

KAZIMIERA ĆWIEK-LUDWICKA, MARIA WOJCIECHOWSKA-MAZUREK, ELŻBIETA BRULIŃSKA-OSTROWSKA, KRYSZYNA STARSKA

DZIAŁALNOŚĆ KODEKSU ŻYWNOŚCIOWEGO FAO/WHO W ZAKRESIE ZAPEWNIANIA JAKOŚCI W LABORATORIUM

ACTIVITY OF CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION FAO/WHO ON QUALITY ASSURANCE IN LABORATORY

Zakład Badania Żywności i Przedmiotów Użytku, Państwowy Zakład Higieny
00-791 Warszawa, ul. Chocimska 24
Kierownik: doc. dr hab. K. Karłowski

Omówiono działalność Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO w zakresie zapewniania jakości w laboratorium i przygotowywania zharmonizowanych dokumentów zawierających wytyczne dotyczące zasad postępowania w laboratoriach badających żywność. Stosowanie ujednoliconych zasad postępowania ułatwi zniesienie barier handlowych pomiędzy państwami poprzez wzajemne uznawanie wyników uzyskanych w różnych laboratoriach.

Komisja Kodeksu Żywnościowego (Codex Alimentarius Commission) FAO/WHO powołana została w 1962 roku, a członkostwo w niej otwarte jest dla wszystkich krajów, które zainteresowane są międzynarodowymi normami dla produktów spożywczych [1].

Do podstawowej działalności Komisji należy:

- (a) ochrona zdrowia konsumenta i zapewnienie uczciwej praktyki w międzynarodowym handlu żywnością,
- (b) koordynowanie prac podejmowanych przez państwa i organizacje międzynarodowe w zakresie ustalania standardów dla produktów spożywczych,
- (c) ustalanie priorytetów dla standardów żywnościowych i opracowywanie ich z udziałem organizacji międzynarodowych,
- (d) publikowanie w *Codex Alimentarius* standardów, o charakterze światowym lub regionalnym, przyjętych przez rządy poszczególnych państw,
- (e) nowelizacja istniejących standardów w miarę rozwoju wiedzy i postępu naukowego.

Zadania te realizowane są w oparciu o zasady i procedury postępowania szczegółowo omówione w *Codex Alimentarius Commission. Procedural Manual* [1].

Strukturę organizacyjną Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO przedstawia rycina 1. Wśród licznych Komitetów Kodeksu Żywnościowego ds. ogólnych i komitetów branżowych działa Komitet ds. Metod i Analiz Pobierania Próbek [1, 3].

Do kompetencji tego Komitetu należy:

w dokumencie schematem i zastosowaniem normy statystycznej ISO-5725:1994 [8], a końcowy protokół z badań według odpowiedniego schematu [16].

Dokument zalecany do stosowania przy organizowaniu badań międzylaboratoryjnych:
Protocol for Design, Conduct and Interpretation of Method-performance Studies. Pure and Applied Chemistry, 1995, Vol. 67, 332-343.

BADANIA BIEGŁOŚCI (PROFICIENCY TESTING)

Komitet zwraca uwagę, że jednym z najbardziej istotnych elementów zapewniania jakości wyników jest udział laboratorium w badaniach biegłości. Są one również wymagane przy ubieganiu się o akredytację [2, 13, 14], gdyż pozwalają na obiektywną ocenę laboratorium dokonywaną przez niezależną instytucję. Potrzebę badań biegłości uznaje również Unia Europejska, wymagając aby laboratoria zajmujące się badaniem żywności znajdującej się w obrocie międzynarodowym uczestniczyły w takich badaniach [3].

Biorąc to pod uwagę Komitet ds. Metod Analiz i Pobierania Próbek przyjął opracowany i uzgodniony przez ISO/IUPAC/AOAC dokument dotyczący badań biegłości pt. *The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing (Chemical) Analytical Laboratories*. Został on również przyjęty przez Komisję Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO, kraje członkowskie KKŻ FAO/WHO oraz sektor żywnościowy Unii Europejskiej.

Aby ułatwić analitykom dostęp do tego dokumentu opublikowano go równolegle w dwóch czasopismach: *Pure and Applied Chemistry* [18] oraz *AOAC Int.* [19].

Dokument podaje:

- ujednoczoną, uzgodnioną procedurę dotyczącą zasad organizacji badań biegłości
- metodę statystyczną opracowywania i interpretacji wyników z badań
- sposób oceny laboratoriów (wartość „Z-score” i jej interpretację)

Zgodnie z ww. Protokołem IUPAC/ISO/AOAC etapy programu badań biegłości obejmują:

1. Przygotowanie próbek materiału do badań
2. Rozprowadzanie próbek wśród uczestników badań, zgodnie z ustalonym schematem
3. Analizę próbek przez uczestników i przekazanie wyników organizatorowi
4. Analizę statystyczną wyników i ocenę laboratoriów
5. Poinformowanie uczestników o uzyskanych wynikach
6. Pomoc laboratoriom (na życzenie) przy wskazywaniu źródeł błędów
7. Przygotowanie protokołu i omówienie wyników, przed rozpoczęciem następnej tury badań.

Zgodnie z wymienionym Protokołem badania biegłości w szerokim zakresie prowadzi Ministerstwo Rolnictwa, Rybołówstwa i Żywności w Norwich (Anglia). Obejmują one:

- składniki odżywcze
- leki weterynaryjne
- procedury HPLC

- aflatoksyny
- pestycydy (chloroorganiczne i fosforoorganiczne)
- polichlorowane bifenyle
- pierwiastki śladowe
- migrację globalną i specyficzną
- oleje i tłuszcze (metoda GC)

W Polsce zgodnie z takim samym dokumentem, badania biegłości organizowane są przez Państwowy Zakład Higieny (Zakład Badania Żywności i Przedmiotów Użytku – w zakresie oznaczania Pb, Cd, Hg, Cu i Zn oraz Zakład Toksykologii Środowiskowej – w zakresie oznaczania polichlorowanych bifenyli i pestycydów chloroorganicznych) [11, 20].

Dokument zalecany przy organizowaniu badań biegłości:

The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing (Chemical) Analytical Laboratories. Pure and Applied Chemistry 1993, Vol. 65, 2123–2144 oraz w J.AOAC Int. 1993, Vol. 76, 926–94.

WEWNĘTRZNE STEROWANIE JAKOŚCIĄ (INTERNAL QUALITY CONTROL)

Brak wytycznych dla wewnętrznego sterowania jakością (wewnętrznej kontroli jakości) w laboratorium, spowodował, że Komitet uznał za celowe przygotowanie odpowiedniego dokumentu, który zawierałby ujednoczone zasady postępowania.

Jako podstawę do dyskusji przyjęto projekt dokumentu pt. *Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in the Analytical Chemistry Laboratories* opracowanego przez ISO/IUPAC/AOAC. Zawiera on wytyczne dotyczące wewnętrznego sterowania jakością w chemicznych laboratoriach analitycznych. Dokument ten po uwzględnieniu uwag ekspertów, organizacji normalizacyjnych oraz krajów członkowskich został przyjęty i zaakceptowany przez Komitet, a następnie Komisję Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO. Opublikowano go w *Pure and Applied Chemistry* [6].

Dokument podaje:

- (1) Definicje terminów, takich jak np. zapewnienie jakości, zgodność, błąd systematyczny, precyzja, dokładność, materiał odniesienia, certyfikowany materiał odniesienia, materiał kontrolny, wewnętrzne sterowanie jakością;
- (2) Zasady zapewniania jakości w laboratorium
 - ogólne zasady postępowania w laboratorium
 - wybór metody analitycznej
 - znaczenie badań biegłości i wewnętrznej kontroli jakości;
- (3) Procedury wewnętrznego sterowania jakością w laboratorium
 - kontrola statystyczna (karty kontrolne i wykresy *Shewharta*)
- (4) Sposób badania precyzji dla serii pomiarów i interpretację wyników
- (5) Rodzaje stosowanych materiałów kontrolnych
 - certyfikowane materiały odniesienia
 - materiały kontrolne przygotowane w laboratorium (np. materiał fortyfikowany, materiał stosowany w badaniach biegłości).

Dokument omawia także praktyczne podejście do wewnętrznego sterowania jakością, które obejmuje zasady stosowania materiałów kontrolnych, próbek ślepych i próbek podwójnych w zależności od wielkości serii i rodzaju analizy.

Dokument polecany analitykom przy wdrażaniu wewnętrznej kontroli jakości:

Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in the Analytical Chemistry Laboratories. Pure and Applied Chemistry 1995, 67, 650–666.

WSPÓŁCZYNNIK ODZYSKU (*RECOVERY FACTOR*)

Współczynnik odzysku stał się ostatnio przedmiotem dużego zainteresowania analityków. Może on w istotny sposób wpływać na podawany wynik w zależności od tego czy będzie uwzględniał odzysk czy też nie. Eksperti KKZ FAO/WHO zwrócili uwagę, że z powodu braku przyjętego jednolitego postępowania przy wyznaczaniu i stosowaniu współczynnika odzysku bardzo trudno jest porównywać wyniki uzyskane w różnych laboratoriach. Może to mieć istotne konsekwencje, zwłaszcza w odniesieniu do przepisów prawnych, kiedy różne wyniki (skorygowane o odzysk i nie skorygowane), będą wskazywały albo na przekroczenie dopuszczalnego limitu (np. szkodliwych zanieczyszczeń) lub będą poniżej tego limitu. Biorąc to pod uwagę Komitet uznał za konieczne przygotowanie zharmonizowanego dokumentu, który będzie jednoznacznie określał sposób postępowania w danej sytuacji.

Stosowanie współczynnika odzysku budzi kontrowersje wśród analityków. Jednakowo silne naciski wywierane są aby podawać wyniki skorygowane o wartość odzysku jak i bez uwzględniania odzysku. Wysuwane są argumenty zarówno za jak i przeciw.

W celu przyjęcia uzgodnionego stanowiska w sprawie wyznaczania i stosowania współczynnika odzysku organizacje międzynarodowe IUPAC/ISO/AOAC przygotowały projekt dokumentu pt. *Harmonized Protocol for Recovery Factors in Analytical Measurements* [9] i przekazały go jako materiał roboczy do dyskusji na posiedzeniu Komitetu.

Dokument zawiera:

- definicję terminów dot. współczynnika odzysku
- procedury wyznaczania odzysku
- opinie dotyczące potrzeby stosowania współczynnika odzysku
- argumenty za i przeciw korygowaniu wyników z uwzględnieniem odzysku

Dokument podaje następujące zalecenia odnośnie stosowania współczynnika odzysku:

1. Wyniki należy korygować z uwzględnieniem odzysku, chyba że istnieją przeciwwskazania, włączając również sytuacje, w których dopuszczalny limit, określony przepisami, został ustalony z wykorzystaniem danych bez uwzględniania odzysku lub kiedy odzysk jest bliski 100% (90–105%).
2. Wartość odzysku należy zawsze wyznaczać w ramach walidacji metody, bez względu na to czy się ją podaje w sprawozdaniu i czy wyniki są przedstawiane z uwzględnieniem odzysku.
3. Wartości odzysku wyznaczone podczas rutynowych analiz powinny być zapisywane w kartach kontrolnych sporządzanych w ramach wewnętrznej kontroli jakości.

4. Serie oznaczeń, w których wartość odzysku przekracza dopuszczalny zakres powinny być poddane ponownej analizie lub wyniki należy podawać jako półilościowe.

Dokument roboczy KKŻ FAO/WHO dotyczący współczynnika odzysku [9]:
Harmonized Protocol for Recovery Factors in Analytical Measurements.

NIEPEWNOŚĆ POMIARU (*MEASUREMENT UNCERTAINTY*)

Wzrastające tendencje dotyczące podawania wyników z uwzględnieniem niepewności pomiaru, zgodnie z podejściem ISO/EURACHEM [4, 17], wpłynęły na podjęcie przez Komitet Kodeksu Żywnościowego prac w tym zakresie.

Projekt dokumentu roboczego pt. *Measurement Uncertainty* [12] opracowanego przez IUPAC/ISO/AOAC poddano dyskusji na posiedzeniu KKŻ FAO/WHO w marcu 1997 roku.

Eksperti KKŻ FAO/WHO wyrazili opinię, że dla celów kodeksowych nie ma potrzeby określania niepewności pomiaru, zgodnie z ISO/EURACHEM, ponieważ laboratoria postępują zgodnie z zaleceniami kodeksowymi, tzn.

- stosują metody zwalidowane w badaniach międzylaboratoryjnych,
- uczestniczą w badaniach biegłości,
- wdrażają odpowiednie wewnętrzne systemy zapewniania jakości.

Komitet Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO sformułował następujące zalecenia:

1. Opracowanie dla celów Kodeksu Żywnościowego alternatywnego terminu zamiast „niepewność pomiaru” np. „wiarygodność pomiaru”.
2. Przyjęcie stanowiska, że precyzję metody można ocenić najlepiej poprzez badania międzylaboratoryjne i nie jest właściwe akceptowanie dla celów kodeksowych metod, które nie zostały poddane formalnym badaniom międzylaboratoryjnym.
3. Rozważenie, czy istnieje konieczność podejmowania dodatkowej formalnej oceny metod analitycznych, stosując podejście zaproponowane przez ISO, w odniesieniu do metod zwalidowanych w badaniach międzylaboratoryjnych.
4. Rozważenie możliwości wystąpienia Kodeksu Żywnościowego FAO/WHO do Agencji ds. Akredytacji z propozycją zrezygnowania z wyznaczania niepewności pomiaru dla wyników przeznaczonych dla celów kodeksowych, jeśli laboratorium działa zgodnie z zasadami kodeksowymi, tzn.:
 - stosuje metody zwalidowane w badaniach międzylaboratoryjnych
 - posiada akredytację zgodnie z EN 45000
 - uczestniczy w badaniach biegłości
 - stosuje odpowiednie systemy wewnętrznego zapewniania jakości

Dokument roboczy KKŻ Fao/Who dotyczący pomiaru niepewności [12]:
Measurement uncertainty

Harmonizacja omówionych dokumentów uzgodnionych z organizacjami międzynarodowymi (ISO, IUPAC, AOAC) i przyjęcie ich przez Kodeks Żywnościowy FAO/WHO i Unię Europejską ma na celu zapewnienie:

- 1) pomocy laboratoriom zajmującym się badaniem żywności polegającej na dostarczeniu ujednoczonych zasad postępowania przy zapewnianiu jakości wyników,
- 2) poprawy wiarygodności wyników badań,
- 3) ułatwienia w znoszeniu barier handlowych pomiędzy państwami poprzez wzajemne uznawanie wyników badań wykonywanych w różnych laboratoriach stosujących te same zasady, zgodnie ze zharmonizowanymi międzynarodowymi dokumentami.

Zagadnienia dotyczące systemów zapewniania jakości w laboratoriach, uznane przez Kodeks Żywnościowy za priorytetowe, wdrażane są również w Polsce z wykorzystaniem omówionych powyżej dokumentów.

K. Ćwiek-Ludwicka, M. Wojciechowska-Mazurek,
E. Brulińska-Ostrowska, K. Starska

ACTIVITY OF CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION FAO/WHO ON QUALITY ASSURANCE IN LABORATORY

Summary

The activity of the Codex Alimentarius Commission FAO/WHO concerning the quality assurance in laboratory was discussed. Major documents issued by the joint efforts of the international organizations (IUPAC, ISO, AOAC Int.) and *Codex Alimentarius* FAO/WHO Committee on Methods of Analysis and Sampling (CCMAS) are also presented in the article. The basic task of the CCMAS is reviewing and harmonization of the international documents in order to make them available for food analytical laboratories and to recommend the internationally recognised approaches for:

- collaborative studies – *Protocol for Design, Conduct and Interpretation of Method-performance Studies. Pure & Appl. Chem.* 1995, vol. 67, 332–343
- proficiency testing – *The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing (Chemical) Analytical Laboratories. Pure & Appl. Chem.* 1993, Vol. 65, 2123–2144 and *J.AOAC Int.* 1993, Vol. 76, 926–940
- internal quality control (IQC) – *Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in the Analytical Chemistry Laboratories. Pure & Appl. Chem.* 1995, Vol. 67, 650–666
- determining and use of recovery factor – *Harmonized Protocol for Recovery Factor in Analytical Measurements – document CX/MAS 97/6*
- applicability of the measurement uncertainty – *Measurement Uncertainty – document CX/MAS 97/7*

PIŚMIENNICTWO

1. *Codex Alimentarius* Commission. Procedural Manual. Eight edition. FAO/WHO, Rome, 1993.
2. Ćwiek-Ludwicka K., Karłowski K.: Zapewnienie jakości analiz w laboratoriach analitycznych. *Roczn. PZH* 1993, 44, 123–132.
3. Ćwiek-Ludwicka K., Jędrzejczak R.: Komitet Kodeksu Żywnościowego ds. Metod Analiz i Pobierania Próbek. *Roczn. PZH* 1994, 45, 207–214.
4. Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO, Geneva, 1993 (ISBN 92-67-10188-9).
5. Guidelines for Collaborative Study Procedure to Validate Characteristics of a Method of Analysis. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 1989, 72, 694–704.
6. Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in the Analytical Chemistry Laboratories (Technical Report). *Pure & Appl. Chem.* 1995, 67, 650–666.
7. Horwitz W.: Protocol for Design, Conduct

and Interpretation of Collaborative Studies. *Pure & Appl. Chem.* 1988, 60, 855- 864. – 8. ISO 5725:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part I. General principles and definitions; Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. Part 3. Intermediate measure on the precision of a test method; Part 4. Basic methods for estimating the trueness of a test method. Part 5, brak. Part 6. Use in practice of accuracy values. – 9. IUPAC/ISO/AOAC Harmonized Protocol for Recovery Factors in Analytical Measurements. Dokument roboczy KKŻ FAO/WHO – nr CX/MAS 97/6. – 10. *Jędrzejczak R., Ćwiek-Ludwicka K.*: Harmonizacja w zakresie systemów zapewniania jakości w dokumentach międzynarodowych. *Prace Instyt. i Lab. Bad. Przem. Spoż.* 1995, 50, 81–89.

11. *Ludwicki J.K., Góralczyk K., Czaja K., Struciński P.*: Badania biegłości laboratoriów analitycznych – ogólne zasady organizowania i oceny wyników. *Roczn. PZH* 1995, 46, 105–112. – 12. Measurement Uncertainty. Dokument roboczy KKŻ FAO/WHO – nr CX/MAS 97/7. – 13. PN-EN 45001 Ogólne kryteria działania laboratoriów badawczych. – 14. PN-EN 45002. Ogólne kryteria oceny laboratoriów badawczych. – 15. *Poclington W.D.*: Harmonized Protocols for the Adoption of Standardized Analytical Methods and for the Presentation of their Performance Characteristics. *Pure & Appl. Chem.* 1990, 62, 149–162. – 16. Protocol for Design, Conduct and Interpretation of Method-performance Studies. Technical Report 1994. *Pure & Appl. Chem.* 1995, 67, 332–343. – 17. Quantifying uncertainty in analytical measurement. *EURACHEM Guide*, 1995. – 18. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing (Chemical) Analytical Laboratories. *Pure & Appl. Chem.* 1993, 65, 2123–2144. – 19. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing (Chemical) Analytical Laboratories. *J.AOAC Int.* 1993, 76, 926–94. – 20. *Wojciechowska-Mazurek M., Starska K., Karłowski K., Brulińska-Ostrowska E., Ćwiek-Ludwicka K.*: Zasady organizacji badań biegłości w zakresie oznaczania zawartości metali w żywności prowadzonych przez Państwowy Zakład Higieny. Sympozjum pt. „Jakość zdrowotna żywności i przedmiotów użytku”, Warszawa, 18–19.09.1997, *Bromat. i Chem. Toksykol. Suplement* 1997, str. 19.

Otrzymano: 1997.09.22