



1989-2019

Eurachem*A focus for analytical chemistry in Europe*

1 30 let činnosti Eurachem

Vážení členové a příznivci Eurachem-ČR,

letos si Eurachem připomíná úctyhodných 30 let od svého založení. Původní myšlenka propagovat metrologickou návaznost i v chemických měřeních

Uvnitř čísla

- 1 30 let činnosti Eurachem**
- 2 CGPM schválila jednomyslně změnu mezinárodního systému jednotek SI**
- 3 Výkonný výbor Eurachem zasedal v Římě**
- 4 Užitečná pomůcka pro zavedení změn z revidované normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018**
- 5 Vydány upravené překlady norem řady ČSN ISO 5725**
- 6 Kvalimetrie 23**
- 7 Accreditation and Quality Assurance 5 - 6/2018**

značně „nabobtnala“ a Eurachem se dnes věnuje snad všem oblastem souvisejícím se zabezpečením kvality výsledků v oblasti chemie a laboratorní medicíny.

Touto informací jsem chtěl zahájit své novoroční ohlédnutí za pro Eurachem-ČR úspěšným rokem 2018. Z naší práce v minulém roce bych chtěl vyzvednout tři body. Pro mě osobně je na prvním místě vydání již 23. dílu KVALIMETRIE, tentokrát věnované zejména začínajícím pracovníkům v laboratořích a studentům chemických vysokých škol. Příručka nese název Měření v chemii – Stručný přehled metrologie v chemii a díky finanční podpoře od ÚNMZ a MŠMT je k dispozici zdarma ve formátu pdf všem zájemcům. Jedná se o ryze české autorské dílo! Od vystavení na našich webových stránkách do konce roku 2018 zaznamenala KVALIMETRIE 23 celkem 146 stažení, což odpovídá nákladu, kterým jsme dříve KVALIMETRIE tiskli. Minulý rok proběhla revize a aktualizace všech stávajících metodických listů a v současné době je na našem webu k dispozici 20 těchto praktických návodů. Třetí významnou aktivitou byl jednodenní seminář o referenčních materiálech, který prezentoval v poslední době revidované Pokyny ISO o referenčních materiálech a představil také zkušenosti s jejich používáním a akreditací výrobců RM. Seminář, který pořádal Český institut pro akreditaci ve spolupráci s Eurachem-ČR, proběhl v dubnu 2018 v Praze.

A nyní již k našim plánům pro letošní rok, které se však v době psaní tohoto příspěvku ještě formují. Připravujeme další KVALIMETRII, která tentokrát bude mít dvě části. První část bude odborný překlad revidovaného Pokynu Eurachem/CITAC Traceability in Chemical Measurement. Druhou částí bude praktický návod pro pořádání zkoušení způsobilosti v případě malého počtu účastníků. Rovněž připravujeme další metodické listy a hledáme vhodné aktuální téma pro jednodenní seminář. Budeme rádi, když občas navštívíte

naše webové stránky www.eurachem.cz, kde zveřejňujeme všechny aktuální informace.

Do právě začínajícího roku 2019 přeji všem pevně zdraví a mnoho úspěchů v práci či studiu i osobním životě, a také pohody a inspirace.

David Milde
předseda Eurachem-ČR



2 CGPM schválila jednomyslně změnu mezinárodního systému jednotek SI

Dne 16. listopadu v 12:20 středoevropského času Generální konference pro váhy a míry (CGPM), odpovědná za rozhodování o mezinárodním systému jednotek SI, hlasovala jednomyslně pro změnu základů fyzikálních a chemických měření.

CGPM se sešla na veřejném zasedání v Palais des Congrès, Versailles, k diskusi a hlasování o nové definici čtyř ze sedmi základních jednotek SI: molu, ampéru, kelvinu a kilogramu. Tato změna, která vstoupí v platnost na Světový den metrologie (20. května) v roce 2019, je snad nejzásadnější změnou v systému SI od jeho vzniku. Je to poprvé, kdy mezinárodní systém jednotek SI bude definován výhradně na základě základních fyzikálních konstant, namísto nutnosti udržování fyzikálního artefaktu.

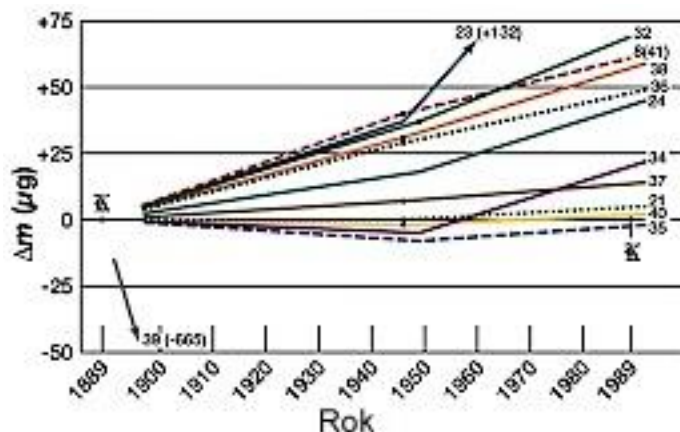
Jak tyto změny odstraní závislost na fyzikálních standardech - etalonech?

Toho se dosáhne tím, že se definuje kilogram – v současnosti poslední jednotka SI založená na fyzikálním artefaktu – na základě Planckovy konstanty, základní fyzikální konstanty, která vystupuje ve vztazích mezi energií a frekvencí. Současně se definuje ampér pomocí elementárního náboje e , jednotka teploty, kelvin, bude definována odkazem na Boltzmannovu konstantu a mol bude definován pomocí Avogadrovy konstanty. V nových jednotkách SI budou všechny tyto konstanty použity jako fixní a budou implicitně definovat každou jednotku.

Proč je to důležité?

Nejdůležitějším technickým důvodem pro tuto významnou změnu je, že spoléhání se na jeden fyzikální artefakt není jednoduše dostatečně spolehlivé pro potřeby moderních a budoucích vysoce přesných měření. Dle současné definice je kilogram v podstatě hmotnost určitého prototypu kilogramu uchovávaná v trezorech Mezinárodního úřadu pro míry a váhy v Sèvres u Paříže. Zjednodušeně, kdyby artefakt byl někdy poškozen nebo ztracen, systém jednotek SI by už neměl své ukotvení pro hmotnost. Ještě důležitější je, že u mnoha národních kilogramů měření v čase vykazují určitý stupeň driftu – pravděpodobně jen z důvodu jednoduchého opotřebení – což ohrožuje jejich dlouhodobou životaschopnost. Předdefinování kilogramu na základě základní konstanty odstraní spoléhání se na jediný artefakt.

Obr. 1 Znárodnění systému SI (od Greg, L., anglická verze Wikipedie)



Obr. 2 Průběh změn hmotnosti prototypu kilogramu

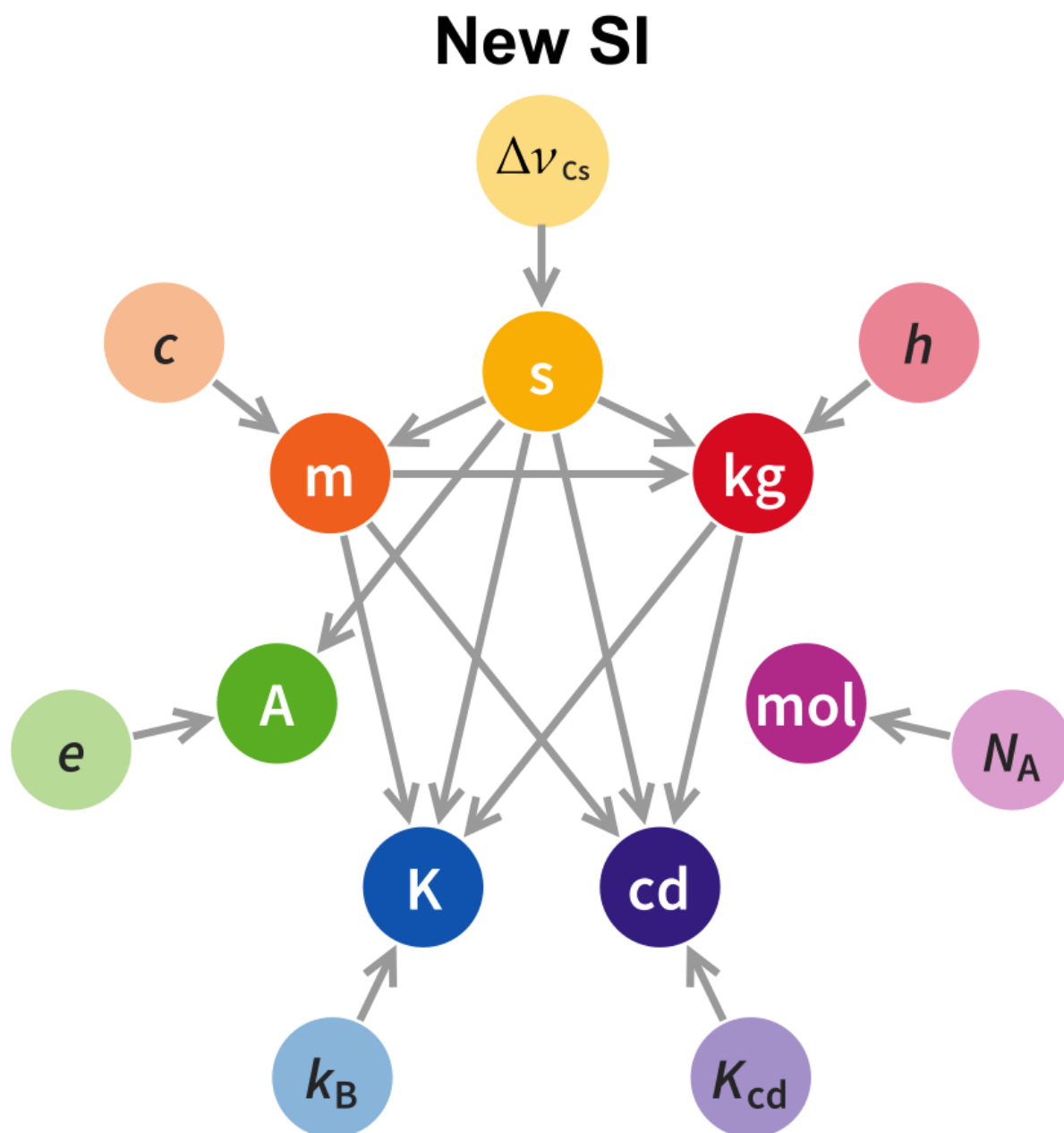
Podobně definování ampéru z hlediska základního náboje prostřednictvím coulombu umožňuje realizovat ampér s mnohem vyšší přesností. Definice kelvinu, v současné době s pomocí trojného bodu vody, se také změní od základu, zahrne fixní hodnotu Boltzmannovy konstanty v J K^{-1} (odpovídá $\text{kg m}^2 \text{s}^{-2} \text{K}^{-1}$). Opět to otevírá cestu pro trvalé vylepšování nejistoty u teplotních etalonů.

Z širšího hlediska se stane možným – alespoň v zásadě – pro každý měřicí institut realizovat své vlastní jednotky hmotnosti a všechny ostatní SI jednotky pomocí fundamentální fyziky namísto spoléhání se na srovnávání s jediným artefaktem. Základy měření budou nyní k dispozici opravdu pro všechny.

Jaký je vědecký základ nové definice?

Nastalé změny jsou vyvrcholením mnoha desetiletí vývojových prací, v poslední době spojených s vývojem „Kibblovy vah“ a obširné práce v projektu Avogadro na stanovení Avogadrovy konstanty s bezprecedentní přesností.

Kibblovy váhy jsou zařízení, které umožňuje přímé srovnání síly elektrického pole oproti gravitační síle pro standardní hmotnost. Dříve byl tento jev použit pro realizaci ampéru, ale s trvalým pokrokem v nejistotě měření je nyní možné vztáhnout vznikající sílu k fundamentálním konstantám včetně Planckovy konstanty a náboji elektronu. Definovat tyto konstanty jako pevné hodnoty v jednotkách SI je ekvivalentní definici samotných jednotek.



Obr. 3 Vztahy mezi jednotkami SI v novém systému

Avogadrova konstanta – základní poznatek jakéhokoli kurzu chemie – byla v rámci projektu Avogadro změřena s mimořádnou přesností. Vědecký princip je poměrně jednoduchý. Měření velikosti parametrů mřížky čistého křemíku lze určit pomocí krystalografie a v kombinaci s měřením přesné hustoty a známé atomové hmotnosti křemíku přináší určení počtu atomů v molu křemíku. Křemík byl zvolen, protože je dostupný v extrémně vysoké čistotě. Přesto bylo nezbytné použít velmi silně obohacený křemík-28, aby se zajistilo, že nejistoty spojené s izotopovými nečistotami – stejně jako oxidy na povrchu a další nečistoty – byly dostatečně malé, a tak se konstanta stanovila na devět platných číslic.

Dále vzhledem k tomu, že měření Avogadrovy konstanty také spoléhá na hmotnost, bylo možné konfrontovat výsledky projektu Avogadro oproti těm pocházejícím z práce na Kibblových vahách. Předefinování nebylo přijato, dokud shoda nebyla tak dobrá, aby na žádné praktické měření změna neměla jakýkoliv negativní dopad.

Jaký bude dopad na praktická chemická a biologická měření?

V praxi se změny u prováděných měření vůbec neprojeví. Pevné hodnoty zvolené pro základní konstanty jsou v pečlivém souladu s nejlepšími dostupnými

hodnotami, takže se nebude projevovat žádná viditelná změna. Deklarované nejistoty jsou daleko menší než jakákoliv realistická nejistota měření v chemii, která je v současnosti dosažitelná. Metrologové vidí chemická a biologická měření s jednotkou mol jako „podnik beze změn“. Kalibrace a akreditace budou probíhat jako obvykle, nebudeme muset recalibrovat žádné přístroje ani přezkoumávat akreditaci v důsledku změny.

V dlouhodobém horizontu by mohly nastat malé změny v měření atomové hmotnosti s vysokou přesností. Vzhledem k tomu, že mol již nebude záviset na kilogramu a atomové hmotnosti uhlíku 12, dalton – konvenční jednotka v současné době definovaná jako 1/12 hmotnosti atomu uhlíku-12 – již nebude mít fixní vztah ke všem třem položkám: kilogramu, Avogadrově konstantě N_A a hmotnosti ^{12}C . Namísto toho bude dalton pravděpodobně definován na základě svého vztahu k hmotnosti ^{12}C , s tím důsledkem, že přesně 1 g ^{12}C nebude nadále obsahovat shodně N_A atomů podle definice. V současné době se zdá nepravděpodobné, že by to mělo v praxi významné důsledky, neboť s tím spojený vztah bude platit v rámci velmi malých nejistot.

Možná zajímavější možností je, že změny mohou vyústit v novou generaci nástrojů pro velmi přesná měření ostatních jednotek, na které se chemici spoléhají. Například jakmile se kelvin odpoutá od tradičního zařízení pro trojný bod vody, jsou představitelné nové prostředky pro měření teploty s velmi vysokou přesností, založené na různých fyzikálních principech. Takový vývoj by mohl otevřít cestu k větší přesnosti, nebo významnému zjednodušení pro celou řadu měření, která jsou rutinně prováděna při chemických a biologických měřeních.

Jak bude CIPM a měření na národní úrovni zaručovat porovnatelnost svých etalonů, jestliže již nebudou návazné na stejné fyzikální artefakty?

Kalibrace pro většinu etalonů se v krátkodobém horizontu nezmění a obecné zásady budou nadále platit v rámci každé země. Pro zajištění, že měření jsou konzistentní nehlédě na hranice, existuje již zavedený systém mezinárodního porovnávání, mezinárodní ujednání CIPM MRA (viz <https://www.bipm.org/en/cipm-mra/>). Přestože některé národní laboratoře mohou převést kalibrace svého primárního etalonu hmotnosti na nástroje založené na Kibblových vahách, stále budou moci vážit a porovnávat etalony napříč hranicemi k ujištění, že jejich měření zůstávají kompatibilní.

Shrnutí

Generální konference pro váhy a míry, za podpory desítky let trvající práce metrologů v národních laboratořích na celém světě, uskutečnila historické rozhodnutí, které zlepší stabilitu měření celosvětově a i pro budoucí desetiletí.

Tato změna učiní poprvé celý systém jednotek SI všeobecně přístupný. Nové definice, nespolehlivé na žádný konkrétní artefakt, učiní základní jednotky fyzikálních a chemických měření v dlouhodobém horizontu stabilnější a stanoví pevné základy měření v budoucích desetiletích. Porovnatelnost přes státní

hranice bude i nadále udržována laboratořemi prostřednictvím CIPM MRA. Třebaže se jedná o základní změny, nebudou mít žádné nepříznivé účinky na každodenní praxi analytických měření a kalibrací a akreditační činnost bude pokračovat beze změn, kalibrační certifikáty se nemusí obnovovat dříve než obvykle. Představuje to obrovský úspěch pro metrologii a pro všechny vědní oblasti.

Další informace

BIPM videa související s novým systémem jednotek SI:

<https://www.youtube.com/thebipm>

Článek NIST: <https://www.nist.gov/si-redefinition/turning-point-humanity-redefining-worlds-measurement-system>

Článek NPL, UK: <http://www.npl.co.uk/si-units/redefining-the-si-units/>

Steve Ellison, předseda pracovní skupiny Eurachem nejistota měření a návaznost

Publikováno: 16. listopadu 2018 na www.eurachem.org

Překlad se svolením autora Eurachem-ČR

Soustava jednotek SI

Systém je založen na definici sedmi základních jednotek:

sekunda, symbol s, jednotka času. Je definována numerickou hodnotou frekvence $\Delta\nu_{\text{Cs}} = 9\,192\,631\,770\text{ Hz}$ (s^{-1}) odpovídající přechodu mezi dvěma hladinami velmi jemné struktury základního stavu atomu ^{133}Cs .

metr, symbol m, jednotka délky. Je definována numerickou hodnotou rychlosti světla ve vakuu $c = 299\,792\,458\text{ m s}^{-1}$, kde sekunda je definována pomocí frekvence $\Delta\nu_{\text{Cs}}$. Jinými slovy, je to délka dráhy, kterou proběhne světlo ve vakuu za dobu $1/299\,792\,458\text{ s}$.

kilogram, symbol kg, jednotka hmotnosti. Je definována pevnou hodnotou Planckovy konstanty $h = 6,626\,070\cdot 10^{-34}\text{ kg m}^2\text{ s}^{-1}$, kde metr a sekunda jsou definovány v předchozích definicích.

ampér, symbol A, jednotka elektrického proudu. Je definována numerickou hodnotou elementárního náboje $e = 1,602\,176\,634\cdot 10^{-19}\text{ A s}$, kde sekunda je definována pomocí frekvence $\Delta\nu_{\text{Cs}}$.

kelvin, symbol K, jednotka termodynamické teploty. Je definována pevnou hodnotou Boltzmanovy konstanty $k = 1,380\,649\cdot 10^{-23}\text{ kg m}^2\text{ s}^{-2}\text{ K}^{-1}$, kde kilogram, metr a sekunda jsou definovány pomocí h , c a $\Delta\nu_{\text{Cs}}$.

mol, symbol mol, jednotka látkového množství. Je definován numerickou hodnotou Avogadrovy konstanty $N_A = 6,022\,140\,76\cdot 10^{23}\text{ mol}^{-1}$. 1 mol tedy obsahuje N_A entit (atomů, molekul, iontů nebo specifikovaných částic).

kandela, symbol cd, jednotka svítivosti v daném směru. Je to svítivost zdroje, který v daném směru emituje

monochromatické záření o frekvenci 540.10^{12} Hz (s^{-1}) a jehož zářivost v tomto směru je $1/683$ W/steradian. $W=kg.m^2.s^{-3}$, kg, m a s jsou definovány výše.

Přehled připravil Miloslav Suchánek

3 Výkonný výbor Eurachem zasedal v Římě

Podzimní zasedání Výkonného výboru evropského Eurachemu proběhlo 13. a 14. září 2018 v Římě v budově Istituto Superiore di Sanità a vedla ho předsedkyně Marina Patriarca. Kromě obvyklé agendy probíhala příprava workshopů pro roky 2019 a 2020 a diskutovaly se možnosti, jak propagovat 30. výročí činnosti Eurachem, které si připomeneme v roce 2019. Nejvíce času však zabrala diskuze o členství států mimo Evropskou unii. Tato diskuze souvisela jednak se zájmem o členství z několika zemí bývalého Sovětského svazu, dále s důsledky brexitu a v neposlední řadě i s obnovou členství zemí, kde národní pobočky několik let nepůsobily (např. Nizozemí). Formální i neformální jednání proběhla ve Věčném městě v příjemné atmosféře a domnívám se, že všechny zásadní problémy se podařilo zdárně vyřešit.

David Milde

4 Užitečná pomůcka pro zavedení změn z revidované normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 do systému managementu laboratoře

Mezinárodní sdružení EUROLAB vydalo pro všechny typy zkušebních laboratoří užitečnou příručku, kterou nazvalo stručně „Handbook ISO/IEC 17025:2017“ (<http://www.eurolab.org/cookbooks.aspx>) a aktualizovalo návody na zavádění jednotlivých požadavků normy zvané „Cook Books“.

EUROLAB je mezinárodní sdružení, které vzniklo v roce 1990 k podpoře činnosti zkušebních a kalibračních laboratoří ve všech oblastech jejich působení, je tedy o několik měsíců mladší sestrou EURACHEM. Toto sdružení vydává řadu let takzvané „Cook Books“, jako návody a postupy pro splnění požadavků normy EN ISO/IEC 17025 pro zkušební a kalibrační laboratoře. Tyto „kuchařky“ jsou výborným vzdělávacím materiálem pro všechny, kteří se touto problematikou zabývají. Jsou to stručné a přehledné dokumenty k jednotlivým tématům obsaženým v uvedené normě k otázkám kvality laboratorní práce. Jsou v nich uvedeny mnohaleté zkušenosti tvůrců těchto dokumentů získané při zajištění kvality zkoušení v laboratořích. Jen pro ukázkou uvedme například „Validace zkušebních a kalibračních postupů“, „Kritéria pro výběr zkoušení způsobilosti“, „Využití výsledků mezilaboratorních porovnání v laboratoři“, „Jak posuzovat kompetence pracovníků laboratoře“, „Interní

audity“, „Přezkoumání systému managementu“, „Elektronické záznamy“, atd., celkem je v současné chvíli vydáno 20 těchto návodných dokumentů.

Jako rámcový dokument k těmto užitečným laboratorním pomůckám současně s vydáním revidované normy ISO/IEC 17025 vznikla příručka „Handbook ISO/IEC 17025:2017“, která velice přehledným a srozumitelným způsobem vysvětluje tabelárně všechny změny, obsažené v revidované normě spolu s návodem, jak tyto nové požadavky naplnit. Propojuje požadavky již dříve v normě obsažené s požadavky novými a vysvětluje i důvody, proč byla norma tímto způsobem revidována. Struktura příručky EUROLAB je shodná se strukturou normy ISO/IEC 17025 a každá kapitola obsahuje to, co je v normě zcela nové, s doporučeními, jak daný požadavek pochopit a zavést do systému managementu. Jednotlivé kapitoly obsahují tyto dílčí podkapitoly: Křížové odkazy, Identifikace změn, Návrhy, jak požadavky implementovat do systému managementu. Ke každé kapitole k jednotlivým požadavkům pak odkazuje na příslušný „Cook Book“, který pro danou problematiku existuje a byl revidován dle nových požadavků normy.

Všechny výše zmíněné dokumenty je možné najít na internetových stránkách mezinárodní organizace EUROLAB www.eurolab.org v sekci Publications (nebo přímo na adrese uvedené výše), materiály jsou zde volně ke stažení v anglickém jazyce, uspořádání těchto dokumentů na uvedených stránkách je v přehledné grafické formě a každý jednoduše nalezne odpověď na svou otázku týkající se daného požadavku normy.

Eva Klokočnicková, Zbyněk Plzák

5 Vydány upravené překlady norem řady ČSN ISO 5725

V minulém Zpravodaji jsme se v článku o odlišnostech normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 od její předchozí verze zmínili o skutečnosti, že normy řady ČSN ISO 5725:1997 končí svou platnost 1. 10. 2018. Tyto ISO normy, které mj. ISO prověřil a potvrdil jejich platnost v roce 2013 a 2018 (5725-1 a 5725-5), jsou odkazovány v bibliografii ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 na čelných místech. Používání české verze však naráželo na fakt, že metrologická terminologie použitá v těchto normách prosazovaná vedením Technické normalizační komise 4 Aplikace statistických metod národní normalizační instituce se dostala do rozporu s terminologicky nadřazeným Mezinárodním metrologickým slovníkem – Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM) (TNI 01 0115:2009) a rovněž s ČSN ISO 3534-1:2010 a ČSN ISO 3534-2:2010. České ekvivalenty použitých metrologických termínů však neodpovídaly ani v době vydání těchto norem (rok 1997) terminologické praxi používané ve dvou hlavních aplikačních oblastech – chemii a laboratorní medicíně, což činilo používání norem nevydaných dvoujazyčně velmi obtížné.

Je proto vhodné uvítat, že koncem roku vydala Česká agentura pro standardizaci (ČAS) upravené překlady,

kteří si dle Národní předmluvy vytkly za cíl nahradit terminologii použitou v řadě ČSN ISO 5725:1997 terminologií stanovenou v posledních vydáních norem ČSN ISO 3534- 1 a -2 z roku 2010. Jedná se především o české ekvivalenty anglických termínů *Accuracy*, *Trueness*, *Precision*, které se vyskytují v textu norem s vysokou četností. Ostatní úpravy textu překladu norem jsou minimální. Bohužel však i u tohoto vydání norem řady ČSN ISO 5725 přetrvává základní uživatelský nedostatek a to, že normy nejsou vydány dvousloupcově, dvoujazyčně, což by umožnilo uživateli si rychle vyjasnit některé nejasnosti překladu a výkladu textu. V současné době je vydávání překladů norem v dvoujazyčném standardu běžnou praxí ČAS i u rozsáhlejších normativních dokumentů. I promítnutí současných pohledů na volbu českých terminologických ekvivalentů nebylo při úpravách důsledné, a tak lze v normách např. najít použití *strannosti* jako dalšího ekvivalentu kromě *vychýlení k bias*, přitom *strannost* se v nadřazení k TNI 01 0115:2009 vůbec neuvádí. Rovněž použití výrazu *normalizované metody pro standard methods* není šťastné, protože ne všechny zavedené a prověřené - tedy standardní - metody/postupy jsou v chemii publikovány v technických normách. Tak to definuje i ILAC G18:2000: *Standardní metody jsou metody vypracované normalizačním orgánem nebo jinou široce uznávanou organizací, jejíž metody jsou v dané odbornosti obecně akceptovány.*

Přes uvedené nedostatky lze publikaci nového upraveného překladu norem řady ČSN ISO 5725 uvítat a s určitou obezřetností je možné českou verzi norem s datem vydání 2018 v laboratořích používat.

Zbyněk Plzák

6 Kvalimetrie 23

V listopadu 2018 byla vydána již 23. příručka v řadě KVALIMETRIE s názvem *Měření v chemii* a podtitulem *Stručný přehled metrologie v chemii*. Plný text je zdarma přístupný na webových stránkách www.eurachem.cz a to ve formátu pdf (ISBN 978-80-86322-11-7).

Dvacátá třetí Kvalimetrie je čistě český autorským dílem a cílí zejména na začínající pracovníky analytických laboratoří a stejně tak na studenty vysokých škol chemického zaměření, kteří se potřebují seznámit „v kostce“ s problematikou metrologie v chemii a požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17025. Příručka reaguje na zásadní nedostatek aktuálních a v češtině dostupných učebnic zabývajících touto problematikou a na přibližně 100 stranách se věnuje všem klíčovými oblastem souvisejícím s metrologií v chemii a zajištěním kvalitních výsledků chemických měření. Kromě tří základních témat, tedy metrologické návaznosti, validace měřicích postupů a vyhodnocení nejistoty měření, není opomenuta ani problematika interního řízení kvality a mezilaboratorního porovnání zkoušek. Další kapitoly jsou věnovány metrologické struktuře v ČR a ve světě, systémům managementu v analytických laboratořích, péči

o přístroje v laboratořích a vzorkování. V příloze jsou pak uvedeny statistické principy související s probíranými tématy, zejména s vyhodnocováním nejistoty měření. Vhodně zvolenou kombinací autorského týmu zahrnujícího jak pedagogy z vysokých škol tak i odborníky z praxe se podařilo do většiny kapitol zakomponovat nejen teoretické základy ale i praktické a podrobně řešené příklady. V závěru jednotlivých kapitol je pak seznam doporučené literatury zaměřující se kromě mezinárodních norem zejména na publikace Eurachemu, z nichž je převážná většina dostupná v češtině v podobě předcházejících dílů řady Kvalimetrie.

Příručka vznikla za finanční podpory ÚNMZ (Program rozvoje metrologie VII/6/18) a MŠMT (projekt Inter Excellence LTV 17015).

David Milde, editor Kvalimetrie 23

7 Accreditation and Quality Assurance 5 - 6/2018

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

Accred. Qual. Assur. ročník 23, č. 5 / 2018

[1] Outaki, M., Kerak, E., Evaluation of implementation of good quality management practices related to the support processes in the laboratories of Moroccan faculties of sciences and techniques. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 257–267. *Vyhodnocení implementace systému managementu kvality v laboratořích Marocké fakulty přírodních věd a techniky.* Článek uvádí výsledky dotazníkové studie zaměřené na zavádění systémů managementu kvality ve výzkumných laboratořích v Maroku a konstatuje poměrně neuspokojivý stav v této oblasti.

[2] Feng, J., Fan, J., Zhang, Y., Ma, H., Preparation and characterization of in-house reference material for four organochlorine pesticides in tea matrix. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 269–275. *Příprava a charakterizace interního referenčního materiálu - čaje obsahujícího čtyři organochlorované pesticidy.* Byl připraven referenční materiál čaje obsahujícího čtyři organochlorované pesticidy. Referenční hodnoty byly stanoveny pomocí plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí s izotopovým ředěním: hexachlorbenzen ($2,1 \pm 0,2$) mg/kg, dikofol ($513,3 \pm 31,3$) mg/kg, p,p'-DDE ($8,3 \pm 0,6$) mg/kg a o,p'-DDT ($14,9 \pm 1,0$) mg/kg.

[3] Wang, X., Liu, F., Jiang, L., Bao, Y., et al., Results of an unannounced proficiency test for the quantification of hepatitis C virus (HCV) RNA in Shanghai, China. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 277–284. *Výsledky*

neohlášeného zkoušení způsobilosti při kvantifikaci RNA viru hepatitidy C v Šangaji v Číně. Cílem studie bylo realisticky vyhodnotit způsobilost klinických laboratoří zaměřených na kvantifikaci HCV RNA. Byl použit nový způsob zkoušení způsobilosti založený na předem neohlášeném prověřování. Bylo zjištěno, že 75% (30 ze 40) laboratoří dosáhlo přijatelných nebo uspokojivých výsledků. Interlaboratorní variabilita mezi replikovanými vzorky byla významně vyšší než intralaboratorní variabilita ($p < 0,05$).

[4] Lardy-Fontan, S., Le Diouren, V., Fallot, C., Vaslin-Reimann, S., et al., Toward the determination of estrogenic compounds in the framework of EU watch list: validation and implementation of a two-step solid phase extraction–liquid phase chromatography coupled to tandem mass spectrometry method. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 285–295. *Stanovení estrogenních sloučenin sledovaných v rámci "Watch Listu" EU: validace a zavedení metody využívající dvoustupňovou extrakci na tuhou fázi a kapalinovou chromatografii s tandemovou hmotnostní spektrometrií.* V práci je popsán vývoj a optimalizace nové metody pro stanovení tří hormonů (estronu, 17-beta-estradiolu a 17- α -ethinylestradiolu). Validace byla provedena pomocí reálných vzorků včetně vzorků s vysokým obsahem prachových částic a organického uhlíku. Meze kvantifikace metody byly 0,4 ng/l pro estron a 17-p-estradiol, a 0,1 ng/l pro 17- α -ethinylestradiol. Rozšířené nejistoty ($k = 2$) byly 35 % pro estron a 17-p-estradiol, a 50 % pro 17- α -ethinylestradiol. Metoda byla úspěšně použita pro sledování kontaminace nitrozemských povrchových vod. Průzkum ukázal vysokou úroveň kontaminace estronem, významná je i kontaminace 17-beta-estradiolem a 17- α -ethinylestradiolem.

[5] Kitamaki, Y., Saito, N., Numata, M., Ihara, T., Application of post-column reaction GC for accurate and direct determination of musty odor substances in standard solution. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 297–302. *Využití postkolonové reakční plynové chromatografie pro přesné a přímé stanovení pachových látek ve standardním roztoku.* Při pokolonové reakční plynové chromatografii jsou látky eluované z kolony převáděny v oxidačně redukčním mikroreaktoru na methan, který je detekován plamenově ionizačním detektorem. Tento přístup byl použit ke stanovení koncentrace pachových látek (2-methylisoborneolu a geosminu) ve standardním roztoku, ke kalibraci byl použit naftalén a diethylftalát. Výsledky byly ve shodě s gravimetrickým stanovením s odchylkou 0,5 % nebo menší.

[6] Maestroni, B., Vazquez, A.R., Avossa, V., Goos, P., et al., Ruggedness testing of an analytical method for pesticide residues in potato. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 303–316. *Testování robustnosti analytické metody pro stanovení reziduí pesticidů v bramborách.* Metody plánování experimentů (Plackett–Burmanovo schéma) byly použity pro testování robustnosti QuEChERS metody stanovení reziduí pesticidů pomocí GC-MS/MS.

Accred. Qual. Assur. ročník 23, č. 6 / 2018

[[1] Alam, Z., Kaur, S., Porwal, P.K., Understanding the problems in pharmaceutical procurement with special reference to active pharmaceutical ingredients and excipients. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 319–328. *Problém pořizování (surovin) se zaměřením na aktivní farmaceutické přípravky a pomocné látky.* Článek se zabývá přezkoumáváním kvalifikace dodavatelů ve farmaceutickém průmyslu, zmiňuje se přechod od principů prodeje "jak stojí a leží" vycházejících z římského práva (caveat emptor, česky prodej úhrnem) k systémům chránícím zákazníka. Nakupování a pořizování surovin, meziproductů a pomocných látek má zásadní vliv na kvalitu farmaceutických výrobků. V článku jsou zmíněna kritéria používaná při hodnocení dodavatelů, způsoby hodnocení i možné zdroje informací, např. Pharmacopoeia.

[2] Martínez, M.I. V., Zeisler, R., De Nadai Fernandes, E.A., Bacchi, M.A., Innovative reference material for improving the quality control in the suroenergetic sector. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 329–336. *Inovativní referenční materiál pro zlepšení řízení kvality v energetice založené na cukrové třtině.* Byl připraven referenční materiál z cukrové třtiny, v němž byly metodou neutronové aktivační analýzy stanoveny obsahy prvků Al, Br, Ca, Cl, Ce, Co, Cs, Cu, Fe, Hf, K, La, Mg, Mn, Mo, Na, P, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Th, V a Zn, obsah dusíku pak byl stanoven Kjeldahlovou metodou. Bylo ukázáno, že materiál je dostatečně homogenní - pro dosažení vyhovujících výsledků postačuje ve většině případů navážka 50 mg vzorku, pouze v případě Co, Na, Sb a V se vyžaduje navážka 200 mg nebo vyšší.

[3] Dadamos, T.R.L., Damaceno, A.J., Fertoni, F.L., Silva, R.J.N.B., Standard addition method with cumulative spikes: uric acid determination in human serum by voltammetry with optimized uncertainty. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, *23*, 337–348. *Metoda standardního přídatku s kumulovanými přídatky: stanovení kyseliny močové v lidském séru voltametrií s optimalizovanou nejistotou.* Tato práce představuje jednoduchou a přiměřeně spolehlivou voltametričnou metodu jako alternativu k stanovení kyseliny močové v lidském séru pomocí standardní enzymatické kolorimetrické metody. Kvalita elektrochemických měření byla vyhodnocena porovnáním jejich rozšířené nejistoty s cílovou hodnotou 0,56 mg/dl a analýzou obohacených vzorků. K elektrochemickým měřením byla použita modifikovaná pracovní elektroda obsahující 25 % ligninu, 60 % nanouhlíku, 15 % minerálního oleje a elektricky deponovanou měď. Kvůli citlivosti voltametričských technik ke vlivům matrice, a též kvůli malému množství vzorku séra, byla ke kalibraci a vyhodnocení měření použita metoda standardního přídatku. Nejistota měření byla odhadnuta metodou "zdola nahoru", složky nejistoty byly kombinovány buď pomocí zákona šíření nejistot, nebo pomocí numerické Kragtenovy metody.

[4] Hoffmann, H., Knizia, C., Kuhne, M., Panne, U., et al., LC-ELISA as a contribution to the assessment of matrix effects with environmental water samples in an immunoassay for estrone (E1). *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, 23, 349–364. *LC-ELISA jako příspěvek k hodnocení matričních vlivů při imunoanalýze estronu (E1) v přírodních vzorcích vody.* Estron (E1), metabolit estrogenních hormonů 17 β -estradiolu (β -E2) a 17 α -estradiolu (α -E2), je sám o sobě silným estrogenem, který může mít významný vliv na hormonální rovnováhu. Nepříznivé účinky na lidské zdraví a vodní organismy může vykazovat při koncentracích na úrovni pg/l až ng/l. E1 je také považován za marker indikující přítomnost jiných estrogenů. Tato studie představuje nově vyvinutý přímý enzymový imunosorbentní test (ELISA) pro kvantifikaci E1 ve vzorcích vody. Oblast kvantifikace testu ELISA je 0,15 μ g/l až 8,7 μ g/l E1 a detekční limit je přibližně 60 ng/l pro předkoncentrované vzorky vody. Byl vypracován i postup prekoncentrace vzorků s využitím SPE.

[5] de Oliveira, E.C., de Santana Maia, L.A., da Costa, L.G., Lourenço, T.C., Validation of new methodology for the definition of tolerance limits of critical properties in fuels handled in terminals and pipelines—giveaway: compliance with the specification. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, 23, 365–369. *Validace nové metodiky pro určení tolerančních limitů kritických vlastností paliv přepravovaných v terminálech a potrubích: hodnocení shody se specifikacemi.* Je prezentována nová metodika pro stanovení tolerančních limitů kritických vlastností paliv založená na stanovení reprodukovatelnosti a využívající specifikací stanovených brazilskou Národní agenturou pro ropu, plyn a biopaliva. Byly použity ukazatele bod vzplanutí, bod varu, těkavost, elektrická vodivost a celkový obsah síry.

[6] Emteborg, H., Florian, D., Choquette, S., Ellison, S.L.R., et al., Cooperation in publicly funded reference material production. *Accredit. Qual. Assur.* **2018**, 23, 371–377. *Spolupráce při přípravě referenčních materiálů financované z veřejných zdrojů.* Informace o mítinku organizovaném Evropskou komisí 22. - 23. 2. 2018 v JRC Geel.

Pavel Janoš

Zpravodaj Eurachem-ČR. Vydal Eurachem-ČR z.s., jako neprodejnou publikaci pro potřebu svých členů. Pro tisk připravil J. Vilímec.

Korespondenční adresa sdružení: ✉ Eurachem-ČR z.s., Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, Králova Výšina 3132/7, 400 96 Ústí nad Labem

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

Číslo 63/2019 vyšlo 31. 1. 2019.