

## Metrologická návaznost analytických výsledků

*Aby byly výsledky srovnatelné, potřebujeme metrologickou návaznost.  
V tomto letáku vysvětlujeme pojem metrologické návaznosti  
a ilustrujeme, jak může laboratoř prokázat návaznost svých výsledků.*



### Návaznost v 19. století

Jednou v místním obchodě koupila mlékařka jeden kilogram mouky. Další den se vrátila, aby prodavači prodala kilogram másla. Ten si stěžoval, že 50 gramů do kilogramu chybí.

— *To je divné, řekla mlékařka, abych správně navázila maslo, použila jsem kilogram mouky, které jste mi včera prodal!*

### Návaznost dnes

Návaznost je schopnost dohledat např. své předky nebo původ produktu. Slovo může být odvozeno z latinského tractus = tažený nebo slovesa trahere = vléci, táhnout. Návaznost může odkazovat na dokumentaci (např. postup odběru vzorků), laboratoř, analytika nebo metodu. Ale stejně jako v normě ISO/IEC 17025 se i tento leták zabývá návazností výsledků měření. To znamená, že výsledky měření musí být navázané **k použitým metrologickým<sup>1</sup> referencím**. Abychom byli konkrétní, používáme termín **metrologická návaznost**. Současná definice metrologické **návaznosti VIM<sup>2</sup>** je: *vlastnost výsledku měření, pomocí níž může být výsledek vztažen k referenci přes dokumentovaný nepřerušovaný řetězec kalibrací, z nichž každá se podílí svým příspěvkem na nejistotě měření.*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Metrologie je věda o měření

<sup>2</sup>Mezinárodní metrologický slovník – základní a obecné pojmy a související pojmy (VIM, 3. vydání) JCGM 200:2012, [www.bipm.org](http://www.bipm.org). Česká verze TNI 010115:2009

### Reference

V ideálním případě by měly být **referencemi** hodnoty národních a mezinárodních standardů, vyjádřené v jednotkách SI. Návaznost je realizována prostřednictvím řetězce **kalibrací**, řetězcem návaznosti. U teploty a mnoha dalších fyzikálních veličin, jako je hmotnost a čas, lze návaznost snadno stanovit.

V chemii jsou pak pracovními standardy látky s definovanou čistotou, roztoky čistých látek a matricové referenční materiály.



„Analytik“, který nemá zajištěnou návaznost svých hodnot objemu, času, hmotnosti, koncentrace kalibračního roztoku a teploty.

### Příklad návaznosti k SI – teplota

Teplotu vzorku lze zpětně zjistit prostřednictvím **řetězce kalibrací k referenci**, kterou je na SI navázaná hodnota teploty při 0 °C.



## Příklad – rtuť v tuňáku

Výsledek měření (hmotnostní zlomek) získaný pro rtuť ve vzorku tuňáka je  $4,03 \pm 0,11$  mg/kg. Výsledek se uvádí jako celková Hg v sušině (105 °C, 12 h stanoveno v jiném podílu vzorku) a nejistota měření se uvádí na 95% konfidenční úrovni (koeficient rozšíření,  $k=2$ ). V tomto případě byla rtuť stanovena na analyzátoru rtuti (atomovou absorpční spektrometrií pomocí studených par) po mikrovlnném rozkladu.

Vzorky se navažují na vahách s kalibračním listem, který naváženou hmotnost vztahuje k jednotce hmotnosti SI (kg).

Mineralizát se ředí do odměrné baňky, kde výrobce uvádí návaznost objemu baňky k národnímu etalonu (standardu).

**Kalibrační křivka byla připravena pomocí CRM (certifikovaného referenčního materiálu) – standardu rtuti s certifikátem udávajícím naměřenou hodnotu veličiny  $0,998 \pm 0,005$  mg/l ( $k=2$ ) s návazností k čisté rtuti.**

Metoda se validuje pomocí vhodného matricového CRM s celkovým hmotnostním zlomkem rtuti  $1,97 \pm 0,04$  mg/kg ( $k=2$ ). Účelem validace je kontrola výkonnosti metody.



„Analytik“, který má zajištěnou návaznost svých hodnot objemu, času, hmotnosti, koncentrace kalibračního roztoku a teploty.

Nakreslil Douglas Hasbun

## Jak může laboratoř prokázat metrologickou návaznost?

Důkazy, které jsou potřeba k prokázání návaznosti výsledků v laboratoři při stanovení rtuti, jsou uvedeny níže:

1. koncentrace roztoku Hg – certifikát pro roztok CRM;
2. hmotnost vzorku – kalibrační list použitých vah;
3. objem odměrné baňky – kalibrační list výrobce;
4. teplota sušení – kalibrace teploty sušárny;
5. podmínky rozkladu – kalibrace např. teploty;
6. doba sušení – běžné hodiny nebo stopky.

Položka 1 si vyžaduje zvláštní pozornost, aby byla zajištěna kvalita a návaznost kalibračního standardu. Návaznosti položek 2, 3 a 6 lze snadno dosáhnout s dostatečnou nejistotou pomocí komerčního vybavení. Položky 4 a 5 vyžadují od laboratoře dodatečnou pozornost.

Při validaci metody je použití matricového CRM zásadní, ale není součástí řetězce návaznosti, protože se nepoužívá pro kalibraci. Pokud se tento CRM používá pro korekci výtěžnosti, měl by být součástí řetězce návaznosti.

## Kvalita měření

- **Validace** metody prokazuje, že metoda (soubor podmínek) použitá v konkrétní laboratoři v určitém čase, byla vhodná pro daný účel a byly identifikovány všechny významné vlivy.
- Kalibrace kritických zařízení doplňuje řetězec metrologické návaznosti.
- **Nejistota měření** se odhaduje na základě validace metody a návaznosti.
- **Řízení kvality** (vnitřní a vnější) zajišťuje, že výsledky měření (včetně nejistoty) mají stejnou kvalitu jako v době validace.

## Závěr

Návaznost výsledku měření se týká metrologické návaznosti, jak ji definuje VIM. Vztahuje výsledek k jednotkám SI nebo jiným uznávaným standardům/referencím.

Návaznost je nezbytná pro srovnatelnost výsledků a je požadavkem normy ISO/IEC 17025.

Návaznosti lze snadno dosáhnout správnou laboratorní praxí.

## Další informace

1. Eurachem/CITAC guide on Traceability [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org) (Kvalimetrie 24 zdarma ke stažení na [www.eurachem.cz](http://www.eurachem.cz))
2. Meeting the Traceability Requirements of ISO17025, 3<sup>rd</sup> ed., V. Barwick, S. Wood (Eds.), 2005, LGC [www.lgcgroup.com/nml](http://www.lgcgroup.com/nml)