

Zahvaljujem mentoru doc. dr. sc. Šimi Ukiću, na stručnoj pomoći, brojnim konstruktivnim savjetima i kvalitetnim smjernicama kojima mi je pomogao u izradi ovog rada.

Sažetak

Analitička mjerenja prisutna su i iznimno bitna u svim područjima današnjice. Zato je važno pridržavati se svih kriterija potrebnih da se osiguraju pouzdani analitički rezultati, tj. da se osigura kvaliteta analitičkih mjerenja.

Cilj ovog rada upravo je upoznati se s pojmom i konceptima kvalitete analitičkih mjerenja. U prvom dijelu navedeni su opći pojmovi vezani za navedenu temu, a to su: analitički sustav, njegove pogreške, reprezentativan uzorak i načini njegove pripreme za daljnju analizu.

Drugi dio rada vezan je općenito za kvalitetu analitičkih rezultata i pravila kojih se potrebno pridržavati da istraživanje u laboratoriju bude potpuno.

Ključne riječi: kvaliteta, analitička mjerenja, uzorak

Summary

Analytical measurements are present in diverse areas of human practice and are essential for modern world. Accordingly, it is important to accomplish all criteria that will provide good and reliable analytical results, *i.e.* to ensure *quality of analytical measurements*.

The aim of this work was to introduce basic concepts of the quality of analytical measurements. In the first part of the work, terms related to the topic, are described, namely: analytical system and its errors, representative sample and methods of its preparation for the analysis.

The second part is related generally to the quality of analytical results and the rules that are required to complete research in laboratory.

Key words : quality , analytical measurements , the sample

SADRŽAJ

1	UVOD	1
2	SUSTAVSKI PRISTUP KEMIJSKOJ ANALIZI	3
2.1	Analitički sustav	3
2.2	Pogreške analitičkog sustava	3
2.2.1	Sustavna pogreška	4
2.2.2	Slučajna pogreška	4
2.2.3	Gruba pogreška.....	5
2.2.4	Utjecaj pogrešaka na mjerni rezultat	5
2.3	Reprezentativni uzorak	7
2.3.1	Homogenost uzorka	8
2.3.2	Stabilnost uzorka	8
2.3.3	Sigurnost uzorka.....	9
3	UZORKOVANJE	11
3.1	Planiranje uzorkovanja	11
3.2	Priprava uzorka za analizu.....	11
3.3	Skladištenje uzorka za analizu.....	14
4	KVALITETA ANALITIČKIH REZULTATA	15
4.1	Upravljanje kvalitetom	15
4.2	Osiguravanje kvalitete u analitičkom laboratoriju.....	17
4.3	Načela osiguravanja kvalitete mjernih podataka	18
4.3.1	Kontrola kvalitete	19
4.3.2	Procjena kvalitete	21
5	OSIGURANJE KVALITETE REZULTATA ISPITIVANJA	22

5.1	Unutarnja kontrola kvalitete rezultata ispitivanja.....	22
5.2	Vanjska kontrola kvalitete rezultata ispitivanja.....	22
5.2.1	Studija izvedbe metode.....	23
5.2.2	Studija osposobljenosti laboratorija	24
5.2.3	Studija za certifikaciju	26
6	VALIDACIJA.....	28
6.1	Validacija uzorka i uzorkovanja	28
6.2	Validacija metodologije.....	29
6.3	Validacija podataka	30
7	ZAKLJUČAK.....	32
8	LITERATURA	33
9	ŽIVOTOPIS.....	34

- *odgovornost i educiranost osoblja*, čime se ono upoznaje s važnošću svoga posla i potrebom profesionalne odgovornosti za njegovo obavljanje bez obzira na to je li riječ o peračici posuđa ili o voditelju laboratorija.
- *odgovarajuća opremljenost laboratorija*, posebice kada je riječ o uređajima i opremi kojima se mora adekvatno rukovati i koji se moraju kontinuirano i primjereno održavati. Instrumente treba redovito čistiti, pratiti raspored njihova korištenja i domaćinski se odnositi prema opremi.
- *dobra analitička praksa (DAP)* stječe se iskustvom specifičnim za svaki laboratorij, a uključuje dobru laboratorijsku praksu (DLP), koja ne ovisi o iskorištenoj mjernoj tehnici i propisuje postupke rukovanja kemikalijama, pranja posuđa, laboratorijskog reda i sl., te dobru mjeriteljsku praksu (DMP), koja daje smjernice i propise za provedbu svake mjerne tehnike koja se rabi u laboratoriju.
- *standardni radni postupci (SRP)* opisuju provedbu temeljnih operacija ili metoda koje provodi laboratorij, bilo da je riječ o uzorkovanju, pripravi uzorka, separaciji, mjerenju, baratanju podacima i sl.
- *validacija*, kao dokumentirani propis određivanja pogodnosti mjernog sustava za dobivanje korisnih analitičkih podataka. Njome se dokazuje da je mjerni postupak prikladan za namijenjenu svrhu. Posebice je važno provoditi je za analitičke metode namijenjene zaštiti ljudskog zdravlja i okoliša.
- *obuka i uvježbavanje* nužna su pretpostavka vjerodostojnosti mjerenja. Svakog zaposlenika valja školovati za poslove koje će obavljati. Edukaciju provode stručnjaci izvan ili unutar institucije.
- *inspekcija* je čest postupak osiguravanja kvalitete u industrijskim operacijama. Definira se kao subjektivno ispitivanje lošeg funkcioniranja procesa, a služi za otkrivanje nenormalnih uvjeta. Pogodna je za kvalitativnu kontrolu u mjernih postupcima, a manje uporabljiva za procjenu kvalitete.
- *bez poznavanja pravila o sigurnost laboratorijskog rada* nitko ne bi smio početi raditi u laboratoriju, za što su odgovorni uprava i nadzornici. Opasnost može proizlaziti od kemikalija, mogućnost požara, rukovanja komprimiranim plinovima ili laboratorijskim uređajima i priborom. Kako bi se ta opasnost smanjila u laboratoriju moraju biti javno oglasena pravila rada, kojih se treba strogo držati, kao i uputa o pružanju prve pomoći.

- *dokumentacija* je važan dio svakog mjernog programa i mora sadržavati sve aspekte sustava osiguravanja kvalitete: model, plan, uzorkovanje, metodologiju, kalibraciju i podatke.

4.3.2 *Procjena kvalitete*

Procjenom kvalitete jamči se kvalitetno funkcioniranje laboratorija i time osigurava učinkovita provedba programa kontrole kvalitete. To podrazumijeva promatranje i neprestano provjeravanje svih sastavnica mjernog procesa načinima koji su razrađeni i propisani, čime se osigurava statička kontrola i omogućuje procjena dobivenih podataka, što nam govori i o kvaliteti dobivenih informacija. Ti propisi obično su sadržani u laboratorijskom priručniku, u kojemu se opisuje način promatranja mjernog procesa radi postizanja kvalitete mjernih podataka. Takav priručnik obično sadrži potanke opise dužnosti laboratorijskog osoblja, postupaka koji su specifični za svako određivanje, postupaka održavanja i ispitivanja laboratorijske opreme, kriterija za izbor metode, postupaka ispitivanja metode, postupaka pravilnog rukovanja uzorkom, zapisivanja analitičkog rezultata, načina provjere rezultata, postupaka procjene osposobljenosti laboratorija ili vještine analitičara, zapisnika o baždarenju mjernih instrumenata i načina pisanja izvještaja. Procjena kvalitete može se provoditi unutar pojedinog laboratorija ili između nekoliko laboratorija. Postupci unutarnje i vanjske procjene standardizirani su i moraju biti dokumentirani.¹

5 OSIGURANJE KVALITETE REZULTATA ISPITIVANJA

5.1 Unutarnja kontrola kvalitete rezultata ispitivanja

Unutarnja procjena kvalitete provodi se unutar laboratorija ili radne organizacije. To je jedna od mjera koje analitičar poduzima zato da izlazni podatci laboratorija budu pogodni za namjeravanu uporabu, odnosno zato da laboratorijska točnost bude usporediva sa zahtijevanom razinom točnosti. Rezultat je pogodan za neku namjenu ako korisniku omogućuje donošenje tehnički i administrativno ispravnih odluka. Takav rutinski postupak omogućuje analitičaru da rezultat analize prihvati ili ga odbaci i ponovi mjerenje. Sastoji se od višestrukog ponavljanja istog mjerenja radi utvrđivanja njegove točnosti i preciznosti, pri čemu se kao pomoćno sredstvo mogu upotrijebiti kontrolni dijagrami. Ispituje se tzv. kontrolni uzorak, uz preporuku da ga analizira više analitičara kako bi se uklonila osobna sustavna pogreška. Kontrolni uzorak ispitni je uzorak poznata sastava, što sličnijeg onomu koji se obično određuje u laboratoriju, i to s obzirom na sastav matice, način pripreme i raspon koncentracije analita. On može biti referentni uzorak pribavljen od neke ovlaštene organizacije ili pripravljen u laboratoriju.

Ako je dostupan referentni materijal, tada se rezultati dobiveni višestrukom analizom tog materijala uspoređuju s definiranom vrijednošću materijala, koju možemo smatrati pravom vrijednošću. Svako statistički signifikantno odstupanje od te vrijednosti znak je sustavne pogreške, koju nužno treba ukloniti prije nastavka analitičkog rada.

Ako referentni materijal nije dostupan, ispitni uzorak pripravlja se u samom laboratoriju. Ovisno o načinu pripreme on može biti: sintetički, surogat ili standardni dodatak.

5.2 Vanjska kontrola kvalitete rezultata ispitivanja

Vanjska procjena kvalitete provodi se zbog postizanja kvalitete rada u laboratorijima i najjednostavniji je način minimiziranja mjernih pogrešaka. Njezine su prednosti u tome što omogućuju usporedbu nekoliko laboratorija, nezavisnu procjenu njihove osposobljenosti, čime se laboratoriji potiču na poboljšanje vlastitog rada. Temelj su vanjske procjene kvalitete međulaboratorijska ispitivanja, odnosno studije u kojima skupine laboratorija analiziraju jedan ili više identičnih dijelova homogenog i stabilnog ispitnog uzorka. To se obavlja u propisanim i dokumentiranim uvjetima, a rezultati se sjedinjuju u zajednički izvještaj.

Tri su glavne vrste međulaboratorijskih studija: studija izvedbe metode, studija osposobljenosti laboratorija i studija certifikacije materijala. Bez obzira na to o kojoj je vrsti ispitivanja riječ, važno je da analizirani materijal bude stabilan i homogen kako bi se izbjegla pogreška uzorkovanja.

5.2.1 Studija izvedbe metode

Studij izvedbe metode jest međulaboratorijsko ispitivanje u kojemu svi laboratoriji slijede isti pisani protokol i rade istom ispitnom metodom za mjerenje količine analita u nizu identičnih ispitnih uzoraka. IUPAC-ov protokol iz 1995.¹⁰ zahtijeva da u provedbi studije izvedbe metode broj suradničkih laboratorija bude 8. Kako preciznost metode ovisi o koncentraciji analita, svaki laboratorij treba ispitati barem pet različitih koncentraciji analita u istoj matici uzoraka, pri čemu se svaka koncentracijska razina mjeri dva puta. Važno je prethodno ispitati otpornost metode na utjecaj brojnih čimbenika, poput čistoće reagensa, vlage, temperature, pH-vrijednosti, koncentracije, sastava otapala i sl. dobiveni rezultati obrade se faktorskom analizom.¹

Poseban su oblik takve procjene tzv. uzajamna ili kolaborativna ispitivanja, kojima se određuju izvedbene značajke metode. Osnovna je zamisao kolaborativnih ispitivanja pokazati da bitne izvedbene značajke metode udovoljavaju danoj svrsi. Pri tome veći broj suradničkih laboratorija analizira isti uzorak, koji je pripravila nezavisna organizacija koja organizira i nadzire ispitivanje. Laboratoriji uključeni u kolaborativna ispitivanja obično su visokokvalitetni sveučilišni ili institucijski laboratoriji, koji se obično nazivaju referentnim laboratorijima. Oni sudjeluju u vrednovanju međunarodnih i nacionalnih standardnih postupaka. Međunarodne institucije koje nadziru i predlažu standardne metode, kao što su IUPAC, ISO i AOAC, vrlo su mnogo postigle u usklađivanju kolaborativnih studija i u predlaganju standardiziranih metoda i postupaka, koje se prema nekim mišljenjima ubrajaju među glavne dosege kemijskog učenja, istraživanja i razvoja.¹

Pri kolaborativnim ispitivanjima treba razlikovati standardno odstupanje ponovljivosti s_r od standardnog odstupanja obnovljivosti s_R :

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2 \quad (3)$$

gdje je s_L^2 varijancija zbog ukupne pogreške svakog laboratorija. Izvori varijancija u jednadžbi (3) mogu se odvojiti analizom varijancije, uz pretpostavku da svaka koncentracijska razina dobivena u različitim laboratorijima slijedi normalnu razdiobu. Homogenost varijancije testira se Cochranovim testom, gdje j ima vrijednost od 1 do k (broj suradničkih laboratorija),

a uspoređuju se maksimalni raspon w (razlika između rezultata istog laboratorija) sa zbrojem svih takvih raspona:

$$C = \frac{w^2 \text{maks}}{\sum_j w^2_j} \quad (4)$$

Dobivena vrijednost uspoređuje se s tabelarnom kritičnom vrijednosti, a nulta hipoteza, koja tvrdi da najveća varijanca nije sumnjiva, odbacuje se ako je kritična vrijednost uz neki k premašena. U tome slučaju odbacuju se i rezultati toga laboratorija.

Uzorak koji se šalje svim sudionicima mora odgovarati materijalu koji će se stvarno ispitivati s obzirom na maticu, koncentraciju ispitivanog uzorka i interferencije. Svi ispitni uzorci trebaju biti identičnog sastava i razdiobe sastojaka i moraju se pažljivo transportirati da na njima ne nastanu promjene. Uzorak i rezultati moraju biti popraćeni potvrdom laboratorija koji je proizveo uzorke, potvrdom referentnih laboratorija i potvrdom sudionika. Broj laboratorija, ispitnih uzoraka, ponovljenih određivanja i drugi detalji izvedbe studije specificirani su u protokolu. Nužno je da svi laboratoriji točno slijede pisani protokol i postupak kojim se daju upute za izvedbu analize.

Ako je uzorak koji ispituju suradnički laboratoriji reprezentativan, homogen i oslobođen sustavne pogreške, tada se međulaboratorijski mjerni proces složenim mjernim procesom, jer obuhvaća više pojedinačnih mjernih procesa. Kolaborativna ispitivanja vrlo dobro služe za procjenu točnosti takva složena procesa. Treba reći da se pri takvom procesu sustavna laboratorijska pogreška, može s međulaboratorijske perspektive smatrati slučajnom pogreškom. Ako je ukupna međulaboratorijska aritmetička sredina oslobođena sustavne pogreške, tada je međulaboratorijsko rasipanje mjernih rezultata mjera i nepreciznosti i netočnosti.

Tzv. usporedbenim ili komparativnim ispitivanjima uspoređuju se izvedbene značajke nekoliko metoda tako da se isti uzorak određuje različitim metodama. To se postiže ako se svi laboratoriji služe istim uputama za provedbu svake metode te ako se za svaku metodu provede odvojena statistička analiza.

5.2.2 Studija osposobljenosti laboratorija

Studija osposobljenosti laboratorija vodi dobivanju pouzdanih rezultata, a sastoji se u tome da skupina laboratorija izvodi jednu ili više analiza jednog ili više homogenih, stabilnih ispitnih uzoraka metodom koju izabere svaki laboratorij. Dobiveni rezultati uspoređuju se

međusobno ili s referentnom vrijednošću, a služe poboljšavanju laboratorijske vještine. Premda ta ispitivanja zahtijevaju dugotrajnu pripremu i pozoran rad, najteži dio tog postupka jest spoznaja sudionika ispitivanja o nužnosti procjene kvalitete analitičkog sustava.¹

Ispitivanje osposobljenosti laboratorija provodi se tako da se dijelovi homogenog materijala šalju suradničkim laboratorijima na analizu u redovitim intervalima, mjesečno ili tjedno, a dobiveni podatci šalju se središnjem organizatoru. Svaki laboratorij upotrebljava svoju metodu, a rezultati se šalju svim sudionicima zato da se vide odstupaju li njihova mjerenja od standarda. Ta se ispitivanja najčešće provode u kliničkoj analizi, analizi vode, hrane i pića te u sudskoj analizi.

Preporučeni postupak verifikacije homogenosti uzorka sastoji se u slučajnom odabiru više od 10 dijelova ispitnog materijala, homogenizaciji svakog dijela, iz kojeg se onda uzimaju po dva ispitna uzorka. Analizira se metodom kojoj standardno odstupanje u uvjetima ponovljivosti nije veće od 30% ciljanoga standardnog odstupanja testa osposobljenosti. Zadovoljavajuća homogenost uzorka dokazuje se analizom varijancije, pri čemu kvadrat aritmetičke sredine između uzoraka ne smije biti veći od onoga unutar uzorka.

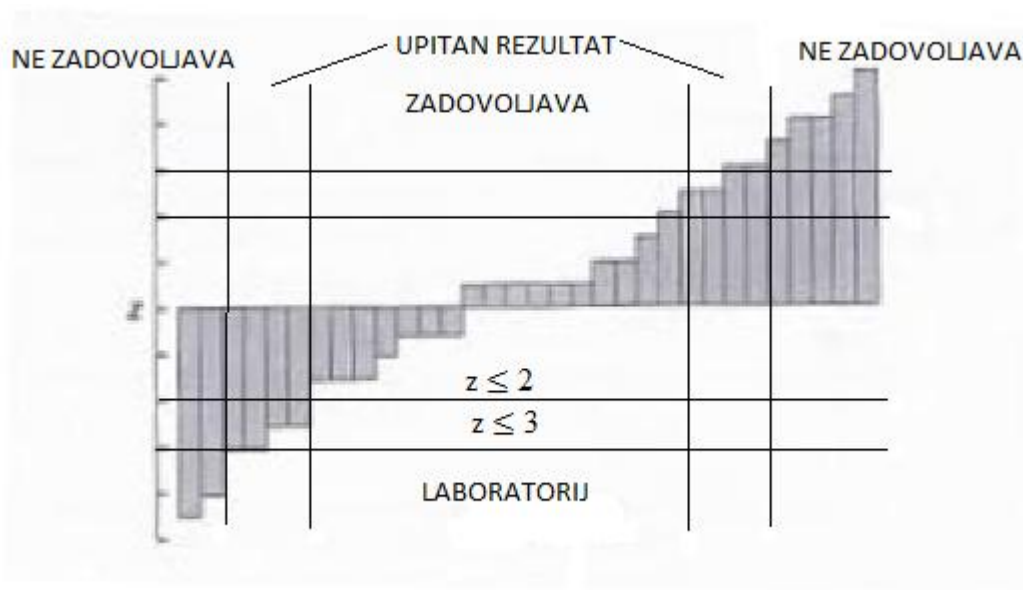
U ispitivanju osposobljenosti rezultat se obično izražava kao z -vrijednost:

$$z = \frac{x - x_a}{\sigma} \quad (5)$$

ako je x rezultat pojedinog laboratorija, x_a poznata, referentna vrijednost analita, a σ definirano, ciljano standardno odstupanje rezultata testa.

Najbolje je da veličina x_a potječe od referentnog materijala. Ako to nije moguće, kontrolni uzorci poznate koncentracije mogu biti pripremljeni u izabranim ekspertnim laboratorijima. Ciljano standardno odstupanje može se suradničkim laboratorijima dostaviti prethodno, zajedno s preporučenim metodama.

Rezultati jednog kruga određivanja određuju se prema slici 4. Slijede li rezultati normalnu razdiobu, s prosjekom x_a i standardnim odstupanjem σ , z -vrijednost pripadat će standardnoj normalnoj razdiobi s aritmetičkom sredinom 0 i varijancijom 1. Ako je $|z| \leq 2$, osposobljenost laboratorija je zadovoljavajuća, ako je $|z| = 2-3$, osposobljenost laboratorija je upitna, a ako je $|z| \geq 3$, ona je neprihvatljiva.



Slika 4. Rezultati jednog kruga ispitivanja osposobljenosti laboratorija

Pri tzv. usklađenim ili koordinativnim ispitivanjima, pri kojima se laboratoriji dobrovoljno priključuju kako bi poboljšali svoju kvalitetu ili stekli uvjete za dobivanje akreditacije, tj. ovlasti za izvedbu određenih ispitivanja, laboratorij koji preuzima koordinaciju priprema homogene uzorke i šalje ih svim zainteresiranim laboratorijima, uz preporučenu standardnu ili neku drugu provjerenu metodu određivanja.¹ Vrijeme analize je ograničeno, a koordinirajući laboratorij statistički procjenjuje prikupljene rezultate i sugerira korektivne mjere laboratorijima kojima rezultati odstupaju. Primjenjuju li svi laboratoriji istu standardnu metodu, to ispitivanje služi za provjeru rada laboratorija. Ako je na raspolaganju referencijski materijal, može se testirati ukupni mjerni proces. Rabe li svi laboratoriji istu metodu, tada ta studija može poslužiti kao studija izvedbe metode.

Studijima vještine utvrđuje se rad pojedinog analitičara ili laboratorija tako da nekoliko analitičara (laboratorija) mjeri isti uzorak u istim uvjetima.

5.2.3 Studija za certifikaciju

Studija za certifikaciju materijala utvrđuje se referentna vrijednost nekog svojstva ili koncentracije u ispitnome materijalu, uz označenu nesigurnost, a studijima konsenzusa (suglasnosti) dogovorno se utvrđuje koja će se vrijednost proglasiti dogovorenom pravom vrijednošću. To se provodi u referencijskim laboratorijima u kojima se kandidat za

referencijski materijal analizira metodama koje će vjerojatno dati najbolju procjenu koncentracije ili svojstva i najmanju nesigurnost.¹

Sve to se, kao i pri unutarnjoj procjeni kvalitete, provodi uporabom referentnog i potvrđenog referentnog materijala, promjenom uzoraka, uzajamnim ispitivanjem, statističkom analizom i nezavisnim vanjskim ocjenjivanjem.

6 VALIDACIJA

Validacija je dokumentirani proces određivanja pogodnosti mjernog sustava za dobivanje korisnih analitičkih podataka. Njome se dokazuje da je mjerni postupak prikladan za namijenjenu svrhu. Razvoj znanosti u prošlom stoljeću povećao je kvalitetu života, ali i pokazao potrebu normizacije i nadzora nad kvalitetom proizvoda i usluga. Validacija analitičkog sustava važan je dio tog procesa s naglaskom na validaciji uzorka i uzorkovanja, validaciji metodologije i validaciji podataka.

Parametri koji se razmatraju pri validiranju metode definirani su od strane različitih nacionalnih i internacionalnih odbora te su navedeni u literaturi, ali pojedine definicije međusobno se razlikuju te je njihovo ujednačavanje u farmaceutskoj industriji pokušao provesti ICH.¹

Validaciju treba provesti: pri razradi i uvođenju nove metode, pri promjeni bilo kojeg dijela analitičke metode koja je već bila validirana, nakon većih popravaka ili servisa instrumenata pomoću kojih se provodi metoda, nakon određenih vremenskih intervala utvrđenih na temelju iskustva ili statističkih pokazatelja, za utvrđivanje standardnoga radnog postupka, za nenormirane metode, za metode razvijene u vlastitom laboratoriju, ako podatci kontrole kvalitete pokazuju da se rezultati dobiveni normiranom metodom s vremenom mijenjaju i kada se normirana metoda upotrebljava u različitim laboratorijima ili je u istom laboratoriju izvode različiti analitičari različitim instrumentima.

6.1 Validacija uzorka i uzorkovanja

Svrha je validacije uzorka prihvatiti pojedini uzorak iz cjeline na temelju njegove reprezentativnosti i autentičnosti. Kriteriji su za prihvaćanje uzorka njegova nedvosmisljena identifikacija, usklađivanje postupka uzorkovanja sa željenim podatkom kemijske analize te valjan lanac nadzora nad sveukupnim postupkom. Svrha je validacije uzorka prihvatiti pojedini uzorak kao dio populacije, minimizirati dvojbu o autentičnosti uzorka, pružiti mogućnost ponovnog uzorkovanja ako je potrebno te pripremiti uzorke za mjerni proces. O odbacivanju uzorka odlučuje se na temelju spoznaje da sustav uzorkovanja nije bio pod statističkom kontrolom, da su podatci o identifikaciji pogrešni ili nedostatni te kada se posumnja da ispitni uzorak nije dio populacije. Kvaliteta i korisnost informacije uvelike ovise o kvaliteti uzorka.

6.2 Validacija metodologije

Validacija metodologije provodi se ispitivanjem izvedbenih značajki metode uzevši u obzir sve vanjske i unutarnje čimbenike koji na njih utječu, nastojeći smanjiti njihov utjecaj. Provedba validacije dijeli se u tri odvojena, ali međusobno povezana koraka: karakterizacija ispitnog postupka, usporedba sa zahtjevima korisnika i izjava o udovoljavanju zahtjevima.

Karakterizacija ispitnog postupka

Za provedbu tog koraka dva su bitna preduvjeta-definirati i opisati koji se specifični zahtjevi postavljaju pri konkretnom određivanju metodom i karakterizirati metodu ispitivanjem njezinih glavnih izvedbenih značajka. To su:

- a) točnost, odnosno razlika mjerene i prave vrijednosti uzorkovana uglavnom sustavnom pogreškom
- b) preciznost, što uključuje ponovljivost rezultata koji su dobiveni istom metodom, istim uzorkom i u istim uvjetima te obnovljivost kad je riječ o istoj metodi i uzorku, ali su promijenjeni uvjeti izvedbe
- c) linearnost, odnosno mogućnost da se metodom unutar radnog područja dobije izravno proporcionalna ovisnost mjernih rezultata o koncentraciji analita, što se određuje kalibracijskim postupcima
- d) stabilnost analita i standardnih otopina, tj. sposobnost dobivanja istih mjernih rezultata tijekom duljeg vremenskog razdoblja
- e) selektivnost, odnosno specifičnost metode, pri čemu se pod specifičnošću misli na mogućnost nedvosmislenog određivanja analita u prisutnosti drugih sastojaka uzorka, a pod selektivnošću sposobnost određivanja skupine sličnih sastojaka uzorka
- f) učinak matice uzorka, odnosno interferencija
- g) granica kvantitativnosti tj. najmanja moguća koncentracija analita koja se može odrediti uz dopuštenu pogrešku
- h) granica dokazivanja, tj. najmanja moguća koncentracija analita koja se može detektirati, ali ne i kvantitativno odrediti
- i) otpornost metode na promjenu radnih uvjeta
- j) radno područje tj. interval unutar kojega analitički postupak ima zadovoljavajuću preciznost, točnost i linearnost

- k) osjetljivost, odnosno svojstvo metode da razlikuje male količine analita, a karakterizira je nagib baždarnog pravca
- l) iskoristivost-svojstvo metode da odredi ukupnu količinu analita.

Usporedba sa zahtjevima korisnika

Vrlo je važna suradnja između laboratorija koji provodi validaciju i naručitelja kako bi zahtjev bio definiran i razumljiv. Dogovor se konstatira ugovorom u kojemu se definiraju svi zahtjevi, uključivši ispitne metode, jamči sposobnost laboratorija za provedbu ispitivanja i predlaže ispitna metoda koja odgovara naručiteljima zahtjeva. Događa se da korisnik ne zna precizirati zahtjeve, pa ih u tom slučaju predlaže vodstvo laboratorija, što također mora biti dio ugovora. Pokaže li se da karakterizirana metoda posve ne ispunjava postavljene zahtjeve, potrebno je metodu dodatno eksperimentalno i statistički ispitati te navesti zahtjeve kojima ona ne može udovoljiti. Ako je riječ o ispitivanju proizvoda kojemu je sastav normiran, norma određuje i zahtjeve za provedbu određene metode.

Izjava o udovoljavanju zahtjevima

Pošto je metoda karakterizirana tako da su određene njezine izvedbene karakteristike, a rezultati uspoređeni sa zahtjevima korisnika, na temelju rezultata validacije piše se izjava o prikladnosti metode za namjeravanu uporabu.

6.3 Validacija podataka

Validacija podataka je proces prihvaćanja ili odbacivanja podataka prije njihova konačnog iskazivanja. Temelji se na dokumentaciji postupaka uzorkovanja i mjernog procesa te statističkoj procjeni mjernih rezultata koja uključuje odbacivanje grubih pogrešaka, određivanje signifikantnosti pojedinih odstupanja mjernih podataka statističkim testovima, analizu varijancije, izbor kalibracijskih postupaka, provedbu regresijske analize i slično.¹

Validacija podataka je postupak njihova prihvaćanja ili odbacivanja na temelju određenih kriterija. To je završni korak i zahtjeva dokumentiranost od uzorkovanja do iskazivanja podataka.

Validacija obuhvaća:

- provjeru ispravne identifikacije uzorka,
- provjeru svih pogrešaka,
- provjeru sastava uzorka,

- kemometrijsku analizu i procjenu svih podataka.

Analizirati se mogu bilo pojedinačni i slučajno izabrani podaci ili se može obaviti ukupna analiza podataka. O tome odlučuje analitičar koji mora dobro poznavati prirodu problema, konačnu usporedbu podataka pa i očekivani rezultat. Konačno se može zaključiti da je zadatak validacije povećati pouzdanost rezultata analize, što je ujedno i zadatak svakog analitičara.

7 ZAKLJUČAK

Analitička mjerenja, imaju bitnu ulogu u svakodnevnom životu. Primjerice, da bi se odredio utjecaj automobilskih motora na zagađenje zraka, mjeri se količina ugljikovodika, dušikovih oksida i ugljikova monoksida u ispušnim plinovima. Bolesti paratiroidne žlijezde mogu se dijagnosticirati kvantitativnim mjerenjima kalcijevih iona u krvnom serumu. Zatim, analiza čelika tijekom proizvodnje, omogućuje prilagodbu koncentracije elemenata kao što su ugljik, nikal i krom, čime se dobije proizvod željene čvrstoće, tvrdoće, kovnosti i otpornosti na koroziju. U plinu za domaćinstvo stalno se analizira sadržaj merkaptana da bi se osigurala dostatna razina mirisa koji upozorava na oprez od opasnog ispuštanja. Također, uloga mjerenja važna je i u mnogim drugim znanstvenim disciplinama u kemiji, biokemiji, biologiji, geologiji te u drugim područjima znanosti. Danas možemo reći da ni jedan materijal ne ulazi u primjenu i proizvodnju i ne izlazi iz proizvodnje bez kemijske analize. A da bi se na ostvarene rezultate mogli što više pouzdati potrebno je upoznati važnost kvalitete analitičkih mjerenja te ju neizostavno provoditi, tj. pridržavati se svih pravila koja su navedena u sustavu osiguranja kvalitete.

8 LITERATURA

1. I. Eškinja, Z. Šoljić, Kvalitativna anorganska analiza, Tehnološki fakultet Zagreb, 1992.
2. M. Kaštelan-Macan, Kemijska analiza u sustavu kvalitete, Školska knjiga, Zagreb 2003.
3. M. Kaštelan-Macan, M. Petrović, Analitika okoliša, HINUS i Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, 2013.
4. Š. Cerjan Stefanović, Osnove analitičke kemije, Sveučilišna naklada Liber, Zagreb, 1983.
5. D. Prugo, Semimikro kvalitativna analiza, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, 1972.
6. A. Žmikić, Vježbe kvantitativne analitičke kemije, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, 1998.
7. E. Prichard, V. Barwick, Quality Assurance in Analytical Chemistry. John Wiley & Sons, Ltd., 2007.
8. A. I. Vogel, Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis, third edition, Longman, London, 1975.
9. K. Lazarić, Validacija analitičkih metoda, 2001
10. IUPAC Technical Report: Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validation of Methods of Analysis, Pure Appl. Chem., Vol. 74, No. 5, pp., 1995
11. http://free-zg.t-com.hr/Svjetlana_Luterotti/01/012/0121.htm, (pristup 3.9.2016.)
12. <http://www.svijet-kvalitete.com/index.php/kvaliteta>, (pristup 3.9.2016.)
13. <http://www.bioinstitut.hr/djelatnosti/laboratorij/osiguranje-kvalitete-rezultata-ispitivanja>, (pristupljeno 3.9.2016.)
14. <http://www.phy.pmf.unizg.hr>, (pristupljeno 3.9.2016.)
15. http://www.periodni.com/download/analiticka_kemija_2011.pdf, (pristupljeno 3.9.2016.)

9 ŽIVOTOPIS

Osobni podaci:

Ime i prezime: Željka Kašaj

Adresa: Vrbanićeva 11, 10000 Zagreb

Mobitel : 097 654 1990

E-mail: zeljka.kasaj@gmail.com

Državljanstvo: hrvatsko

Datum i mjesto rođenja: 05.04.1990

Obrazovanje:

2005. - završila OŠ Silvija Strahimira Kranjčevića, Zagreb

2009. - maturirala u III. Gimnaziji, Zagreb

2009. – upisala Fakultet Kemijskog inženjerstva i tehnologije na Sveučilištu u Zagrebu, prediplomski studij