



1 Co nového v EURACHEM?

Z diskuse na valném shromáždění

Valné shromáždění EURACHEM (Athény, květen 2008 – viz též příspěvek D. Mildeho) opět potvrdilo zaměření této organizace na nejširší okruh otázek spojených se zabezpečováním kvality v analytických laboratořích a metrologii v chemii. EURACHEM může bezpochyby přispět k řešení takových aktuálních problémů, jako je harmonizace akreditace laboratoří na mezinárodní úrovni, přeshraniční akreditace a podobně. Předmětem diskuse bylo tentokrát především vydání nového mezinárodního metrologického slovníku VIM 3 (ISO/IEC Guide 99), který v některých případech zavádí poněkud pozměněné definice takových základních pojmů, jako je např. měřená veličina apod. EURACHEM, který tyto pojmy pochopitelně používá v řadě dokumentů, které jsou široce využívány a obecně akceptovány, nyní stojí před otázkou, zda tyto dokumenty revidovat tak, aby byly v souladu s novým slovníkem VIM 3, či dokonce zda připravit dokumenty nové. Nutno poznamenat, že podobné dilema v ještě mnohem ostřejší podobě stojí i před námi v naší republice. V diskusi v Athénách zazněly různé názory na to, nakolik je VIM 3 závazným dokumentem a pro koho, nicméně převládaly spíše hlasy doporučující nerevidovat

okamžitě stávající dokumenty a vyčkat, jak se nový VIM a pojmy v něm zavedené osvědčí v „reálném životě“.

Bez zajímavosti zejména z pohledu naší republiky nejsou ani personální změny ve vedení EURACHEM. Náš kandidát M. Suchánek byl zvolen místopředsedou výkonného výboru na následující dvouleté období a D. Milde, další člen našeho výboru, byl zvolen do výkonného výboru EURACHEM. Česká republika tedy získala silné zastoupení ve vedení této významné mezinárodní organizace, což lze považovat za úspěch naší delegace na valném shromáždění.

Pavel Janoš

2 Nejistoty v kontrole potravin

Stejně jako v ostatních oblastech zkoušení mají nejistoty svá specifika i v oblasti zkoušení potravin. Například se zde již řadu let „tradičně“ zohledňují nejistoty při vyhodnocování výsledků zkoušek a za poměrně „osvětlené“ lze označit i fakt, že v posledních letech je tato skutečnost kodifikována i v některých předpisech týkajících se kontaminantů – např. u mykotoxinů [1], těžkých kovů, benzo[a]pyrenu a 3-MCPD [2] nebo dioxinů [3]. V uvedených předpisech je uvedeno, že za nevyhovující lze považovat výsledek až když „...překračuje bez jakýchkoli pochyb maximální limit po korekci na výtěžnost a se zohledněním nejistoty měření.“ [1]. Z uvedených předpisů také vyplývá nutnost korekce výsledku na výtěžnost před jeho porovnáním s legislativním limitem.

Fitness-for-purpose

Relativně nové je z hlediska využití nejistot zavedení přístupu „Fitness-for-purpose“ (posouzení vhodnosti metody pro daný účel) pro hodnocení metod v případě některých kontaminantů [2]. Tento přístup je založen na posouzení použité metody podle požadavku na tzv. „maximální standardní nejistotu měření“, která je definována jako funkce meze detekce (LOD) a koncentrační hladiny (C) následovně:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2]}$$

kde:

U_f je maximální standardní nejistota měření ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

LOD je mez detekce metody ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

C je příslušná koncentrace ($\mu\text{g}/\text{kg}$);

Uvnitř čísla

- 1 Co nového v EURACHEM
- 2 Nejistoty v kontrole potravin
- 3 Symposium „Nový vývoj v měření nejistot v chemické analýze“
- 4 EUROLAB a EUROLAB – CZ
- 5 Valné shromáždění EURACHEM 2008 a workshop Metrology in Chemistry
- 6 Accreditation and Quality Assurance
- 7 Informace

α je číselný faktor používaný v závislosti na hodnotě C.

Hodnoty koeficientu α , které se použijí v závislosti na koncentraci, jsou uvedeny v následující tabulce:

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51–500	0,18
501–1 000	0,15
1 001–10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

V praxi je-li tedy např. legislativní limit pro 3-chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD) stanoven na 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ [4] a LOD metody je 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, maximální standardní nejistota měření na hladině limitu bude $U_f = \sqrt{[(5/2)^2 + (0,2 \cdot 20)^2]} = 4,7 \mu\text{g}/\text{kg}$ a rozšířená nejistota (pro $k=2$) pak tedy bude 9,4 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Postupy pro odhad nejistot v oblasti analýzy potravin

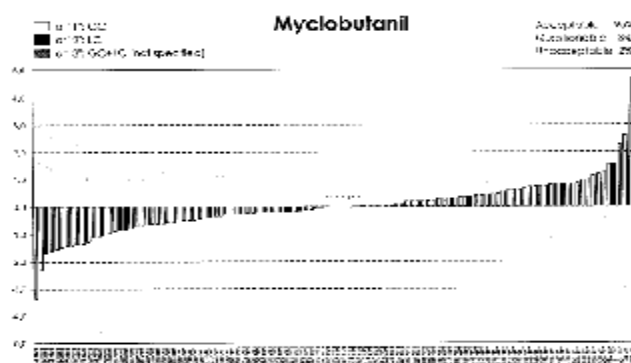
V roce 2004 vyšel poměrně důležitý dokument Report on the Relationship Between Analytical Results, Measurement Uncertainty, Recovery Factors and the Provisions of EU Food and Feed Legislation [5]. Jak již název dokumentu napovídá, zabývá se všeobecnými pravidly pro uvádění výsledků zkoušek a vztahem výsledku měření, výtěžností, nejistotou a ustanoveními v legislativě týkající se potravin a krmiv. Dokument přehledně shrnuje a stručně charakterizuje prakticky všechny dostupné způsoby a zdroje odhadu nejistot využívané a použitelné v oblasti analýzy potravin. Jedná se celkem o 9 odkazů, které se však částečně překrývají a v některých případech odkazují na sebe navzájem:

1. ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) – klasický „Bottom-Up“ postup.
2. EURACHEM / CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement – zahrnující celou řadu způsobů odhadu nejistoty.
3. ISO 5725 – využití dat z mezilaboratorní validace podle - kritické rozdíly (CrD).
4. ISO/TS 21748 – využití opakovatelnosti, reprodukovatelnosti a přesnosti.
5. Rozhodnutí komise 2002/657/EC – postup vycházející z výkonnostních charakteristik analytických metod.
6. Postup podle AOAC International – využití dat z mezilaboratorní validace a z Horwitzovy rovnice.
7. WVA přístup založený na datech z vnitřního řízení kvality (Internal Quality Control).
8. NMKL (NORDIC COMMITTEE ON FOOD ANALYSIS) – přístup využívající data z vnitrolaboratorní validace a regulačních diagramů.
9. Postupy pro mikrobiologické zkoušení – využití reprodukovatelnosti.

Jak je vidět z výše uvedeného přehledu, je většina postupů založena na tzv. „Top-Down“ přístupu využívajícím i) data z mezilaboratorních validačních studií (případně zkoušení způsobilosti) a ii) data z vnitrolaboratorní validace a vnitřní kontroly kvality. Použití „Bottom-Up“ přístupu založeného na klasickém přístupu podle ISO Guide (GUM) je spíše výjimečné a v současné době téměř nenachází v oblasti analýzy potravin praktické uplatnění.

Rezidua pesticidů

Specifická situace existuje v oblasti stanovení reziduí pesticidů. V dokumentu Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed [6] byl implementován harmonizovaný přístup pro uvádění relativní rozšířené nejistoty ve výši 50 % odvozený ze zkoušení způsobilosti. Z desetiletých zkušeností z mezilaboratorních testů zkoušení způsobilosti organizovaných Evropskou komisí pro laboratoře podílející se na monitoringu a úřední kontrole reziduí pesticidů vyplynulo, že víceméně bez ohledu na koncentrační hladinu, použitou metodu a konkrétní analyt se 95 % laboratoří „vejde“ do intervalu vymezeného ± 50 % okolo vztažné hodnoty. Typický příklad takové situace je uveden na následujícím obrázku:



Je-li laboratoř schopna prokázat (např. z vnitrolaboratorní validace a řízení kvality), že její „skutečná“ rozšířená nejistota je menší než oněch 50 %, pak by měla uvádět právě tuto hodnotu. V opačném případě laboratoř uvede „skutečnou“ hodnotu nejistoty. Tento přístup má praktický dopad pro transparentní a jednotné vyhodnocování výsledků v oblasti reziduí pesticidů a měl by přispět k minimalizaci případů, kdy stejný výsledek je v jedné členské zemi vyhodnocen jako vyhovující a v druhé jako nevyhovující.

Závěr

Jak je vidět z výše uvedených příkladů, je způsobů pro odhad nejistoty v oblasti potravin celá řada. Zůstává tedy na kompetenci laboratoře, aby zvolila správný postup pro odhad nejistoty. Postup, který nejlépe odpovídá podmínkám, za nichž jsou prováděny zkoušky, a který postihuje co možná nejúplněji všechny případné zdroje nejistot v laboratoři.

Literatura

- [1] NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 401/2006 ze dne 23. února 2006, kterým se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu množství mykotoxinů v potravinách.
- [2] NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 333/2007 ze dne 28. března 2007, kterým se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu olova, kadmia, rtuťi, anorganického cínu, 3-MCPD a benzo[a]pyrenu v potravinách.
- [3] NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 1883/2006 ze dne 19. prosince 2006, kterým se stanoví metody odběru vzorků a analýzy pro úřední kontrolu množství dioxinů a PCB s dioxinovým efektem v určitých potravinách.
- [4] NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 1881/2006 ze dne 19. prosince

2006, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách.

[5] http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/sampling_en.htm.

[6] Document N° SANCO/2007/3131 Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed.

Petr Cuhra

Státní zemědělská a potravinářská inspekce Praha

3 Symposium „Nový vývoj v nejistotě měření v chemické analýze“

EURACHEM spolu s německou pobočkou EUROLABu uspořádali toto dvoudenní symposium (New developments in measurement uncertainty in chemical analysis), jehož cílem bylo představit široké veřejnosti dvě nové příručky, které byly v loňském roce sdružením EURACHEM publikovány (Measurement uncertainty arising from sampling a Use of uncertainty information in compliance assessment). Jednání proběhlo 15. a 16. dubna 2008 v příjemném prostředí berlínského BAMu (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung) a vyznačovalo se dokonalou organizací. Mezi přednášejícími byli autoři a editoři obou příruček, což programu dodalo patřičnou úroveň.

Úvodní den symposia byl věnován nejistotám vzorkování. Poté co S. Elisson představil aktivity EURACHEM a W. Wegscheider příjemnou formou zopakoval základní koncept nejistot, byla M. Ramseyem prezentována loni vydaná příručka. Po zbývající část dne byly představovány příklady z jednotlivých oblastí chemické analýzy – potravin, krmiv, půdy či vody a prezentován byl jak empirický tak i modelovací přístup k vyhodnocování těchto nejistot.

Druhý den byl věnován použití nejistot při posuzování shody s limity. Úvodní přednáškou se B. Magnusson zamýšlel nad tím, co potřebuje při posuzování shody s limity. Asi nikoho z účastníků nepřekvapilo, že kromě výsledků analýz uvedl i nejistotu jejich stanovení. Hlavním přednášejícím dopolední sekce byl A. Williams, který představil přístup k posuzování shody s limity, který prezentuje příručka EURACHEM/CITAC. Odpoledne nás organizátoři rozdělili do několika skupin a „trápili“ nás řešením ilustračních příkladů na posuzování shody s limity. Závěrečnou přednášku prezentoval S. Ellison, který stručně zmínil problematiku velkých nejistot a nejistot výsledků v blízkosti nuly. Vyhodnocování takovýchto nejistot naráží na určité statistické předpoklady, se kterými se budeme muset do budoucna vyrovnat.

Nezodpovězenou otázkou zůstává uplatnitelnost těchto nových přístupů k používání nejistot v běžných laboratorických. Zástupce akreditačního orgánu Velké Británie se jednoznačně nevyjádřil, zda a od kdy budou požadovat kvantifikaci nejistot vzorkování po akreditovaných laboratorických. Aplikace nejistot při posuzování shody s limity souvisí s legislativou, která ve většině oblastí v současnosti s implementací nejistot pro rozhodování

nepočítá. Jednou z prvních vlašťovek je rozhodnutí Evropské komise 2002/657/EC v oblasti analýzy potravin.

Symposia se zúčastnilo přibližně 115 odborníků a to nejen z Evropy, Česká republika byla zastoupena 6 účastníky a tito čeští zástupci prezentovali dva postery. Veškeré podklady (abstrakty, prezentace přednášek) jsme dostali pouze v tištěné verzi a jsou na požádání k dispozici u autora tohoto článku. Všechny powerpointové prezentace jsou vystaveny na webu EUROLAB (<http://www.eurolab-d.bam.de/aktuell.html>).

Závěrem snad jen poznámka, že v současné době se dokončuje překlad obou příruček a vydání české verze v řadě Kvalimetrie předpokládáme v druhé polovině letošního roku.

David Milde

4 EUROLAB a EUROLAB-CZ

Organizace EUROLAB je nejbližším odborným partnerem EURACHEM jak na evropské, tak národní úrovni. Mezi oběma organizacemi existuje těsná spolupráce zajištěná jednak formální dohodou, jednak pravidelnými setkáními představitelů na nejvyšší úrovni. Zástupci EUROLAB jsou pravidelnými hosty Valného shromáždění EURACHEM a naopak, a zastoupení odborníků z obou organizací v pracovních skupinách řešících jednotlivá odborná témata je takřka pravidlem.

Obě organizace vznikly takřka ve stejnou dobu a obdobným způsobem. EURACHEM v roce 1989 se zaměřením na specifiku potřeb chemických a biochemických laboratoří a na zabezpečení kvality jejich výsledků, evropská organizace EUROLAB byla ustavena 27.4.1990 v Bruselu podpisem Memoranda o porozumění na generálním shromáždění delegací reprezentujících státní a soukromé zkušební a analytické laboratoře šestnácti států příslušejících buď do Evropského hospodářského společenství (EHS) nebo do Evropské asociace volného trhu (EFTA). Cílem bylo rozšířit funkčnost mezi zkušebními společnostmi z národní úrovně na úroveň evropskou, sladit zkušební metody, usnadnit technickou spolupráci mezi laboratořemi, podporovat vzájemné uznávání výsledků zkoušek a poskytnout Evropské organizaci pro zkoušení a certifikaci (EOTC) nezbytná odborná posouzení v oblasti zkoušení.

Dohodou mezi Asociací akreditovaných a autorizovaných zkušeben (AAAZ), Sdružením českých zkušeben a laboratoří (SČZL), Svazem zkušeben pro výstavbu (SZV) a Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ) byla dne 6.1.1993 ustavena národní organizace sdružující zkušební laboratoře a instituce zabývající se zkušebními činnostmi v českých zemích s názvem Czecholab. Cíle evropského EUROLABu byly po úpravě přesunuty na národní úroveň s tím, že Czecholab reprezentoval zkušebnictví České republiky a vytvářel potřebné kontakty s EOTC. Čtyřčlenný výkonný výbor, sestavený ze statutárních zástupců, volil ze svého středu předsedu na období dvou let a zastoupená sdružení a asociace nesly rovným dílem náklady na činnost. V roce 1993 byl doplňkem dohody vypuštěn z řídicí struktury Czecholabu ÚNMZ, v roce

1995 byly upraveny stanovy a Czecholab oficiálně požádal o přidružené členství v EUROLABu. To se stalo skutečností na plenárním zasedání EUROLAB v roce 1996 a dne 7.2.2000 byl Czecholab zaregistrován v ČR jako zájmové sdružení právnických osob.

Z historie Czecholabu je možno připomenout tyto významné aktivity:

- Aktivní vystoupení na všech seminářích EUROLAB (1994 Florencie, 1996 Berlín, 1998 Curych, řízení sekce 3 Management and Liability na 5. symposiu 2000, Dublin).
- V roce 1998 (Praha, Brno) realizace semináře „Policies and Practises for Quality and Conformity Assessment“, Dr. Lorenzo Thione.
- V roce 1998 organizace semináře „EU Regulations and Procedures in the Field of Conformity Assessment“, L. Ettarp, S. Nyström (Swedac).
- V roce 2000 se uskutečnil v Praze TCQA WORKSHOP „TCQA - Information on providers of Conformity Assessment Services in Europe“.
- V roce 2000 byl zorganizován seminář LNE a AFNOR „Zkušebnictví v Evropě“ (ve spolupráci s ÚNMZ a KPS), Praha.
- V roce 2000 byl stabilizován sekretariát, bylo založeno elektronické spojení s EUROLAB a byly zavedeny internetové stránky.
- V roce 2001 bylo uspořádáno v Praze jako v první z kandidátských zemí zasedání vrcholného orgánu - Valného shromáždění EUROLAB současně s konferencí „Cornerstones of Testing Laboratories Activities“ včetně „Discussion Forum on Economic Issues of Laboratories“. Akce byly pod záštitou ministra průmyslu a obchodu, předsedy ÚNMZ a ředitele ČIA.
- V roce 2002 byla spolu s ČIA založeno sdružení 4E – CZ (Czecholab, ČIA, EURACHEM, ČMI a Česká metrologická společnost) jako nástroj pro vyjadřování a prosazování společných názorů obdobně jako je tomu u společných aktivit na evropské úrovni pod zkratkou 4E.
- V roce 2002 byla provedena analýza s dotazníkovým připomínkováním materiálu EUROLAB „Možný budoucí vývoj v oblasti měření a zkoušení v příštích deseti letech“ a budoucí strategie EUROLAB.
- V roce 2000 až 2003 bylo dosaženo zastoupení v Radě jakosti Ministerstva průmyslu a obchodu, v Komisi pro technické překážky obchodu, v Radách pro akreditaci, normalizaci a metrologii, v Komisi pro posuzování shody, byly založeny konzultační porady s ÚNMZ a pravidelně jsou informováni ředitelé AO na jejich poradách o aktivitách Czecholab.

Po vstupu ČR do EU se stal Czecholab řádným členem EUROLAB a dohodou mezi zakládajícími členy byl v roce 2004 změněn název na EUROLAB – CZ, byly upraveny stanovy a další související dokumenty. Tím byla ukončena vývojová etapa, jejíž motto bylo „Laboratoře a zkušebny pro urychlení vstupu České republiky na jednotný evropský trh“.

Czecholab se tak jako samostatný právní subjekt podílel na předvstupních aktivitách řady důležitých

státních i veřejnoprávních institucí a stal se tak komunikačním pojítkem mezi českými a evropskými organizacemi v oblasti zkušebnictví, posuzování shody a certifikace.

EUROLAB-CZ je od roku 2005 řádným členem EUROLAB, kde účinně přispívá k úspěšnému vstupu České republiky na jednotný evropský trh a zajišťuje vysokou způsobilost a důvěryhodnost českých zkušeben a laboratoří. EUROLAB-CZ vyvíjí vzdělávací a osvětové aktivity a má podepsané dohody o spolupráci s ÚNMZ, s ČNI a s ČIA. Přes zakládající členy vyvíjí aktivity v oborech jejich zaměření, jako jsou organizace mezilaboratorních testů, pravidelné kontakty se Svazem průmyslu a dopravy a Svazem podnikatelů ve stavebnictví v ČR, se SIA - Radou výstavby ČR, se Sdružením pro Cenu ČR za jakost, s Českou společností pro jakost, aktivně se zúčastní konferencí o jakosti v Praze, Brně a Ostravě.

EUROLAB-CZ přispívá aktivně k činnosti evropské centrály EUROLAB aisbl. a podílí se na práci jeho technických výborů TCQA (jakost ve zkušebnách) a JTCPTC (certifikace, inspekce). Představitel EUROLAB-CZ je také jedním z volených členů řídicího výboru EUROLAB aisbl. Jako zástupce EUROLAB působil 2 roky v poradní skupině pro evropskou akreditaci EAAB a nyní byl nominován jako představitel EUROLAB v ISO CASCO.

Ve vztahu k Evropské unii si EUROLAB-CZ vytyčil následující cíle:

- globalizace světového obchodu
- reprezentace českých zkušeben a laboratoří formulováním a šířením jednotného názoru k politickým a technickým otázkám
- koordinace spolupráce českých a evropských organizací působících v oblastech zájmu zkušebnické a laboratorní komunity

Na domácím poli si EUROLAB-CZ definoval tyto cíle:

- zvyšovat jakost výrobků, bezpečnost práce a ochranu životního prostředí
- odstraňovat hranice mezi veřejným a soukromým sektorem
- zajišťovat vhodné prostředky pro výměnu informací a zkušeností
- prosazovat nákladově výhodné zkušební, kalibrační a měřicí služby

Na webových stránkách EUROLAB <http://www.eurolab.org/> lze získat detailní informace o současných aktivitách evropského EUROLAB včetně plných verzí metodických a pozičních dokumentů vypracovaných k jednotlivým odborným otázkám – technických zpráv. Intenzivní partnerskou spolupráci EUROLAB a EURACHEM lze dokumentovat i údajem, že prohlížeč Google indikuje na těchto stránkách EUROLAB výskyt slova EURACHEM 78 krát, opačně na stránkách EURACHEM se vyskytuje EUROLAB 57 krát. Web <http://www.eurolabcz.cz/> prezentuje poslání a základní dokumenty EUROLAB-CZ jako jsou Stanovy, kontakty a webové spojení na zakládající členy EUROLAB-CZ, kterými jsou Asociace autorizovaných a

akreditovaných organizací AAAO, Sdružení českých zkušeben a laboratoří SCZL a Svaz zkušeben pro výstavbu SZV a kteří jsou organizátory konkrétních akcí.

Ing. Jiří Sobola
prezident sdružení EUROLAB-CZ

5 Valné shromáždění EURACHEM 2008 a workshop Metrology in Chemistry

Třetí květnový týden se v Athénách uskutečnily dvě akce, které pořádal EURACHEM a po organizační stránce zabezpečovala Asociace řeckých chemiků.

Čtvrtek a pátek byl věnován 24. Valnému shromáždění, kde Česká republika byla zastoupena dvěma delegáty (P. Janoš, D. Milde) a členem výkonného výboru (M. Suchánek). Jednání se zúčastnilo na 30 delegátů ze 24 členských zemí a také reprezentanti spolupracujících organizací. Po zahájení a přivítání účastníků jsme jednání zahájili vzpomínkou na dlouholetého aktivního holandského delegáta Eda de Leera, který nás minulý rok náhle a neočekávaně opustil navždy. Tradičně následovaly zprávy předsedy a sekretariátu o činnosti. V posledních dvou letech zástupci jednotlivých členských zemí vyplňují dotazníky o svých aktivitách a letos poprvé byly během jednání závěry těchto dotazníků prezentovány veřejně. Česká pobočka patří mezi ty nejaktivnější národní organizace. Po dvouletém období, kdy EURACHEM vedl S. Elisson z Velké Británie, došlo k předání předsednictví do rukou Kyriacose Tsimillise z Kypru. S touto událostí je vždy spojena volba nového místopředsedy, který se po dvouletém období ujme předsednictví. A jak už uvedl v úvodním příspěvku P. Janoš, místopředsedou byl zvolen M. Suchánek. Na tři uvolněná místa ve výkonném výboru kandidovalo 6 delegátů a úspěšně byli zvoleni W. Wegscheider (Rakousko), B. Magnusson (Švédsko) a D. Milde. Do poslední chvíle hrozilo omezení činnosti EURACHEM, protože nebyl žádný zájemce o pozici tajemníka a tím zabezpečení činnosti sekretariátu. Novému předsedovi se přeci jen podařilo přesvědčit řeckého delegáta E. Bakease, který byl následně Valným shromážděním zvolen za nového tajemníka. Jak bude spolupráce nového předsedy a nového tajemníka, kteří mají stejný mateřský jazyk, fungovat, ukáže následující období. Následovalo představení činnosti jednotlivých pracovních skupin. Za dobrou zprávu můžeme považovat, že po několika letech nečinnosti se podařilo znovu obnovit práci skupiny věnující se validaci metod, protože se našel zájemce o pozici předsedy (L. Sibbessen z Dánska). Tato skupina má před sebou nesnadný úkol: připravit novou příručku týkající se validace a verifikace metod. V tuto chvíli tedy EURACHEM hledá zájemce o vedení pracovní skupiny věnující se referenčním materiálům a usiluje o založení pracovní skupiny, která by se věnovala bioanalytickým technikám. Odpolední program prvního jednacího dne byl věnován zmapování situace po vydání nového metrologického slovníku (VIM 3) a na možné rozpory mezi současnými materiály EURACHEM a VIM 3 upo-

zornil ve své přednášce S. Elisson. O současném stanovisku EURACHEM se podrobněji můžete dočíst v úvodním článku tohoto Zpravodaje. Já bych snad jen dodal, že Pracovní skupina Education and Training má za úkol připravit podrobnější rozbor vzniklé situace a porovnat stávající a novou terminologii. Během druhého jednacího dne se představili zástupci spolupracujících organizací a zaznělo několik zpráv o činnosti národních organizací od jednotlivých delegátů.

Dvou denní workshop s názvem Metrology in Chemistry se uskutečnil před začátkem Valného shromáždění, 19. a 20. května v centru Athén. Náplň obou dnů byla rozdělena mezi přednášky a workshopy a pokrývala většinu základních témat – externí QA, nejistoty, validace a návaznost. Účastníci, kterých bylo kolem 70 a velká většina jich byla právě z Řecka, byli na workshopy rozděleni do 4 skupin a podklady se vzorovými příklady byly připraveny odborníky z LGC (Laboratory of Government Chemistry).

Kompletní agenda workshopu i Valného shromáždění je k dispozici u českých delegátů. Příští Valné shromáždění bude v druhé polovině května hostit Bratislava. EURACHEM oslaví příští rok 20 let své existence! Jednání workshopu a Valného shromáždění provázela příjemná a přátelská atmosféra a řeckým organizátorům se podařilo program obou akcí hladce zvládnout. Účast obou českých delegátů byla hrazena z grantových prostředků MŠMT.

Poděkování za finanční podporu grantovým projektům INGO (LA 311 a LA 312).

David Milde

6 Accreditation and Quality Assurance 1-3/2008

ZÁJEMCI O PLNÉ TEXTY ČLÁNKŮ UVEDENÝCH DÁLE SE MOHOU OBRÁTIT NA SEKRETARIÁT EURACHEM-ČR (SPOJENÍ VIZ POSLEDNÍ STRANA ZPRAVODAJE).

Accred. Qual. Assur. ročník 13, č. 1 / 2008

G. Meinrath: Přednášky o statistice pro chemiky I. Důvěryhodnost, pravděpodobnost, opakování a statistika: rozhodnutí prováděná v proměnlivém světě. (str. 3-9)

V článku je shrnut vývoj teorie pravděpodobnosti a statistiky. Statistické nástroje mohou pomoci chemikovi interpretovat informace, které obsahují jeho experimentální data, zdroj a platnost těchto nástrojů jsou však často nejasné. Tento příspěvek je prvním ze série článků, které by měly poskytnout jasnější pohled na původ nástrojů analýzy dat.

P. Shegunova, O. Bercaru, B. Sejerøe-Olsen: Odhad a měření nejistoty v organické analýze: dva praktické přístupy (str. 11-18)

Odhad nejistoty měření se stává stále častěji součástí celého analytického procesu. Článek popisuje dva přístupy pro odhad nejistoty měření v organické analýze. Jeden je založen na jedné sérii měření a druhý na validačních studiích. V obou případech jsou prezentovány a diskutovány hlavní příspěvky nejistot při stanovení PCB v tkáních mlžů, ale tento přístup lze aplikovat i na další organické polutanty ve vzorcích životního prostředí a potravin. Nejvíce přispívala k nejistotě kalibrace, příprava vzorku a měření GC-MS.

M. A. Trancoso, S. C. S. Calisto: Srovnání modelů odhadu nejistoty měření. Stanovení BSK₅ v odpadních vodách za použití manometrických metod (str. 19-28)

Biologická spotřeba kyslíku po pěti dnech BSK₅ se používá ke stanovení míry znečištění odpadních vod. Určuje hmotnostní koncentraci rozpuštěného kyslíku, který je spotřebován biologickou oxidací organických a anorganických látek ve tmě za 5 dní při teplotě 20°C. Uvádění výsledků analýz s odhadem nejistoty měření se provádí dle doporučení ISO/IEC 17025:2005, umožňuje srovnávat výsledky a posuzovat vhodnost metody pro daný účel. V práci autoři uvádějí a porovnávají dva použité modely odhadu nejistoty, první vychází z jednotlivých složek nejistoty, druhý vychází z výtěžnosti pro certifikovaný referenční materiál a směrodatné odchylky výtěžností.

Analytical Methods Committee, The Royal Society of Chemistry: Vyhodnocení nejistoty měření pro velmi nízké koncentrace: alternativa limitu detekce (str. 29-32)

Interpretace a uvádění výsledků, které jsou blízko nule, je stále diskutovaný problém. Používá se koncept limitu detekce (LOD) a limitu kvantifikace (LOQ). V článku autoři zavádí funkci hustoty pravděpodobnosti (PDF), která určuje distribuci pozorovaných hodnot. Z upraveného *t* rozdělení lze přímo vypočítat, zda je měřená hodnota nad či pod limitem a není třeba používat koncept LOD a LOQ. Článek se rovněž zabývá problémem měření negativních hodnot.

Accred. Qual. Assur. ročník 13, č. 2 / 2008

I. Kuselman: Návrh experimentu pro hodnocení nejistoty vzorkování v rámci vhodnosti pro daný účel: případová studie (str. 63-68)

Jako případová studie byl použit a popsán experiment založený na duplikátové metodě pro kvantifikaci nejistoty vzorkování a nehomogenity (heterogenity) taveniny cínu prostého bronzu vyráběného v desetitunových pecích. Ukázalo se, že počet cílů vzorkování (tavenin), vzorků odebraných k analýze a počet replikovaných analýz lze minimalizovat, tzn. zmenšit velikost a náklady experimentu, pokud uživatel ví, která rizika jsou akceptovatelná. Pokud má nehomogenita cíle vzorkování systematický charakter, např. jako pokles hmotnostního podílu hliníku

od začátku do konce lití taveniny v dané studii, může být efekt nehomogenity separován od nejistoty vzorkování a vyhodnocen podle potřeb uživatele.

A. Coskun, M. Serteser, A. Fraterman, I. Unsal: Nový regulační diagram pro vnitřní řízení kvality založený na biologické proměnlivosti (str. 69-75)

S rozvojem chemických a imunologických metod a přístrojové technologie se v klinických laboratořích zvýšila přesnost. Autoři navrhli nový rozhodovací limit pro přijetí nebo odmítnutí analýz založených na datech biologické variace subjektu a připravili regulační diagram. Aplikace těchto nových limitů a regulačních diagramů přinesla pro většinu prováděných zkoušek úsporu nákladů a byla výhodná.

M. Koch, F. Baumeister: Návaznost referenčních hodnot pro rutinní testování způsobilosti při analýze pitných vod: první zkušenosti (str. 77-82)

Výsledky zkoušení způsobilosti byly použity k zlepšení návaznosti při chemické analýze pitné vody. Pomocí obecné regresní metody nejmenších čtverců byly vypočítány hmotnostní koncentrace As a Sb v pitné vodě, která byla použita pro přípravu vzorků pro zkoušení způsobilosti přidávkem koncentrovaného analytu. Ze zjištěných hmotnostních koncentrací v matici a přidávku lze vypočítat vztažné hodnoty s bilancí nejistot bez potřeby referenčních měření. Je diskutováno, do jaké míry mohou být tyto referenční hodnoty považovány za návazné.

S. Pommé, Y. Spasova: Praktický postup pro přiřazení referenční hodnoty a nejistoty v mezilaboratorních porovnáváních (str. 83-89)

Je navržena metoda pro výpočet referenční hodnoty a její nejistoty používaná v mezilaboratorních porovnáváních (ILC). Předpokládá se, že měřená referenční hodnota je stanovena nezávisle na výsledcích ILC a získá se z limitované série výsledků měření několika expertních laboratoří.

O. Tiryaki, D. Baysoyu: Odhad účinnosti a nejistot pro kroky extrakce a čištění při stanovení reziduí pesticidů v okurkách za pomoci ¹⁴C-carbarylu (str. 91-99)

V práci bylo použito rychlé extrakce a čištění a zhodnoceny jednotlivé kroky analýzy během vývoje metody. ¹⁴C-carbaryl byl použit na všech obohacujících úrovních. Sledovanými kroky analýzy byly extrakce do ethylacetátu, filtrace, zahuštění a čištění extraktu. Výtěžnost ¹⁴C-carbarylu byla 0,91 s relativní nejistotou 0,084. Byly srovnány nejistoty stanovené postupy „bottom-up“ a „top-down“. Oba postupy ukázaly, že hlavním zdrojem kombinované standardní nejistoty je krok čištění.

M. Gluschke: Společné vzorkování v rámci kontroly kvality v německém programu monitorování Severního a Baltského moře (str. 101-107)

Cílem výzkumu bylo stanovit vliv vzorkování na analytický výsledek vybraných monitorovacích parametrů a harmonizace vzorkovacího postupu pro mořskou vodu. Posádka tří lodí odebírala replikovaně vzorky mořské vody z hloubky 1 m pod hladinou a pod haloklinálou na dvou

monitorovacích bodech. U všech vzorků byly stanoveny koncentrace živin v jedné laboratoři. Data získaná hierarchickou metodou byla zpracována robustní analýzou rozptylu (ANOVA) a byly získány odhady nejistot ve formě směrodatných odchylek pro geochemickou variabilitu, odběr vzorků a chemickou analýzu. Celkové bilanci dominovala geochemická variace, nejistoty vzorkování a analýz se podílely na celkové nejistotě maximálně 15 %. Studie prokázala vhodnost použité techniky odběru a analytické metody pro daný účel.

Accred. Qual. Assur. ročník 13, č. 3 /2008

A. S. García, C.-V. Perez, A. C. Ruiz, C. G. Bosch, J. P. Jove, C. S. Herrada, M. B. Llobet, X. B. Miquel: Klasifikace a indikátory řízení kvality ve třech klinických laboratořích (str. 123-132)

Cílem práce bylo najít různé indikátory pro roční řízení kvality a zavést je do laboratoří. Studie byla provedena ve třech laboratořích po dobu pěti let, od roku 2000 do 2004. Laboratoře byly součástí XHUP (sítě veřejných nemocnic v Katalánsku). Bylo určeno 20 výročních indikátorů, které budou užitečným nástrojem při kontrole kvality.

R. M. Dorizzi, A. Ferrari, A. Rossini, U. Mozzo, S. Meneghelli, N. Melloni, P. Rizzotti: Zatížení univerzitní laboratoře měřením tumorových markerů dva roky po změně opticky čtených formulářů (str. 133-137)

V roce 2004 byly opticky zpracovávané formuláře používané v laboratoři změněny přidáním sekce „Přístroj“. Nyní se tumorový marker měří jenom tehdy, jestliže je označen současně i související orgán (např. játra, je-li požadováno měření AFP). Malé administrativní změny a intenzivní informovanost o příslušném požadavku na tumorový marker snížily pracovní vytíženost a zkrátily čas potřebný k diagnóze.

M. V. Blerk, S. Albaréde, A. Deom, G. Gutiérrez, S. Heller, A. Nazor, A. Pakkanen, R. Rej, K. M. Curran, E. Sarkany, M. Skitek, J. L. Vives-Corrons, E. Zaikin, J.-C. Libeer: Srovnání evaluačních procedur koncentrace hemoglobinu a leukocytů používaných organizátory schématu Evropského externího hodnocení kvality měření (str. 145-148)

Tato studie si vytkla za cíl evaluaci postupu měření koncentrace hemoglobinu a leukocytů v rámci schématu EQAS (European external quality assessment schemes). Experimentu se zúčastnilo 11 evropských zemí, bylo zpracováváno 262 výsledků. Podíl nevyhovujících výsledků se pohyboval mezi 0,4-15,6 % pro hemoglobin a 0-19,8 % pro leukocyty.

H. L. Zhang, C. Van Campenhout, N. Devleeschouwer, J.-C. Libeer, A. Albert: Statistická analýza výsledků

Zpravodaj EURACHEM-ČR. Vydalo sdružení EURACHEM-ČR jako neprodejnou publikaci pro potřebu svých členů. Pro tisk připravili J. Vilímeček a Z. Plzák.

Adresa redakce: * EURACHEM-ČR, Ústav analytické chemie, VŠCHT, Technická 5, 166 28 Praha 6
(220 414 224 (tajemník výboru), E-mail: sekretariat@eurachem.cz, Internet : www.eurachem.cz

Číslo 41/2008 vyšlo 27.6.2008

Zpravodaj41fin.doc

elektroforetického stanovení sérových proteinů v schématu externího hodnocení kvality (149-155)

Cílem EQA je ověřit, že výsledky získané klinickou laboratoří pro určitý analyz jsou srovnatelné s výsledky získanými v jiných laboratořích. Postup byl ověřován při měření pěti frakcí sérových proteinů elektroforézou. Byl vyvinut statistický postup, který analyzuje výsledky elektroforézy robustní multivariační metodou a tak eliminuje vliv odlehých hodnot.

7 Informace

Seminář Nejistoty a vzorkování, Nejistoty a shoda s limity

EURACHEM-ČR plánuje uspořádat 10. 10. 2008 v Praze odborný seminář, zaměřený na dvě klíčová témata: Nejistoty a vzorkování a Nejistoty a shoda s limity. K této problematice současně vyjde Kvalimetrie 15. V rámci semináře proběhne i valné shromáždění EURACHEM-ČR, na níž bude zvolen nový výbor a budou navrženy ke schválení drobné změny stanov sdružení. Návrhy na kandidáty nových členů výboru zasílajte sekretariátu sdružení.

Jan Vilímeček

Přílohy k tomuto Zpravodaji: Aktualizace databáze členů, dotazník, platba členských příspěvků 2008

Vážení členové EURACHEM-ČR, k tomuto Zpravodaji je přiloženo několik dalších dokumentů. Po několika letech je třeba opět aktualizovat členskou databázi, proto je u každého Zpravodaje přiložen výpis s údaji, které jsou pro každého kolektivního nebo individuálního člena v současné době v databázi uvedeny. Snažíme se na základě Vašich zpráv nebo vlastních poznatků databázi průběžně aktualizovat, ne všechny změny jsme však schopni podchytit. Proto Vás prosíme o vyplnění přiloženého změnového formuláře. Tento formulář je spolu s dotazníkem umístěn také na webových stránkách EURACHEM-ČR. Můžete ho vyplnit v elektronické či papírové verzi a odeslat na adresu sekretariátu uvedenou dole v tiráži. Cílem dotazníku je zjistit Vaše potřeby a názory na další směr činnosti EURACHEM-ČR, které využijeme k přípravě plánu práce nového výboru. Jako každým rokem pak dostáváte výzvu k zaplacení členských příspěvků za rok 2008, ve výjimečných případech prodlení i za roky předešlé. Pokud budete mít k platbě příspěvků připomínky nebo dotazy, obraťte se na hospodáře sdružení (e-mail: kvalimetrie@o2active.cz).

Výbor EURACHEM-ČR