

Zofia Chłobowska, Kazimiera Kobylecka

Międzylaboratoryjne kontrole wyników analiz chemiczno–toksykologicznych w praktyce Instytutu Ekspertyz Sądowych

Interlaboratory controlled substances in chemico–toxicological analysis in practice of the Institute of Forensic Science

Z Instytutu Ekspertyz Sądowych im. Prof. J. Sehna w Krakowie
Dyrektor: A. Głazek

W artykule przedstawiono udział zespołów badawczych Instytutu Ekspertyz Sądowych w międzylaboratoryjnej kontroli analiz, na przestrzeni lat 1960–1996. Omówiono także wyniki międzylaboratoryjnej kontroli przeprowadzonej przez Instytut.

The paper the contribution of research teams from the Institute of Forensic Science to interlaboratory controlled substances chemico–toxicological analyses in the period from 1960 to 1996 is described. The results of the interlaboratory analyses carried out by the Institute is also discussed.

W Instytucie od lat doceniano kontrolne badania rzetelności metod analitycznych w praktyce laboratoryjnej. Wiadomo, że międzylaboratoryjne porównywanie wyników badań jest możliwe gdy są one uzyskane na podstawie jednolitych metod, i gdy otrzymane wyniki są rzetelne.

Zespoły badawcze Instytutu uczestniczyły od roku 1960 do chwili obecnej w różnych testach kontroli jakości, co więcej od roku 1960 byliśmy także organizatorami i współorganizatorami kontroli międzylaboratoryjnych.

Materiał testowy stanowiły: płyny ustrojowe, liofilizaty z krwi, moczu, wątroby, susz roślinny, gleba, substancje w postaci sproszkowanej, stopy metaliczne.

Metodami stosowanymi do badań były testy chemiczne, immunofluorescencyjne, metody fizykochemiczne takie jak spektrofotometria w pełnym zakresie, chromatografia cienkowarstwowa, gazowa, cieczowa, spektrometria masowa, atomowa spektrometria absorpcyjna.

Pierwszy test Pracownia Trucizn Nieorganicznych otrzymała przed laty z Centrum Materiałów Referencyjnych w Bonn.

W latach 1970–1975 test referencyjny przysłał nam Instytut Medycyny Sądowej w Wiedniu. Organizatorem kontroli międzylaboratoryjnej był prof. Machata.

Do badań otrzymywaliśmy liofilizowane próbki materiału biologicznego, w których obecne były: związki rtęci, metagualon, luminal, diazepam, kofeina. Otrzymane przez nas wyniki badań były zgodne z deklarowanymi.

Od roku 1992 Zakład Toksykologii naszego Instytutu uczestniczy w badaniach kontrolnych Amerykańskiego Towarzystwa Dyrektorów Laboratoriów Kryminalistycznych (Collaborative Testing Services Inc.). Towarzystwo dostarcza testy w bardzo szerokim zakresie badań kryminalistycznych i toksykologicznych. Instytut otrzymał próbki w postaci proszków i stopów metalicznych (aluminium, mosiądz). Otrzymane próbki w postaci proszków zawierały:

Test I – 3,4 metylenodiodoksyetylamfetaminę w laktozie i zmodyfikowanej celulozie w ilości 28,2%.

Test II – 40,8% guajafenazyn, 10,7% ephedryne przy wartościach deklarowanych odpowiednio: 34,3% i 8,6%.

Test III – 29% chlorowodoru kokainy, 8% chlorowodoru prokainy przy wartościach deklarowanych odpowiednio 29,8% i 7,3%.

Analiza stopów metalicznych dała także wyniki dobre. W tabeli przedstawiono dla przykładu wyniki badań próbki aluminium i mosiądzu.

Tabela I. Oznaczenie zawartości metali (%)

Table I. Determination of metals content (%)

Próbka aluminium

Aluminium

Pierwiastek Element	Pb	Zn	Ni	Mn	Fe	Mg	Cu	Si
Wynik IES Results IES	0,19	0,01	0,25	0,06	0,57	0,52	0,08	quali- tative
Zawartość właściwa True content	0,22	0,01	0,24	0,11	0,70	0,51	0,20	8,8

Próbka mosiądzu

Brass

Pierwiastek Element	Cu	Zn	Pb	Ni	Fe	Sn	Mn	Al	Si
Wynik IES Results IES	59,6	38,4	0,78	0,012	0,031	0,8	–	–	–
Zawartość właściwa True content	59,78	38,39	0,83	0,025	0,052	0,8	0,01	0,01	0,01

Od roku 1994 do chwili obecnej wykonujemy badania kontrolne testów w zakresie analizy leków i środków odurzających nadsyłanych przez Stowarzyszenie Holenderskie KUGT (The Hauge Central Pharmacy). Uzyskiwane przez nas wyniki były także dobre.

Także w roku 1994 zostaliśmy włączeni do zespołu laboratoriów testowanych przez Instytut Medycyny Pracy w Łodzi. W ramach tej kontroli wykonaliśmy oznaczenia kadmu, ołowiu w próbkach krwi. Uzyskane wyniki badań były pozytywne.

W ostatnich latach międzynarodowej kontroli jakości przeprowadzonej przez fińskie laboratorium (Labquality Klinisten Laboratoriotutkimusten Laaduntarkkaich Asemamichenkatu, Finlandia, Helsinki) poddawane są także analizy krwi na zawartość alkoholu. Uzyskane wyniki były zgodne z deklarowanymi przez ośrodek badawczy.

Instytut był organizatorem lub współorganizatorem kontroli międzylaboratoryjnej ośrodków badawczych na terenie Polski.

Pierwszy test dotyczył oznaczenia arsenu w wątrobie pobranej ze zwłok osoby zatrutej arsenem. Shomogenizowaną wątrobę podzielono na 30 próbek, z których 20 zbadano w Instytucie, a pozostałe rozesłano do 10 Zakładów Medycyny Sądowej. Zawartość arsenu oznaczona w Instytucie wynosiła $x_n = 20 - 86,6 \mu\text{g/g}$ wątroby, wyniki analiz z 4-ch Zakładów Medycyny Sądowej mieściły się w granicach 80–90 $\mu\text{g/g}$ próbki, w 2 wynosiły 70 $\mu\text{g/g}$, w 1 – 54 $\mu\text{g/g}$. Trzy Zakłady nie nadesłały swoich wyników.

W latach 70-tych z inicjatywy prof. J. Markiewicza Instytut Ekspertyz Sądowych oraz inne laboratoria w Krakowie postanowiły skontrolować wyniki badań na zawartość fluoru. W tym okresie Kraków i okolice skażone były fluorem przez Hutę Aluminium w Skawinie. Wyniki badań środowiskowych wykonywane przez laboratoria były bardzo rozbieżne. Z jednych wynikało, że Kraków to miasto śmierci, inne były względnie optymistyczne.

Dla zorientowania się o stanie faktycznym przygotowano jednorodny susz roślinny i próby gleby pobrane z dwu różnych miejsc i przekazano do 10 laboratoriów, celem oznaczenia w nich zawartości fluoru. Rozpiętość uzyskanych wyników była bardzo duża.

Próbka I susz roślinny – 4,9 – 98 $\mu\text{g/g}$

Próbka II susz roślinny – 1,9 – 114 $\mu\text{g/g}$

Analiza próbek gleby dała lepsze wyniki, ich rozbieżność była mniejsza.

Próbka I – 60 – 70 $\mu\text{g/g}$

Próbka II – 200 – 300 $\mu\text{g/g}$

Do badań stosowane były różne metody analityczne.

Uzyskane wyniki stały się podstawą do weryfikacji i poprawy jakości pracy tych ośrodków.

Jak wspomniano na wstępie od 1960 roku Instytut (zgodnie w porozumieniu z Krajowym Konsultantem do spraw medycyny sądowej) prowadził badania kontroli jakości laboratoriów oznaczających alkohol we krwi.

Dotychczas przeprowadzono 13 takich sprawdzianów. Obejmowały one wszystkie zarejestrowane przez Instytut laboratoria.

W roku 1960 w kontroli uczestniczyło 25 ośrodków badawczych. Każde z nich otrzymało po 4 próby osocza. Do badań stosowana była tylko metoda Widmarka.

Z biegiem lat liczba ośrodków wykonujących analizy krwi na zawartość alkoholu wzrosła. w latach 90-tych w testach kontrolnych uczestniczyło 40 ośrodków.

W ośmiu badaniach kontrolnych próbki testu sporządzono z osocza konserwowanego fluorkiem sodu, w trzech były to standardy wodne. Ostatnie 2 testy w roku 1993 i 1994 były przygotowane i przesłane przez firmę CEBO, o zawartości etanolu w osoczu wskazanej przez Instytut.

W roku 1993 każda z 40-tu pracowni alkoholowych otrzymała po 10 prób, Instytut 50. W roku 1994 wybrano losowo 22 pracownie i przesłano im po 10 prób.

Badania wykonano metodą Widmarka, enzymatyczną ADH, immunofluorescencyjną REA–TDx oraz metodą chromatografii gazowej.

Wyniki badań w roku 1960 i 1993 w większości przypadków były dobre, a nawet bardzo dobre. Duży rozrzut uzyskanych oznaczeń wynikał z pojedynczych wyników uzyskanych przez pojedyncze pracownie.

W roku 1960 najlepsze wyniki uzyskały Zakłady Medycyny Sądowej, Zakład Kryminalistyki KGMO oraz Instytut Ekspertyz Sądowych. Błąd oznaczeń w tych pracowniach w 90% wynosił $\pm 0,05\%$.

W roku 1993 sytuacja z małymi wyjątkami była podobna. Dla zobrazowania wiarygodności ośrodków badawczych wyniki kontroli międzylaboratoryjnej z roku 1960 i 1993 przedstawiono w tabeli II, III.

Tabela II. Zestawienie wyników oznaczeń alkoholu po kontroli w 1960 r. (liczba laboratoriów 25)

Table II. The alcohol determination results obtained in 1960 (from 25 laboratories)

Zawartość alkoholu w próbach kontrolnych Alcohol content in controlled samples	0,00‰	0,38‰	1,36‰	2,42‰
Zawartość średnia uzyskana w wyniku oznaczeń Alcohol average content obtained as a result of IES determination	0,05‰	0,40‰	1,36‰	2,37‰
Rozrzut od – do Scatter of results	0,00 – 0,41	0,00 – 0,72	1,19 – 1,71	1,98 – 2,65
Odchylenia Standard Standard deviation		0,13	0,12	0,18

Tabela III. Ocena wyników oznaczeń alkoholu po kontroli w 1993 r.

Table III. Evaluation of the alcohol determination results obtained in 1993

Błąd analityczny ϵ [%] Analytical error	Liczba laboratoriów Number of laboratories			
	Metoda Widmarka Widmark Method	Metoda ADH ADH Method	Metoda REA–TDx REA–TDx Method	Metoda chromatografii gazowej Gas–chromatography method
$\epsilon \leq 0,05$	11	5	2	9
$0,05 < \epsilon \leq 0,09$	5	5	–	3
$0,09 < \epsilon \leq 0,2$	15	5	–	5
$0,2 < \epsilon$	9	2	–	3

Jak wynika z doświadczenia naszego Instytutu, a także Zakładu Kontroli Jakości Wyników Badań Laboratoryjnych Instytutu Medycyny Pracy w Łodzi, kontrola pracy poszczególnych laboratoriów jest niezbędna. Daje ona możliwość oceny wiarygodności wyników analitycznych danego zespołu badawczego. Ponadto wnikliwe przeanalizowanie toku analitycznego, przy współpracy z ośrodkiem prowadzącym kontrolę daje możliwość poznawania przyczyn błędów i poprawę jakości analiz.

Doświadczenie krajów zachodnioeuropejskich w toksykologii sądowej jednoznacznie wskazuje także na konieczność przeprowadzania kontrolnych badań międzynarodowych i międzylaboratoryjnych. Laboratoria nie uczestniczące w tego typu kontrolach są niewiarygodne dla orzecznictwa sądowego.

Adres autorek:

Instytut Ekspertyz Sądowych

31-033 Kraków

ul. Westerplatte 9

Nadesłano do Redakcji: 10.02.1997

Zakwalifikowano do druku: 28.02.1997