



ZAJIŠTĚNÍ SPRÁVNOSTI VÝSLEDKŮ PŘI STANOVENÍ STOPOVÝCH PRVKŮ

**Věra Spěváčková, Mája Čejchanová,
Lucie Kašparová, Kateřina Wranová
SZÚ, Praha**

Úspěšnost laboratoří v mezilaboratorním porovnávání, organizovaného společností SEKK (Česká republika) TE 01 (plazma)

www.sekk.cz

	2009	2010	2011
Cu			
Počet lab.	31	33	29
úspěšnost %	77	82	86
Zn			
Počet lab.	31	32	27
úspěšnost %	87	88	89

Úspěšnost laboratoří v mezilaboratorním porovnávání, organizovaného společností SEKK (Česká republika) TE 02 (plná krev)

www.sekk.cz

	2009	2010	2011
Cd			
Počet lab.	3	4	4
úspěšnost %	100	75	50
Pb			
Počet lab.	10	8	8
úspěšnost %	90	75	88
Hg			
Počet lab.	2	3	2
úspěšnost %	50	100	50

Faktory, ovlivňující správnost

- ✓ **Vhodná technika**
- ✓ **Validace metod (meze detekce, stanovitelnosti, reprodukovatelnost, správnost, rušivé vlivy...)**
- ✓ **Používání maticových referenčních materiálů**
- ✓ **Důsledná kontrola celého procesu se zaměřením na eliminaci kontaminace vzorku či naopak ztrát analytu**
- ✓ **Konstrukce regulačních diagramů**
- ✓ **Účast v mezilaboratorních testech**

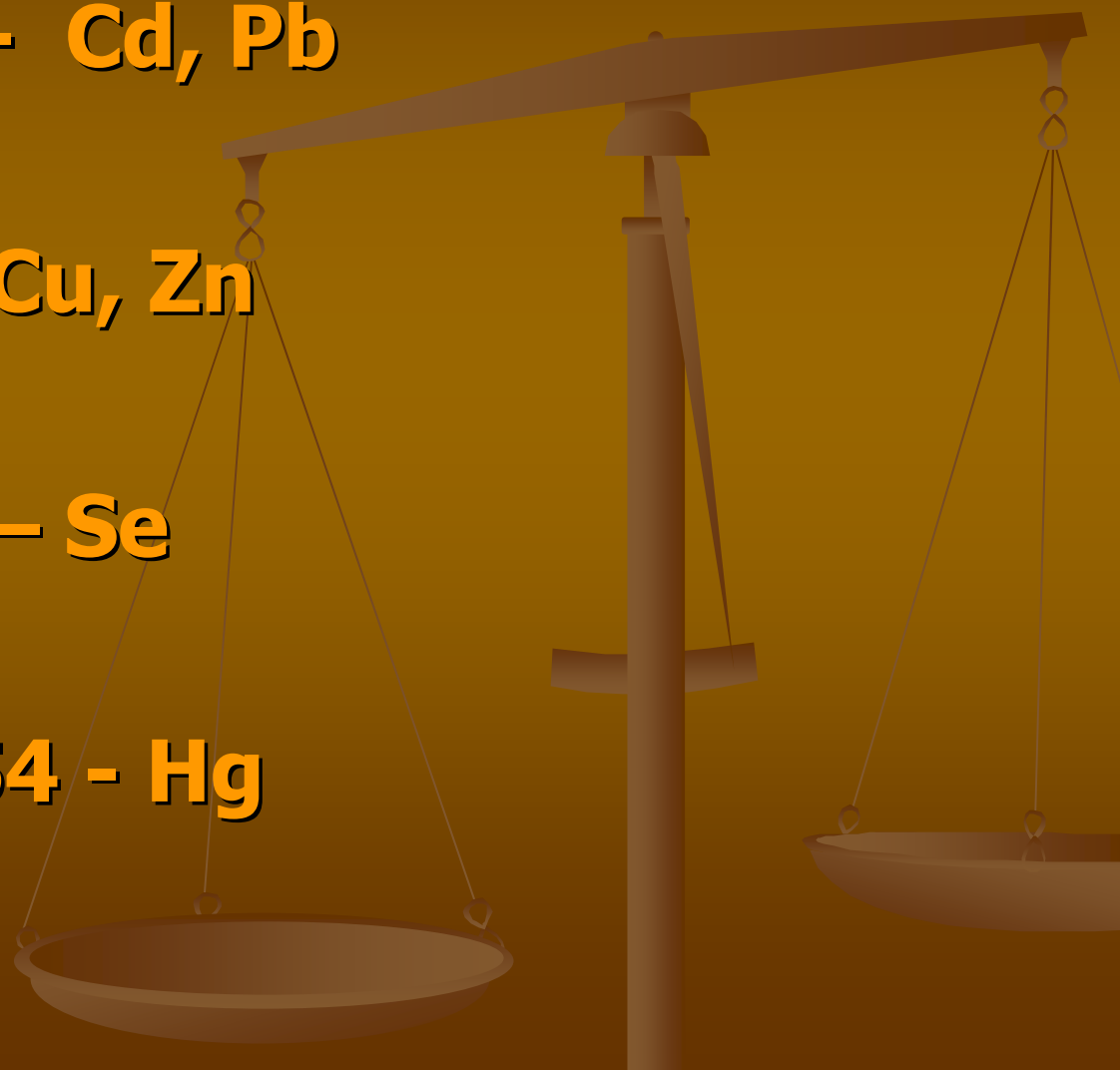
Požadavky



- ⇒ **snížení náhodných chyb na minimum**
- ⇒ **zamezení vzniku hrubých chyb**
- ⇒ **Pro monitorovací studii je nutná dlouhodobá porovnatelnost výsledků mezi jednotlivými roky**
 - **Monitoring v letech 1996 – 2003 – vzorky rozděleny podle matric do participujících laboratoří, takže každá laboratoř analyzovala danou matici pro všechny oblasti (krev dosp. SZÚ, děti ZÚ Ústí n.L., vlasy ZÚ Plzeň, moč dosp. ZÚ Středočes. kraj, moč děti ZÚ Žďár n.S.)**
 - **od roku 2004 všechny matrice analyzovány pouze na jednom pracovišti (SZÚ)**
 - **Při změně instrumentace je nutná vzájemná souběžná kontrola**

SZÚ – metody stanovení – **do roku 2009**

- **AAS – ETAAS - Cd, Pb**
- **AAS - FAAS – Cu, Zn**
- **AAS - HGAAS – Se**
- **AAS – AMA 254 - Hg**

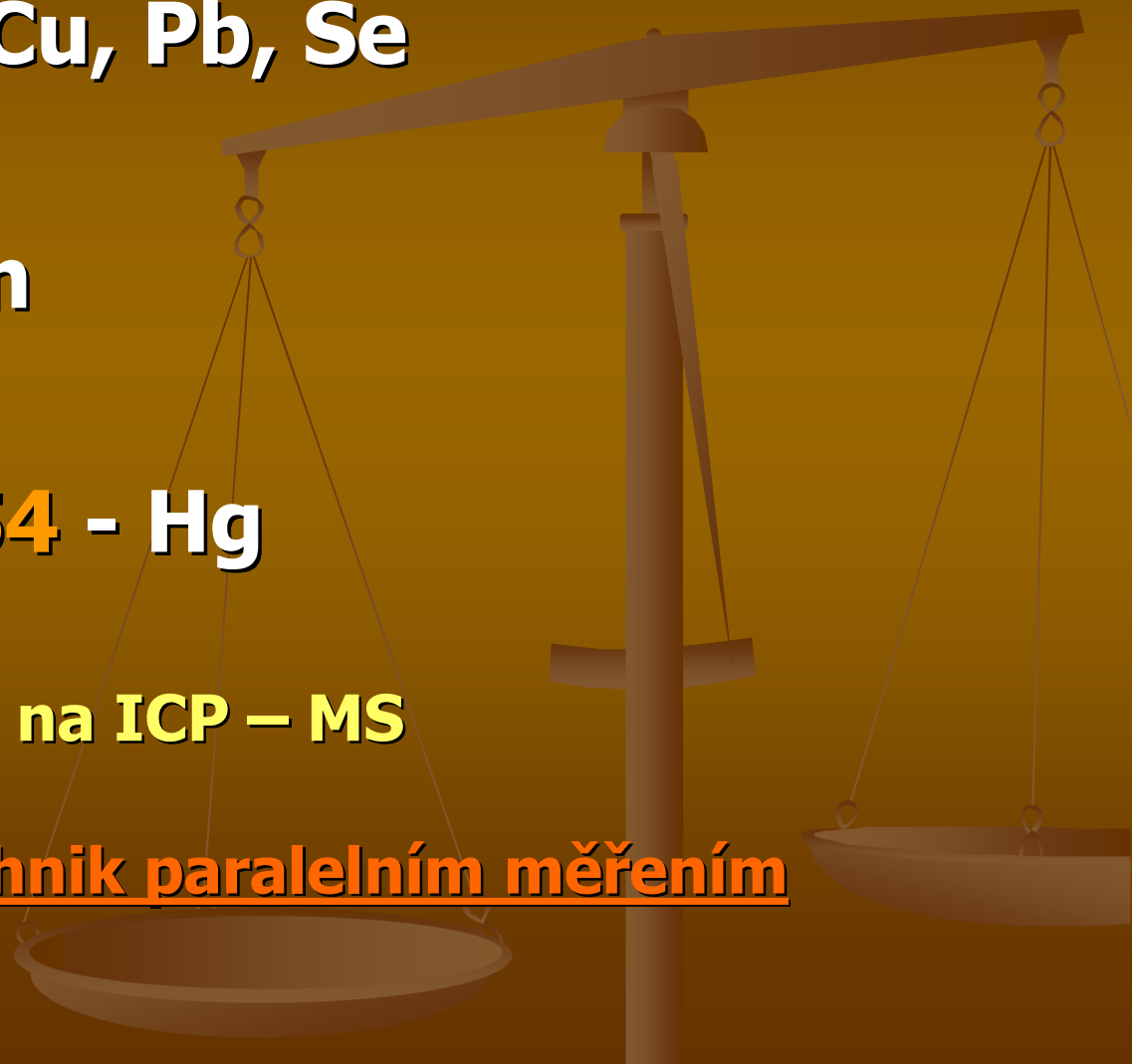


SZÚ – metody stanovení **od** roku 2009

- **ICP MS** – Cd, Cu, Pb, Se
- **AAS FAAS** – Zn
- **AAS – AMA 254** - Hg

přechod na ICP – MS

Porovnání obou technik paralelním měřením kontrolních vzorků

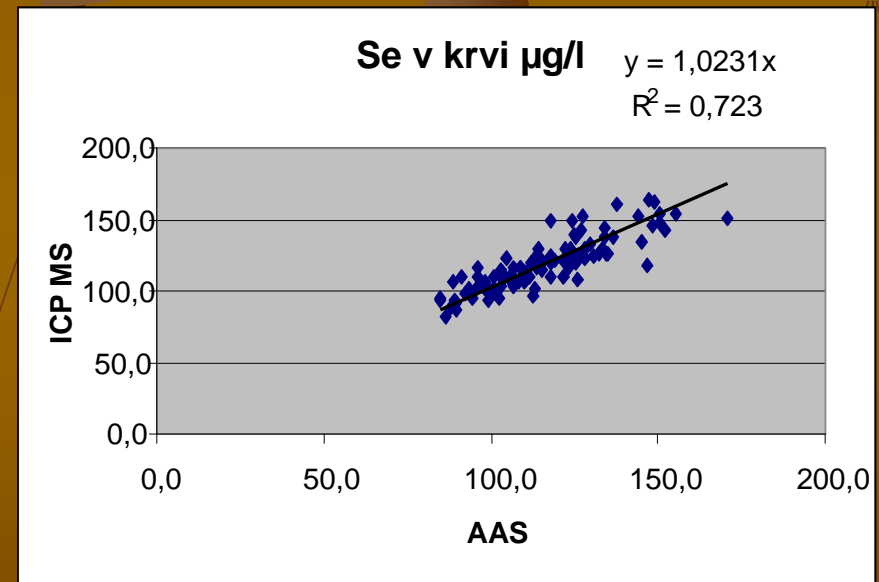
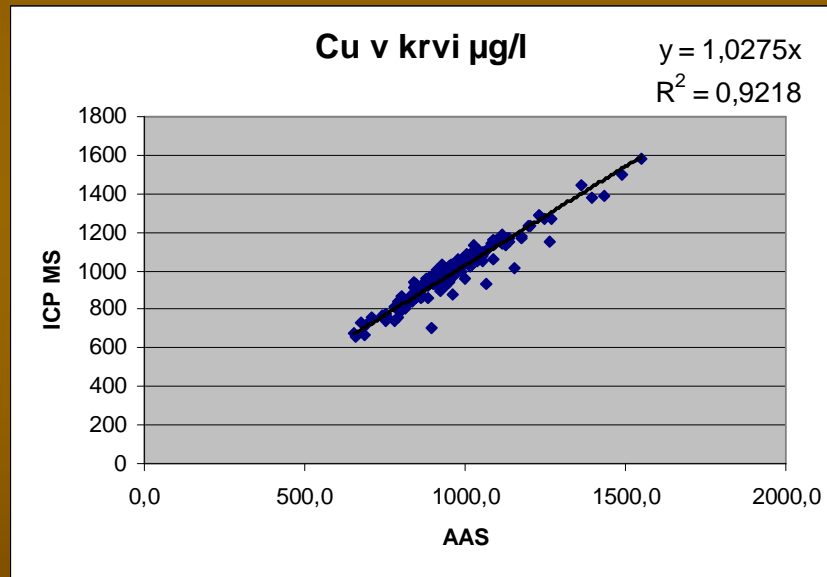


Porovnání ICP-MS a AAS

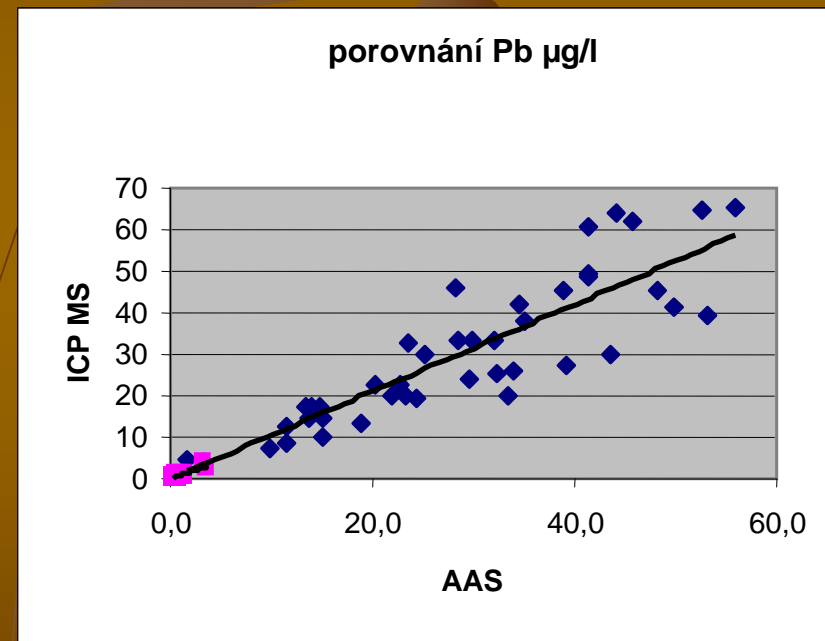
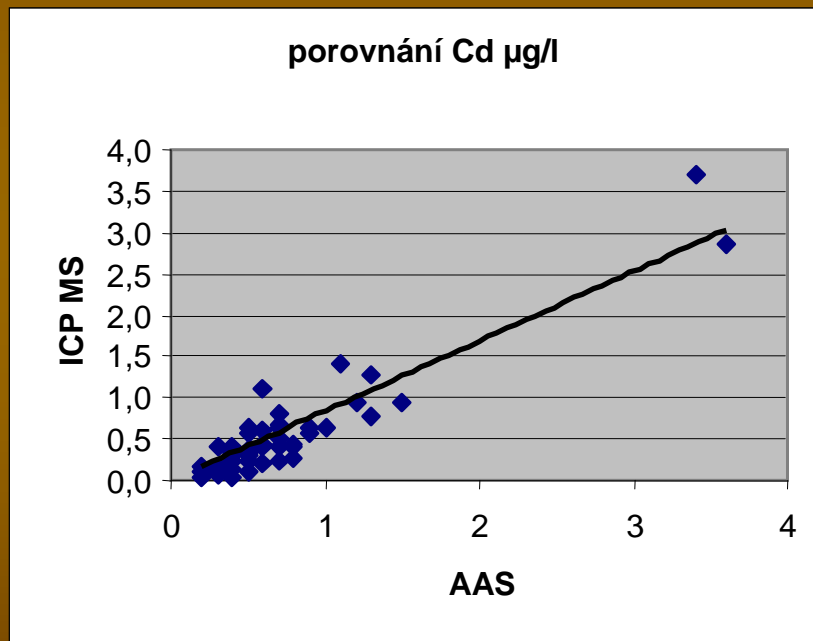
Cu; $\mu\text{g/l}$

plná krev

Se; $\mu\text{g/l}$



Porovnání ICP MS a AAS plná krev



Speciální odběrové nádoby pro stanovení stopových prvků – centrálně distribuované:

- krev - Vacutte Greiner pro stopové prvky, polypropylén, testované
- moč – Sarstedt polypropylén, myté

Monitoring - ihned po odběru zamrazeno na -20°C

COPHES – vzorky nejprve rozděleny podle stanovovaných analytů, pak zamrazeny

Vlasy

Odebíráno a myto podle **doporučení WHO+IAEA** do PE nebo papírových sáčků

- **Odběr** - zadní část hlavy, vzorek brán od hlavy do vzdálenosti cca 4 cm
- **Mytí** – aceton – 3x demineralizovaná voda – aceton
- **Sušení** - v „bezprašném“ prostředí při pokojové teplotě (zamezení ztrát rtuti)

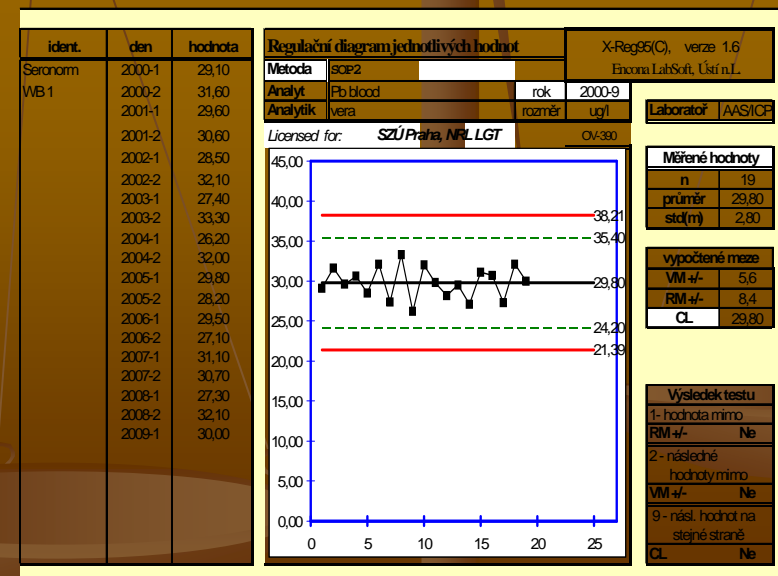
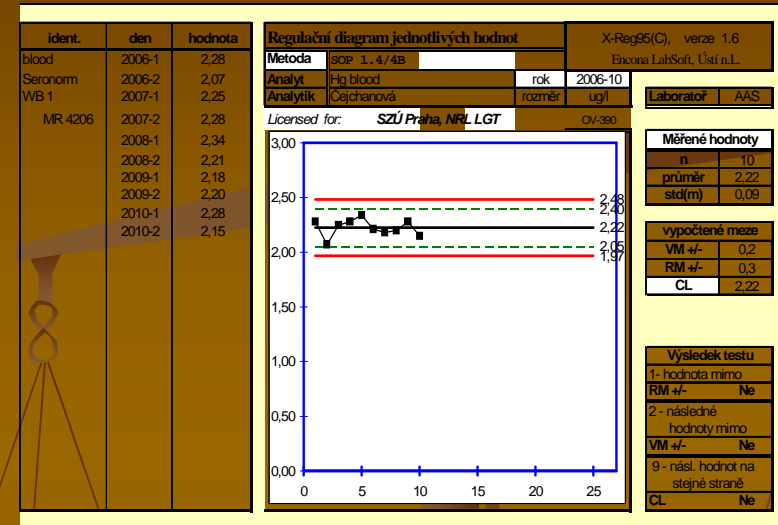
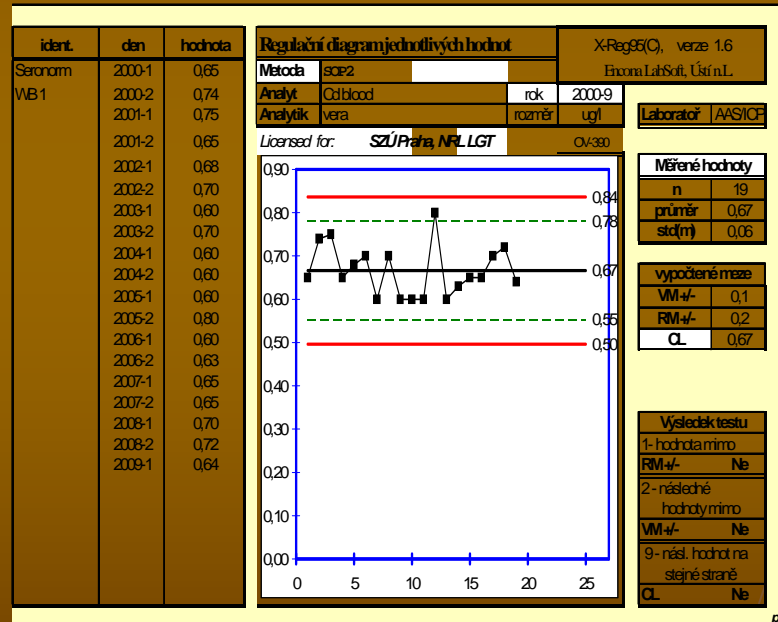
Referenční materiály

Kontrola správnosti pomocí matricových referenčních materiálů pro stopové prvky

- **Krev** – Seronorm „Whole blood“ level 1 a 2
- **Moč** – BioRad „Urine“ level 1 a 2
- **Vlasy** – GBW 07601

- Možné připravit matricový kontrolní vzorek ve větším množství a s ním provádět denní kontrolu – **případný problém – jak je to se stabilitou?**

Příklady regulačních diagramů



Mezilaboratorní testování

- **Mezinárodní programy:**
 - **SRN (Erlangen)** www.g-equas.de (moče, sérum, krev)
 - **IAEA** www.iaea.org/programmes/aqcs (tkáně)
 - **IMEP** www.imep.ws (tkáně)
- **Národní programy**
 - **SEKK** www.sekk.cz (sérum, krev)
- **Mezilaboratorní „domácí“ domluva mezi laboratořemi dle potřeby**

Výsledky mezinárodních okružních testů krev, µg/l (laboratoř SZÚ); výsledek, rozpětí

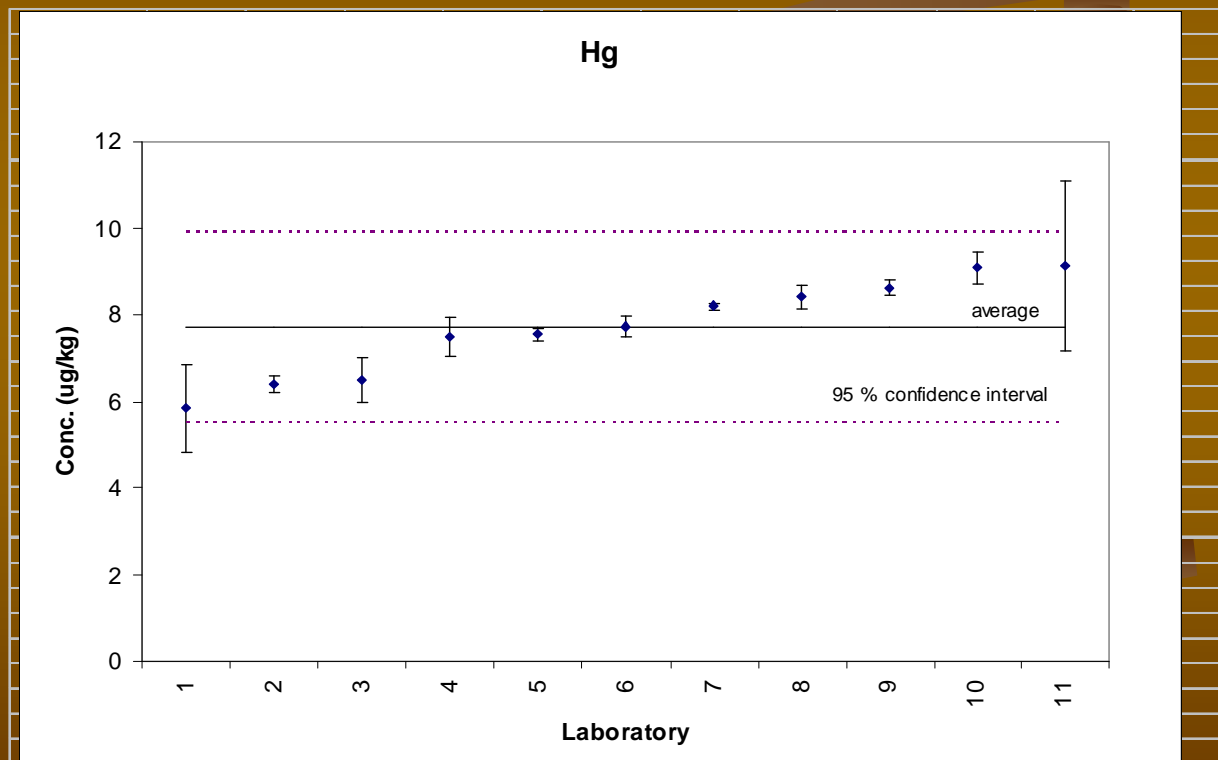
	Cd A	Cd B	Hg A	Hg B	Pb A	Pb B
EQUAS 2005	0.4 <i>0.23-0.51</i>	1.25 <i>0.77-1.44</i>	1.12 <i>0.76-1.77</i>	2.97 <i>1.91-3.61</i>	56.88 <i>45.9-64.84</i>	105.3 <i>93.59-126.62</i>
EQUAS 2006	0.5 <i>0.23-0.65</i>	1.50 <i>1.13-1.82</i>	3.89 <i>2.36-5.14</i>	6.79 <i>4.83-8.8</i>	55.3 <i>43.11-61.65</i>	92.55 <i>77.33-104.63</i>
EQUAS 2007	0.9 <i>0.45-0.95</i>	1.62 <i>1.06-1.74</i>	2.22 <i>1.36-3.09</i>	4.75 <i>3.16-5.96</i>	73.23 <i>68.66-93.44</i>	129.5 <i>117.8-150.86</i>
EQUAS 2009	0.75 <i>0.34-0.76</i>	1.15 <i>0.66-1.20</i>	1.05 <i>0.61-1.57</i>	2.30 <i>1.77-3.45</i>	53.0 <i>50.06-65.72</i>	66.1 <i>65.21-85.07</i>
EQUAS 2010	0.55 <i>0.27-0.57</i>	0.94 <i>0.71-1.19</i>	0.48 <i>0.27-0.75</i>	2.11 <i>1.47-2.67</i>	19.73 <i>17.01-26.55</i>	65.92 <i>63.15-85.41</i>

Výsledky mezinárodních okružních testů – Cd v moči, µg/l (SZÚ)

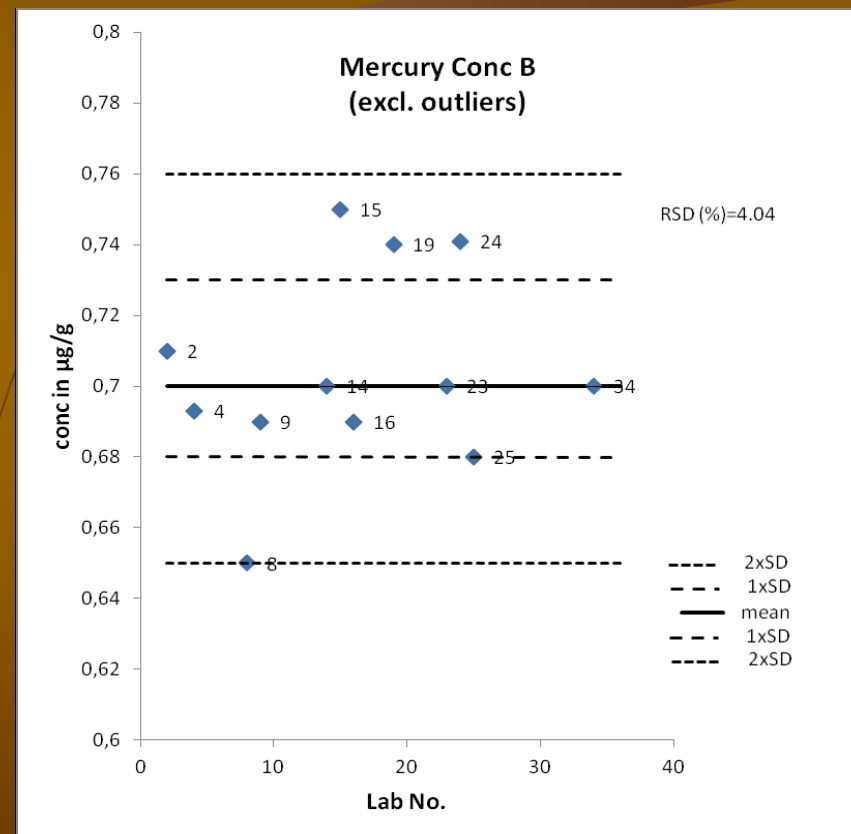
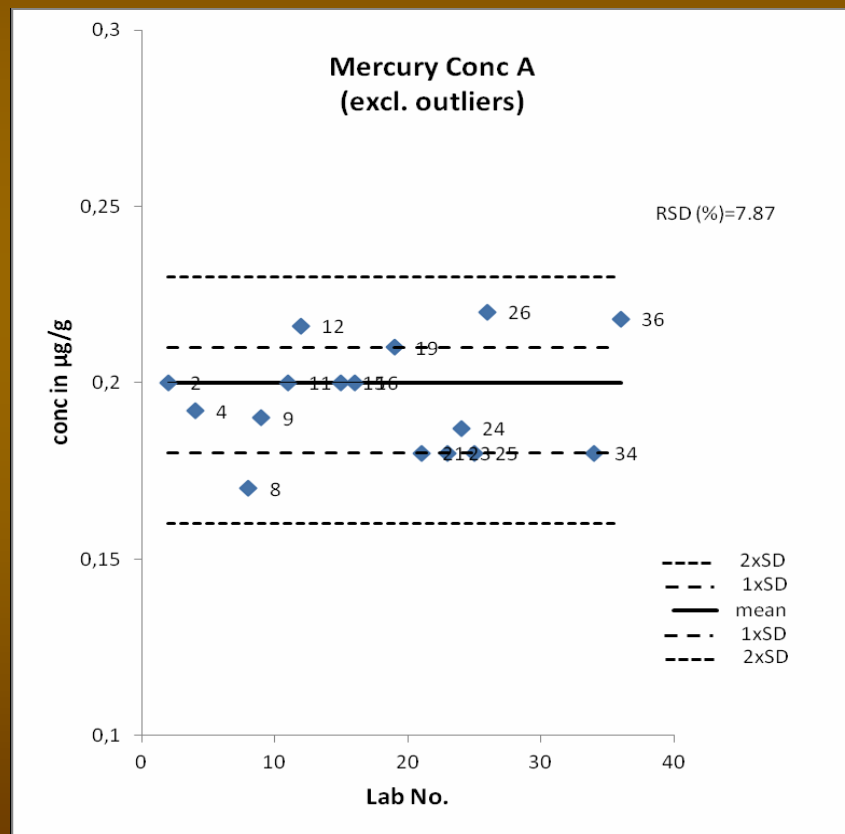
G-EQUAS	A	B	A	B	A	B
SZÚ	0,50	2,68	0,35	1,55	4,7	15,5
Ref. H.	0,47	2,80	0,38	1,73	5,2	17,3
rozpětí	0,29- 0,65	2,05- 3,55	0,20- 0,56	1,22- 2,24	4,0-6,4	14,3- 20,3
COPHES	A	B	A	B	T	U
SZÚ	0,23	0,36	0,28	0,55	0,63	0,32
Ref. H.	0,23	0,35	0,21	0,43	0,66	0,40
rozpětí	0,16- 0,30	0,25- 0,45	0,12- 0,30	0,31- 0,54	0,48- 0,84	0,32- 0,44

23.11.2011

Příklad mezilaboratorního porovnání PHIME lyofilizovaná krev (SZÚ = 4)



Výsledky mezilaboratorního porovnání COPHES – Hg vlasy (SZÚ - 2)



Výsledky okružních testů Z-score

pozn. pro úspěšný výsledek musí být Z-score < 2

a – analýzy nebyly požadovány nebo nevyhodnoceny organizátorem

	Cd	Cu	Hg	Pb	Se	Zn
IMEP 20, 2003	a	a	0,27	0,82	a	a
IAEA 436, 2006	0,61	-0,12	0,17	a	-0,48	-0,57
IAEA 452, 2009	0,40	0,04	0,16	-0,52	-0,09	0,22



Děkujeme za pozornost

23.11.2011

