



1 Směřování Eurachem v blízké budoucnosti

Vážené čtenářky, vážení čtenáři,

letní číslo Zpravodaje obvykle vzniká krátce po zasedání vrcholných a řídicích orgánů evropského Eurachem a je proto vhodná doba stručně Vás informovat o novinkách. Podrobnější informace najdete v samostatném příspěvku, v tomto úvodníku bych se chtěl zmínit o hlavní náplni naší práce. Eurachem je hrdý na to, že od počátků své činnosti se zaměřuje na edukativní činnost a z této oblasti výrazně nevybočuje. Letos byla dokončena revize „guidu“ Průvodce jakostí v analytické

laboratoři (český překlad byl vydán jako KVALIMETRIE 12 v roce 2003), jehož finální schválení proběhne na říjnovém zasedání Výkonného výboru. Tento dokument byl však dokončen v nevhodnou dobu. V současnosti totiž probíhá revize normy ISO/IEC 17025:2005, z níž dokončený dokument vychází. S touto pro většinu čtenářů ne novou informací souvisí i další výzvy pro naši činnost: po vydání revize normy rychle a prakticky zareagovat a připravit nové dokumenty či revidovat stávající tak, aby byly stále aktuální pro potřeby analytických chemiků. Stejně sledujeme i probíhající revizi základního dokumentu o nejistotě měření GUM. Druhým dokončovaným dokumentem, jehož schválení a vydání očekáváme příští rok, je revize pokynu o metrologické návaznosti. Postupně se daří zlepšovat propagaci Eurachem na sociálních sítích, což byla naše dlouhodobá slabina. Již realizované i připravované workshopy jsou anoncovány na síti Twitter a také webová stránka www.eurachem.org je „propojena“ s našimi účty na sociálních sítích Twitter a LinkedIn. Pokud jste na těchto sítích aktivní, budeme rádi, pokud se přihlásíte ke sledování jednotlivých tweetů či požádáte o členství v naší uzavřené skupině na LinkedIn. Ještě mi dovoluete zmínit se a také Vás pozvat k účasti na seminářích připravovaných na příští rok. Poslední květnový týden se na Kypru uskuteční workshop věnovaný nejistotě měření jak kvantitativních, tak i kvalitativních zkoušek, a v říjnu 2017 se bude ve Slovinsku konat již devátý *International Workshop on Proficiency Testing*, který je bezesporu nejnavštěvovanější akcí ze všech, které Eurachem pořádá.

Ani Eurachem-ČR nezahálí. Na jaře jsme pořádali dvoudenní seminář věnovaný zkoušení způsobilosti a externímu hodnocení kvality a během podzimu vydáme již 21. díl KVALIMETRIE, tentokrát zaměřený na referenční materiály a cílovou nejistotu měření.

David MILDE
předseda EURACHEM-ČR

Uvnitř čísla

- 1 Směřování Eurachem v blízké budoucnosti
- 2 Stanovení středně těkavých látek ve vodách metodami GC/MS nebo LC/MS/MS
- 3 31. Valné shromáždění Eurachem se uskutečnilo v belgickém Gentu
- 4 Česká republika v čele evropské analytické chemie
- 5 Workshop Zkoušení způsobilosti/EHK v analytické chemii, laboratorní medicíně a mikrobiologii
- 6 Accreditation and Quality Assurance 5-6/2015, 1-2/2016
- 7 Důležité informace

2 Stanovení středně těkavých látek ve vodách metodami GC/MS nebo LC/MS/MS

Středně těkavé organické látky (SVOC) představují širokou skupinu látek. Patří mezi ně látky lišící se svou těkavostí, od poměrně těkavých (pyridin (teplota varu, t. v. 116 °C), pikolin (t. v. 128 °C), fenol (t. v. 175 °C), anilin (t. v. 184 °C), 1,3-dichlorbenzen (t. v. 173 °C)) až po benzo[ghi]perylen (t. v. 500 °C), polaritou (nepolární,

zásadité, kyselé) a přítomností funkčních skupin (uhlovodíky, amino-, nitro-, heteroatomy). Společnou vlastností je, že jsou dostatečně teplotně stabilní, aby byly analyzovatelné pomocí plynové chromatografie (GC) ve spojení s různými detektory: plamenově ionizačním (FID), detektorem elektronového záchytu (ECD). V posledních dvaceti letech se pak při analýzách vzorků životního prostředí stále více používá spojení GC s hmotnostním detektorem (GC/MS), případně tandemovým hmotnostním detektorem (GC/MS/MS).

Kromě plynové chromatografie se pro analýzu polárních organických polutantů používá stále častěji technika kapalinové chromatografie ve spojení s elektrosprejovým iontovým zdrojem a tandemovým hmotnostním detektorem (LC/ESI-MS/MS), případně vysoko rozlišujícím hmotnostním detektorem (LC/ESI-HRMS). Její velkou výhodou je možnost přímého měření vodných vzorků bez nutnosti zakonzentrování a jiných úprav při zachování citlivosti měření.

Mezi SVOC se řadí alifatické uhlovodíky ($n\text{-C}_{10}$ až $n\text{-C}_{30}$), alifatické chlorované uhlovodíky (např. hexachlorethan), aromatické chlorované uhlovodíky (dichlorbenzeny až hexachlorbenzen), polycyklické aromatické uhlovodíky (PAU), polychlorované bifenyly (PCB), chlorované pesticidy (OCP), triazinové pesticidy, fosfátové pesticidy (OPP), chloracetanilidové pesticidy (NPP), nitroaromáty (nitrobenzen, dinitrobenzeny, dinitrotolueny, atp.), alkyl-, chlor- a nitro- substituované aniliny (např. chloraniliny, 4-chlor-2-nitroanilin, atp.), ftaláty (bis-(2-ethylhexyl)ftalát (DEHP), di-*n*-butylftalát), a z kyselých látek fenol, kresoly, chlorfenoly (mono-, di-, tri-, tetra- až pentachlorfenol), nitrofenoly, atp. Stanovením těchto látek se zabývá několik metod Agentury životního prostředí Spojených států amerických (US EPA), například pro pitnou vodu US EPA 525.2, pro odpadní vody US EPA 1625C, pro pevné matrice US EPA 8270D. Metodou 1625C se stanovuje 160 neutrálních a bazických polutantů (z toho 72 za použití vlastního izotopově značeného standardu) a 17 kyselých polutantů (11 izotopově značených standardů). Naproti tomu metoda 8270D používá pouze šest izotopově značených vnitřních standardů. Extrakce vodných vzorků se provádí dichlormethanem při $\text{pH} > 11$ pro neutrální a bazické látky a po okyselení na $\text{pH} < 2$ pro kyselé látky. Vzorky obsahující více než 30% nerozpuštěných látek jsou extrahovány v ultrazvukové lázni směsí aceton/dichlormethan 1:1. Vedle těchto multireziduálních metod existují ještě US EPA metody specifické pro jednotlivé skupiny [1]. Analýzou vodných vzorků pomocí LC/MS/MS se zabývá několik metod US EPA, DIN a dalších mezinárodních zdrojů.

V české legislativě jsou tyto skupiny látek řešeny po jednotlivých skupinách specifickými metodami [2]. Stručný popis českých a zahraničních metod, společně s analyzovanými látkami, způsoby extrakce: kapalina – kapalina (LLE), extrakce na pevné fázi (SPE), mikroextrakce na pevné fázi (SPME), stripování a záchyt na termodesorpční kolonce (Purge & Trap), přímý nástřik vodných vzorků (Direct Aqueous Injection, DAI), použitá přístrojová technika, druh matrice a dosažená mez stanovitelnosti (MS) jsou uvedeny v tabulce č. 1.

Uvedený seznam není úplný, ale pouze ilustrativní pro srovnání.

Na první pohled je zřejmé, že metody US EPA 625 a 8270D mají spíše screeningový charakter: zachycují sice velký počet analytů, ale mají také vysoké MS i nejistoty výsledků. Metoda 625 vznikla v 80. letech a byla určena pro monitoring toxických látek v komunálních a průmyslových odpadních vodách. Tomu byla podřízena robustní extrakce dichlormethanem, která umožňuje záchyt velké skupiny látek s rozdílnou polaritou ve značně znečištěných vodách s komplexní maticí. Posléze vznikla metoda 8270, která sloužila pro analýzu podzemních vod a především nebezpečných odpadů. V této metodě bylo ještě rozšířeno množství a druh analyzovaných látek, ovšem opět s vysokými mezemi stanovitelnosti a velkými nejistotami výsledků (u některých analytů i 90 %). Metoda 525.2 byla vyvinuta v 90. letech za účelem monitoringu pitných vod. Z důvodu snížení spotřeby škodlivého rozpouštědla (dichlormethanu) byla zavedena extrakce na pevné fázi (SPE) v provedení diskovém nebo kolonkovém. Tato metoda má již nižší MS a vyšší preciznost a přesnost, ale má menší schopnost retence pro látky s velkou polaritou [3].

Uvedené metody se výrazně liší počtem látek a jejich různorodostí, pro které může být daná metoda aplikována. Obecně platí, že čím je metoda zaměřena na užší spektrum látek o podobných vlastnostech, tím je selektivnější, dosahuje nižších mezí stanovitelnosti a lepší přesnosti a správnosti. Selektivita je určena použitím vhodného rozpouštědla, čistícího kroku (SPE, GPC) a selektivního detektoru. Použití izotopově značeného standardu (isotope labelled internal standard, ILIS) pro každou z látek poskytuje nejspolehlivější výsledky, ale je také velice finančně náročné. Zatímco v GC/MS se často používá jeden ILIS pro skupinu příbuzných látek bez ztráty spolehlivosti výsledků, v LC/MS/MS je tento přístup často nepoužitelný, jelikož ionizace látek v elektrospreji je silně matričně závislá na složení mobilní fáze a eluátu obsahujícím různé interference ze vzorku, a je časově velice proměnlivá. Proto se zde rutinně používá kvantitativní metoda standardního přídatku, kdy se měří vzorek a posléze vzorek dotovaný vnějším standardem na předpokládané koncentrační hladině.

Pro stanovení nepolárních látek se dnes pro dosažení nízkých mezí stanovitelnosti používají specifické metody: pro stanovení těkavých organických látek (TOL) postup dle normy EN ISO 15680, pro PAU ČSN EN ISO 17993, pro organochlorové pesticidy (OCP), polychlorované bifenyly (PCB) a chlorbenzeny ČSN EN ISO 6468, pro ftaláty ČSN EN ISO 18856 a pro chlorfenoly ČSN EN 12673.

Příklad používané metody

Tato metoda vychází z ČSN EN ISO 10695 (Stanovení vybraných sloučenin s organicky vázaným dusíkem a fosforem) s několika odchylkami (pH vzorku se upravuje tetraboritanovým pufrům na $\text{pH} 8,5 - 9$ pro zvýšení výtěžku bazických analytů a použití GC/MS místo GC/NPD pro zvýšení citlivosti a selektivity) [4]. Touto metodou se stanovují pesticidy obsahující dusík

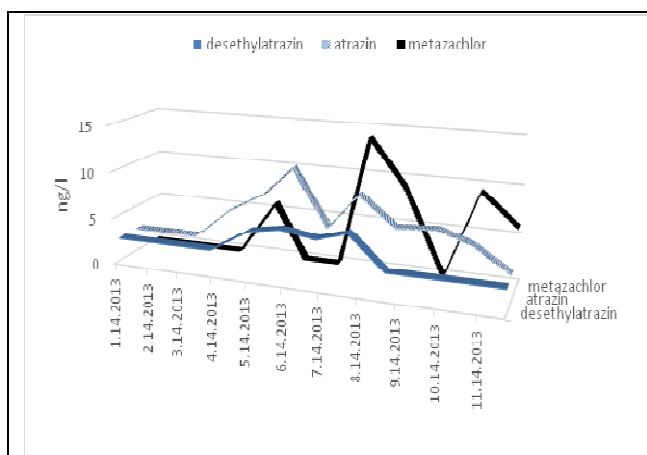
Tabulka 1 Seznam vybraných norem používaných pro stanovení středně těkavých látek

Název metody	Sledované látky	Extrakce	Analytická technika	Matrice	LOQ [µg/l]
US EPA 625	77 látek	LLE CH ₂ Cl ₂	GC/MS	odpadní vody	3-90
US EPA 1625C	177 látek	CLLE CH ₂ Cl ₂	GC/MS	pevné i kapalné	3-90
US EPA 8270D	233 látek	LLE CH ₂ Cl ₂	GC/MS	pevné i kapalné	10-100
US EPA 525.2	115 látek	SPE	GC/MS	pitné	0,1-8
US EPA 536	7 látek triazino- vých pesticidů a metabolitů	Přímý nástřik	LC/ESI- MS/MS	Surové, upra- vené pitné vo- dy	0,02- 0,14
US EPA 538	11 látek pesti- cidů	Přímý nástřik	LC/ESI- MS/MS	Pitné vody	0,01-1,5
DIN 38407-36	28 a více pesti- cidů a metabo- litů	Přímý nástřik	LC/ESI- MS/MS, LC/ESI- HRMS	Pitné vody	0,01-0,1
EN ISO 15680	Těkavé nepo- lární až po TCB	P&T	GC/MS	pitné, povr- chové, odpadní	0,03-0,1
ČSN ISO 11423-1	těkavé	Headspace	GC/MS	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 2
ČSN ISO 11423-2	těkavé	LLE, pentan	GC/MS	pitné, povr- chové, odpadní	> 5
ČSN EN 12918	OPP	LLE CH ₂ Cl ₂	GC/NPD	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 10
ČSN EN ISO 10695	NPP	LLE CH ₂ Cl ₂	GC-NPD	pitné, povr- chové, odpadní	> 0,02
ČSN EN 27108	NPP	SPME	GC/MS	pitné, povrcho- vé, podzemní	> 0,05
ČSN 757554	15/16 PAU	LLE hexan, cyk- lohexan	HPLC-FLD, GC/MS	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 0,003
ČSN EN ISO 17993	15 PAU	LLE hexan	HPLC-FLD	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 0,005
ČSN ISO 28540	16 PAU	LLE hexan, iso- oktan	GC/MS	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 0,005
ČSN EN ISO 6468	PCB, OCP, TCB-HCB	LLE hexan heptan	GC-ECD	pitné, povrcho- vé, odpadní	> 0,003- 0,150
ČSN ISO 17858	Dioxinům po- dobné PCB	LLE CH ₂ Cl ₂	HRGC/ HRMS	vody, sedimen- ty, biota	pg/l
ČSN EN 12673	Chlorfenoly	In-situ acetylce, LLE hexan	GC-ECD, GC/MS	pitné, povrcho- vé, odpadní	0,1
ČSN EN ISO 18856	Ftaláty	SPE	GC/MS	pitné, povrcho- vé, odpadní	>0,02

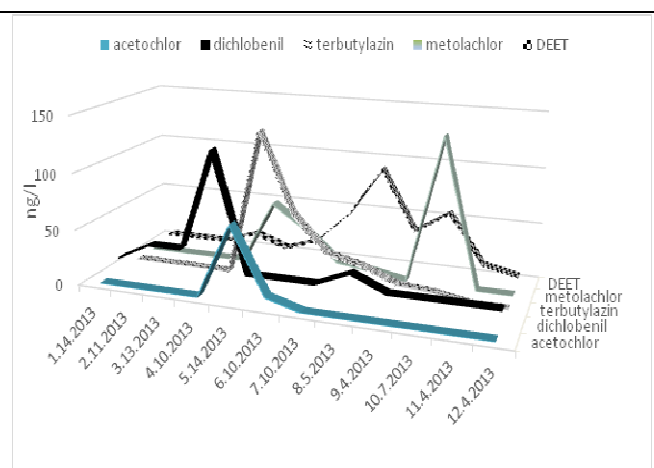
a fosfor. Jedná se o triazinové (např. atrazin, terbuthylazin, terbutryn), fosfátové (např. malathion, parathion-methyl, parathion-ethyl, chlorfenvinfos), chloracetanilidové (acetochlor, alachlor, metolachlor, metazachlor, ...) a další pesticidy, a také nitroaromáty (nitrobenzen, nitrotolueny, dinitrotolueny, atd.), substituované aniliny (anilin, chloraniliny, dichloraniliny, 4-chlor-2-nitroanilin, ...), alkylfosfáty a chloralkylfosfáty (triethylfosfát (TEP), tributylfosfát (TBP), trifenyfosfát (TPP), tris-(2-chlorethyl)fosfát (TCEP), tris-(1-chlor-2-propyl)fosfát (TCPP)). Celkem se jedná o více než 40 pesticidů a 39 středně těkavých látek. Většina pesticidů z této metody a další, které není možné analyzovat plynovou chromatografií (močovinové, fenoxalkánové,

karbamátové, atp.), se analyzuje metodou DAI-LC/ESI-MS/MS [5, 6].

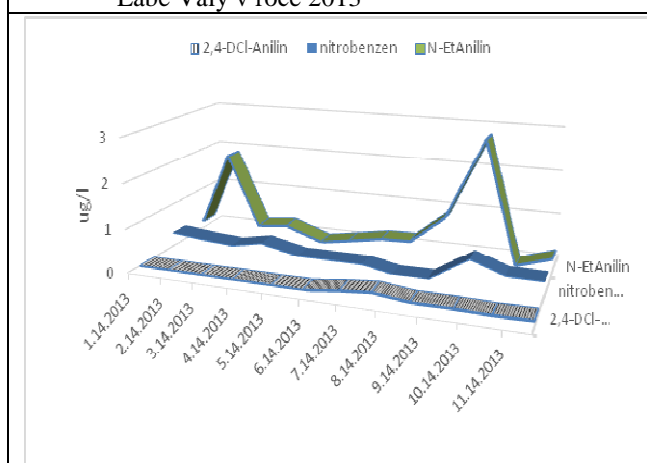
Vzorek vody se po přidání vnitřního standardu a úpravě pH extrahuje dichlormethanem. Organický extrakt se po vysušení síranem sodným odpaří na vakuové odparce na objem 0,7 ml. Z tohoto objemu se nastříkuje 1 µl do plynového chromatografu s hmotnostním detektorem (tlakový pulzní splitless nástřik při 270 °C, kapilární kolona s 5% difenyldimethylpolysiloxanovou stacionární fází (30 m, průměr 0,25 mm, tloušťka filmu 0,25 µm) s 5 m integrovanou předkolonou.



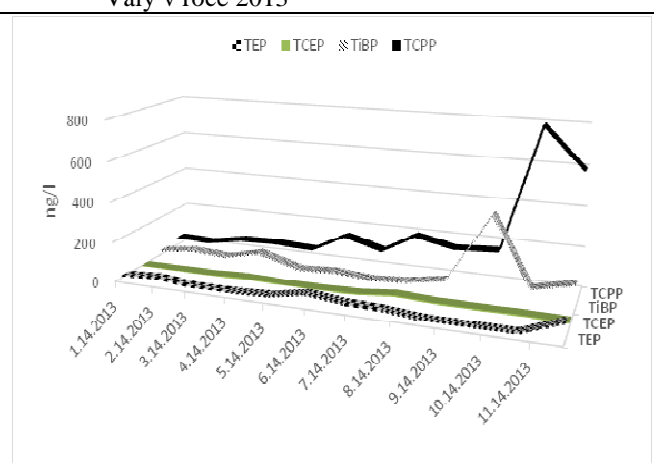
Obr. 1: Výskyt triazinových pesticidů v [ng/l] v profilu Labe Valy v roce 2013



Obr. 2: Výskyt dalších pesticidů v [ng/l] v profilu Labe Valy v roce 2013



Obr. 3: Výskyt nitrobenzenu a anilinů v [µg/l] v profilu Labe Valy v roce 2013



Obr. 4: Výskyt alkylofosfátů a chloralkylofosfátů v [ng/l] v profilu Labe Valy v roce 2013

Měření se provádí hmotnostní spektrometrií v režimu vybraných iontů (SIM) podle normy US EPA 8027, případně z naměřeného plného skenu získané charakteristické ionty.

Metoda vyhodnocení: externí kalibrace s korekcí na vnitřní standard, případně metoda izotopového zředování.

Meze stanovitelnosti pro pesticidy v rozmezí 5 - 50 ng/l, pro ostatní látky 5 - 200 ng/l, nejistoty 20 - 25 %.

Výsledky

Obr 1 a 2 ilustrují nálezy pesticidů v odběrovém profilu Labe Valy v roce 2013. Atrazin, jeho metabolit desethylatrazin, a dichlobenil jsou již od roku 2005, respektive 2010 zakázány a jejich nálezy jsou způsobeny vyplachováním reziduí z půdy při větších dešťových srážkách nebo tání sněhu. Tyto pesticidy vykazují typický sezónní průběh, maxima po aplikaci a poté odeznění, jehož rychlost vyjadřuje stabilitu a sorpci daného pesticidu v půdě. Další maxima jsou u stabilních pesticidů při vyplachování z půdy. Repelentní přípravek DEET se ve vzorcích vod nachází v době používání od dubna do října. Na obr. 3 je patrné, že nálezy nitrobenzenu zůstaly na podobné úrovni jako v roce 1999 [7], ale zmizely nitrotolueny, dinitrotolueny a anilin, a koncentrace N-

ethylanilinu je proti minulosti více než 10x nižší. Obr. 4 ukazuje zajímavé nálezy triisobutylfosfátu (TiBP) a tris(1-chlor-2-propyl)fosfátu (TCPP) ve stovkách ng/l, které patří k široce rozšířeným polutantům ze skupiny fosfátových zpomalovačů hoření. Jejich výskyt je nárazový, závislý na jejich vypouštění z bodových zdrojů průmyslového znečištění.

Závěr

V příspěvku jsou prezentovány různé přístupy ke stanovení SVOC ve vodách. Zatímco metody US EPA 625, 1625C a 8270D mají široký záběr polarit analytů za cenu vyšších MS a větších nejistot měření, dedikované metody uzpůsobené vlastnostem jednotlivých skupin látek jsou schopny dosáhnout mnohem nižších MS i nejistot měření. Přesto metoda založená na extrakci dichlormethanem představuje univerzální a robustní metodu pro široké spektrum látek v maticích s přítomnými nerozpuštěnými látkami, na kterých jsou sledované analyzy často adsorbovány. Nevýhodou použití dichlormethanu (DCM) jsou znečištěné extrakty, které rychle kontaminují nástřik, kolonu i iontový zdroj, a také možná kontaminace prostředí laboratoře, ve které se často stanovují stopové koncentrace DCM. Pomocí této metody bude v budoucnu možné sledovat nově požadované

a relevantní polutanty v povrchových a odpadních vodách.

Metoda přímého nástřiku vody LC/ESI-MS/MS umožňuje stanovení velkého spektra pesticidů, léčiv a jiných polárních látek schopných ionizace v elektrospreji bez nutnosti extrakce, zakoncentrování a čištění extraktů. Složitá matrice je nutno ředit nebo provádět extrakci a čištění. Bohužel touto metodou nelze stanovovat méně polární látky neobsahující skupinu s aktivním vodíkem (NH, OH, atp.), které neionizují v elektrospreji. Pro takové látky je pak možné použít jiné ionizační techniky (chemickou ionizaci za atmosférického tlaku (APCI) nebo fotoionizaci (APPI)), které obecně mají menší citlivost než ESI.

Literatura:

1. Internetový odkaz s možností stažení norem: <http://www.caslab.com/EPA-Methods/web/file/> cit. 31.3.2014.
2. Internetový odkaz s možností náhledu a objednání: <http://seznamcsn.unmz.cz/vyhledavani.aspx/> cit. 31.3.2014.
3. Internetový odkaz: http://standards.nsf.org/apps/group_public/download.php/6532/Comparing%20Method%20625%20to%20Methods%20525.pdf, cit. 31.3.2014
4. Ferenčík M., Dolének P., Jirásková I.: Sledování haloetherů v povrchových vodách, Sborník konference Pokroky v chromatografii a elektroforéze 2000, Univerzita Pardubice, 5. – 6.9.2000, s. 108-109, ISBN 80-7194-278-2.
5. Ferenčík M., Schovánková J., Zubrová, K.: Sledování pesticidů a farmaceutických látek v povrchových vodách pomocí LC/MS/MS., Sborník přednášek z 39. Konference Hydrochémia 2010, Bratislava, Slovenská republika, 12. – 13. 5. 2010, s. 45-54, ISBN 978-80-89062-68-3.
6. Ferenčík M., Schovánková J.: Stanovení pesticidů, jejich metabolitů a farmaceutických látek ve vodách a sedimentech pomocí LC/MS/MS, Sborník přednášek ze 40. Konference Hydrochémia 2012, Bratislava, Slovenská republika, 16. – 17. 5. 2012, s. 55-64, ISBN 978-80-89062-86-7.
7. Ferenčík, M., Dolének, P.: Problematika výskytu a sledování vybraných organických látek ve vodách (triaziny, haloethery, nitroaromáty a aromatické aminy), Sborník XXXIV. ročníku konference Hydrochémia 2000, Bratislava, 126-134, ISBN 80-968282-4-X.

Martin FERENČÍK
Povodí Labe, s.p., Hradec Králové

3 31. Valné shromáždění Eurachem se uskutečnilo v belgickém Gentu

Valné shromáždění jakožto vrcholný orgán Eurachem se schází jedenkrát ročně a ani letos tomu nebylo jinak. Ve dnech 11. - 13. 5. 2016 proběhla jednání několika pracovních skupin, Výkonného výboru i

Valného shromáždění v hotelu Novotel Centrum, jen pár metrů od historického centra Gentu. Na úvod zasedání účastníci minutou ticha uctili památku letos zesnulého Paula de Bièvra, jednoho za zakladatelů Eurachemu. O vysoce nadstandardní organizaci Valného shromáždění i workshopu se postarala belgická asociace laboratoří BELAB v čele se svou předsedkyní Isabelle Vercruyse, která je také delegátkou Belgie na Valném shromáždění. Samotnému jednání řídicích orgánů Eurachem předcházela dvoudenní seminář věnovaný validacím metod – *Method Validation in Analytical Science*. Seminář byl velmi úspěšný s více než 120 účastníky z 25 zemí. Kromě představení posledního pokynu pro validaci postupů měření, který jsme minulý rok vydali jako KVALIMETRII 20, a přehledu dostupných mezinárodních dokumentů pro validace a verifikace, byly součástí programu i bloky věnované validacím v klinické chemii, mikrobiologii, výzkumných a vývojových laboratořích či ve farmacii. Jak je již u našich seminářů zvykem, uskutečnilo se i několik diskusních skupin. Powerpointové prezentace a posterů jsou k dispozici na webových stránkách www.eurachem.org v sekci *Completed Events*.

Valné shromáždění proběhlo dle obvyklého harmonogramu. Na program byly interní otázky, způsoby propagace včetně sociálních sítí (Eurachem je „aktivní“ na sítích Twitter a LinkedIn), informace o činnosti pracovních skupin, jakož i zprávy z dalších evropských i světových organizací, které působí v oblasti analytické chemie a zabezpečování kvality výsledků. V rámci diskusního fóra jsme se věnovali probíhající revizi normy ISO/IEC 17025, možností elektronizace dokumentů v laboratořích a hlavním bodem byla debata na téma, zda a pokud ano, tak jak se má Eurachem věnovat oblasti referenčních materiálů. Pokyn vydaný před více než deseti lety již není aktuální. V neposlední řadě byla představena činnost Eurachem v jednotlivých členských zemích. Tuto část jednání lze shrnout slovy, že v aktivitách výrazně převažuje pořádání kurzů a seminářů, jakož i další vzdělávací aktivity. V průběhu zasedání přešlo předsednictví a sekretariát na dobu dvou let do českých rukou. Díky značnému úsilí dvou předchozích sekretariátů (Rakousko a Švédsko) se podařilo činnost Eurachem stabilizovat a výzvou pro současný sekretariát a předsednictví je připravit Strategický plán na další období. Novou místopředsedkyní byla zvolena Marina Patriarca z Itálie. Celé jednání Valného shromáždění probíhalo v příjemné atmosféře a díky jasnému vedení se podařilo zvládnout náročnou agendu včas.

Příští rok se zasedání vrcholných orgánů Eurachem uskuteční na Kypru. Spolu s nimi proběhne seminář věnovaný novým trendům ve vyhodnocení nejistoty měření a to včetně kvalitativních zkoušek. O podrobnostech Vás budeme informovat v průběhu podzimu. Agenda ze zasedání je pro případné zájemce k dispozici u autora tohoto příspěvku. Letos Českou republiku prezentovali dva zástupci, přičemž účast jednoho byla hrazena z grantových prostředků MŠMT.

Autor děkuje za finanční podporu MŠMT v rámci projektu INGO II LG 14029.

David MILDE

4 Česká republika v čele evropské analytické chemie

Na plenárním zasedání evropské organizace EURACHEM, které se konalo v květnu 2016 v Gentu, Belgie, byl na období 2016 – 2018 zvolen předsedou této organizace David Milde. Česká republika se zařadila mezi malý počet evropských zemí, které měly tu čest být v čele EURACHEM více než jednou. Svědčí to o dobré práci české organizace i skvělé „diplomacii“.

Jménem české organizace bych zároveň chtěl blahopřát Davidu Mildemu k úspěšné habilitaci na Universitě Palackého v oboru Analytická chemie. Věřím, že doc. Ing. David Milde, PhD. bude úspěšně vykonávat funkci předsedy EURACHEM a přispěje k dobré pozici české analytické chemie v evropském měřítku.

Miloslav Suchánek

5 Workshop Zkoušení způsobilosti/EHK v analytické chemii, laboratorní medicíně a mikrobiologii

Eurachem-ČR uspořádal ve dnech 7. - 8. dubna 2016 v pražském hotelu Olšanka spolu se dvěma poskytovateli zkoušení způsobilosti – CSLab, spol. s r.o. a SEKK, spol. s r.o. odborný seminář zaměřený na nové směry, poznatky a zkušenosti v oblasti zkoušení způsobilosti/EHK. Seminář navštívilo asi 60 účastníků převážně z analytických a klinických laboratoří. Zastoupeni byli také poskytovatelé zkoušení způsobilosti a odborníci z vysokých škol. Úvodní přednášku shrnující vývoj 25 let mezilaboratorního porovnání přednesl Piotr Robouch z JRC EC. Následovaly přednášky věnované normám ISO/IEC 17043 a novému vydání ISO 13528 z pohledu akreditačního orgánu, poskytovatelů zkoušení způsobilosti i chemických a biochemických laboratoří. V dalších přednáškách byla mimo jiné představena databáze EPTIS a nové pokyny týkající se zkoušení způsobilosti v případě malého počtu účastníků. Poslední blok referátů byl věnován využití EHK pro zabezpečení kvality výsledků v klinických laboratořích. Součástí odborného programu prvního dne byly také diskuse účastníků ve třech pracovních skupinách. Závěry diskusí pak byly všem účastníkům představeny na plenárním zasedání. Na semináři bylo prezentováno i několik posterů. Podle výsledků dotazníkového šetření mezi účastníky získala u nich tato akce velmi dobré hodnocení a zhruba po dvou letech bude možné uvažovat o další obdobné akci zaměřené na aktuální otázky mezilaboratorních porovnání.

David MILDE

6 Accreditation and Quality Assurance 5 - 6/2015, 1-2/2016

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

Accred. Qual. Assur. ročník 20, č. 5 / 2015 (dokončení z minulého čísla Zpravodaje)

6. Ferreri, C.; Galati, F.; Grande, L.; Maugliani, A.; Michelacci, V.; Minelli, F.; Tozzoli, R.; Caprioli, A. The proficiency testing program of the European Union Reference Laboratory for *E. coli*. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 381–385.

Program zkoušení způsobilosti evropské referenční laboratoře pro stanovení E. coli. Uveden přehled PT a dalších aktivit směřujících k harmonizaci postupů pro detekci patogenních bakterií.

7. Cotman, M.; Pintar, A. Proficiency testing of wastewater sampling: What did we learn? *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 387–394.

Zkoušení způsobilosti při vzorkování odpadních vod. Co jsme se naučili? Zkoušení způsobilosti při vzorkování odpadních vod organizovala Laboratoř pro environmentální vědy a inženýrství ve Slovinsku v letech 2012 - 2014. Účastníci odebírali 6-hodinové proporcionální vzorkování s využitím různých zařízení, vzorky byly následně analyzovány v jedné laboratoři. Variabilita výsledků stanovení chemické spotřeby kyslíku vyjádřená jako variační koeficient se pohybovala v rozmezí 8,5 až 11,1%. Největší variabilita byla zjištěna při stanovení celkové koncentrace organického uhlíku ve výši 23,7 až 35,7%. Byl kvantifikován příspěvek nejistoty měření vyplývající z odběru vzorků a z chemických analýz.

8. Jotanovic, A.; Suljagic, S. Comparison of different approaches used for the interpretation and presentation of PT results. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 395–399.

Srovnání různých přístupů používaných při interpretaci a prezentaci výsledků zkoušení způsobilosti. Laboratoř pro drahé kovy v rámci Ústavu metrologie Bosny a Hercegoviny působí jako státní referenční laboratoř v oblasti kontroly kvality výrobků z drahých kovů, např. šperků a mj. organizuje zkoušení způsobilosti zaměřené na stanovení obsahu zlata v klenotnických slitinách. K vyhodnocování byly použity různé ukazatele, např. z-skóre, z'-skóre a Q-skóre.

9. Johnston, L.; Croft, M.; Murby, J.; Shearman, K. Preparation and characterisation of certified reference materials for furazolidone and nitrofurazone metabolites in prawn. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 401–410.

Příprava a charakterizace certifikovaných referenčních materiálů pro stanovení metabolitů furazolidonu a nitrofurazonu v krevetách. Referenční materiály MX012A a MX012B (lyofilizovaná kreveta) byly připraveny v Národním ústavu měření v Austrálii. Ke stanovení metabolitů nitrofuranu byla použita hmotnostní spektrometrie s izotopovým ředěním. Vzorky byly extrahovány, čištěny kapalinovou extrakcí a extrakcí na pevnou fázi s následnou analýzou pomocí kapalinové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (UHPLC-ESI MSMS). Tato metoda byla použita pro

certifikaci referenčních materiálů obsahujících 3-amino-2-oxazolidinon (AOZ) a semikarbazid (SEM). Referenční materiál MX012A obsahuje $137,5 (\pm 8,5)$ ng/g AOZ a referenční materiál MX012B obsahuje $(30,2 \pm 1,8)$ ng/g AOZ a $(70,3 \pm 3,1)$ ng/g SEM.

10. Morales, V.; Goren, A. C.; Held, A.; Bilsel, M.; Gündüz, S.; Yilmaz, H. Validation of a GC-IDMS method for the metrologically traceable quantification of selected FAMES in biodiesel. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 411–419.

Validace metody GC-IDMS pro zajištění metrologické návaznosti při kvantifikaci vybraných FAME v biopalivech. V článku je popsána nová metoda pro stanovení obsahu methylesterů mastných kyselin (FAME) v řepkovém oleji. Metoda používá plynovou chromatografii s hmotnostní spektrometrií s izotopovým ředěním.

11. Jakopič, R.; Aregbe, Y.; Buják, R.; Richter, S.; Buda, R.; Zuleger, E. Results of the REIMEP-17 interlaboratory comparison for the measurement of the U and Pu amount content and isotope amount ratios in the synthetic dissolved spent nuclear fuel solution. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 421–429.

Výsledky mezilaboratorního porovnání při stanovení obsahu a poměru izotopů U a Pu v syntetickém roztoku vyhořelého jaderného paliva.

12. Catini, R. H.; de Souza, F. J. P.; Martins Pinhel, M. de F.; de Oliveira Mendonça, A.; Paccas, V. H. P.; Olivares, I. R. B. Application of indicators and quality index as a tool for critical analysis and continuous improvement of laboratories accredited against ISO/IEC 17025. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 431–436.

Aplikace indikátorů a indexů kvality při analýze a zlepšování laboratoří akreditovaných podle normy ISO/IEC 17025.

13. Krouwer, J. S. Biases in clinical trials performed for regulatory approval. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 437–439.

Zkreslení při klinických testech pro schvalovací účely. Jako součást schvalovacího procesu se v nemocničních laboratořích často provádí porovnání metod, nicméně tato porovnání bývají často zkreslená kvůli střetu zájmů a z dalších důvodů. Srovnávací studie se často liší od podmínek běžného použití metody pokud jde o použitá činidla i přístup personálu.

14. De Bièvre, P. Clarity about the base quantity “amount of substance” is required before (re)definition of the associated base unit mole is meaningful. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 441–443.

Je třeba objasnit základní pojem - veličinu „látkového množství“ - dříve než přistoupíme k (re)definici molu jako základní jednotky. Autor poukazuje na to, že mol jako jednotka látkového množství byl přidán do soustavy jednotek SI v r. 1971 na základě konceptu běžného ve fyzice, jenž je odlišný od konceptu používaného v chemii. Poukazuje na to, že např. jednotka „metr“ byla zavedena teprve poté, co byl již zaveden koncept „délky“, či podobně „kilogram“ byl zaveden poté, co byl již zažitý pojem „hmotnost“. V případě molu je tomu naopak -

pojem „látkového množství“ není dosud stále uspokojivě zaveden.

Accred. Qual. Assur. ročník 20, č. 6 / 2015

1. Elordui-Zapatarietxe, S.; Fettig, I.; Richter, J.; Philipp, R.; Gantois, F.; Lalère, B.; Swart, C.; Emteborg, H. Interaction of 15 priority substances for water monitoring at ng L⁻¹ levels with glass, aluminium and fluorinated polyethylene bottles for the containment of water reference materials. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 447–455.

Interakce 15 prioritních látek na úrovni ng/l s nádobami ze skla, hliníku a fluorovaného polyethylénu určených k uchovávání referenčních materiálů vod. Pro většinu hydrofobních organických polutantů uvedených v Rámcové směrnici EU pro vodu nejsou v současné době k dispozici certifikované referenční materiály. Tato studie byla zaměřena na přípravu referenčních materiálů obsahujících polycyklické aromatické uhlovodíky (PAU), polybromované difenyletery (PBDE) a tributylcín (TBT) na koncentrační úrovni blízké limitům uvedeným v daných normách. V této části práce je pozornost zaměřena na výběr materiálu vzorkovnice pro uchovávání CRM. Byly testovány tři materiály - hliník, tmavé sklo a fluorovaný polyethylen (FPE). Zdaleka nejvyšší ztráty všech analytů byly pozorovány při uchovávání vzorků v nádobách z FPE, což je přičítáno adsorpci na stěnách nádob. Hliník a sklo jsou stejně vhodné pro PAU i PBDE, pro TBT je ovšem hliník méně vhodný kvůli nutnosti čištění kyselinami. *Pozn.: Článek je volně dostupný na <http://link.springer.com/article/10.1007/s00769-015-1150-3/fulltext.html>*

2. do Ceu Ferreira, M.; Matos, A.; Leal, R. P. Evaluation of the role of metrological traceability in health care: a comparison study by statistical approach. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 457–464.

Úloha metrologické návaznosti ve zdravotní péči: srovnávací statistická studie. Dotazníková studie provedená ve 44 portugalských laboratořích poukazuje na některá kritická místa v systému metrologické návaznosti, přičemž byly pozorovány určité rozdíly mezi veřejnými a privátními zařízeními.

3. Silva, D. P.; Galhardo, C. E. C.; Lidizio, L. R.; Senna, C. A.; Damasceno, J. C.; Ferreira, E. H. M.; Trommer, R. M.; Fukuhara, M.; Neves, R. S. The experience of implementing a quality management system at the Materials Metrology Division (Dimat)-Inmetro: a practical approach. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 465–471.

Zkušenosti se zaváděním systému managementu kvality v divizi materiálové metrologie.

4. Borges-Miranda, A.; Marquez-Leyva, I.; Pérez-Martínez, C.; Jiménez-Chacón, J.; Álvarez-Prieto, M. Overcoming constraints of the control charting approach for measurement uncertainty assessments. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 473–482.

Jak překonat omezení plynoucí z používání regulačních diagramů pro odhad nejistoty měření. Studie je zaměřená na analýzu kubánského tabáku - stanovení obsahu celkových alkaloidů (vyjádřeno jako nikotin) a dusíku Kjeldah-

lovou metodou. Mezilehlá preciznost byla odhadnuta z regulačních diagramů obohacených vzorků. Promyšlená volba typů vzorků používaných k operativnímu řízení kvality umožňuje odečíst z regulačních diagramů cenné podklady pro stanovení nejistoty měření i v případě, kdy nejsou k dispozici certifikované referenční materiály.

5. Barrabin, J. S.; Garrido, B. C.; Machado, G. A.; Wolinger, W.; Freitas, R. F. M.; Feliciano, A. C. S.; de la Cruz, M. N. S. Comparison of exact matching and calibration curve quantification methods for glucose in human serum GC-IDMS analysis and their application for the development of certified reference materials. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 483–493.

Srovnání metody "exact matching" a metody kalibrační křivky při kvantifikaci obsahu glukózy v lidském séru metodou GC-IDMS a jejich aplikace při vývoji certifikovaných referenčních materiálů. Derivatizace a plynová chromatografie s hmotnostně spektromerickou detekcí s izotopovým ředěním byla použita ke stanovení glukózy, přičemž byly porovnány dvě kalibrační metody - metoda kalibrační křivky a tzv. exact matching metoda, která zahrnuje přípravu obohacených kalibračních roztoků obsahujících stejné koncentrace analytů, jako analyzované vzorky (jde o poměrně pracnou iterativní proceduru). Obě kalibrační metody byly rovnocenné z hlediska preciznosti a přesnosti s relativní směrodatnou odchylkou menší než 3%. Celkové nejistoty měření s použitím exact matching metody byly nižší, než u metody kalibrační křivky, a pohybovaly se na úrovni 1,0 - 2,5 % (rel.).

6. Sin, D. W. M.; Wong, Y. Use of assigned reference values: revisiting a small-scale inter-laboratory comparison for residual pesticides in tea. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 495–500.

Stanovení vztahné hodnoty při mezilaboratorním porovnání pro malý počet účastníků - stanovení reziduí pesticidů v čaji. Článek je zaměřen na stanovení organochlorových pesticidů (α -endosulfanu, β -endosulfanu a endosulfan síranu) v čaji. Jsou diskutovány problémy mezilaboratorních porovnání za účasti malého počtu laboratoří, kdy konsenzuální vztahná hodnota může být snadno zkreslena.

7. Shweikani, R.; Hasan, M. Determination of the optimal measurement counting time and detection limit for gamma-ray spectrometry analysis. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 501–504.

Stanovení optimální doby měření a detekčního limitu při gama-spektrometrické analýze.

8. Ottaviani, D.; Parmegiani, S.; Chierichetti, S.; Rocchegiani, E.; Leoni, F.; Naceur Haouet, M.; Latini, M. Statistical approach to validate the reduction in Venus gallina sample size for enumeration of *E. coli* according to ISO/TS 16649-3. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 505–509.

Statistický přístup při validaci postupu pro redukci vzorku při stanovení E. coli podle ISO/TS 16649-3. Venus galina je druh malé škeble vyskytující se v Jaderském moři. Vzhledem k jejich velikosti je obtížné připravit vzorky postupem předepsaným podle ISO/TS 16649-3.

9. Noulsri, E.; Pattanapanyasat, K. Guidelines for organizing national external quality assessment scheme for performing CD4+ T-lymphocyte determinations in persons infected with HIV in resource-limited settings. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 511–518.

Organizace národního systému externího posuzování kvality při stanovení CD4 + T-lymfocytů u osob nakažených virem HIV v prostředí s omezenými zdroji.

10. Ellison, S. L. R. Homogeneity studies and ISO Guide 35:2006. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 519–528. *Studie homogenity a ISO Guide 35:2006.* Je popsán způsob testování homogenity referenčních materiálů s odkazem na ISO Guide 35:2006 a jsou uvedeny některé návrhy na jeho úpravu.

11. van der Veen, A. M. H. Revision of ISO Guide 33: good practice in using reference materials. *Accredit. Qual. Assur.* **2015**, *20*, 529–532.

Revize ISO Guide 33: správná praxe při používání referenčních materiálů. Revidovaný dokument ISO Guide 33 nyní zahrnuje hlavní aplikace referenčních materiálů (RM) a certifikovaných referenčních materiálů (CRM). Na rozdíl od předchozí verze se nyní ISO Guide 33 vztahuje i na kalibraci jako jeden ze způsobů využití RM a zabývá se i přípravou kalibračních RM z čistých materiálů. ISO Guide 33 obsahuje rovněž ustanovení týkající se volby RM pro zvláštní účely.

Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 1 / 2016

1. Anes, B.; Bettencourt da Silva, R. J. N.; Martins, H. F. P.; Oliveira, C. S.; Camões, M. F. Compatibility of activity coefficients estimated experimentally and by Pitzer equations for the assessment of seawater pH. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (1), 1–7.

Kompatibilita aktivitních koeficientů stanovených experimentálně a pomocí Pitzerovy rovnice při měření pH mořské vody. Kalibrace pH metrů se obvykle provádí pomocí pufrů s nízkou iontovou silou ($I \leq 0,1$ mol/kg). Pro měření pH mořské vody ($I \approx 0,7$ mol/kg) jsou zapotřebí kalibrační pufrů s vysokou iontovou silou. Primární metoda pro měření pH využívá Harnedovy cely ve spojení s Nernstovou rovnicí pro odhad aktivitních koeficientů chloridových iontů. Předpokládá se, že ke stejnému účelu je použitelná semiempirická Pitzerova rovnice, nicméně platnost tohoto předpokladu nebyla (dle autorů tohoto článku) dostatečně prokázána. V článku jsou oba přístupy porovnány, jsou určeny nejistoty měření a oblast použitelnosti Pitzerovy rovnice.

2. Iacob, E. Experience of accreditation in a surface science laboratory. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (1), 9–17.

Zkušenosti s akreditací laboratoře pro povrchovou analýzu. Laboratoř MateC (Fondazione Bruno Kessler) nabízí služby v oblasti charakterizace materiálů v mezinárodním měřítku a proto se neobejde bez akreditace podle normy ISO/IEC 17025.

3. de Medeiros Albano, F.; Faustini, L. H. The influence of a quality system according to ISO/IEC 17025 on the performance of Brazilian laboratories in proficiency

testing in the environmental area. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 19–23.

Vliv systému managementu kvality podle ISO/IEC 17025 na úspěšnost brazilských laboratoří při zkoušení způsobilosti v oblasti životního prostředí. Jednalo se o fyzikálně-chemický rozbor vod (stanovení 9 kovů, celkový počet výsledků byl téměř 900). Bylo prokázáno, že existují významné rozdíly mezi úspěšnostmi akreditovaných laboratoří, uznávaných laboratoří (se zavedeným systémem managementu kvality) a laboratořemi, které nemají zavedený systém managementu kvality.

4. Pereira, P.; Magnusson, B.; Theodorsson, E.; Westgard, J. O.; Encarnação, P. Measurement uncertainty as a tool for evaluating the “grey zone” to reduce the false negatives in immunochemical screening of blood donors for infectious diseases. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 25–32.

Nejistota měření jako nástroj při hodnocení "šedé zóny" a snížení počtu falešně negativních výsledků při imunochémickém zjišťování infekčních nemocí u dárců krve. Riziko chybné klasifikace infikovaných jedinců jako zdravých je zvláště významné poblíž tzv. klinické rozhodovací meze. Autoři doporučují využít při rozhodování empirických postupů a nejistoty měření v souladu s metodikou Eurachem.

5. Wiora, J. Problems and risks occurred during uncertainty evaluation of a quantity calculated from correlated parameters: a case study of pH measurement. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 33–39.

Problémy a rizika při hodnocení nejistoty veličiny vypočtené z korelovaných parametrů: měření pH jako případová studie. Na příkladu měření pH pomocí iontově selektivní metody je ukázáno, že odhad nejistoty může být významně zkreslen v důsledku silné korelace mezi jednotlivými parametry elektrody.

6. Gautier, C.; Wund, P.; Laporte, E.; Vial, J.; Thiébaud, D.; Rivier, C.; Crozet, M.; Goutelard, F. Are analytical standards and reagents really reliable? *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 41–46.

Můžeme se spolehnout na analytická činidla a standardy? Kvalita analytických standardů bývá jen velmi zřídka zpochybnována, nicméně občas se objevují problematické výsledky, přestože jiné zdroje chyb byly eliminovány. Proto se autoři rozhodli prověřit spolehlivost některých analytických standardů a činidel: tritiového dodekanu, kyseliny diethylenaminpentaoctové (DTPA) a standardního vícėsložkového roztoku aniontů. Ukázalo se, že tritiový dodekan obsahuje 60% tritiových nečistot. Nečistoty byly zjištěny i v roztoku DTPA. Ve vícėsložkovém roztoku aniontů nebyla zaručena hodnota koncentrace dusitanů (což bylo možné očekávat). Výsledky jasně ukazují, že certifikáty dodavatelů chemikálií nás nezabavují povinnosti používat zdravý rozum.

7. de Pádua Gandra, R. L.; dos Santos, A. L. S.; dos Santos, P. P. B.; Alvarenga, R. L.; Junqueira, R. G.; Labanca, R. A.; de Souza, S. V. C. Production and evaluation of a reference material for moisture, ash, and total fat mass fractions, and titratable acidity in whole milk powder. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 47–55.

Příprava a zhodnocení referenčního materiálu pro stanovení vlhkosti, popela, celkového obsahu tuku a titrovatelné kyselosti v sušeném mléce.

8. Perez, A.; Vanermen, G.; Noten, B.; Linsinger, T. P. J. Instability of the DNPH-formaldehyde derivative in the certified reference material BCR-551 stored at $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ but not at $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 57–63.

Nestabilita DNPH derivátů formaldehydu v certifikovaném referenčním materiálu BCR-551 uchovávaném při $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, která se neprojevuje u materiálů uchovávaných při $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Během post-certifikačního monitoringu stability certifikovaného referenčního materiálu BCR-551 (deriváty DNPH rozpuštěné v acetonitrilu) byl pozorován pokles koncentrace některých analytů u vzorků skladovaných při $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, zatímco u vzorků skladovaných při $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ k poklesu nedocházelo. Ačkoliv je toto chování poněkud kontraintuitivní, lze je vysvětlit jako důsledek určité formy vymrazování.

9. Choi, J. O.; Nam, G. H.; Kim, B. J. A thought on uncertainty evaluation using ANOVA. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 65–68.

Zamyšlení nad vyhodnocením nejistoty s využitím ANOVA. Diskutováno vyhodnocení nejistoty s využitím ANOVA v příkladu H.5 v GUM.

10. Feldmann, R.; Lochner, K. H. Influences on volume in piston-operated air-displacement pipettes. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 69–82.

Problémy při volumetrických měřeních pomocí pipet. Poměrně rozsáhlý přehledný článek se zabývá fyzikálně-chemickými (termodynamickými) jevy, které přispívají k nejistotě při měření objemů.

11. De Bièvre, P. Where do we find the graphs from PT programmes showing measurement performance? *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (1), 87–88.

Kde najdeme grafy ukazující úspěšnost v programech zkoušení způsobilosti? Poznámka k významu zkoušení způsobilosti a zamyšlení nad tím, zda dochází k nějakému pozitivnímu vývoji.

Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 2 / 2016

1. Szewczak, E.; Bondarzewski, A. Is the assessment of interlaboratory comparison results for a small number of tests and limited number of participants reliable and rational? *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 91–100.

Má smysl vyhodnocení mezilaboratorních porovnání pro malý počet zkoušek a omezený počet účastníků? V článku jsou diskutovány tři statistické metody vhodné pro tyto účely. Dvě z nich jsou založeny na cílové hodnotě určené pomocí robustních statistických metod z výsledků dodaných účastníky porovnání, třetí využívá vyhodnocení pomocí parametru ζ . Ukázáno na příkladu mezilaboratorního porovnání dvou laboratoří, z nichž každá analyzovala tři vzorky.

2. Guigues, N.; Desenfant, M.; Lalere, B.; Vaslin-Reimann, S.; Eyl, D.; Mansuit, P.; Hance, E. Estimating sampling and analysis uncertainties to assess the fitness for purpose of a water quality monitoring network.

Accredit. Qual. Assur. **2016**, 21 (2), 101–112.

Určení nejistoty vzorkování a analýz při hodnocení systému sledování kvality vod. Zaměřeno na monitorovací systém kvality povrchových vod v severovýchodní Francii, který je součástí projektu ukládání radioaktivních odpadů.

3. Elordui-Zapatarietxe, S.; Fettig, I.; Richter, J.; Philipp, R.; Vanermen, G.; Monteyne, E.; Boom, G.; Emteborg, H. Preparation and evaluation of sufficiently homogeneous and stable reference materials for priority hazardous substances in whole water. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 113–120.

Příprava a hodnocení dostatečně homogenních a stabilních referenčních materiálů pro prioritní nebezpečné látky ve vodě. Byly připraveny a testovány referenční materiály s obsahem polycyklických aromatických uhlovodíků, polybromovaných difenyl etherů a tributylcínu.

4. Rodríguez-López, J. M.; Feinberg, M.; Durand, D.; Cantalapiedra-Hijar, G.; Isserty-Thomas, A.; Ortigues-Marty, I. Evaluation of the expanded measurement uncertainty in the determination of the net flux of nutrients and carbon atoms through the liver in ruminants. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 131–142. *Vyhodnocení rozšířené nejistoty při stanovení toku živin a uhlíku v játrech přežvykavců.*

5. Higioka, A. S.; Rudolf-Oliveira, R. C. M.; Martinello, F.; Bazzo, M. L. Analytical performance of glucometers in a tertiary care hospital. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 143–149.

Analytické charakteristiky glukometrů. Studie provedená v Brazílii byla zaměřena na hodnocení charakteristik glukometrů pracujících na principu amperometrie.

6. Župunski, V.; Mitrović, Z.; Nikolić, Z.; Petrović, G.; Tamindžić, G.; Karagić, Đ. Uncertainty analysis of the microtiter plate method for determining trypsin inhibitor activity. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 151–160.

Nejistota při stanovení inhibitoru tripsinu pomocí mikrotitrační destičky. Aktivita inhibitoru proteázy se měří v luštěninách v souvislosti s jejich nuričnými a antikarcinogenními vlastnostmi. Analýzy vzorků sojových bobů byly prováděny pomocí mikrotitrační destičky, vyhodnocení nejistoty bylo prováděno pomocí metodiky Eurachem. Hlavními složkami nejistoty bylo měření absorbance a příprava vzorků.

7. de Medeiros Albano, F.; Caten, C. S. ten. Analysis of the relationships between proficiency testing, validation of methods and estimation of measurement uncertainty: a

qualitative study with experts. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 161–166.

Vztah mezi zkoušením způsobilosti, validací metod a určením nejistoty měření: expertní studie. Studie se zúčastnili odborníci z pěti akreditačních orgánů (Brazílie, USA, Francie, Portugalsko a Čína). Výsledkem bylo zpracování diagramu příčin a následků. Bylo prokázáno, že zkoušení způsobilosti účinně přispívá ke spolehlivosti výsledků, protože je v přímém vztahu k validaci metod a k nejistotě měření.

8. De Bièvre, P. Measurement results in a Proficiency Testing programme need to be evaluated against independent criteria. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (2), 167–169.

Výsledky měření v programech zkoušení způsobilosti musí být vyhodnocovány pomocí nezávislých kritérií.

Pavel Janoš

7 Důležité informace

Vážení členové Eurachem-ČR, k tomuto Zpravodaji je přiložena jako každým rokem výzva k zaplacení členských příspěvků za rok 2016, ve výjimečných případech prodlení i za roky předešlé. Pokud budete mít k platbě příspěvků připomínky nebo dotazy, obraťte se na sekretariát sdružení.

Jak jsme již informovali v předešlých číslech Zpravodaje, vzhledem k novele občanského zákoníku a transformaci Eurachem-ČR ze sdružení na zapsaný spolek je nutné zpracovat a schválit nové stanovy. Při této příležitosti dojde rovněž i ke změně sídla Eurachem-ČR na Univerzitu Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem. Návrh stanov bude schválen elektronickým hlasováním v rámci mimořádného valného shromáždění, které proběhne od 15. 9. do 30. 9. 2016. Návrh stanov a pokyny k organizaci hlasování obdržíte během září.

Výbor Eurachem-ČR

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

Adresa sdružení: ✉ Eurachem-ČR, Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, Králova Výšička 3132/7, 400 96 Ústí nad Labem

☎ 220 414 224 (tajemník výboru), E-mail: sekretariat@eurachem.cz, Internet 🌐 www.eurachem.cz

Číslo 58/2016 vyšlo 10. 8. 2016.