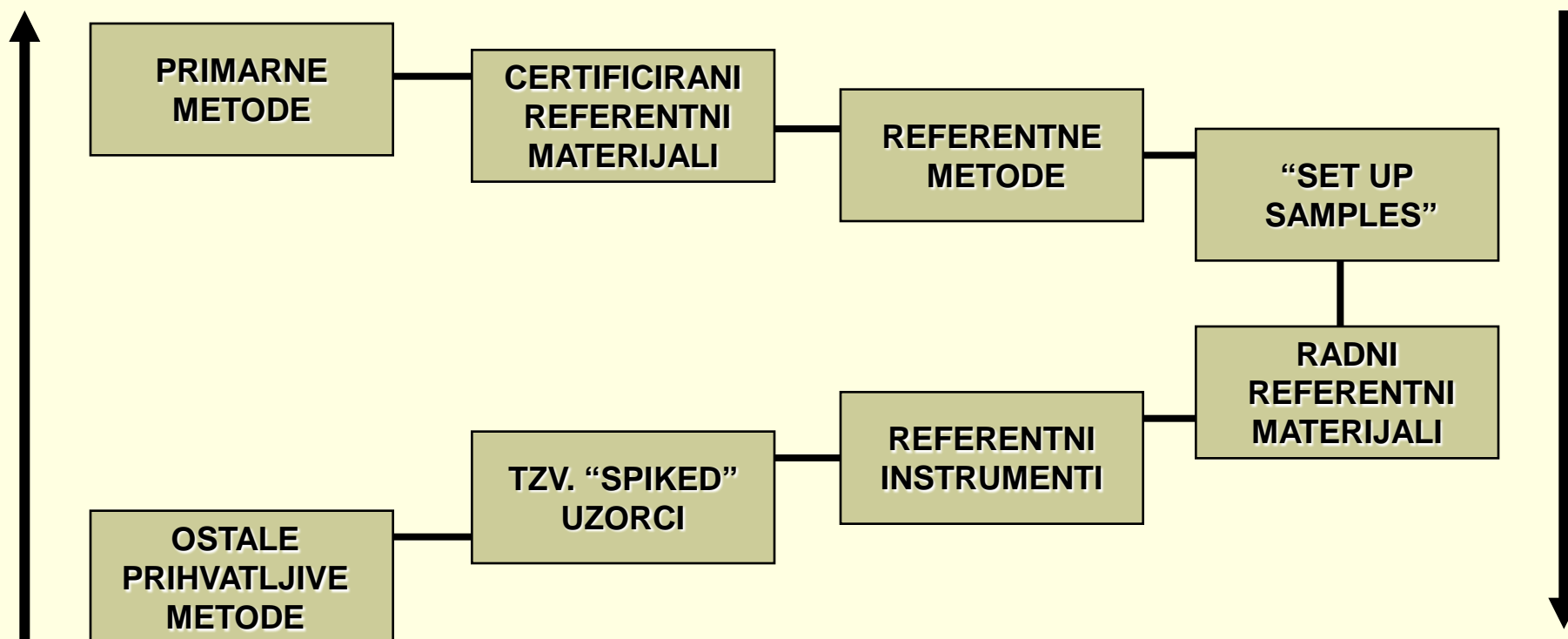
- 1. IAAO (International Association of Assay Offices)**
- 2. Hallmarking Convention (Convention on the control and marking of precious metal articles)**

U navedenim interlaboratorijskim ispitivanjima učestvuje u pravilu oko 50-60 laboratorija iz cijelog svijeta čije su organizacije punopravne ili pridružene članice gore navedenih udruga.



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Hijerarhija pri sljedivosti može se označiti sljedećim prikazom:





REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

LKM pri ispitivanju predmeta od plemenitih kovina koristi više različitih metoda ispitivanja od kojih ćemo naznačiti samo najvažnije:

1. *LKM-M-05: Određivanje udjela plemenitih i neplemenitih kovina u slitinama predmeta od plemenitih kovina metodom XRF*
2. *LKM-M-06: Određivanje udjela plemenitih i neplemenitih kovina u slitinama predmeta od plemenitih kovina putem tzv. Spark-metode*
3. *LKM-M-07: Određivanje udjela srebra u srebrnim slitinama metodom potenciometričke titracije prema normi ISO 11427*
4. *LKM-M-03: Određivanje čistoće zlata metodom kupelacije u predmetima od plemenitih kovina prema normi ISO 11426.*



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Za obavljanje ispitivanja prema metodama navedenim u prethodnom prikazu, LKM upotrebljava uglavnom sljedeće referentne materijale:

- 1. Certificirane referentne materijale (CRM) uglavno za zlato, srebro, platinu i paladij*
- 2. Radne referentne materijale*
- 3. Tzv. “set up samples” (“SUS”)*
- 4. Ostale referentne materijale za plemenite i neplemenite kovine (ovisno o potrebama i zahtjevima korisnika).*



REFERENTNI MATERIJALI, SLJEDIVOST I NESIGURNOST

Napomena:

Kompletne rezultate (s obradom rezultata i dijagramima) međunarodnih interlaboratorijskih usporedbenih ispitivanja uzoraka slitina predmeta od plemenitih kovina (zlatu i srebro) u kojima je 2008. god. učestvovao LKM pod kodnom oznakom HR_1, zainteresirani učesnici moći će dobiti samo u ispisu (kao prilog ove prezentacije).