



Rafał Kaczmarkowski

Rafał Kaczmarkowski, Bolesław Jerzak

Używanie i nadużywanie certyfikowanych materiałów odniesienia



Bolesław Jerzak

Najlepszym wyjściem, zapewniającym zarówno optymalizację kosztów, jak i dobrą kontrolę pracy laboratorium, jest stworzenie w nim swojego rodzaju piramidy metrologicznej, na której szczycie znajduje się certyfikowany materiał odniesienia.

Tytuł powyższy nie jest oryginalny, zapożyczyliśmy go z opracowania „Selection, Use and Abuse of RM's” (P.J. Jenks, I.R. Zisler w „Reference Materials for Chemical Analysis”, Wiley-VCH Verlag, 2001); podobne sformułowania można odnaleźć także w wielu innych publikacjach i referatach. Wyraz „nadużywanie” jest tu zastosowany nieco na wyrost – chodzi raczej o podkreślenie, że błędy popełnione przy wyborze, zakupie i stosowaniu materiałów odniesienia (nie tylko certyfikowanych) mogą z dużym prawdopodobieństwem doprowadzić do zmarnowania czasu i pieniędzy.

Minął już okres, kiedy trzeba było wykazywać potrzebę stosowania w laboratoriach analitycznych materiałów odniesienia. Wszyscy, jak się wydaje, znają też podstawowe reguły rządzące ich wyborem i stosowaniem. Niemniej w trakcie naszej codziennej pracy w firmie będącej dystrybutorem takich materiałów widzimy, że pewne problemy powtarzają się systematycznie. Dlatego wydawało się nam, że warto poświęcić trochę miejsca ich omówieniu, choć niektóre mogą wydawać się banalne.

Materiały odniesienia i certyfikowane materiały odniesienia pełnią we współczesnej chemii analitycznej rolę podobną do wzorców jednostek międzynarodowego układu miar – umożliwiają przeniesienie wartości danej właściwości (np. zawartości pierwiastka w danej matrycy) pomiędzy różnymi laboratoriami i niezależne odtworzenie jej w różnych ośrodkach. Dzięki temu stanowią jedno z najważniejszych narzędzi, dzięki którym można:

- oceniać nowe metody analityczne,
- porównywać między sobą różne metody,
- porównywać sprawność poszczególnych laboratoriów,
- kontrolować jakość pracy laboratorium.

Zgodnie z założeniami włączanie certyfikowanych materiałów odniesienia do cyklu analiz powinno zapewniać, że wyniki tych analiz będą się charakteryzować spójnością pomiarową (z ang. traceability), ale jest to kwestia dyskusyjna z uwagi na to, że według niektórych autorytetów zachowanie spójności pomiarowej przez wartości certyfikowane uzyskane na drodze badań międzylaboratoryjnych jest co najmniej wątpliwe. Niezależnie jednak od tego, czy wszystkie certyfikowane materiały odniesienia pozwalają na uzyskiwanie spójnych pomiarowo wyników, czy jest to raczej założenie teoretyczne, nie ulega wątpliwości, że są one

pH standards
viscosity standardsLaboratorium
Pomiarowe
Akredytowane
Nr A/21/1/2000

Posiadamy certyfikat akredytacji oraz upoważnienie do uwierzytelniania wydane przez Prezesa Głównego Urzędu Miar.

Laboratorium: wzorce/ uwierzytelnia

- w zakresie pomiarów pH:
pehametry oraz **elektrody pehametryczne**
- w zakresie pomiarów lepkości:
wiskozymetry kapilarne szklane Ubbelohdego, Pinkiewicza i U-rurka z odwrotnym przepływem.

Laboratorium wytwarza, wzorce oraz uwierzytelnia **wzorce pehametryczne** i **wzorce wiskozymetryczne** (lepkości). Na podstawie ustawy z dnia 3 kwietnia 1993 roku „Prawo o miarach” wzorce posiadają zatwierdzenie typu Głównego Urzędu Miar w Warszawie i są uwierzytelnione. Wzorce zapewniają dokładność i jednolitość pomiarów przez odniesienie do państwowego wzorca jednostki miary.

Spełniamy wymagania normy PN-EN 45001

oraz przewodnika ISO/IEC 25 w odniesieniu do przyrządów do pomiaru

- pH
- lepkości

Oferujemy usługi oraz doradztwo w zakresie pomiarów pH oraz lepkości.

Przedsiębiorstwo Produkcyjno-Usługowe LabStand
Laboratorium Pehametrii i Wiskozymetrii
60-308 POZNAŃ, ul. Grunwaldzka 114, tel. (061) 662 00 99,
867 28 47 fax (061) 662 02 61
e-mail: labstand@labstand.com.pl www.labstand.com.pl

niezastąpione w każdym nowoczesnym laboratorium analitycznym. Wynika to między innymi z faktu, że odwzorowują zawartość analitu w konkretnej matrycy, zachowując wszystkie specyficzne oddziaływania zachodzące w takim układzie. Niestety mają również zasadnicze wady: są kosztowne, a istniejący asortyment materiałów pokrywa tylko niewielką część potrzeb analityków.

Bardzo często przy poszukiwaniu certyfikowanych materiałów odniesienia doświadcza się więc uczucia dyskomfortu związanego z koniecznością wydania sporej sumy na wyrób nie w pełni zaspokajający potrzeby. Należy przy tym pamiętać o tym, że źle wybrany produkt trudno będzie zwrócić. Jeżeli, w skutek błędu popełnionego w procesie wyboru i zakupu, materiał okaże się nieprzydatny w danym momencie, wytwórca nie przyjmie jego zwrotu, jeżeli nie można udowodnić, że cechy materiału nie są zgodne z deklarowanymi w certyfikacie. Dlatego zawsze zalecamy wszystkim zasięgnięcie możliwie dokładnej informacji o wybranym materiale przed jego zamówieniem.

Podstawowy problem, o którym była już mowa powyżej, to kłopoty ze znalezieniem właściwego materiału. Z reguły zaleca się, aby matryca materiału była możliwie zbliżona do analizowanych próbek, a certyfikowana zawartość analitów powinna być na poziomie zbliżonym do ich zawartości w tych próbkach. Oczywiście nietrudno sobie wyobrazić, że bardzo często dobór całkowicie zgodny z tymi regułami jest niemożliwy. Tylko niektóre przykłady z naszej praktyki to bezskuteczne poszukiwania materiałów odniesienia typu metale w cukrze, metale w drewnie, metale i aniony w różnych rodzajach warzyw. Jeszcze trudniejsze jest znalezienie odpowiedniego materiału z certyfikowaną zawartością substancji organicznych.

W zasadzie trudno jest zaproponować dobre wyjście z sytuacji, kiedy odpowiedni materiał odniesienia nie jest dostępny. Jeżeli poszukiwania przeprowadzone przez wyspecjalizowane firmy nie dadzą rezultatu, jedynym sposobem uwiarygodnienia własnych wyników jest wzięcie udziału w jednym z programów badania biegłości laboratoriów. Coraz większa liczba takich programów, prowadzonych zarówno przez organizacje polskie, jak i zagraniczne, jest obecna w Polsce. Można także skontaktować się z ich organizatorami – zdarza się, że dysponują oni pozostałościami próbek zbadanych w poprzednich etapach badań. Choć zazwyczaj nie mają one rangi certyfikowanych materiałów odniesienia, są na tyle dobrze scharakteryzowane, aby można je było zastosować jako materiały odniesienia. Oczywiście można też dążyć do wytworzenia certyfikowanego materiału odniesienia na potrzeby danego programu badań, ale należy się liczyć z ogromnymi kosztami takiej operacji. Według wstępnych wyliczeń otrzymanie kilkunastu kilogramów homogennych wysuszonych warzyw wraz z potwierdzeniem homogenności kosztować może 40 000–50 000 zł. Do tego należy doliczyć koszty związane z certyfikacją, zapakowaniem, magazynowaniem...

Odnalezienie certyfikowanego materiału odniesienia o odpowiednim składzie to dopiero początek rozwiązywania problemu. Przed podjęciem decyzji o zakupie należy uzyskać odpowiedzi na wiele pytań, podstawowe z nich wymieniono poniżej w punktach.

1. Czy materiał nie jest przewidziany do stosowania dla jednej metody analizy? Dysponujemy na przykład materiałami przeznaczonymi tylko dla metod analizy według Amerykańskiej Agencji Ochrony Środowiska (US EPA), które nie zawsze mogą być stosowane przy innych metodach. Coraz więcej materiałów ma certyfikowane zawartości dla różnych sposobów obróbki próbki – w przypadku gleb jest to ekstrakcja wodą królewską lub kwasem solnym zamiast pełnej mineralizacji.

2. Czy wybrany materiał ma na pewno status certyfikowanego materiału odniesienia, czy materiału odniesienia? Wielu wytwórców oferuje tak zwane materiały kontrolne, które, choć bardzo przydatne, nie są certyfikowanymi materiałami odniesienia.

3. Czy materiał jest pochodzenia naturalnego, czy też jest syntetyczny (otrzymany przez wzbogacenie analitykami matrycy)? Niektóre syntetyczne materiały odniesienia (np. woda z certyfikowaną zawartością kationów) są powszechnie używane na równi z materiałami naturalnymi, jednakże na przykład materiały roślinne wzbogacone analitykami nie są z reguły uważane za certyfikowane.

4. Jaki jest stopień homogenności materiału? Część wytwórców materiałów uważa, że powinny one być możliwie doskonale homogenne, ostatnio pojawiają się jednak tak zwane rzeczywiste materiały, których postać zbliżona jest do analizowanych próbek. Dostępne są na przykład materiały glebowe o uziarnieniu około 1 mm i homogenności na poziomie 1 g.

5. Jaka jednostka przeprowadziła proces certyfikacji i jaki jest jej międzynarodowy autorytet? Zalecane jest, aby w procesie certyfikacji materiału brały udział laboratoria z kilku krajów (dopuszczalny jest udział placówek z jednego kraju, ale muszą to być laboratoria o uznanym w świecie autorytecie), spotykane są jednak materiały certyfikowane wyłącznie na podstawie wyników uzyskanych w nie znanych w Europie ośrodkach.

6. Czy inni użytkownicy nie mieli kłopotów ze stosowaniem tego materiału? Nie wszyscy użytkownicy konsultują swoje kłopoty z dystrybutorem (a szkoda!), ale czasami udaje się uzyskać także takie informacje.

Na wszystkie powyższe pytania powinien odpowiedzieć dystrybutor materiałów odniesienia. Prawie zawsze dysponuje on także kopią certyfikatu lub może ją sprowadzić i przekazać potencjalnemu nabywcy przed złożeniem zamówienia, co pozwala zazwyczaj na dobre zapoznanie się z właściwościami materiału. Należy podkreślić, że katalogi nie mogą być traktowane jako jedyne i ostateczne źródło informacji – niektóre z nich podają tylko wartości certyfikowane, bez zakresu niepewności uwidocznionego w certyfikatach, zdarzają się też kłopoty z dobrym oznaczeniem wartości

certyfikowanych i informacyjnych. Ponadto katalogi nie zawsze mogą być na bieżąco aktualizowane, a przy ewentualnej zmianie szarży materiału wartości certyfikowane mogą ulegać znacznym zmianom.

Następnym ważnym problemem jest moment dokonania zakupu. Należy unikać kupowania materiałów odniesienia na zapas. Niemal wszyscy wytwórcy certyfikowanych materiałów odniesienia nie określają terminu ich ważności – materiały są ważne tak długo, jak długo znajdują się w sprzedaży. W tym czasie są regularnie sprawdzane przez wytwórcę, a w przypadku wykrycia jakichkolwiek zmian powiadamiani są o nich klienci, którzy nabyli materiał w ciągu ostatniego roku. Jeżeli używa się materiałów zakupionych wcześniej, należy co pewien czas upewnić się, czy w sprzedaży jest ciągle ta sama partia, a wartości certyfikowane nie zostały zmienione. Niektóre materiały dostarczane są w specjalnych opakowaniach i warunkach – w obniżonej temperaturze i/lub w atmosferze gazu obojętnego. Ryzyko dłuższego ich przechowywania, nawet bez otwierania opakowania, spoczywa zawsze na nabywcy. Błędy zdarzają się również przy stosowaniu prawidłowo wybranych materiałów odniesienia. Jednym z pospolitszych jest bardzo rzadkie stosowanie ich do kontroli pracy laboratorium z uzasadnieniem, że są to materiały bardzo drogie. Drugą skrajnością jest stosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia niemalże jako wzorców analitycznych. Najlepszym wyjściem, zapewniającym zarówno optymalizację kosztów, jak i dobrą kontrolę pracy laboratorium, jest stworzenie w nim swojego rodzaju piramidy metrologicznej, na której szczycie znajduje się certyfikowany materiał odniesienia, poniżej powiązane z nim materiały odniesienia i materiały kontrolne, a najniżej – homogenne próbki (np. z własnego laboratorium), których codzienna analiza (lub kilkukrotna w ciągu dnia) może służyć do wykazania stabilności warunków prowadzenia analiz. Rozwiązanie takie zapewnia dobrą kontrolę jakości pracy laboratorium przy umiarkowanych wydatkach na materiały odniesienia.

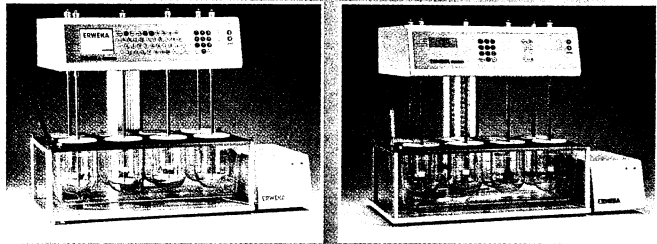
Także organizatorzy programów badań biegłości laboratoriów, stosujący certyfikowane materiały odniesienia jako próbki do takich badań, mogą popełnić błędy. Z jednej strony jest to rozwiązanie bezpieczne, zapewniające organizatorowi stosowanie homogennej, stabilnej i dobrze scharakteryzowanej próbki, z drugiej niewłaściwy wybór materiału może sprawić, że program badań będzie bezwartościowy. Jeżeli wybrany zostanie materiał dobrze znany użytkownikom, możliwe jest rozpoznanie go po zanalizowaniu kilku charakterystycznych analitów, a w krańcowym przypadku nawet po wyglądzie. Umożliwia to uczestnikom skonfrontowanie własnych wyników z danymi katalogowymi i dokonanie niezbędnych korekt przed przekazaniem wyników organizatorom, co oczywiście podważa sens prowadzenia takich badań.

Mamy nadzieję, że powyższe uwagi dopomogą w dokonywaniu właściwego wyboru i przyczynią się do eliminacji niepotrzebnych zakupów. ■

ERWEKA Poland Sp. z o.o.

W skład naszej oferty wchodzi:

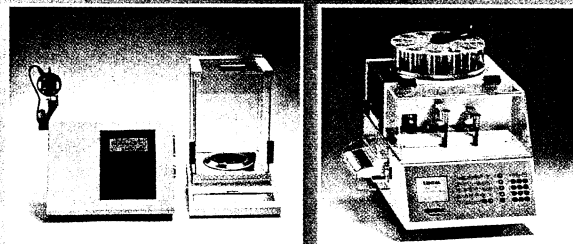
aparaty do badania substancji leczniczej
z postaci leku (metoda 1+7 wg USP)



aparaty do określania czasu rozpadu tabletek



twardosć i twardość



- aparaty do określania parametrów granulatów, proszków itp.
- systemy do sprawdzania ścieralności/kruchości tabletek
- aparaty do testowania czopków
- tabletkarki laboratoryjne z wyposażeniem
- uniwersalne urządzenia produkcyjne z wieloma przystawkami
- urządzenia do testowania inhalatorów
- serwis gwarancyjny i pogwarancyjny
- IQ/OQ/PQ

powtec

granulATORY I KOMPAKTORY

ERWEKA Poland Sp. z o.o.

ul. Odolańska 7/8 02-560 Warszawa

tel. (022) 646 26 24, 646 26 29, tel./fax (022) 848 28 07

e-mail: erweka@2a.pl