

ANNA  
NAGANOWSKAPIOTR  
KONIECZKABOGDAN  
ZYGMUNTJACEK  
NAMIEŚNIK

Katedra Chemii Analitycznej,  
Wydział Chemiczny,  
Politechnika Gdańska



EWA BULSKA

Wydział Chemii,  
Uniwersytet Warszawski

**Anna Naganowska, Piotr Konieczka, Bogdan Zygmont, Ewa Bulska, Jacek Namieśnik**

# Badania międzylaboratoryjne w chemii analitycznej

W ostatnich latach kontrola jakości stała się jednym z najważniejszych aspektów pracy laboratoriów analitycznych. Wiąże się to ze wzrostem znaczenia wyników oznaczeń dla niemal wszystkich dziedzin życia. Zapewnienie właściwej dla danego celu jakości wyników analiz jest niezbędne ze względu na szeroką gamę możliwych negatywnych skutków będących efektem błędnych i niemiernych wyników. Używanie rzetelnych i zharmonizowanych wyników umożliwia jednolity system pomiarów chemicznych zgodny z zasadami metrologii chemicznej. Uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych jest jednym z najważniejszych narzędzi tego systemu. Udział w tego typu programach pozwala na porównanie uzyskanych rezultatów z wynikami pochodzącymi z innych laboratoriów uczestniczących, poza tym daje możliwość dowiedzenia swych kompetencji. Jest to szczególnie istotne w przypadku laboratoriów akredytowanych oraz laboratoriów ubiegających się o akredytację. Ponadto uczestnictwo w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych pozwala na poszukiwanie i wykrycie niespodziewanych błędów na podstawie porównania z zewnętrznym wzorcem oraz z poprzednimi własnymi wynikami, a w przypadku wykrycia błędów – podjęcie odpowiednich działań korygujących.

Klasyfikację badań międzylaboratoryjnych ze względu na typ prowadzonych badań przedstawiono na rysunku 1.

W przypadku wyznaczania parametrów analitycznych danej metodyki pomiarowej (*Method-performance study*) wszyscy uczestnicy, postępując zgodnie z tym samym protokołem, przy wykorzystaniu jednakowych metodyk testowych oznaczają wyszczególnione protokołem wielkości w partii identycznych próbek testowych. Badania tego typu służą mają oszacowaniu parametrów analitycznych badanej metodyki analitycznej.

W przypadku badania kompetencji laboratoriów (*Laboratory-performance study*) uczestnicy otrzymują do zanalizowania jedną lub większą ilość trwałych, homogenicznych próbek testowych. Wykorzystać mogą w tym celu wybraną lub rutynowo stosowaną procedurę badawczą. Uzyskane wyniki mogą być porównywane z wynikami pozostałych uczestników

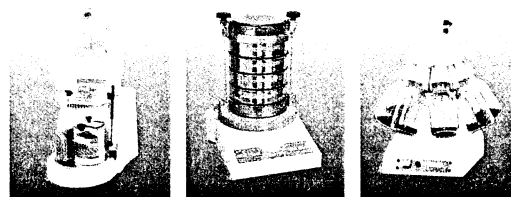
badania lub ze znaną albo wyznaczoną (gwarantowaną) wartością odniesienia. Badania tego typu mogą być przeprowadzane wśród laboratoriów akredytowanych, lub ubiegających się o akredytację, w celu skontrolowania jakości prowadzonych oznaczeń oraz kompetencji pracowników. W takim przypadku organizator może wymagać stosowania danej metody pomiarowej lub może ogólnie ograniczyć wybór metod do podanej przez siebie listy.

W przypadku badań związanych z certyfikacją materiałów (*Material-certification study*) przyporządkowuje się wartość odniesienia (*reference value*) odpowiedniej wielkości (stężeniu lub właściwości) w materiale testowym lub próbce badanej, zazwyczaj materiałów z określoną niepewnością. W tego rodzaju badaniach



## Profesjonalne przyrządy laboratoryjne

- PULVERISETTE - do rozdrabniania,
- ANALYSETTE - do określania rozkładu uziarnienia,
- LABORETTE - do dzielenia i podawania

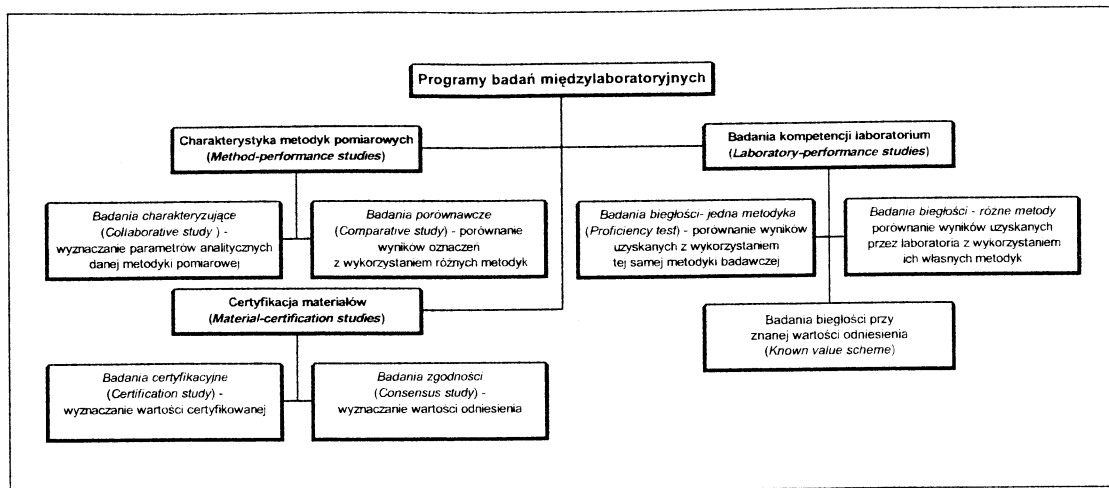


zapewnia dostawy sprzętu,  
autoryzowany serwis gwarancyjny i pogwarancyjny,  
doradztwo techniczne,  
uruchomienia z atestem IQ, OQ i szkolenia .

Generalny Przedstawiciel w Polsce  
PPUP SILESIA PROJEKT Sp. z o.o.  
40-709 KATOWICE , ul. Żeromskiego 7  
tel. 0 - 32 - 782 03 76 , fax 0 - 32 - 202 33 46  
e-mail: silesiap@silesia-projekt.com.pl

zazwyczaj uczestniczą wybrane laboratoria referencyjne, a celem jest analiza materiału, kandydata na materiał odniesienia. W tym przypadku konieczne jest stosowanie metody zapewniającej oszacowanie

względem stężenia analitu, jak również składu matrycy, oraz przetestowany przed rozprowadzeniem go do uczestników badań tak pod względem średniego poziomu zawartości analitu, jak i stopnia homogenicz-



Rys. 1. Klasyfikacja porównawczych badań międzylaboratoryjnych ze względu na typ programu

stężenia (lub innej właściwości charakterystycznej) obciążonego najmniejszym błędem oraz najmniejszą wartością wyznaczonej niepewności. Głównym aspektem wyboru materiału testowego powinna być maksymalnie duża reprezentatywność próbki. Materiał ten powinien być możliwie najbardziej zbliżony do próbek rutynowo analizowanych zarówno pod

ności. Uzyskane wyniki porównywane są z uprzednio ustaloną wartością gwarantowaną (odniesienia).

W zależności od wyznaczonego celu międzylaboratoryjne badania porównawcze podzielić można na cztery typy badań:

■ **Badania biegłości (proficiency tests – PT)**, których celem jest ocena kompetencji laboratoriów uczestniczących w badaniach;

■ **Badania normalizacyjne**, których celem jest badanie sprawności metodyki analitycznej;

■ **Badania certyfikacyjne**, których celem jest charakterystyka danego materiału/próbki badanej;

■ **Porównania międzylaboratoryjne (interlaboratory comparison – ILC)**, których celem jest sprawdzenie kompetencji własnego laboratorium lub porównanie kompetencji dla grupy laboratoriów.

Spośród wyżej wymienionych typów porównań międzylaboratoryjnych największą popularnością cieszą się badania biegłości. Dzieje się to za sprawą szerokiej gamy możliwości sprawdzania osiągnięć i kompetencji zarówno indywidualnych analityków posługujących się specyficzną metodyką analityczną, jak również do oceny danej metodyki analitycznej. W zależności od celu, badania biegłości mają różny przebieg i charakter. Najogólniej badania dzielą się na otwarte – dostępne dla każdego zgłaszającego chęć partycypacji laboratorium, oraz zamknięte – przeznaczone dla zaproszonych przez organizatora uczestników. Następnie, w zależności od warunków, wyróżnić można dwa główne typy badań biegłości, a mianowicie te służące zbadaniu kompetencji grupy uczestniczących laboratoriów na podstawie uzyskanych przez nie wyników w toku bardzo specyficznych analiz, oraz te, w których konieczna jest ocena kompetencji laboratoriów podczas wykonywania różnych typów analiz. Z każdego z dwóch powyższych typów badań biegłości wyodrębnić można dodatkowo trzy

# DONSERV



- Kjeldahl
- Soxhlet
- NIR
- Wyparki
- Pompy
- Chromatografia

SCHOTT  
memmert

- Miareczkowanie
- Lepkość kinematyczna
- pH-metry i elektrody

HAAKE

- Suszarki, ciepłarki, inkubatory CO<sub>2</sub>
- Łaźnie wodne
- Ultratermostaty
- Lepkość dynamiczna
- DSC, TG-DTA



- Wagi analityczne techniczne

LABOMED, INC.

- Spektrofotometry UV-Vis



- Piece laboratoryjne



- Reaktory
- Szklane instalacje przemysłowe
- Instalacje pilotażowe

intenscience

- Homogenizatory typu Stomacher

astec-microflow

- Komory laminarne

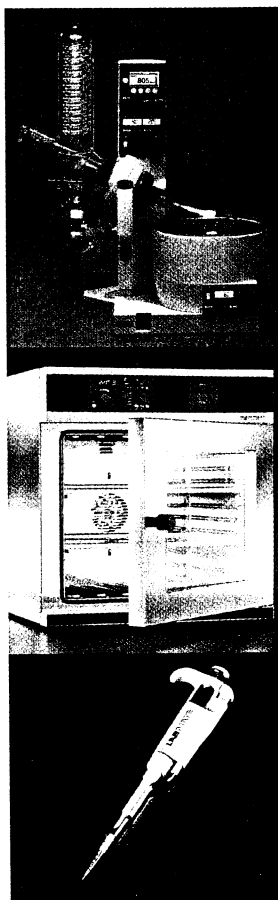


- Pipety, końcówki, pipetory

InterLaborTechnik

- Meble laboratoryjne

DONSERV, ul. Globusowa 38, 02-436 Warszawa  
tel. (022) 863 19 30, fax (022) 863 19 33  
www.donserv.com.pl info@donserv.com.pl



dalsze kategorie. W przypadku kategorii pierwszej próbki przeznaczone do badań krążą sukcesywnie po wszystkich laboratoriach uczestniczących, przy czym laboratorium koordynujące może zawrócić próbkę w czasie trwania badania w celu sprawdzenia, czy nie zaszły w niej jakiegokolwiek niepożądane zmiany. Kategoria druga to najpopularniejszy typ badań biegłości, w którym z dużej dostawy homogenicznego materiału próbki wybierane są losowo i jednocześnie rozsyłane do wszystkich uczestników badania. W przypadku kategorii trzeciej próbki produktu lub materiału dzieli się na części, z których każdy z uczestników otrzymuje do zanalizowania jedną z części każdej próbki, są to tak zwane badania dzielonej próbki.

W badaniach biegłości, jak zresztą we wszystkich rodzajach porównań międzylaboratoryjnych, kompetencje wszystkich uczestników weryfikowane są na podstawie oceny statystycznej uzyskanych przez nich wyników. Najczęściej końcowe wyniki przedstawiane są w sposób niejawnny, poprzez przyporządkowanie każdemu z uczestników numeru identyfikacyjnego już na samym początku badań. Pod tym numerem dane laboratorium będzie miało możliwość zapoznania się z rezultatami końcowymi po ogłoszeniu raportu końcowego. Badania biegłości mogą być przeprowadzane jednorazowo lub odbywać się w sekwencjach, zazwyczaj w formie kilku rund badań w ciągu danego roku. Zarządzane są przez organ centralny i przebiegają zgodnie z ustalonym harmonogramem. Zadaniem organizatora jest sporządzenie protokołu określającego szczegółowo przebieg przeprowadzanego badania jak również sposób interpretacji wyników. Ponadto organizator przygotowuje lub wybiera materiały (próbki testowe). Rolą uczestników jest zanalizowanie nadesłanych próbek przy wykorzystaniu odpowiedniej metodyki oraz odesłanie uzyskanych danych zgodnie z wymaganiami sprecyzowanymi uprzednio przez organizatora w protokole. Na tej podstawie oceniana jest wiarygodność wyników analitycznych danych zespołów badawczych, ponadto diagnozowane są przyczyny błędów, co umożliwi poprawę jakości wyników analiz i doskonalenie stosowanych metodyk. Osiągnięcie tych celów wymaga bardzo starannego przygotowania i rzetelnej organizacji. Kolejne etapy organizacji i przebiegu badań międzylaboratoryjnych przedstawiono na rysunku 2.

Jednostka organizująca badania zależy od rodzaju badań międzylaboratoryjnych. Badania certyfikacyjne najczęściej organizowane są przez wytwórców certyfikowanych materiałów odniesienia, takich jak IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements), NIST (National Institute of Standards and Technology), IAEA (International Atomic Energy Agency) i wielu innych. Badania normalizacyjne przeprowadzane są przez różnego typu międzynarodowe i krajowe jednostki normalizacyjne, takie jak: ISO (International Organization for Standardization), CEN (European Committee for Standardization), ASTM (American

Society for Testing and Materials) i AOAC (Association of Analytical Communities). W przypadku badań biegłości rolę organizatorów przejmują głównie różnego typu jednostki akredytujące oraz instytucje publiczne i komercyjne, takie jak: UKAS (The United Kingdom Accreditation Service), COFRAC (Comite Francais D'Accreditation), ENAC (Entidad Nacional de Acreditación), IPQ (Instituto Português da Qualidade).

W ostatnich latach coraz częściej organizowane są, tak w Polsce, jak i na świecie, różnego typu porównania międzylaboratoryjne i badania biegłości. Test biegłości międzylaboratoryjnej jest bowiem stosowany do oceny wiarygodności wyników oznaczeń oraz stanowi podstawę walidacji metod badawczych stosowanych w pomiarach chemicznych zgodnie z normą PN-EN ISO/IEC 17025, a także umożliwia obiektywną ocenę wiarygodności wyników badań oraz wydawanie opinii dla organów procesowych zgodnie ze standardami światowymi. Uczestnictwo w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych jest ostatecznym i najbardziej wiarygodnym sposobem oceny jakości badań dzięki możliwości porównania otrzymanych wyników z wynikami uzyskanymi przez innych uczestników badań.

Katedra Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej i Centrum Doskonałości Analityki i Monitoringu Środowiskowego (CEEAM) we współpracy ze Stowarzyszeniem RefMat oraz firmą

**Zakład Produkcyjno-Usługowy  
TESTCHEM**

44-370 Pszów, ul. Niepodległości 82d, tel./fax: (032) 455 88 83  
e-mail: testchem@ka.onet.pl NIP 647-051-91-45  
www.testchem.pl

**PRODUKCJA:**

**URZĄDZENIA DO PRZYGOTOWANIA  
I POBIERANIA PRÓBEK**

Próbobłotniki  
Kruszarki laboratoryjne  
Młynki laboratoryjne  
Prasy do próbek  
Mieszalniki laboratoryjne

**URZĄDZENIA DO CHŁODZENIA  
I STABILIZACJI TEMPERATURY**

Układy chłodzenia spektrometrów  
i dyfraktometrów rtg.  
Układy chłodzenia mikroskopów elektronowych  
Układy chłodzenia spektrometrów AAS i ICP

**SPRZEDAŻ:**

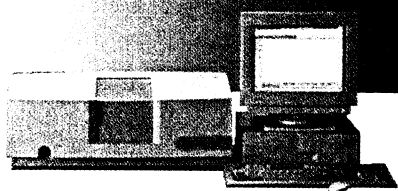
Spektrometry  
i dyfraktometry rtg  
(Rigaku - Japonia)

Urządzenia do oznaczania  
rtęci (NIC - Japonia)

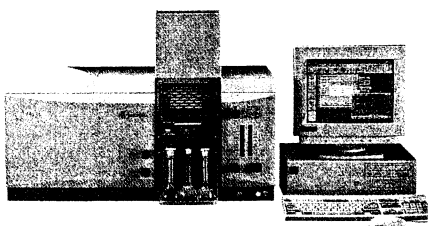




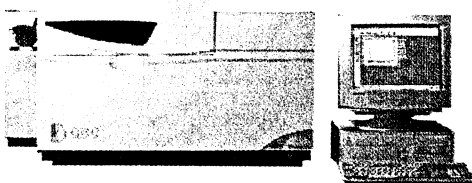
**profesjonalne przyrządy  
najważniejszy klient**



**spektrofotometry UV-Vis**



**spektrometry AAS**



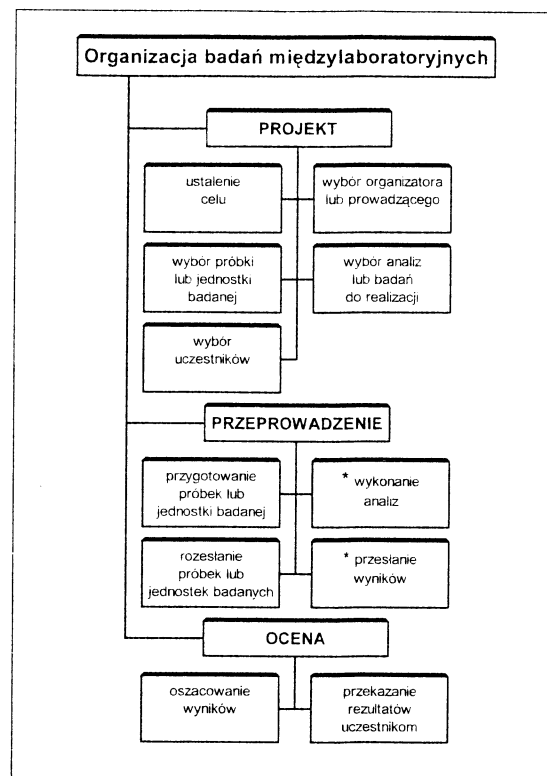
**spektrometry ICP, ICP-MS**



**SELMAR®**  
Chłodna 39 paw. 7  
00-867 Warszawa  
tel. (22) 850 13 30,  
fax (22) 850 13 31  
www.selmar.com.pl/gbc  
e-mail: gbc@selmar.com.pl

**Gdy Będziesz Ciekaw...**

LGC Promochem Sp. z o.o. zorganizowały badanie biegłości WCH PG PCB1. Badanie to jest pierwszą częścią wieloletniego projektu badań biegłości, orga-



Rys. 2. Etapy organizacji badań międzylaboratoryjnych

\* Czynności wykonywane przez uczestników badań międzylaboratoryjnych

nizowanego i prowadzonego przez Katedrę Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej we współpracy ze Stowarzyszeniem RefMat oraz firmą LGC Promochem Sp. z o.o., dotyczącego oznaczania zawartości związków organicznych (PCB, WWA, pestycydy) w próbkach środowiskowych (osad, gleba, woda). Celem tego projektu jest wykazanie kompetencji laboratoriów uczestniczących w zakresie analizy niektórych organicznych zanieczyszczeń środowiska. Badanie biegłości laboratoriów WCH PG PCB1 związane jest z realizowanym obecnie w Katedrze Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej grantem wspieranym i finansowanym przez Komisję Europejską (European Commission – EC) – „Rozwój infrastruktury metrologicznej w chemii w krajach kandydujących do Unii Europejskiej” (*Improving the Infrastructure for Metrology in Chemistry in the New Member States – QUA-NAS*), jak również grantami przyznanymi przez MNI (Ministerstwo Nauk i Informatyzacji).

W najbliższym czasie w czasopiśmie „Analityka” pojawią się informacje o kolejnym teście biegłości, który będzie poświęcony analitom z grupy wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych (WWA) w osadzie rzecznej.

Zachęcamy wszystkie zainteresowane laboratoria do udziału w tego typu badaniach.