



1 PF 2015

Vážení členové EURACHEM-ČR a čtenáři Zpravodaje,

rok se s rokem sešel a já si vás opět dovoluji pozdravit na prahu roku 2015. Než se poohlédnu za rokem minulým a představím naše plány pro rok právě začínající, rád bych vám všem touto cestou popřál, aby se pro vás letošní rok stal úspěšným a spokojeným v pracovním i soukromém životě.

Rád bych své hodnocení minulého roku začal informací, že po říjnových volbách došlo ke změně ve výkonném výboru. Doc. Plzák, jeden ze zakladatelů české pobočky Eurachem, se rozhodl již nekandidovat a novou členkou výboru jste zvolili Ing. Nižnanskou. Zbyněk Plzák si zaslouží mé poděkování jako předsedy za více než 20 let aktivní činnosti v Eurachemu, i mé osobní poděkování za to, že mě k práci pro Eurachem před

10 lety přemluvil. Proto jsem rád, že je i nadále ochoten s Eurachem-ČR spolupracovat, i když v omezené míře. Jsem přesvědčen, že Alena Nižnanská náš výkonný výbor posílí po stránce profesní a to i z toho důvodu, že je oproti členům výboru z akademického prostředí v každodenním kontaktu s pracovníky laboratoří.

V minulém roce jsme po nemalém úsilí dokončili překlad nového vydání nejvíce používaného dokumentu Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Ten byl vydán jako KVALIMETRIE 19 a díky podpoře UNMZ v rámci projektu PRM ho můžete získat za velmi příznivou cenu objednáním podle instrukcí na našem webu. Dále bych rád upozornil, že jsme změnili strategii ve zpřístupňování starších vydání KVALIMETRIE, která jsou již vyprodaná. Ta najdete ve formátu pdf zdarma zpřístupněna ke čtení na našich webových stránkách. Již nyní jsou k dispozici KVALIMETRIE 16 a 17. V roce 2014 se nám podařilo vydat tři nové Metodické listy. Jeden z nich je věnovaný přístrojům v analytické laboratoři z hlediska metrologie a zbývající dva jsou překlady letáků Eurachem z oblastí zkoušení způsobilosti a metrologické návaznosti. Ve spolupráci s ČIA jsme uskutečnili na konci září seminář věnovaný referenčním materiálům, který byl jak ze strany účastníků, tak i ze strany přednášejících hodnocen velmi kladně. Podrobnosti si můžete přečíst v samostatném příspěvku v tomto vydání Zpravodaje. Ve spolupráci s ČIA budeme na přípravě odborných seminářů pokračovat i v budoucnosti. Ve spolupráci s Českou společností pro jakost v podzimních měsících proběhl další kurz „Management kvality v chemické laboratoři“, opět v rozsahu 6 dnů přednášek a cvičení.

Nyní již k letošnímu roku. Ve dnech, kdy dostáváte do rukou toto číslo Zpravodaje, začínáme pracovat na KVALIMETRII 20, což bude překlad 2. vydání The Fitness for Purpose of Analytical Methods, které bylo schváleno na říjnovém zasedání Executive Committee a je věnováno validaci metod. Anglický originál je již nyní k dispozici na webových stránkách www.eurachem.org a překlad do češtiny provedeme v letošním roce a členové naší organizace ho opět, předpokládám na podzim, dostanou zdarma. Připravujeme náplň 21. dílu odbornou veřejností velmi dobře akceptovaných příruček pro laboratoře – KVALIMETRIÍ. Probíhá také příprava několika Metodických listů a na základě vyhodnocení dotazníků od našich členů hodláme vybrat téma pro další seminář. V neposlední řadě bych chtěl připomenout, že i v roce 2015 se budeme průběžně podílet na práci odborných skupin, technických komisí a jednání Rady 4E-CZ.

Uvnitř čísla

1 PF 2015

2 Valné shromáždění 2014, výsledky voleb

3 Nový pokyn ISO GUIDE 80

4 Vyhodnocení dotazníkové akce Eurachem-ČR v roce 2014

5 Podzimní zasedání Executive Committee Eurachem v Berlíně

6 Osmý mezinárodní seminář o zkoušení způsobilosti v Berlíně

7 Seminář „Využití referenčních materiálů v laboratořích“

8 Accreditation and Quality Assurance 5 - 6/2013, 1/2014

Pevně doufám, že v profesním životě Vám Eurachem-ČR svou činností bude i v tomto roce nápomocen a rád se s Vámi setkám nejen na našich odborných akcích.

David MILDE
předseda EURACHEM-ČR

2 Valné shromáždění 2014, výsledky voleb

Valné shromáždění Eurachem-ČR probíhalo korespondenční formou od 1. 10. do 31. 10. 2014. Za každého člena hlasovala jedna oprávněná osoba. K předložené zprávě o činnosti výboru, zprávě předsedy a zprávě revizní komise nebyly zaslány žádné připomínky. V souladu se stanovami bylo zvoleno osm členů nového výkonného výboru organizace, jsou to: RNDr. Václav Červený, PhD., doc. Ing. Pavel Janoš, CSc., Ing. Eva Klokočnicková, RNDr. Pavel Kořínek, Ph.D., Ing. Alena Nižnanská, Ing. David Milde, Ph.D., prof. Ing. Miloslav Suchánek, CSc. a Ing. Jan Vilímc. Byli rovněž zvoleni dva revizoři Ing. Ivan Koruna, CSc. a Mgr. Monika Kohlová. Na svém prvním zasedání pak výbor zvolil předsedou EURACHEM-ČR Davida Mildeho do druhého funkčního období. Členové výkonného výboru nejsou žádnými nováčky v oblasti zabezpečování kvality chemických měření a většina z nich je odborné veřejnosti dobře známa, přesto se budeme i nadále snažit o nalezení vhodných nástupců starších kolegů. Informace o složení výboru můžete nalézt rovněž na našich webových stránkách. Věříme, že výkonný výbor v mírně pozměněném složení bude i nadále vykonávat svou práci v souladu s přáním a potřebami co nejširšího okruhu členů EURACHEM-ČR a dalších pracovníků chemických i jiných laboratoří.

Jan Vilímc
tajemník výboru

3 Nový pokyn ISO GUIDE 80

V srpnu minulého roku vydala organizace ISO publikaci Komise pro referenční materiály ISO REMCO Guide 80: Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs). Diskuse nad tímto materiálem trvala velmi dlouho, vždyť první verze ISO GUIDE 80 byla publikována již v únoru 2011. Z této verze vycházel i Eurachem-ČR při tvorbě KVALIMETRIE 16. Naše snaha přinášet členům Eurachem-ČR aktuální informace však nebyla příliš úspěšná, i když příslušná kapitola v Kvalimetrii je zpracována správně a neliší se od současného vydání (stabilita, homogenita). První anglická verze se však setkala s nesouhlasem národních organizací ISO. Bylo tedy přistoupeno k totální revizi, jejímž výsledkem je současná verze, která byla oficiálně schválena na zasedání ISO REMCO v Sydney v roce 2013.

Hlavním cílem dokumentu bylo připravit soubor pokynů pro přípravu a používání či využívání tzv. „in-house“ referenčních materiálů pro řízení kvality (interní i

externí) v laboratořích (tzn. referenční materiály připravené ve vlastní laboratoři). Tento typ referenčního materiálu umožňuje laboratořím častější interní kontroly, mohou sloužit i organizátorům PT jako vhodné vzorky. „In house“ (dále QCM) referenční materiály slouží výhradně pro vnitřní potřebu a nesmí být předmětem komerčního využití.

Postup přípravy QCM se řídí postupy pro certifikované referenční materiály (CRM). Obecná pravidla a postupy jsou uvedeny v ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference materials producers a v ISO Guide 35:2006 Reference materials – General and statistical principles for certification. Některá pravidla nejsou ovšem vyžadována nebo jejich používání je omezeno. Je to z toho důvodu, že QCM nesmí být použity pro stanovení návaznosti, pro kalibraci a pro stanovení pravdivosti výsledků.

Budeme se nyní věnovat vlastnímu dokumentu. Předmětem normativního dokumentu jsou základní charakteristiky materiálů pro řízení kvality, popis procesů přípravy a posuzování kvality QCM. Posuzování kvality QCM zahrnuje hodnocení stability a homogenity, zjištění indikativní hodnoty a její proměnlivosti (nejistota). Zjednodušeně lze konstatovat, že CRM (drahé) lze nahradit QCM, ale QCM nemohou nahradit CRM. Důležitá je rovněž specifikace materiálu. Matrice QCM by měla být co nejvíce podobná matricím analyzovaných vzorků. QCM by rovněž měl být v laboratoři k dispozici v dostatečném množství.

Příprava materiálů pro řízení kvality je rozčleněna na několik kroků:

1. Získání výchozího materiálu, např. přebytek vzorkovaného materiálu v laboratoři nebo přesná gravimetrická příprava. V této souvislosti je třeba zdůraznit některá specifika biologických materiálů (etika uchovávání a používání zbylých vzorků od pacientů, právní závazky uchovávání a používání, potenciální zdravotní rizika, apod.).
2. Zpracování výchozího materiálu, např. sušení, mletí, síťování, směšování různých frakcí, mísení, filtrace, stabilizace, sterilizace.
3. Rozdělování a balení (rozdělení do menších podílů, např. do vzorkovnic).
4. Testování homogenity, včetně statistického zpracování. Po rozdělení celkového množství je třeba stanovit, že všechny podíly QCM vykazují stejné hodnoty vlastností. Zejména u pevných matic (potravin, zeminy, apod.) se musí prokázat homogenita materiálu. Je potřeba posoudit homogenitu jednotlivých podílů a také homogenitu uvnitř jednoho vzorku. Pro hodnocení homogenity je potřeba použít validované analytické metody s dostatečnou mírou opakovatelnosti. Statistické zpracování se provádí pomocí jednofaktoriální ANOVY. Touto statistickou metodou zjistíme mezi-výběrovou směrodatnou odchylku (mezi jednotlivými podíly) a směrodatnou odchylku opakovatelnosti. Nejistota odpovídající homogenitě je větší z obou hodnot. Nejistota homogenity významně přispívá k celkové nejistotě hodnoty charakteristiky. Popis sta-

tistického zpracování je uveden jednak v Kvalimetrii 16 (kap. 9.1), jednak v ISO GUIDE 35.

5. Charakterizace a přidělení hodnoty. Tento krok je standardním krokem při přípravě jakýchkoli RM a je dobře popsán v ISO GUIDE 34 a ISO GUIDE 35.
6. Stabilita. Testy stability vycházejí z předpokladu, že se QCM nepřemísťuje mimo prostory laboratoře, takže nemusíme provádět krátkodobé testy stability. Dlouhodobé testy stability jsou dobře popsány např. v Kvalimetrii 16 (kap. 5 a 9). Laboratoř by měla mít vypracována nápravná opatření v případech, kdy QCM vykazuje neočekávaný výsledek (srovnání s CRM). Laboratoř musí mít, i pro zákazníky, informace o podmínkách skladování a podmínkách zacházení.
7. Přeprava. V programech PT je požadována přeprava vzorků k účastníkům MPZ. V takovém případě je stanovení stability povinné.
8. Dokumentace. Pro QCM musí být dokumentovány všechny informace, potřebné pro jejich bezpečné a kvalitní používání. Je třeba archivovat i další údaje, např. o minulých šaržích, které mohou být v budoucnu užitečné. Záleží to ovšem na kvalitě dokumentačního systému v laboratoři.
9. Skladování. Připravený QCM musí být uložen a uskladněn tak, aby se neměnila jeho kvalita. Požadavky na uskladnění musí být k dispozici ke každému materiálu. Je pouze minimum materiálů, na které podmínky uskladnění nemají vliv. Podmínky skladování se musí průběžně sledovat a o této kontrolu musí být prováděn záznam.

V ISO GUIDE 80 jsou uvedeny rovněž případové studie, které objasňují různé aspekty použití QCM.

Případová studie 1 Příprava QCM z uhlí. Hlavní důraz je kladen na přípravu vzorku, včetně schématu rozdělování. Významná je studie homogenity. Tento QCM se používá pro každodenní řízení kvality pro stanovení těkavých látek, obsahu popela, výhřevnosti a stanovení obsahu C, H, N a S.

Případová studie 2 Příprava geologických nebo metalurgických materiálů pro řízení kvality (QCM). Výchozími materiály jsou rudy, koncentráty, hlušina, strusky, zeminy a sedimenty. Důraz je kladen na přípravu a zpracování výchozích materiálů, jejich homogenizaci. Velice názorný je postupový diagram rozdělování a mísení.

Případová studie 3 Příprava pšeničné mouky obohacené kyselinou listovou jako materiálu pro řízení kvality. Výchozím materiálem je bílá pšeničná mouka obohacená kyselinou listovou na 1,86 mg/kg. QCM byl připraven jako materiál pro PT. Velmi podrobně jsou diskutovány problémy přípravy, např. stanovení čistoty komerční kyseliny listové, citlivost na světlo, napadení matrice hmyzem, adsorpce na povrchu mísících nádob, atd. Homogenita i stabilita byly testovány, stabilita byla potvrzena.

Případová studie 4 Bauxit jako materiál pro řízení kvality (QCM). Hlavní použití tohoto QCM je pro vytváření regulačních diagramů stanovení Al, Si a oxidů hlavních prvků. Byly připraveny materiály, určené

podmínky skladování, minimální hmotnost vzorku pro analýzu a jsou uvedeny bezpečnostní informace.

Případová studie 5 Farmaceutické referenční standardy. Referenční standardy používané při kontrole léčiv nejsou typické QCM. Firmy používají vlastní vnitrolaboratorní standardy, neboť neexistují oficiální CRM. V této případové studii jsou uvedena výběrová kritéria pro ustanovení referenčních standardů jako jsou specifikace materiálu, použitý zdrojový materiál, zpracování (čištění, sušení, rekrytalizace), kvalifikace (validace) metod pro stanovení nečistot a zbytkového obsahu rozpouštědel, rozdělování na menší vzorky, balení, testování homogenity, požadavky na skladování a dokumentace. Je to vlastně farmaceutický GUIDE.

Případová studie 6 Příprava testovacího materiálu pro stanovení bromičnanů ve vodě. Tato případová studie se poněkud vymyká konceptu ISO GUIDE 80. Je to vlastně postup přípravy CRM pro stanovení bromičnanů v měkké a tvrdé pitné vodě, v minerální vodě, v bazénové vodě, v přírodní vodě v ultračisté vodě používané jako slepý vzorek (blank). Příprava vzorků se provádí spikováním, testuje se homogenita a stabilita (při 4, 18 a 60 °C). Je uveden způsob získávání referenčních hodnot a je uveden rozpočet nejistoty.

Český institut pro akreditaci pořídil v Programu rozvoje metrologie 2014 český překlad ISO GUIDE 80: Příručka pro laboratorní přípravu materiálů pro řízení kvality (QCM) (přeložil Z. Plzák). Je naděje, že se tento materiál dostane do rukou české veřejnosti v blízké době.

Miloslav Suchánek

4 Vyhodnocení dotazníkové akce Eurachem-ČR v roce 2014

Výbor děkuje těm členům, kteří vyplnili v loňském roce rozeslaný dotazník a projevíli tak zájem o činnost sdružení. Rovněž děkujeme za aktualizaci kontaktních údajů, protože v průběhu času dochází v řadě laboratoří k organizačním i personálním změnám a ne vždy se o nich dozvíme dříve, než se nám vrátí odeslaná zásilka či faktura.

Z celkového počtu rozeslaných 73 dotazníků se vyplněných vrátila necelá třetina. Navrácení dotazníku sice nebylo nijak urgováno, přesto je počet zaslaných odpovědí nízký. Před šesti lety se nám vrátilo 45 %, od té doby se pracovní vytížení pracovníků laboratoří pravděpodobně zvýšilo tak, že nezbyvá čas na zpracování materiálu s nižší prioritou. Přesto můžeme souhrny jednotlivých odpovědí považovat za do značné míry reprezentativní vyjádření názoru členů Eurachem-ČR.

Na jednotlivé otázky reagovali členové takto:

Které z témat byste uvítali jako téma příštího celodenního semináře Eurachem-ČR?

Největší zájem je o témata nejistot měření a posuzování shody s limity. Následují oblasti validace,

návaznosti měření, řízení kvality a zkoušení způsobilosti. Nejmenší zájem byl o metrologii a problematiku vzorkování včetně jeho nejistoty.

Z obsahu Zpravodaje nejvíce oceňujete nebo byste uvítali?

Respondenti se již tradičně nejvíce zajímají o obsah a výtahy článků časopisu Accred. Qual. Assur., dále pak o informace o připravovaných akcích a původní odborné články. Nižší hodnocení mají informace z již uskutečněných akcí a informace o zajímavých internetových adresách.

Navštívili jste již internetovou domovskou stránku Eurachem-ČR?

ANO 72%

NE nelze vyhodnotit, protože více respondentů neuvedlo žádnou odpověď než kategorické ne.

Jestliže navštěvujete internetovou stránku Eurachem-ČR, uveďte který oddíl nejčastěji.

Nejvíce respondentů navštěvuje oddíl Publikace a Připravujeme. Postrádán je oddíl aktuality resp. zveřejnění seznamu členů i s kontaktními údaji.

Pro další vzdělávání pracovníků laboratoře máte zájem, aby Eurachem-ČR...

Nejvíce hlasů (73 %) si získaly jednodenní semináře a vydávání publikací v edici Kvalimetrie. Menší počet respondentů pak požaduje rozšíření odborné části Zpravodaje (41 %). Výrazně menší zájem vyjádřili respondenti o kurzy pro manažery kvality (23 %) či pořádání vícedenní monotematické konference (9 %).

Výbor Eurachem-ČR se výsledky dotazníkové akce zabývá a bude na některé závěry navazovat. V tomto roce se například připravuje workshop na téma Zkoušení způsobilosti po novelizaci normy EN 13528. O dalších opatřeních a změnách budeme členy průběžně informovat.

Jan Vilímeček

5 Podzimní zasedání Executive Committee Eurachem v Berlíně

Desátého října 2014, den po skončení úspěšného 8. Workshopu s názvem Proficiency Testing in Analytical Chemistry, Microbiology and Laboratory Medicine, jednal v Berlíně Executive Committee, řídicí orgán Eurachem. Celodenní jednání vedl současný předseda Wolfhard Wegscheider z univerzity v rakouském Leobenu. Projednávaná agenda zahrnovala interní záležitosti, hodnocení uskutečněných a plánování budoucích aktivit. Jednou z diskutovaných otázek bylo, zda má Eurachem usilovat o získání ochranné známky pro svůj název a své logo. Riziko použití stejného jména jinou organizací je nemalé, jak je vidět u používání velmi podobného jména Eurochem. Tato záležitost bude diskutována s právníky. Další pro Eurachem klíčovou záležitostí je otevření se či neotevření se zájemcům o

členství z mimoevropských zemí. Ani k tomuto dlouhodobě strategickému rozhodnutí ještě nebyl učiněn závěr, byla diskutována forma případného členství mimoevropských zemí. Executive Committee dále projednávala žádost o autorská práva na překlad pokynu věnovaného nejistotě měření do perštiny. Pokud k tomuto překladu dojde, tak po japonštině a čínštině se bude jednat o třetí mimoevropský jazyk, ve kterém bude tento pokyn dostupný. Během jednání byl schválen text 2. vydání pokynu The Fitness for Purpose of Analytical Methods. Dále byly diskutovány dokumenty věnované cílové nejistotě měření a vyhodnocení nejistoty měření v případě významného vychýlení. Příprava těchto dokumentů se blíží k závěru a je možné, že během roku 2015 již budou schváleny a zpřístupněny.

Pro rok 2015 Eurachem nechystá žádný mezinárodní seminář a směřuje své další aktivity až k zasedání Valného shromáždění 2016 v Gentu, kde by se měl uskutečnit seminář ve spolupráci s místní univerzitou.

David Milde

6 Osmý mezinárodní seminář o zkoušení způsobilosti v Berlíně

Ve dnech 7. – 9. října 2014, téměř na den přesně po třech letech, se v berlínském kongresovém hotelu andel's uskutečnil další, v pořadí osmý Eurachem Workshop Proficiency Testing in Analytical Chemistry, Microbiology and Laboratory Medicine. Spolupracujícími organizacemi byly CITAC a EQALM. Několikaleté úsilí pracovní skupiny PT v rámci Eurachem se projevilo ve velmi povedeném průběhu setkání odborníků z řad organizátorů zkoušení způsobilosti, akreditačních orgánů, laboratoří a dalších institucí, a to jak po odborné, tak i po společenské stránce. Za celou dobu organizování těchto seminářů měl tento berlínský nejvyšší počet účastníků a to 268 z celkem 64 zemí. Česká republika měla na workshopu 6 zástupců. Den před zahájením proběhl pod vedením již osvědčených lektorů Mariny Patriarcy a Michaela Kocha kurz zaměřený na revizi mezinárodní normy ISO 13528. Revidovaná norma by měla podle informací Dana Tholena vstoupit v platnost v polovině letošního roku. Program byl rozdělen na přednášky jak zvané tak účastníky přihlášené a na diskusi v pracovních skupinách. Poměrně dlouhé přestávky v dopoledním i odpoledním programu sloužily k prohlížení posterů, kterých bylo přihlášeno 77. Podtitul workshopu byl „Current Practice and Future Directions“. Z něj vyplynula i klíčová témata, a to: hodnocení normy ISO 17043 z pohledu akreditačních orgánů i akreditovaných subjektů, uživatelské zkušenosti s PT, PT v oblasti vzorkování, revize normy ISO 13528, externí zabezpečení kvality v rozvojových zemích a harmonizace hodnocení úspěšnosti při PT kvalitativních zkoušek. Každé téma bylo uvedeno jednou zvanou přednáškou a doplněno několika kratšími přednáškami přihlášenými účastníky. Tato témata pak byla dále diskutována v rámci odpoledních pracovních skupin, jejichž závěry byly opět představeny všem delegátům na konci odborného

programu daného dne. Většina prezentací a posterů je v elektronické formě dostupná na webových stránkách workshopu <http://www.eurachem2014.de>.

Za skvěle zvládnutou organizaci zaslouží uznání místní tým pod vedením Michaela Kocha a za vysokou úroveň odborného programu všichni členové pracovní skupiny PT pod vedením Briana Brookmana. Devátý workshop se uskuteční na podzim roku 2017, místo konání v tuto chvíli ještě není známo.

Autor děkuje MŠMT za podporu v rámci projektu INGO II LG 14029, která umožnila jeho účast na workshopu.

David Milde

7 Seminář „Využití referenčních materiálů v laboratořích“

Tento seminář byl organizován Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. ve spolupráci se sdružením Eurachem-ČR. Seminář se konal v Kongresovém centru Vavruška v Praze dne 30. 9. 2014. Seminář byl určen pracovníkům přírodních laboratoří (chemických, biologických, atd.), studentům a dalším odborníkům v tomto oboru.

Po úvodním slovu byl zahájen I. blok odborných přednášek. V prvním příspěvku se David Milde (Eurachem-ČR) věnoval základním pojmům a názvosloví v oboru referenčních a certifikovaných referenčních materiálů. Informace čerpal zejména z VIM 3 (TNI 010115), zmínil i rozdílnou definici ISO/REMCO pro referenční materiály. Příspěvek připomněl všechny existující pokyny ISO (Guide) vztahující se k referenčním materiálům a velmi dobře shrnul možné způsoby využití referenčních materiálů v laboratoři. V budoucnosti je nutné řešit rostoucí potřebu dalších matricových referenčních materiálů, potřebu RM pro nutriční analýzy, zajistit dostupnost RM pro rozvojové země a nastínil možný vývoj v budoucích letech. Jako předseda Eurachem-ČR připomněl také činnost tohoto sdružení a upozornil na publikace, které Eurachem ČR vydal.

Jan Tichý (ÚNMZ) ve své přednášce připomenul padesátiletou historii certifikace referenčních materiálů v České republice. Tato historie se zásadním způsobem změnila v roce 1990 vydáním zákona 505/91 Sb. O metrologii, který se v paragrafu 8 věnuje referenčním materiálům. Následně vznikla Komise pro referenční materiály (KRM) jako poradní orgán ředitele ČMI a byla zahájena certifikace RM. V roce 1997 vzniká CORM – Certifikační orgán pro referenční materiály. Ve světě vede další vývoj v této oblasti k zavedení akreditace výrobců RM, touto cestou by se měla v budoucnu ubírat i Česká republika. Změnu umožní novela zákona o metrologii, která je v současné době projednávána v Parlamentu ČR.

Příspěvek Evy Klokočnickové (ČIA) se věnoval požadavkům norem ČSN EN ISO/IEC 17025:2005 (kap. 5.4, 5.6, 5.9) a ČSN EN IS 15189:2013 (kap. 5.3, 5.5, 5.6)) na využívání referenčních materiálů. Požadavky norem jsou doplněny metodickým pokynem MPA 30-02-13 „Politika ČIA pro metrologickou návaznost výsledků měření“ a dále dokumentem ILAC P10:2013 „ILAC

Policy on Traceability of Measurement Results“, dále dokumentem EA-4/14 „Výběr a užití referenčních materiálů“. Přednášející upozornila na opakující se neshody při posuzování splnění těchto požadavků při akreditaci laboratoří.

Velmi zajímavý příspěvek přednesl Vladimír Kocourek (VŠCHT, Ústav analýzy potravin a výživy). Na celé řadě praktických příkladů předvedl, jak lze referenční materiály v laboratoři využít – k zajištění návaznosti a dále ke kontrole kvality výsledků zkoušek. Předvedl, jak lze vyhledat vhodný referenční materiál na internetu, jaké podstatné informace by měl obsahovat certifikát RM. Poukázal i na možnost využití RM s prodlouženou expirací. Svým příspěvkem dokázal, že bez vhodné reference je výsledek měření k ničemu.

V posledním příspěvku tohoto bloku seznámil Zbyněk Plzák (Eurachem-ČR) účastníky semináře s databází referenčních materiálů COMAR, která je k dispozici na internetu. Na názorných příkladech ukázal, jak v databázi vyhledávat, jak s ní pracovat, a jak se dají informace z této databáze vhodně využít při práci v laboratoři. Databáze RM COMAR obsahuje data o 10 400 materiálech od 220 výrobců z 25 států, jedná se o nekomerční databázi a je přístupná zdarma po registraci. Tato databáze umožňuje i přímé stažení certifikátů a certifikačních zpráv, pokud je výrobce zpřístupňuje.

Po přestávce byl zahájen II. blok přednášek. V tomto bloku představil Miloslav Suchánek (Eurachem-ČR) nový ISO Guide 80 „Příprava a využití in-house referenčních materiálů“ (srv. příspěvek v tomto čísle Zpravodaje). Příručka je určena pro laboratorní přípravu materiálů pro řízení kvality (QCM). Tyto materiály nemohou být použity pro stanovení návaznosti, pro kalibraci a pro stanovení pravdivosti výsledků. Tento dokument popisuje postup přípravy materiálů pro řízení kvality (získání výchozího materiálu, zpracování materiálu, rozdělování a balení, charakterizaci a přidělení hodnoty, homogenitu včetně statistického zpracování, stabilitu a její hodnocení, dokumentaci a skladování). Dokument dále obsahuje celkem 6 případových studií (příprava QCM z uhlí, příprava geologických nebo metalurgických materiálů pro řízení kvality, příprava pšeničné mouky obohacené kyselinou listovou jako materiálu pro řízení kvality, bauxit jako materiál pro řízení kvality, farmaceutické referenční standardy, příprava testovacího materiálu pro stanovení bromičnanů ve vodě). Tento ISO Guide byl přeložen do českého jazyka a vyjde v roce 2015 jako TNI.

V další přednášce Zbyněk Plzák (Eurachem-ČR) prezentoval Pokyn ISO 34 „Všeobecné požadavky na způsobilost výrobců referenčních materiálů“. Pokyn je určen výrobcům referenčních materiálů pro použití při vývoji a zavádění systému managementu v oblasti kvality, administrativních a technických činností. Zákazníci, kteří používají referenční materiály, a regulační a akreditační orgány jej mohou využívat při potvrzování a uznávání způsobilosti výrobců referenčních materiálů. Dokument obsahuje kapitoly Termíny a definice, dále Požadavky na organizaci a management, Odborné a výrobní požadavky a dále tři přílohy. Velmi zajímavá je příloha B, kde je velmi výstižné pojednání o komutabilitě referenčních materiálů. Tento Pokyn se vztahuje k certifikovaným i

necertifikovaným referenčním materiálům a je využíván k akreditaci výrobců referenčních materiálů. Pracovní skupina ISO REMCO ve spolupráci s ISO CASCO připravuje převod tohoto pokynu ISO do normy posuzování shody řady ISO 17000.

Poslední dvě přednášky se týkaly akreditace výrobců referenčních materiálů. V první přednášce Martina Bednářová (ČIA) nejprve shrnula stručnou historii akreditace výrobců referenčních materiálů ve světě a seznámila s dokumenty a resolucemi ILAC, které se tohoto typu akreditace týkají. Přednáška informovala také o tom, které akreditační orgány ve světě poskytují tuto akreditaci a kolik výrobců RM již akreditovaly včetně informace o oblasti, v kterých akreditovaní výrobci RM působí. Jedná se zejména o oblast chemických zkoušek, fyzikálně chemických zkoušek, fyzikálních zkoušek a mikrobiologických zkoušek. Více než polovina akreditačních orgánů v Evropě uvažuje o zavedení této služby. V současné době je snaha na úrovni ILAC i EA o přijetí multilaterální dohody pro tento typ akreditace. Přípravuje se norma ISO 17034, která by měla vzniknout převedením ISO Guide 34 do normy posuzování shody. Tato norma bude po jejím schválení (asi v roce 2016) využívána k akreditaci výrobců RM, neboť Nařízení 765/2008 definuje akreditaci pouze dle harmonizovaných norem.

Poslední přednáška Evy Klokočnickové (ČIA) seznámila účastníky se stavem akreditace výrobců referenčních materiálů v České republice. ČIA vyvinula nemalé úsilí k tomu, aby mohla tuto akreditaci žadatelům – výrobcům referenčních materiálů poskytnout. V současné době je tato služba připravena a čeká se na přijetí novely zákona 505/1990 Sb. O metrologii, která by měla tuto akreditaci umožnit. Novela by měla začít platit od 1. 4. 2015. Současně také probíhají revize pokynů ISO týkajících se RM a využívaných při akreditaci výrobců RM: ISO Guide 31 a ISO Guide 35. Tyto Pokyny budou po schválení revidovaných znění přeloženy do českého jazyka.

Blok II přednášek byl zakončen diskuzí k uvedenému tématu semináře.

Seminář byl hodnocen jeho účastníky vesměs kladně a v dotaznících se objevily náměty na další semináře, o které by měla odborná veřejnost zájem.

Eva Klokočnicková

8 Accreditation and Quality Assurance 5 - 6/2013, 1/2014

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

Accred. Qual. Assur. ročník 18, č. 5 / 2013

(1) Uhlig, S.; Krügener, S.; Gowik, P. A new profile likelihood confidence interval for the mean probability of

detection in collaborative studies of binary test methods. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 367–372.

Určení pravděpodobnostního intervalu spolehlivosti při mezilaboratorních studiích binárních zkoušek. Autoři poukazují na problematická místa směrnice AOAC INTERNATIONAL pro vyhodnocování výsledků kvalitativních zkoušek a navrhuji vlastní postup použitelný i při malém počtu zúčastněných laboratoří.

(2) Kardash, E.; Kuselman, I.; Pankratov, I.; Elhanan, S. Proficiency testing of pH and electrolytic conductivity measurements of groundwater: a case study of the difference between consensus and metrologically traceable values. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 373–381.

Zkoušení způsobilosti při měření pH a vodivosti podzemní vody: případová studie ukazující rozdíly mezi uzančení a metrologicky návázanou hodnotou.

(3) Barańkiewicz, D.; Pikosz, B.; Belter, M.; Marcinkowska, M. Speciation analysis of chromium in drinking water samples by ion-pair reversed-phase HPLC–ICP–MS: validation of the analytical method and evaluation of the uncertainty budget. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 391–401.

Speciační analýza chromu ve vzorcích pitné vody metodou iontově-párové reverzní chromatografie s ICP–MS detekcí: validace analytické metody a vyhodnocení bilance nejistot. HPLC separace probíhala na koloně C8 s mobilní fází obsahující tetrabutylaamoniový kation (TBA^+) jako iontově párové činidlo a EDTA tvořící kineticky stabilní aniontové komplexy s kationtem Cr^{3+} ; obě formy chromu tak jsou schopny tvořit iontové páry s TBA^+ . Výťažnost stanovení byla mezi 93 - 115 %, nejistota stanovení byla 4,4 a 7,8 % pro Cr(III), případně 4,2 a 7,9 % pro Cr(VI) v závislosti na způsobu vyhodnocení.

(4) Plis, A.; Mastalerz, M. Proficiency assessment of laboratories undertaking hard coal analysis. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 403–409. Polský Ústav chemického zpracování uhlí organizoval zkoušení způsobilosti při stanovení popela, síry, uhlíku a spalného tepla uhlí.

(5) Wong, S. K.; Yao, W. Y. Purity assessment for avoparcin. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 411–420. Avoparcin je makrocyclický glykopeptid používaný v zemědělství jako růstový stimulant. V této studii byla testována čistota komerčních preparátů avoparcinu.

(6) Olejnik, M.; Jedziniak, P.; Szprengier-Juszkiewicz, T.; Żmudzki, J. In-house quality control material of nicarbazin and narasin in eggs: preparation and inter-laboratory evaluation. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 421–427.

Interní materiál pro řízení kvality při stanovení nicarbazinu a narasinu ve vejcích: příprava a vyhodnocení pomocí vnitrolaboratorní studie.

(7) Lima-Oliveira, G.; Salvagno, G. L.; Lippi, G.; Brocco, G.; Voi, M.; Montagnana, M.; Picheth, G.; Guidi, G. C. Quality management of preanalytical phase: impact of lithium heparin vacuum tubes changes on clinical chemistry tests. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 429–434. *Management kvality v před-analytické fázi: vliv typu vakuových trubic na výsledky klinických zkoušek.* Vakuové systémy odběru krve byly zavedeny již v šedesátých letech a mohou mít vliv na výsledky zkoušek. Proto bylo testováno několik typů těchto zařízení (vakuových trubic) a zkoumán vliv typu trubice na výsledky běžných klinických zkoušek - stanovení cholesterolu, triglyceridů, bilirubinu, kationtů a řady dalších ukazatelů.

(8) Kang, F. F.; Wang, W.; Zhang, C. B.; Wang, Z. G. Establishment of an assigned value and its uncertainty for tumour markers in proficiency testing in China. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 435–439. Stanovení vztažené hodnoty a její nejistoty při stanovení nádorových markerů.

(9) Del-Aguila-Arcentales, S.; Alvarez-Risco, A. Human error or burnout as explanation for mistakes in pharmaceutical laboratories. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 447–448. Lidský faktor nebo vyhoření jako vysvětlení chyb ve farmaceutických laboratořích.

Accred. Qual. Assur. ročník 18, č. 6 / 2013

(1) Emons, H. Method validation. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 457–458. *Validace metody.* Nové metody měření jsou vyvíjeny pro různé účely. Cílem může být vytvoření nového nástroje pro studium konkrétního vědeckého problému. Někdy vzniká dojem, že hlavním cílem je jen publikovat novou metodu v prestižním časopise. Nové metody jsou vyžadovány v oblastech, jako je zdravotnictví, průmyslová výroba, obchod nebo legislativa. Proces prokázání, že metody je vhodná pro daný účel, se nazývá validace.

(2) Kuselman, I.; Kardash, E.; Bashkansky, E.; Pennechi, F.; Ellison, S. L. R.; Ginsbury, K.; Epstein, M.; Fajgelj, A.; Karpov, Y. House-of-security approach to measurement in analytical chemistry: quantification of human error using expert judgments. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 459–467. Kvantifikace lidských chyb v analytické chemii pomocí expertního posouzení.

(3) Bastkowski, F.; Spitzer, P.; Eberhardt, R.; Adel, B.; Wunderli, S.; Berdat, D.; Andres, H.; Brunschwig, O.; Máriássy, M.; Fehér, R.; et al. Pitzer ion activities in mixed electrolytes for calibration of ion-selective electrodes used in clinical chemistry. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 469–479. Aktivita Pitzerových iontů ve směsných elektrolytech pro kalibraci iontově selektivních elektrod užívaných v klinické chemii.

(4) Kato, M.; Yamazaki, T.; Goto, M.; Yoshioka, M.; Kato, H.; Takatsu, A. Comparison of three amino acid analysis methods and their application to the amino acid impurity analysis for the development of high-purity amino acid certified reference materials. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 481–489. Srovnání tří analytických metod stanovení aminokyselin a vývoj vysoce čistého certifikovaného referenčního materiálu.

(5) Vlasák, M.; Luxemburková, Z.; Sychra, V.; Suchánek, M. Complexometry with EDTA as a quality control tool for certified single-element aqueous standard solutions. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 491–499. Komplexometrie s EDTA jako nástroj pro řízení kvality certifikovaných jednoprvkových standardních roztoků.

(6) Calisto, S. C.; Esquivel, M. M.; Trancoso, M. A. Target measurement uncertainty as a tool for validation of uncertainties estimated by different approaches: determination of total hardness in drinking and natural waters. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 501–510. Cílová nejistota měření jako nástroj při validaci nejistot stanovených různými postupy: stanovení celkové tvrdosti pitných a přírodních vod.

(7) Ulrich, J. C.; Sarkis, J. E. S. Preparation and certification of a reference material for the total mercury and methylmercury mass fractions in fish. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 511–516. Příprava a certifikace referenčního materiálu: celkový obsah rtuti a methylrtuti v rybách.

(8) Coleman, M. D.; Robinson, R. A.; Williams, M. B.; Clack, M. J.; Butterfield, D. M. State of UK emissions monitoring of stacks and flues: an evaluation of proficiency testing data for SO₂, NO and particulates. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 517–524. Emisní monitoring ve Spojeném království: vyhodnocení zkoušení způsobilosti při stanovení SO₂, NO a částic.

(9) Ramanjaneyulu, P. S.; Kulkarni, A. S.; Chandra, K.; Yadav, C. S.; Saxena, M. K.; Tomar, B. S.; Ramakumar, K. L. Estimation of uncertainty in the determination of nitrogen and oxygen in U(Al, Si)₃. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 525–531. Odhad nejistoty při stanovení dusíku a kyslíku v U(Al, Si)₃. U(Al, Si)₃ je intermetalická sloučenina, která má sloužit jako palivo v další generaci jaderných reaktorů. Stanovení stopových množství dusíku a kyslíku v tomto materiálu je základním předpokladem pro zajištění kvality. Hmotnostní podíly dusíku a kyslíku byly stanoveny pomocí difuzních metod ve spojení s tepelně vodivostní detekcí a infračervenou spektroskopií. Relativní kombinované nejistoty měření byly vypočteny s použitím zákona šíření nejistot a činily 10 % při stanovení dusíku a 12 % při stanovení kyslíku (k=2).

(10) Heydorn, K. Metrology in analytical chemistry. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 533–535.

Návrh na novou definici pojmu "měřená veličina" (measurand).

(11) Bièvre, P. Second opportunity for chemists to re-think the mole. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *18*, 537–540. Chemici mají druhou šanci znovu definovat mol. Autor připomíná strukturu systému jednotek SI, uvádí definici molu a kilogramu a zmiňuje některé problematické návrhy na novou definici molu, která se zdá být příliš abstraktní a nesnadno uchopitelná např. studenty středních škol, neboť je založena na kvantově-mechanických úvahách.

Accred. Qual. Assur., ročník 19, č. 1 (2014)

(1) D'Errico, G. E. Multiple hypothesis testing for metrology applications. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *19*, 1–10.

Testování hypotéz pro metrologické aplikace. Analýza dat má být založena na vědeckém základě, samotné statistické testy významnosti nebo testování hypotéz mohou být problematické.

(2) Orrù, E.; Durbiano, F.; Ortolano, M. Development of an in-line calibration system for flow-through cells for low electrolytic conductivity values. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *19*, 11–16.

Vývoj a in-line kalibrace průtokové cely pro měření nízkých vodivostí. Měření se provádějí v uzavřeném okruhu, který obsahuje průtokovou referenční celu i měřicí celu. Testováno při měření vodivosti na úrovni 3 mS/m (vodný roztok KCl) a 0,3 mS/m.

(3) Monakhova, Y. B.; Schütz, B.; Schäfer, H.; Spraul, M.; Kuballa, T.; Hahn, H.; Lachenmeier, D. W. Validation studies for multicomponent quantitative NMR analysis: the example of apple fruit juice. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *19*, 17–29. *Validační studie při vícesložkové NMR analýze.*

V této studii jsou prezentovány výsledky validace nedávno zavedeného komerčního zařízení "JuiceScreener" pracujícího na principu nukleární magnetické rezonance (NMR); studie byla zaměřena na analýzu jablečného džusu. Kvantitativní analýza zahrnovala 29 sloučenin, mj. cukry, aminokyseliny, organické kyseliny, benzaldehyd, acetaldehyd, methanol a ethanol. Byly stanoveny meze detekce (LOD), meze stanovitelnosti (LOQ), variační koeficienty (CV), opakovatelnost, lineární oblasti a výtěžnosti. Hodnoty LOD se pohybovaly v rozmezí 0,48–16 mg/l, výtěžnosti byly mezi 92 a 109 %.

(4) Cheong, C.; Nonose, N.; Miura, T.; Hioki, A. Improved accuracy of determination of dissolved silicate in seawater using absorption spectrometry. *Accredit. Qual. Assur.* **2013**, *19*, 31–40.

Zvýšení přesnosti stanovení rozpuštěného křemíku v mořské vodě pomocí absorpční spektrometrie. Byla použita spektrofotometrická metoda s molybdenovou modří a průtoková (CFA) analýza. Pro hodnotu 28 µmol/kg křemičitanu v mořské vodě byla získána hodnota relativní kombinované standardní nejistoty 0,48 %.

(5) Hwang, I. S.; Lee, S. R.; Cho, S.; Chae, K. R.; Park, H. J.; Lee, J. H.; Heo, O. S.; Hong, S. Y.; Kim, W.-S. Evaluation of proficiency tests in microbiological analysis: enumeration of aerobic microorganisms. *Accredit. Qual. Assur.* **2014**, *19*, 41–46.

Vyhodnocení zkoušení způsobilosti mikrobiologických analýz: určení počtu aerobních mikroorganismů. Tento korejský projekt obsahuje data z mezilaboratorních porovnání organizovaných v roce 2011 a 2012 za účasti více než 50 laboratorí. Výsledky byly hodnoceny pomocí Z-skóre podle ISO 13528.

Pavel Janoš