KONSORCJUM „MODAS”

POLSKI CERTYFIKOWANY MATERIAŁ ODNIESIENIA (CRM)
DLA WIELOPIERWIASTKOWEJ ANALIZY ŚLADOWEJ, WRAZ Z WARTOŚCIAMI POLECANYMI I INFORMACYJNYMI DLA WYBRANYCH RADIONUKLIDÓW

Osad Denny: MODAS–2 Bottom Sediment (M–2 BotSed)

INFORMACJE OGÓLNE

PRZEZNACZENIE:	KONTROLA JAKOŚCI PRACY LABORATORIÓW SPECJALIZUJĄCYCH SIĘ W NIEORGANICZNEJ ANALIZIE ŚLADOWEJ. WALIDACJA METOD ANALITYCZNYCH. KALIBRACJA APARATURY. KONTROLA JAKOŚCI PRACY LABORATORIÓW RADIOCHEMICZNYCH
PIERWIASTKI Z CERTYFIKOWANYMI WARTOŚCIAMI STĘŻEŃ:	Al, As, Ba, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Hg, Ho, La, Li, Lu, Mn, Mo, Nb, Nd, Ni, P, Pb, Pr, Rb, Sb, Sc, Sm, Sn, Sr, Tb, Th, Ti, U, V, Y, Yb, Zn
PIERWIASTKI Z INFORMACYJNYMI WARTOŚCIAMI STĘŻEŃ:	Ag, Be, Br, Cr, Fe, Hf, K, Mg, Na, S, Se, Ta, Tl, Tm, W, Zr
RADIONUKLIDY Z CERTYFIKOWANYMI WARTOŚCIAMI STĘŻEŃ:	^{137}Cs, $^{239+240}$Pu
RADIONUKLIDY Z INFORMACYJNYMI WARTOŚCIAMI STĘŻEŃ:	^{241}Am, ^{238}Pu

Certyfikowany w ramach Konsorcjum „MODAS” przez Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, ul. Dorodna 16, 03-195 Warszawa, przez zespół Laboratorium Jądrowych Technik Analitycznych pod kierownictwem dr hab. Haliny Polkowskiej-Motrenko (prof. IChTJ)

POCHODZENIE, PRZYGOTOWANIE I BADANIE MATERIAŁU

Osad denny pochodzący z dna Wisły w pobliżu Włocławka został przygotowany przez Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu. Po zebraniu, wysuszeniu i liofilizacji materiał został przesiany przez sita o średnicy oczek 100 µm. Jego homogenizację przeprowadzono w Instytucie Chemii i Techniki Jądrowej (IChTJ).

Całość materiału (ok. 35 kg) umieszczono w pojemniku polietylenowym (PE) o poj. 110 dm^3 i poddano homogenizacji przez wymieszanie w homogenizatorze w czasie 16 godzin. Homogenizator umożliwiający obrót pojemnika w trzech płaszczyznach zapewnia dobre wymieszanie zawartości. Następnie materiał rozdozowano w porcjach 50 g do zakręcanych butelek ze szkła bursztynowego o poj. 100 cm^3 (przyszły materiał odniesienia MODAS–2 Bottom Sediment (M–2 BotSed)) oraz w porcjach 10 g do zakręcanych butelek ze szkła bursztynowego o poj. 60 cm^3 (próbki wysyłane do uczestników porównania międzylaboratoryjnego). W celu zapewnienia długookresowej trwałości nowego materiału odniesienia, wszystkie pojemniki z M–2 BotSed poddano sterylizacji radiacyjnej wiązką elektronów (o energii 13 MeV) w akceleratorze liniowym LAEA-13 (wielkość dawki ok. 27 kGy). Wszystkie powyższe operacje prowadzono w taki sposób, aby w jak najwyższym stopniu zapobiec możliwości ewentualnego zanieczyszczenia materiału.

Badanie jednorodności materiału wykonano metodą spektrometrii mas z jonizacją w plazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP-MS). Statystyczna obróbka uzyskanych wyników analitycznych dla Al, Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, K, La, Lu, Mg, Mn, Ni, Pr, Sm, Sr, Th, Ti, U, V, Yb i Zn z zastosowaniem analizy wariancji (ANOVA), wykazała dobrą homogeniczność materiału dla próbek o masie nie mniejszej niż 100 mg. Oszacowano także standardową niepewność wynikającą z niehomogeniczności.

Długookresową trwałość M–2 BotSed zbadano porównując wyniki analiz uzyskane po 0, 2, 4, 6, 10, 12 i 15 miesiącach przechowywania w kontrolowanych warunkach, w klimatyzowanym pomieszczeniu (temp. 20 °C). Z losowo wybranego z pojemnika w powyższych odstępach czasu, pobierano ok. 250 mg próbki materiału, które następnie analizowano metodą ICP-MS. Statystyczna obróbka wyników oznaczeń zawartości Al, Co, Cu, Ho, La, Lu, Mn, Mo, Ni, Sr, Tb i Zn wykazała brak jakichkolwiek tendencji wskazujących na niestabilność materiału w czasie. Wyznaczona została również standardowa niepewność związana z długookresową trwałością materiału. Monitorowanie trwałości będzie kontynuowane podczas dalszego przechowywania MODAS–2 Bottom Sediment. Badano także trwałość materiału w warunkach transportu (trwałość krótkookresowa) i wyznaczona została standardowa niepewność związana z krótkookresową trwałością materiału. Wykazano, iż niepewność związana z krótkookresową trwałością materiału nie ma istotnego znaczenia i może być pominięta.

Oznaczanie zawartości wilgoci

Wyniki oznaczenia stężeń pierwiastków podawane są w przeliczeniu na stałą masę (suchą masę). W celu wyznaczenia suchej masy należy odrębne odważki materiału (inne niż te wykorzystywane do oznaczania pierwiastków) suszyć w temperaturze 105 °C w ciągu 24 h.

Wielopierwiastkowa analiza śladowa

CERTYFIKACJA

Wyznaczenie certyfikowanych (atestowanych) wartości stężeń pierwiastków w materiale MODAS–2 Bottom Sediment zostało osiągnięte na drodze porównania międzylaboratoryjnego o zasięgu światowym, w którym uczestniczyły 54 laboratoria z 9 krajów dostarczając 1221 średnich laboratoryjnych (5702 pojedynczych oznaczeń) dla 69 pierwiastków. Organizatorzy wyrażają wdzięczność wszystkim uczestnikom za udział w badaniach. Z otrzymanych wyników została utworzona baza danych, którą poddano następnie obróbce statystycznej stosując opublikowaną wcześniej metodę z późniejszymi modyfikacjami [1-5]. Jej istotę stanowi procedura odrzucania wyników odbiegających przy równoległym zastosowaniu czterech kryteriów statystycznych tj. testu Dixona, testu Grubbsa, współczynnika skośności oraz współczynnika spłaszczenia dla $\alpha = 0{,}05$. Z populacji pozostałej po odrzuceniu wyników odbiegających dla danego pierwiastka obliczana jest następnie średnia generalna, odchylenie standardowe, błąd standardowy oraz przedział ufności. Średnia generalna może uzyskać status wartości certyfikowanej wyłącznie po spełnieniu następujących kryteriów:

1. Stosunek jednostronnego przedziału ufności do średniej generalnej:

$$\frac{SD \cdot t_{0.05}}{\overline{X} \cdot \sqrt{N}} \begin{cases} \leq 20\% & \text{(pierwiastki śladowe)} \\ \leq 10\% & \text{(makroskładniki)} \end{cases}$$

lub względne odchylenie standardowe (SD):

$$\frac{SD}{\overline{X}} \begin{cases} \leq 25\% & \text{(pierwiastki śladowe)} \\ \leq 15\% & \text{(makroskładniki)} \end{cases}$$

Pierwiastki o stężeniu powyżej 5000 mg kg^{-1} (ppm) uważa się za makroskładniki.

2. Średnia generalna musi być wyznaczona z populacji co najmniej 4 średnich laboratoryjnych pozostałych po odrzuceniu wyników odbiegających, uzyskanych za pomocą więcej niż jednej techniki analitycznej. Jeśli wyniki zostały uzyskane tylko jedną metodą, wówczas ich liczba nie może być mniejsza od 5.
3. Jeżeli warunki (1) i (2) są spełnione, ale liczba wyników odbiegających przekracza 50 %, wówczas uruchamiana jest dodatkowa procedura, która bada zmiany średniej arytmetycznej i odchylenia standardowego po odrzuceniu każdego kolejnego wyniku. Proces odrzucania wyników odbiegających zatrzymuje się wtedy, gdy zmiany zarówno średniej arytmetycznej, jak i odchylenia standardowego stają się mniejsze lub równe 15 %, po czym sprawdza się, czy spełnione jest kryterium (1).
4. Jeżeli spełnione są powyższe kryteria, ale wśród populacji zaakceptowanych średnich laboratoryjnych występują znaczące rozbieżności pomiędzy wynikami uzyskanymi za pomocą różnych technik analitycznych, wówczas stężenie danego pierwiastka nie uzyskuje statusu wartości polecanej, lecz jedynie informacyjnej.
Wartości informacyjne można przypisać tym pierwiastkom, które wprawdzie nie spełniają kryteriów (1)–(4), natomiast spełniają następujący warunek:

$$\frac{SD \cdot t_{0.05}}{\overline{X} \cdot \sqrt{N}} \begin{cases} \leq 50\% & \text{(pierwiastki śladowe)} \\ \leq 30\% & \text{(makroskładniki)} \end{cases}$$

i zostały obliczone na podstawie, co najmniej 3 średnich generalnych pozostałych po odrzuceniu wyników odbiegających. Podawane są wyłącznie, jako liczby, bez niepewności. Pierwiastki, które nie spełniały powyższego kryterium były traktowane, jako będące poza wszelką klasyfikacją.

Prawidłowość certyfikacji w przypadku Hg została dodatkowo potwierdzona wynikami uzyskanymi za pomocą techniki spektrometrii mas rozcieńczeń izotopowych (IDMS) [6, 7].

Wartości certyfikowane zachowują spójność pomiarową z układem SI. Spójność tę uzyskano analizując równolegle z próbkami M–2 BotSed także inny certyfikowany materiał odniesienia (CRM) o możliwie jak najbardziej zbliżonej matrycy.

Zgodnie z obecnie obowiązującymi zaleceniami dla producentów certyfikowanych materiałów odniesienia, oprócz niepewności analitycznej należy brać pod uwagę także niepewność związaną z niehomogenicznością, krótko- i długoterminową trwałością oraz oznaczaniem zawartości wody. W związku z tym, ponieważ niepewność standardowa wynikająca z krótkookresowej trwałości jest do zaniedbania, złożona niepewność standardowa wartości certyfikowanej u_c posiada cztery składowe:

$$u_c = \sqrt{u_{interlab}^2 + u_{lstab}^2 + u_{inhom}^2 + u_m^2}$$

gdzie $u_{interlab}$ jest standardową niepewnością średniej generalnej uzyskaną w procesie statystycznej obróbki danych z porównania międzylaboratoryjnego, u_{lstab} standardową niepewnością związaną z długoterminową trwałością, u_{inhom} standardową niepewnością związaną z niehomogenicznością, u_m standardową niepewnością oznaczania zawartości wilgoci. Niepewność rozszerzona (U), odpowiadająca poziomowi ufności 95 %, jest wynikiem mnożenia u_c przez współczynnik rozszerzenia $k = t_{0,05}$, którym jest wartość parametru t-Studenta dla $\alpha = 0,05$ oraz n – 1 stopni swobody, gdzie n jest liczbą średnich laboratoryjnych użytych do obliczenia średniej generalnej.

WARTOŚCI CERTYFIKOWANE DLA M–2 BotSed

Makroskładniki

Pierwiastek	Stężenie wt%
Al	3,77 ± 0,39
Ca	6,41 ± 0,56
Mn	0,102 ± 0,005
P	0,18 ± 0,02
Ti	0,33 ± 0,04

Pierwiastki śladowe

Pierwiastek	Stężenie mg kg^{-1}	Pierwiastek	Stężenie ng g^{-1}
As	7,07 ± 0,67	Bi*	363 ± 94
Ba	266 ± 37	Eu	860 ± 88
Cd	2,17 ± 0,13	Hg	884 ± 53
Ce	63,4 ± 6,0	Ho*	$7{,}1\cdot10^2 \pm 1{,}3\cdot10^2$
Co	7,90 ± 0,72	Lu	337 ± 64
Cs	4,24 ± 0,29	Sb	$9{,}6\cdot10^2 \pm 1{,}7\cdot10^2$
Cu	32,9 ± 1,8	Tb	694 ± 55
Dy*	3,66 ± 0,62		
Er*	2,06 ± 0,40		
Ga	9,0 ± 1,3		
Gd*	5,06 ± 0,39		
La	28,6 ± 3,5		
Li	27,3 ± 3,7		
Mo	1,01 ± 0,15		
Nb	11,2 ± 1,7		
Nd	27,1 ± 3,3		
Ni	35,4 ± 2,5		
Pb	35,9 ± 2,9		
Pr*	7,0 ± 0,8		
Rb	71,1 ± 4,1		
Sc	7,10 ± 0,75		
Sm	5,23 ± 0,37		
Sn	3,17 ± 0,65		
Sr	197 ± 17		
Th	10,4 ± 0,9		
U	2,58 ± 0,48		
V	80 ± 10		
Y	20,9 ± 4,0		
Yb	2,37 ± 0,43		
Zn	276 ± 14		

*) certyfikowany na podstawie wyników z jednej techniki analitycznej

WARTOŚCI INFORMACYJNE DLA M–2 BotSed

Ag	1,14 mg kg^{-1}	Na	4273 mg kg^{-1}
Be	1,23 mg kg^{-1}	S	2606 mg kg^{-1}
Br	13,9 mg kg^{-1}	Se	1,57 mg kg^{-1}
Cr	68,3 mg kg^{-1}	Ta	1,01 mg kg^{-1}
Fe	2,60 wt %	Tl	0,62 mg kg^{-1}
Hf	11,6 mg kg^{-1}	Tm	0,29 mg kg^{-1}
K	1,11 wt %	W	2,43 mg kg^{-1}
Mg	0,57 wt %	Zr	434 mg kg^{-1}

Warunki przechowywania i trwałość

Materiał MODAS M–2 BotSed należy przechowywać w temperaturze pokojowej bez dostępu światła w szczelnie zamkniętym pojemniku. W takich warunkach zachowuje on trwałość co najmniej do 31-12-2025 r.

Uwaga: gwarancja trwałości materiału dotyczy przechowywania go w odpowiednich warunkach w opakowaniu zamkniętym przez wytwórcę.

Warszawa, 31 maja 2015 r

LITERATURA

1. R. Dybczyński, Anal. Chim. Acta, 117 (1980) 53-70.
2. R. Dybczyński, H. Polkowska-Motrenko, Z. Samczyński, Z. Szopa, Geostandards Newsletter, 15 (1991) 163-185.
3. Z. Szopa, J. Jaszczuk, R. Dybczyński, Nukleonika, 41 (1996) 117-127.
4. R. Dybczyński, B. Danko, K. Kulisa, E. Maleszewska, H. Polkowska-Motrenko, Z. Samczyński, Z. Szopa, Chem. Anal. (Warsaw), 49 (2004) 143-158.
5. H. Polkowska-Motrenko, R.S. Dybczyński, E. Chajduk, Accred. Qual. Assur., 15 (2010) 245-259.
6. A. Krata, B. Ari B, C. Quetel, Isotope Dilution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry applied for establishment of reference value of the total Hg content in a mineral feed test material for IMEP-111, European Commission, Joint Research Centre, Institute for Reference Materials and Measurements, Geel, Belgium, JRC62101, 2010.
7. L. Fischer, M. Brunner, T. Prohaska, S. Hann, J. Anal. At. Spectrom., 27 (2012) 1983-1991.

LISTA UCZESTNIKÓW PORÓWNANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO M–2 BotSed

(w porządku alfabetycznym)

Mgr J. Berlińska, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Poznaniu, Delegatura w Pile;
Mgr E. Białka, Mgr. K. Andrzejewska, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Poznaniu;
Dr A. Bielicka-Giełdoń, Uniwersytet Gdański, Gdańsk;
Prof. dr hab. E. Bulska, Dr A. Krata, Dr A. Ruszczyńska, Mgr A. Łuciuk, Uniwersytet Warszawski, Warszawa;
Dr Y. Bychkova, Laboratory of Mineral Substance Analysis IGEM RAS, Moscow, RUSSIA;
Mgr K. Całujek, Mgr. A. Boryczka, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Poznaniu, Laboratorium Pracownia LL w Lesznie
Mgr J. Charasińska, Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice;
Prof. dr hab. inż. K. Chojnacka, Politechnika Wrocławska, Wrocław;
Dr E. Chuparina, Vinogradov Institute of Geochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Irkutsk, RUSSIA;
Mgr M. Cibor, Wessling Polska Sp. z o.o., Kraków;
Mgr M. Drewnowska, Mgr A.K. Kojta, Uniwersytet Gdański, Gdańsk;
Mr. B. Ermolaev, Mrs. G. Granovskay, Mrs. O. Okina, Geological Institute of Russian Academy of Sciences, Moscow, RUSSIA;
Mgr A. Florek, Hamilton Poland S.A., Gdynia;
Prof. dr hab B. Godlewska-Żyłkiewicz, Uniwersytet w Białymstoku, Białystok;
Mgr M. Grześkowiak, LEMITOR Ochrona Środowiska Sp.z o.o., Wrocław;
Dr R. Jaćimović, Jožef Stefan Institute, Ljubljana, SLOVENIA;
Mgr Andrzej Jaklewicz, Dr Marzena Kuras, Warszawski Uniwersytet Medyczny, Warszawa;
Dr R. Jasan, Dr. S. Resnizky, Mrs. R. Plá, Argentine National Atomic Energy Commission, Buenos Aires, ARGENTINA;
Mgr I. Kałuzińska, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska we Wrocławiu, Delegatura w Jeleniej Górze;
Dr V.K. Karandashev, Institute of Microelectronics Technology and High Purity Materials, Russian Academy of Sciences, Moscow, RUSSIA;
Dr Karepov, All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources, Moscow, RUSSIA;
Dr M. Karger, Pani A. Grosman, Uniwersytet Warszawski, Warszawa;
Mgr inż. D. Karmasz, Mgr E. Górecka, Pani E. Kałwa, Mgr inż. J. Retka, Mgr J. Kucharzyk, Mgr W. Bureć-Drewniak, Państwowy Instytut Geologiczny, Centralne Laboratorium Chemiczne, Warszawa;
Mgr I. Klimaszewska, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Poznaniu, Delegatura w Kaliszu;
Mgr inż. D. Kolasa, Mgr A. Bajszczak, Mgr J. Dłubak, Prof. dr hab. A. Czerwiński, Dr Z. Rogulski, Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa;
Prof. Dr. V.P. Kolotov, Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry of Russian Academy of Sciences, Moscow, RUSSIA;
Prof. dr hab. inż. P. Konieczka, Mgr inż. K. Dubalska, Mgr inż. M. Rutkowska, Politechnika Gdańska, Gdańsk;
Dr W. Korol, Instytut Zootechniki, Krajowe Laboratorium Pasz, Lublin;
Mgr J. Krzywicka, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Białymstoku, Delegatura w Suwałkach;
Mr. S. Lierhagen, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway;
Mgr J. Markowski, Instytut Zootechniki, Krajowe Laboratorium Pasz, Szczecin;

Mgr W. Martens, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska, Rzeszów;
Mgr inż. Z. Mazurek, Okręgowa Stacja Chemiczno-Rolnicza, Warszawa;
Dr V. G. Merkulov, Tomsk Polytechnic University Tomsk, RUSSIA;
Mgr J. Ostrowski, Instytut Nawozów Sztucznych, Puławy;
Dr A. Pawlaczyk, Dr hab. M. I. Szynkowska, Politechnika Łódzka, Łódź;
Mgr W. Piskorz, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Katowicach, Delegatura w Bielsku-Białej;
Mgr Z. Polański, ARSO Polański Sp. z o.o., Baniocha k/Warszawy;
Dr L. Popov, Kozloduy Nuclear Power Plant, Kozloduy, BULGARIA;
Mgr I. Racięcka, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Łodzi, Delegatura w Sieradzu;
Mgr inż. K. Rajczykowski, Mgr inż. K. Widziewicz, Dr hab. inż. K. Loska, Dr hab. inż. I. Korus, Politechnika Śląska, Gliwice;
Dr inż. M. Rajkowska-Myśliwiec, Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny, Szczecin;
Dr inż. L. Ruzik, Politechnika Warszawska, Warszawa;
Mgr J. Sacharewicz, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska Białystok;
Dr inż. Z. Samczyński, Dr B. Danko, Mgr I. Kużelewska, Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, Warszawa;
Prof. Dr. M. Santoso, Center of Nuclear and Science Technology Application, National Nuclear Energy Agency, Bandung, INDONESIA;
Prof.dr hab. G. Schroeder, Uniwersytet im. Adama Mickiewicza, Poznań;
Mgr K. Skarupska, Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w Zielonej Górze;
Prof. dr hab. I. Staneczko-Baranowska, Dr inż. B. Kowalski, Politechnika Śląska, Gliwice;
Dr J. H. Sterba, Vienna University of Technology, Vienna, AUSTRIA;
Mgr inż. M. Turkowska, Instytut Nawozów Sztucznych, Gliwice;
Dr H. Uggerud, Norwegian Institute for Air Research, Kjeller, NORWAY;
Dr S. Waheed, Dr. N. Siddique, Pakistan Institute of Nuclear Science and Technology, Islamabad, PAKISTAN;
Dr inż. M. Wełna, Dr inż. A. Leśniewicz, Dr inż. A. Szymczycha-Madeja, Dr inż. J. Borkowska-Burnecka, Prof. P. Pohl, Politechnika Wrocławska, Wrocław;

ZAWARTOŚCI RADIONUKLIDÓW

CERTYFIKACJA

Proces certyfikacji zawartości radionuklidów, ze względu na stosunkowo niewielką liczbę laboratoriów radiochemicznych, przeprowadzono na drodze zamkniętego porównania miedzylaboratoryjnego. Do udziału w porównaniu zaproszono laboratoria o uznanej renomie, których kompetencje potwierdzały wyniki uzyskiwane w badaniach biegłości. W porównaniu wzięło udział 8 laboratoriów referencyjnych. Ich listę umieszczono poniżej.

Dane z certyfikacyjnego porównania międzylaboratoryjnego, tj. wyniki oznaczeń radionuklidów uzyskane przez laboratoria uczestniczące w porównaniu, poddano obróbce statystycznej: wyznaczono wartości średniej arytmetycznej zbioru pierwotnego oraz zbioru po odrzuceniu wyników wątpliwych za pomocą testów Dixona, Gibbsa, skośności i spłaszczenia, a także dominantę i medianę. Zastosowano także analizę statystyczną metodą odporną (ang. *robust statistics*) zgodnie z procedurą polecaną w normie ISO 13528:2005 *Statistical methods for the use in proficiency testing by interlaboratory comparison*. W procesie certyfikacji uwzględniono fakt, że liczba metod pomiarowych stosowanych do oznaczania radionuklidów jest ograniczona. Z reguły stosowana jest spektrometria promieniowania gamma w przypadku radionuklidów gamma promieniotwórczych i spektrometria promieniowania alfa w przypadku radionuklidów alfa promieniotwórczych po ich radiochemicznym wydzieleniu z analizowanej matrycy. Z tego względu wartościom stężenia aktywności wyznaczonym w procesie certyfikacji nadano status wartości rekomendowanych. Za wartości rekomendowane przyjęto wartości średniej odpornej i jej niepewności pod warunkiem, że wartość średniej odpornej jest zgodna z wartością średniej arytmetycznej po odrzuceniu wyników wątpliwych, medianą i dominantą (nakładanie przedziałów ufności). Rozszerzoną złożoną niepewność wartości rekomendowanych (U) wyznaczono biorąc pod uwagę niepewność analityczną (odchylenie odporne średniej odpornej), niepewność związaną z długookresową i krótkookresową trwałością materiału (obliczoną na podstawie badań trwałości), niepewność związaną z niejednorodnością materiału (obliczoną na podstawie badań homogeniczności), niepewność związaną z oznaczaniem stałej masy materiału oraz liczebność zbioru wyników. Wartość rozszerzonej niepewności złożonej podano dla poziomu prawdopodobieństwa 95 %.

Wartości informacyjne nadano średnim odpornym, jeśli niepewność analityczna przekraczała 20 %.

Spójność pomiarowa:

Wartości certyfikowane zachowują spójność pomiarową z układem SI. Spójność tę uzyskano stosując wagi analityczne i odważniki wzorcowane za pomocą wzorców państwowych, wzorce kalibracyjne spójne z wzorcami międzynarodowymi i jako elementy zapewnienia i kontroli jakości CRM spójne z układem SI.

WARTOŚCI REKOMENDOWANE DLA M–2 BotSed

radionuklid	wartość rekomendowana ± U (95%)	data odniesienia
^{137}Cs	12,83 ± 0,35 Bq kg^{-1} s.m.	1.04.2014 r., godz. 12.00 CET
$^{239+240}Pu$	0,094 ± 0,018 Bq kg^{-1} s.m.	1.04.2014 r., godz. 12.00 CET

WARTOŚCI INFORMACYJNE DLA M–2 BotSed

radionuklid	wartość informacyjna	data odniesienia
^{241}Am	0,04 Bq kg-1 s.m.	1.04.2014 r., godz. 12.00 CET
^{238}Pu	0,008 Bq kg-1 s.m.	1.04.2014 r., godz. 12.00 CET

Warunki przechowywania i trwałość

Materiał MODAS M–2 BotSed należy przechowywać w temperaturze pokojowej bez dostępu światła w szczelnie zamkniętym pojemniku. W takich warunkach zachowuje on trwałość, do 31-12- 2025 roku.
Uwaga: gwarancja trwałości materiału dotyczy przechowywania go w odpowiednich warunkach w opakowaniu zamkniętym przez wytwórcę.

Warszawa, 31 maja 2015 r.

LISTA UCZESTNIKÓW PORÓWNANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO M–2 BotSed

(w porządku alfabetycznym)
mgr inż. Michał Bończyk, Główny Instytut Górnictwa, Katowice
mgr P. Kalbarczyk, mgr M. Zuba, dr hab. H. Polkowska-Motrenko, Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, Warszawa
dr M. Kardaś, dr M. Suplińska, dr E.Starościak, mgr B. Rubel, Centralne Laboratorium Ochrony Radiologicznej, Warszawa
prof. dr hab. J. Mietelski, Instytut Fizyki Jądrowej PAN, Kraków
dr L. Popov, NPP Kozloduy, Radiochemistry Laboratory, Bułgaria
dr J. Rachubik, Państwowy Instytut Weterynarii – Państwowy Instytut Badawczy, Puławy
dr hab. D. Strumińska-Parulska, Uniwersytet Gdański
dr Nora Vajda, RadAnal Ltd., Budapest, Węgry

Narodowe Centrum
Badań i Rozwoju

Realizacja projektu dofinansowana przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju.
Nr umowy: INNOTECH-K1/IN1/43/158947/NCBR/12