

Program rozvoje metrologie 2012

č. úkolu VIII/4/12

Zabezpečení činnosti Metrologické a zkušební laboratoře VŠCHT, přidružené k ČMI

**Zadavatel: Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci, metrologii
a státní zkušebnictví, organizační složka státu**

Řešitel: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze

Odpovědný řešitel: Prof. Ing. Miloslav Suchánek, CSc.

Řešitelé: Ing. Iva Nachtigalová, PhD.
Ing. Lucie Drábová.

Schválil: Prof. Ing. Miloslav Suchánek, CSc.

Oponenti: Ing. Eva Klokočnicková, ČIA
Doc. Ing. Zbyněk Plzák, CSc.

Datum: 19. 11. 2012

**Rozdělovník: 2 x ÚNMZ
3 x oponenti**

1 SOUHRN

Hlavním cílem úkolu bylo

- vypracovat případovou studii pro určení CMC polyaromatických uhlovodíků v potravinách
- zpracování souboru excelovských programů pro kalibrace s použitím metody Monte Carlo a bivariátní regrese

2 Úvod

MZL je povinna udržovat a zlepšovat systém CMC. K již publikovaným CMC bude vypracována případová studie pro určení nových CMC, které budou zaměřeny na stanovení polyaromatických uhlovodíků v potravinách.

Nová definice kalibrace ve VIM3 dramaticky mění způsob statistického vyhodnocování kalibračních dat. V chemické metrologii je situace o to složitější, že není jeden etalon látkového množství. Do kalibračních modelů se musí zadávat jak nejistoty na ose koncentrací, tak nejistoty na ose signálů. Nelze použít jednoduchou lineární regresi.

V projektu bude vypracován algoritmus v Excelu pro zpracování kalibračních údajů bivariátní regrese a metodou Monte Carlo. Metoda MC je součástí nového GUM.

3 OBSAH

1 SOUHRN	1
2 ÚVOD	1
3 OBSAH	2
4 PŘÍPADOVÁ STUDIE	3
5 ANALÝZA NEJISTOT S MONTE CARLO SIMULACÍ	15
6 PLNĚNÍ ÚKOLU PROGRAMU ROZVOJE METROLOGIE PRM 2012, VIII/4/12	18
7 LITERATURA	18
Příloha 1 Nové postupy pro stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků potravinách - rešerše	
Příloha 2 Uživatelská příručka pro analýzu nejistot	
Příloha 3 elektronická příloha program UNCERTAINTY_MC	
Příloha 4 elektronická příloha program BIVARIATE	
Příloha 5 Plánovací list	

4 PŘÍPADOVÁ STUDIE

Podle zadání je případová studie rozčleněna takto:

- 4.1 Analýza stávajících CMC pro PAH v biotických matricích v KCDB
- 4.2 Referenční materiály pro čisté PAH a pro PAH v biotických matricích
- 4.3 Nové měřicí postupy pro PAH v potravinách
- 4.4 Možné variace odhadu nejistot pro stanovení PAH ve složitých biotických matricích
- 4.5 Celkové zhodnocení

4.1 Analýza stávajících CMC pro polyaromatické uhlovodíky (PAH) v biotických matricích v KCDB

V databázi BIPM Key Comparison Database (<http://kcdb.bipm.org/>, příloha C Calibration and Measurement Capabilities, CMC) je řada CMC pro PAH v různých matricích anorganického původu (prach, půda). Pro organické matrice nebyly nalezeny žádné CMC. Je tedy žádoucí, aby Metrologická a zkušební laboratoř VŠCHT, jako přidružená laboratoř ČMI, začala přípravné práce na projektu CMC pro potraviny.

4.2 Referenční materiály pro čisté PAH a pro PAH v biotických matricích

V databázi COMAR (www.comar.bam.de) bylo nalezeno množství referenčních materiálů pro čisté PAH. Z významných producentů, ekonomicky dostupných pro české laboratoře, vybíráme:

BCR referenční materiál

1 MATERIALS RELATED TO ENVIRONMENTAL ANALYSIS

1.1 PURE MATERIALS AND SYNTHETIC MIXTURES

	Substance	Purity (g/g)		
	Polycyclic aromatic compounds			
BCR-046	BENZO[b]CHRYSENE	0.994	+	0.006
			-	0.008
BCR-047	BENZO[b]FLUORANTHENE	0.997 4	±	0.002 6
BCR-048R	BENZO[k]FLUORANTHENE (unit size 10 mg)	0.997	+	0.003
			-	0.004
BCR-049	BENZO[j]FLUORANTHENE	0.997	±	0.003
			±	0.006
BCR-050	BENZO[e]PYRENE	0.991	+	0.009
			-	0.010
BCR-052	BENZO[ghij]PERYLENE	0.992 3	±	0.002 1
BCR-077R	1-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.991	±	0.007
BCR-078R	2-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.993	±	0.005
BCR-079R	3-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.993	±	0.005
BCR-080R	4-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.994	±	0.004
BCR-081R	5-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.997 3	±	0.001 3
BCR-082R	6-METHYLCHRYSENE (unit size 10 mg)	0.998 2	±	0.001 3
BCR-091	ANTHANTHRENE	0.996	±	0.004
BCR-092	10-AZABENZO[a]PYRENE	0.996	±	0.006
BCR-093R	1-METHYLBENZ[a]ANTHRACENE (unit size 10 mg)	0.996	±	0.005
BCR-094	DIBENZ[a,c]ANTHRACENE	0.996	±	0.004
BCR-095	DIBENZ[a,j]ANTHRACENE	0.997 8	±	0.002 5
BCR-096	DIBENZO[a,i]PYRENE	0.997 2	±	0.002 5
BCR-097	BENZO[a]FLUORANTHENE	0.996	±	0.004
BCR-133	DIBENZO[a,e]PYRENE	0.996	+	0.004
			-	0.005
BCR-134	BENZO[c]PHENANTHRENE	0.996 8	±	0.001 4
BCR-136R	BENZO[b]NAPHTHO[2,3-d]THIOPHENE (unit size 10 mg)	0.994	±	0.006
BCR-137R	BENZO[b]NAPHTHO[1,2-d]THIOPHENE (unit size 10 mg)	0.996 6	±	0.002 9
BCR-138	DIBENZ[a,h]ANTHRACENE	0.990	±	0.007
BCR-139	BENZO[ghij]FLUORANTHENE	0.995	±	0.004
BCR-140	BENZO[c]CHRYSENE	0.996	+	0.004
			-	0.005
BCR-153R	DIBENZ[a,h]ACRIDINE (unit size 10 mg)	0.999 2	±	0.000 6
BCR-154	DIBENZ[a,i]ACRIDINE	0.999 0	+	0.000 7
			-	0.001 0
BCR-155	DIBENZ[a,c]ACRIDINE	0.999 1	+	0.000 7
			-	0.000 8
BCR-156R	DIBENZ[c,h]ACRIDINE (unit size 10 mg)	0.993 6	±	0.002 1
BCR-157	BENZ[a]ACRIDINE	0.998 2	±	0.001 8
BCR-158	BENZ[c]ACRIDINE	0.998 7	±	0.001 3
			-	0.001 8
BCR-159	DIBENZO[a,h]PYRENE	0.993	±	0.007
BCR-160R	FLUORANTHENE (unit size 10 mg)	0.996	+	0.004
			-	0.005
BCR-168	PICENE (unit size 10 mg)	0.998	+	0.001 3
			-	0.004
BCR-177R	PYRENE (unit size 10 mg)	0.998 0	±	0.000 4

Availability: Amber vials containing about 100 mg of powdered material.

	Polycyclic aromatic compounds			
BCR-152	DIBENZ[a,i]ACRIDINE	0.998 5	+	0.001 0
			-	0.000 8
BCR-265	DIBENZO[a,e]FLUORANTHENE	0.998 5	+	0.001 6
			-	0.001 0
BCR-266	7H-DIBENZO[c,g]CARBAZOLE	0.997 1	±	0.001 6
BCR-267	INDENO[1,2,3-cd]FLUORANTHENE	0.998 6	+	0.000 9
			-	0.000 8
BCR-269	CHRYSENE	0.992 8	±	0.002 8
BCR-270	TRIPHENYLENE	0.998 4	+	0.001 0
			-	0.000 6
BCR-271	BENZ[a]ANTHRACENE	0.998 4	±	0.000 9
BCR-272	CORONENE	0.998 9	+	0.000 6
			-	0.000 4

Availability: Amber vials containing about 20 mg of powdered material.

Dr. Ehrenstorfer Reference Materials

PAH Mixes

These mixes have been designed by our customers, many for European methodology. Should you not find a mix that meets your needs, please telephone or fax us with your requirements, including a list of components, concentrations, solvent and quantity required. We can produce any mix and will be delighted to provide a quotation.

PAH Mix 1 - (WHO 6)

Benzo(b)fluoranthene	2 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene	2 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene	2 ng/µl
Benzo(a)pyrene	2 ng/µl
Fluoranthene	10 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene	2 ng/µl

in acetonitrile, cyclohexane	
L 20950100AL	10ml GD
L 20950100CY	10ml GD

in acetonitrile	
LS20950100AL	3 x 1ml GD

PAH Mix 3 - (WHO 6)

Benzo(b)fluoranthene	20 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene	20 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene	20 ng/µl
Benzo(a)pyrene	20 ng/µl
Fluoranthene	50 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene	40 ng/µl

in acetonitrile or cyclohexane	
L 20950300AL	10ml HD
L 20950300CY	10ml HD

The mix with 16 deuterated compounds is available in the Deuterated PAH Mix Section on the next pages.

PAH Mix 8

Anthracene	50 ng/µl
Benzo(a)anthracene	10 ng/µl
Benzo(b)fluoranthene	10 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene	10 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene	10 ng/µl
Benzo(a)pyrene	10 ng/µl
Chrysene	50 ng/µl
Dibenz(a,h)anthracene	10 ng/µl
7,12-Dimethylbenzo(a)anthracene	10 ng/µl
Fluoranthene	50 ng/µl
Fluorene	10 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene	10 ng/µl
Perylene	10 ng/µl
Pyrene	50 ng/µl

in acetonitrile	
L 20950800AL	10ml BHL

PAH Mix 9 - (US EPA 16)

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene

10 ng/µl each component
in acetonitrile or cyclohexane
(please specify solvent)

L 20950900AL	10ml	BEK
L 20950900CY	10ml	BEK
LS20950900AL	5x1ml	BEK
LS20950900CY	5x1ml	BEK

100 ng/µl each component
in acetonitrile, cyclohexane
(please specify solvent)

X 20950900AL	10ml	CGA
X 20950900CY	10ml	CGA
XA20950900AL	1ml	FK
XA20950900CY	1ml	FK

PAH-Mix 9 deuterated
16 compounds as in EPA 610

Acenaphthene D10
Acenaphthylene D8
Anthracene D10
Benzo(a)anthracene D12
Benzo(b)fluoranthene D12
Benzo(k)fluoranthene D12
Benzo(g,h,i)perylene D12
Benzo(a)pyrene D12
Chrysene D12
Dibenz(a,h)anthracene D14
Fluoranthene D10
Fluorene D10
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene D12
Naphthalene D8
Phenanthrene D10
Pyrene D10

10 ng/µl each component in cyclohexane	10ml
L 20950902CY	EGA

100 ng/µl each component in cyclohexane	1ml
XA20950902CY	EGA

PAH Mix 13 - (US EPA 16)

Acenaphthene	100 ng/µl
Acenaphthylene	100 ng/µl
Anthracene	10 ng/µl
Benzo(a)anthracene	10 ng/µl
Benzo(b)fluoranthene	10 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene	10 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene	10 ng/µl
Benzo(a)pyrene	10 ng/µl
Chrysene	10 ng/µl
Dibenz(a,h)anthracene	10 ng/µl
Fluoranthene	10 ng/µl
Fluorene	10 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene	10 ng/µl
Naphthalene	100 ng/µl
Phenanthrene	10 ng/µl
Pyrene	10 ng/µl

in acetonitrile	10ml
L 20951300AL	CEA

PAH Mix 14

Mix of PAHs for US EPA Method 610 plus 1-Methylnaphthalene and 2-Methylnaphthalene

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene
1-Methylnaphthalene
2-Methylnaphthalene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene

10 ng/µl each component in acetonitrile or cyclohexane	
L 20951400AL	10ml BHL
L 20951400CY	10ml BHL
2000 ng/µl each component in acetone : benzene 1:1	
YA20951400AB	1ml HD

Dr. Ehrenstorfer Reference Materials

PAH Mix 18

PAH for US EPA 610 + Perylene

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Perylene
Pyrene

10 ng/µl each component
in acetonitrile 10ml
L 20951800AL BGL

PAH Mix 20 - (WHO 6)

Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Fluoranthene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene

10 ng/µl each component
in acetonitrile 10ml
L 20952000AL LE

PAH Mix 24 deuterated

Acenaphthene D10 10 ng/µl
Chrysene D12 10 ng/µl
Naphthalene D8 10 ng/µl
Perylene D12 10 ng/µl
Phenanthrene D10 10 ng/µl

in hexane 1ml
LA20952400HE FC

PAH Mix 25 - (US EPA 16)

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(a)pyrene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3-cd)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene

2000 ng/µl each component
in acetone:benzene 50:50 1ml
YA20952500AB KE

PAH Mix 27 - (WHO 6)

Benzo(b)fluoranthene 125 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene 25 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene 125 ng/µl
Benzo(a)pyrene 25 ng/µl
Fluoranthene 200 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene 125 ng/µl

in acetonitrile 1ml
LA20952700AL EF

PAH Mix 31 deuterated

Acenaphthene D10
Chrysene D12
Naphthalene D8
Perylene D12
Phenanthrene D10

1000 ng/µl each component
in toluene 1ml
YA20953100TO GK

PAH Mix 39 - (US EPA 16)

Acenaphthylene 100 ng/µl
Acenaphthene 50 ng/µl
Anthracene 10 ng/µl
Benzo(a)anthracene 25 ng/µl
Benzo(b)fluoranthene 25 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene 10 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene 50 ng/µl
Benzo(a)pyrene 25 ng/µl
Chrysene 25 ng/µl
Dibenz(a,h)anthracene 50 ng/µl
Fluoranthene 50 ng/µl
Fluorene 25 ng/µl
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene 100 ng/µl
Naphthalene 100 ng/µl
Phenanthrene 50 ng/µl
Pyrene 50 ng/µl

in acetonitrile 10ml
X 20953900AL CAA

PAH Mix 45

Mix of PAHs for US EPA Method 610 plus
Benzo(e)pyrene & Perylene

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Benzo(e)pyrene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene
Naphthalene
Perylene
Phenanthrene
Pyrene

10 ng/µl each component
in acetonitrile and cyclohexane
(please specify solvent)
L 20954500AL 10 ml CAA
L 20954500CY 10 ml CAA

PAH Mix 50 - (US EPA 16)

Acenaphthene 1000 ng/µl
Acenaphthylene 1000 ng/µl
Anthracene 50 ng/µl
Benzo(a)anthracene 1 ng/µl
Benzo(a)pyrene 5 ng/µl
Benzo(b)fluoranthene 1 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene 5 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene 1 ng/µl
Chrysene 50 ng/µl
Dibenz(a,h)anthracene 10 ng/µl
Fluoranthene 50 ng/µl
Fluorene 100 ng/µl
Indeno(1,2,3-cd)pyrene 10 ng/µl
Naphthalene 1000 ng/µl
Phenanthrene 50 ng/µl
Pyrene 50 ng/µl

in acetonitrile 1ml
XA05500100AL LE

PAH Mix 61 - (US EPA 16)

Acenaphthene 1000 ng/µl
Acenaphthylene 2000 ng/µl
Anthracene 100 ng/µl
Benzo(a)anthracene 100 ng/µl
Benzo(a)pyrene 100 ng/µl
Benzo(b)fluoranthene 200 ng/µl
Benzo(g,h,i)perylene 200 ng/µl
Benzo(k)fluoranthene 100 ng/µl
Chrysene 100 ng/µl
Dibenz(a,h)anthracene 200 ng/µl
Fluoranthene 200 ng/µl
Fluorene 200 ng/µl
Indeno(1,2,3-cd)pyrene 100 ng/µl
Naphthalene 1000 ng/µl
Phenanthrene 100 ng/µl
Pyrene 100 ng/µl
(16 compounds)

in acetone/methanol (1:1) 1ml
XA06100100AM FK

PAH Mix 63 - (US EPA 16)

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(a)pyrene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Chrysene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3-cd)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene
(16 compounds)

1000 ng/µl each component
in toluene 1ml
YA06100300TO BCK

Dr. Ehrenstorfer Reference Materials

PAH Mix 64

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(a)pyrene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Carbazole
Chrysene
Dibenzo(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3-cd)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene
(17 compounds)

2000 ng/µl each component
in dichloromethane:benzene (1:1) 1ml
YA0610040BD BDK

PAH Mix 68 - (US EPA 16)

Acenaphthene
Acenaphthylene
Anthracene
Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Benzo(e)pyrene
Chrysene
Cyclopenta(c,d)pyrene
Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene
Fluorene
Indeno(1,2,3,c,d)pyrene
Naphthalene
Phenanthrene
Pyrene

100 ng/µl each component
in cyclohexane 1ml
XA20956800CY KL

PAH Mix 170

Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(j)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Chrysene
Cyclopenta(c,d)pyrene
Dibenzo(a,h)anthracene
Dibenzo(a,e)pyrene
Dibenzo(a,h)pyrene
Dibenzo(a,i)pyrene
Dibenzo(a,l)pyrene
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene
5-Methylchrysene

50 ng/µl each component
in acetonitrile 1ml
XA20950170AL KE

PAH Mix 183

Benzo(a)anthracene
Benzo(b)fluoranthene
Benzo(j)fluoranthene
Benzo(k)fluoranthene
Benzo(c)fluorene (3,4-Benzofluorene)
Benzo(g,h,i)perylene
Benzo(a)pyrene
Chrysene
Cyclopenta(c,d)pyrene
Dibenzo(a,h)anthracene
Dibenzo(a,e)pyrene
Dibenzo(a,h)pyrene
Dibenzo(a,i)pyrene
Dibenzo(a,l)pyrene
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene
5-Methylchrysene
(17 compounds)

10 ng/µl each component
in cyclohexane
LA20950183CY 1ml FK
L 20950183CY 10ml CFA

Deuterated PAH Mixes

PAH Mix 24 deuterated

Acenaphthene D10
Chrysene D12
Naphthalene D8
Perylene D12
Phenanthrene D10

10 ng/µl each component
in hexane 1ml
LA20952400HE FC

Internal Standards Mix 25

Acenaphthene D10
Chrysene D12
Perylene D12
Phenanthrene D10

500 ng/µl each component
in acetone 1ml
XA05250600AC EF

Internal Standards Mix 26

Acenaphthene D10
Chrysene D12
1,4-Dichlorobenzene D4
Naphthalene D8
Perylene D12
Phenanthrene D10

4000 ng/µl each component
in dichloromethane 1ml
YA08272600DI HL

PAH Mix 31

Acenaphthene D10
Chrysene D12
Naphthalene D8
Perylene D12
Phenanthrene D10

1000 ng/µl each component
in toluene 1ml
YA20953100TO GK

Internal Standards Mix 33

Acenaphthene D10
Chrysene D12
1,4-Dichlorobenzene D4
Naphthalene D8
Perylene D12
Phenanthrene D10

2000 ng/µl each component
in toluene 1ml
YA08273300TO EA

2000 ng/µl each component
in toluene 10ml
Y 08273300TO DBA

PAH-Mix 9 deuterated

16 compounds as in EPA 610

Acenaphthene D10
Acenaphthylene D8
Anthracene D10
Benzo(a)anthracene D12
Benzo(b)fluoranthene D12
Benzo(k)fluoranthene D12
Benzo(g,h,i)perylene D12
Benzo(a)pyrene D12
Chrysene D12
Dibenz(a,h)anthracene D14
Fluoranthene D10
Fluorene D10
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene D12
Naphthalene D8
Phenanthrene D10
Pyrene D10

10 ng/µl each component
in cyclohexane 10ml
L 20950902CY EGA

100 ng/µl each component
in cyclohexane 1ml
XA20950902CY EGA

LGC referenční materiály (www.lgcstandards.com)

Home page > Analytical reference materials, standards and c... > Environmental contaminant standards from CIL > Polycyclic aromatic hydrocarbon (PAH) > Carbon-13 labelled polycyclic aromatic hydrocar...

Carbon-13 labelled polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) standards

[36] Products available

Enter search term...

1-Chloropyrene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-8267-1.2
1-Hydroxynaphthalene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-7701-1.2
1-Hydroxyphenanthrene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-7669-1.2
1-Hydroxypyrene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-9012-1.2
2-Hydroxyfluorene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-6087-1.2
2-Hydroxynaphthalene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-7713-1.2
2-Hydroxyphenanthrene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-8463-T-1.2
2-Methylnaphthalene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3621-1.2
3-Hydroxyfluorene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-8977-1.2
3-Hydroxyphenanthrene (ring-13C6,99%) 50 µg/mL in Acetonitrile	CIL-CLM-4859-1.2
4-Hydroxyphenanthrene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-7670-1.2
6-Hydroxychrysene (13C6,99%) Mix of labelling 50 µg/mL in Acetonitrile	CIL-CLM-4860-1.2
7-Chlorobenz[a]anthracene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-8989-1.2
9-Hydroxyfluorene (13C6,99%) 50 µg/mL in Toluene	CIL-CLM-7700-1.2
Acenaphthene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-1643-1.2
Acenaphthylene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-2477-1.2
Anthracene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-1333-1.2
Benzo[a]anthracene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3602-1.2
Benzo[a]pyrene (13C4,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-2722-1.2
Benzo[b]fluoranthene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3599-1.2

Page < 1 2 >

Home page > Analytical reference materials, standards and c... > Environmental contaminant standards from CIL > Polycyclic aromatic hydrocarbon (PAH) > Carbon-13 labelled polycyclic aromatic hydrocar...

Carbon-13 labelled polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) standards

[36] Products available

Enter search term...

Benzo(ghi)perylene (13C12,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-1364-1.2
Benzo(k)fluoranthene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3756-1.2
Benzo[e]pyrene (9,10,11,12-13C4,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-6170-1.2
CDC OH-PAH Calibration Standards CS1-CS10 (unlabelled/13C,99%) in Toluene	CIL-ES-5472
CDC OH-PAH Spiking Standard (13C,99%) in Acetonitrile	CIL-ES-5473
CDC PCB Recovery Standard for DH-PAHS (13C12,99%)	CIL-ES-5474
Chrysene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3757-1.2
Dibenz(ah)anthracene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3598-1.2
Dibenzo(a,e)pyrene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3835-1.2
Dibenzo(a,i)pyrene (13C12,99%) 50 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3774-A
Fluoranthene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3597-1.2
Fluorene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3596-1.2
Indeno(1,2,3-cd)pyrene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3600-1.2
Naphthalene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-1332-1.2
Phenanthrene (13C6,99%) 100 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-2451-1.2
Pyrene (13C3,99%) 100/10 µg/mL in Nonane	CIL-CLM-3601-1.2

Page < 1 2 >

Podrobnější informace jsou uvedeny v katalogu a získají se kliknutím na příslušný RM.

V databázi COMAR není matrice potraviny pro PAH příliš zastoupena. Našli jsme pouze několik referenčních materiálů. Uvádíme skenované informace:

Český referenční materiál Panenský olivový olej

Order number	Trade name	Quantity
CRM CZ 7007	PAHs and some pesticides in extra virgin oil	2 x 50 ml

Certified values and their uncertainties and non-certified values of contents of analytes in CZ 7007

Analyte	Mass fraction		Number of accepted sets of data
	Mean of the lab means ($\mu\text{g/kg}$) ¹⁾	Uncertainty ($\mu\text{g/kg}$) ^{2,3)}	
Anthracene	3.72	0.26	8
Benzo[a]anthracene	4.78	0.38	7
Benzo[b]fluoranthene	3.18	0.30	7
Benzo[k]fluoranthene	2.22	0.19	7
Benzo[ghi]perylene	2.19	0.18	8
Benzo[a]pyrene	2.47	0.18	9
Chrysene	6.21	0.43	8
Dibenzo[a,h]anthracene	0.50	0.06	8
Fluoranthene	15.7	1.2	8
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	2.44	0.18	8
Phenanthrene	42.3	3.8	8
Pyrene	14.6	1.2	7
Chlorpyrifos-methyl	182	13	8
Endosulfan sulfate	186	13	7
Non-certified analytes			
Benzo[j]fluoranthene	1.57	(0.15)	4
Benzo[c]fluorene	1.68	(0.31)	5
Cyclopenta[cd]pyrene	3.16	(0.38)	5
Dibenzo[a,e]pyrene	2.31	(0.34)	5
Dibenzo[a,e]pyrene	2.83	(0.38)	6
Dibenzo[a,e]pyrene	2.67	(0.28)	6
Dibenzo[a,e]pyrene	2.80	(0.35)	6
5-methylchrysene	1.53	(0.15)	4

1) This value is the unweighed mean of the means of accepted sets of results

2) Expanded combined uncertainty ($k=2$)

3) The uncertainty of non-certified values are presented in parentheses

BCR Kokosový olej



EUROPEAN COMMISSION
JOINT RESEARCH CENTRE
Institute for Reference Materials and Measurements



CERTIFIED REFERENCE MATERIAL BCR[®] – 458

CERTIFICATE OF ANALYSIS

COCONUT OIL			
	Mass fraction		Number of accepted sets of data p
	Certified value ¹⁾ [µg/kg]	Uncertainty ²⁾ [µg/kg]	
Pyrene	9.4	1.5	10
Chrysene	4.9	0.4	12
Benzo[k]fluoranthene	1.87	0.18	13
Benzo[a]pyrene	0.93	0.09	12
Benzo[ghi]perylene	0.97	0.07	10
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	1.00	0.07	9

1) Unweighted mean value of the means of p accepted sets of data, each set being obtained in a different laboratory and/or with a different method of determination. The value is traceable to the International System of Units (SI).

2) The uncertainty is taken as the half width of the 95 % confidence interval of the mean defined in (1), including allowance for the uncertainty of the mass concentrations of PAH calibrant solution used in the certification study (see section 7.6 of the certification report).

This certificate is valid for one year after purchase.

Sales date:

The minimum amount of sample to be used is 2 g.

NOTE

This material has been certified by BCR (Community Bureau of Reference, the former reference materials programme of the European Commission). The certificate has been revised under the responsibility of IRMM.

Brussels, November 1996
Latest revision: April 2008

Signed: _____

Prof. Dr. Hendrik Emons
Unit for Reference Materials
EC-JRC-IRMM
Retieseweg 111
2440 Geel, Belgium

Fish and fish products

Code	Product	Unit
New NIST-2974A	Mussel tissue - Organics	5 g

This Standard Reference Material® (SRM®) is intended for use in evaluating analytical methods for the determination of selected polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs), polychlorinated biphenyl (PCB) congeners, chlorinated pesticides, polybrominated diphenyl ether (PBDE) congeners, hexabromocyclododecane (HBCD) isomers, methylmercury, inorganic mercury, and total mercury in marine bivalve mollusk tissue and similar matrices. All of the constituents for which certified and reference values are provided are naturally present in the freeze-dried mussel tissue. A unit of NIST-2974A consists of one bottle containing approximately 5 g of freeze-dried mussel tissue.

Certified Concentration Values for Selected PAHs in NIST-2974A

	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	
Phenanthrene	74.4 ± 4.7	Benzo[c]phenanthrene	23.2 ± 1.9
1-Methylphenanthrene	17.6 ± 1.6	Benzo[a]anthracene	31.1 ± 3.9
2-Methylphenanthrene	28.2 ± 2.6	Chrysene and Triphenylene	123.6 ± 2.9
3-Methylphenanthrene	24.1 ± 1.4	Benzo[b]fluoranthene	41.5 ± 2.6
9-Methylphenanthrene	15.9 ± 1.3	Benzo[j]fluoranthene	21.4 ± 1.1
4-H-Cyclopenta[def]phenanthrene	13.15 ± 0.71	Benzo[k]fluoranthene	18.95 ± 0.54
Fluoranthene	287 ± 34	Benzo[e]pyrene	58.9 ± 2.9
Pyrene	166 ± 21	Benzo[a]pyrene	9.73 ± 0.43
1-Methylpyrene	10.69 ± 0.83	Perylene	6.80 ± 0.34
4-Methylpyrene	19.77 ± 0.89	Benzo[ghi]perylene	23.7 ± 2.2
Benzo[ghi]fluoranthene	18.7 ± 1.7		

Certified Concentration Values for Selected PCB Congeners in NIST-2974A

	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	
PCB 8	2,4'-Dichlorobiphenyl	2.01 ± 0.08
PCB 18	2,2',5'-Trichlorobiphenyl	4.03 ± 0.22
PCB 44	2,2',3,5'-Tetrachlorobiphenyl	16.24 ± 0.71
PCB 49	2,2',4,5'-Tetrachlorobiphenyl	17.1 ± 1.2
PCB 52	2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl	22.42 ± 0.92
PCB 66	2,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl	20.6 ± 1.1
PCB 70	2,3',4',5'-Tetrachlorobiphenyl	15.45 ± 0.64
PCB 74	2,4,4',5'-Tetrachlorobiphenyl	9.02 ± 0.37
PCB 87	2,2',3,4,5'-Pentachlorobiphenyl	14.36 ± 0.56
PCB 95	2,2',3,5',6'-Pentachlorobiphenyl	23.72 ± 0.49
PCB 99	2,2',4,4',5'-Pentachlorobiphenyl	24.51 ± 0.54
PCB 101	2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphenyl	39.84 ± 0.96
PCB 105	2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl	16.47 ± 0.43
PCB 110	2,3,3',4',6'-Pentachlorobiphenyl	35.88 ± 0.87
PCB 118	2,3',4,4',5'-Pentachlorobiphenyl	42.9 ± 2.1
PCB 128	2,2',3,3',4,4'-Hexachlorobiphenyl	8.24 ± 0.33
PCB 138	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	61.5 ± 2.3
PCB 146	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	8.07 ± 0.40
PCB 149	2,2',3,4,4',5',6'-Hexachlorobiphenyl	31.77 ± 0.95
PCB 151	2,2',3,5,5',6'-Hexachlorobiphenyl	5.99 ± 0.20
PCB 153	2,2',4,4',5',6'-Hexachlorobiphenyl	78.8 ± 2.5
PCB 156	2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	5.80 ± 0.25
PCB 170	2,2',3,3',4,4',5'-Heptachlorobiphenyl	2.04 ± 0.08
PCB 177	2,2',3,3',4,4',5,6'-Heptachlorobiphenyl	5.48 ± 0.20
PCB 180	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	5.31 ± 0.16
PCB 183	2,2',3,3',4,4',5,6'-Heptachlorobiphenyl	7.06 ± 0.26
PCB 187	2,2',3,4,4',5,6'-Heptachlorobiphenyl	15.52 ± 0.48
PCB 194	2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	0.485 ± 0.040

Certified Concentration Values for Selected Chlorinated Pesticides in NIST-2974A

	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	
Hexachlorobenzene	0.113 ± 0.007	cis-Chlordane	8.54 ± 0.17
4,4'-DDE	17.37 ± 0.82	trans-Chlordane	7.12 ± 0.15
4,4'-DDD	13.56 ± 0.58	cis-Nonachlor	1.91 ± 0.10
4,4'-DDT	6.78 ± 0.32	trans-Nonachlor	5.60 ± 0.39

Certified Concentration Values for Selected PBDE Congeners in NIST-2974A

	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	
PBDE 28	2,4,4'-Tribromodiphenyl ether	0.905 ± 0.051
PBDE 33	2,3,4-Tribromodiphenyl ether	
PBDE 49	2,2',4,5'-Tetrabromodiphenyl ether	1.36 ± 0.06
PBDE 99	2,2',4,4',5'-Pentabromodiphenyl ether	4.78 ± 0.24
PBDE 153	2,2',4,4',5,5'-Hexabromodiphenyl ether	0.201 ± 0.014
PBDE 209	Decabromodiphenyl ether	1.99 ± 0.11

Certified Concentration Value of Methylmercury, Inorganic Mercury, and Total Mercury in NIST-2974A

	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	Mass Fraction µg/kg (dry-mass basis)	
Methylmercury	69.06 ± 0.81	Total Mercury	195 ± 3
Inorganic Mercury	122 ± 3		

Reference values for selected PAHs, PCBs and PBDE Congeners.

Fish and fish products

Code Product Unit
New NIST-1974B Mussel tissue (frozen) - PAHs, PCBs, Pesticides 5 x 8 - 10 g

Standard Reference Material NIST-1974b is a frozen mussel tissue homogenate intended for use in evaluating analytical methods for the determination of selected polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs), polychlorinated biphenyl (PCB) congeners, and chlorinated pesticides in marine bivalve mollusk tissue and similar matrices. All of the constituents for which certified and reference values are provided in NIST-1974b were naturally present in the tissue material before processing. A unit of NIST-1974b consists of five bottles each containing approximately 8 g to 10 g (wet basis) of frozen tissue homogenate.

Certified Concentrations for Selected PAHs in NIST-1974b

	Mass Fractions in µg/kg	
	Wet-Mass Basis	Dry-Mass Basis
Naphthalene	2.43 ± 0.12	24.0 ± 1.2
Fluorene	0.494 ± 0.036	4.88 ± 0.36
Phenanthrene	2.58 ± 0.11	25.5 ± 1.1
Anthracene	0.527 ± 0.071	5.20 ± 0.71
1-Methylphenanthrene	0.98 ± 0.13	9.66 ± 1.3
2-Methylphenanthrene	1.28 ± 0.31	24.0 ± 1.2
3-Methylphenanthrene	1.27 ± 0.04	12.5 ± 0.4
Fluoranthene	17.1 ± 0.7	169 ± 7
Pyrene	18.04 ± 0.6	178 ± 6
Benzo[a]anthracene	4.74 ± 0.53	46.8 ± 5.2
Chrysene	6.3 ± 1.0	62.2 ± 9.9
Triphenylene	4.33 ± 0.72	42.7 ± 7.1
Benzo[b]fluoranthene	6.46 ± 0.59	63.8 ± 5.8
Benzo[j]fluoranthene	2.99 ± 0.29	29.5 ± 2.9
Benzo[k]fluoranthene	3.16 ± 0.18	31.2 ± 1.8
Benzo[e]pyrene	0.634 ± 0.074	6.26 ± 0.73
Benzo[a]pyrene	10.3 ± 1.1	102 ± 11
Perylene	2.80 ± 0.38	27.6 ± 3.8
Benzo[ghi]perylene	0.99 ± 0.14	9.8 ± 1.4
Benzo[ghi]perylene	3.12 ± 0.33	30.8 ± 3.3
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	2.14 ± 0.11	21.1 ± 1.1
Dibenz[a,h]anthracene	0.327 ± 0.031	3.23 ± 0.31

Certified Concentrations for Selected PCB Congeners in NIST-1974b

	Mass Fractions in µg/kg	
	Wet-Mass Basis	Dry-Mass Basis
PCB 18	0.84 ± 0.13	8.30 ± 1.3
PCB 28	3.43 ± 0.25	33.9 ± 2.5
PCB 31	2.88 ± 0.23	28.4 ± 2.3
PCB 44	3.85 ± 0.20	38.0 ± 2.0
PCB 49	5.66 ± 0.23	55.9 ± 2.3
PCB 52	6.26 ± 0.37	61.8 ± 3.7
PCB 66	8.57 ± 0.37	82.9 ± 3.7
PCB 70	6.01 ± 0.22	59.3 ± 2.2
PCB 74	3.55 ± 0.23	35.0 ± 2.3
PCB 82	1.16 ± 0.14	11.5 ± 1.4
PCB 87	4.33 ± 0.36	42.7 ± 3.6
PCB 95	6.04 ± 0.36	59.6 ± 3.6
PCB 99	5.92 ± 0.27	58.4 ± 2.7
PCB 101	10.7 ± 1.1	106 ± 11
PCB 105	4.00 ± 0.18	39.5 ± 1.8
PCB 107	1.03 ± 0.12	10.2 ± 1.2
PCB 110	10.0 ± 0.7	99.1 ± 7.1
PCB 118	10.3 ± 0.4	102 ± 4
PCB 128	1.79 ± 0.12	17.7 ± 1.2
PCB 132	2.43 ± 0.25	24.0 ± 2.5
PCB 138	9.2 ± 1.4	91 ± 14
PCB 146	1.92 ± 0.16	19.0 ± 1.6
PCB 149	7.01 ± 0.28	69.2 ± 2.8
PCB 151	1.86 ± 0.16	18.4 ± 1.6
PCB 153	12.3 ± 0.8	121 ± 8
PCB 156	0.718 ± 0.080	7.09 ± 0.79
PCB 158	0.999 ± 0.096	9.86 ± 0.95
PCB 170	0.269 ± 0.034	2.66 ± 0.34
PCB 180	1.17 ± 0.10	11.5 ± 1.0
PCB 183	1.25 ± 0.03	12.3 ± 0.3
PCB 187	2.94 ± 0.15	29.0 ± 1.5

Certified Concentrations for Selected Chlorinated Pesticides in NIST-1974b

	Mass Fractions in µg/kg	
	Wet-Mass Basis	Dry-Mass Basis
cis-Chlordane	1.36 ± 0.10	13.4 ± 1.0
trans-Chlordane	1.14 ± 0.17	11.3 ± 1.7
trans-Nonachlor	1.30 ± 0.14	12.8 ± 1.4
2,4'-DDE	0.336 ± 0.044	3.32 ± 0.43
4,4'-DDE	4.15 ± 0.384	40.8 ± 3.8
2,4'-DDD	1.09 ± 0.16	10.8 ± 1.6
4,4'-DDD	3.34 ± 0.22	33.0 ± 2.2

Certified and Reference Concentrations for Total Mercury and Methylmercury in NIST1974b

	Mass Fraction in µg/kg	
	Wet-Mass Basis	Dry-Mass Basis
Total Mercury	17.0 ± 1.1	167 ± 11
Methylmercury	7.05 ± 0.44	69.6 ± 4.3

Indicative values for selected PAHs, PCB congeners and total PCBs, chlorinated pesticides and total extractable organics, additional trace elements

4.3 Nové měřicí postupy pro PAH v potravinách

Rešerše nových měřicích postupů je uvedena v Příloze 1

4.4 Možné variace odhadu nejistot pro stanovení PAH ve složitých biotických maticích

Pojednání o odhadu nejistot je rovněž součástí Přílohy 1

4.5 Celkové zhodnocení

Pro zavedení CMC do databáze BIPM je třeba

- a) vybrat matici, nejvhodnější se jeví olivový olej, neboť Metrologická a zkušební laboratoř (MZL) certifikovala český referenční materiál CRM CZ 7007, produkováný firmou Analytika, s.r.o.
- b) pokusit se zorganizovat MPZ v rámci EURAMET, což vyžaduje spolupráci s ČMI a ÚNMZ

MZL má instrumentální vybavení na vysoké úrovni, účastní se úspěšně mezinárodních PT, má kvalifikovaný personál.

5 ANALÝZA NEJISTOT S MONTE CARLO SIMULACÍ

Nová definice kalibrace ve VIM3 (Mezinárodní metrologický slovník – Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny, TNI 01 0115, 2009)

činnost, která za specifických podmínek v prvním kroku stanoví vztah mezi hodnotami veličiny a nejistotami měření poskytnutými standardy a odpovídajícími indikacemi s přidruženými nejistotami měření a ve druhém kroku použije tyto informace ke stanovení vztahu pro získání výsledku měření z indikace

zásadním způsobem mění experimentální postup a vyhodnocení kalibrace i v oblasti analytické chemie. Primární data musí obsahovat nejen hodnoty koncentrací (obsahu) měřené veličiny (measurand) a odpovídajících instrumentálních signálů, ale i příslušné kombinované nejistoty. Pro kalibraci a predikci koncentrací (obsahů) neznámých vzorků se používá celá řada výpočetních algoritmů. Úkolem tohoto projektu bude porovnání stávajících algoritmů s metodou Monte Carlo (citace v uživatelské příručce). Součástí komplexního systému bude i program pro odhad nejistoty výsledku (bottom up i top down) s použitím metody Monte Carlo. Metoda Monte Carlo je v současné době hojně používána v nechemické metrologii, projekt bude řešit i otázku, zda je pro oblast chemické metrologie metoda Monte Carlo vhodná.

Vzhledem k nové definici kalibrace je nutné používat i nové výpočetní postupy, jak bylo ukázáno v KVALIMETRII 16¹. Mezi tyto postupy řadíme např. bivariátní regresi, která byla použita právě v tomto projektu.

Pro výpočet nejistot z rovnice měření byla rovněž použita metoda Monte Carlo simulace.

V následujících tabulkách je ukázáno srovnání různých výpočetních postupů.

Výpočet pomocí rovnice měření

Vstupní data

Tabulka 1 Data pro stanovení dusičnanů iontovou chromatografií

c	u(c)	y	u(y)
1,000	0,050	20123	312
2,000	0,090	41100	315
3,000	0,110	60090	712
4,000	0,230	80400	716
5,000	0,300	100230	295

Měření vzorku	hodnota		u
	Y _{vz}	50230	500
Výtěžnost	0,8	0,1	

c – koncentrace v mg/L; y je plocha píku

Výsledky

Tabulka 2 Hodnoty koncentrací vypočtené různými metodami

bracketing+Kragten	3,10 ± 0,80 (k=2)
Monte Carlo	3,15 ± 0,84 (k=2)

Výpočet pomocí kalibrační křivky

Vstupní data

Tabulka 3 Data pro predikci koncentrace z kalibrační křivky – stanovení dusičnanů iontovou chromatografií

c	u(c)	y	u(y)
1,000	0,050	20123	312
2,000	0,090	41100	315
3,000	0,110	60090	712
4,000	0,230	80400	716
5,000	0,300	100230	295

Měření signálu vzorku	<i>hodnota, y</i>	<i>u(y)</i>
	50230	500

Výtěžnost	<i>výtěžnost</i>	<i>u(rec)</i>
	0,80	0,10

Výsledky

Tabulka 4 Hodnoty koncentrací vypočtené různými metodami

Bivariátní regrese	3,11 ± 0,78 (k=2)
Monte Carlo	3,11 ± 0,78 (k=2)

Porovnání metody MC se zavedenými postupy odhadu nejistot

Výsledky, uvedené v předchozím textu, ukazují, že není rozdíl v používání různých, zavedených, postupů. Snahou autorů zprávy bylo zavést metodu simulace MC do praxe jednotlivých českých laboratoří a vyhovět rozšíření GUM. Programový soubor je komplexní, dá se snadno implantovat do laboratoře. Zdá se, že je výhodnější pro nechemické obory, které využívají složitých a rozsáhlých rovnic měření, musí počítat derivace a může při běžné aplikaci dojít k lidským chybám.

6 PLNĚNÍ ÚKOLU PROGRAMU ROZVOJE METROLOGIE PRM 2012, VIII/4/12

Dílčí cíle

a) *Případová studie*

Případová studie je uvedena v kapitole 4 a v Příloze 1

b) *Analýza nejistot s Monte Carlo simulací*

Analýza nejistot je uvedena v kapitole 5 a v přílohách 2, 3 a 4

Výsledky řešení

a) Případová studie, viz **kapitola 4 a Příloha 1**

b) uživatelská příručka, viz **Příloha 2**

c) program pro MC simulaci viz **Příloha 3**

d) program pro bivariátní regresi¹ viz **Příloha 4**

7 LITERATURA

1. Miloslav Suchánek: KVALIMETRIE 16. Statistické metody v metrologii a analytické chemii, EURACHEM ČR, Praha 2009, ISBN 80-86322-04-1

PŘÍLOHA 1 Nové postupy pro stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků potravinách - rešerše

Viz pdf soubor **Priloha_1.pdf**

PŘÍLOHA 2 Uživatelská příručka pro analýzu nejistot

Viz pdf soubor **Priloha_2.pdf**

PŘÍLOHA 3

Elektronická příloha **Uncertainty_MC.xlsm**

PŘÍLOHA 4

Elektronická příloha **Bivariate.xls**

PŘÍLOHA 5

Viz soubor **Plánovací list.doc**