

Tony Buckle



Analiza wyników analitycznych, czyli badania biegłości

Niezmiernie ważnym elementem zapewnienia jakości wyników analitycznych jest systematyczny udział laboratoriów w badaniach biegłości prowadzonych przez niezależne instytucje. Dzięki temu możliwe jest uzyskanie obiektywnych dowodów dotyczących funkcjonowania laboratorium i uzyskiwanej przez nie jakości wyników analitycznych.

DO CZEGO POTRZEBNE SĄ BADANIA BIEGŁOŚCI?

Zgodnie z uznanymi powszechnie standardami zapewnienia jakości wyników analitycznych wymaga odpowiedniej strategii postępowania. Do najważniejszych elementów strategii zapewnienia jakości wyników (Quality Assurance) należą:

1. Akredytacja laboratorium zgodnie z odnośnymi wymaganiami;
2. Stosowanie zwalidowanych procedur analitycznych;
3. Branie udziału w profesjonalnych badaniach biegłości.

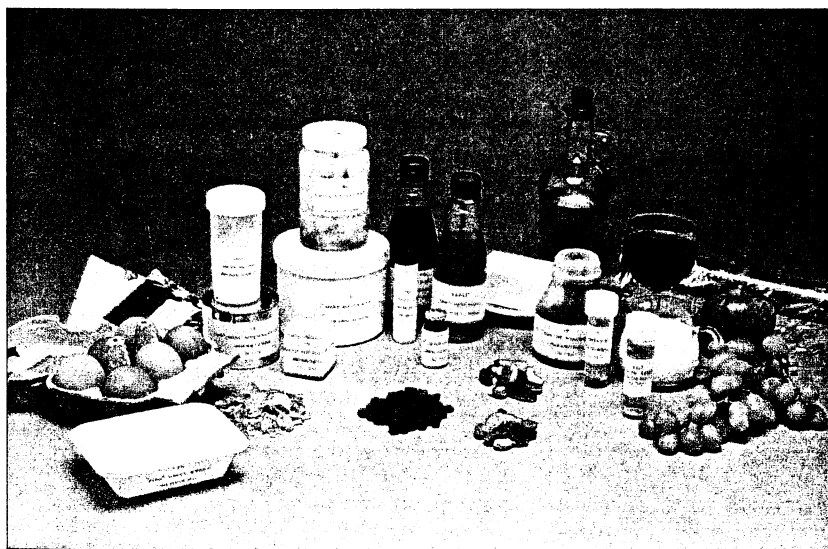
Niezmiernie ważnym elementem jest systematyczny udział w badaniach biegłości prowadzonych przez niezależne instytucje. Dzięki temu możliwe jest uzyskanie obiektywnych dowodów dotyczących funkcjonowania laboratorium i uzyskiwanej jakości wyników analitycznych. Nie należy mylić badań biegłości z badaniami międzylaboratoryjnymi. Celem tych ostatnich jest sprawdzenie przydatności konkretnej metody, wykorzystywanej przez biorące udział w badaniach laboratoria, do konkretnego rodzaju oznaczeń. Natomiast w badaniach biegłości chodzi przede wszystkim o sprawdzenie możliwości laboratorium w zakresie danych oznaczeń. W badaniach tych laboratorium powinno używać stosowane w codziennej pracy metody analityczne. Wiadomo, że wyniki ozna-

czeń zależą w znacznym stopniu zarówno od stosowanej metody pomiarowej, jak i od jakości wyposażenia laboratorium oraz kompetencji personelu. W większości prowadzonych badań biegłości laboratorium jest proszone o ścisłe przestrzeganie instrukcji dotyczących przedstawienia raportu z badań oraz o podanie wyników do organizacji przeprowadzającej dane badanie w ściśle określonym terminie. Dzięki temu laboratoria spełniające kryteria jakości wyników mogą mieć szybko i bezpośrednio dowód potwierdzający kompetencje, natomiast laboratoria nie spełniające wymagań dla danego badania mogą szybko podjąć odpowiednie kroki korygujące. W obecnej sytuacji, kiedy laboratoria zabiegają o klienta i w związku z tym muszą wykazać się odpowiednimi kompetencjami, prowadzone przez niezależne instytucje badania biegłości umożliwiają przedstawienie obiektywnych dowodów dotyczących jakości uzyskiwanych w laboratorium wyników.

JAK POWSTAŁY PROGRAMY BADAŃ BIEGŁOŚCI?

Dostępne obecnie programy badań biegłości, dotyczące różnego rodzaju oznaczeń zarówno chemicznych, jak i mikrobiologicznych w żywności, wodach naturalnych, glebie i odpadach przemysłowych zostały zorganizowane w ciągu ostatnich kilku lat. Pełne informacje, dotyczące tych programów prowadzonych w Europie, można znaleźć w bazie European Proficiency Testing Information System – EPTIS, dostępnej pod adresem <http://www.eptis.bam.de>. Większość programów badań biegłości spełnia wymagania opisane w International Harmonised Protocol [M.Thomson, R.Wood, JAOAC International, 76, 926–940 (1993)] oraz w normie ISO Guide 43 (Tworzenie i prowadzenie badań biegłości laboratoriów). Jednym z przykładów badań biegłości prowadzonych zgodnie z podanymi wymaganiami są programy FAPAS® (Food Analysis Performance Assessment Scheme), najbardziej rozpowszechnione oraz obejmujące najszersze pole zastosowań w zakresie analizy żywności.

BADANIA BIEGŁOŚCI FAPAS® ORAZ FEPAS®
W roku 1990 Ministerstwo Rolnictwa, Rybołówstwa i Żywności Wielkiej Brytanii powołało organizację



FAPAS[®], której zadaniem było zorganizowanie odpowiednich programów badań biegłości w zakresie analizy chemicznej żywności. W tej chwili jest to najbardziej rozpowszechniony program badań biegłości produktów żywnościowych. W prowadzonych badaniach biegłości FAPAS[®] bierze udział ponad 700 uczestników z ponad 60 krajów. Po kilku latach, w roku 1996, powołana została kolejna grupa, FEPAS[®], prowadząca badania biegłości w zakresie mikrobiologii. W ciągu ostatnich czterech lat w badaniach organizowanych przez FEPAS[®] wzięło udział ponad 150 laboratoriów z 39 krajów. Badania biegłości FAPAS[®] i FEPAS[®] są prowadzone przez pracowników Centralnego Laboratorium Naukowego (CSL) podlegającego ministerstwu. Oba programy badań biegłości są prowadzone zgodnie z wszystkimi wymaganiami stawianymi takim badaniom, łącznie z wymaganiami zachowania pełnej poufności w stosunku do każdego klienta. Uczestniczące w badaniach laboratorium, po zakończeniu danej rundy, otrzymuje indywidualny raport umożliwiający identyfikację jedynie danego uczestnika. W przypadku uczestników, których wyniki odbiegają od akceptowanego poziomu parametru Z, do raportu dołączane są dodatkowe informacje, dotyczące porównania wyników uzyskanych różnymi metodami. W razie potrzeby pracownicy obu organizacji FAPAS[®] i FEPAS[®] mogą podjąć się pomocy i zorganizować kontakt danego uczestnika z odpowiednim ekspertem.

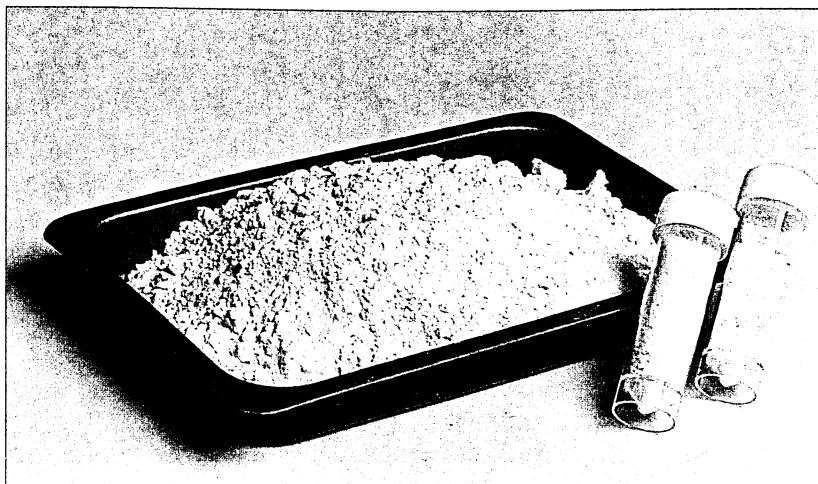
RODZAJE PRÓBEK STOSOWANYCH W BADANIACH BIEGŁOŚCI

Niezmiernie istotnym elementem prowadzonych badań biegłości jest wybór odpowiednich rodzajów próbek, spełniających wysokie wymagania jakościowe, a jednocześnie wychodzących naprzeciw potrzebom laboratoriów biorących udział w badaniach. Przy dopuszczeniu danego materiału do badań stosowane są dwa podstawowe kryteria: (I) materiał powinien w jak największym stopniu być zbliżony do badanych w laboratoriach próbek; (II) materiał powinien spełniać kryteria homogenności.

Ad (I) W przypadku badań biegłości niezmiernie ważne jest, aby rozsyłany materiał był jak najbardziej zbliżony do rodzaju próbek analizowanych w laboratoriach, biorących udział w danej rundzie badań. Idealnym materiałem są oczywiście naturalne produkty żywnościowe, zawierające typowe poziomy oznaczanych składników. Niestety, w wielu przypadkach te wymagania nie mogą być w pełni spełnione. Przykładowo, nie zawsze dostępne są produkty naturalne z wymaganą zawartością oznaczanego składnika. W związku z tym dopuszcza się sytuacje, gdy oznaczany składnik jest dodawany do odpowiedniej próbki produktu naturalnego.

Ad (II) Właściwa ocena wyników badania biegłości może być przeprowadzona jedynie wtedy, gdy każ-

dy z uczestników otrzyma próbkę o identycznym składzie. Międzynarodowe wymagania dotyczące prowadzenia badań biegłości bardzo rygorystycznie określają normy homogeniczności stosowanego materiału. Zgodnie z tymi wymaganiami organizator jest zobowiązany do przeprowadzenia badań ho-



mogenności dla losowo wybranych próbek z całej porcji materiału. Materiał stosowany do badań biegłości musi, przed dopuszczeniem do danego programu, przejść rygorystyczne badania homogeniczności.

Whatman

Mini-Uni Prep™

Co ty
wiesz o ...



... przygotowaniu
próbki do HPLC

AUTORYZOWANY DYSTRYBUTOR
LABO PLUS

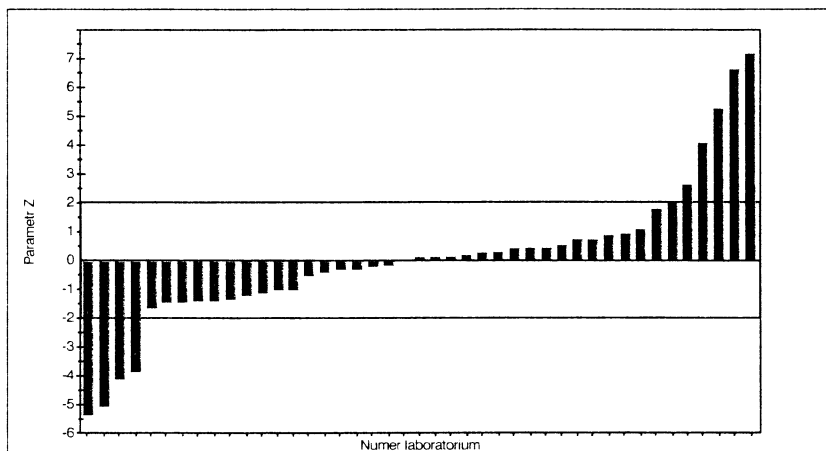
02-640 Warszawa ul. Woronicza 80
Tel. 6467726, 6467727 Fax 6467717
www.laboplus.pl

KRYTERIA OCENY BIEGŁOŚCI LABORATORIUM

W celu umożliwienia określenia poziomu biegłości laboratorium, w danym zakresie oznaczeń, w sposób jasny i prosty organizator badań powinien zastosować odpowiednie sposoby określenia jakości wyników. Powszechnie akceptowane jest, zgodnie z międzynarodowymi wymaganiami, stosowanie współczynnika Z. Parametr Z jest opisany następującym wzorem:

$$Z = (x - X)/\sigma$$

Gdzie: x – wynik podany przez danego uczestnika badań biegłości;
 X – wartość uznana jako wartość prawdziwa;
 s – odchylenie standardowe wszystkich wyników.

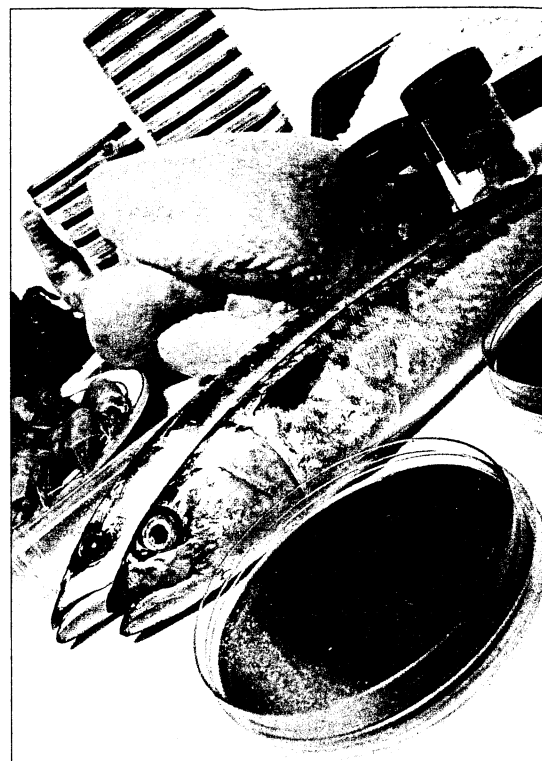


Wartość X jest uważana jako najlepsze przybliżenie wartości prawdziwej. Ta wartość jest najczęściej otrzymana jako wartość średnia z wszystkich ak-



ceptowanych wyników oznaczeń dla badanego składnika. Wartość odchylenia standardowego s określa akceptowany rozrzut wartości wokół wartości prawdziwej.

Przyjmuje się, że współczynnik Z w zakresie +2 do -2 jest wartością satysfakcjonującą. Zastosowanie współczynnika Z do oceny powoduje, że w zależności od oznaczanego składnika różna jest liczba laboratoriów, których danych wynik został zaakceptowany. Ocena parametru Z dla wszystkich laborato-



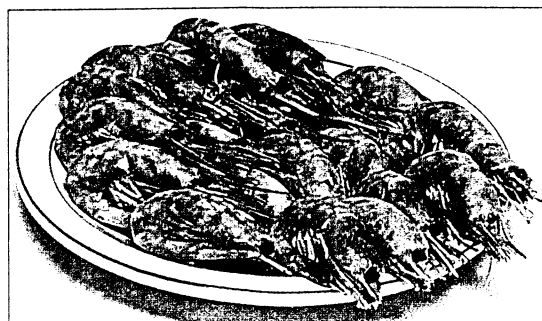
riów pozwala na ocenę trudności w analizie danych składników w określonych materiałach.

ZAMKNIĘTE BADANIA BIEGŁOŚCI

Laboratorium CSL, pracujące w ramach działalności Ministerstwa Rolnictwa, Rybołówstwa i Żywności, przygotowuje i prowadzi, poza ogólnie dostępnymi programami badań biegłości, również programy przygotowane na konkretne zamówienie dla określonej grupy laboratoriów. W takim przypadku w badaniach biorą udział jedynie laboratoria wybrane przez jednostkę zlecającą, a wyniki badań przesyłane są jedynie do jednostki zlecającej.

PROGRAMY BADAŃ BIEGŁOŚCI

W bieżącym roku oferowane są badania biegłości dla 85 rodzajów testów w szerokim zakresie materiałów, obejmujących produkty żywnościowe, napoje, paszę dla zwierząt oraz odżywki dla pomiarów zawartości metali, pozostałości leków weterynaryjnych, azotanów, dodatków do żywności, pestycydów, PCB, witamin oraz mykotoksyn. Prowadzone



są również badania dotyczące migracji różnych składników z opakowań. W 2000 roku wprowadzone zostały również nowe badania dotyczące żywności modyfikowanej genetycznie.

Sekretariat FAPAS® dostarcza po pięć próbek żywności, takich jak: wołowina, mięso kurczaka, ryby i mleko w proszku w odstępach miesięcznych, zawierających mikroorganizmy na poziomie rzeczywistych stężeń.

ZARZĄDZANIE PROGRAMAMI FAPAS® I FEPAS®

Oba programy są prowadzone przez doświadczony zespół ludzi pracujących wcześniej przez wiele lat w laboratoriach badania żywności, posiadających ogromne doświadczenie w stosowaniu statystycznych analiz danych i mających doświadczenie w organizacji badań dotyczących zastosowania nowoczesnych technik pomiarowych, między innymi HPLC, GC czy FTIR w analizie produktów żywnościowych. Grupą kieruje dr Linda Owen, zajmująca się wcześniej organizacją i szkoleniem pracowników laboratoriów zarówno w Wielkiej Brytanii, jak i w innych krajach Wspólnoty Europejskiej w zakresie zarządzania jakością pracy w laboratorium. Przed przejściem do pracy w grupie FAPAS® i FEPAS® dr Owen zdobyła również doświadczenie w zakresie analizy śladowej oraz analizy specyficjnej produktów żywnościowych, materiale klinicznym i próbkach środowiskowych z zastosowaniem HPLC i ICP-MS. Cała grupa, pracująca na potrzeby obu programów badania biegłości, posiada ogromne doświadczenie i może służyć pomocą dla uczestników badań.

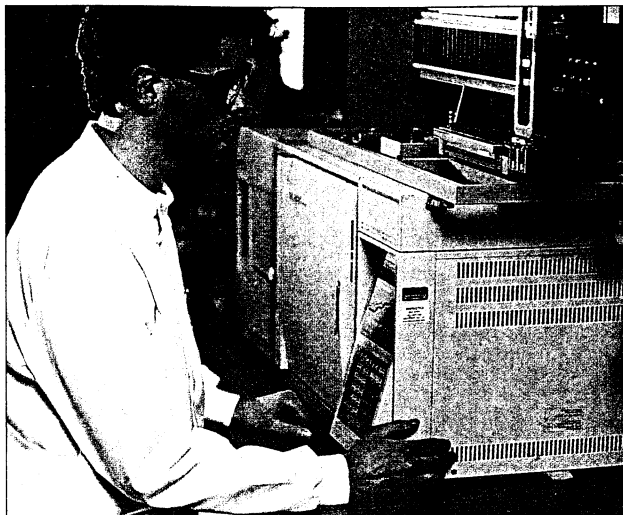
AKREDYTACJA PROGRAMÓW BADAŃ BIEGŁOŚCI

Dla wielu laboratoriów akredytowanych niezmiernie istotne jest, aby jednostki współpracujące również przeszły procedurę akredytacji. W związku z tym oba programy są obecnie poddane pilotażowej procedurze akredytacji programów badań biegłości.

MATERIAŁ POZOSTAŁY PO BADANIACH BIEGŁOŚCI

Ta część materiału, która pozostała po przeprowadzeniu danej rundy badań biegłości, może być wykorzystana przez uczestników do codziennej kontroli jakości wyników dla rzeczywistych próbek produktów żywnościowych. W zakresie produktów żywnościowych brak jest często odpowiednich materiałów referencyjnych z certyfikowaną zawartością danego składnika, a te nieliczne dostępne są bardzo drogie. Z tego względu materiały stosowane w badaniach biegłości, analizowane różnymi metodami oraz przez dużą liczbę laboratoriów, są nie do przecenienia. W wielu przypadkach można dysponować ponad 200 wynikami, które umożliwiają

często obliczenie wartości średniej i akceptowanego przedziału ufności. Szczególnie w przypadku uzyskania złych wyników laboratorium może wykorzystać pozostałą ilość materiału do powtórzenia



analizy i ustalenia poprawnej procedury oznaczania. Poza tym materiał ten może być wykorzystywany jako próbki kontrolne stosowane przy danej serii pomiarowej lub jako materiał służący do walidacji nowego przyrządu czy nowego pracownika.

Tłumaczenie z ang.: Ewa Bulska

NOWA Promochem





Ponad 5000
wzorców w roztworach
i w postaci czystych związków oferuje
ULTRA Scientific

- wzorce substancji organicznych
- wzorce substancji nieorganicznych
- materiały kontrolne

Dystrybutor:

Promochem Sp. z o.o.
 ul. Annapol 6
 03-236 Warszawa
 tel. (022) 811-23-99, 814-08-37, fax 676-90-80
<http://www.promochem.com.pl> e-mail: sales@promochem.com.pl