



## 1 PF 2011

Vážení členové EURACHEM-ČR, toto číslo Zpravodaje byste měli nalézt ve svých poštovních schránkách počátkem roku 2011. Je tedy čas na ohlednutí za rokem uplynulým a malý výhled do roku nadcházejícího.

O EURACHEM-ČR se dá říci, že je organizací stabilní, nepodléhající dramatickým změnám, se stabilním postavením mezi obdobnými profesními organizacemi v naší republice. Ani ta všudypřítomná ekonomická krize nás nijak zásadně nepoznamenala! Jako v jiných letech jsme soustředili své aktivity zejména na vzdělávací činnost mezi našimi členy, stále častěji se však obracíme i mimo naši tradiční oblast působnosti, zejména směrem k pracovníkům klinických laboratoří a uživatelům výsledků práce chemických laboratoří. Vzdělávací a publikační činnost bude těžištěm naší práce i v roce 2011. Nová příručka KVALIMETRIE věnovaná zkoušení způsobilosti je již ve finálním stádiu příprav, během roku 2011 by měl proběhnout první běh nového kurzu manažerů kvality chemických laboratoří pořádaného společně s Českou společností pro jakost. Budeme se podílet jako pořadatelé, garanti či spoluorganizátoři i na

dalších kurzech a seminářích. Významnou událostí ve vnitřním životě organizace budou volby nového výkonného výboru EURACHEM-ČR.

Je pro nás velkým vyznamenáním, že člen výkonného výboru naší organizace prof. Suchánek byl v r. 2010 zvolen na nadcházející dvouleté období předsedou mezinárodní organizace EURACHEM. Vzhledem k tomu, že i další členové EURACHEM-ČR jsou velmi aktivní v různých mezinárodních orgánech, získává naše organizace nezanedbatelný vliv a možnost ovlivňovat dění v oblasti naší působnosti v mezinárodním měřítku.

Věřím, vážení členové, že EURACHEM-ČR bude i v nadcházejícím roce schopen přispět ke zvyšování kvality práce nejen v analytických laboratořích, a přál bych si, aby členství v tomto sdružení bylo pro vás přínosem. Přeji vám všem, vašim kolegům a spolupracovníkům i všem vašim blízkým hodně zdraví, úspěchů v práci a spokojenosti v osobním životě.

Pavel Janoš  
předseda EURACHEM-ČR

## 2 Přístup k akreditaci s flexibilním rozsahem v Evropě

Evropská organizace pro spolupráci v oblasti akreditaci (European co-operation for Accreditation - EA) je regionální organizace sdružující národní akreditační orgány, jejímž hlavním posláním je podpora transparentního a na kvalitu zaměřeného systému hodnocení odborné způsobilosti, tzn. akreditace - všech typů subjektů posuzování shody v Evropě. Nejčastějším a nejběžnějším druhem akreditace je akreditace zkušebních a kalibračních laboratoří. Počet akreditovaných zkušebních a kalibračních laboratoří v Evropě, kterých se týká multilaterální dohoda EA, je v současné době cca 16 000.

Kompetence (odborná způsobilost) laboratoře k provádění určitých zkoušek, které jsou zahrnuty do rozsahu akreditace, je založena na posouzení dokumentovaných postupů včetně jejich validace, verifikace, návaznosti a nejistoty výsledků měření, interního a externího zajišťování kvality, kompetence pracovníků odpovědných za provádění specifikovaných činností v laboratoři, vhodnosti prostor a podmínek

### Uvnitř čísla

- 1 PF 2011
- 2 Přístup k akreditaci s flexibilním rozsahem v Evropě
- 3 Seminář Vyhodnocování experimentálních dat
- 4 Zasedání Výkonného výboru EURACHEM v Praze
- 5 Úpravy webových stránek EURACHEM-ČR
- 6 Accreditation and Quality Assurance
- 7 Informace

prostředí, zařízení potřebného k provádění zkoušek/kalibrací a dalších požadavků formulovaných v normě ČSN EN ISO/IEC 17025, resp. ČSN EN ISO 15189 pro zdravotnické laboratoře.

Osvědčení o akreditaci vydané akreditačním orgánem musí mimo jiné obsahovat tzv. předmět akreditace, což jsou informace o prováděných zkouškách, používaných metodách a materiálech / výrobcích, které jsou předmětem zkoušek v případě zkušebních laboratoří. To je tradiční způsob popisu předmětu akreditace, nyní často nazývaný „pevný rozsah“ akreditace.

Rychlý technický vývoj v poslední době přináší nové možnosti, ale i požadavky na práci laboratoří. Existují nové technologie, efektivnější měřicí a robustní analytické techniky umožňují větší selektivitu a přesnost měření. Zároveň se zvyšují požadavky na laboratoře, očekává se od nich rychlá reakce na rostoucí požadavky pro měření širokého spektra parametrů v různých maticích nebo výrobcích. Typickým příkladem je stanovování kontaminantů v potravinách, znečišťujících látek v životním prostředí nebo klinická laboratorní diagnostika, např. v humánní genetice. Výše uvedené normy uvažují s možností modifikace nebo vývoje metod měření podle potřeb zákazníka. Takové činnosti musí být vhodným způsobem plánovány a mohou je provádět pouze kvalifikovaní a kompetentní pracovníci. Cíl musí být jasně specifikován na začátku, vyvinutá metoda musí být vhodným způsobem validována, zdokumentována a schválena oprávněnou osobou před tím, než je uvolněna pro běžné použití v rutinním provozu. Řada zákazníků i z řad veřejné správy pak požaduje provedení akreditovaných zkoušek i v rychle se měnících se oborech.

Akreditace s flexibilním rozsahem je právě nástrojem, který umožňuje laboratoři reagovat rychleji na požadavky zákazníků a používat vyvinuté nebo modifikovat zkušební postupy bez předchozího plného posouzení. Typicky se posuzování flexibilního rozsahu akreditace skládá ze dvou částí: posouzení podmínek pro flexibilitu před udělením akreditace a potom během pravidelných dozorových návštěv průběžné posuzování metod, kde byla flexibilita použita. Tento přístup je popsán v dokumentu EA-2/05 Rozsah akreditace a zvážení metod a kritérií posuzování rozsahu zkoušení, který definuje obecná pravidla pro akreditaci laboratoří provádějících modifikace nebo vývoj nových metod. Dokument podporuje využití těchto principů v práci jednotlivých národních akreditačních orgánů. Pokud laboratoř žádá o flexibilní rozsah akreditace, musí jasně vymezit oblast a rozsah flexibility a následně posouzení akreditačním orgánem ověřit potřebnou kompetenci a postupy. Úroveň flexibility se samozřejmě může lišit podle potřeb laboratoře. Laboratoři je tedy umožněno modifikovat nebo vyvíjet metody za předpokladu, že nepoužije nové principy měření nezahrnuté v původním rozsahu akreditace. V každém případě laboratoř musí informovat akreditační orgán o realizované změně v předem dohodnutém časovém intervalu. Uvedený přístup umožní laboratoři reagovat na požadavky zákazníka v kratším čase než při klasickém přístupu. V některých případech jsou normy tak generické, že

laboratoře musí modifikovat postupy téměř pro každou zakázku. V případě flexibilního rozsahu akreditace musí laboratoře prokázat svou kompetenci k validaci modifikovaných nebo vyvinutých metod v souladu s požadavky ČSN EN ISO/IEC 17025, resp. ČSN EN ISO 15189. Schopnost modifikovat metodu však neznamená volnost výběru metod bez dohody se zákazníkem ani zavádění nových principů měření, aniž by byly předtím posouzeny.

Řada akreditačních orgánů, které poskytují flexibilní rozsah akreditace určitou dobu, získala určité zkušenosti. EA se nejen aktivně podílí na výměně zkušeností mezi svými členy, ale iniciovala i diskuze s dalšími uživateli těchto služeb. Také Evropská komise (EK) silně podporuje uvedený přístup zejména ve vztahu k tzv. direktivám nového přístupu.

EA proto připravila obecněji formulovaný dokument EA-2/15 Požadavky EA na akreditaci s flexibilním rozsahem, jehož smyslem je nastavit takové všeobecné požadavky v rámci EA, jež by umožnily akreditačnímu orgánu posuzujícímu shodu převzít odpovědnost za řízení celého rozsahu akreditace nebo její části, aniž by musel předem posuzovat jednotlivé nové činnosti.

EA v něm doporučuje svým členům, tzn. akreditačním orgánům, aby akreditaci s flexibilním rozsahem nabízeli jako službu svým zákazníkům a zároveň žádá, aby všichni členové EA uznávali rovnocennost certifikátů nebo výstupních dokumentů subjektů akreditovaných s flexibilním rozsahem v souladu s tímto dokumentem a těch, které mají tradiční, pevný rozsah akreditace. Akreditační orgán si ponechá právo rozhodnout o tom, jak definovat rozsah a zda udělit či neudělit flexibilní rozsah konkrétnímu subjektu posuzujícímu shodu. Subjekty posuzující shodu nesmí poskytovat své služby v nové oblasti akreditace, zavádět nové principy měření nebo se pohybovat mimo vymezené hranice flexibility bez předchozího posouzení akreditačním orgánem.

Požadavky na flexibilitu mohou být různé pro různé subjekty posuzování shody, je proto jejich odpovědností formulovat své požadavky a prokázat akreditačnímu orgánu, že zvolené postupy jsou pro daný účel vhodné. Často se jako vhodná jeví kombinace pevného a flexibilního rozsahu. Schopnost řídit procesy související s flexibilním rozsahem je klíčovým momentem pro jeho implementaci. Akreditace flexibilního rozsahu je tedy možná pouze tehdy, když je předveden celý proces od stanovení vstupních požadavků přes vlastní vývoj až po validaci prokazující, že vstupních požadavků bylo dosaženo. Subjekt posuzování shody musí mít vždy dostupný aktuální seznam činností provozovaných v rozsahu flexibilní akreditace tak, aby bylo jasné, kterých činností se to týká.

Akreditační orgány pak při dozorových návštěvách věnují pozornost právě takovým modifikovaným činnostem s důrazem na validaci, metrologické zabezpečení a kompetenci a výcvik odpovědného personálu. Možnost modifikovat metody by měla být zřejmá i z osvědčení o akreditaci, které by mělo obsahovat odkaz na aktuální seznam.

Uvedený dokument EA je plně zaveden od června 2009 a postupně k němu budou připojovány přílohy pro jednotlivé specifické oblasti tak, jak budou připraveny v jednotlivých technických komisích EA. Komise EA pro laboratoře je v této oblasti velmi aktivní. Pro oblast zdravotnických laboratoří byl již vydán dokument EA-4/17 Stanovisko EA k popisu rozsahu akreditace zdravotnických laboratoří, který vyjadřuje preferenci využití flexibilního rozsahu v oblasti laboratorní medicíny a vytyčuje základní strukturu, jak popisovat rozsah akreditace pro tento typ laboratoří. Podklady jsou shromažďovány a diskutovány i v dalších pracovních skupinách.

Závěrem lze konstatovat, že akreditace flexibilního rozsahu klade větší odpovědnost na subjekty posuzování shody zejména v tom, aby prokázaly, že způsob, jakým činnost probíhá, je vhodný pro daný účel, a je prováděna kompetentně a konzistentně. Posouzení akreditačním orgánem na místě je potom detailnější a hlubší ve vztahu k těmto procesům.

V případě flexibilního rozsahu akreditace se v žádném případě nejedná o vyšší úroveň kompetence, neboť není žádný rozdíl ve výstupech, tedy např. protokolech o zkoušce. Ze zkušenosti lze též konstatovat, že některé subjekty po počátečním nadšení zjistily, že vlastně tuto možnost příliš často nevyužijí a že je pro ně poměrně náročné takový systém udržovat.

Akreditace s flexibilním rozsahem byla vyvolána požadavky trhu. EA stejně jako ILAC aktivně přistupují k vývoji služeb ve spolupráci se zainteresovanými stranami a iniciují výměnu zkušeností z této oblasti, aby se poskytování akreditace s flexibilním rozsahem rozšířilo mezi dalšími akreditačními orgány.

Martina Bednářová  
Český institut pro akreditaci, o.p.s.

### 3 Seminář Vyhodnocování experimentálních dat

V září 2010 jsem měla možnost se zúčastnit semináře Vyhodnocování experimentálních dat (Kvalimetrie 16), vedeného prof. Suchánkem, na který jsem se velmi těšila a zároveň jsem byla plna očekávání. Důvodem bylo, že i když jsem ve vědecké a analytické chemii vlastně „nováček“, připadá mi logické, že vyhodnocování experimentálních dat v analytické chemii je nedílnou součástí každé vědecké práce v analytické laboratoři. Seminář (i příručka Kvalimetrie 16, kterou jsme měli možnost si na semináři zakoupit spolu s CD) byl zaměřen na přehled statistických a chemometrických postupů, které mohou být využity při zpracování a interpretaci experimentálních dat. Při zpracování experimentálních dat se dnes nejčastěji používá běžně dostupné programové vybavení - tabulkový procesor MS-Excel. Přílohou uvedené příručky je CD-ROM, který obsahuje jednak řešené příklady, jednak šablony (templáty) pro řešení jednotlivých statistických postupů.

Zpočátku jsem měla pocit, že jsem zaspána statistickými pojmy. Hlavním termínem prvního okruhu

byla nejistota výsledku. Brzy jsem se dověděla, že nový metrologický slovník VIM 3 zavedl tzv. „nejistotový“ přístup k měření a vyjadřování výsledků. Do budoucna bychom se tedy měli tohoto postupu důsledně držet. Na rozdíl od „chybového“ přístupu nevyžaduje nejistotový přístup odhad chyby (náhodné, systematické), ale pouze odhad nejistoty výsledku. K tomuto přístupu se váží další důležité pojmy: pravdivost měření, preciznost měření, standardní nejistota, kombinovaná standardní nejistota, zákon propagace nejistot a kombinovaná rozšířená nejistota.

Společně s p. prof. Suchánkem jsme si vysvětlili, jak hodnotit nejistoty elementárních operací v chemické nebo biologické laboratoři, jak provést výpočet nejistot podle Kragtena, výpočet nejistoty kalibračních roztoků, výpočet měřicího postupu „shora dolů“ nebo jak testovat hypotézy. Všechny postupy jsme měli možnost si okamžitě vyzkoušet na vlastním notebooku s použitím CD-ROM z příručky. Pro ty, co si jej nepřinesli, ukazoval pan profesor vše přes dataprojektor na „tabuli“.

Další velkou kapitolou, které jsme se společně věnovali, bylo hodnocení závislosti mezi proměnnými, hlavně lineární kalibrace včetně testu linearit. Opět jsme společně prošli řešené příklady na CD a učili se používat připravené šablony pro „bracketing“, bilineární kalibraci a pro porovnání nového postupu s postupem referenčním.

Třetím velkým tématem byla validace metody a výpočet validačních parametrů. Nově zavedeným parametrem je robustnost měřicího postupu.

Na závěr semináře jsme si ještě ukázali, jak pomocí připravené šablony porovnat dvě klinické metody a potom byl prostor pro praktické dotazy a diskusi.

Po skončení semináře jsem měla pocit, že jsem úspěšně „nakoukla“ do tajů kvalimetrie. Příručka i přiložené CD mi budou v mém dalším studiu, vědecké práci i laboratorní praxi jistě neocenitelným pomocníkem.

Monika Kohlová  
KTEV FŽP UJEP v Ústí nad Labem

### 4 Zasedání Výkonného výboru EURACHEM v Praze

Po několika letech bylo české pobočce EURACHEM svěřeno uspořádat zasedání Výkonného výboru, čehož si ceníme jako uznání spolehlivosti a dobrých výsledků práce českých zástupců v tomto výboru. Jednání probíhalo 18. a 19. listopadu 2010 v prostorách VŠCHT Praha. Na jeho organizačním zajištění a hladkém průběhu se podíleli M. Suchánek a I. Koruna. M. Suchánek jako předseda EURACHEM jednání také po celou dobu řídil. Hlavním bodem v odborném programu byl strategický plán na následující pětileté období. Dále byla projednávána činnost jednotlivých pracovních skupin a byly prezentovány zprávy zástupců EURACHEM v dalších světových i evropských organizacích ovlivňujících kvalitu měření.

David Milde

## 5 Úpravy webových stránek EURACHEM-ČR

Ve druhé polovině roku 2010 byly na webových stránkách naší organizace provedeny některé úpravy s cílem zpřístupnit návštěvníkům více informací a to zejména o našich publikacích. Byly zveřejněny detailní informace o každé prodávané příručce KVALIMETRIE včetně náhledu obsahů. Dále můžete v sekci Publikace ([www.eurachem.cz/publikace.php](http://www.eurachem.cz/publikace.php)) najít přímý odkaz na html příručku Metrologická terminologie, která je přístupná v plné verzi zdarma on-line. Členové EURACHEM-ČR získali její text již před rokem ve formě CD-ROM.

V neposlední řadě jsme přidali Kontaktní formulář, kde je možné přímo, bez nutnosti psát e-mail vkládat komentáře, připomínky a dotazy. Členové výboru budou na případné dotazy odpovídat ve snad přijatelné časové lhůtě.

A závěrem ještě několik čísel o návštěvnosti v roce 2010. Stránky webové adresy [www.eurachem.cz](http://www.eurachem.cz) byly v roce 2010 zobrazeny celkem 8702x. Kromě úvodní stránky byla nejvíce navštěvována stránka s našimi publikacemi a dále pak s metodickými listy. 42 % návštěvníků „přišlo“ z vyhledávačů, 38 % přímo (tím, že ve svém prohlížeči napsali adresu [eurachem.cz](http://eurachem.cz)) a zbývajících 20 % se k nám dostalo odkazem z jiných webů.

David Milde

## 6 Accreditation and Quality Assurance 11 – 12 / 2009, 1 – 2 / 2010

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

### Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 11 / 2009

*W. Bich: Vztah mezi nejistotou měření a metrologickou návazností. (str. 581-586)*

Je diskutován příspěvek metrologické návaznosti k nejistotě měření pro přímé a nepřímé měřící metody.

*L. Callagaro, F. Pennechi, P. G. Spazzini: Porovnání kalibračních křivek pomocí  $L_p$  modelu. (str. 587-592)*

Předmětem mezilaboratorního porovnání mohou být i kalibrační křivky. Autoři navrhují nástroj pro vzájemné porovnání kalibračních křivek založený na tzv.  $L_p$  (Least Power) modelu.

*M. Priel, S. Amarouche, P. Fiscaro: Metrologická návaznost není vždy přímočará. (str. 593-599)*

V příspěvku je prezentována strategie zajišťování metrologické návaznosti v národní metrologické laboratoři

NLE (Francie), která je založena na kalibraci zařízení pomocí čistých roztoků, použití certifikovaných referenčních materiálů a účasti ve zkoušení způsobilosti. Jsou prezentovány příklady z oblasti anorganické i organické analýzy.

*M. Sega, E. A. di Meane, F. Rolle: Metrologická návaznost pro PCB: aktivity I.N.Ri.M. (str. 601-605)*

Je demonstrováno zajištění návaznosti při stanovení PCB metodou GC/MS v Italském národním institutu pro metrologický výzkum. Používají se certifikované referenční materiály – roztoky čistých kongenerů PCB.

*E. A. di Meane, M. Plassa, F. Rolle, M. Sega: Metrologická návaznost při analýze plynů v I.N.Ri.M: gravimetrie primárních směsí plynů. (str. 607-611)*

Primární směsi plynů jsou připravovány gravimetricky. Je uveden postup přípravy směsí obsahujících  $\text{CO}_2$  na různých koncentračních úrovních.

*L. de Carlan, D. Balthes, J.-M. Bordy, J. Daures, F. Delaunay, A. Ostrowsky, S. Sorel: Návaznost absorbované dávky při fotonové radiační terapii: od primárního standardu k pacientovi. (str. 613-618)*

Standardem je dávka absorbovaná malým objemem vody. Cílem článku je demonstrovat vztah mezi touto dávkou a dávkou záření absorbovanou pacientem během terapie.

*M. Alvarez-Prieto, J. Jimenez-Chacon, A. Montero-Curbelo: Je nutné uvažovat metrologický význam různých způsobů odhadu nejistoty měření? (str. 623-634)*

Existují různé přístupy k odhadu nejistoty měření. Autoři poukazují na různé zdroje dat použitelných pro odhad nejistoty a zdůrazňují, že v dobře vedené laboratoři je užitečným údajem pro odhad nejistoty mezilehlá preciznost.

### Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 12 / 2009

*P. de Bievre: Když tvoříme delší řetěz, potřebujeme logicky více článků; podobně je tomu při vytváření řetězce metrologické návaznosti. (redakční úvodník, str. 645-646)*

Příspěvek navazuje na redakční úvodník z č. 10. Autor poznamenává, že delší řetězec návaznosti generuje větší (kumulovanou) nejistotu. To může analytik do jisté míry ovlivnit volbou vhodného „kalibrátoru“.

*H.-P. Haerri: Stopová analýza plynů při hodnocení generátorů čistého vzduchu. (str. 647-654)*

Generátory čistého vzduchu (zero air) mají za úkol produkovat vzduch obsahující pouze stopové koncentrace příměsí, jako jsou  $\text{BTX}$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$  aj. Primární metodou při kontrole čistoty je hmotnostní spektrometrie, používají se i chemiluminiscenční metody. V článku jsou porovnány tři generátory z hlediska švýcarských a evropských norem.

*J. Tshilongo, A. Botha, M. Janse van Rensburg, N. Leshabene, N. G. Ntsasa: FTIR a GC jako komplementární metody analýzy korozivních plynů. (str. 655-663)*

Gravimetrická metoda byla použita k přípravě směsí

korozivních plynů obsahujících NO a SO<sub>2</sub>, směsi byly analyzovány FTIR a GC.

*M. Janse van Rensburg, A. Botha, N. G. Ntsasa, J. Tshilongo, N. Leshabane: Simultánní detekce CO, CH<sub>4</sub> a CO<sub>2</sub> na úrovni nmol/mol v dusíku pomocí GC-FID. (str. 665-670)*

Opakovatelnost GC-FID stanovení byla zlepšena optimalizací podmínek měření – výběrem kolony, způsobu dávkování, teploty separace a detekce, průtoku, způsobu integrace apod.

*P. Spitzer, P. Fiscaro, S. Seitz, R. Champion: pH a elektrická vodivost jako parametry charakterizující bioethanol. (str. 671-676)*

Článek uvádí základy měření pH v bioethanolu včetně vhodných standardů, zmiňuje problémy měření pH ve směsi ethanol-voda. Dále je diskutován význam měření vodivosti při hodnocení kvality bioethanolu a jsou uvedena některá doporučení a omezení při volbě kalibračních standardů.

*M. Hoppe, P. Schley, M. Uhrig: Metrologické problémy při měření energie bioplynu. (str. 677-683)*

Současné metody měření výhřevnosti plynů jsou většínou založeny na stanovení metodou plynové chromatografie a jsou vhodné pro analýzu zemního plynu. Aplikace na bioplyn vyžadují určitou úpravu metodiky, neboť složení plynů se poněkud liší.

*M. Ussner, F. Müller-Langer: Biopaliva dnes a zítra: vliv složení paliva na emise. (str. 685-691)*

Článek uvádí přehled technologií a stav komercializace produkce biopaliv. Je uvedeno porovnání dvou typů paliv a diskutován vliv různých parametrů na průběh spalování.

*R. Willink: Komentář k článku „Lekce z chemické statistiky II. Normální rozdělení“. (str. 693-700)*

V diskusi k dříve publikovaným článkům autor mj. uvádí různé způsoby odhadu parametrů normálního rozdělení.

### Accred. Qual. Assur. ročník 15, č. 1 / 2010

*C. Weykamp: Řetězec návaznosti v medicínských laboratořích: dlouhá a spleťtá cesta, příklad HbA<sub>1c</sub>. (str. 3-7)*

Autor zdůrazňuje problémy při zajišťování metrologické návaznosti v medicínských laboratořích, poukazuje zvl. na případ stanovení parametru HbA<sub>1c</sub> důležitého při léčbě diabetu. Popsán mezinárodní referenční systém.

*S. Seitz, P. Stitzer, R.J.C. Brown: CCQM-P111: Studie návaznosti při stanovení salinity a hmotnostních frakcí hlavních komponent mořské vody. (str. 9-17)*

V první části studie byla určena referenční hodnota salinity mořské vody z Atlantiku a současně vyhodnocena standardní nejistota. Ve druhé části studie osm laboratoří stanovovalo obsahy hlavních složek mořské vody s následujícími výsledky: Na<sup>+</sup> (10,726 ± 0,134) g/kg, Mg<sup>2+</sup> (1,288 ± 0,018) g/kg, Sr<sup>2+</sup> (0,00755 ± 0,00011) g/kg,

Cl<sup>-</sup> (19,360 ± 0,047) g/kg, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (2,650 ± 0,025) g/kg. Špatná shoda byla zjištěna při stanovení stroncia a síranů.

*J. Jiménez-Chacón, M. Alvarez-Prieto: Určení detekční schopnosti analytických postupů založené na nejistotě měření. (str. 19-28)*

Článek se zabývá obecnými postupy stanovení detekční schopnosti a navrhuje nový přístup vycházející z nejistoty měření, přičemž je uvažována nejistota způsobená náhodnými chybami i nejistota spojená se systematickou odchylkou.

*H. Kipphardt a spol.: Stanovení čistoty potřebné pro realizaci primárních standardů pro elementární analýzu: porovnatelnost na mezinárodní úrovni. (str. 29-37)*

Bylo organizováno mezinárodní porovnání CCQM-P107 zaměřené na stanovení čistoty. Byly stanovovány hmotnostní obsahy Ag, Bi, Cd, Cr, Ni a Tl na úrovni nižší než mg/kg v čistém zinku. Referenční hodnoty byly stanoveny hmotnostní spektrometrií s izotopovým ředěním. Porovnání se zúčastnilo šest národních metrologických institutů. Bylo dosaženo dobré vzájemné shody, vesměs lepší než 30 % rel., což byla stanovená referenční nejistota.

### Diskusní fórum

Několik příspěvků věnovaných následujícím tématům: Využití nejistoty při hodnocení shody s limity, validace metod v dopingové kontrole.

### Accred. Qual. Assur. ročník 15, č. 2 / 2010

*Analytical Method Committee, The Royal Society of Chemistry: Role zkoušení způsobilosti při validaci metod. (str. 73-79)*

Jsou diskutovány principy využití dat ze zkoušení způsobilosti včetně odpovídajících statistických postupů pro validaci analytických metod. Uvedeno srovnání s postupy využívajícími klasických mezilaboratorních studií.

*D.-H. Kim, J.-K. Chang, H.-J. Sohn, B.-G. Cho, S.-R. Ko: Certifikace referenčního materiálu ginsenosidu Rg<sub>1</sub>. (str. 81-87)*

Čistý referenční materiál byl připraven extrakcí z kořenů *Panax ginseng* a následnou separací. Byl stanoven hmotnostní podíl hlavní složky včetně nejistoty a dále obsahy hlavních organických nečistot, zbytkové vlhkosti, obsahu rozpouštědel a anorganických nečistot. Certifikovaná hodnota Rg<sub>1</sub> v referenčním materiálu byla 0,974 ± 0,006 (*k* = 2) g/g a doba použitelnosti byla jeden rok. Ke stanovení jednotlivých veličin byly použity metody HPLC, coulometrie, gravimetrie a plynové chromatografie. Je diskutována stabilita a homogenita materiálu.

*D. Oliveira, S. F. Yap, S. Wongwanich, B. Khan, J. Cristina: Příprava plánu zabezpečování kvality pro diagnostické laboratoře testující nukleové kyseliny. (str. 89-97)*

Technologie založené na testování nukleových kyselin otevírají nové možnosti v diagnostice, prognostice a klinické péči. Prudký nárůst tohoto typu testů vyžaduje zavedení striktních pravidel pro zabezpečování kvality.

V článku je popsán příklad takového plánu a způsob jeho implementace.

*L. Brüggeman, P. Morgenstern, R. Wennrich: Srovnání mezinárodních standardů pro stanovení detekční schopnosti analytických metod. (str. 99-104)*

Norma ISO 11843 specifikuje experimentální podmínky pro stanovení kritických hodnot analytických metod vztahujících se k detekční schopnosti. V článku je uvedeno srovnání této normy s německou normou DIN 32645 a s rozhodnutím komise EU 2002/657/EC. Jsou diskutovány statistické základy uvedených postupů.

*P. Steliopoulos: Stanovení rozhodovacího limitu a detekční schopnosti s využitím matričně závislých dat. (str. 105-109)*

Kalibrace pomocí matričních standardů umožňuje přesnou kvantifikaci bez nutnosti korekce na systematickou odchylku způsobenou matričními vlivy. V článku je popsán postup pro stanovení rozhodovacího limitu ( $CC_{\alpha}$ ) a detekční schopnosti ( $CC_{\beta}$ ), který využívá série kalibračních sub-modelů. Ilustrováno na příkladu kalibrace při LC-MS stanovení antibiotik v ledvinách.

*S. D. Garway, S. R. Bhaisare, D. G. Garway, G. H. Pandya: Studie řízení kvality a distribuce kovů v městském prachu. (str. 111-118)*

Vzorky prachu byly odebírány kontinuálně v devíti městských lokalitách, ve vzorcích byl stanoven obsah 33 prvků metodou ICP-AES. Pravidla pro použití kontrolních vzorků (QC) byla určena podle USEPA IO-3.4. Byla určena distribuce kovů v různých lokalitách. Na většině lokalit se kovy jako Al, Ca a Fe vyskytovaly ve vyšších koncentracích než ostatní kovy. Koncentrace olova byla v rozmezí 0,33–624  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , i když vozidla v dané oblasti používala bezolovnatá paliva. Ve studované oblasti byly rovněž analyzovány vzorky půd.

*A. Charkabarty, S. Mohapatra, R. M. Tripathy, V. D. Puranik, H. S. Kushwaha: Řízení kvality při měření koncentrace uranu. (str. 119-123)*

Koncentrace uranu v kapalných vzorcích byly stanovovány metodou laserové fluorimetrie. Různé testy (Dixonův, Rosnerův aj.) byly použity pro detekci odlehklých výsledků. Jsou rovněž popsány různé způsoby hodnocení distribuce získaných dat. Pro posouzení statistické stability měřicího systému byly použity Stewartovy regulační diagramy.

*J. Gijs Kuenen, W. N. Konings: Význam chlazení vzorků moči při dopingové kontrole. (str. 133-136)*

Stávající pravidla pro antidopingovou kontrolu nespécifikují způsob chlazení vzorků během jeho přepravy do laboratoře, přestože jsou dostupná různá chladicí zařízení. Pokud není zabezpečeno chlazení během přepravy, hrozí nebezpečí mikrobiální a tepelné degradace vzorků, což může vést k falešně negativním i falešně pozitivním výsledkům při analýze. Tato praxe je považována za vědecky i morálně nepřijatelnou. V článku je doporučována jednoduchá metoda chlazení a transportu vzorků.

Pavel Janoš

## 7 Informace

Na webové stránky EURACHEM-ČR byl zařazen jako Metodický list č. 6 překlad letáčku EURACHEM Zkoušení způsobilosti – preanalytické a postanalytické užití, který se zabývá využitím zkoušení způsobilosti zahrnujícího i kroky prováděné před a po analýze.

Současně s tímto číslem Zpravodaje obdrží každý člen číslo Eurachem Newsletter věnované průběhu a výsledkům zasedání Valného shromáždění EURACHEM v květnu 2010 v Dánsku.

Výbor EURACHEM-ČR

---

Zpravodaj EURACHEM-ČR. Vydalo sdružení EURACHEM-ČR jako neprodejnou publikaci pro potřebu svých členů. Pro tisk připravil J. Vilímeč.

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 47/2010 vyšlo 18. 1. 2011.

Zpravodaj 47\_fin