

Jak se tvoří jednotné pracovní postupy pro zemědělské laboratoře?

Jiří Zbíral

Pro zajištění kvality úředních kontrol je v první řadě nezbytné mít kvalitní a validované postupy laboratorního zkoušení. V tomto příspěvku se budeme věnovat pouze postupům z oblasti půd, krmiv a hnojiv. Kromě základních zdrojů pro vypracování laboratorních postupů přiblížíme i základní nástroj pro ověření správné aplikace těchto postupů v laboratoři, kterým je mezilaboratorní porovnání.

Kde začíná kontrola kvality

V celé řadě oborů – nejen v zemědělství a potravinářství – je běžnou praxí využívat při kontrole kvality výsledky laboratorních zkoušek, na které se plně spoléháme. Spoléháme se na ně právem? Určitě ano, ale je třeba dodat, že zajištění kontroly kvality práce laboratoří a kvality používaných postupů je nutné věnovat stálou pozornost. I zde platí „důvěřuj, ale prověřuj“, a tak se uživatel výsledků musí ptát i na to, jaké postupy byly použity, jak může laboratoř doložit kvalitu své práce apod. Zde je dobrým (ale ne jediným) vodítkem akreditace laboratoře podle ČSN EN ISO/IEC 17025.

Význam kvalitních laboratorních postupů a jejich harmonizace je našťastí vnímán jako základ i na úrovni EU a sjednocování postupů a kontrol laboratoří je v klíčových oblastech (především ochrany zdraví a spotřebitele a ochrany životního prostředí) součástí legislativy.

Rozsah činností Ústředního kontrolního a zkušebního ústavu zemědělského (ÚKZÚZ) je velmi široký, ale pro ilustraci se budeme věnovat jen třem velmi důležitým oblastem – postupům pro kontrolu půd, krmiv a hnojiv. Čtenáře možná překvapí rozdílnost v přístupech ze strany EU. Je to nepřijemná skuteč-

nost, která vyplývá především z toho, že každá z těchto oblastí spadá pod jiný DG (*Directorate General*) a harmonizace na úrovni Evropské komise je záležitostí poměrně vzdálené budoucnosti.

Půda

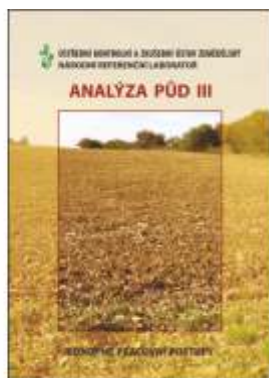
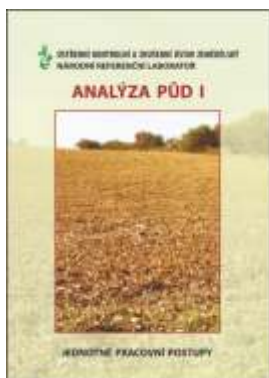
Rok 2015 byl s velkou slávou vyhlášen „Rokem půdy“. Hodně se mluvilo a mluví o její důležitosti, ale konkrétní kroky k ochraně půdy stále chybí. Především pak chybí jednotná evropská politika ochrany půdy. Je až překvapivé, jak téměř navzdory neochotě politiků se daří vytvářet kvalitní a široce akceptované normované postupy.

Hlavní zásluhu na tom má velmi aktivní normalizační výbor ISO/TC 190, který se zabývá kvalitou půdy. Paralelní technický výbor CEN 345 (*Charakterizace půd*) má shodné vedení a sekretariát a tím se celý proces harmonizace a sjednocení metod usnadňuje. ISO/TC 190 vypracovává s plným zapojením evropských expertů normy a ty, které jsou vhodné i pro členské státy CEN, jsou přijímány jako normy EN ISO. Proces je zcela bezkonfliktní a efektivní.

A zde ještě harmonizace nekončí. Na evropské úrovni bylo rozhodnuto právě metody laboratorního zkoušení co nejvíce sjednocovat. Proto byl koncem roku 2015 vytvořen nový technický výbor CEN 444, který má za úkol spojit metody laboratorního zkoušení pro půdu, kaly a bioodpad. Tento krok je pro laboratoře velmi vítaný, protože bude možné mít pro více matric jednu společnou kvalitní validovanou metodu a snížit tak náklady na akreditaci, školení apod. Cesta k dohodě o spojení těchto postupů nebyla snadná, ale je to určitě dobrý příklad.

Krmiva

Oblast krmiv (za tímto pojmem se skrývají i suroviny pro jejich výrobu) je na úrovni EU velmi sledovaná a úřední kontroly jsou podrobně popsány v nařízení 882/2004 [1] a dalších souvisejících předpisech. Zároveň pro celou řadu oblastí (např. mykotoxiny, těžké kovy, pesticidy, doplňkové látky) byly jmenovány *Referenční laboratoře EU* (EURL), které



spolu s nominovanými *národními referenčními laboratořemi* (NRL) vytvářejí konsorcium těchto NRL. V rámci každého konsorcia jsou pořádána velmi kvalitní mezilaboratorní porovnání s následnou diskusí, kde jsou připomínkovány nové metody a řešeny problémy se stávajícími metodami.

Zařazení laboratorních postupů do legislativy není ideální, a proto je nyní snaha v legislativě uvádět pouze odkazy na příslušné normy. Naštěstí mezi EURL a CEN je úzká vazba, která zajišťuje harmonizaci při tvorbě těchto norem.

Kromě evropské normalizace je zde ovšem ještě skupina ISO/TC 34, která zpracovává normy z oblasti potravin a krmiv na globální úrovni. Vzhledem k tomu, že předsednictví zajišťuje evropská země (Francie) a sekretariát je francouzsko-brazilský, není se spoluprací mezi ISO a CEN zpravidla žádný problém.

Minerální hnojiva

Metody zkoušení minerálních hnojiv jsou často zajímavým návratem až téměř k samotným počátkům analytické chemie v 19. století (např. Kjeldahlova či Dumasova metoda). V laboratořích se ještě využívají metody titrační a gravimetrické. Zároveň je zde však požadavek na stanovení minoritních složek a kontaminujících látek, pro které je již vhodnější či jediné možné využití moderních metod analýzy, především optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-OES) a případně metod chromatografických.

Postupy jsou na úrovni EU harmonizované nařízením 2003/2003 [2], které původně obsahovalo všechny analytické postupy. Nyní již je mnoho z nich nahrazeno odkazem na zpracovanou EN a tento proces postupně pokračuje. Také náš ústav v současné době ve spolupráci s AGES (Rakousko) a YARA (pracoviště ve Velké Británii) zpracovává pod hlavičkou CEN (TC 260 *Minerální hnojiva*) metody pro stanovení nutričně významných mikroelementů novými moderními postupy. Tyto postupy by zároveň měly umožnit i další

rozšíření stanovení např. o kadmium, které je velmi problematickým prvkem, často přítomným ve značných koncentracích ve fosfátových hnojivech. Výsledkem této společné práce by měla být náhrada současných asi šestnácti metod v citovaném nařízení [2] osmi normami využívajícími moderní analytickou instrumentaci.

Kromě aktivit CEN je třeba zmínit i aktivity ISO. Hnojiva zpracovává technický výbor ISO/TC 134. Předsednictví výboru je v USA, sekretariát v Íránu, ale přesto se i v této nezvyklé kombinaci daří spolupracovat. Někdy je však poměrně obtížné harmonizovat postupy ISO a CEN. Výsledkem pak může být rozdílnost metod zkoušení v různých zemích, nekompatibilita postupů použitých pro deklaraci a zkoušení s následky pro mezinárodní obchod a pro zajištění potřebné úřední kontroly. Doufejme však, že alespoň v hlavních oblastech bude postupně dosaženo rozumné míry shody.

Mezilaboratorní porovnání a validace metod

Možná nejlépe charakterizuje *validaci metod* soubor otázek, na které by měla odpovědět:

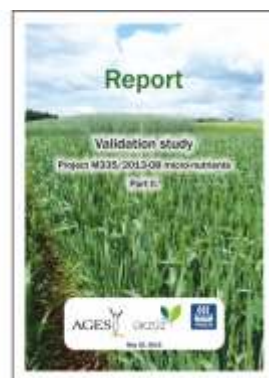
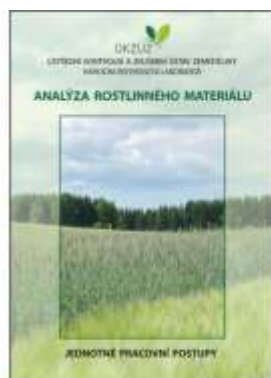
- Je metoda vhodná pro zamýšlený účel?
- Jak je metoda správná a přesná?
- Je metoda popsána tak, že ji laboratoře mohou bez problémů aplikovat?

Nejen na tyto otázky odpoví validační studie, která je nyní již povinnou součástí každé normy popisující konkrétní analytický postup.

Mezilaboratorní porovnání nám pak může dát odpověď na poněkud odlišné otázky:

- Jak se nám podařilo konkrétní metodu aplikovat v naší laboratoři?
- Jsou naše výsledky správné a přesné?
- Jsou naše výsledky srovnatelné s jinými laboratořemi?

Podrobný popis vlastní organizace mezilaboratorního porovnání od úpravy vzorku až po statistické zpra-



cování výsledků by byl náplní pro samostatný obsáhlý článek, a proto zde zmíníme pouze jednu oblast. Jde o určení *vztažné (správné) hodnoty* – tedy hodnoty, se kterou se ostatní účastníci porovnávají.

Kdo má pravdu?

První možnost je akceptace hodnoty, kterou stanoví organizátor. Tento autoritativní přístup však musí být nějak zdůvodněn. Vlastnictví „kulatého razítka“ nebo přesvědčení, že jsme prostě nejlepší, v tomto případě nestačí. Proto se s tímto postupem setkáváme zpravidla pouze při využití certifikovaného referenčního materiálu (CRM) jako kontrolního vzorku.

Druhý přístup je trochu více demokratický a podobá se „výběrovému klubu“: vybere se skupina kvalitních laboratoří (může být z účastníků, ale nemusí) a z výsledků těchto laboratoří se určí *vztažná hodnota*. Použití je časté v případech, kdy se nová metoda testuje, ve většině laboratoří se nepoužívá rutinně a dají se očekávat ve větší míře odlehle hodnoty. Při zahrnutí všech výsledků do zpracování bychom si zbytečně zhoršovali parametry mezilaboratorního porovnání.

Třetí přístup je již (téměř) demokratický a je založen na principu, že „pravdu máme všichni, i když někteří trochu méně“ (to jsou ti, kteří mají hodnoty vyloučené jako odlehle). Tento přístup je zcela běžný a téměř vždy vyhovuje. Organizátor ovšem musí garantovat navázání hodnot své pilotní laboratoře na CRM a na další nezávislá mezilaboratorní porovnání.

Dalo by se něco zlepšit?

V ideálním případě laboratoř získává prostřednictvím mezilaboratorního porovnání účinnou zpětnou vazbu. Je však smutnou skutečností, že právě výsledky dosažené v mezilaboratorním porovnání se často stávají předmětem hodnocení pracoviště nebo konkrétních pracovníků. To může vést (a často vede) k tomu, že těmto vzorkům je věnována vyšší pozornost než vzorkům běžně analyzovaným a prvek zpětné vazby pro standardní práci laboratoře se významně

oslabuje. V některých případech se dokonce může vyskytnout snaha konzultovat výsledky s jinými účastníky, zadání analýz kontrolních vzorků na jiné pracoviště apod. Potom samozřejmě systém externí kontroly kvality selhává. Je sice možné například zajistit, aby každá laboratoř dostala jinou kombinaci kontrolních vzorků, ale to je organizačně velmi náročný postup a využíváme jej jen v některých případech. Mnohem efektivnější by bylo navrátit těmto zkouškám původní účel zpětné vazby a nevyužívat (možná spíše nezneužívat) je k účelům, pro které nejsou určeny.

Závěr

Na otázku položenou v titulku tohoto příspěvku je možné odpovědět, že jednotné pracovní postupy se tvoří a validují někdy poněkud zdoluhavě, někdy s určitými obtížemi, ale vždy velmi pečlivě a zodpovědně. Jak bylo ukázáno, ve všech diskutovaných oblastech je snaha používat postupy přijímané a ověřené v mezinárodním měřítku.

Určitě je pravda, že metody v normách jsou obvykle poněkud staršího data a neobsahují nejnovější postupy a nevyužívají nejmodernější přístrojové vybavení. Je to dáno částečně samotným administrativně náročným postupem normalizace, ale je zde i omezení dané nutností kvalitní validace. Takže tato zdánlivá (a někdy skutečná) zastaralost je vyváжена spolehlivostí, širokou shodou uživatelů a často i dostupností mezilaboratorního porovnání, bez kterého se neobejde nikdo, kdo to s kontrolou kvality laboratorní práce myslí vážně.

Více informací lze nalézt na www.ukzuz.cz. NRL ÚKZÚZ je organizátorem mezilaboratorních porovnání již 20 let a některé zkušenosti z mezilaboratorního porovnání, ale i ze spolupráce s EURL a z validačních studií budou prezentovány na semináři pro širší odbornou veřejnost 8. 6. t. r. v Brně.

Literatura:

[1] Nařízení Evropského Parlamentu a Rady (ES) č. 882/2004 ze dne 29. dubna 2004 o úředních kontrolách za účelem ověření dodržování právních předpisů týkajících se krmiv a potravin a pravidel o zdraví zvířat a dobrých životních podmínkách zvířat.

[2] Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 2003/2003 ze dne 13. října 2003 o hnojivech.

Autor:

RNDr. Jiří Zbíral, Ph.D., je ředitelem Národní referenční laboratoře Ústředního kontrolního a zkušebního ústavu zemědělského v Brně. Je členem řady pracovních skupin ISO a CEN a podílí se na tvorbě Jednotných pracovních postupů ÚKZÚZ.

Kontakt: jiri.zbiral@ukzuz.cz

