

Интернет източници на информация за контрол на качеството при химичните измервания

Д. Л. Цалев

Катедра „Аналитична химия“, Химически факултет, Софийски университет „Св. Кл. Охридски“, бул. „Дж. Баучер“ 1, 1164 София
Факс: (02) 9625438, ел. поща: tsalev@chem.uni-sofia.bg

Постъпила на 19.11.2005 г.

Качеството е един от основните, неизбежни и неотменими атрибути на продуктите, материалите, стоките, услугите, обучението, науката, изкуството, културата и много други области на материалната и нематериалната сфера в съвременното човешко общество. Според дефиницията на Международната организация по стандартизация (ISO) „... качество е съвкупността на характеристики на дадена единица, отнасяща се до нейната пригодност да изпълни указани и очаквани изисквания“ [1]. С други думи, качеството е непосредствено свързано с количествени измервания и оценки, предварителни изисквания, стандарти, норми, спецификации, сертификация, атестиране, акредитиране, очаквания на потребителя/клиента, отговорности на производителя и органи- те за контрол.

Към съвременните аналитични лаборатории се поставят все по-високи метрологични изисквания за контрол, осигуряване и управление на качеството (съответно КК (QC, Quality Control), ОК (QA, Quality Assurance) и УК (QM, Quality Management)) [2,3], съгласно изискванията на международните стандарти като ISO/IEC EN БДС 17025:2001 [4], ISO 9000:2001 [5] и принципите на Добрата лабораторна практика (GLP) [6,7]. В акредитираните лаборатории е необходимо осигуряване на проследимост на измерванията, калибриране, щателно валидиране на аналитичните методи за изпитване, оценка на неопределеността на резултатите, вътрешен контрол на качеството, използване на (сертифицирани) сравнителни материали (RM, CRM), участие в национални и международни изпитвания за пригодност (PT) и др. методични, метрологични и организационни дейности [8].

Преобладаващата част от литературата е на английски език, а възможностите на интернет като мощен, актуален и достъпен информационен ресурс са огромни, но все още недостатъчно усвоени. Търсенето на информация в интернет изисква сравнително скромна хардуерна и софтуерна ресурс: браузър, като например Internet Explorer, Netscape Navigator или Firefox, с мощта на който може да се влезе и прегледат страници и бази данни в някоя от популярните универсални търсачки като <www.google.com>, <www.yahoo.com>, <www.altavista.com> и др. или в по-специализирани

сайтове в областта на науката като <www.scirus.com>, <www.sciencedirect.com> и конкретно в химията <www.chemindustry.com>, <www.chemweb.com>, <www.chemfinder.cambridgesoft.com>, <www.chemie.de>, както и българския сайт <www.chem.hit.bg>. Прилагането на неспециализирано търсене и неподходящият избор на ключови думи е съпроводено с огромно информационно натоварване и шум; така напр. Google дава 256 000 000, респективно 9 670 000 отговора на запитванията „Quality control“ и „Certified reference material“ (съответно за 0.11 и 0.17 s (!) – посетен на 17.12.2005), но преглеждането на тази информация е непосилна задача за седмици и месеци! Очевидни са предимствата на специализираното търсене, както и някои от неговите неизбежни недостатъци и ограничения: изискване за регистрация, потребителски абонамент за някои сайтове, платени бази данни, получаване в бъдеще на нежелана информация и реклами.

От гледната точка на химика аналитик в статията са представени някои полезни сайтове като специализирани източници на информация, обучение, бази данни, сравнителни материали (СМ) и сертифицирани сравнителни материали (ССМ), изпитвания за пригодност, международни сравнения и др. (табл. 1). В таблицата са включени и няколко най-важни български сайтове по въпросите на качеството: Държавна агенция за метрология и технически надзор (ДАМТН) <www.sasm.government.bg> с нейната Главна дирекция „Национален център по метрология“ (ГД-НЦМ) и сп. „Стандартизация, метрология, сертификация“; Изпълнителна агенция „Българска служба за акредитация“ (ИА-БСА) <www.nab-bas.bg>; Съюз на метролозите в България (СМБ) <www.smb-bg.org>; Съюз на специалистите по качеството в България (ССКБ) <www.sskb.org>. Включени са няколко национални метрологични института (НМИ), агенции за акредитация и други институции с богато информационно съдържание във Великобритания <www.vam.org.uk>, <www.lgc.co.uk>, Германия <www.bam.de>, ЕС <www.irmm.jrc.be>, <www.irmm.jrc.cec.eu.int>, Израел <www.israc.gov.il>, Канада <inms-ienm.nrc-cnrc.gc.ca>, САЩ <www.nist.gov>, скандинавските страни <www.nordtest.org>, Япония <www.nies.go.jp> и др.; професионални организации,

Таблица 1. Някои полезни сайтове

| Уеб-сайт | Организация [коментар] |
|--|---|
| inms-ienm.nrc-cnrc.gc.ca | INMS, Институт за национални стандарти за измервания [национален метрологичен институт в Канада – сертифицирани сравнителни материали, каталози, проекти, литература] |
| www.acs.org, вж още pubs.acs.org | ACS, Американско химическо дружество [публикации, литература, връзки] |
| www.aoac.org | АОАС, Асоциация на официалните аналитици, САЩ |
| www.aoac.org | ЈАОАС, Journal of AOAC [Списание, издавано от АОАС, Int., Международната асоциация на официалните аналитици, САЩ] |
| www.astm.org | ASTM International [American Society for Testing and Materials; стандарти, указания, дефиниции, публикации, специализирани списания] |
| www.bam.de | ВАМ, Федерален институт за изследване и изпитване на материали (Германия) |
| www.ch.cam.ac.uk/c2k/cj/analytical.html | [Сайт на университета в Кеймбридж, Великобритания, със списък и връзки към >160 специализирани списания по аналитична химия и отделни методи] |
| www.chemfinder.cambridgesoft.com | [Специализирана информация и търсачка в областта на химията] |
| www.chem.hit.bg | [Български сайт с търсачка и полезни връзки в областта на химията] |
| www.chemicalanalysis.com | Chemical Analysis [Химичен анализ] |
| www.chemie.de | [Специализирана информация и търсачка в областта на химията – на английски и немски език] |
| www.chemindustry.com | [Специализирана информация и търсачка в областта на химията] |
| www.chemsoc.org | Chemical Societies [Химически дружества] |
| www.chemsoc.org/chembytes/goldbook/index.htm | IUPAC Goldbook [Номенклатури и дефиниции на IUPAC] |
| www.chemweb.com | ChemWeb |
| www.citac.cc | СИТАС [Международно сдружение за проследимост в аналитичната химия] |
| www.comar.bam.de | SOMAR [База данни за сертифицирани сравнителни материали] |
| www.dac-fecsc.org | DAC-EuChemS [Отделение по аналитична химия към Европейската асоциация за химически и молекулни науки (до 2004 г. – DAC–FECS, Отделение по аналитична химия към Федерацията на европейските химически дружества)] |
| www.gsrn.co.uk, вж. още www.spexscsp.com | CertiPrep® [преди: Glen Spectra Reference Materials – пробоподготовка, сертифицирани сравнителни материали и др.] |
| www.eoq.org | ЕОК [Европейска организация по качество] |
| www.epa.gov | ЕРА [Агенция за опазване на околната среда, САЩ] |
| www.eptis.bam.de | ЕРТИС [Информационна система за схеми за изпитване за пригодност в Европа; база данни] |
| www.erm-crm.org | ЕРМ® [Европейски сравнителни материали] |
| www.eurachem.bam.de | EURACHEM [Европейска мрежа на организациите, насърчаващи практики на качество в аналитичните лаборатории] |
| доброото | |
| www.european-accreditation.org | ЕА [Европейска организация за акредитация] |
| www.fda.gov | FDA [Food and Drug Administration, USA; регулиране в областите храни, фуражи, добавки, лекарства, козметика, биотехнология; регистър на фирми, литература] |
| www.iaea.org | IAEA [Международна агенция за атомна енергия, Виена; вж. още AQCS – отдел „Услуги по аналитичен контрол на качеството“ към IAEA] |
| www.irmm.jrc.be; вж. още www.irmm.jrc.cec.eu.int | IRMM [Институт за сравнителни материали и измервания на ЕС, Геел, Белгия – сертифицирани сравнителни материали, обучение по метрология в химията (MiC, AcadeMiC), Международна програма за оценка на измервания (IMEP) и др.] |
| www.iso.ch | ISO, Международна организация по стандартизация |
| www.israc.gov.il | ISRAC, Israel Laboratory Accreditation Authority [Изпълнителна агенция за акредитация в Израел; литература; указания] |
| www.iupac.org | IUPAC [Международен съюз по чиста и приложна химия; номенклатури, единици, символи, терминология, константи, публикации, проекти] |
| www.lgc.co.uk | LGC [Официална химична лаборатория на Великобритания] |
| www.lgcpromochem.com | Promochem® [Сертифицирани сравнителни материали] |
| www.measurementuncertainty.org | Measurement Uncertainty [Неопределеност при химични измервания – указания, литература, примери, форум] |
| www.nab-bas.bg | Изпълнителна агенция „Българска служба за акредитация“ [процедури, документи, списъци на акредитирани организации и др.] |
| www.nies.go.jp | NIES [Японски институт за изследвания на околната среда; Сертифицирани сравнителни материали] |
| www.nist.gov | NIST [Национален институт за стандарти и технологии, САЩ] |
| www.nordtest.org | Nordtest [Метрологична организация на скандинавските страни във Финландия; литература; указания; валидиране, бюджет на неопределеност] |
| www.sasm.government.bg | ДАМТН, Държавна агенция за метрология и технически надзор [официален бюлетин, наредби, новини, списание] |
| www.sasm.government.bg | НЦМ, Национален център по метрология (главна дирекция към ДАМТН |
| www.sasm.government.bg | „Стандартизация, метрология, сертификация“ [ежемесечно списание, издавано от ДАМТН от 1949 г.] |
| www.sciencedirect.com | [Специализирана търсачка и база данни с достъп до 75 млн. резюмета в >2000 списания и стотици книги на издателство Elsevier в областта на науката] |

Таблицата продължава на следващата страница

Таблица 1. Някои полезни сайтове (продължение)

| Уеб-сайт | Организация [коментар] |
|--|--|
| www.scirus.com | [Специализирана търсачка и база данни с достъп до 200 млн. уеб страници в областта на науката] |
| www.scopus.com | [Специализирана търсачка и база данни с достъп до >14000 списания с резюмета, цитати и връзки в областта на науката, поддържана от издателство Elsevier] |
| www.smb-bg.org | СМБ, Съюз на метролозите в България [информационни бюлетини, курсове за обучение, новини, полезни връзки, форум] |
| www.spexcsp.com, вж. още www.gsrn.co.uk | CertiPrep® [преди: Glen Spectra Reference Materials – пробоподготовка, сертифицирани сравнителни материали и др.] |
| www.springerlink.com, вж. още www.springer.com | AQA, Accreditation and Quality Assurance [Акредитация и осигуряване на качеството, международно списание за качество, сравнимост и надеждност на химичното измерване на издателството Springer-Verlag] |
| www.sskb.org | ССКБ [Съюз на специалистите по качеството в България] |
| www.trainmic.org, вж. още www.irmm.jrc.be/html/training/trainmic/index.htm | TrainMiC [Програма на ЕС за обучение по метрология в химията] |
| www.ut.ee/katsekoda/GUM_examples | University of Tartu, Estonia [Примери за изчисления на неопределеност при химични анализи] |
| www.vam.org.uk | VAM [Валидни аналитични измервания, Великобритания] |
| www.virm.net | VIRM asbl [Виртуален институт за сравнителни материали; търсачка на сертифицирани сравнителни материали, лабораторни СМ, връзки, литература и др.] |

съюзи и дружества; големи издателства на (метрологична) литература, в частност сайтовете на списанията „Accreditation and Quality Assurance“ на изд. Springer-Verlag <www.springer.com>, <www.springerlink.com> и „Journal of the Association of Official Analytical Chemists International“ <www.aoac.org>; бази данни на СМ и ССМ <www.comar.bam.de>, <www.virm.net>, <www.iaea.org>, <www.irmm.jrc.be>, <www.nist.gov>, <www.erm-crm> и др.; бази данни на изпитвания за пригодност и междулабораторни сравнения <www.eptis.bam.de>, <www.irmm.jrc.be/imep/>, <www.virm.net> и др.

В следващия текст са дадени няколко примера за използване на посочените Web адреси по въпросите, представляващи най-голям интерес за химика аналитик: неопределеност на измерванията, сравнителни материали и сертифицирани сравнителни материали, междулабораторни сравнения и изпитвания за пригодност и обучение

Неопределеност на измерванията

Оценката на неопределеността на химичните измервания е важна задача на аналитиците в химичните лаборатории. Актуалната дефиниция на неопределеността (uncertainty of measurement) е: „Параметър, свързан с резултата от измерване, който характеризира дисперсията на стойностите, които могат да бъдат приписани на измерваната величина“ [9,10]. В процес на обсъждане в новото, трето издание на речника VIM [11] е определението: „Параметър, характеризиращ разсейването на **стойностите на величината**, които могат да бъдат приписани на **измерваната величина** на основа на използваната информация“ [11] – вж. Форума на СМБ <www.smb-bg.org> относно VIM3.

Литературата на български език върху неопределеност е все още ограничена [8,11,12]. Примери могат да се намерят в сайтовете на <www.measurementuncertainty.org>, <www.ut.ee/katsekoda/GUM_examples> ,

<www.vam.org.uk>, <www.nordtest.org>, както и в оригинални статии в списание „Accreditation and Quality Assurance“ <http://www.springer.com/sgw/cda/frontpage/0,11855,5-135-70-1110625-0,00.html> на изд. Springer-Verlag <www.springer.com> и др. И в този случай аналитикът трябва да зададе допълнителни ограничения в търсенето („refined search“), тъй като в противен случай дори специализираната търсачка „Scopus“ <www.scopus.com> на издателство „Elsevier“ <www.elsevier.com> открива 119210 резултата, в частност 97210 статии при запитването „uncertainty“ (17.12.2005), а по-широко търсене в интернет – над 56 млн. резултата за „неопределеност“. Освен примерите в [10] добре разработени бюджети на неопределеност могат да бъдат намерени в сайта на университета в Тарту, Естония <www.ut.ee/katsekoda/GUM_examples>, като напр. претегляне на проба; обем на 50 ml колба и 10 ml пипета; гравиметрия; рН измерване; комплексометрично титруване; фотометрично определяне на NH_4^+ и NO_2^- ; фосфор във фуражи; газово-хроматографско определяне на бутанол в ацетон, сорбинова киселина чрез високоефективна течна хроматография (ВЕТХ), КК на фармацевтичен продукт чрез ВЕТХ, атомноабсорбционно определяне на олово в почва.

Сравнителни материали и сертифицирани сравнителни материали

Сравнителните материали (СМ) и сертифицираните сравнителни материали (ССМ) намират широко приложение в аналитичната практика: за осигуряване на проследимост; при валидиране и верифициране на аналитични процедури; за идентифициране на систематични грешки и изместване на метод (method bias); при оценяване на общия принос на точността в комбинираната неопределеност (т.нар. „overall accuracy component“); за калибриране (при сравнителните (comparative) методи от Клас III) и др. [13–16]. Матричните сравнителни материали (МСМ) имат особено важна роля в аналитич-

ната химия, тъй като много от аналитичните процедури са многостепенни и имат дълга верига на проследимост, методите са предимно относителни и сравнителни, използваните детектори са недостатъчно селективни по отношение на матрични пречения, а матриците са многобройни и разнообразни.

Сертифициран сравнителен материал (ССМ) е „материал или вещество, придружено със сертификат, на който една или повече стойности на характеристиките са сертифицирани по процедура, която установява проследимост към точното реализиране на единицата, в която се изразяват стойностите на характеристиките, като всяка сертифицирана стойност се придружава с неопределеност с обявена доверителна вероятност“ [17,18]. В ход е промяна на дефинициите за СМ и ССМ в съответствие с предложение от април 2005 на ISO/REMCO (Комитет на Международната организация по стандартизация за сравнителни материали <www.iso.ch/infoe/comm/REMCO.html> и след хармонизиране с други ръководства на ISO и с новото, трето издание на „Международен речник на основни и общи термини по метрология VIM3“ [11], който също е в процес на обсъждане. Предложените нови дефиниции на СМ и ССМ в проекта VIM3 [11] и неговият неофициален превод на български език са, както следва. **Сравнителен материал (RM):** „материал, достатъчно хомогенен и стабилен по отношение на една или повече определени **величини**, който се използва за **калибриране на система** за измерване или за оценяване на **процедура на измерване**, или за приписване на **стойности** и на **неопределености на измерване на величини от един вид** за други материали“ [11]. **Сертифициран сравнителен материал (CRM):** „сравнителен материал, придружен с автентичен сертификат, който има **стойност** за всяка определена **величина**, **неопределеност на измерване** и обявена **метрологична верига на проследимост**“ [11]. Всички ССМ попадат в категорията „еталон за измерване“ или „измервателен еталон“ или накратко „еталон“, респ. „measurement standard“, „standard“, „etalon“ [11].

Широко разпространение са получили и някои търговски марки на производители на ССМ, като напр. ERM® (Европейски сравнителен материал <www.erm-crm.com>); SRM® (Стандартен сравнителен материал на Националния институт за стандарти и технологии (NIST) в САЩ <www.nist.gov>); NTRM® (NIST Traceable RM, т.е. „Комерсиално произвеждан СМ с добре дефинирана верига на проследимост към съществуващите стандарти на NIST чрез критерии и протоколи, дефинирани от NIST“ <www.NIST.gov>).

Някои сравнителни материали (LRM, Laboratory RM, Лабораторни сравнителни материали, ЛСМ; in-house RM, Сравнителни материали, подготвени за нуждите на дадена организация; QCM, Quality control material, Материал за контрол на качеството) [19,20] могат да се използват и за други цели като напр. вътрешен контрол на качеството (контролни карти, прецизност), проверка на аналитичен добив (Recovery test), при междулабора-

торни сравнения, при някои етапи на валидирането и др. приложения. Тяхно предимство може да бъде по-добро съответствие на матриците на реалните лабораторни проби и по-ниска цена.

Химикът аналитик се интересува от множество характеристики на ССМ при търсене на информация за адекватни ССМ, при съпоставяне на ССМ и заявки, при практическото използване на ССМ.

Аналитични аспекти на ССМ, без претенции за изчерпателност, са следните:

1. Матрицата на ССМ

- Качествен и (полу) количествен състав;
- Представителност;
- Асортимент;
- Адекватност (различава ли се тя и доколко от реалните матрици);

• Как матрицата е била модифицирана при производството на ССМ (напр. агрегатно състояние, изсушаване, обезмасляване, стриване, пресяване, отстраняване на някои фракции, облъчване);

- Внесени ли са добавки (стабилизатори, консерванти);
- Стабилност на матрицата при съхранение.

2. Определяемите компоненти (аналити)

• Концентрационно ниво – реалистично ли е; има ли замърсяване при подготовката или добавки (spikes – често внесени в неадекватна форма); химична/физична форма на определяемите компоненти (speciation);

- Неопределеност на сертифицираната стойност;
- Има ли несертифицирани стойности за някои компоненти (в такъв случай за тези компоненти този материал не е ССМ!);

- Брой на сертифицираните компоненти;
- Хомогенност, респ. микрохетерогенност (при каква минимална маса на пробата се проявява);
- Стабилност (при какви условия на съхранение: температура, време, (инертна) атмосфера);
- Какви методи са използвани при сертифицирането и в какво съгласие са техните резултати?;

• Адекватност или подобие („commutability“ [21]), т.е. „Степента на съвпадане на математическите зависимости на резултатите от измерване, получени чрез две процедури на измерване за определена величина в даден материал и в рутинни проби“.

3. Техника на безопасността – потенциална опасност от матрицата, добавките и определяемите компоненти, като например:

- Токсичност;
- Радиоактивност;
- Биологична опасност;
- Други химични опасности (корозия, вредни изпарения, миризми);
- Указания за безопасно транспортиране;
- Указания за безопасно третиране на отпадъците;
- Цената;
- В каква степен материалът е подходящ за целта („fit for purpose“).

4. Какви промени могат да претърпят пробата или ана-

лита след отварянето на съда и при първото ползване на ССМ (практически никаква гаранция?!), напр.:

- Окисление (от O₂ във въздуха);
- Овлажняване;
- Карбонизиране (от CO₂);
- Биодegradация на матрицата или определяемия компонент(и);
- Разреждане/концентриране;
- Фотоefекти (светлина, UV);
- Стратификация (разслояване, напр. при замразяване/размразяване на биологични проби, нехомогенни прахове и др.);
- Седиментация;
- Външно замърсяване;
- Изпарение;
- Наелектризиране.

Отговори на част от тези въпроси могат да се намерят в сертификатите и докладите на добрите производители на ССМ, както и в научни публикации.

В таблица 1 са дадени Web-адресите на 10 от най-информативните сайтове с бази данни на СМ и ССМ.

СОМАR е специализиран сайт с база данни за сертифицирани сравнителни материали <www.comar.bam.de>. Включени са около 10500 ССМ от >200 производители от > 20 страни. Между многобройните партньори на СОМАR е и Главна дирекция „Национален център по метрология“ (ГД–НЦМ) <www.sasm.government.bg>.

Международната агенция за атомна енергия (IAEA) във Виена, Австрия, <www.iaea.org>) поддържа база

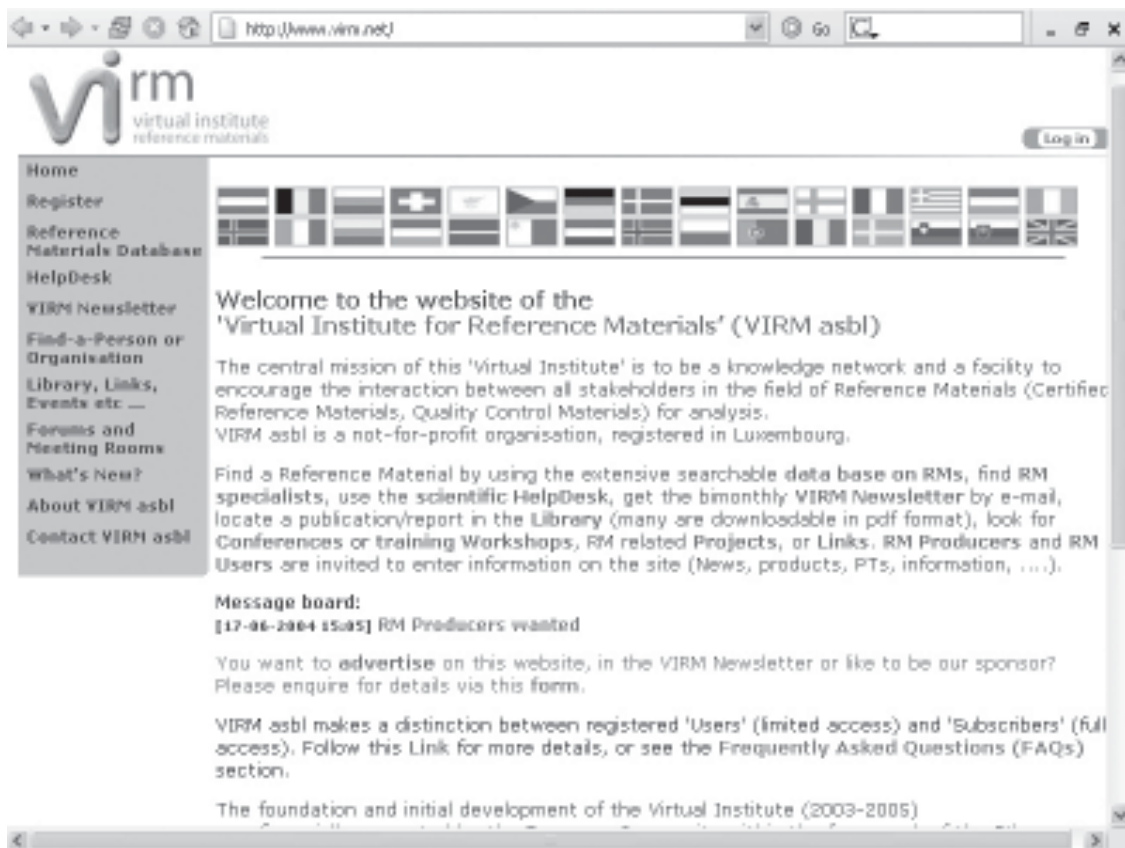
данни за природни матрични сравнителни материали „The IAEA Database of Natural Matrix Reference Materials“, достъпна на адрес <www-naweb.iaea.org/nahu/external/e4/nmrm>.

Институтът за сравнителни материали и измервания към Обединения изследователски център на ЕС в Геел, Белгия, <www.irmm.jrc.be> или <www.irmm.jrc.cec.eu.int>, е голям производител на ССМ, а в последно време и на ERM® (Европейски сравнителни материали <www.erm-crm.com>) в сътрудничество с LGC във Великобритания <www.lgc.co.uk> и BAM в Германия <www.bam.de>.

Националният институт за стандарти и технологии (NIST) в САЩ, <www.nist.gov>, представя в своите каталози и бази данни над 1300 SRM® (Стандартен сравнителен материал и NTRM® (Сертифициран материал проследим към NIST).

Европейският Виртуален институт за сравнителни материали (VIRM asbl, <www.VIRM.net>) е създаден като един от виртуалните институти на ЕС (01.01.2003–01.04.2005, а след 2005 г. вече е неправителствена организация с идеална цел със специализиран сайт за сравнителни материали (вж. фиг. 1):

- с голяма, обновяваща се база данни и специализирана търсачка (вж. пример за търсене на фиг. 2);
- включени са не само RM и CRM, но и информация за LRM и QCM;
- РТ провайдери (доставчици на изпитвания за пригодност);
- междулабораторни сравнителни изпитвания;



Фиг. 1. Главната страница на Виртуалния институт за сравнителни материали (VIRM asbl) на адрес <www.virm.net>.

The screenshot shows the VIRM (Virtual Institute Reference Materials) website interface. The search results are displayed in a table with the following columns: RM-Code, Analyte, Matrix, Value, and More details. The results list 17 different reference materials for Cadmium (Cd) across various matrices like aquatic plants, beech leaves, spruce needles, etc.

| RM-Code | Analyte | Matrix | Value | More details |
|------------|-------------|-----------------------------|-------------------------------|--------------|
| BCR-060 | Cd, cadmium | aquatic plant | 2.2 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-061 | Cd, cadmium | aquatic plant | 1.07 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-062 | Cd, cadmium | Olea europaea | 0.10 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-100 | Cd, cadmium | Beech leaves | 0.34 E+3 g/kg (Non-certified) | → |
| BCR-101 | Cd, cadmium | Spruce needles | 0.35 g/kg (Non-certified) | → |
| BCR-279 | Cd, cadmium | Uva lactuca | 0.274 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-281 | Cd, cadmium | Rye grass | 0.120 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-414 | Cd, cadmium | Plankton | 0.383 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-482 | Cd, cadmium | Lichen | 0.56 mg/kg (Certified) | → |
| BCR-670 | Cd, cadmium | Lemna minor (Aquatic plant) | 75.5 ug/kg (Non-certified) | → |
| CTA-OTL-1 | Cd, Cadmium | Tobacco leaves "Oriental" | 1.12 mg/kg (Certified) | → |
| CTA-VTL-2 | Cd, Cadmium | Tobacco leaves "Virginia" | 1.52 mg/kg (Certified) | → |
| INCT-MPH-2 | Cd, Cadmium | Mixed Polish herbs | 199 ng/g (Certified) | → |
| INCT-TL-1 | Cd, Cadmium | Tea leaves | 30.2 ng/g (Certified) | → |
| LGC7162 | Cd, Cadmium | Strawberry leaves | 0.17 mg/kg (Certified) | → |
| METRANAL 3 | Cd, Cadmium | Strawberry leaves | 0.18 mg/kg (Non-certified) | → |
| METRANAL B | Cd, Cadmium | Green algae | 0.023 mg/kg (Non-certified) | → |

Фиг. 2. Пример за търсене на сертифицирани сравнителни материали за кадмий в растителни материали в базата данни на VIRM asbl <www.virm.net>. Намерени са 17 ССМ в 14 различни матрици със съдържания на Cd в широкия концентрационен интервал от 30.2 $\mu\text{g mg}^{-1}$ до 2.2 mg kg^{-1} . Чрез последната колона на таблицата се осъществяват връзки към сайта на производителя с допълнителна информация: каталози, сертификат, сертификационен доклад, ценова листа, формуляри за поръчка и др.

- адреси; полезни връзки към сертификат, доклад и ценова листа; форум;
- литература, информационен бюлетин;
- информация;
- консултации <info@virm.net>.

Базата данни на VIRM наскоро надмина 13 000 записа, с над 700 регистрирани абонати и 500 институции от 43 страни [VIRM Newsletter, No. 7, 10.04.2005]. Възможностите на VIRM са представени по-подробно в публикацията на националното контактено лице за България [21].

Изпитвания за пригодност и междулабораторни сравнения

EPTIS <www.eptis.bam.de> (European Proficiency Testing Information System) е Европейска информационна система (база данни) на схеми за изпитване за пригодност (СИП, респ. PTS), която включва списъци и връзки към стотици СИП в Европа и САЩ. Тя работи съвместно с над 20 международни организации и обхваща преди всичко СИП в областта на изпитванията; не са третирани изчерпателно клиничните и тясно метрологични СИП.

Международната програма за оценка на измервания (IMEP) <www.irmm.jrc.be/imerp/> предоставя възможности за (безплатно) участие в сравнителни изпитвания

(национален координатор за нашата страна е ГД-НЦМ <www.sasm.government.bg>). Примери за сравнения през последните 5 г. са IMEP 15 (следи от елементи във води), IMEP 16 (Pb във вино), IMEP 17 (следи и второстепенни компоненти в кръвен серум), IMEP 18 (S в дизелово гориво), IMEP 19 (Cd, Cu, Pb и Zn в ориз), IMEP 20 (As, Hg, Pb, Se и CH_3Hg^+ в риба тон), IMEP 21 (метали, полихлорбифенили и полиароматни въглеводороди в тиня от отпадъчни води) и IMEP 22 (S в бензин).

Обучение

Интернет предлага отлични възможности за самообучение и повишаване на квалификацията. Официалните номенклатури и дефиниции на Международния съюз по чиста и приложна химия (IUPAC, <www.iupac.org>) са достъпни в „IUPAC Goldbook“ <www.chemsoc.org/chembytes/goldbook/index.htm>. Полезни материали за обучение има в сайтовете на международните организации и институти EURACHEM <www.eurachem.bam.de>, EA <www.european-accreditation.org>, IRMM <www.irmm.jrc.be>, NORDTEST <www.nordtest.org>, VAM <www.vam.org.uk> и др.

В рамките на европейската програма TrainMiC на Института за сравнителни материали и измервания (IRMM) <www.irmm.jrc.be> се провеждат обучение, семинари, школи, консултации и други. Програмата

<www.irmm.jrc.be/html/training/trainmic/index.htm> се състои от 7 модула: общо въведение в метрологията в химията, валидиране на процедурите за измерване, проследимост на резултатите от измерване, неопределеност на резултатите от измерване, приложна статистика, използване на ССМ и междулабораторни сравнения.

Материалът е представен на дискусия около кръглата маса и постер по време на XVI симпозиум по инструментална и аналитична спектроскопия и хроматография с международно участие (СИАС'05), Международен дом на учените „Ф. Ж. Кюри“, „Св. св. Константин и Елена“, Варна, 19–22.09.2005 г.

Проектът VIRM (2003–2005) се поддържа от Петата рамкова програма на ЕС за растеж, договор G7RT-CT-2002-05104. Авторът благодари на Спектротех за поканата да организира дискусията по време на СИАС'05.

Литература

- ISO 8402: 1994 'Quality Measurement and Quality Assurance – Vocabulary', ISO, Geneva.
- N. D. Crosby, J. A. Day, W. A. Hardcastle, D. G. Holcombe, R. D. Treble, F. E. Prichard, 'Quality in the Analytical Chemistry Laboratory', Wiley, Chichester, 1995.
- B. W. Wenclawiak, M. Koch, E. Hadjikostas (Eds.), 'Quality Assurance in Analytical Chemistry. Training and Teaching', Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, 2004, ISBN 3-540-40578-x.
- ISO/IEC 17025:1999 'General Requirements for Competence of Testing and Calibration Laboratories', ISO, Geneva; БДС EN ISO/IEC 17025 (2001).
- БДС EN ISO 9000: 2001.
- 'OECD Series of Principles of Good Laboratory Practice and Compliance Monitoring', No. 1, OECD (1997).
- T. Engelhard, E. Feller, Z. Nizri, 'A Comparison of the Complimentary and Different Issues in ISO/IEC 17025 and OECD GLP', Accred. Qual. Assur. 8 (2003) 208.
- Д. Л. Цалев, „Проследимост и неопределеност“, Химия и индустрия 75 (2004) 73.
- International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, ISO, Geneva, 1993; БДС 17397, „Метрология. Речник на основните и общи термини по метрология“, София, 1998.
- EURACHEM/CITAC Guide 'Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements', 2nd Edn., 2000; <<http://www.eurachem.bam.de>>. „Количествено определяне на неопределеността при аналитични измервания“ (неофициален превод), Бюлетин в помощ на специалиста, кн. 2/2004, Съюз на метролозите в България, София, 2004.
- 'International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)', ISO, Geneva, 3rd Edn., Draft April 2004; <www.ncsli.org/vim/VIM_final_fd_13april041.pdf>, <www.ncsli.org/committees/133/index.cfm>, посетен на 30.05.2005; „Международен речник на основни и общи термини по метрология“, трето изд., проект, април 2004 (неофициален превод), Бюлетин в помощ на специалиста, кн. 2/2005, Съюз на метролозите в България, София, 2005.
- Хр. Радев, В. Богев, „Неопределеност на резултата от измерването“, Софтрейд, София, 2001, ISBN 954-9725-54-5.
- A. Zschunke (Ed.), 'Reference Materials in Analytical Chemistry. A Guide for Selection and Use', Springer, Berlin, 2000.
- M. Stoeppler, W. R. Wolf, P. J. Jenks (Eds.), 'Reference Materials for Chemical Analysis. Certification, Availability, and Proper Usage', Wiley-VCH, Weinheim, 2001.
- P. Roper, S. Burke, R. Lawn, V. Barwick, R. Walker, 'Applications of Reference Materials in Analytical Chemistry', Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2001.
- N. Majcen, 'A Need for Clearer Terminology and Guidance in the Role of Reference Materials in Method Development and Validation', Accred. Qual. Assur. 9 (2003) 108.
- ISO Guide 30: 1992 'Terms and Definitions Used in Connection with Reference Materials', ISO, Geneva.
- БДС 17397: 1998 „Закон за измерванията“, Държавен вестник, бр. 46, 2002.
- 'Guidelines for the In-house Production of Reference Materials', Version 2, July 1998. LGC/VAM/1998/040; <www.lgc.co.uk/>.
- K. J. M. Kramer, G. N. Kramer, H. Muntau, 'Practical Manual for the Production of Laboratory Reference Materials', 2nd Edn. Mermayde Publications, Bergen, The Netherlands, 2003.
- ISO 17511: 2003 'In Vitro Diagnostic Medical Devices – Measurement of Quantities in Biological Samples – Metrological Traceability of Values Assigned to Calibrators and Control Materials', ISO, Geneva.
- Д. Л. Цалев, „Възможностите на Европейския виртуален институт за сравнителни материали (VIRM) за подобряване на качеството в съвременните изпитвателни и изследователски лаборатории“, в „Метрология и метрологично осигуряване 2005“, Сб. доклади, XV научен симпозиум с международно участие (Созопол, 13–17 септ. 2005), Технически университет, Софтрейд, София, с. 350, ISBN 954-334-008-0; вж. още сп. „Стандартизация, метрология, сертификация“, 57 (11), (2005) 14.

Internet resources of information on quality control in chemical measurements

D. L. Tsalev

Chair of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, St. K. Okhridski University of Sofia, 1 James Bourchier Blvd., 1164 Sofia, Bulgaria
Fax: +359-2-9625438, e-mail: tsalev@chem.uni-sofia.bg

Useful internet sites are presented and tabulated as sources of information and educational materials on quality control, data bases of certified reference materials and QC materials, proficiency testing schemes, international comparisons, metrological organizations, relevant journals and literature, examples of validation and uncertainty budgeting and other metrological and organizational aspects of quality control in analytical laboratories. Emphasis is given on the capabilities of the Virtual Institute of Reference Materials (VIRM), which offers on its website a broad range of useful tools and links in the field of reference materials and quality control.

Keywords: Internet resources; Metrology in chemistry; Quality control; Reference materials; Certified reference materials; Virtual Institute of Reference Materials (VIRM); Traceability; Uncertainty; Validation; Calibration.