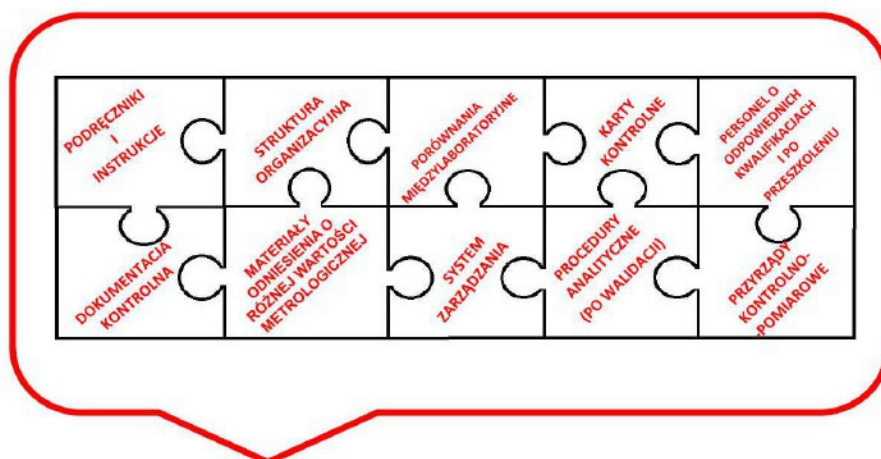


## NOWE MATERIAŁY ODNIESIENIA DO BADAŃ ŚRODOWISKOWYCH – PROJEKT „MODAS”

Prof. dr hab. inż. Jacek Namieśnik

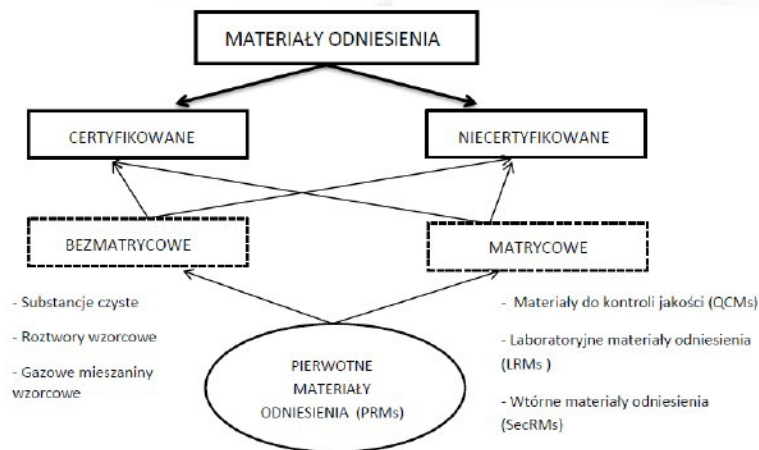
Tel.: + 48 58 347 10 10

E-mail: [jacek.namiesnik@pg.gda.pl](mailto:jacek.namiesnik@pg.gda.pl)



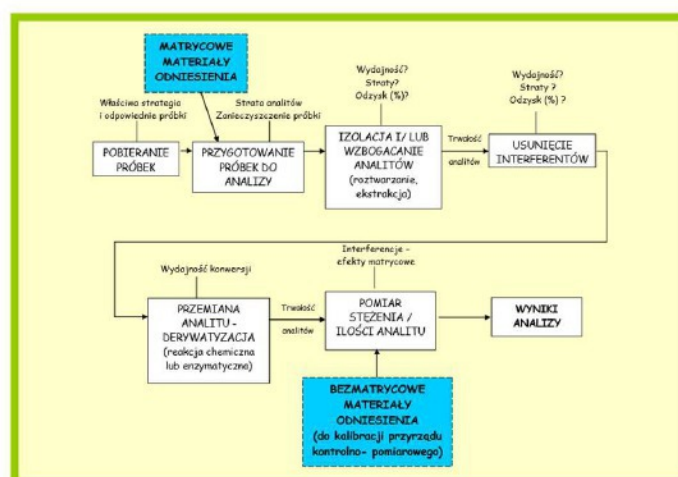
**ELEMENTY SYSTEMU KONTROLI I ZAPEWNIENIA JAKOŚCI DANYCH POMIAROWYCH**

## Ogólna klasyfikacja materiałów odniesienia



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Spójność pomiarowa dla typowej procedury analitycznej



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

# Materiały odniesienia

Zakres zastosowań materiałów odniesienia:

- walidacja procedur analitycznych (wyznaczanie dokładności i poprawności),
- porównania międzylaboratoryjne – materiał do badań,
- szacowanie niepewności pomiaru,
- dokumentowanie spójności pomiarowej.

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Kryteria wyboru (certyfikowanego) materiału odniesienia



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

**JEDNORODNOŚĆ SKŁADU**

cecha określająca stopień jednorodności struktury lub składu wobec jednej lub wielu właściwości

**Materiał odniesienia**

**TRWAŁOŚĆ MATERIAŁU**

zdolność materiału odniesienia do zachowania deklarowanej właściwości w określonych granicach w określonym okresie czasu, gdy jest on przechowywany w określonych warunkach

**REPREZENTATYWNOŚĆ**

podobieństwo pomiędzy poszczególnymi próbkami pod względem składu matrycy, poziomu zawartości analitów, sposobu związania analitów z matrycą, rodzaju i stężenia substancji przeszkadzających oraz fizycznego stanu materiału

**WARTOŚĆ CERTYFIKOWANA**

proces certyfikacji polega na wykonaniu analiz próbek materiału z wykorzystaniem jednej metody w kilku laboratoriach lub większej liczby metod w jednym lub kilku laboratoriach

## Procedura przygotowania próbek



MATRYCE CRM	ANALITY	DYSTRYBUTOR/ PRODUCENT
OSADY	Metale, materia organiczna, azot Kjeldahla, fosfor ogólny	<b>Tusnovics Instruments Sp. z o. o.</b> Ul. Bociana 4a/49a 31-231 Kraków
GLEBY	Metale, materia organiczna, azot Kjeldahla, fosfor i inne pierwiastki przyswajalne, ekwiwalent węgla wapnia, zasady wymienne, frakcja utleniająca.	<b>ielab Calidad, S.L.U.</b> C/ Dracma, 16 Polígono Industrial Las Atalayas 03114 ALICANTE (España)
GLEBY	Metale, związki organiczne	<b>Sigma-Aldrich Sp. z o.o.</b> Szczegółowa 30 61-626 Poznań
OSADY DENNY	Metale, związki organiczne	
RYBY	Metale, związki organiczne	<b>Sigma-Aldrich Corporate Offices</b> Sigma-Aldrich 3050 Spruce St. St. Louis, MO 63103
OSADY SŁODKOWODNE	Metale, niemetale, związki nieorganiczne, TC, C <sub>org</sub> , izotopy promieniotwórcze, azot Kjeldahla, związki organiczne, materia organiczna i inne	<b>LGC Standards S.p. Z.o.o.</b> ul. M. Konopnickiej 1 Dziekanów Lesny 05-092 tomianki
OSADY MORSKIE		
GLEBY I PIASKI		
TKANKI MIĘŚNIOWE RYB	Metale,	<b>LGC Standards</b> Queens Road Teddington Middlesex TW11 0LY, UK
OLEJ Z WĄTROBY Z DORSZA	związki organiczne (PBDE, PCB, pestycydy)	

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## PROGRAMY BADAWCZE (V PR UE) ZWIĄZANE Z PRODUKCJĄ I WYKORZYSTANIEM MATERIAŁÓW ODNIESIENIA

Akronim	Pełna nazwa projektu	Czas trwania
TRAP-NAS	<i>Training on the production and use of reference materials in NAS</i>	2002-2003
VI-RM	<i>The European Virtual Institute for Reference Materials</i>	2003-2005
QUA-NAS	<i>Improving the infrastructure for metrology in chemistry in candidate New Member States</i>	2003-2005

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

### Bazy danych

- COMAR - [www.bam.de](http://www.bam.de) ([www.comar.bam.de/en/](http://www.comar.bam.de/en/))
- VIRM - [www.virm.net](http://www.virm.net)
- REFMAT - [www.refmat.org.pl](http://www.refmat.org.pl)

### Producenci

- IRMM: - [www.irmm.jrc.be](http://www.irmm.jrc.be)
- BAM: - [www.bam.de](http://www.bam.de)
- LGC: - [www.lgc.co.uk](http://www.lgc.co.uk)
- NIST: - [www.nist.gov](http://www.nist.gov)
- IChTJ: - [www.ichtj.waw.pl](http://www.ichtj.waw.pl)

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## **„Opracowanie i atestacja nowych typów materiałów odniesienia niezbędnych do uzyskania akredytacji europejskiej przez polskie laboratoria zajmujące się analityką przemysłową - MODAS”**

Grant badawczo-rozwojowy przyznany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju na okres 36 miesięcy.

Data rozpoczęcia realizacji projektu: 30 maja 2012 r.



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

# Skład konsorcjum

**kierownik projektu: prof. dr hab. inż. Jacek Namieśnik**

- **Katedra Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej**  
(kierownik: dr hab. inż. Piotr Konieczka)
- **Katedra Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Warszawskiej**  
(kierownik: prof. dr hab. inż. Maciej Jarosz)
- **Katedra Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Śląskiej**  
(kierownik: prof. dr hab. inż. Irena Staneczko-Baranowska)
- **Katedra Chemii Środowiska i Bioanalitiky Wydziału Chemicznego Uniwersytetu Mikołaja Kopernika**  
(kierownik prof. dr hab. Bogusław Buszewski)
- **Pracownia Teoretycznych Podstaw Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Uniwersytetu Warszawskiego**  
(kierownik: prof. dr hab. Ewa Bulska )
- **Instytut Technologii Nieorganicznej i Nawozów Mineralnych Wydziału Chemicznego Politechniki Wrocławskiej**  
(kierownik: prof. dr hab. inż. Henryk Górecki)
- **Instytut Chemii i Techniki Jądrowej w Warszawie**  
(kierownik: dr hab. Halina Polkowska - Motrenko)
- **LGC Standards Sp. z o.o.**  
(prezes zarządu: dr inż. Bolesław Jerzak)

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

www.pg.gda.pl

13

## PRODUKCJA

Lp.	MATRYCA MATERIAŁU	OZNACZANE SUBSTANCJE (ANALITY)
1	Gleba silnie zanieczyszczona przez związki z grupy zanieczyszczeń organicznych	WWA, PCB, pestycydy, związki metaloorganiczne, pozostałości farmaceutyków DODATKOWO: metale
2	Osad denny	metale, związki cynoorganiczne oraz nieorganiczne i pozostałości farmaceutyków DODATKOWO: WWA, PCB, farmaceutyki
3	Mączka śledziowa	metale ciężkie oraz związki cynoorganiczne oraz trwałe związki organiczne
4	Tkanka mięsna piersiowego kormorana	metale ciężkie oraz trwałe związki organiczne DODATKOWO: związki cynoorganiczne, farmaceutyki
5	Filet z dorsza	metale ciężkie oraz ksenobiotyki z grupy WWA i PCB
6	Włókna szklane	DODATKOWO: farmaceutyki związki powierzchniowe chemiczne związane z powierzchnią włókna będące źródłem lotnych związków organicznych

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

www.pg.gda.pl

14

## CERTYFIKACJA

- 7 Badania trwałości i jednorodności wytworzonych materiałów
- 8 Badania certyfikacyjne wytworzonych materiałów
- 9 Statystyczne opracowanie wyników badań certyfikacyjnych, porządzenie raportów certyfikacyjnych



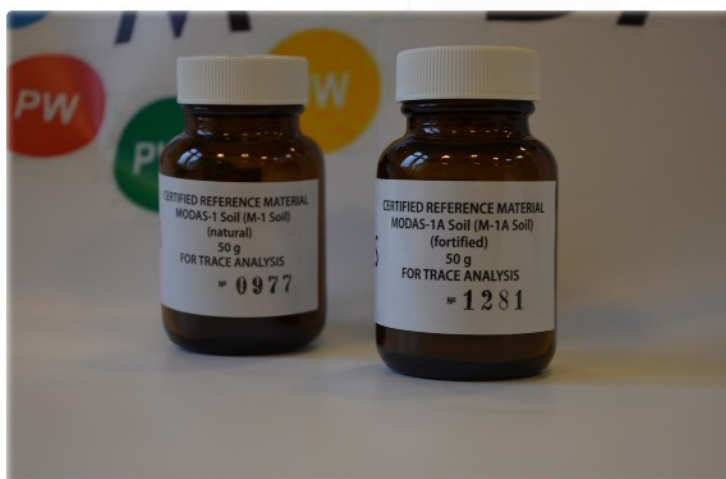
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

[www.pg.gda.pl](http://www.pg.gda.pl)

15

POLITECHNIKA GDAŃSKA  
uniwersytet techniczny z wyobraźnią i przyszłością

## Gleba



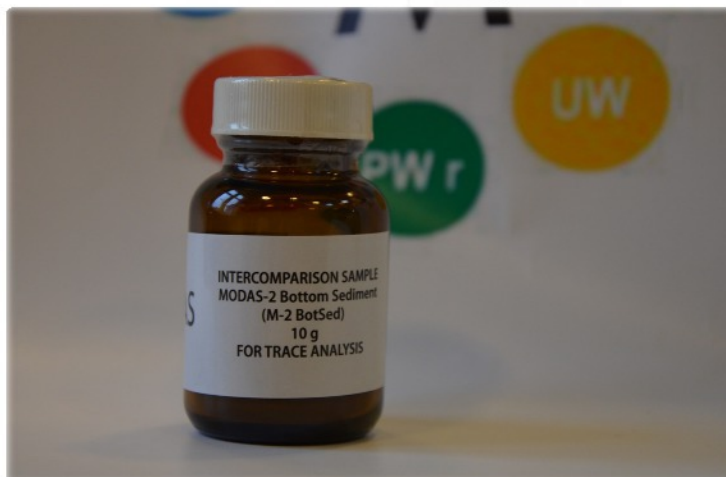
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

[www.pg.gda.pl](http://www.pg.gda.pl)

16



## Osad denny



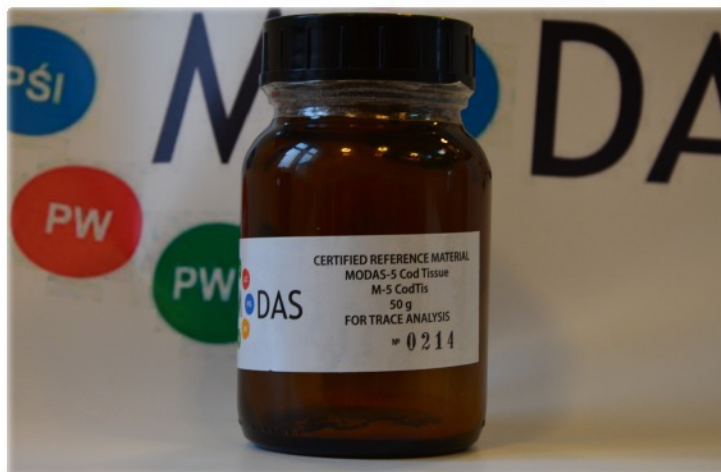
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Filet z dorsza



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Filet z dorsza



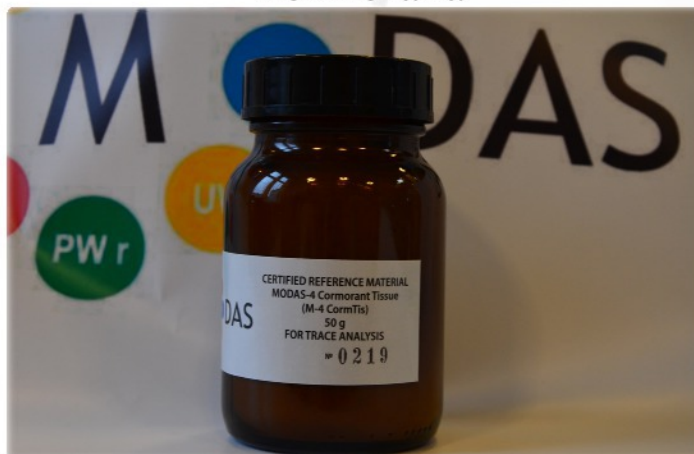
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Tkanka mięsna piersiowego kormorana



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Tkanka mięsna piersiowego kormorana



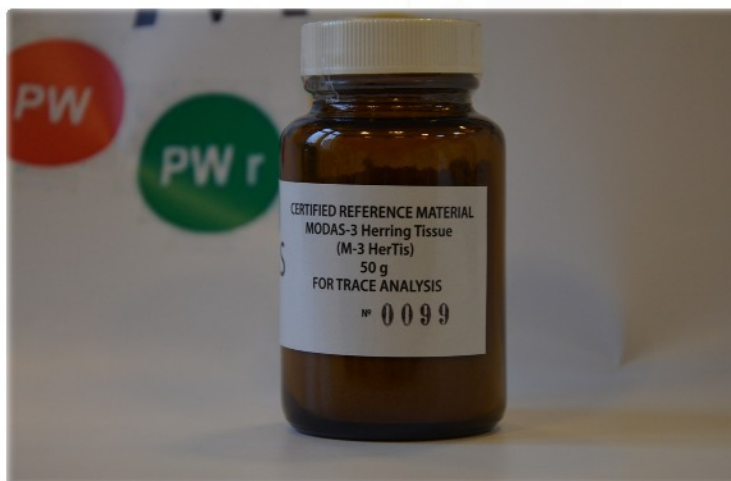
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Mączka śledziowa



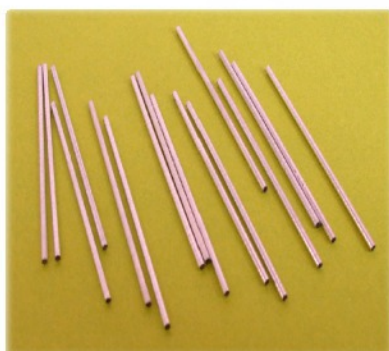
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Mączka śledziowa

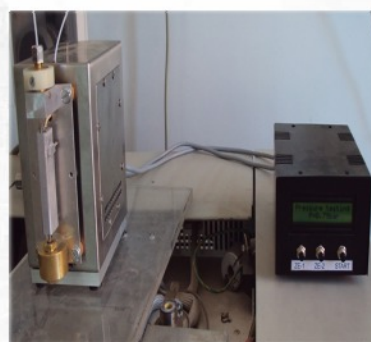


*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Włókna szklane



Próbki włókien szklanych



Wykorzystywany w badaniach  
przenośny desorber termiczny

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Bezmatrycowe materiały odniesienia związków z grupy BTX w postaci włókien szklanych pokrytych związkami powierzchniowymi

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Materiały



*Cezar International Group, Photonics Technology*

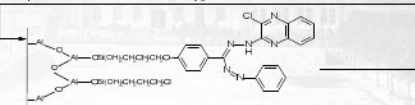
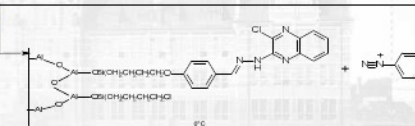
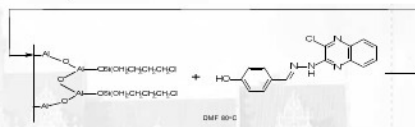
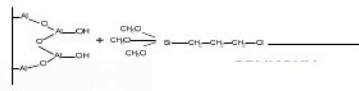
**600/660/680 [μm]**

średnica zewnętrzna kwarcu / średnica zewnętrzna  
kwarcu domieszkowanego germanem / średnica  
zewnętrzna glinu)

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## Modyfikacja chemiczna powierzchni nośnika

WŁÓKNA SZKLANE
SUSZENIE: (180°C, 8h)
SILANIZACJA
SĄCZENIE
PRZEMYWANIE 1 (toluen, metanol, aceton)
SUSZENIE POD PRÓŻNIĄ
PODSTAWIENIE NUKLEOFILOWE (zasada Schiffa dietyloamina)
PODGRZEWANIE (80°C, 12h)
SĄCZENIE
PRZEMYWANIE 2 (DMF, metanol, aceton)
SUSZENIE POD PRÓŻNIĄ
DIAZOWANIE ANILINY (azotan III sodu w obec. HCl) i SPRZĘGANIE
PRZEMYWANIE 3 (metanol, aceton, woda)
TERMICZNY ROZKŁAD ZWIĄZKU POWIERZCHNIOWEGO (280°C, 9 min)



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./Warszawy

www.pg.gda.pl

27

## CHEMICZNA MODYFIKACJA POWIERZCHNI WŁÓKIEN SZKLANYCH

WYZNACZENIE OPTYMALNYCH PARAMETRÓW PROWADZENIA PROCESU TERMICZNEGO ROZKŁADU (TEMPERATURA, CZAS)

BADANIA JEDNORODNOŚCI I TRWAŁOŚCI WŁÓKIEN SZKLANYCH MODYFIKOWANYCH CHEMICZNIE

ORGANIZACJA PORÓWNAŃ MIĘDZYLABORATORYJNYCH

OBLICZENIE WARTOŚCI ODNIESIENIA I OSZACOWANIE WARTOŚCIĄ ROZSZERZONEJ NIEPEWNOŚCI POMIAROWEJ

Procedura badawcza

PRZYGOTOWANIE RAPORTU CERTYFIKACYJNEGO

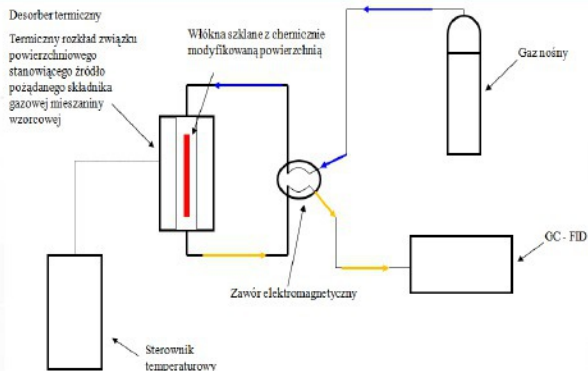
*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./Warszawy

www.pg.gda.pl

28

# Aparatura

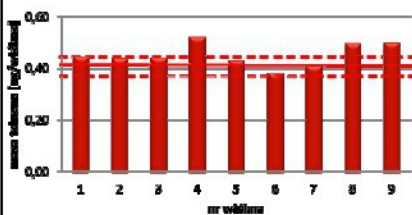
## TD-GC-FID



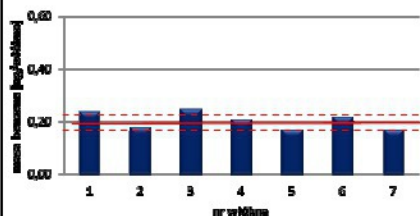
„Mini” desorber termiczny

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

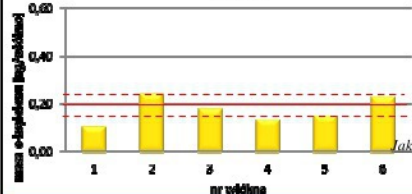
## Wstępne badania jednorodności materiałów z grupy BTX



**BENZEN**  
(0,451 ± 0,030 ng/wł)



**TOLUEN**  
(0,208 ± 0,026 ng/wł)



**O – KSYLEN**  
(0,175 ± 0,044 ng/wł)

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

## ZAPROSZENIE

### DO UDZIAŁU W PORÓWNIANIACH MIĘDZYLABORATORYJNYCH W PROCESIE CERTYFIKACJI NOWYCH MATERIAŁÓW - KANDYDATÓW NA MATERIAŁY ODNIESIENIA

Chęć udziału w wybranym/nym porównaniu/porównaniach  
międzylaboratoryjnym/nym prosimy zgłaszać drogą e-mailową na adres:

[modaspg2012@gmail.com](mailto:modaspg2012@gmail.com)



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy



*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy



## Publikacje

- M. Bodnar, K. Dubalska, M. Rutkowska, P. Konieczka, J. Namieśnik;  
„Certyfikowane materiały odniesienia – niezbędne narzędzie w kontroli i  
zapewnieniu jakości wyników pomiarów”; *Analityka* 3, 2013, 33 – 39;
- M. Bodnar, K. Dubalska, M. Rutkowska, P. Konieczka, J. Namieśnik;  
„Certified Reference materials – as a necessary tool for the quality control  
and quality assurance of measurements” , *Analityka Euroanalysis Special  
Edition*, 2013, 14 – 19;
- K. Dubalska, M. Rutkowska, P. Konieczka, J. Namieśnik „Materiały  
odniesienia – krótka charakterystyka oraz wymagania dotyczące ich  
produkcji w oparciu o projekt MODAS”, *Metrologia i Probiernictwo* 2,  
2013, 8-10.

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy

# Zapraszamy do współpracy

# DZIĘKUJĘ

*Jakość w chemii analitycznej 6*  
27-29 listopada 2013  
Mory k./ Warszawy