

Slovenský metrologický ústav, Karloveská 654, 842 55 Bratislava

Koncepcia rozvoja certifikovaných referenčných materiálov

Ing. Viliam Pätoprstý, CSc., Slovenský metrologický ústav, Bratislava
Prof. Ing. Ján Garaj, DrSc., Trenčianska univerzita, Trenčín

Bratislava, december 2001

1. Úvod
2. Základné pojmy
3. Zabezpečenie kvality chemických meraní - Certifikované referenčné materiály (CRM)
4. Stav vývoja v zabezpečení CRM v Slovenskej republike a vo svete
5. Cesty zlepšenia súčasného rozvoja CRM v SR
6. Návrh opatrení
7. Zhrnutie - odporúčania
8. Záver
9. Referencie

1. Úvod

Výsledky chemických meraní (rovnako ako kompletných chemických analýz) majú zásadný vplyv na mnohé priemyselné sektory, zdravie populácie, výmenu tovarov, legislatívne rozhodnutia... Používajú sa vo výskume, vývoji, na kontrolu kvality technologických procesov, zložiek životného prostredia, potravín, pri formulácii záverov v súdnom lekárstve... Od spoľahlivých analytických výsledkov taktiež závisia mnohé oblasti štátnej politiky či verejných služieb.

Medzinárodný obchod, plnenie medzinárodných zmlúv globálneho charakteru a dopadu akými sú skleníkový efekt a s ním spojené znižovanie emisií oxidu uhličitého, znižovanie ozónovej diery spolu so zákazom výroby freónov, zákaz výroby a používania chlórovaných bifenylov a ďalších karcinogénnych látok a mnohé iné vyžadujú, aby boli merania vykonané v jednom laboratóriu porovnateľné s analogickými meraniami v iných laboratóriách kdekoľvek vo svete. V tomto duchu sa na nezhodu vo výsledkoch meraní medzi krajinami nazerá ako na neakceptovateľnú prekážku v medzinárodnom obchode.

Každoročne sa v SR vykoná niekoľko miliónov chemických analýz. Tie sú často spojené s vysokými finančnými nákladmi a žiaľ nezriedka sú aj nespoľahlivé. Analýzy vykonané len v Európskej únii poukazujú na nevyhnutnosť zlepšenia súčasného stavu v chemickom skúšobníctve a v metrologickom zabezpečení chemických meraní v EÚ a odporúčajú urýchlene prijať účinné opatrenia ako zo strany štátu, tak i zo strany priemyslu pre zlepšenie súčasného stavu. SR v tomto smere nie je výnimkou. Vložené prostriedky sa mnohonásobne vrátia znížením výrobných nákladov, zmenšením rizika havárií a nehôd a vytvorením zdravšieho rozvoja prostredníctvom inovácií. Napokon imperatívom je aj snaha SR vstúpiť do členstva v Európskej únii a nevyhnutnosť zabezpečenia požadovanej úrovne meraní aj v tejto oblasti.

Súčasná i budúca možnosť každého štátu nedovoľujú mať pre každý typ vzorky primeraný certifikovaný referenčný materiál. Východiskom je medzinárodná spolupráca vychádzajúca z medzinárodných projektov a primeraná deľba práce. V 5. Rámcovom programe EÚ sa značná pozornosť venuje kvalite chemických meraní a v pláne pre 6. RP je to analogické.

Problém správneho merania v chémii má dve základné roviny:

- a) chemický signál, ktorý je základným predpokladom stanovenia obsahu meranej látky závisí od rady faktorov, vrátane zloženia matrice meranej vzorky. Tieto vplyvy možno iba zriedkavo dokonale kvantifikovať,
- b) chemické merania sú v prevažnej väčšine prípadov relatívnymi meraniami, t.j. nie je a priori známy funkčný vzťah medzi meranou veličinou a zobrazovaným signálom.

Na prekonanie týchto problémov je popri nemalých finančných nákladoch nevyhnutná i koordinovaná činnosť, ktorú vo svetovom meradle najčastejšie zabezpečujú národné

metrologické ústavy. Vložené prostriedky sa však mnohonásobne vrátia znížením výrobných nákladov, zmenšením rizika havárií a nehôd, zlepšením kvality služieb a vytvorením zdravšieho životného prostredia v dôsledku spoľahlivejších výsledkov chemických analýz

2. Základné pojmy

Certifikovaný referenčný materiál - referenčný materiál s priloženým certifikátom, ktorého jedna hodnota alebo viacero hodnôt charakterizujúcich vlastnosť sú certifikované s neistotou na určenej hladine spoľahlivosti pomocou procedúry zabezpečujúcej nadväznosť na správnu realizáciu jednotky (jednotiek), použitej (použitých) na vyjadrenie hodnoty (hodnôt), ktoré charakterizujú túto vlastnosť

Etalón - zhmotnená miera, merací prístroj, referenčný materiál alebo merací systém, určený na definovanie, realizovanie, uchovávanie alebo reprodukovanie jednotky, jednej alebo viacerých hodnôt veličiny

Kalibrácia - súbor operácií, ktoré pri definovaných podmienkach určujú vzťah medzi hodnotami indikovanými meradlom alebo meracím systémom, alebo hodnotami reprezentovanými materializovanou mierou alebo referenčným materiálom a zodpovedajúcimi hodnotami veličín, ktoré sú realizované etalónmi nadväznosť –

Meracia jednotka - hodnota veličiny definovaná a prijatá na základe konvencie, s ktorou sa iné hodnoty veličiny rovnakého druhu porovnávajú, aby sa vyjadrila ich veľkosť

Metrologická skúška (meradla) - súhrn postupov určených na zistenie, či metrologické vlastnosti (charakteristiky) meradla spĺňajú predpísané podmienky

Nadväznosť - vlastnosť výsledku merania alebo hodnoty etalónu, ktorá má vzťah k určeným referenčným etalónom, všeobecne k štátnym (národným) alebo medzinárodným etalónom prostredníctvom neprerušného reťazca kalibrácií (porovnaní) s určenými neistotami

Národný etalón - etalón uznaný oficiálnym rozhodnutím, aby slúžil v štáte ako základ pre odovzdávanie hodnôt iným etalónom príslušnej veličiny

Neistota merania - parameter, priradený k výsledkom merania, ktorý charakterizuje rozptyl hodnôt, ktoré môžu byť odôvodnene priradované k meranej veličine

Referenčný materiál - materiál alebo látka, ktorej jedna alebo viacero hodnôt charakterizujúcich vlastnosť sú dostatočne homogénne a tak určené, aby boli použiteľné na kalibráciu aparatúry, vyhodnotenie meracej metódy alebo určenie hodnôt materiálov.

Validácia – potvrdenie že sú splnené požiadavky špecifického použitia metódy na základe preverenia a poskytnutia objektívneho dôkazu

Veličina - vlastnosť javu, telesa alebo látky, ktorú možno kvalitatívne rozlíšiť a kvantitatívne určiť

3. Zabezpečenie kvality chemických meraní -Certifikované referenčné materiály

Vo všeobecnosti je základným kritériom kvality merania zabezpečenie jeho správnosti prostredníctvom tzv. nadväznosti. Nadväznosť predstavuje reťazec porovnávacích meraní, na začiatku ktorého stojí (alebo by mala stáť) realizácia jednotky základnej veličiny, zabezpečená spravidla primárnym etalónovým zariadením. Tento spôsob prenosu hodnoty jednotky danej fyzikálnej veličiny formou porovnávania – kalibrácie, sa uskutočňuje spravidla jedným z dvoch spôsobov [1] :

- komparatívnou metódou (referenčné a porovnávacie zariadenie pracujú buď súčasne alebo striedavo v kalibračnom cykle, v rámci ktorého dochádza k priamemu porovnaniu hodnôt jednotky realizovanej oboma zariadeniami, s možnosťou zavedenia korekcií na porovnávanom zariadení)
- substitučnou metódou (funkčný vzťah medzi výstupnou hodnotou meracieho zariadenia a všeobecne akceptovanou pravou hodnotou sa stanoví náhradou vstupnej hodnoty veličiny vhodnou materiálovou mierou – napr. závažím, alebo certifikovaným referenčným materiálom).

Táto schéma teda uvádza jeden spôsob využitia certifikovaných referenčných materiálov a zároveň čiastočne charakterizuje jednu ich kategóriu z hľadiska ich využitia – CRM pre kalibračné účely. Certifikovaný referenčný materiál teda predstavuje artefakt, ktorý je nositeľom určitej hodnoty (alebo viacerých hodnôt) fyzikálnej veličiny. V procese kalibrácie sa stanovujú systematické rozdiely, ktoré môžu existovať medzi meracím systémom a „referenčným systémom“, reprezentovaným certifikovaným referenčným materiálom, a ich akceptované hodnoty. Výsledkom kalibračnej procedúry je kalibračná funkcia, ktorá sa uplatňuje pri transformácii výsledkov budúcich meraní. Základným predpokladom pochopiteľne je, aby certifikovaná hodnota CRM i hľadaná neznáma hodnota meranej vzorky boli vyjadrené v rovnakých jednotkách. Tento druh CRM plní v procese merania funkciu etalónu.

Druhú kategóriu (v súlade so základnými medzinárodnými predpismi, týkajúcimi sa certifikovaných referenčných materiálov [2 – 7]) predstavujú CRM určené pre kontrolu jednotnosti merania (V metrológii, resp. vo vede všeobecne, je zaužívanou zvyklosťou, že ak nevieme dostatočne dobre modelovať skutočnosť, uchýľujeme sa ku konvencii. V prípade metrológie, ak nevieme zabezpečiť realizáciu nadväznosti v zmysle vyššie uvedenej schémy, snažíme sa ju suplovať zabezpečením tzv. jednotnosti merania), tiež označované ako referenčné materiály slúžiace na hodnotenie spoľahlivosti metódy analýzy, prípadne na určenie niektorých štatistických parametrov metódy merania, použitej pri analýze materiálov charakteru blízkeho zloženiu príslušného CRM.

Predstaviteľom takéhoto druhu CRM sú okrem iných i tzv. matričné CRM, realizované spravidla prírodnou maticou (pôdy, rudy, materiály rastlinného pôvodu ...), maticou charakterizujúcou výsledok výrobného procesu (zliatiny, trosky, sklá...) s certifikovanými hodnotami koncentrácie požadovanej chemickej entity, prípadne CRM iného druhu. Hodnota vlastnosti reprodukovaná prostredníctvom CRM sa zisťuje medzi laboratórnymi analýzami, za účasti viacerých laboratórií, so stochastickým priradením „správnej,, (konvenčne) hodnoty reprodukovanej vlastnosti. Takýto druh referenčného materiálu je vhodný na hodnotenie metód merania, na validáciu analýz..., teda prvoradým cieľom jeho aplikácie je kontrola kvality v zmysle jednotnosti.

Obe kategórie certifikovaných referenčných materiálov musia spĺňať dva základné atribúty – homogenitu a stabilitu. Táto požiadavka sa musí potvrdiť v procese ich prípravy. Spravidla platí,

že materiály ktoré sú zo svojej fyzikálnej podstaty homogénne (pravé roztoky) sú menej stabilné, kým relatívne stabilné materiály bývajú zväčša nehomogénne.

V súvislosti s prípravou a voľbou stratégie prípravy CRM oboch druhov je potrebné zvážiť také otázky, ako je objasnenie faktorov, ktoré sa majú brať do úvahy pri výbere vhodnej alternatívy a aké sú potenciálne riziká jednotlivých alternatív. Bežne používanou metódou je SWOT analýza (Strengths, Weaknesses, Opportunities, Threats) [8].

Efektívna stratégia predstavuje maximalizáciu silných stránok pri využívaní príležitostí a potláčanie slabých stránok a hrozieb

Otázka zvládnutia strategickej analýzy predstavuje principiálny prvok, ktorý by sa mal uplatňovať vo všetkých odvetviach hospodárskej činnosti (teda i plánovania činnosti laboratória) a ktorého využitie možno v dohľadnej dobe očakávať hlavne v procese akreditácie skúšobných, resp. kalibračných laboratórií, ako súčasť stratégie kvality.

Stratégiu pasívneho predaja musí vystriedať aktívny prístup, spojený s rozvojom marketingu (najlepšie prostredníctvom špeciálneho tímu, vedeného skúseným odborníkom, ktorému musia vychádzať v ústrety jednotliví odborní pracovníci z oblasti prípravy a certifikácie CRM, hlavne v procese vytvárania zahraničných kontaktov a získavania informácií o zahraničných trhoch, ale tiež pri zabezpečovaní propagácie a tvorby cien ...– „place, price, promotion, product“).

Potrebné je redukovať zdĺhavú realizačnú i pred realizačnú prípravu, často krát spojenú s nedostatočnou úrovňou spolupráce s podpornými útvarmi, čo zase súvisí so spôsobom riadenia a s motiváciou personálu.

Predpokladom predaja CRM v zahraničí sa čím ďalej tým viac stáva akreditácia producenta. Preto je potrebné podniknúť všetky opatrenia pre získanie akreditácie, najlepšie od renomovaného zahraničného akreditačného orgánu.

Dosiahnutie nižšej výslednej ceny referenčného materiálu pri rovnakej alebo vyššej kvalite produktu je možné iba zvýšením objemu várky príslušného produktu, pretože výrobné náklady nerastú progresívne so zvyšovaním sa objemu produktu. To však predpokladá zvýšenie odbytu, čo je v súčasnej situácii možné hlavne expanziou na zahraničné trhy, najlepšie do krajín s dobre vytvorenými kontaktmi a záujmom o spoluprácu (napr. Holandsko, Poľsko, Maďarsko, Rakúsko, Ukrajina, Rusko, Bulharsko, Slovinsko, ale tiež Taliansko, Turecko, Estónsko, Litva, Lotyšsko ..., nevyklučujú sa však ani ďalšie krajiny s nenasýteným trhom, resp. so solventnými záujemcami o CRM s relatívne nižšou cenou). Vyžaduje to však prinajmenšom minimalizáciu distribučnej fázy vo vzťahu k zahraničiu.

Potrebné je tiež zvýšenie úrovne propagácie produktov, ako na domácom, tak i na zahraničnom trhu. Žiadúce je zverejňovanie vhodných informácií prostredníctvom Internetu, prípadne spolupráca s renomovanými zahraničnými producentmi CRM na vývojových projektoch v danej oblasti, menovite účasťou v 6. Rámcovom programe EÚ.

Tento proces bude zrejme vyžadovať revíziu existujúcich aktivít a odbúranie neefektívnych, resp. málo efektívnych činností.

a) Príprava a charakterizácia RM pre potreby kalibrácie

Stanovenie hodnoty veličiny(charakterizácia), ktorú bude tento druh referenčného materiálu reprodukovat' a prenášať, sa uskutočňuje prostredníctvom kalibrácie na referenčnom (spravidla primárnom) etalónovom zariadení príslušnej veličiny. Takéto etalónové zariadenie umožňuje realizáciu hodnoty veličiny na najvyššej možnej úrovni správnosti v štáte. V oblasti chemických meraní sú všetky existujúce primárne etalónové zariadenia na realizáciu jednotiek alebo stupníc veličín situované v Slovenskom metrologickom ústave. Ich medzinárodná akceptovateľnosť sa pravidelne potvrdzuje medzinárodnými porovnávacími meraniami na úrovni národných

metrologických ústavov, organizovanými buď Medzinárodným úradom pre váhy a miery BIPM, alebo medzinárodnou organizáciou EUROMET, združujúcou národné metrologické inštitúcie v Európe. V októbri 1999 podpísalo najskôr 38 riaditeľov národných metrologických ústavov, členov Metrickej konvencie (vrátane SR) spolu so zástupcami dvoch medzinárodných organizácií dohodu o vzájomnom uznávaní výsledkov kalibrácií (MRA- Mutual Recognition Agreement), a neskôr sa k dohode pridalo ďalších 9 štátov. Väčšinu potrebných referenčných materiálov pre potreby kalibrácie (pochopiteľne nie všetky, v súlade s existujúcim stavom poznania a s ekonomickou efektívnosťou z celoštátneho hľadiska) zabezpečuje Slovenský metrologický ústav, ktorý je pre tento účel patrične prístrojovo i odborne vybavený. Východiskovými surovinami pre všetky certifikované referenčné materiály tohto druhu sú chemické substancie definovaného zloženia a vysokej čistoty, ktoré sa prepracovanými sofistikovanými metódami upravujú do vhodnej podoby a potom sa podrobujú príslušným kalibračným meraniam, vhodnému baleniu, certifikácii hodnôt získaných kalibráciou, vhodnému skladovaniu a distribúcii. Hlavnou úlohou SMU v tejto oblasti je jednak rozšírenie existujúcej ponuky hlavne v oblasti CRM zmesí plynov, vodných roztokov aniónov (vrátane zabezpečenia ich nadväznosti – čo je pomerne zložitá úloha), ale i CRM pre potreby organickej analýzy. Ostatné referenčné materiály tohto druhu sa zabezpečujú dovozom zo zahraničia od renomovaných producentov, spravidla na úrovni národných metrologických ústavov. Určité možnosti v rozvoji týchto aktivít možno očakávať z využitia spolupráce s renomovanými európskymi producentmi (hlavne z radov národných metrologických ústavov), ale tiež s domácimi pracoviskami vybavenými najnovšou prístrojovou technikou – predovšetkým v oblasti organickej analýzy (vysoké školy...). V tejto súvislosti je však potrebné poznamenať, že v oblasti organickej analýzy nie je úroveň poznania (hlavne vo vzťahu k prístrojovej technike – v otázke formulácie vzťahu medzi zobrazovanou a meranou veličinou v podobe všeobecne platného fyzikálneho zákona) na dostatočnej úrovni, umožňujúcej jednoznačné definovanie nadväznosti hodnoty meranej veličiny. Táto situácia núti producentov kalibračných CRM pre potreby organickej analýzy problém nadväznosti čiastočne zjednodušiť a pripravovať CRM gravimetrickou metódou, za predpokladu jednoznačnej identifikácie príslušného chemického jedinca (pri organických zlúčeninách zložitejšieho štruktúrneho vzorca, umožňujúceho rôzne stereoizoméry je to skoro vždy veľký problém). Tento postup sa v dosť širokej miere v nedávnej minulosti využíval i v SMU. Avšak redukcia personálu v polovici 90-tich rokov, ktorá postihla i Centrum chémie spôsobila útlm tejto oblasti, vrátane budovania adekvátneho prístrojového vybavenia. Vzhľadom na obrovský rozsah organických zlúčenín a nevyhnutnosť ich analýz v najrozmanitejších oblastiach hospodárstva, životného prostredia, zdravotníctva... a ich nedostatočnú ponuku na trhu, dochádza k vytváraniu značného tlaku na SMU. Pri tvorbe CRM tohto druhu je nevyhnutné potvrdenie chemickej štruktúry zlúčeniny a hodnoty koncentrácie ktorú CRM prenáša, pomocou techniky umožňujúcej dokonale stereošpecifickú analýzu. Takou technikou je hmotnostná spektroskopia v kombinácii napr. s plynovou chromatografiou, ale hlavne multijadrová NMR spektroskopia (^{13}C , ^1H , ^{31}P ...). Táto technika, vrátane jej prevádzky je značne finančne náročná a najlepší spôsob zabezpečenia takýchto analýz spočíva v spolupráci s vhodným pracoviskom (napr. FCHPT STÚ, CHÚ SAV,...), vybaveným dobrou technikou i skúseným a odborne zdatným personálom. Technika má však značné limity v správnosti realizácie hodnoty veličiny, t.j. koncentrácie. Nadväznosť je teda potrebné zabezpečiť v kombinácii s inou vhodnou technikou alebo metódou. Čiastočné personálne posilnenie Centra chémie o odborníkov v oblasti organickej analýzy, spolu s primeranými prostriedkami by umožnilo nárast ponuky certifikovaných referenčných materiálov SMU tohto druhu na patričnú úroveň, odpovedajúcu skúsenostiam i tradícii ústavu.

b) Príprava (a charakterizácia) CRM matričného typu

Na príprave a charakterizácii tohto druhu referenčných materiálov, na rozdiel od predošlého druhu môže participovať podstatne širší okruh subjektov, spravidla takých, ktoré sú do určitej miery zainteresované na ich existencii.

Podľa povahy a uplatnenia sa tieto CRM zvyknú deliť na skupiny:

- i) kovy a zliatiny – vývoj nových CRM súvisí z analýzou vysoko čistých kovov a špeciálnych zliatin. Z hľadiska ich využitia je to oblasť metalurgie a špeciálnych výrob. V podmienkach SR by mal byť rozvoj tohto druhu CRM zabezpečovaný predovšetkým výrobnými podnikmi.
- ii) anorganické CRM – pokrývajú celú oblasť anorganických výrob (cementy, sklo, keramika, žiaruvzdorné materiály, sorbenty, hnojivá, tuhé palivá, čisté chemikálie...), ale tiež i chemickú analýzu vôd, pôdy, surovín, odpadov, potravín a liečiv. Špeciálnu oblasť tejto skupiny tvoria anorganické zložky v organickej matici, ktorou môže byť syntetickej alebo prírodno-biologickej povahy. Na trhu je celý rad CRM tejto kategórie a niektoré z nich pripravil i SMU. Frekvencia použitia tejto skupiny je vysoká a konkurencia na trhu veľká. S vývojom a prípravou takýchto CRM má SMU skúsenosti, na ktorých môže budovať a využiť ich v spolupráci s domácimi producentmi i so zahraničím.
- iii) CRM organických zlúčenín v anorganickej, organickej i biologickej matici. Táto skupina predstavuje najväčší problém pri zabezpečení validácie metód a zároveň najširšiu paletu požiadaviek na CRM. Časť požiadaviek súvisí s vývojom a výrobou látok a materiálov organickej povahy, najmä v súvislosti so zodpovednosťou výrobcov zabezpečiť naplnenie zákona č. 163/2001 Z.z. O chemických látkach a chemických prípravkoch, resp. Vyhlášky Ministerstva hospodárstva SR č. 511/2001 Z.z. O podrobnostiach o hodnotení rizík existujúcich chemických látok a nových chemických látok pre život a zdravie ľudí a pre životné prostredie, pojednávajúcich okrem iného o ekologickej únosnosti a ochrane spotrebiteľa pri výrobe nových produktov (pesticídy, insekticídy, fungicídy, aditíva do plastov a potravín, chladiace a izolačné médiá, kozmetické prípravky, liečivá...) Túto časť danej skupiny CRM možno považovať za problém príslušných producentov, štát však musí zabezpečiť ochranu obyvateľstva pred nežiadúcimi dopadmi výroby a používania látok anorganickej i organickej povahy v životnom prostredí, potravinách, prípadne v zdravotníctve. Kontrola pre tento účel nevyhnutne potrebuje CRM, ktoré umožňujú inšpekčným a štátnym kontrolným orgánom a organizáciám spoľahlivo preverovať dodržiavanie legislatívy a ochrany obyvateľstva pred nežiadúcimi dopadmi ľudskej činnosti. Vysoko aktuálnym príkladom takejto potreby je i kontrola geneticky modifikovaných potravín na báze sóje a kukurice, kontrola plesňových toxínov v potravinách a krmovinách, kontrola výrobkov pre dojčenskú a detskú výživu (obsah dusičnanov, ťažkých kovov, pesticídov s produktov ich degradácie...).
- iii) špeciálnym prípadom predchádzajúcej skupiny sú CRM pre analytickú kontrolu biologicky aktívnych látok v ľudskom organizme, vybraných biologických produktov ako markerov nebezpečných zdravotných stavov (infarktu myokardu, mozgovej príhody), alebo príznakov závažných ochorení (diabetes mellitus, carcinodosis). Podľa dostupných informácií značná časť pacientov, trpiacich na cukrovku bolo v rámci EÚ liečených nesprávne práve z dôvodov zlej nadväznosti meraní pomocou RM. Niektorí pacienti sa považovali za zdravých a naopak niektorým zdravým ľuďom sa predpisoval inzulín.. Prítom štatistiky ukazujú, že na cukrovku je chorých 10% populácie a tento zlomok

neustále rastie. Analogicky sa v USA ušetrili značné finančné prostriedky spojené s liečením infarktu tým, že sa zlepšila prevencia potenciálne rizikových pacientov na základe kvalitného CRM na stanovenie cholesterolu ako markera rizika infarktu myokardu. CRM pre podporu zdravia a starostlivosť o zdravie na určenie správnej diagnostiky ochorení a najmä prevencie predstavujú spravidla matricové CRM na báze krvi, séra, moču a tkanív. Potreba zaoberať sa týmto problémom vyplýva i z rozhodnutia Európskej komisie o zavedení plného uplatnenia smernice IVD (in vitro diagnostika) v EÚ do decembra 2003. Inou nemenej významnou skupinou tejto kategórie RM sú látky, ktoré sa používajú v pozitronovej tomografii ako zdroje pozitronového žiarenia s relatívne krátkymi polčasmi rozpadu (napr. FDG – ^{18}F -dioxiglukóza). Aktuálnosť riešenia tejto problematiky podčiarkuje výstavba cyklotronového centra v SR a následné zavádzanie pozitronovej tomografie na báze domácich zdrojov pozitronového žiarenia s krátkymi polčasmi rozpadu

Vlastnej príprave predchádza výber vhodného zloženia matrice, charakteristického pre čo najširší okruh spotrebiteľov a odhad jej stability. Pochopiteľne ešte pred týmto krokom je potrebná analýza trhu a ekonomické zhodnotenie rentability prípravy, pretože príprava várky RM malého rozsahu je a priori ekonomicky nerentabilná. Táto fáza môže predstavovať najslabšie ohnisko celého procesu realizácie referenčného materiálu (ktorý nekončí vyhlásením CRM, ale jeho distribúciou na trhu a zhodnotením prostriedkov, vynaložených na jeho prípravu, pri čom predaj predstavuje len vrchol marketingového ľadovca), z dôvodov veľkého množstva faktorov, mnoho krát iných než sú odborné hľadiská. Pochopiteľne je ťažké vyčíslit' spoločenský, prípadne osvetový dopad použitia príslušného CRM, ktorý môže prevyšovať náklady spojené s jeho vývojom.

Po odobratí vhodného množstva charakteristickej vzorky, ak vzorka nie je prirodzene homogénna, je potrebná jej úprava (mletie, sústruženie, sitovanie ...), homogenizácia, spojená s testovaním homogenity a testovanie stability. Zariadenia na mletie, resp. sitovanie vzoriek v procese ich spracovania sa javia ako relatívne jednoduché, ich zabezpečenie však môže spôsobovať určité problémy.

Pri plánovaní procesu homogenizácie je potrebné zvažovať všetky faktory vplývajúce na úspešný priebeh procesu (ako sú tvorba statického náboja, možnosti vytvárania zhlukov určitých chemických jedincov v pôvodnom materiáli).

V prípade vzoriek charakteru biologických materiálov je spravidla súčasťou ich úpravy lyofilizácia. Vzhľadom na jej špecifické požiadavky vo vzťahu k úprave východiskových materiálov, a taktiež z ekonomických dôvodov je najvýhodnejšie takéto zariadenie vlastniť, rovnako ako aj tzv. „čisté laboratórium“. Pretože tieto materiály môžu podliehať mikrobiologickému rozkladu, je potrebné po ukončení procesu homogenizácie (pred sledovaním stability) zabezpečiť sterilizáciu takýchto vzoriek, najlepšie vystavením krátkodobého pôsobenia ionizujúceho žiarenia. Túto časť procesu je najvhodnejšie operatívne riešiť spoluprácou so subjektom, vybaveným vhodným zariadením.

V prípade biologických referenčných materiálov humánneho charakteru sa uprednostňujú neupravované a nemodifikované materiály. Príprava takýchto materiálov nie je iba otázkou technickou, ale vzhľadom na pôvod suroviny i vážnou etickou otázkou. Preto sa v praxi ešte stále používajú aj referenčné materiály zvieracieho pôvodu, alebo materiály kombinované, t.j. ľudského pôvodu, obohatené o významné komponenty získané zo zvierat. Všetky úpravy (napr. obohacovanie enzýmami) majú v takýchto matričných RM vplyv na komutabilitu týchto materiálov a významnou mierou vplývajú na správnosť predmetnej analýzy. Pretože lyofilizáciou

sa menia natívne pomery v zložení biologicky aktívnych látok, tento proces patrí medzi najvýznamnejšie faktory modifikácie matričných RM [9].

Trendom v požiadavkách svetových laboratórií zabezpečujúcich analýzy zložiek životného prostredia, zložiek potravy, klinických materiálov a pod. je analýza obsahov čoraz zložitejších organických látok v prirodzených matriciach a v poslednej dobe sa objavujú i biologické, resp. mikrobiologické CRM. Analýzy organických látok v zmesiach spravidla vyžadujú vysoko rozlišovací hmotnostný spektrometer. Pri príprave takýchto druhov CRM je potrebné hľadať také riešenie, ktoré v počiatočných štádiách zabezpečovania tohto druhu CRM môže spočívať v zmluvnej spolupráci s vybraným subjektom, vlastnícom takéto zariadenie spolu s dostatočne zručným a skúseným personálom, najlepšie so zavedeným systémom kvality podľa ISO 9000. Pretože je potrebné aby v súlade s ISO Guide 35 na analýze participovalo viacej laboratórií, účasť skúsených a dobre technicky vybavených zahraničných laboratórií je prakticky nevyhnutná. Pri zabezpečovaní ich účasti (rovnako i účasti domácich laboratórií) je potrebné počítať s určitou časovou rezervou vo vzťahu k uskutočneniu predmetných analýz. V prípade väčšieho počtu analyzovaných substancií v kandidujúcom RM je vhodnejší taký prístup, pri ktorom sa zabezpečí väčší počet laboratórií a každé laboratórium analyzuje iba určitý počet zložiek z celkového množstva plánovaných certifikovaných obsahov zložiek.

Pochopiteľne, dôležité pri tom je, aby najproblematickejšie zložky analyzovali najskúsenejšie laboratóriá. Skúsenosť je taká, že participácia laboratórií z krajín západnej Európy sa ťažšie zabezpečuje, na druhej strane ak prisľúbia účasť, je maximálne spoľahnutie na dodržanie termínov dodania výsledkov. S domácimi laboratóriami je to naopak.

Určité problémy môže spôsobiť zorganizovanie počiatočného, resp. záverečného mítingu zástupcov zúčastnených laboratórií, ktorý zabezpečuje producent CRM na vlastné náklady.

Po spracovaní výsledkov analýz a príprave podkladov pre vyhlásenie predmetných CRM je potrebné vypracovať podrobnú správu o príprave CRM, ktorú dostanú všetky zúčastnené laboratóriá. Základná odlišnosť referenčných materiálov tohto druhu spočíva v metóde spracovania nameraných výsledkov. Výsledná hodnota analyzovanej vlastnosti sa odhaduje na základe štatistického rozdelenia výsledkov získaných jednotlivými laboratóriami a pri hodnotení jej štandardnej neistoty sa vychádza z predpokladu zanedbateľnej neistoty typu B v porovnaní s príslušnou neistotou typu A, teda hodnotí sa iba rozptyl dosiahnutých výsledkov analýz.

4. Stav vývoja v zabezpečení CRM na Slovensku a vo svete

Ako už bolo uvedené CRM pre kalibračné účely pri prevažnej väčšine chemických meraní realizovaných v slovenských laboratóriách zabezpečuje Slovenský metrologický ústav (SMU). Certifikované hodnoty veličín prenášané týmito referenčnými materiálmi sa stanovujú na etalónových zariadeniach, ktoré sa podrobujú pravidelným porovnávacím meraniam v rámci Európy (organizované prostredníctvom EUROMET) i sveta (organizované prostredníctvom CCQM, CCPR...). Snahou SMU je zvyšovať úroveň správnosti jednotlivých hodnôt veličín v súlade s európskymi a celosvetovými požiadavkami a rozširovať rozsah pokrytia hodnôt jednotlivých veličín (pri kalibrácii nie je dovolené využívať princíp extrapolácie) podľa požiadaviek praxe. V súlade s týmto trendom sa pracovníci Centra chémie SMU v rámci svojej výskumnej kapacity a dostupných prostriedkov systematicky snažia oba druhy požiadaviek vo vyhovujúcej miere napĺňať. Svedectvom toho sú výsledky porovnávacích meraní etalónových zariadení Centra realizovaných v rámci vyššie uvedených medzinárodných organizácií, ktoré doteraz vždy vyhovelí požadovaným kritériám tolerancie a spadali do kategórie popredných etalónov fyzikálno-chemických veličín v Európe i vo svete. Čiastočne to súvisí s takmer tridsať

ročnými skúsenosťami v danej oblasti, čo je v európskom meradle dosť výnimočný prvok. Tieto skutočnosti vytvárajú dobrý predpoklad pre prípravu certifikovaných referenčných materiálov pre potreby kalibrácie meradiel na najvyššej metrologickej úrovni. Pochopiteľne okrem toho je nevyhnutný dostatočne skúsený a odborne fundovaný personál i vhodné metódy na prípravu a charakterizáciu takýchto referenčných materiálov vrátane správnej organizácie činností, výber a kvalita vhodných východiskových materiálov i primeraných obalov. SMU má zavedený systém kvality, ktorý v súčasnosti podrobuje akreditácii podľa ISO 17025 i certifikácii podľa ISO 9001.

Značne zložitejšia je na Slovensku situácia v oblasti prípravy CRM matričného typu. V minulosti za čias spoločného štátu s Českom i niekoľko rokov po rozdelení pomerne dobre fungoval systém prípravy i charakterizácie takýchto referenčných materiálov. Výrobcovia sa grupovali hlavne z radov veľkých priemyselných (predovšetkým hutníckych podnikov) a medzilaboratórných testov sa zúčastňovali rôzne laboratória s dostatkom skúseností, kapacít i prostriedkov. Referenčné materiály (a obzvlášť RM matričného typu) ako tovar nepatria medzi komodity generujúce zisk. Je celosvetovým trendom finančné dotovanie ich prípravy, či už zo strany príslušného štátu, medzinárodného spoločenstva, alebo veľkého koncernu. Zmenou politickej orientácie Slovenska došlo i k zmene prístupu podnikov, ktoré prispievali k tvorbe tohto druhu referenčných, resp. certifikovaných referenčných materiálov. V počiatočnej fáze – v prvej polovici deväťdesiatych rokov na príprave participovali niektoré výskumné ústavy (vrátane SMU) a novovznikajúce súkromné spoločnosti. V týchto rokoch bola ešte príprava matričných referenčných materiálov dotovaná zo strany štátu. UNMS SR každoročne vyhlasoval výberové konanie na ich prípravu, ktoré vyhodnocovala Komisia pre certifikované referenčné materiály (ako poradný orgán riaditeľa SMU – certifikačného orgánu referenčných materiálov pre SR) na základe posudzovania súťažných návrhov projektov prípravy CRM. S ústupom finančnej podpory štátu poklesol záujem (hlavne zo strany súkromných laboratórií) na minimum. v súčasnosti sa pripravujú iba také druhy matričných CRM, ktoré sú pre pripravovateľa (výrobca) nevyhnutne potrebné, nie sú na trhu k dispozícii a výrobcovi sa podarilo na tento účel vyčleniť prostriedky z vlastných zdrojov. Za takýchto podmienok je spravidla celý proces prípravy značne dlhší, čo do istej miery ohrozuje kvalitu pripravovaného CRM, jeho aktuálnosť a skracuje jeho expiračnú dobu. V SR však existuje celý rad rezortných i súkromných chemických laboratórií, z ktorých je nemalá časť akreditovaná. Koordináciou činnosti na úseku prípravy a certifikácie RM sa zaoberá Komisia pre certifikované referenčné materiály, ktorá je poradným orgánom riaditeľa SMU. Tieto skutočnosti spolu s normatívnym technickým zabezpečením vytváraným príslušnými medzinárodnými organizáciami (ISO-REMCO, ILAC, EURACHEM, CITAC...) ,náležitým personálnym a prístrojovým vybavením vytvárajú dobrý organizačný predpoklad pre ďalší rozvoj matričných CRM na Slovensku.

V Európe a vo svete je situácia vo vzťahu k tvorbe certifikovaných referenčných materiálov pre kalibračné účely podobná ako na Slovensku. Väčšina priemyselne vyspelých krajín ktoré si uvedomujú dôležitosť moderných technológií vyvíja CRM prostredníctvom aktivít centrálnych inštitúcií zodpovedných za rozvoj metrológie v príslušnej krajine, prípadne za skúšanie materiálov a taktiež ako súčasť systému odborných alebo komerčných aktivít, ktoré sú zvyčajne špecializované a často koordinované z ústrednej inštitúcie. Tieto rozmanité aktivity sa mnohokrát medzi jednotlivými krajinami dopĺňajú. Každá krajina podporuje vývoj CRM, najčastejšie prostredníctvom programu vývoja CRM. Tvorbou certifikovaných referenčných materiálov pre kalibračné účely sa zaoberajú národné metrologické ústavy (NIST – USA, NPL – Veľká Británia, BNM-LNE – Francúzsko, PTB – Nemecko, NMi – Holandsko, GUM – Poľsko, OMH – Maďarsko, SP- Švédsko, NRC CRM – Čína, CSIRO – Austrália, NPL –India, ..). Prípravou matričných CRM sa zaoberajú tiež niektoré národné metrologické ústavy (NIST, GUM, NRC

CRM...), zvlášť určené inštitúcie podporované štátom (LGC Teddington – Veľká Británia, BAM Berlín – Nemecko, CNMR Rím – Taliansko, CCRMP - Kanada, ITR – Brazília, SABS - Juhoafrická republika...), podporované EU (IRMM, JRC Geel –Belgicko, EI, JRC Ispra – Taliansko, ...), podporované OSN (IAEA Seibersdorf – Rakúsko, ...).

Veľkí producenti RM v priemyselne rozvinutých krajinách približne 50% každoročne novo vytváraných RM orientujú na priemyselné využitie a zvyšných 50% na sféru služieb (kontrola kvality života - životného prostredia, potravín, klinické analýzy). RM fyzikálnych vlastností sú prakticky výlučne orientované na priemyselné aplikácie.

5. Cesty zlepšenia súčasného rozvoja CRM v SR

Vzhľadom na problémy Slovenska ako krajiny transformujúcej sa smerom k trhovému hospodárstvu dochádza k redukcii priemyselnej výroby a k posilňovaniu sektora služieb. S týmto procesom prirodzene súvisí i pokles spotreby CRM, hlavne z oblasti vyžívanej priemyselnými a s priemyslom súvisiacimi výskumnými laboratóriami. Je to do istej miery prirodzený proces, ktorý zjavne ešte neskončil a túto skutočnosť bude potrebné v ďalšej činnosti brať do úvahy. Na druhej strane z aspektu posilňovania aktivít sektora služieb je potrebné zamerať pozornosť na kontrolné (skôr ako výskumnícke) činnosti vyžadované týmto sektorom. Ide predovšetkým o aktivity súvisiace s kontrolou životného prostredia, zdravotníctva a kontroly kvality i výroby potravín.

Pri systematickej analýze alternatívnych nových druhov CRM je potrebné vychádzať s požiadaviek trhu, najlepšie prostredníctvom priameho kontaktu so zákazníkmi, alebo prostredníctvom informácií získaných od distribútorov, analýzou produktov konkurencie alebo systematickým zhromažďovaním súvisiacich informácií. Z časových, sezónnych i finančných dôvodov sa rozsah analýzy zredukoval na posledné dve alternatívy.

V prípade orientovania sa na zabezpečovanie priemyselnej oblasti by bolo vhodné sústrediť aktivitu na nad štandardnú spoluprácu s väčšími a zároveň perspektívnymi výrobcami (Slovnaft, VSŽ - hoci v tomto prípade možno po ich privatizácii očakávať dominantnú orientáciu na USA produkty..), spočívajúcu v zabezpečovaní CRM „na mieru“, resp. na metrologické poradenstvo v oblasti aplikácie RM.

V prípade RM pre zabezpečovanie potrieb sektora služieb je potrebná tesnejšia spolupráca so zainteresovanými subjektami, nielen na úrovni oficiálnej reprezentácie, vrátane diskusií o možnostiach využívania ich zariadení v procese prípravy RM, ale aj na využitie rozvojových programov príslušných sektorov.

V každom prípade zrejme slovenský trh samotný nebude postačujúci pre zabezpečovanie odbytu CRM z hľadiska rentability ich prípravy i z hľadiska samotného prospechu. V tejto súvislosti sa znovu stáva aktuálnou obchodná spolupráca zo zahraničnými výrobcami RM. V prípade SMU sú to národné metrologické ústavy, zabezpečujúce reciprokú distribúciu a predaj partnerových RM na vlastnom trhu. Pochopiteľne to predpokladá zmenu v aplikovateľnosti ekonomických nástrojov.

Rovnako druhoradou sa stane cenotvorba RM. RM spĺňa všetky atribúty tovaru a jeho cenu určuje trh. Pochopiteľne iná je otázka kalkulácie nákladov. Pri dôslednom rozpise všetkých nákladov na prípravu CRM zrejme dôjde k značnému cenovému nárastu, čo môže v konečnom dôsledku spôsobovať problémy s ich konkurencieschopnosťou, resp. s potrebou preniknúť na ďalšie trhy (malé várky sú nerentabilné). Vo všeobecnosti sú dve možnosti uchytenia sa na zahraničnom trhu. Prvú možnosť predstavujú kvalitné RM za vhodne odhadnuté nižšie ako zaužívané svetové ceny a druhou možnosťou je ponuka RM, ktoré na trhu chýbajú. Pochopiteľne alternatívou je i kombinácia oboch možností. V druhom prípade je trh značne nasýtený, určitú

medzeru ešte predstavujú kalibračné CRM pre potreby organickej analýzy a analýzy aniónov a v prípade matričných RM je nedostatok hlavne v oblasti súdneho lekárstva a potravín s certifikovaným obsahom organických zlúčenín, napr. rezíduí, nepodliehajúcich biodegradácii a rôzne CRM pre potreby klinických analýz.

V prípade kontrolovaných základných zložiek životného prostredia – vody, pôdy, úletov, prípadne sedimentov je síce na trhu veľmi široká ponuka CRM od renomovaných producentov, ktoré pokrývajú prakticky všetky monitorované zložky snád' s výnimkou zložiek vegetácie, napriek tomu táto ponuka predstavuje iba zlomok skutočnej požiadavky. V tejto oblasti sú však vývojové trendy mierne nejasné, hlavne po odčlenení zložiek súvisiacich s potravou a krmovinami, resp. úžitkovými plodinami. Oblasť tuhých odpadov je veľmi ťažko charakterizovateľná pomocou univerzálnej matrice (čo je zrejme kľúčový problém analýz vzoriek tohto typu, spolu s ich rozpustnosťou a stabilitou). Je to veľmi heterogénny materiál, čo do charakteru i čo do zloženia. Čiastočne výhodnejšia je situácia v oblasti analýzy potravín, požívatin, krmovín. V januári 2000 prijala Európska komisia Bielu knihu o ochrane potravín [10], čo zrejme bude mať dôsledky v sprísnenej kontrole všetkých druhov potravín a teda i vo zvýšenej požiadavke laboratórií na najrozličnejšie RM tohto druhu. Súčasný trendy sú zamerané hlavne na analýzu rezíduí typu PCB, TCDD, dioxíny... [11] Analýza týchto zložiek v zmesiach spravidla vyžaduje hmotnostný spektrometer s vysokým rozlíšením. Na druhej strane možno predpokladať určitú ústretovosť zo strany príslušných orgánov pri zabezpečovaní plnenia predmetných požiadaviek. V súlade s našim prieskumom v nedávnej minulosti bol zo strany potravinárskych a ekologických laboratórií záujem o referenčné materiály mäsa (hlavne hydiny) s certifikovaným obsahom organických rezíduí charakteru veterinárnych liečiv (penicilíny, tetracyklíny, trimethoprim, ...) alebo prírodných toxínov (aflatoxíny – genotoxické karcinogény) v mlieku a v mliečnych produktoch, prípadne vajec alebo tuku s obsahom organických rezíduí. Záujem bol tiež o RM nealkoholických nápojov s certifikovaným obsahom aditívnych (hlavne konzervačných) látok, kofeínu, kyseliny askorbovej...

Podľa dokumentu EC „Komunikácia Komisie s Radou, Európskym parlamentom, Hospodárskym a sociálnym výborom a Výborom pre regióny“ je štyridsať percent úmrtí (ischemická choroba srdca, mozgovo-cievne ochorenia, chronické pľúcne ochorenia a rakovina pľúc) v rámci krajín EC ale i vo svete spôsobených alebo spojených s fajčením [12]. V súlade so zdravotnými trendmi navrhovanými Európskou Komisiou možno očakávať v nadchádzajúcom desaťročí sprísnenie kontroly cigariet, resp. tabaku, prípadne cigaretových filtrov, to znamená kontrolu obsahu nikotínu, eventuálne ďalších zložiek. Inou oblasťou kontroly nepokrytou CRM je obsah potenciálnych karcinogénov (ako napr. 3-MCDP) v niektorých druhoch potravín (napr. sójová omáčka [13]). V tejto oblasti je svetová ponuka referenčných materiálov veľmi obmedzená a Európska únia vyčlenila určité prostriedky na podporu programu zabezpečovania zdravia verejnosti (2001 – 2006). Okrem toho stále je možnosť uplatnenia sa prostredníctvom vhodného projektu vývoja a prípravy CRM v 5. Rámcovom programe (končí v roku 2002) a zrejme bude možnosť i v pripravovanom 6 RP.

Získanie podporných prostriedkov z takýchto programov je časovo i odborne dosť náročná úloha s neistým výsledkom, znásobeným nedostatočnými skúsenosťami potenciálnych kandidátov na prípravu takýchto CRM s prípravou projektov. Tieto programy by však v blízkej budúcnosti (po oživení aktivít tohto druhu na Slovensku) mohli byť významným doplnkom k podpore tvorby CRM pre hodnotenie kvality chemických analýz v SR. Inú alternatívu predstavuje podpora zo štátnych alebo súkromných zdrojov. Súkromné zdroje predstavujú spomenuté veľké výrobné podniky, ktoré pri rozširovaní sortimentu svojej produkcie, resp. pri zavádzaní nových technológií musia súbežne kontrolovať kvalitu svojej produkcie, čo v mnohých prípadoch

vytvára požiadavku nových CRM. Avšak vzhľadom na skutočnosť že prakticky všetky veľké podniky sú v súčasnosti filiálkami zahraničných aglomerátov, otázka potreby úplne nových CRM súvisiacich s hodnotením kvality produkcie je iba teoretickou. Skôr prichádza do úvahy sprísňovanie kritérií kvality životného prostredia spojeného s takýmito podnikmi. Tu môže dôjsť k určitým špecifikám, spôsobeným špecifickým charakterom okolitej krajiny. Požiadavka na CRM takéhoto druhu však predpokladá pomerne rozsiahle štúdium vplyvu výstupov z produkcie na životné prostredie.

Pri plánovaní prípravy CRM je potrebné vychádzať zo správneho rozvrhnutia jednotlivých činností, aby nedochádzalo k predlžovaniu i tak časovo náročného programu.

Prvým krokom je výber vhodného kandidujúceho matričného referenčného materiálu v súlade s vyhodnotením spomenutej strategickej analýzy. Ďalší krok predstavuje zabezpečenie dostatočného množstva vhodnej suroviny, jej spracovanie, homogenizácia, testy homogenity a stability, prípadne stabilizácia (ožiarenie). Súbežne s týmito krokmi, prípadne i v predstihu (závisí to hlavne od dĺžky intervalu testovania stability) je potrebné zabezpečiť dostatočný počet spôsobilých laboratórií, ochotných participovať na medzi laboratórnych testoch a včas poskytnúť výsledky. Ak je potrebná analýza väčšieho počtu zložiek v kandidujúcom referenčnom materiáli, je vhodné zvážiť väčší počet participujúcich laboratórií tak, aby každé laboratórium nemuselo analyzovať všetky komponenty. Ak je prevažná väčšina domácich laboratórií, je žiadúce vyhnúť sa úvodnému stretnutiu všetkých účastníkov analýz a o podrobnom postupe všetkých informovať písomne, pri dodržaní anonymity účastníkov (v prípade väčšieho počtu vzájomne známych účastníkov z jednej krajiny vzrastá riziko tzv. „phone analysis“). V opačnom prípade je vhodné usporiadať stretnutie účastníkov pred začatím etapy analýz, na ktorom si možno vymeniť skúsenosti s analýzami vzoriek predmetného druhu, dohodnúť metodiku uvádzania výsledkov, spôsob odhadu štandardných neistôt jednotlivých výsledkov, metódu globálneho vyhodnotenia a posledný termín odovzdávania výsledkov. Keďže spravidla najväčší problém spôsobuje pri väčšine vzoriek ich prevedenie do roztoku, je potrebné vypracovať podrobný postup tejto operácie a podrobne ho prediskutovať s jednotlivými zástupcami laboratórií. Po skončení zasadania je najvodnejšie rozdať účastníkom vzorky kandidujúceho RM, ktoré sú už zabalené po absolvovaní homogenizácie, testov homogenity a testov stability, resp. stabilizácie, prípadne i kalibračné referenčné materiály pre analýzy jednotlivých zložiek.

V prípade značného rozptylu výsledkov jednotlivých laboratórií je vhodné usporiadať priebežné zasadanie účastníkov, na ktorom sa prediskutujú rozdiely a hľadá sa možné riešenie problému.

Počas celého priebehu prípravy referenčného materiálu je potrebné viesť prehľadné záznamy o jednotlivých činnostiach, spolu s príslušnými získanými hodnotami, resp. priebežne pracovať na príprave záverečnej správy, ktorá sa po ukončení vyhodnotenia pošle všetkým zúčastneným laboratóriám, resp. ponechá sa dostatočný počet jej exemplárov ako príloha ku kandidujúcemu RM.

Po záverečnom zhodnotení výsledkov sa pripravujú potrebné podklady na predloženie Komisii pre certifikované referenčné materiály, vrátane návrhov štítkov označujúcich predmetný certifikovaný referenčný materiál, ktoré sa vyrobia až po jeho schválení Komisiou, v súlade s §2 Vyhlášky č. 210 Úradu pre normalizáciu metrologiu a skúšobníctvo SR „O meradlách a metrologickej kontrole“.

Pri voľbe stratégie vývoja a výroby referenčných materiálov je teda potrebné zohľadniť celý rad faktorov. Prvým sú predpoklady pre úspešný vývoj a výrobu takých CRM, ktoré budú konkurencieschopné a to ako kvalitou, tak i cenou a rýchlou realizáciou požiadaviek klientov.

Druhým, nemenej významným faktorom je výber takého typu CRM, ktorý má, alebo môže mať značný spoločenský a ekonomický dopad na riešenie aktuálnych a závažných problémov v SR, pri zohľadnení šírky jeho využitia.

Tretím je zohľadnenie (ne)dostupnosti uvažovaného CRM na medzinárodnom trhu.

Štvrtý faktor predstavuje originalnosť riešenia problému v oblasti jeho aplikácie. Tento faktor zároveň vytvára predpoklady pre presadenie sa takéhoto CRM na zahraničných trhoch.

6. Návrh opatrení

Problematika zabezpečenia chemických laboratórií certifikovanými referenčnými materiálmi pre potreby kalibrácie meradiel je vo vzťahu k existujúci požiadavkám uspokojivo zabezpečená Slovenským metrologickým ústavom, prípadne dovozom zo zahraničia potrebných CRM ktoré chýbajú v ponuke SMU. Nedostatkom je celosvetovo slabá ponuka CRM anorganických aniónov, tento problém SMU rieši a prvé výsledky v podobe CRM by mali byť na trhu v roku 2002. Ďalším problémom je ponuka CRM pre organické analýzy. Tu zo strany SMU sú isté rezervy. Značný pokles v ponuke (hlavne zo strany čistých i zmesných organických CRM, ale tiež vodných roztokov s definovaným obsahom organickej zložky) je spôsobený z časti už nevyhovujúcim prístrojovým vybavením a čiastočne personálnymi i finančnými problémami. Rozširovanie ponuky CRM zmesí plynov zabezpečuje SMU už dlhšiu dobu prostredníctvom medzinárodných projektov a spoluprácou s renomovanými európskymi metrologickými ústavmi (predovšetkým s holandským NMI a čiastočne s britským NPL). V súčasnosti je pre SMU veľmi výhodné udržiavať túto spoluprácu i participovať na spoločných projektoch financovaných buď EÚ (PHARE) alebo holandskou vládou (PSO).

Problematikou prípravy všetkých CRM pre potreby kalibrácie sa v Slovenskom metrologickom ústave zaoberajú šiesti pracovníci (5 VŠ, 1 SŠ), ktorý spolupracujú s garantmi etalónov jednotlivých fyzikálnochemických veličín, ktorých hodnoty sa prostredníctvom predmetných CRM reprodukovujú. Je zrejmé, že rozsah ponuky takýchto CRM závisí do značnej miery od existencie príslušného etalónového zariadenia, ktoré predstavuje výsledok náročného (finančne, personálne i časovo) výskumu a jeho rentabilita je vždy otázkou dopytu. Preto je pochopiteľné že nie všetky veličiny vo fyzikálnej chémii sú pokryté príslušnými etalónovými zariadeniami. Pochopiteľne určité rezervy existujú, pretože existujúce zariadenia do istej miery umožňujú zväčšovanie rozsahu hodnôt prenášaných prostredníctvom CRM. Limitujúcim faktorom je dostatok prostriedkov a kapacít. V rámci naplňania svojho poslania daného Zákom č. 142/2000 Z.z. (§32) sa pracovníci centra chémie SMU zameriavajú v rámci svojich kapacít, existujúceho prístrojového vybavenia a prostriedkov na zabezpečenie nadväznosti vybraných fyzikálnochemických veličín v rozsahoch hodnôt, ktoré sú v praxi najviac vyžadované, a zároveň ktorých príprava je relatívne najrentabilnejšia. Potrebné je tiež zväziť fakt, že stabilita CRM je limitovaná na niekoľko rokov, z čoho vyplýva potreba opakovanej prípravy ak sa má udržiavať existujúca ponuka CRM. Za predpokladu dotácií tejto činnosti zo strany štátu, odpovedajúcich úrovni z roku 2001, prípadne čiastočného posilnenia kapacít, bude centrum chémie SMU v stave zabezpečovať CRM pre účely kalibrácie v rozsahu odpovedajúcej úrovni predmetného roku, resp. tento podiel mierne zvýšiť. Výraznejšie zvýšenie ponuky CRM zo strany SMU by predpokladalo posilnenie kapacít centra chémie na úroveň prvej polovice 90-tich rokov (t.j. o 5 – 6 pracovníkov) a čiastočné zvýšenie dotácií zo strany štátu pri súčasnom zvyšovaní tržieb centra za ponúkané služby a CRM. Priestory, ktorými centrum v súčasnosti disponuje (t.j. v objektoch H, I a skladmi v objekte P) sú dostatočné a postačovali by i pre zámery zvýšenej ponuky CRM.

Väčší problém predstavujú CRM matričného typu, ktorých produkcia v SR, ako už bolo uvedené je v silnom útlme. Tento problém sa čiastočne rieši dovozom zahraničných CRM, avšak odhliadnuc od niektorých špecifických požiadaviek, ktoré sa v celosvetovom kontexte neriešia, je i ponuka zahraničných producentov CRM tohto druhu limitovaná. Podľa údajov databázy COMAR je v súčasnosti evidovaných ca 10 000 CRM rôzneho druhu, čo predstavuje iba zlomok skutočnej potreby. Vzhľadom na existujúci útlm ich produkcie na Slovensku by bolo potrebné určité oživenie. V súčasnosti sa zdá byť najperspektívnejším spôsobom podpory rozvoja tvorby CRM podpora zo strany štátu formou dotácií v rámci verejných financií. Vzhľadom na postupné ukončovanie činnosti štátnych fondov, resp. ich integrácie do rozpočtových kapitol, by bolo vhodné v rámci niektorých kapitol vyčlenenie určitých prostriedkov (mohli by byť smerované na zabezpečenie kvality). Vzhľadom na rozsah potreby i celkový stav kvality analýz prichádzajú do úvahy hlavne rezorty hospodárstva, zdravotníctva, životného prostredia a pôdohospodárstva. Prostriedky vyčlenené z týchto kapitol by mohol spravovať ÚNMS SR pod hlavičkou kvality. Najvhodnejším spôsobom ich distribúcie sa zdá byť vyhlásenie celoštátnej verejnej súťaže na prípravu CRM matričného typu, pri čom by sa uviedli požiadavky na druhy CRM (v súlade s príspevkami z predmetných kapitol štátneho rozpočtu), prípadne i ich podrobná špecifikácia. Podklady na vyhlásenie verejnej súťaže by pripravila Komisia pre certifikované referenčné materiály (ktorej členmi sú tiež zástupcovia jednotlivých rezortov), buď na základe celoštátneho prieskumu, alebo na základe požiadaviek vyššie uvedených rezortov. Vyhodnotenie súťažných projektov by vykonávala Komisia, prípadne za spoluúčasti delegovaných zástupcov jednotlivých rezortov, takisto dohľad nad prípravou, resp. záverečnú analýzu spolu s certifikáciou príslušného referenčného materiálu. V rámci vyhodnotenia by sa pochopiteľne hodnotila i efektivita vynaložených prostriedkov. Technické riešenie problému spojeného s certifikáciou pokrýva Zákon č. 142/2000 Z.z., resp. Vyhláška č. 210/2000 Z.z. Predpokladá sa, že producent príslušného CRM by bol zároveň i jeho vlastníkom a distribútorom. Pochopiteľne takáto štátna dotácia by predstavovala iba časť skutočných nákladov potrebných na produkciu predmetného CRM. Ďalšiu časť nákladov musí zabezpečiť producent a celá analýza vstupných nákladov by bola súčasťou súťažného projektu prípravy CRM. Výsledné ekonomické zhodnotenie by bolo možné odhadnúť až po rozpredaní celej šarže pripraveného materiálu, čo predstavuje viacročnú záležitosť a čo je spojené s vyššie zmienenými problémami.

7. Zhrnutie - odporúčania

- a) V SMU pokračovať v produkcii a distribúcii doteraz zavedenej prípravy CRM a v súlade s možnosťami a požiadavkami ju rozširovať
- b) Zamerať sa na zvládnutie prípravy a certifikácie širšej ponuky CRM pre kalibračné účely a perspektívne sa zamerať na prípravu niektorých matričných CRM hlavne na báze tracerov, slúžiacich na diagnostikovanie závažných ochorení a prípravu CRM pre potreby pozitronovej tomografie, s potenciálnym využitím cyklotronovej prevádzky
- c) Presadiť podporu celonárodnej tvorby matričných CRM pre kontrolu kvality prostredníctvom vyčlenenia primeranej časti štátneho rozpočtu s predmetných rozpočtových kapitol
- d) Obnoviť spoluprácu s poprednými európskymi pracoviskami v oblasti prípravy CRM
- e) Zčať rokovania o spoločnom postupe prípravy CRM s národnými metrologickými ústavmi štátov kandidujúcich na vstup do EÚ.

8. Záver

Zabezpečenie kvality života, teda kvality ochrany zdravia, životného prostredia, produktov ... je úzko spojené s meraním, resp. so správnym meraním. Značnú časť týchto meraní tvoria merania fyzikálnochemických veličín, ktorých správnosť sa zabezpečuje prostredníctvom referenčných materiálov. V mnohých prípadoch možno hodnotu referenčných materiálov vyčíslieť, väčšinou je však ich skutočná hodnota nevyčísliteľná, najmä ak ide o záchranu ľudského života alebo životného prostredia. Z dôvodov ohromného ekonomického dopadu analytických meraní sú v referenčné materiály v EÚ považované [14] za dôležitý strategický nástroj a vzhľadom na to že dopyt niekoľkonásobne prevyšuje ponuku (očakáva sa, že v priebehu ďalších desiatich rokov vzrastie dopyt o 50%) je žiadúce budovanie určitej siete producentov CRM, ktorí by sa zároveň podieľali na informovaní koncových užívateľov [15] o ich správnom využití.

Referenčné materiály teda predstavujú oblasť štátneho záujmu a na mieste je otázka finančnej podpory a primeraného dohľadu a usmerňovania ich tvorby v súlade so spoločenskými požiadavkami a potrebami.

9. Referencie

- [1] Steffen B., Kallio H : Traceable Calibration and Uncertainty of Measurements and Tests, Espoo, Finland, 1994
- [2] ISO Guide 30: 1992, Terms and definition used in connection with reference materials
- [3] ISO Guide 31 : 2000, Reference materials – Contents of certificates and labels
- [4] ISO Guide 32 : 1997, Calibration in analytical chemistry using certified reference materials
- [5] ISO Guide 33 : 2000, Uses of certified reference materials
- [6] ISO Guide 34 : 2000, General requirements for the competence of reference materials producers
- [7] ISO Guide 35 : 1989, Certification of reference materials – General and statistical principles
- [8] Pätoprstý V.: Metrológia a skúšobníctvo 4, 3, 2001
- [9] Balla J.: Osobné zdedenie
- [10] White Paper on Food Safety, European Commission, Brussels, 2000
- [11] LabPlus International 14, 26 (2000)
- [12] Decision of European Parliament and Council on acceptance of Community Activities Program in the area of public health (2001 – 2006), Brussels, May 2000, 2000/0119 (COD)
- [13] Commission Regulation (EC) No 466/2001 of 8 March 2001 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuff, Brussels, 2001.
- [14] Quevauviller P. : Trends in anal. chem., 18, 76 (1999)
- [15] King B. a kol. : Metrology in Chemistry. Current Activities and Future requirements in Europe, EUR 19074 EN, European Commission, 1999