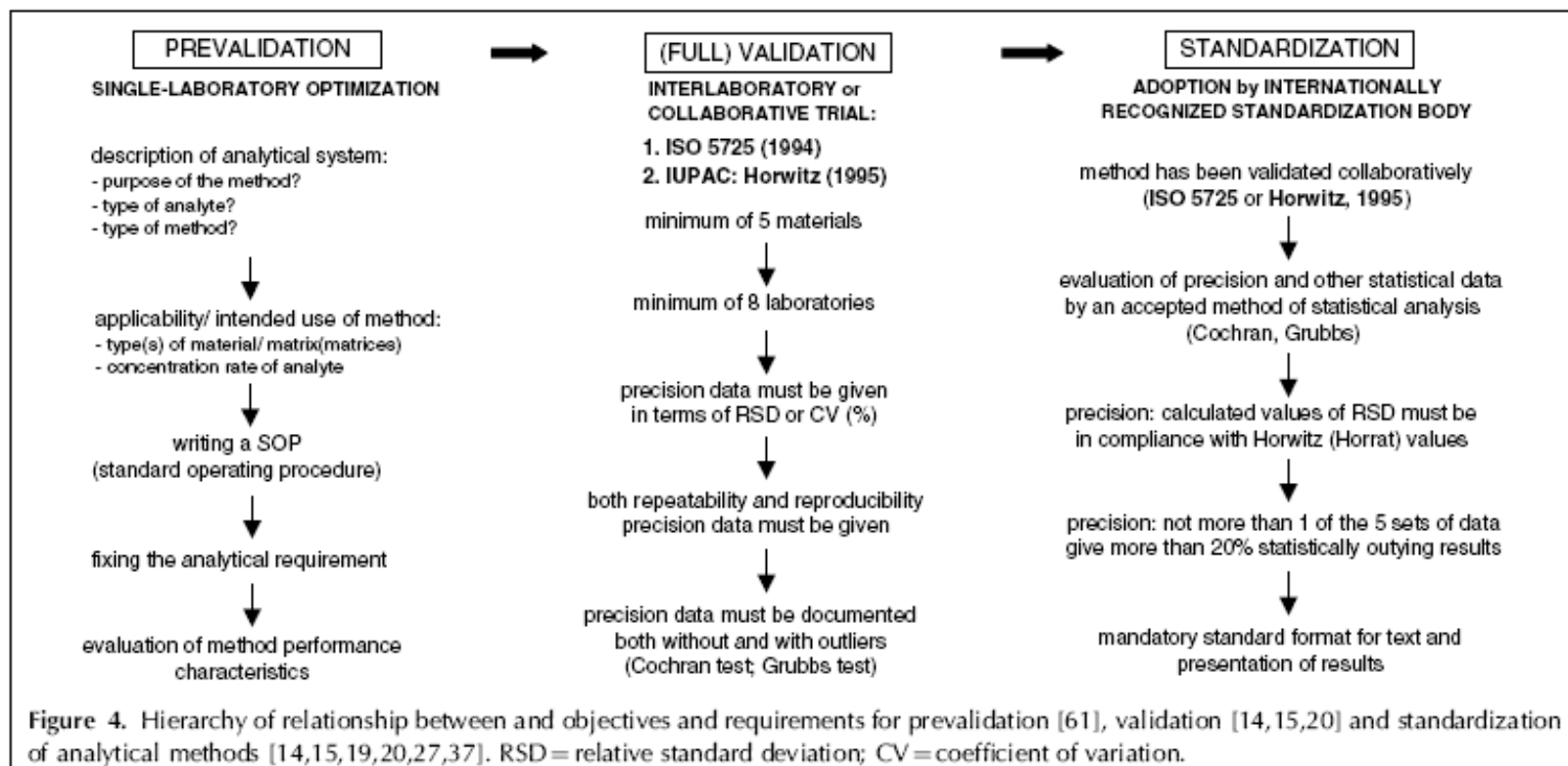


Správná laboratorní praxe v chemické laboratoři

4. Měření

Ing. Branislav Vrana, PhD.
vrana@recetox.muni.cz

VALIDACE ANALYTICKÝCH METOD



VALIDACE ANALYTICKÝCH METOD

- Replikace
- Testy výtěžnosti
- Slepý vzorek
 - tzv. činidlový blank
 - tzv. matricový blank
- Alternativní postupy
- Alternativní detekce
- Referenční materiály

DOBŘÁ LABORATORNÍ PRÁCE

- Před zahájením analýzy
 - lokalizovat vzorky;
 - přesvědčit se, že má k dispozici platný výtisk **standardního operačního postupu**;
 - přečíst si postup, pokud jej zevrubně nezná;
 - ověřit, že jsou všechny potřebné přístroje dostupné a v dobrém stavu, čisté a správně kalibrované;
 - naplánovat sled činností a náplň každého kroku

DOBŘÁ LABORATORNÍ PRÁCE

- uvážit všechna rizika související s postupem a s používáním některých činidel.
- je pro práci vymezena dostatečná a čistá plocha na pracovním stole;
- připadá-li v úvahu zvýšené riziko, může být nutný dozor.
- ověřit, že je potřebné nádobí čisté, neporušené a podle potřeby kalibrované.
- ověřit, že jsou zásoby činidel, kalibračních standardů a referenčních materiálů dostatečné a v odpovídajícím stupni čistoty.
- naplánovat postupy likvidace například použitých vzorků, činidel a kontaminovaných zařízení;
- naplánovat postupy očisty zařízení.

V průběhu analýzy

- zjistěte detaily o každém vzorku, jeho stav a odkazy na připojené doklady;
- ověřte ještě před otevřením vzorkovnic, že vzorky mají správnou teplotu;
- odeberte vzorky a zajistěte, aby byl každý dostatečně označen v každém kroku analýzy, aby byl sledovatelný zpět k původnímu vzorku;
- pokud se používá přístroj vícekrát pro různé vzorky, zajistěte potřebné čištění mezi každým použitím, abyste zamezili vzájemné kontaminaci;
- pokud postup nestanoví jinak, je správný sled činností: potřebná kalibrace; je-li kalibrace uspokojivá, proveďte kontroly kvality; pokud jsou kontroly kvality uspokojivé, proveďte analýzy vzorků. Když se vzorky analyzují v sériích, jsou během série nutné pravidelné kontroly kalibrací a kvality; postupujte přesně podle písemného popisu postupu.
- zaznamenávejte srozumitelně pozorování, data a neobvyklé detaily postupu, tak jak se to doporučuje.

Po analýze

- ze získaných dat vypočítejte požadované odpovědi, přičemž hledejte obvyklé chyby jako je nesouhlas duplikátních vzorků, pozitivní výsledky tam, kde očekáváme negativní, atd.;
- kontrolujte přenosy dat a výpočty, s výhodou někým jiným než osobou, která pracovala na úkolu.;
- vzorky se musí uchovávat alespoň do té doby, než bude napsána vyhovující zpráva.
- Vzorek se může uchovávat i déle podle zásad laboratoře, nebo se může vrátit zákazníkovi nebo zlikvidovat.
- oblast laboratoře používaná k práci, příslušné vybavení a přístroje se musí dekontaminovat, očistit a ponechat pro další práci vyčištěné

KALIBRACE MĚŘENÍ

- **Kalibrování přístroje** - porovnání měřené veličiny s hodnotou reference
 - *primární standardy - systém mezinárodně uznávaných etalonů*
 - *sekundární kalibrační standardy*
 - *přenosné kalibrační standardy*
 - *pracovní kalibrační standardy*
- **návaznost** = schopnost odkazovat zpět k jedinému kalibračnímu standardu
 - kalibrace použitím čistých chemických sloučenin
 - matricové referenční materiály



CHEMICKÉ KALIBRAČNÍ STANDARDY A REFERENČNÍ MATERIÁLY



Referenční materiál

Materiál nebo látka, jejíž jedna nebo více hodnot vlastností je dostatečně homogenní a dobře stanovená, aby mohl(a) být použit(a) ke kalibraci přístroje, posouzení měřicí metody nebo k přiřazení hodnot materiálů

Certifikovaný referenční materiál (CRM)

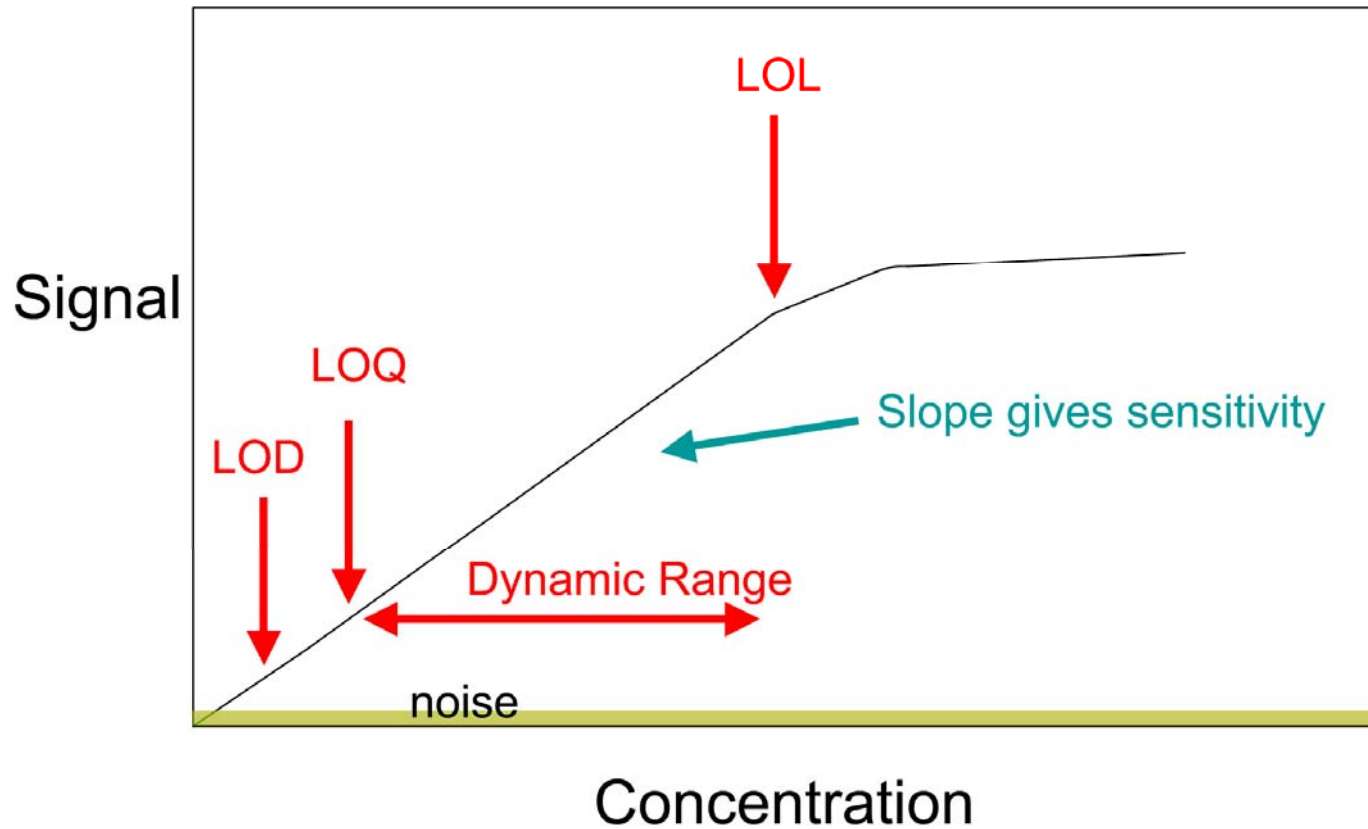
Referenční materiál doprovázený certifikátem, jehož jedna nebo více vlastností jsou certifikovány postupem, který vytváří návaznost na správnou realizaci jednotky, v níž jsou hodnoty vlastností vyjádřeny, a jehož každá certifikovaná hodnota je doprovázena nejistotou na uvedené hladině spolehlivosti

POUŽITÍ CRM

- kalibrace a verifikace měřicích procesů za běžných podmínek,
- interní kontrola kvality a programy zabezpečení kvality,
- ověření správného používání normovaných metod,
- vývoj a validaci nových postupů měření,
- definování hodnot jiných materiálů, které se mohou používat jako sekundární kalibrační standardy.



Externí kalibrace



Vnitřní kalibrace

- Zahrnuje přidání chemického kalibračního standardu přímo do vzorku, takže se standard a vzorek měří fakticky současně
- **vnitřní standard** - přímo analyt nebo blízká látka. Ta se obvykle vybírá tak, aby nebyla přítomna ve vzorku, ale aby se chovala v měřicím procesu podobně jako analyt
- **standardní přídavek** - vnitřní standard stejný jako analyt

ŘÍZENÍ KVALITY

- Slepé vzorky
- Vzorky řízení kvality (QC)
- Opakované vzorky
- Tajné kontrolní vzorky
- Chemické kalibrační standardy a přídavky (spiky)