



Bruk av måleusikkerhet i referansemateriale inn i usikkerhetsbudsjettet

Måleusikkerhet og referansemateriale

Finn Dag Hjelseth
Norsk Akkreditering
05.12.2024



Hva bruker vi referansematerialer til?

- De fleste laboratorier benytter referansematerialer
- Og hva bruker vi de til?
- Hvilke krav stiller vi til dem?
- Er det forskjell på RM og SRM?



ISO 17025 – Utstyr – Referansemateriale

- Laboratoriet skal ha tilgang til utstyr, innbefattet referansematerialer
 - Produsent akkreditert etter NS-EN ISO 17034 er kompetent
 - Referanse Material Produsent (RMP) produserer Referansematerialer (RM) og Sertifiserte referansematerialer (SRM)
 - **RM** leveres med angitt homogenitet og stabilitet for spesifiserte egenskaper
 - **SRM** leveres med sertifiserte verdier for spesifiserte egenskaper **og** tilhørende måleusikkerheter og metrologisk sporbarhet
- 6.4.13.f) registreringer for referansematerialer:
 - resultater, akseptkriterier, relevante datoer og gyldighetsperioden



ISO 17025 - Metrologisk sporbarhet Referansemateriale

- Laboratoriet skal sikre at måleresultatene er sporbare til det internasjonale system for enheter (SI) gjennom
 - Kalibrering levert av et kompetent laboratorium
 - Sertifiserte verdier for referansematerialer levert av kompetent produsent med angitt metrologisk sporbarhet til SI
 - Direkte realisering av SI-enhet



ISO 17025 - produkter og tjenester levert av eksterne

- Laboratoriet skal sikre at det bare brukes egnede eksternt leverte produkter og tjenester som påvirker laboratorietjenestene – Dette inkludere referansematerialer
- Prosedyre og registreringer for:
 - krav til produkter
 - Kriterier for evaluering av leverandør
 - Sikre at produktet tilfredsstillt krav før dette tas i bruk
 - Iverksette tiltak mot leverandør
- Formidle krav til leverandør
 - Produktet
 - Akseptkriteriene
 - Aktiviteter (som laboratoriet har til hensikt å gjennomføre hos leverandør)



ISO 17025 - Validering og sikring av gyldighet av resultatene

- Validering av metoder
 - Teknikker som kan benyttes til metodevalidering inkluderer: kalibrering eller evaluering av bias og presisjon ved hjelp av referansestandarder eller referansematerialer
- Sikring av gyldighet av resultatene (kvalitetskontroll)
 - Laboratoriet skal ha en prosedyre for å overvåke gyldigheten av resultatene... og der det er hensiktsmessig skal den omfatte a) bruk av referansematerialer



Spesifisere behov ved valg av RM og SRM

- Nivå, fex konsentrasjon
- Matrix
- Form
- Minimum bruksmengde
- Kvantitet- hvor mye trengs
- Stabilitet
- Måleusikkerhet
- Metrologisk sporbarhet

ISO 33430:2024



Key characteristics of RM fra ISO 33403:2024

Key Characteristics	presisjon	bias
Spesifikasjon for parameter	Required	Required
Parameter verdi		Required
Måleusikkerhet		Required
homogenitet	Required	Inkludert i MU
stabilitet	Required	Inkludert i MU
metrologisk sporbarhet		Required
instruksjon for bruk	Required	Required
expiry date		Required



Anskaffe referansematerial begynn i god tid

- Spesifisere behov
 - RM / SRM
- Evaluere leverandører
 - Produsent er Nasjonalt måleteknisk institutt (NMI)
 - Produsent er akkreditert i henholdt til ISO 17034, **og** akkrediteringsorgan er signatar til ILAC MRA eller et MLA anerkjent av ILAC
- Evaluere sertifikat eller spesifikasjon
 - Har leverandør materiale med riktige properties/parametre
- Kontrollere sertifikat – ved mottak



Sertifikat for CRM



276 Abby Road, Manchester, NH 03103 USA
Tel: 1+ 603.622.7660 | Fax: 1+ 603.622.5180
Email: lgcsusa@lgcgroup.com | Online: lgstandards.com

Certificate of Analysis

Single-Element Aqueous Certified Reference Material



Product Name: Beryllium Standard

Product No.: VHG-TBEN-100

Lot No.: 1165784-10

Source Material: 99.995% pure beryllium acetate [Be₂O(C₂H₃O₂)₂]

Matrix: 5% HNO₃

NIST SRM: 3105a Lot #090514

Intended Use: This solution is intended for use as a certified reference material or calibration standard for inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES), inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), or alternative techniques for elemental detection, such as flame or furnace atomic absorption spectroscopy (AA or GFAA).

Analyte	Certified Concentration & Uncertainty
Be	10,003 ± 50 µg/mL (w/v) 9269 ± 47 µg/g (w/w)

Certification & Traceability: This CRM was manufactured, processed, and/or certified under a quality management system that is registered/accredited to ISO 17034, ISO/IEC 17025 and ISO 9001. This CRM was prepared to the certified concentrations shown above by gravimetrically weighing high-purity raw materials as indicated in the ~~label~~ ~~source material~~. The solution was diluted with filtered (0.22µm), 18 M-ohm water and stabilized with the appropriate high-purity acid as indicated in the listed matrix. The balances used in the preparation of this CRM are calibrated regularly with traceability to NIST, using a calibration provider that is accredited to ISO/IEC 17025 by a mutually recognized accreditation body. All volumetric dilutions are performed in Class A calibrated glassware. The certified concentration and uncertainty were determined using the "High Performance ICP-OES" protocol developed by NIST, and both the certified concentration and uncertainty values are traceable to NIST SRM listed above. The uncertainty associated with the certified concentration represents the expanded uncertainty at the 95% confidence level using a coverage factor of k=2. The expanded uncertainty will increase at a rate of 0.008% per month after the Stable-Pak™ bag is opened.

Indicative Values: ICP-MS was used to determine trace metal concentrations for this product (nd = not determined).

Trace Concentrations (µg/L)													
Ag	1	Co	<1	Ge	<0.5	Lu	<0.2	P	<100	Sb	<0.5	Te	<1
Al	10	Cs	<0.5	Hf	<0.2	Mg	<5	Pb	<1	Sc	<5	Ti	<2
As	<2	Cr	0.6	Hg	<0.5	Mn	<1	Pd	14	Se	2.2	Tl	<0.5
Au	12	Cu	2	Ho	<0.2	Mo	<0.5	Pr	<0.2	Si	<100	Tm	<0.2
B	70	Dy	<0.2	In	nd	Na	<25	Pt	<0.5	Sm	<0.2	V	<1
Ba	1	Er	<0.2	Ir	<0.2	Nb	<0.5	Rb	<0.5	Sr	1	W	<0.5
Bi	<0.2	Eu	<0.2	K	<25	Nd	<0.2	Re	13	Y	<1	Y	<0.5
Ca	<25	Fe	10	La	<0.5	Ni	<2	Rh	<0.5	Ta	<0.5	Yb	<0.2
Cd	<0.5	Ga	<0.5	Li	<2	Os	<0.5	Ru	<0.5	Tb	<0.5	Zn	4
Ce	<0.2	Gd	<0.2										

Instructions for Use: We recommend that the solution be thoroughly mixed by repeated shaking or swirling of the bottle immediately prior to use. To achieve the highest accuracy, the analyst should: (1) use only pre-cleaned containers and transference, (2) not pipette directly from the CRM's original container, (3) never pour used product back into the original container, (4) make dilutions using calibrated balances or certified Class A volumetric flasks and pipettes, (5) use a minimum sub-sample size of 500 µL, and (6) dilute with the same matrix as the original CRM or other chemically suitable matrix. The solution should be kept tightly capped and stored under normal laboratory conditions. Do not freeze, heat, or immerse the bottle or its contents, and avoid exposure to direct sunlight or moisture.

Period of Validity: LGC ensures the accuracy of this solution for 24 months from the certification date shown below or 12 months from the date the Stable-Pak™ bag is opened, provided the instructions for use are followed. During the period of validity, the purchaser will be notified if this product is recalled due to any significant changes in the stability of the solution.

Chuck Goudreau

Chuck Goudreau, Certifying Officer

See Container for Exp. Date
Certification Date



ISO 17034 Accredited: Reference Materials Producer, Certificate # 2848.02
ISO/IEC 17025 Accredited: Chemical Testing, Certificate # 2848.01

Conditions of Sale and Supply: All CRMs & RMs sold are subject to applicable LGC Standard Terms and Conditions of Sale.



Quality Certifications

This CRM was prepared under a quality management system that is accredited to the following:

- ISO 17034:2016 Accredited: Reference Materials Producer, A2LA Certificate No. 2848.02 – General Requirements for the Competence of Reference Material Producers
- ISO 17034 references additional requirements specified in ISO Guide 31 and ISO Guide 35
- ISO/IEC 17025:2017 Accredited: Chemical Testing, A2LA Certificate No. 2848.01 – General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
- ISO 9001:2015 Certified: Quality Management Systems, Registrar: TUV NORD Certificate Registration No. [Ingen tittel]

Health and Safety Information

Refer to the **Safety Data Sheet (SDS)**, which can be obtained at lgstandards.com

Homogeneity

This solution was determined to be homogeneous by procedures consistent with the requirements of ISO 17034 and ISO Guide 35. Replicate samples of the finished solution were analyzed to confirm its homogeneity, in accordance with internal procedures for the assessment of homogeneity and stability. To ensure homogeneity, users should not take a smaller sub-sample than specified in the Instructions for Use, as doing so will invalidate the certified values and uncertainties.

Further Information

Please contact LGC for further information about this CRM.

VHG™ CRMs are traceable to the following NIST SRMs:

Analyte	Aq. SRM	MO SRM	Analyte	Aq. SRM	MO SRM	Analyte	Aq. SRM	MO SRM
Ag	3151	VHG™	Hf	3122	VHG™	S	3154	2770
Al	3101a	VHG™	Hg	3133	3133	Sb	3102a	3102a
As	3103a	3103a	Ho	3123a	VHG™	Sc	3148a	3148a
Au	3121	VHG™	In	3124a	3124a	Se	3149	3149
B	3107	3107	K	3141a	3141a	Si	3150	VHG™
Ba	3104a	VHG™	La	3127a	3127a	Sm	3147a	VHG™
Be	3105a	3105a	Li	3129a	3129a	Sn	3161a	VHG™
Bi	3106	3106	Lu	3130a	VHG™	SO ₄ ²⁻	3181	VHG™
Br	3184	VHG™	Mg	3131a	3131a	Sr	3153a	3153a
Ca	3109a	3109a	Mn	3132	3132	Ta	3155	VHG™
Cd	3108	VHG™	Mo	3134	3134	Tb	3157a	VHG™
Ce	3110	3110	Na	3152a	VHG™	Te	3156	VHG™
Cl	3182	1818a	Nb	3137	VHG™	Th	VHG™	VHG™
Co	3113	3113	Nd	3135a	VHG™	Ti	3162a	3162a
Cr	3112a	VHG™	Ni	3136	VHG™	Tl	3158	3158
Cs	3111a	VHG™	NO ₃	3185	VHG™	Tm	3160a	VHG™
Cu	3114	VHG™	P	3139a	3139a	U	3164	VHG™
Dy	3115a	VHG™	Pb	3128	VHG™	V	3165	VHG™
Er	3116a	VHG™	Pd	3138	VHG™	W	3163	3163
Eu	3117a	VHG™	PO ₄ ³⁻	3186	VHG™	Y	3167a	3167a
F	3183	VHG™	Pr	3142a	VHG™	Yb	3166a	VHG™
Fe	3126a	VHG™	Pt	3140	3140	Zn	3168a	3168a
Ga	3119a	VHG™	Rb	3145a	VHG™	Zr	3169	3169
Gd	3118a	VHG™	Re	3143	VHG™			
Ge	3120a	VHG™	Rh	3144	3144			

VHG™: Indicates VHG™ RM as NIST SRM is not available

ILAC MRA signatar

På hjemmesiden til ILAC bekrefter at akkrediteringsorganet er signatar til ILAC Mutual Recognition Arrangement (MRA) eller et Regionalt Multilateralt Recognition Arrangement anerkjent av ILAC

- » About ILAC
 - » Role
- » Structure
 - » Organisation Chart
- » Facts & Figures
- » Case Studies
- » Partnerships
 - » International Partners
 - » Informal Partners and Liaisons
 - » Other Partner Contact Details
- » Information for Regulators
- » Frequently Asked Questions (FAQs)
- » ILAC MRA and Signatories
 - » Benefits
 - » Evaluation Process
 - » Recognised Regional Cooperation Bodies
 - » ILAC MRA Signatory Search
 - » Accredited Conformity Assessment Bodies
- » ILAC Membership
 - » Membership Criteria
 - » Members by Category
 - » Members by Economy
- » Publications and Resources
 - » ILAC Brochures
 - » ILAC Guidance (G-Series)
 - » ILAC Policy (P-Series)
 - » ILAC Rules (R-Series)
 - » Joint ILAC-IAF (A-Series)
 - » Publications List

» ILAC MRA SIGNATORY SEARCH

Paste this code to your website to host the ILAC MRA Search facility

SEARCH SIGNATORIES

Accreditation Body: Acronym: Economy: Scope:





ACCREDITATION BODY:

All A B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z

Find an Accredited Laboratory or Inspection Body

Use this directory to find an accreditation body in the economy where you require the calibrations, testing or inspections to be carried out. You can also search their online directory via the link provided for some accreditation bodies.

» SEARCH RESULT: SIGNATORIES TO THE ILAC MUTUAL RECOGNITION ARRANGEMENT

Name	Economy	Scope	Original Signing Date	Website & Accredited Facilities
 Akkreditierung Austria Akkreditierung Austria	AUSTRIA	Calibration: ISO/IEC 17025 Testing: ISO/IEC 17025 Medical Testing: ISO 15189 Inspection: ISO/IEC 17020	22 Sep 2002 22 Sep 2002 22 Sep 2002 24 Oct 2012	Website Accredited Facilities
 ALGERAC Algerian Accreditation Body	ALGERIA	Calibration: ISO/IEC 17025 Testing: ISO/IEC 17025 Inspection: ISO/IEC 17020	15 Oct 2017 15 Oct 2017 15 Oct 2017	Website
 A2LA American Association for Laboratory Accreditation	UNITED STATES OF AMERICA	Calibration: ISO/IEC 17025 Testing: ISO/IEC 17025 Medical Testing: ISO 15189 Inspection: ISO/IEC 17020 Proficiency Testing Providers: ISO/IEC 17043 Reference Material Producers: ISO 17034	02 Nov 2000 02 Nov 2000 02 Nov 2000 24 Oct 2012 04 Oct 2019	Website Accredited Facilities
 ANAB ANSI National Accreditation Board	UNITED STATES OF AMERICA	Calibration: ISO/IEC 17025 Testing: ISO/IEC 17025 Medical Testing: ISO 15189 Inspection: ISO/IEC 17020 Proficiency Testing Providers: ISO/IEC 17043 Reference Material Producers: ISO 17034	14 Sep 2006 14 Sep 2006 21 May 2019 05 Dec 2012 02 Oct 2019	Website Accredited Facilities

Kontroll av omfang for leverandør

På akkrediteringsorganets hjemmeside

Kontroller at relevante parametere er dekket av akkrediteringen

Noe som mangler her?



SCOPE OF ACCREDITATION TO ISO 17034:2016

LGC STANDARDS
276 Abby Road
Manchester, NH 03103
Chuck Goudreau Phone: 603 622 7660
E-mail: chuck.goudreau@lgcgroup.com

REFERENCE MATERIAL PRODUCER

Valid To: September 30, 2025

Certificate Number: 2848.02

In recognition of the successful completion of the A2LA evaluation process, accreditation is granted to this Reference Material Producer for the production of certified reference materials and reference materials of the following types:

I. Certified Reference Materials

Certified Reference Material/ Artifact or Matrix	Properties Characterized/ Concentration Ranges	Approach to Assigning Property Values
High Purity Metals – Spectrochemical Solutions		
Single Element Standards	(0.001 to 50 000) µg/mL	ICP-OES, ICP-MS
Multi Element Standards	(0.001 to 50 000) µg/mL	ICP-OES, ICP-MS
Ion Chromatography Standards (Anions and Cations) –		
Single-Ion Standards	(0.001 to 10 000) µg/mL	IC
Multi-Ion Standards	(0.001 to 10 000) µg/mL	IC

ISO 17025 - Måleusikkerhet

- 7.6 Evaluering av måleusikkerhet
 - Laboratorier skal identifisere hva som bidrar til måleusikkerhet. Ved evaluering av måleusikkerhet skal alle bidrag som er av betydning, innbefattet de som oppstår ved prøvetaking, tas i betraktning ved bruk av hensiktsmessige analysemetoder.
- 7.2.1 valg og verifisering av metoder
 - Laboratoriet skal bruke hensiktsmessige metoder og prosedyrer for alle laboratorieaktiviteter, og når det er hensiktsmessig, for evaluering av måleusikkerhet så vel som statistiske teknikker for å analysere data.



Hvordan estimere måleusikkerhet

- Etablere en usikkerhetsmodell basert på individuelle usikkerhetsbidrag
- Benytte kvalitetskontrolldata og valideringsdata



Måleusikkerhet og validering

Validering kan benyttes for å få estimat for

- Presisjon –
 - Repeatability standard deviation, s_r
 - Reproducibility standard deviation, s_R
 - Within lab reproducibility (intermediate precision) standard deviation, s_{RW}
- Bias – studier av referansematerialer eller ved spiking.
- DL – kan være relevant for å evaluere måleusikkerhet i nedre område
- Linearitet – Vanligvis ikke kvantifisert, og ulinearitet kompenseres for ved å velge ikke-lineær kalibrering
- Robustness – kan benyttes for å avdekke påvirkning av spesielle forhold/parametre
- Selektivitet – kan benyttes for å estimere usikkerhet knyttet til kjente interferenser



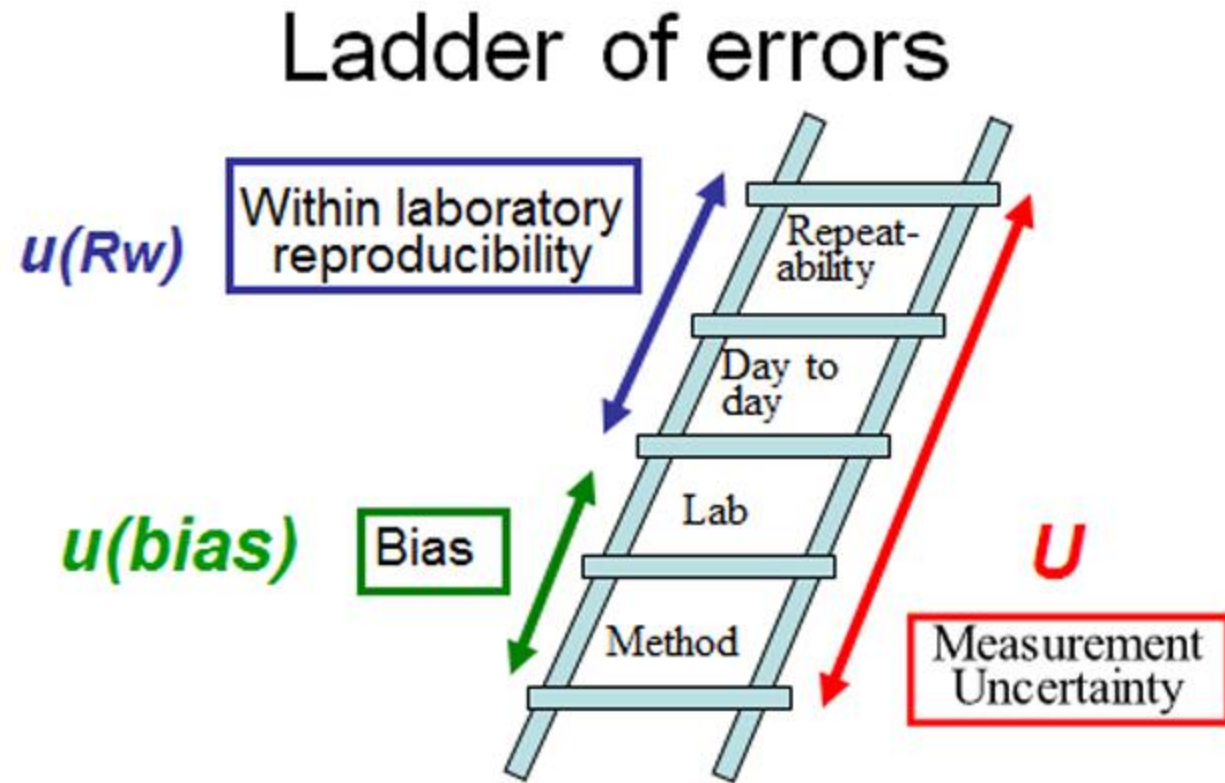
Måleusikkerhet basert på kvalitetskontrolldata

Trinn 4: **Repeterbarhet**. Tilfeldige feil mellom replikate bestemmelser innen en kort tidsperiode. Inkluderer inhomogenitet

Trinn 3: **Dag til dag** variasjon. Tilfeldige feil fra gjentatte analyser over et langt tidsrom

Trinn 2: **Laboratorie bias**. Systematiske feil for et individuelt laboratorie

Trinn 1: **Metode bias**. Systematiske feil med opphav i metode



Presisjon fra kontrollprøve

- Trenger ikke være metrollogisk sporbar
- 2 prøver for å dekke hele måleområdet?
- Er måleusikkerhet fast eller relativ?
- Kontrollprøve bør
 - gjenta analyseprosedyre i størst mulig grad, inkludert fex duplikater
 - Inkludere langtidsvariasjoner som er konstante i et korttidsperspektiv → over 60 målinger og dekke over 1 år.
- Alle trinn i analysekjeden må dekkes, og alle matrikser, eventuelt bruke worst case scenario
- Dekker kontrollprøven analyseprosessen?
 - Hele: $u(R_w) = s_{RW}$
 - Deler: $u(R_w) = \sqrt{s_{RW}^2 + s_r^2}$



Bias assesment

- Må for referansematerialer gjøres mot verdier som er metrologisk sporbare og inneholder måleusikkerhet
- Vurder bias ved å sammenligne standard usikkerhet
- Bruk gjerne flere SRM om tilgjengelig
- Hver SRM bør ha resultater fra minst 5 ulike analyseserier
- Eliminer bias om mulig



Bias fra SLP og CRM

- For å få et relativt klart bilde av bias fra SLP anbefales det at man deltar minimum 6 ganger i løpet av relativt kort tid
- Usikkerhet for sertifisert verdi for SRM er vanligvis lavere enn for den tildelte verdi fra SLP, og kalkulert usikkerhet $u(C_{ref})$ for SLP kan bli for høy for praktisk beregning av usikkerhet fra Bias $u(bias)$



Beregne usikkerhetsbidraget -fra Bias -for måleusikkerhet

Trollboken - Nordtest TR 537, Handbook for Calculation of measurement Uncertainty in Environmental Laboratories

Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Eurachem / CITAC Guide CG 4

6.1 Certified Reference Material

Regular measurement of one or several CRM can be used to estimate the bias. Each reference material should be measured in at least 5 different analytical series (e.g. on 5 different days) before the values are used.

One CRM - In this example with one CRM the certified value is 11.5 ± 0.5 , with a 95 % confidence interval. The analytical results are on average 11.9 with a standard deviation, s_{bias} , of 2.2 %, $n=12$.

<i>Uncertainty component from the uncertainty of the certified value</i>	
<i>Step</i>	<i>Example</i>
Convert the confidence interval to $u(Cref)$	The confidence interval is ± 0.5 . Divide this by 2 to convert it to standard uncertainty: $0.5/2 = 0.25$
Convert to relative uncertainty $u(Cref)$	$0.25/11.5 \cdot 100 = 2.16 \%$

3 *Quantify $u(bias)$ components* $bias = 100 \cdot (11.9 - 11.5)/11.5 = 3.48 \%$
 $s_{bias} = 2.2 \%$ ($n = 12$)
 $u(Cref) = 2.16 \%$

4 *Convert components to standard uncertainty $u(x)$* $u(bias) = \sqrt{(bias)^2 + \left(\frac{s_{bias}}{\sqrt{n}}\right)^2} + u(Cref)^2 =$
 $\sqrt{(3.48)^2 + \left(\frac{2.2}{\sqrt{12}}\right)^2} + 2.16^2 = 4.1 \%$

Several CRM - If several CRMs are used, we will get different values for bias. The uncertainty due to any bias, $u(bias)$ will be calculated in the following way.

3 *Quantify $u(bias)$ components* bias CRM1 is 3.48 %, $s=2.2 \%$ ($n=12$), $u(Cref_1)=2.16 \%$
 bias CRM2 is -0.9 % $s=2.0 \%$ ($n=7$), $u(Cref_2)=1.8 \%$
 bias CRM3 is 2.5 %, $s= 2.8 \%$ ($n=10$), $u(Cref_3)=1.8 \%$
 $RMS_{bias} = 2.53 \%$
 mean $u(Cref)=1,92 \%$

4 *Convert components to standard uncertainty $u(x)$* $u(bias) = \sqrt{RMS_{bias}^2 + u(Cref)^2}$
 $\sqrt{2.53^2 + 1.92^2} = 3.2 \%$

Referanser for referansemateriale og måleusikkerhet

- NS-EN ISO/IEC 17025:2017
- D00859 Krav til etablering av metrologisk sporbarhet, kalibrering og verifisering/kontroll av måleutstyr
- NS-EN ISO 17034:2016 Generelle kompetansekrav til produsenter av referansemateriale
- ISO 33403:2024 – Reference materials – Requirements and recommendations for use (Erstatter ISO Guide 33:2015, som det henvises til i 17025:2017)
- Trollboken - Nordtest TR 537, Handbook for Calculation of measurement Uncertainty in Environmental Laboratories
- Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Eurachem / CITAC Guide CG 4



Takk for oppmerksomheten

- Lykke til!!
- Spørsmål????



BACK-UP slides



Formler

Ekspandert målesikkerhet: $U = 2 \times u_c$


kombinert målesikkerhet: $u_c = \sqrt{u(Rw)^2 + u(bias)^2}$

"Within lab" reproduserbarhet: $u(Rw) = \sqrt{S_{RW}^2 + S_r^2}$

Metode og laboratorie bias: $u(bias) = \sqrt{(bias)^2 + u(Cref)^2}$



- Eksempel på
Akkrediteringsomfang
- Må stille riktig krav til produkt
 - Kontrollere ved mottak

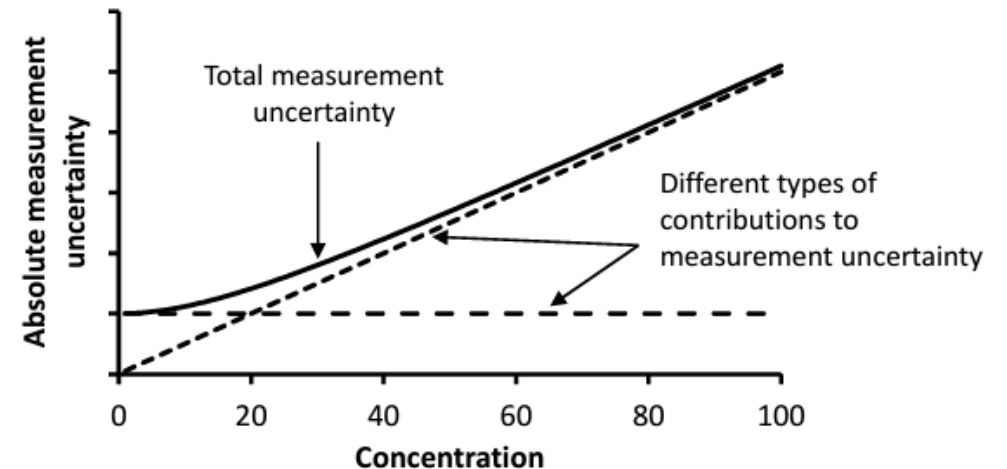
 4005 Accredited to ISO 17034:2016	LGC Limited	
	Issue No: 021 Issue date: 22 July 2022	
Queens Road Teddington Middlesex TW11 0LY	Contact: Mrs Natasha Heath Tel: +44 (0) 208 943 7374 E-Mail: Natasha.Heath@lgcgroup.com Website: www.LGCgroup.com	
Reference material production at the above address		

DETAIL OF ACCREDITATION

Matrix / Artefact	Property Value(s) / Identity / Characterisation Range	Characterisation Procedure / Technique	Type* (CRM / RM)
<u>Special Alloys</u>			
Auto Catalysts	Pt - trace to % levels Pd - trace to % levels Rh - trace to % levels	Measurement by a single, primary, definitive method at LGC (ICP-IDMS)	CRM and RM
<u>Pure Organic Compounds</u>			
Organic Chemicals	Purity (% m/m)	Measurement by two or more independent reference methods at LGC. Methods selected from DSC, HPLC, GC-FID, GC-MS, Titration, plus Karl Fischer (volumetric and Coulometric) and/or TGA or Measurement by one reference method at LGC (DSC, HPLC, GC-FID, GC-MS, Titration), with supporting evidence obtained using qNMR, plus Karl Fischer (volumetric and coulometric) and/or TGA. This approach to be used where the organic compound is amenable to only one of the listed reference methods.	CRM and RM
Organic chemicals and metals	Melting Point (30-300 °C)	Measurement by a single, primary, definitive method at an NMI laboratory (Thermometry)	CRM
Metals	Enthalpy of fusion	Measurement by a single, primary, definitive method at an NMI laboratory using a differential heat flux Calvet calorimeter	CRM

Måleusikkerhet og konsentrasjon

- Måleusikkerhet kan variere over måleområdet
- Kan bestå av en fast og en konsentrasjonsavhengig del
- Øvre del ofte hensiktsmessig med relativ MU
- For titreringer og fysikalske metoder er absolutt MU ofte best egnet



Different quality levels and their most important attributes



Level of Certification & Traceability

National Metrology (eg. NIST, PTB, BIPM, METAS)

- Issued by an authorized body
- Considered as highest level of accuracy and traceability

Certified Reference Material (CRM) (ISO 17034, ISO/IEC 17025)

- Considered to provide the highest level of accuracy, uncertainty, and traceability to an SI unit of measurement
- Manufactured by an accredited Reference Material Producer

Reference Material (RM) (ISO 17034)

- Characterized to requirements that are less demanding than for a certified reference material
- Manufactured by an accredited Reference Material Producer

Analytical Standard (ISO 9001)

- Certificate of Analysis available
- Level of certification varies

Reagent Grade / Research Chemical

- May come with a Certificate of Analysis
- Are not characterised for use as reference materials



Hva inneholder et CRM sertifikat

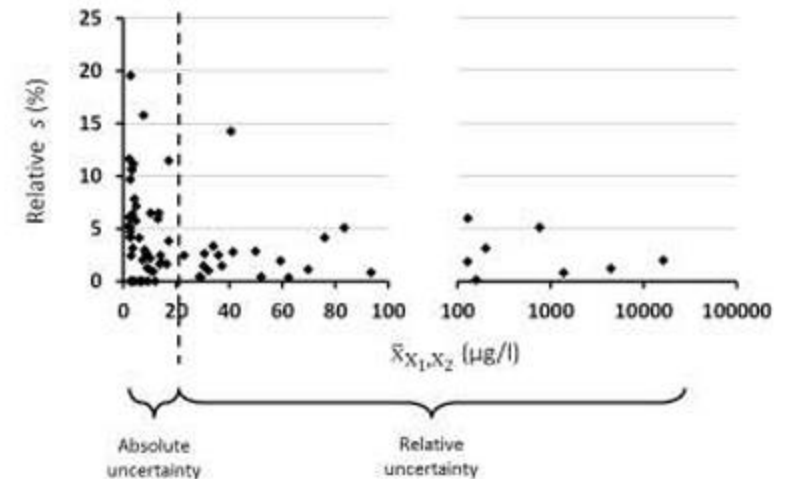
- Utløpsdato
- Lagringsforhold (temperatur)
- Sertifisert verdi
- Utvidet usikkerhet
- Erklæring om metrologisk sporbarhet
- Målemetode
- Tiltent bruk og stabilitetsgaranti
- Signaturer og **akkrediteringsstempel**



Undersøke måleusikkerhet over måleområde

- Kan gjennomføres ved å analysere replikater over måleområdet
- Plotte det relative standardavviket
- Resultatene indikerer en grense ved ca 20 $\mu\text{g/L}$

Sample	x_1 ($\mu\text{g L}^{-1}$)	x_2 ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Mean, \bar{x} ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Relative s (%)
1	7.46	7.25	7.35	2.019
2	9.01	9.17	9.09	1.245
3	3.60	3.10	3.35	10.554
73	31.90	32.36	32.13	1.012



Referansematerialer - Definisjoner

- Referansemateriale (RM) er homogent og stabilt materiale hvor en eller flere egenskaper er bestemt, slik at det kan brukes til å kalibrere måleutstyr, vurdere en målemetode eller gi verdier til andre materialer.
- Sertifisert referansemateriale (SRM) er referansemateriale som har sertifikat som bekrefter at en eller flere av egenskapene er bestemt på en måte som gir sporbarhet og der verdien er angitt med usikkerhet.

