

PROGRAM PORÓWNIANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO (ILC)

pt: Oznaczanie pierwiastków śladowych w grzybach suszonych (Kozłarz babka *Leccinum scabrum*)

ROŚLINY 12

Określenie programu

Badanie biegłości laboratoriów **ROŚLINY 12** dotyczy oznaczania As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Se i Zn w suszonych, mielonych grzybach jadalnych (Kozłarz babka). Jest organizowane przez Instytut Chemii i Techniki Jądrowej przy współpracy z Sekcją Chemiczną POLLAB-CHEM/EURACHEM-PL Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB oraz ze Stowarzyszeniem REFMAT. Celem przeprowadzonego porównania jest ocena biegłości laboratoriów oznaczających rutynowo wyżej wymienione pierwiastki w materiałach biologicznych. Koordynatorem programu jest dr hab. Halina Polkowska-Motrenko, Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, ul. Dorodna 16, 03-195 Warszawa. W ramach programu została powołana grupa doradcza, w skład której wchodzi następujące osoby: dr hab. Halina Polkowska-Motrenko (koordynator i statystyk), dr Ewelina Chajduk i dr Jakub Dudek.

Badanie biegłości ROŚLINY 12 prowadzone jest zgodnie z wymaganiami norm: PN-EN ISO/IEC 17043:2011 i ISO 13528:2005 oraz zharmonizowanego międzynarodowego protokołu IUPAC z 2006 r.

Charakterystyka materiału do badań

Próbki do badań zostały przygotowane przez Instytut Chemii i Techniki Jądrowej. Materiał wyjściowy stanowiły grzyby zebrane w Borach Tucholskich jesienią 2011 r. i przygotowane zgodnie z procedurą stosowaną przez producentów koncentratów spożywczych. Oczyszczone grzyby zostały rozdrobnione, wysuszone w strumieniu suchego powietrza w temp. 60°C w suszarni przemysłowej, następnie rozdrobnione przy użyciu noży ze stali nierdzewnej, po czym wyodrębniono frakcję <0,3 mm stosując sita stalowe ze stali nierdzewnej. Frakcję o średnicy ziarna poniżej 0,3 mm poddano homogenizacji przez wymieszanie w obracającym się w trzech kierunkach polietylenowym bębnie w ciągu 15 godzin i rozdozowano do słoików plastikowych wykonanych z poli(tereftalanu etylenu) (PET). Słoiki zostały szczelnie zamknięte i poddane sterylizacji przez napromienianie wiązką elektronów w akceleratorze liniowym dawką 28 kGy ± 0,512% w celu zapewnienia trwałości materiału.

Procedurę oznaczania zawartości wilgoci ustalono na podstawie analizy przebiegu krzywych desorpcji wody w wybranych temperaturach tak, aby niepewność związana z oznaczaniem suchej masy była możliwie najmniejsza.

Badanie jednorodności wykonano zgodnie z metodą zalecaną przez normę ISO 13528:2005. Wyznaczano zawartość pierwiastków będących przedmiotem niniejszego badania w 10 losowo wybranych opakowaniach. Z każdego opakowania do analizy pobierano próbkę, z której przygotowywano dwie podpróbki o masie 250 mg i wykonywano oznaczenie. Materiał jest homogeniczny dla wszystkich pierwiastków dla próbek o masie od 250 mg wzwyż.

W celu wyznaczenia wartości odniesienia stężeń badanych pierwiastków wykonano analizy próbek materiału do badań w kilku laboratoriach referencyjnych za pomocą różnych technik analitycznych. Za wartości odniesienia przyjęto średnie mocne wyników analiz

wykonanych w kilku laboratoriach przy zastosowaniu co najmniej dwóch różnych technik analitycznych. Niepewności wartości odniesienia są wyznaczane jako kombinacja niepewności wyników podanych przez laboratoria referencyjne.

Uczestnicy badania otrzymają opakowanie zawierające 25 g grzybów suszonych (na żądanie więcej).

Próbki zostaną przesłane do uczestników w czerwcu 2012 r. Termin nadsyłania wyników 15 września 2012 r. Wyniki powinny być przysłane na formularzach dostarczonych przez organizatorów, podpisane przez osoby uprawnione. Dodatkowo można przysłać wyniki w formie elektronicznej.

Uczestnicy otrzymają sprawozdanie z badań do końca listopada 2012 r.

Do oceny statystycznej wyników zostanie zastosowany wskaźnik z i zeta.

Uczestnicy mogą porozumiewać się w sposób nieograniczony z koordynatorem bezpośrednio, drogą elektroniczną i telefonicznie.

INSTRUKCJA BADAŃ

Laboratorium uczestniczące w porównaniu proszone jest o oznaczenie dowolnego z wymienionych pierwiastków: As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Se, Zn.

Analizy należy wykonać metodami stosowanymi rutynowo w laboratorium.

Minimalna masa próbki o gwarantowanej przez organizatora jednorodności wynosi: 250 mg.

Wyniki proszę przeliczyć na suchą masę (wyznaczona zgodnie z instrukcją przekazaną razem z próbkami do badań):

$$m_s = \frac{m_p (100 - \% \text{H}_2\text{O})}{100}$$

gdzie m_p oznacza masę powietrznie suchego materiału, natomiast $\% \text{H}_2\text{O}$ procentową zawartość wody.

Próbki o masie 25 g (lub więcej, jeśli wymaga tego stosowana procedura) zostaną rozesłane do uczestników porównania w czerwcu 2012. Po otrzymaniu przesyłki zawierającej materiał do badań, uczestnicy proszeni są o przesłanie do koordynatora programu potwierdzenia, że otrzymali przesyłkę w formie nienaruszonej (patrz załączony formularz).

Wyniki należy przesłać do 15 września 2012 na adres koordynatora prowadzącego:

dr hab. Halina Polkowska-Motrenko

Instytut Chemii i Techniki Jądrowej

ul Dorodna 16

03-195 Warszawa