

**1 PF 2010**

Vážení členové EURACHEM-ČR,

toto číslo Zpravodaje dokončujeme na samém konci roku 2009 s očekáváním, co nám nový rok 2010 přinese. Je čas i na malé zamyšlení nad tím, co nám přinesl uplynulý rok 2009. Už letný pohled na stránky novin či televizní obrazovku nás přesvědčí o tom, že to byl rok rušný, plný politických zvratů a ekonomických problémů. Zatímco politikou se v našem sdružení nezabýváme (snad jediné politikou kvality), ekonomickým záležitostem se pochopitelně vyhnout nemůžeme. EURACHEM-ČR jako jedna z mála národních organizací v Evropě hospodaří zcela samostatně a zatím se nám daří zajišťovat prostředky pro naši činnost, ať již díky podpoře našich členů, nebo s využitím různých grantů. Těžištěm práce v roce 2010 bude tradičně vzdělávací a publikační činnost. Hodláme pokračovat ve vydávání Zpravodaje, metodických listů a světlo světa spatří i další příručka z řady KVALIMETRIE. Budeme se podílet jako garanti či spoluorganizátoři na různých kurzech a seminářích a připravujeme i semináře vlastní. Po několikaleté přestávce uvažujeme o uspořádání vícedenního kurzu

manažerů kvality, patrně za organizačního přispění dalšího partnera. Naše členství ve sdružení 4E-CZ, jakož i působení v různých odborných komisích a technických výborech, nám umožňuje aktivně ovlivňovat pravidla hry v oblasti chemických zkoušek. Věřím, že ku prospěchu našich členů. Budeme i nadále těsně spolupracovat s institucemi podílejícími se na tvorbě předpisů a norem, organizacemi zabývajícími se problematikou metrologie v oblasti chemických analýz, akreditačními orgány i profesními organizacemi. Významným bude nadcházející rok i z hlediska našeho zapojení do mezinárodních struktur, kde očekávám, že dojde k dalšímu posílení postavení a prestiže naší národní organizace v rámci evropské organizace EURACHEM.

Věřím, vážení členové, že EURACHEM-ČR bude i v nadcházejícím roce schopen přispět ke zvyšování kvality práce nejen v analytických laboratořích, a přál bych si, aby členství v tomto sdružení bylo pro vás přínosem. Přeji vám všem, vašim kolegům a spolupracovníkům i všem vašim blízkým hodně zdraví, úspěchů v práci a spokojenosti v osobním životě.

Pavel Janoš
předseda EURACHEM-ČR

Uvnitř čísla

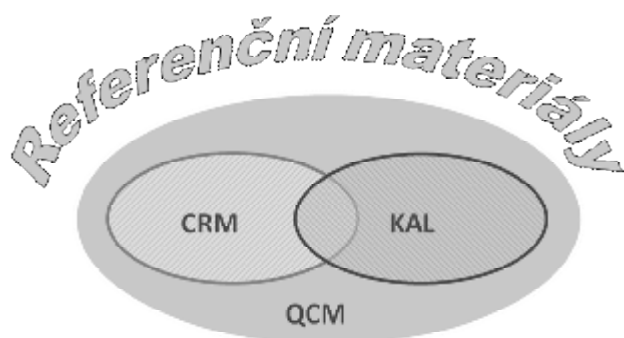
- 1 PF 2010**
- 2 Referenční materiály v České republice**
- 3 Metrologická terminologie v klinické a analytické laboratoři**
- 4 Web www.eurachem.cz a jeho návštěvnost v roce 2009**
- 5 Accreditation and Quality Assurance**
- 6 Informace**

2 Referenční materiály v České republice

Výsledky chemických měření mají zásadní vliv na průmyslové sektory, zdraví obyvatelstva a další rozhodování. Mnohé tyto činnosti vyžadují, aby měření vykonaná v jedné laboratoři byla porovnatelná s analogickými měřeními v jiných laboratořích a to i v mezinárodním měřítku. V tomto duchu se na „neshodu“ ve výsledcích měření mezi zeměmi nahlíží jako na neakceptovatelnou překážku v mezinárodním obchodě.

Jednou z možností jak odstranit tyto „neshody“ je realizace metrologické návaznosti měření opírající se o používání certifikovaných referenčních materiálů, které sami vykazují metrologickou návaznost a jsou mezinárodně uznávány.

V současné době se používá několik druhů referenčních materiálů, které se liší způsobem svého použití a svojí kvalitou, přičemž pojem referenční materiál je nově používán jako generický pojem ve smyslu obr. 1:



Obrázek 1. Mezi referenční materiály patří: certifikované referenční materiály (CRM), kalibrátory (kalibrační standardy, KAL) a pracovní (laboratorní) RM - (QCM – Quality Control Material)

Referenční materiál (RM)

Podle Mezinárodního metrologického slovníku [1] je RM materiálem, dostatečně homogenním a stabilním, s referencí ke specifikovaným vlastnostem, které byly stanoveny tak, že se hodí pro jejich zamýšlené použití při měření nebo při zkoumání jmenovitých vlastností. Tato definice je v článku 5.13 uvedené reference podrobně dokumentována příklady a poznámkami.

Certifikovaný referenční materiál (CRM)

Podle Mezinárodního metrologického slovníku [1] je CRM referenční materiál doprovázený dokumentem vydaným způsobilou osobou a poskytující jednu nebo více specifikovaných hodnot vlastností s přidruženými nejistotami a návaznostmi s použitím platných postupů. Tato definice je v článku 5.14 této reference rovněž podrobně dokumentována příklady a poznámkami.

Pracovní (laboratorní) RM - (QCM – Quality Control Material)

Jsou připravovány v dostatečném množství pokrývajícím několikaletou spotřebu laboratoře v oblasti řízení kvality. Mají prokazatelnou homogenitu a stabilitu. Obsah analytu byl charakterizován metodou, která zajišťuje eliminaci chyb v co největší míře. Má kvantitativní odhad nejistoty deklarované hodnoty analytu.

Kalibrátor

Je standard používaný při kalibraci [1].

Referenční materiály jsou speciálním zbožím, jehož výroba není snadnou záležitostí a mnozí výrobci čerpají k této činnosti státní nebo jinou podporu. Laboratoře si toto zboží přímo kupují a musí na základě poskytovaných informací zhodnotit, zda se nabízený referenční materiál hodí po jimi zamýšlené použití. K získání informací o dostupnosti RM a jejich vlastnostech mohou laboratoře používat katalogy výrobců, jejich webové presentace, služby jiných organizací i doporučení partnerských laboratoří. Unikátní roli v tomto informačním zabezpečení hraje databáze COMAR.

Databáze COMAR

První verze počítačové databáze referenčních materiálů COMAR vznikla v Pařížském metrologickém ústavu Laboratoire National d'Essais (LNE) v sedmdesátých letech. Zkratka COMAR je odvozena z francouzského názvu databáze Code d'Indexation des Matériaux de Référence. Výbor ISO Committee on Reference Materials (ISO-REMCO) podpořil následně její používání jako mezinárodního informačního systému certifikovaných referenčních materiálů (CRM). Do spolupráce se kromě LNE postupně zapojily i další metrologické instituce: National Institute of Standards and Technology (NIST) z USA, německý Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) a britský ústav Laboratory of Government Chemist, metrologické ústavy Číny (Chinese National Research Centre for Certified Reference Materials, CNRCRM), Japonska (National Institute of Technology & Evaluation, NITE) a tehdejšího SSSR (Gosudarstvennyj obščestvennyj standard, GOST). Tato fáze spolupráce byla završena v r. 1990, kdy byla všemi sedmi účastníky podepsána dohoda o spolupráci zvaná Memorandum of Understanding (MoU). Ke spolupráci se postupně přidávaly i další státy, včetně tehdejšího Československa [2].

Databáze byla zprvu přístupná ve formě licence pro osobní počítač. Tento stav pamatují členové EURACHEM-ČR z doby, kdy na základě zakoupené licence dodávané na disketách poskytovalo Informační centrum pro RM na VŠCHT, pracující pod křídly EURACHEM-ČR, řešerše a zodpovídalo dotazy. Teprve v r. 2001 byla databáze v BAM převedena do internetové verze a ta je od r. 2003 přístupná veřejnosti a její použití je po registraci bezplatné (www.comar.bam.de). Kromě sedmi původních signatářů MoU dnes tato dohoda také zajišťuje spolupráci dalších významných institucí. Výjimečnost databáze COMAR spočívá v tom, že vstupy jsou prověřovány podle jednotných kvalitativních kritérií. Tyto vstupy prakticky realizují regionální kódovací centra a informace o RM zahrnují i vystavení certifikátu CRM a certifikační zprávy, pokud je výrobci zpřístupňují. Výkonným orgánem je sekretariát COMARu, který řídí činnost kódovacích center. Jejich hlavním úkolem je styk s výrobcí referenčních materiálů a aktualizace údajů v databázi. Teprve poté, co Český metrologický institut (ČMI) získal v roce 2004 statut nového kódovacího centra, se podařilo kompletně zpřístupnit světové i české veřejnosti české referenční materiály. V současné době databáze COMAR obsahuje údaje o 10 500 RM 220 výrobců z 25 zemí, z toho asi 8 900 RM chemického složení. RM z ČR je v databázi registrováno 338.

V červnu 2006 se uskutečnilo v Praze 13. zasedání výkonného výboru databáze COMAR. Možnost pořádat akci takového mezinárodního významu lze chápat také jako ocenění úrovně dosažené ČR v této oblasti. Zasedání se zúčastnilo celkem cca 20 zástupců z Evropy, Ameriky, Asie a Austrálie.

Příprava CRM v ČR

Po rozpadu Československa vznikají samostatný ČMI a SMÚ. Podle zákona o metrologii č. 505/1990 Sb. v platném znění, zejména pak jeho § 8 je ČMI přiřazena role organizace, zodpovědné za certifikaci CRM. V ČMI byl certifikací RM pověřen certifikační orgán pro RM (dále CORM). Český metrologický institut má pro tuto oblast zaveden systém managementu kvality podle ČSN EN ISO/IEC 17025 a Pokyny ISO 34.

Certifikovat referenční materiály v současné době může tedy v ČR pouze CORM. Vedoucí CORMu má k dispozici při rozhodování o schválení CRM poradní orgán, ve kterém jsou soustředěni odborní experti. Každý expert se primárně zabývá svou oblastí, ve které má již dlouholeté zkušenosti (např. oblast biologického materiálu apod.).

Certifikace RM se řídí v ČMI metodickým pokynem 017-MPC001, který je zpracován v souladu s Pokyny ISO 31, 34 a 35. V tomto metodickém pokynu jsou popsány kroky, které ve finále vedou k vydání certifikátu a zapsání do databáze COMAR. Pokyn

stanoví obecně postup a požadavky přípravy, charakterizace a certifikace jen CRM chemického složení, za jejichž kvalitu a metrologické parametry odpovídá CORM ČMI. Nejdůležitější součástí přípravy a certifikace RM je vypracování Technického projektu vypracovaného výrobcem. Technický projekt je dokument, jímž se po jeho schválení řídí účastníci až do ukončení charakterizace a předložení Certifikační zprávy a dále podle potřeby i po celou dobu platnosti CRM. Specifikuje cílové parametry připravovaného CRM, způsob provedení testování homogenity a stability, použití technik pro stanovení hodnot vlastností a jejich nejistot a další parametry přípravy CRM.

V České republice je několik společností, které se zabývají výrobou RM a v neposlední řadě také CRM. Jak bylo již uvedeno, příprava CRM není jednoduchou záležitostí jak z hlediska finančního tak i z personálního. Rámcový přehled tuzemských výrobců CRM uvádí přiložená tabulka.

ČÍSLO CRM		Platnost do:
Linde Gas, a.s.		
8001 - 8036	Plynné směsi (2-3 směsi)	10. 3. 2013
SPL - Služby pro laboratoře		
2003-8	Sada CRM nízkolegovaných ocelí s certifikovanými obsahy uhlíku, síry a dusíku	1. 6. 2022
2015-24	Sada CRM litin s certifikovaným obsahem uhlíku a síry	1. 2. 2015
2025	Čisté železo s certifikovanými obsahy uhlíku a síry	2. 5. 2015
2026	Automatová ocel s certifikovanými obsahy uhlíku a síry	2. 5. 2015
Státní zdravotní ústav, Praha		
6010	Lidská moč: o-kresol, kyselina hippurová, fenol a kreatinin	6. 4. 2012
6009 A	Lidská moč: kyselina mandlová, kyselina fenylglyoxylová, kyselina hippurová a kreatinin	1. 4. 2014
Analytika, s.r.o., Praha		
7007	Polycyklické aromatické uhlovodíky a vybrané pesticidy v panenském olivovém oleji	1. 3. 2013
7006	Polychlorované dibenzo-p-dioxiny, polychlorované dibenzofurany a toxické polychlorované bifenyly ve směsném čistírenském kalu	20. 12. 2011
7001-4	Celkové obsahy prvků a obsahy vyluhovatelných podílů v půdách	31. 12. 2010
9001-200	CRM - vodný kalibrační roztok	15. 6. 2010
Sklářský ústav, s.r.o., Hradec Králové		
4001-3	Sada CRM chemického složení užitkových olovnatých skel	1. 6. 2016
4004-7	Sada CRM chemického složení sodno-vápenato-hořečnato-křemičitých skel	1. 6. 2014
ALS (ECO-CHEM, ČKD TL)		
2002	Sada CRM nízkolegovaných litin pro spektrometrii z pevného vzorku	17. 10. 2018
2001	Sada CRM nízké a středně legovaných ocelí pro spektrometrii z pevného vzorku	1. 12. 2015

Úplný seznam tuzemských RM certifikovaných ČMI lze nalézt na webových stránkách ČMI (<http://www.cmi.cz/index.php?lang=1&wdc=1205>), kde jsou k dispozici i další informace z této oblasti.

Literatura

1. TNI 01 0115:2009 Mezinárodní metrologický slovník - Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM).
2. Oto Mestek: Databáze certifikovaných referenčních materiálů COMAR a Česká republika, v Referenční materiály a mezilaboratorní porovnávání zkoušek II, editor Václav Helán, 2Theta, Český Těšín 2005.
3. Metodický pokyn 017-MPC001 Příprava a certifikace referenčních materiálů. ČMI, Praha 2006.

Jan Beránek, ČMI
Zbyněk Plzák, EURACHEM-ČR

3 Metrologická terminologie v klinické a analytické laboratoři

Součástí této zásluky členům EURACHEM-ČR je spolu se Zpravodajem i malý dárek - CD s publikací Metrologická terminologie v klinické a analytické laboratoři. První verze této elektronické publikace ve formě výkladového slovníku, doprovázeného seznamem zkratk, vznikla v roce 2003 na základě úzké spolupráce SEKK s. r. o. a EURACHEM-ČR. Ve formě CD byla pak distribuována ve více než 600 exemplářích do analytických a klinických laboratoří a od roku 2005 zaznamenala její volně přístupná nezkrácená forma na internetu velkou frekvenci přístupů. Tyto údaje svědčí o tom, že tato pomůcka prokázala svou užitečnost a to vedlo vydavatele k snaze ji aktualizovat a zapracovat do ní vývoj v oblasti metrologické terminologie v posledních letech.

Druhé, zcela přepracované vydání Metrologické terminologie v klinické a analytické laboratoři, zohledňuje připomínky a podněty uživatelů a zejména vychází ze zásadních změn v terminologii vyvolaných publikací nového vydání Mezinárodního metrologického slovníku (VIM 3) a jeho překladu do češtiny. Třetí vydání Mezinárodního metrologického slovníku je, jak jsme již mnohokrát o tom psali v tomto Zpravodaji, ve vztahu ke druhému vydání (ČSN 01 0115:1996) zcela novým dokumentem. Pojmy konstruuje nově tak, aby vyhovovaly požadavkům souvisejícím s měřením i v takových oborech, jako je chemie, biochemie, potravinářství, forenzní vědy a molekulární biologie a vychází z filozofie měřicího procesu postavené na novém přístupu, kde nejistota měření je hlavní charakteristikou kvality výsledku měření. I překlad VIM 3 do češtiny (TNI 01 0115:2009) je zásadní změnou ve způsobu překladu některých termínů, jak o tom podrobně pojednával článek ve Zpravodaji 42 z listopadu 2008. Jedná se především o

používání českých ekvivalentů anglických termínů precision, accuracy a trueness. Překlad zavedl zcela nový ekvivalent pro jeden ze základních termínů nejistotního přístupu k měření precision a to preciznost. Jednotnost překladů uvedených termínů ve všech oborech je nutností pro srozumitelnost a jednoznačnost aplikace technických dokumentů.

Příručka Metrologická terminologie v klinické a analytické laboratoři vhodně využívá prostředků, které jí elektronická forma publikace nabízí a to hypertextových odkazů. Lze doufat, že se stane, stejně jako její první vydání, cenově snadno dostupným užitečným nástrojem a referenční pomůckou pro všechny úrovně laboratorních pracovníků, zabývajících se jak z vnitřní potřeby, tak i z titulu své funkce metrologií a kvalitou.

V současné době je již možno další exempláře na CD nosiči zakoupit u vydavatele SEKK s. r. o. (www.sekk.cz, oddíl PRODEJ, EDUKAČNÍ PUBLIKACE, NABÍDKA, nebo přímo http://www.sekk.cz/Prodej/CD_Terminologie.htm).

V blízké budoucnosti se plánuje umístění publikace v nezkrácené formě na internetu, přesněji řečeno na webových stránkách SEKK s. r. o. a EURACHEM-ČR.

Zbyněk Plzák

4 Web www.eurachem.cz a jeho návštěvnost v roce 2009

Webové stránky naší organizace jsou zaregistrovány ve službě Google Analytics a to nám umožňuje podrobně sledovat jejich návštěvnost. V následujícím textu najdete několik základních informací o prohlížení našeho webu v roce 2009 (přesněji do 13. 12., kdy tato analýza vznikla). Stránky webové adresy www.eurachem.cz byly v roce 2009 zobrazeny celkem 6638x, přičemž největší návštěvnost byla v květnu a červnu, tedy v době přípravy a konání letošního semináře. Kromě úvodní stránky patřily mezi nejnavštěvovanější ty, které se týkají našich publikací (Kvalimetrií) a Metodických listů. Na stránky přišlo 36,5 % návštěvníků přímo – tedy do adresního řádku svého internetového prohlížeče zadali adresu našich stránek. Přes 40 % návštěv bylo z vyhledávačů google a seznam a nejčastěji vyhledávaná slova byla „eurachem“ a „kvalimetrie“. Pokud jde o návštěvnost stránek z jednotlivých zemí, tak z pochopitelných důvodů z téměř 90 % byli návštěvníci z České republiky. Celkem jsme ale zaznamenali prohlížení webu z 33 států. Podle unikátních IP adres byli noví a vracející se návštěvníci zastoupeni téměř stejně početně (51 % nových a 49 % vracejících se).

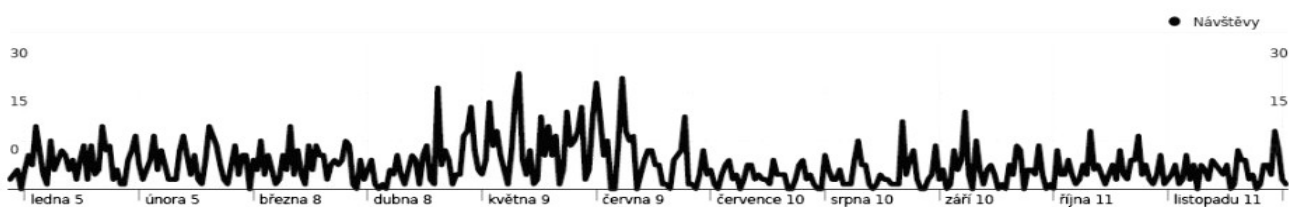
David Milde



Obr. 1 Způsoby příchodů na stránky eurachem.cz



Obr. 2 Státy, ze kterých byli návštěvníci stránek



Obr. 3 Graf denní návštěvnosti webu

5 Accreditation and Quality Assurance 1 – 5 / 2009

ZÁJEMCI O PLNÉ TEXTY ČLÁNKŮ UVEDENÝCH DÁLE SE MOHOU OBRÁTIT NA SEKRETARIÁT EURACHEM-ČR (SPOJENÍ VIZ POSLEDNÍ STRANA ZPRAVODAJE).

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 1 / 2009

L. Vos, R. J. van Oostanbrugge, M. Limburg, G. G. van Merode, S. Groothuis: Implementace procesně orientované péče. Případová studie. (str. 5-13)

V článku jsou popsány zkušenosti se zaváděním sys-

tému procesně orientované péče v univerzitní nemocnici v Maastrichtu v letech 2004 – 2007.

J. Jiménez-Chacón, M. Alvarez-Prieto: Modelování nejistoty na koncentrační škále. (str. 15-27)

Cílem modelování je určit závislost nejistoty měření na koncentraci. Pro závislost směrodatné odchylky na koncentraci byly navrženy různé modely, např. lineární, exponenciální či vícesložkový. Pro testování byla použita data z mezilaboratorní studie stanovení kovů (Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb, Zn) v přírodních vodách metodou plamenové atomové absorpční spektrometrie. Žádný z testovaných modelů nebyl shledán univerzálně použitelným. Problematickým bodem byla vysoká citlivost modelů k odlehlym hodnotám.

R. G. Visser: *Spolehlivost výsledků zkoušení způsobilosti pro kovy a ftaláty v plastech.* (str. 29-34)

Článek je určitou polemikou s dříve publikovaným článkem, ve kterém je zpochybněna použitelnost Horwitzovy křivky při vyhodnocení výsledků analýzy plastů. Přitom byla analyzována data z 15 mezilaboratorních porovnání. Autoři zmiňují jako jednu z možných příčin špatné reprodukovatelnosti nehomogenitu vzorků plastů. Tento problém je v článku podrobněji analyzován na příkladech stanovení kovů a ftalátů. V souladu s Horwitzovou křivkou byla prokázána poměrně těsná lineární korelace logaritmu směrodatné odchylky a logaritmu hmotnostního zlomku. V případě stanovení ftalátů je poukázáno na význam použité metody extrakce.

I. Mäkinen: *Použití odhadů nejistot dodaných účastníky zkoušení způsobilosti pro hodnocení jejich výsledků: pro a proti.* (str. 35-41)

Porovnání různých přístupů k vyhodnocování zkoušení způsobilosti ve Finském environmentálním institutu. Zkušenosti ukazují, že odhady dodané účastníky zkoušení způsobilosti se výrazně liší. Prozatím se doporučuje používat pro vyhodnocování z-skore a zeta-skore uvádět pouze pro informaci.

G. Nam, C.-S. Kang, H.-Y. So, J. Choi: *Vyhodnocení nejistoty pro opakovaná měření podle GUM, III: použití korelačního koeficientu.* (str. 43-47)

Byla odvozena nová rovnice pro odhad nejistoty při opakovaných měřeních, která využívá korelace mezi těmito měřeními.

J. S. Krouwer: *Six Sigma může být nebezpečný pro vaše zdraví.* (str. 49-52)

Six Sigma je populární program pro hodnocení kvality v klinických laboratorních studiích. Parametr sigma se vypočte jako (celková přípustná chyba – bias)/CV. Autoři upozorňují na to, že používání pouze jednoho parametru (sigma) pro hodnocení kvality může být problematické a nebezpečné pro pacienty. Doporučují využít dodatečných kritérií a komplexnější využití dat.

F. Behrens, M. Wloka: *IAF a ILAC systém hodnocení akreditačních orgánů.* (str. 53-61)

Uvedena organizační struktura IAF (International Accreditation Forum) a ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation), vztahy k jednotlivým akreditačním orgánům a dohody, kterými se řídí členství v těchto organizacích.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 2 / 2009

S. D. Rasberry: *Entropie v systémech kvality.* (redakční úvodník, str. 65-66)

Zamyšlení nad tím, zda se na systémy kvality dají aplikovat termodynamické zákony, zejména druhý termodynamický zákon. Zvýšení uspořádanosti systému lze dosáhnout pouze za cenu vynaložení energie. Autor tvrdí, že totéž alespoň kvalitativně platí i pro systémy kvality. Konceptuální problém vidí v tom, že není

uspokojivě definováno a kvantifikováno vynaložení lidské práce.

P. Eleftheriou, H. Papastefanou: *Jak měřit účinnost analytických měření.* (str. 67-71)

Jsou prezentovány výsledky projektu evropské unie zaměřeného na posouzení výkonnostních charakteristik různých metod používaných pro stanovení základních mikronutrientů v potravinách a vodě. Byla analyzována data od řady poskytovatelů programů zkoušení způsobilosti zahrnující výsledky více než 700 stanovení ve 168 laboratořích, vesměs evropských. Byly zjištěny významné rozdíly mezi používanými metodami a zařízením.

M. Thompson, K. Mathieson, L. Owen, A. P. Damant, R. Wood: *Vztah mezi akreditací a úspěšností při zkoušení způsobilosti.* (str. 73-78)

Statistickou analýzou se neprokázal vztah mezi akreditací (použitím akreditovaných metod) a úspěšností při zkoušení způsobilosti. Jako podklad sloužila data ze schématu zkoušení způsobilosti FAPAS zaměřeného na analýzu potravin.

T. Saito, T. Ikara, M. Koike, S. Kinugasa, Y. Fujimine, K. Nose, T. Hirai: *Nové schéma návaznosti pro referenční materiály persistentních organických polutantů využívající kvantitativní nukleární magnetické rezonance.* (str. 79-86)

Kvantitativní NMR nevyžaduje standardy a umožňuje prokázat návaznost na jednotky SI, proto byla použita pro kontrolu čistoty certifikovaných referenčních materiálů POP. Navržená metoda byla porovnána s metodami GC/FID, diferenční skenovací kalorimetrie a termické analýzy, přičemž bylo dosaženo srovnatelných hodnot nejistot.

S. Alves, M. M. Correia dos Santos, M. A. Trancoso: *Vyhodnocení nejistot měření při stanovení celkového obsahu kovů v půdách atomovou absorpční spektrometrií.* (str. 87-93)

Nejistoty byly odhadnuty pomocí vnitrolaboratorní studie z validačních dat a údajů z operativního řízení kvality s využitím dvou certifikovaných materiálů. Jsou diskutovány jednotlivé příspěvky k celkové nejistotě.

M. Solaguren-Beascoa Fernández, J. M. Alegre Calderón, P. M. Bravo Díez: *Použití adaptivní metody Monte Carlo v MATLAB pro vyhodnocení nejistot měření.* (str. 95-106)

Je uveden program v MATLAB pro výpočet nejistot metodou Monte Carlo včetně příkladů využití.

N. (K) M. Faber: *Pravidla v oblasti stanovení reziduí a dopingových analýz a riziko falešně pozitivní deklarace.* (str. 111-115)

Autor poukazuje na slabá místa při hodnocení přítomnosti zakázaných látek. Nejprve diskutuje charakteristiky analytických metod používaných v této oblasti (hlavně GC-MS a LC-MS) a dále ukazuje na neuspokojivou praxi při statistickém vyhodnocování výsledků.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 3 / 2009

P. De Bievre: Co je naší nejlepší měřenou veličinou, když měříme „něco“ v „něčem“? (redakční úvodník, str. 121-122, dokončení v č. 4, str. 177-178)

Při chemických měřeních se obvykle snažíme určit, kolik je určité substance (chemického prvku, chemické látky) v jiném, více či méně složitým materiálu (matrici). Ve skutečnosti měříme obvykle hmotnost. Principy měření hmotnosti a zajištění návaznosti těchto měření jsou dobře zvládnuty. Autor ovšem tvrdí, že primární měřenou vlastností je „počitatelnost“ (countability, numerosity) – měříme počet entit, např. počet atomů stanovovaného prvku. Pro chemii to není praktická veličina, museli bychom používat velká čísla (10^{23}). To, co měříme v chemii (s použitím vhodných kalibrátorů), je „obsah“ vyjádřený v mol/kg.

K. Jewell, H. Leach, C. Baylis: Odhady reprodukovatelnosti z vnitrolaboratorních testů robustnosti ve srovnání s odhady z mezilaboratorních pokusů pro šest mikrobiologických měření. (str. 123-137)

Popsán postup pro testování robustnosti šesti mikrobiologických zkoušek včetně metod statistického vyhodnocení, diskutovány možnosti využití výsledků pro odhad nejistot.

R. J. C. Brown, P. J. Brewer, D. J. L. Brett: Dlouhodobý rovnovážný potenciál a studie elektrochemické impedance Ag/AgCl elektrod používaných při měření pH Harnedovým článkem. (str. 139-145)

Studie prokázaly, že vlastnosti elektrod zůstávají po dlouho dobu stabilní a znatelněji se mění teprve po asi 200 dnech od výroby. Bylo prokázáno, že poškození je většinou způsobeno blokováním mikroporézní struktury elektrod. Byla navržena metoda pro sledování kvality elektrod.

M. Thompson, B. J. Coles: Příklady „charakteristických“ funkcí používaných pro vyjádření instrumentální preciznosti při chemických měřeních. (str. 147-150)

Byla navržena obecná funkce pro popis závislosti preciznosti (vyjádřené jako směrodatná odchylka) nebo nejistoty na koncentraci analytu. V této práci byla testována při stanovení Ba ICP-MS.

Y. C. Wong a kol.: Mezinárodní porovnání při stanovení kadmia a olova v rostlinách: pilotní studie CCQM-P97. (str. 151-158)

Studie se zúčastnilo 13 účastníků. Průměrná hodnota pro kadmium byla 0,3186 mg/kg (RSD=11,3%), pro olovo 1,650 mg/kg (RSD=11,0%). Nebyla pozorována závislost výsledků analýz na použité metodě, nicméně metoda hmotnostní spektrometrie s izotopovým ředěním je považována za metrologicky kvalitnější. V článku lze rovněž nalézt přehled hlavních příspěvků k nejistotě měření tak, jak byly identifikovány jednotlivými účastníky – převažuje preciznost měření poměrů izotopů.

L. Deldossi, D. Zappa: ISO 5725 a GUM: srovnání a komentář. (str. 159-166)

Srovnání přístupů k odhadu nejistot z pohledu statistika. Autoři varují před přístupem podle GUM zejména v případech, kdy počet vstupních veličin je nízký, poukazují na možné problémy a doporučují spíše empirický přístup podle ISO 5725.

P. Taylor, E. Bulska, S. Duta, N. Majce, E. Vassileva: TrainMiC®: program pro výuku metrologie v chemii. (str. 167-173)

Popsán tréninkový program pro výuku metrologie v chemii (koncept, struktura, výukové materiály) - viz též www.trainmic.org.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 4 / 2009

X. Fuentes-Arderiu a kol.: Srovnání nejistot měření LDL cholesterolu přímou metodou a nepřímým postupem podle Friedewaldovy rovnice. (str. 179-183)

Srovnávací studie byla provedena v devíti klinických laboratořích, byl měřen obsah cholesterolu, HDL a LDL cholesterolu a triglyceridů u 10 vybraných dospělých pacientů. Kombinovaná relativní nejistota při přímém stanovení byla 6,9 %, při odhadu s využitím Friedewaldovy rovnice pak 19,4 %. Je to dáno tím, že při výpočtu pomocí Friedewaldovy rovnice se akumulují nejistoty stanovení ostatních veličin používaných k výpočtu.

J. Bjerner, E. Theodorsson, E. Hovig, A. Kallner: Neparametrický odhad referenčního intervalu v malých ne-Gaussovských souborech. (str. 185-192)

Demonstrován způsob odhadu referenčních intervalů pomocí počítačové simulace.

P. I. Oja, T. T. Kouri, A. J. Pakarinen: Využití zákaznické zpětné vazby v univerzitní nemocniční laboratoři. (str. 193-197)

Provedena analýza zákaznické zpětné vazby s využitím záznamů z let 2001-2006 z laboratoře v nemocnici v Oulu, Finsko. Byla provedena klasifikace jednotlivých záznamů a neshod a byla zhodnocena nápravná opatření.

A. Drolc, M. Cotman: Integrace metrologických principů a vyhodnocení úspěšnosti ve zkoušení způsobilosti jako podpora direktivy 98/83/EC. (str. 199-205)

Zeta-skóre modifikované s využitím cílové nejistoty bylo navrženo pro vyhodnocování úspěšnosti při zkoušení způsobilosti. Tento postup má vyhovovat legislativním požadavkům.

J. Henri, P. Sanders, H. Lelievre, N. Cadieu: Implementace a posouzení systému managementu kvality ve výzkumu v laboratoři Francouzské agentury pro bezpečnost potravin: aplikace na studentské PhD práce. (str. 207-217)

Aplikace systémů managementu kvality ve výzkumu byly popsány jen zřídka, v článku je uveden příklad z výzkumné laboratoře Francouzské agentury pro bezpečnost potravin. Systém využívá prvků popsaných

v normách ISO 17025 a ISO 10006. Jsou zmíněny specifické problémy vyskytující se na akademické půdě, problémy však jsou údajně spíše psychologického charakteru. Je zdůrazněna důležitost zavádění systémů managementu kvality v oblasti výzkumu a to zejména v institucích vychovávajících doktorandy.

P. Van Eenoo, F. T. Delbeke: Odezva na článek N. M. Fabera: Pravidla v oblasti stanovení reziduí a dopingových analýz a riziko falešně pozitivní deklarace. (str. 219-221)

Polemika s článkem uveřejněným v č. 2. Autoři zpochybňují metodiku navrženou N. M. Faberem a poukazují na to, že nebyly vzaty v úvahu mnohé faktory spojené s vyhodnocováním výsledků měření, jako je vliv přípravy vzorků, vlivy vyhodnocování hmotnostních spekter a vlivy spojené s chromatografickou separací.

N. (K) M. Faber: Spravedlivější a účinnější dopingové testy založené na chromatografii s hmotnostně spektrometrickou detekcí. (str. 223-226)

Pokračování diskuse k předchozímu článku, jde především o interpretaci výsledků hmotnostně spektrometrických měření a jejich využití při kvalitativní analýze.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 5 / 2009

S. D. Raspberry: Úvahy o systémech kvality (redakční úvodník, str. 233-234)

Univerzální definice kvality neexistuje. Obchodníci mají tendenci považovat za kvalitní ty produkty, které zákazníci nakupují. Fyzikální definice kvality je založena na shodě s definovanými fyzikálními požadavky. I zde se ovšem uplatňují vágně definovaná kritéria, jako celkový design výrobku či uživatelská přívětivost. Systémy kvality se nejnadhěji aplikují tehdy, když od produktu očekáváme nízkou variabilitu. V případě chemických laboratoří jsou systémy kvality méně účinné, zabývá-li se laboratoř nerutinními analýzami, což jsou např. akademické, výzkumné či metrologické laboratoře.

M. Priel: Od GUM k alternativním metodám odhadu nejistot měření. (str. 235-241)

Je uveden přehled novějších postupů pro odhad nejistot měření. Lze rozlišit vnitrolaboratorní přístup a přístup založený na mezilaboratorních studiích. Vnitrolaboratorní přístup zahrnuje modelování podle GUM a využití vnitrolaboratorní validace. Je diskutována možnost kombinace obou přístupů.

H. J. Staines, L. Garcia-Fernandez, R. Pogohtata, P. S. Wallace, W. G. MacKay, A. M. Van Loon: Sledování diagnostického systému založeného na stanovení nukleových kyselin. (str. 243-252)

Navrženy statistické nástroje a ukazatele, které je

možno využít při externím řízení kvality v klinických laboratořích.

A. V. Harms: Nový přístup k hodnocení dat při zkoušení způsobilosti. (str. 253-261)

Nový postup kombinuje využití z-testu a zeta-testu a je porovnán s osmi jinými přístupy běžně používanými, nebo doporučenými ISO 13528. K porovnání byla použita reálná data získaná při měření radioaktivity ⁵⁵Nb.

S. Sannac, P. Fiscaro, G. Labarraque, F. Pannier, M. Potin-Gautier: Vývoj referenční měřicí procedury pro stanovení methylrtuti v rybích produktech. (str. 263-267)

Speciální metoda stanovení methylrtuti je založena na spojení kapalinové chromatografie s ICP-MS. Metoda byla validována s využitím certifikovaného referenčního materiálu a byla zpracována úplná bilance nejistot. Jako spolehlivá metoda pro stanovení methylrtuti je doporučována hmotnostní spektrometrie s izotopovým ředěním. Je popsán vývoj metody zahrnující extrakci vzorku, optimalizaci chromatografické separace a hmotnostně spektrometrickou detekci.

M. P. Urquiza, Y. Mitani, H. O. Nava Jaimez: Zkoušení způsobilosti při hodnocení komerčních IVD souprav pro měření glukózy a cholesterolu. (str. 269-271)

Mezilaboratorní porovnání se uskutečnilo v Mexiku a bylo zaměřeno na porovnání různých IVD (in vitro diagnostic) souprav používaných v rutinních laboratořích. Referenční hodnoty byly určeny pomocí GC-MS.

D. C. de Graf a kol.: Poznatky z prvního mezinárodního zkoušení způsobilosti při detekci spor včelího patogenu Paenibacillus larvae. (str. 273-276)

Vzorky medu byly distribuovány do 12 laboratoří, byl zjištěn velký podíl nevyhovujících výsledků. Pilotní studie měla sloužit spíše ke zlepšení organizace dalších mezilaboratorních porovnání.

Pavel Janoš

6 Informace

Vážení členové EURACHEM-ČR, k tomuto Zpravodaji je přiloženo jako „vánoční dárek“ CD s publikací Metrologická terminologie v klinické a analytické laboratoři - viz článek 4. Přejeme vám všem hodně úspěchů a zdraví v novém roce 2010, kdy se s vámi rádi setkáme na některé z dalších akcí EURACHEM-ČR

Výbor EURACHEM-ČR

Zpravodaj EURACHEM-ČR. Vydalo sdružení EURACHEM-ČR jako neprodejnou publikaci pro potřebu svých členů. Pro tisk připravil J. Vilímec.

Adresa redakce: * EURACHEM-ČR, Ústav analytické chemie, VŠCHT, Technická 5, 166 28 Praha 6

☎ 220 414 224 (tajemník výboru), E-mail: sekretariat@eurachem.cz, Internet : www.eurachem.cz

Číslo 45/2009 vyšlo 28.12.2009

Zpravodaj45fin.doc