



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 1/15

Zpracovala: Ing. Eva Klokočnicková

Datum zpracování:
14. 11. 2014

Plán standardizace – Program rozvoje metrologie 2014

Číslo úkolu:

VII/5/14

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA

pro závěrečnou oponenturu úkolu

Název úkolu: „Příprava a využití „IN-HOUSE“ referenčních materiálů pro kontrolu kvality v laboratořích“

Zadavatel: Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, organizační složka státu

Řešitel: Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Vypracoval: Ing. Eva Klokočnicková

Spoluřešitel: Ing. Zbyněk Plzák, CSc.

Schválil: Ing. Martina Bednářová

Datum vypracování: 14. 11. 2014

Rozdělovník: 2 x ÚNMZ

1 x ČIA, útvar 500/600

1 x ČIA, útvar 400

2 x oponenti

Výtisk č. :

(celkem 6 výtisků)



1. RESUMÉ

Hlavním cílem úkolu je vytvořit návod pro přípravu a využívání „in-house“ referenčních materiálů (materiály pro řízení kvality (QCM), kontrolní vzorky) pro interní řízení kvality v laboratořích.

Všechny kontrolní materiály používané v laboratoři musí splňovat definici pro referenční materiál, která je uvedena ve VIM (Mezinárodní metrologický slovník). Referenční materiál dle této definice musí být dostatečně homogenní a stabilní s ohledem na jednu nebo více specifikovaných vlastností a musí být stanoven jako vhodný pro zamýšlené použití v měřicím procesu.

„In-house“ referenční materiály poskytují laboratořím možnost dostatečně četné interní kontroly kvality s ohledem na ekonomické možnosti laboratoře, nejsou ale náhradou za CRM.

„In-house“ referenční materiály se používají pro řízení kvality laboratoře, která tyto materiály připravila, takže není nutné brát v úvahu případnou nestabilitu materiálu vzhledem k jeho transportu.

Vhodným základem pro návod pro přípravu a používání je ISO Pokyn 80: „Příručka pro vlastní přípravu materiálů pro řízení kvality (QCM)“ /4/.



2. OBSAH

1. RESUMÉ.....	2
2. OBSAH.....	3
3. ÚVOD.....	4
4. NÁVRH ÚKOLU TECHNICKÉHO ROZVOJE.....	5
5. VLASTNÍ ŘEŠENÍ ÚKOLU.....	6
5.1. Literární rešerše.....	6
5.2. Návod pro přípravu a využití in-house referenčních materiálů... 10	
5.2.1 Obecně.....	10
5.2.2 Klíčové kroky přípravy QCM.....	10
5.2.2.1 Specifikace materiálu.....	10
5.2.2.2 Příprava materiálu pro řízení kvality.....	10
5.2.2.3 Homogenita.....	11
5.2.2.4 Charakterizace a přidělení hodnoty.....	11
5.2.2.5 Stabilita.....	11
5.2.2.6 Přeprava.....	11
5.2.2.7 Dokumentace u materiálů řízení kvality (QCM).....	11
5.2.2.8 Skladování.....	12
5.2.3 Požívání materiálů pro řízení kvality.....	12
6. ZÁVĚRY.....	13
7. LITERATURA.....	13

Příloha č. 1: Plánovací list úkolu

Příloha č. 2: Příručka pro vlastní přípravu materiálů pro řízení kvality (QCM)

(návrh překladu ISO Guide 80:2014 /4/)

Příloha č. 3: Rozpis skutečného čerpání neinvestičních prostředků na úkol VII/14 ke dni 14. 11. 2014.



3. ÚVOD

Referenční materiály poskytují nezbytnou návaznost v chemických měřeních a jsou používány při prokázání dostatečné kvality výsledků zkoušek, pro kalibraci zařízení i zkušebních postupů, sledování laboratorního provozu a validaci postupů.

Chemická měření jsou založena převážně na měření látkového množství. Na rozdíl od měření vlastností fyzikálních, která obvykle nejsou ovlivňována materiálem měřeného subjektu, je většina chemických měření přímo a zásadně ovlivňována vlastnostmi a výrazně též složením měřeného subjektu. Vhodná volba referencí je v chemických měřeních proto mnohem závažnější, složitější, náročnější a nákladnější než v oborech fyzikálních.

Norma ČSN EN ISO/IEC 17025:2005/1/ vyžaduje v kapitole 5.9. „Zajišťování jakosti výsledků zkoušek a kalibrací“, aby laboratoře monitorovaly platnost provedených zkoušek a kalibrací. Toto monitorování by mělo zahrnovat i interní řízení kvality využívající „sekundární referenční materiály“. Používání vhodných referenčních materiálů (kontrolních materiálů) pro kontrolu kvality v laboratořích je důležitou součástí každodenní analytické práce. Tyto materiály si mohou laboratoře připravit samy.

Požadavky na přípravu těchto materiálů se liší od požadavků na výrobu certifikovaných referenčních materiálů (CRM). U „in-house“ referenčních materiálů jsou požadavky dány nově vydaným ISO Pokynem 80 /4/. Tento pokyn je primárně určen pracovníkům v laboratoři, kteří připravují kontrolní materiály pro specifické interní kontroly kvality práce ve vlastní laboratoři. Takto připravené materiály slouží pouze pro vnitřní potřebu laboratoře, nejsou předmětem obchodování.

U „in-house“ referenčních materiálů postačí hodnocení homogenity, stability a stanovení hodnoty vlastnosti. Kritéria pro stanovení vhodnosti pro daný účel těchto kontrolních materiálů jsou dána Pokynem ISO 80.

Postup výroby referenčních materiálů tak, jak je popsán v ISO Guide 34/2/ a ISO Guide 35 /3/ je také použitelný pro přípravu materiálů pro kontrolu kvality, požadavky na přípravu „in-house“ materiálů jsou však méně náročné.



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 5/15

Zpracovala: Ing. Eva
Klokočnicková

Datum zpracování:
14. 11. 2014

4. NÁVRH ÚKOLU TECHNICKÉHO ROZVOJE

Hlavním cílem úkolu je vytvoření návodu pro přípravu a využití „in-house“ referenčních materiálů pro kontrolu kvality v laboratořích. K tomuto cíli by měly vést tyto dílčí kroky:

- A. Zpracování literární rešerše k získání informací o možnostech využití referenčních materiálů, které si laboratoř vyrobí sama, při řízení kvality v laboratoři v souladu s požadavky harmonizovaných norem.
- B. Překlad dokumentu ISO Guide 80 /4/. Tento dokument v české verzi bude v roce 2015 vydán jako TNI (připraví CTN při ČIA)
- C. Návod pro přípravu a využití „in-house“ referenčních materiálů (základem bude překlad ISO Guide 80 /4/)



5. VLASTNÍ ŘEŠENÍ ÚKOLU

5.1. Literární rešerše

V dokumentech ILAC-G9:2005 „Guidelines for the Selection and Use of Reference Materials“ /5/ a EA – 4/14 „Výběr a užití referenčních materiálů“ /6/ se píše, že výroba RM nejvyšší kvality je náročná a drahá, a proto se laboratořím vyplácí připravovat si RM vlastní.

Mezi klíčové otázky, které je třeba před vlastní přípravou takového materiálu zvážit, patří: výběr výchozího materiálu (přiměřenost, přírodní nebo spikovaný materiál, úpravy – materiál by měl co nejvíce odpovídat reálným vzorkům, které laboratoř analyzuje), provedení testu homogenity, vliv přípravy materiálu a jeho balení (kontaminace, stabilita), testy stability, certifikační experiment – pokud je potřeba, odhad nejistoty, dokumentace a prokázání kvality a návaznosti – pokud připadá v úvahu, skladování.

V publikaci /7/ je možné sledovat studie homogenity in-house referenčního materiálu za použití neutronové aktivační analýzy (NAA) a rentgenové fluorescence (XRF). Byl připraven biologický vzorek sójové mouky. Sójová mouka je důležitá pro výživu lidí i zvířat v oblasti Latinské Ameriky, obsahuje hodně bílkovin a mastných kyselin. Byl připraven vzorek mouky speciálně pro tyto studie, dále byl testován výše zmíněnými technikami na homogenitu a stabilitu (stanovení 18 stopových prvků, např. Cd, Mn, Mo, Cu).

Metodická příručka ENFSI DWG (European Network of Forensic Science Institutes, Drugs Working Group) /8/ k používání referenčních materiálů pro forenzní analýzy léčiv a drog obsahuje kapitolu týkající se in-house referenčních materiálů (kap. 3 Příprava in-house referenčních materiálů).

Tyto materiály jsou připravovány v případě absence vhodného komerčně vyrobeného referenčního materiálu ze zajištěných materiálů syntézou nebo izolací. Tyto materiály jsou používány pro kalibraci a řízení kvality. Pro řízení kvality jsou používány vzorky ??? bez důkladného čištění. Tyto materiály jsou zde nazývány pracovními materiály nebo sekundárními standardy. Jsou levnější a lze jich získat větší množství, mohou být připraveny pro „nová“ léčiva, jejich nevýhodou jsou často se vyskytující matriční efekty, možná nehomogenita??, vyšší nejistota a těžko stanovitelná doba expirace.

V kapitole 3. je popsán způsob přípravy in-house referenčních materiálů a podmínky jejich využití, testování homogenity a stability, měření referenční hodnoty, vedení potřebné dokumentace. V příloze 2 je uvedeno, co vše by měl obsahovat průvodní list k in-house připravenému referenčnímu materiálu. V příloze 3 je pak uvedena praktická příručka pro vhodné sekundární a in-house referenční materiály, která obsahuje hlavně návod, jak se ubezpečit o vhodnosti daného materiálu pro daný účel.



V rozsáhlé příručce, kterou vydala Mezinárodní agentura pro atomovou energii (IAEA) k vývoji a používání referenčních materiálů /9/ je in-house referenčním materiálům věnována velká pozornost. Jsou zde popsány všechny důvody pro přípravu a využití takových materiálů a všechny možné scénáře: 1. CRM jsou dostupné, není ale k dispozici validovaná metoda, 2. Validovaná metoda je k dispozici, ale není k dispozici matricový (C)RM, 3. Příklad nestálých analytu a/nebo nestálé matrice. V příloze dokumentu jsou uvedeny harmonizované pokyny pro interní kontrolu kvality analytických laboratoří (Association of Analytical Communities (AOAC) International).

V práci /10/ informují její autoři o novém pojetí referenčních materiálů, podle kterého tvoří referenční materiály „rodinu“, která zajišťuje návaznost, hodnocení postupů (validací, verifikací), hodnocení způsobilosti laboratoře a v neposlední řadě kalibraci měření. Podle tohoto pojetí jsou dominantními vlastnostmi RM homogenita a stabilita. Pojem referenčních materiálů byl tak rozšířen i na materiály reprezentující i kvalitativní vlastnosti. Tento nový přístup byl formulován Komisí pro referenční materiály při ISO-REMCO v roce 2005. Členem této „rodiny RM“ jsou také materiály pro kontrolu kvality (QCM), které jsou určeny pro řízení kvality interní i externí. Tyto materiály jsou obvykle necertifikované bez uvedeného odhadu nejistoty hodnot veličin.

Autoři publikace pocházející z US Department of Agriculture (USDA), Nutrient Data Laboratory (NDL) ve své práci /11/ popisují způsoby sledování kvality potravin v Americe. V roce 1997 tato laboratoř iniciovala Národní program analytického sledování potravin a výživy, v rámci tohoto programu byl vytvořen i přísný program kontroly kvality laboratoří pro provádění těchto analýz a pro data, vkládána do tohoto programu. Byla využita celá řada komerčně vyrobených referenčních materiálů (seznam je uveden v tabulce 1). Dále bylo využito referenčních materiálů, které byly vytvořeny speciálně pro tento program. Tyto materiály slouží k sledování preciznosti a přesnosti výsledků měření produkovaných laboratořemi, které se na těchto analýzách podílejí.

Každá participující laboratoř byla povinna použít tyto in-house připravené materiály pro kontrolu kvality jako součást svého programu řízení kvality a poskytnout tyto výsledky současně s výsledky analyzovaných vzorků.

V práci je popsán způsob přípravy těchto materiálů. Materiály byly připraveny tak, aby mohly být použity pro více potravin (například pro široké spektrum zeleniny – brukvovitá zelenina, zelenina bohatá na karotenoidy, zelenina bohatá na škroby, listová zelenina, cibule). Místo přípravy více kontrolních materiálů, byl připraven jeden zastupující materiál, který obsahoval výživové složky v takových hodnotách, aby mohl být použit pro více druhů zeleniny. Cílem bylo připravit dostatečně homogenní a stabilní materiál. Pro každý tento materiál byl sepsán protokol, který obsahoval všechny důležité údaje pro přípravu tohoto materiálu, je popsán způsob homogenizace materiálů a hodnocení dat pro posouzení homogenity a stability vzorků. V tabulce 2 jsou uvedeny připravené kontrolní materiály. V práci jsou podrobně diskutovány výsledky této studie se zajímavými závěry.



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 8/15
Zpracovala: Ing. Eva
Klokočnicková
Datum zpracování:
14. 11. 2014

Publikace skupiny autorů z federálního úřadu pro ochranu spotřebitelů a bezpečnost potravin v Německu /12/ popisuje, jakým způsobem lze připravit referenční materiály pro stanovení obsahu veterinárních drog v potravinách.

Léčiva jsou podávána živým zvířatům, která jsou pak poražena za účelem zisku vzorků. Jsou stanoveny látky v těchto zvířatech. Pokud tyto vzorky obsahují vysoké množství léčiva, tak jsou naředěny materiálem, který tyto látky neobsahuje. Pokud se jedná o vzorky, které nejsou dostatečně stabilní, jsou tyto vzorky lyofilizovány. Vzorky musí být dostatečně homogenní a stabilní. Je popsán způsob testování homogenity a stability. Tyto materiály jsou pak používány pro zkoušení způsobilosti, řízení kvality a validaci metod. Příkladem takového materiálu může být vzorek koksidiostatik ve vejcích (lyofilizát).

Publikace z roku 2009 autorů z Malajsie a Japonska /13/ se zabývá přípravou in-house referenčního materiálu s obsahem fumonisinů (mykotoxiny, které produkují plísně *Fusaria verticillioides*). Tyto látky se objevují v rýži, která je napadena uvedenými plísněmi. Z těchto důvodů je potřeba mít k dispozici analytickou metodu pro stanovení fumonisinů v rýži. Pro tento druh potravin není k dispozici RM vyráběný výrobcem. Byl připraven materiál pro stanovení fumonisinů v thajské rýži. Je popsán způsob homogenizace rýže a její infikování rýží s obsahem fumonisinu. Byly porovnány různé způsoby extrakce fumonisinů z thajské rýže. Pro stanovení fumonisinů je používána metoda HPLC-FL.

Na mezinárodním výročním setkání AOAC, TDRM (Technical division on RM) v roce 2011 byl organizován workshop na téma využití referenčních materiálů v akreditované laboratoři /14/. Část tohoto workshopu byla věnována i možnostem splnění požadavků akreditace v případě, že nejsou k dispozici CRM. V takovém případě by dle této publikace mělo být organizováno mezilaboratorní porovnání s in-house připraveným referenčním materiálem, nebo by měla laboratoř po řízení kvality použít vhodný – „in-house“ referenční materiál. Příprava takového materiálu by měla probíhat dle ISO Guide 80 /4/ nebo dle TDRM příručky, která se týká vývoje a použití in-house referenčních materiálů. Tato příručka je k dispozici na internetových stránkách AOAC.

V publikaci /15/ je skupinou autorů z národního institutu pro kontrolu kvality ve zdravotnictví (INCQS) v Brazílii popsána příprava in-house referenčního materiálu pro stanovení benzyloxybenzylpenicilinu v mléce, který byl použit též pro zkoušení způsobilosti v Brazílii. Tato látka je široce využívána ve veterinární medicíně pro prevenci a léčbu bakteriálních infekcí. Zbytky těchto látek se stanovují v souvislosti s kontrolou kvality surového mléka. In-house referenční materiál byl vyroben spikováním surového mléka, které tuto látku neobsahovalo. Materiál byl zhomogenizován, rozplněn do skleněných vial, lyofilizován a vzorky byly zapečetěny. Po posouzení homogenity a stability byly vzorky uloženy při teplotě -70 °C. Způsob posouzení homogenity a stability je podrobně popsán. Vzorky byly použity pro PT test, proto je též popsán způsob stanovení vztažné hodnoty a nejistoty, dále je popsán způsob stanovení



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 9/15
Zpracovala: Ing. Eva
Klokočnicková
Datum zpracování:
14. 11. 2014

standardní směrodatné odchylky pro PT. V závěru jsou přehledně zhodnoceny výsledky PT, kterého se zúčastnila asi 30 laboratoří.

V dalším článku /16/ je autory z Itálie popsána příprava vzorku tekutého mléka pro PT program pro stanovení vybraných chemických prvků v potravinách. Laboratoře pro analýzy potravin mají nedostatek vhodných certifikovaných RM a vhodných PT programů. Z těchto důvodů musí být některé RM připravovány přímo v laboratořích. Práce popisuje přípravu takového materiálu – tekutého mléka spikovaného pro obsah např. As, Cd, Pb.

Publikace popisuje detailně přípravu a testování tohoto materiálu. Bylo použito kravské mléko, částečně odstředěné s prodlouženou trvanlivostí z běžného obchodu. Roztok pro spikování byl připraven gravimetricky jako zásobní roztok (1000 mg/l). Je popsán způsob homogenizace vzorku, rozplnění vzorku a další úpravy pro získání stability. K analytickým zkouškám je použita analytická koncovka ICP-MS. Vzhledem k snadné přípravě si mohou laboratoře dle tohoto postupu vyrobit vhodný kontrolní materiál samy. Vzorky jsou stabilní 18 měsíců.

Přípravu a testování in-house referenčního materiálu pro stanovení chloramfenicolu ve svalové hmotě prasat popisuje publikace polských autorů z Výzkumného ústavu pro veterinární medicínu /17/.

Materiál byl vyroben ze zvířat, které byly léčeny tímto antibiotikem. Pro práci byli vybráni tři zdraví vepři, měli volný přístup k potravinám a pitné vodě. Byli zváženi před začátkem pokusu (asi 30 kg). Antibiotikum bylo dávkováno do potravy celkem třikrát po 12 hodinách. Svaly byly odebrány 4 hodiny po poslední dávce léčiva. Svalovina těchto zvířat se smísila se svalovou hmotou bez přítomnosti této látky k nastavení potřebné koncentrace (1:40). Je popsán způsob testování homogenity vzorku. Pro stanovení analytu byla využita metoda LC/MS-MS.

V publikaci /18/ je kolektivem autorů popsán způsob přípravy a hodnocení vhodnosti in-house referenčního materiálu pro stanovení vitamínu C nebo analýzy kyseliny askorbové v potravinářských matricích, konkrétně v ovoci, ovocných šťávách a ovocné dřeni. CRM jsou buď nedostupné, nebo velmi drahé.

Pro stanovení analytu byla použita metoda HPLC. Výsledky ukázaly vysokou linearitu, dobrou přesnost a preciznost a standardní směrodatná odchylka se pohybovala od 0.7% do 3.67 %. Byl použit stabilizační roztok s kyselinou chloristou a metafosforečnou k zabránění degradace kyseliny askorbové po dobu uskladnění materiálu. Materiál byl stabilní a homogenní při uložení při teplotě - 80 °C během 12 měsíců. Tento materiál je výborný jako materiál pro řízení kvality a materiál pro verifikaci metod stanovení vitamínu C v ovoci, ovocných šťávách a v ovocné dřeni.

Příručka pro elementární analýzu potravin a příbuzných výrobků /19/, kterou vydali uvedení autoři pro americké ministerstvo zdravotnictví popisuje mimo jiné i vývoj, výběr a použití referenčních materiálů, analytické postupy a způsob hodnocení homogenity těchto materiálů a in-house referenčních materiálů, kterým je věnována celá kapitola 3.5.2 Vyráběný materiál by měl být stejné nebo podobné matrice jako testované vzorky. Důležité jsou vhodné způsoby



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 10/15
Zpracovala: Ing. Eva
Klokočnicková
Datum zpracování:
14. 11. 2014

testování homogenity a stability těchto typů referenčních materiálů. Příručka je dostupná volně na internetových stránkách.



5.2 Návod pro přípravu a využití „in-house“ referenčních materiálů

5.2.1. Obecně

Materiály pro řízení kvality (QCM) v laboratoři nevyžadují charakterizaci metrologicky platným postupem a může si je připravit laboratoř sama pro své potřeby odborně způsobilým personálem laboratoře. Dosud neexistoval jednotný odborný postup pro přípravu těchto materiálů. V různých oborech byly vydávány příručky, pokyny a podobně, které se věnovali přípravě QCM pro specifické využití.

Vydáním ISO Guide 80 v srpnu roku 2014 je dána možnost všem typům zkušebních laboratoří postupovat dle tohoto – odbornou veřejností schváleného – postupu. Tyto materiály jsou potřeba zejména ke kontrole preciznosti výsledků zkoušek. Základním účelem QCM je odhalit změnu.

Dokument popisuje všechny potřebné procesy a postupy k vytvoření materiálu vhodného pro daný účel. Může být také použit pro přípravu vzorků pro mezilaboratorní porovnávání zkoušek s doložením dostatečné stability i při jejich přepravě do jiných laboratoří.

Posuzování kvality QCM by mělo zahrnovat hodnocení homogenity a stability a v omezené míře také charakterizaci materiálu.

Příprava takových materiálů je potřeba zejména v oblastech analýz potravin a dále ve veterinární medicíně a ve forenzních laboratořích. Možné využití lze však vidět ve všech oblastech zkoušení.

5.2.2 Klíčové kroky přípravy QCM:

5.2.2.1 Specifikace materiálu – materiál by se měl co nejvíce podobat vzorkům, které laboratoř běžně analyzuje, materiál by měl být k dispozici v dostatečném množství

(kapitola 7, ISO G 80)

5.2.2.2 Příprava materiálu pro řízení kvality

- a. Získání výchozího materiálu
- b. Zpracování materiálu (např. sušení, mletí a drcení, síťování, míchání a mísení, filtrace, stabilizace, sterilizace)
- c. Rozdělování a balení

(kapitola 8, ISO G 80)



5.2.2.3 Homogenita

Po rozdělení kandidátního materiálu je potřeba stanovit, že všechny alikvoty vykazují stejné hodnoty vlastnosti. Zejména u pevných matic (potravin, zeminy, atd.) je potřeba prokázat homogenitu materiálu. Je potřeba posoudit homogenitu jednotlivých alikvotů a také homogenitu uvnitř jednoho vzorku. Pro hodnocení homogenity je potřeba použít validované analytické metody s dostatečnou mírou opakovatelnosti. Statistické hodnocení výsledků testování homogenity by mělo vycházet ze zásad ISO Guide 35.

(kapitola 9, ISO G 80)

5.2.2.4 Charakterizace a přidělení hodnoty

(kapitola 10, ISO G 80)

5.2.2.5 Stabilita

Vzhledem k tomu, že materiály QCM se většinou nedopravují mimo prostory laboratoře, ve které byly připraveny, není potřeba provádět krátkodobé testy pro zjištění stability. Testy stability jsou potřeba pro uskladnění QCM pro dlouhodobější využití. Laboratoře by měly mít postup pro případ, že QCM materiál vykazuje neočekávaný výsledek (např. čerstvé připravení roztoku, srovnání s CRM, atd.). Určení expirační lhůty QCM by mělo vycházet z předchozích zkušeností se stabilitou takových typů matic a hodnot vlastností a dalších podkladových informací. V každém případě musí být dostupné informace o tom, za jakých podmínek má být materiál skladován a jak s ním má být zacházeno.

(kapitola 11, ISO G 80)

5.2.2.6 Přeprava

Pokud by měl být QCM přepravován na jiné místo (např. pro program PT), než je laboratoř, v které byl připraven, musí být provedeno hodnocení stability dle ISO G 35.

(kapitola 12, ISO G 80)

5.2.2.7 Dokumentace u materiálů pro řízení kvality (QCM)

Podobně jako u všech chemikálií v laboratoři musí být i pro QCM k dispozici všechny potřebné informace pro jejich bezpečné a účinné používání. Pro používání materiálu a případnou přípravu další šarže je dobré přehledně archivovat všechny potřebné údaje, které k tomu mohou být užitečné.

(kapitola 13, ISO G 80)



5.2.2.8 Skladování

Připravený QCM musí být uložen a uskladněn tak, aby se neměnila jeho kvality. Požadavky na uskladnění musí být ke každému materiálu k dispozici. Je pouze minimum materiálů, na které podmínky uskladnění nemají vliv. Podmínky skladování se musí průběžně sledovat a o této kontrolu musí být prováděn záznam.

(kapitola 14, ISO G 80)

5.2.3 Používání materiálů pro řízení kvality

Každý referenční materiál, v tomto případě OCM, musí mít k dispozici návod k jeho používání (příprava dílčího vzorku, roztoků, případná korekce výsledku na sušinu, atd.). Nutné je použít dostatečně velký vzorek, který musí být reprezentativní ve vztahu k celému, množství materiálu (podobné množství materiálu jako minimální velikost vzorku pro hodnocení homogenity materiálu).

Před odběrem tohoto dílčího vzorku musí dojít k promíchání materiálu (např. protřepáním).

Při přípravě QCM se musíme také zabývat homogenitou a stabilitou materiálu při opakovaném otevírání a zavírání balení. Vzorek musí být zabezpečen před kontaminací po otevření balení.

(kapitola 15, ISO G 80)



6. ZÁVĚRY

Řešení úkolu proběhlo dle navrženého postupu:

1. Byla provedena literární rešerše k zadané problematice s uvedením celé řady příkladů využití „in-house“ referenčních materiálů při zkoušení
2. Byl vytvořen návod pro vlastní přípravu a využití materiálů pro řízení kvality, jehož základ tvoří překlad ISO Guide 80 a který bude v roce 2015 vydán jako TNI.

7. LITERATURA

1.	ČSN EN ISO/IEC 17025:2005 Posuzování shody – Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří
2.	ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference materials producers
3.	ISO Guide 35:2006 Reference materials – General and statistical principles for certification
4.	ISO Guide 80:2014 Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)
5.	ILAC-G9:2005 Guidelines for the Selection and Use of reference Materials
6.	EA – 4/14:2004 Výběr a užití referenčních materiálů
7.	Gras N., Munoz L., Cassorla V., Castillo P.: Preliminary homogeneity study of in-house reference materila using neutron activation analysis and X-ray fluorescence, Fresenius Journal of Analytical Chemistry (1993), Volume 345, Issue2.4, pp 250 253
8.	European network of forensic science institutes drugs working group: Guidelines on the Use of Refrence Materials in Forensic Drug Analysis, (2002)
9.	International Atomic Energy Agency: Development and use of reference materials and quality control materials, IAEA-TECDOC-1350, (2003)
10.	Fridecký B., Kratochvíla J.: Nové pojetí referenčních material, Klin. Biochem, Metab., 14(35), (2006), No.3, p. 168 - 170
11.	Phillips K.M., Petterson K.Y., Rasor A.S., Exler J., Haytowitz D.B., Holden J.M, Pehrsson P.R.: Quality-control materials in the USDA National Food and Nutrient Analysis program (NFNAP), Anal Bioanal Chem (2006) 384:1341-1355



Český institut pro akreditaci, o.p.s.

Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

List: 15/15

Zpracovala: Ing. Eva
Klokočnicková

Datum zpracování:
14. 11. 2014

12.	Stoyke M., Gowik P., Stachel C., Hamann F., Radeck W., Polzer J., Moller A., Hackenberg R., Uhlig S., Antoni S. :Use of Interlaboratory Studies and In-House Reference Material for the Quality Assurance in the Analysis of Veterinary Drugs in the EU, The First International PT Conference, Romania, (2007)
13.	Norhafniza Awaludin, Reiko Nagata , Tomomi Kawasaki , Masayo Kushiro: Preparation of an In-House Reference Material Containing Fumonisin in Thai Rice and Matrix Extension of the Analytical Method for Japanese Rice <i>Toxins</i> (2009), 1, 188-195;
14.	Emons H., Weitzel J., Budin J., Phillips M., Rimmer C., Zink D.: TDRM/TDLM workshop on reference materials and laboratory accreditation at the AOAC annual meeting 2011, <i>Accred Qual Assur</i> (2012) 17:101-105
15.	Spisso B.F., Preparation of in-house reference material of benzylpenicillin in milk and results of a Brazilian proficiency testing scheme, <i>Accred Qual assur</i> (2013) 18:323-331
16.	Ciprotti M., Sorbo A., Orlandini S., Ciaralli L.: Preparation of liquid milk for proficiency test and internal quality control for chemical elements in food, <i>Accred Qual Assur</i> (2013) 18:333-339
17.	Śniegocki T., Żmudzki J., Posyniak A., Sell B.: In-House Reference Material of Chloramphenicol in Pig Muscle, <i>Bulletin of the Veterinary Institute in Pulawy</i>, (2013) Volume 56, Issue 4, Pages 601–604
18.	Valente A, Sanches-Silva A., Albuguerge TG, Costa HS: Development of an orange juice in-house reference material and its application to guarantee the quality of vitamin C determination in fruits, juices and fruit pulps, <i>Food Chem.</i> (2014) Jul 1;154:71-7
19.	William C. Cunningham, Stephen G. Capar: US Department of Health and Human Services, US Food and Drug Administration: Elemental Analysis Manual for Food and Related Products (2014) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm2006954.htm