



1 Kam kráčí EURACHEM? / Co nového v EURACHEM?

Letos EURACHEM vstupuje do třetího desetiletí své existence a já jsem se popáté zúčastnil zasedání vrcholného orgánu – Valného shromáždění, které tento rok proběhlo poslední květnový týden na jižním předměstí Kodaně. I přes tento „věkový“ nepoměr se pokusím nastínit směr dalšího vývoje. Hned v úvodu je pro mne potěšením vás informovat, že směřování celého EURACHEM bude v nejbližších dvou letech do značné míry ovlivňovat Česká republika. Hned v úvodu Valného shromáždění převzal na dva roky předsednické otěže M. Suchánek, tajemníkem a pokladníkem byl zvolen I. Koruna. Důvěra v českou organizaci EURACHEM-ČR nás velmi těší a na druhou stranu i výrazně zavazuje. Již poněkoli káté byl hlavním diskusním tématem flexibilní rozsah akreditace a jak a jestli vůbec EURACHEM do této oblasti může přispět. Vzhledem k rozdílnému používání této možnosti v různých evropských zemích ani tentokrát nebyl učiněn jednoznačný závěr o působení EURACHEM v této oblasti. O aktivitách jednotlivých pracovních skupin se můžete dočíst podrobněji v dalším příspěvku v tomto čísle Zpravodaje, tak jen velmi stručně

informace. V nejbližší době završí svou několikaletou činnost vydáním nových dokumentů pracovní skupiny věnující se měření nejistoty, zkoušení způsobilosti a vzdělávání. Svou činnost, díky novým koordinátorům, obnovuje validační pracovní skupina a skupina zaměřená na kvalitativní analýzu. V obou těchto oblastech by tvorba nových či revize stávajících dokumentů byla velmi užitečná. Na pozicích předsedů několika pracovních skupin dochází ke generační výměně a tak se otevírají nové směry působení. Je pro mne velkou ctí, že v této stále životem pulsující organizaci mohu zastupovat Českou republiku a působit v několika jejích výborech.

David Milde

2 Zajištění kvality výsledků zkoušek – kolik stojí velkou akreditovanou laboratoř?

Odbor vodohospodářských laboratoří Povodí Labe, státního podniku patří mezi velké akreditované vodohospodářské laboratoře. Skládá se ze dvou samostatně akreditovaných provozoven s celkovým počtem cca 60 pracovníků. Rozsah akreditovaných zkoušek je velmi široký a zahrnuje mnoho desítek zkušebních metod zejména z oblasti chemických, hydrobiologických a mikrobiologických zkoušek včetně vzorkování různých matric (voda, pevné matrice, biota). Roční kapacita laboratoře se pohybuje cca kolem 20 000 vzorků, což odpovídá cca 350 000 až 400 000 jednotlivých stanovení. Laboratoř se podílí na státním i mezinárodním monitoringu povrchových vod a sedimentů i na monitoringu odpadních vod, přičemž velkou část kapacity představují externí komerční zakázky. Vedle toho zajišťují laboratoře řadu vnitropodnikových zakázek a zabezpečují provoz 5 monitorovacích stanic kvality vody na Labi a Jizeři. V laboratoři je provozován dlouhodobě budovaný systém managementu kvality, se kterým mají pracovníci laboratoře bohaté a dlouhodobé zkušenosti.

Zabezpečování kvality zkoušek je tak trvale a dlouhodobě nedílnou součástí života laboratoře. Zahrnuje nejrůznější nástroje kontroly a řízení procesu tvorby laboratorních dat. Systém je budován jak z hlediska vnitřního pohledu do laboratoře, neboť poskytuje jasné signály o fungování laboratoře a upevňuje pocit vlastní jistoty a důvěry v práci laboratoře

U vnitř čísla

- 1 Kam kráčí EURACHEM? / Co nového v EURACHEM?**
- 2 Zajištění kvality výsledků zkoušek – kolik stojí velkou akreditovanou laboratoř?**
- 3 Kvalimetrie 16**
- 4 Valné shromáždění EURACHEM 2010**
- 5 Nová verze Metodického listu 4 Terminologie vzorkování**
- 6 Accreditation and Quality Assurance**
- 7 Informace**

i jejích částí, tak i z vnějšího pohledu, neboť umožňuje porovnání výsledků práce laboratoře s jejím okolím a je základem prokázání srovnatelnosti dat. Znamená tak velký přínos pro uspokojování potřeb zákazníků a ve svém důsledku pak přináší i celkový úspěch laboratoře. V neposlední řadě je vybudovaný systém zabezpečování kvality analytických výsledků jako nutná podmínka akreditačního procesu trvale připraven na dozorové návštěvy a audity akreditačních či dozorových orgánů (Český institut pro akreditaci, Státní úřad pro jadernou bezpečnost, ...).

Systém managementu kvality v sobě zahrnuje všechny prvky, dané příslušnými normami a metodickými pokyny a je zpravidla tvořen několika úrovněmi opatření. Běžnou součástí zkušebního procesu je práce s kalibračními a kontrolními standardy sloužící k „sebekontrolé“ jednotlivých metod i pracovníků. Samozřejmostí je provádění opatření vnitřní kontroly laboratoře formou pravidelných interních auditů pokrývajících všechny oblasti příručky kvality a přezkoumání systému managementu vedením. Opatření vnější kontroly, kam patří zejména mezilaboratorní porovnávání zkoušek (MPZ) a interkalibrace, slouží k ověření platnosti poskytovaných analytických výsledků a vzájemnému porovnání s ostatními zúčastněnými laboratořemi na národní i mezinárodní úrovni. Pro zajištění metrologické návaznosti výsledků je nutné pravidelné provádění kalibrací a ověřování přístrojů (stanovených měřidel) akreditovanými kalibračními laboratořemi nebo Českým metrologickým institutem. Nejen pro naplnění požadavků akreditačního procesu je nutné průběžné vzdělávání personálu laboratoře, které mimo jiné napomáhá udržení rozhledu a odborné úrovně pracovníků v dnešní hektické době, kdy jsme svědky bouřlivého rozmachu analytické instrumentace i průběžně se měnících požadavků na práci laboratoří a na zajištění kvality. Pro laboratoř s dobře založeným a funkčním systémem zabezpečení kvality by neměl být problém získání či obhájení akreditace (ČIA), autorizace (např. v oblasti působnosti atomového zákona či v oblasti ochrany ovzduší) nebo personální certifikace (vzorkování odpadů).

Celá problematika má samozřejmě i svůj ekonomický rozměr, neboť nic není zadarmo a zabezpečení kvality práce v laboratoři není levnou záležitostí. Na jedné straně laboratoř chce a musí řadu věcí zajistit, na druhou stranu nemá zájem zbytečně vydávat peníze a zvyšovat své náklady. Proto se velké laboratoře musí trvale zabývat ekonomickými otázkami, což se týká i managementu kvality. Náklady na zajištění kvality výsledků lze zjednodušeně rozdělit do tří skupin. Jsou to:

- snadno vyčíslitelné náklady: např. náklady na proces akreditace, účast v MPZ, provádění externí kalibrace přístrojů, vzdělávání personálu, nákupy standardů a CRM
- obtížně vyčíslitelné náklady: není jednoduché kalkulovat náklady na provádění vnitřní kontroly a s tím spojený čas personálu, náklady na chemikálie,...

- náklady, které je prakticky nemožné vyčíslit či kalkulovat: lidský faktor (úsilí pracovníků, nadřízených, vložené úsilí do budování okruhu zákazníků a jejich osvěty).

Toto rozdělení je základním zjednodušením, ve skutečnosti je celá situace komplikovanější, neboť jednotlivé části systému či položky jsou provázány, a tak např. zvýšení nákladů ad a) vždy vyvolá zvýšení nákladů ad b) i ad c).

V našich laboratořích se snažíme dlouhodobě sledovat náklady na zabezpečení jakosti, takže na základě našich poznatků můžeme odhadnout průměrné roční náklady na jednotlivé oblasti zabezpečení kvality:

- akreditace, pravidelné či mimořádné dozorové návštěvy apod. - cca 90.000.-120.000 Kč
- účast v MPZ (tj. 30-40 MPZ) - cca 150.000 – 200.000 Kč
- standardy - cca 150.000 – 200.000 Kč
- externí kalibrace - cca 50.000 Kč
- externí školení personálu - cca 50.000 Kč.

Je patrné, že se roční náklady na zabezpečení jakosti pohybují v řádu statisíců. Při pohledu na tato čísla asi každého, nejen podnikového ekonoma, napadne, zda lze tyto náklady optimalizovat, resp. zda lze jejich část ušetřit. Odpověď zní, že zpravidla ano, i když pouze v určitých mezích. Jako příklad možných úspor bez dopadu na kvalitu lze uvést:

- volbu vhodných MPZ – není nutné zúčastnit se všech nabízených MPZ, nutno rozlišovat a volit jen ty pro laboratoř potřebné, resp. vhodné pro zvyšování prestiže
- volbu pořadatele MPZ – dnes již existuje konkurence mezi pořadateli MPZ, která obecně přinesla zvýšení kvality nabízených MPZ a také stagnaci či někdy dokonce snižování poplatků za účast v MPZ
- volbu externí × interní kalibrace – opět nutné optimalizovat, řada úkonů se dá provádět „levněji“ vlastními silami v rámci laboratoře (mezikalibrační kontrola objemů, navazování „obyčejných“ teploměrů na kalibrovaný teploměr apod.) a jenom na něco je nutno zajistit externí subjekt
- vzdělávání pracovníků externě × interně – na odbornou akci nemusí jít pět pracovníků, ale stačí jeden, který ostatním zájemcům předá k dispozici sborník a podělí se s nimi o získané poznatky, resp. je proškolení
- volba dodavatelů standardů – na trhu je jich dnes celá řada, každý má svou cenovou politiku, svá specifika, své slevové akce, a tak je možné vhodně načasovat nákup či se předzásobit. Kvalita standardů od různých dodavatelů bývá přitom srovnatelná, i když i zde existují výjimky a příliš nízká cena bývá podezřelá a pro laboratoř riskantní
- optimální standardní pracovní postupy – optimalizací například používaných objemů drahých činidel nebo množství CRM lze ušetřit významné prostředky, samozřejmě musí zůstat zachován princip metody a nesmí se zhoršit její provozní charakteristiky.

Na čem se naopak nedá ušetřit prakticky vůbec nebo jen velmi omezeně, jsou právě procesy akreditace, autorizace či personální certifikace. Zde lze ušetřit jen optimalizací rozsahu akreditovaných metod, ale obvykle chceme, potřebujeme či dokonce musíme akreditovat všechny běžně používané metody, takže zde mnoho prostoru pro úspory není. Jistou možností se zdá i spojení samostatně akreditovaných provozoven pod jeden celek, tj. pod jedno osvědčení, což je poslední dobou zjevný trend u velkých organizací. Ekonomicky tato varianta vychází jistě levněji, objevuje se však řada organizačních a administrativních otázek při soužití různých částí laboratoře často velmi vzdálených pod jednou „akreditační střechou“.

Důležitým nástrojem pro zabezpečení kvality výsledků zkoušek a průběžné ověřování platnosti a pravdivosti výsledků laboratoře jsou mezilaboratorní porovnávání zkoušek. Také akreditační orgán vyžaduje průběžnou a pokud možno úspěšnou účast v MPZ, ať již před posouzením, kdy se vyžaduje 1× úspěšná účast v jedné hlavní oblasti, tak i v období mezi posouzeními, kdy se vyžadují 1× ročně úspěšná účast pro všechny hlavní oblasti a významné typy zkoušek. K tomu bych rád dodal, že laboratoře by se neměly účastnit MPZ kvůli přání akreditačního orgánu, ale hlavně kvůli svým vlastním zájmům a důvodům, zejména kvůli přezkoušení své vlastní úrovně a výkonnosti. U velkých laboratoří včetně té naší je samozřejmostí účast v řadě hlavních oblastí (matric), aby bylo pokryto celé spektrum zkoušek a sledovaných matric (vody, půdy/zeminy, kaly, sedimenty a odpady, biota,...). Trvale důležité jsou mikrobiologické a hydrobiologické MPZ, které mají svá specifika s často odlišným přístupem od chemických zkoušek.

Jiným typickým rysem velkých laboratoří je účast ve velkém počtu MPZ. Je to dáno velkým rozsahem zkoušek, velkým počtem analytů a řadou hlavních oblastí působnosti. Z toho pak vyplývá velký počet kombinací analyt × matrice × zkušební postup. V současné době se již také pořádají MPZ na oblast vzorkování různých typů vody i pevných matric, což je další obohacení, ale i komplikace v této oblasti. Vzhledem k obsáhlosti celé problematiky MPZ ve velké laboratoři je nutné upřesnit její technicko-organizační rozměr. V interním předpisu laboratoře musí být jasně určeny kompetence (kdo o čem může rozhodnout), popsána příslušná administrativa (kdo co zajišťuje a provádí) a definován postup organizace práce, tzn. jak probíhá vlastní zkoušení i hodnocení účasti. Velký počet MPZ má samozřejmě i významný ekonomický rozměr, znamená pro laboratoř značné přímé a nepřímé náklady a musí být navázán na kapacitu laboratoře – pro méně frekventované zkoušky není nutná tak vysoká frekvence účastí v MPZ jako u těch nejfrekventovanějších.

Při výběru vhodného MPZ se musí přihlížet k jeho obsahu, zaměření a kvalitě pořadatele MPZ. Dnes již v oblasti MPZ pro některé matrice panuje konkurence více organizátorů, což má příznivý dopad nejen na kvalitu nabízených programů, ale i na nabízené ceny účastí. Řada

projektů zadávaných ze strany státních institucí či orgánů i jiných významných zadavatelů vyžaduje povinnou účast ve vybraných MPZ, na což je samozřejmě nutné přistoupit jako na požadavek zákazníka. Také při pořizování dat pro rozsáhlé databáze je nutné, aby se všichni dodavatelé úspěšně účastnili stejných předepsaných MPZ, což je jeden ze základních předpokladů zabezpečení kvality a srovnatelnosti dat. MPZ dnes mají i mezinárodní rozměr. Pravidelně a dlouhodobě se účastníme např. MPZ za účasti českých i německých laboratoří zapojených do Mezinárodního programu měření Labe v rámci činnosti Mezinárodní komise pro ochranu Labe. Německé laboratoře řeší obdobné problémy jako naše a spolupráce v této oblasti vždy napomáhala v bourání bariér a posilování vzájemné důvěry mezi laboratořemi, které musí společně řešit otázku kvality vody ve velkém mezinárodním povodí. Další rozšíření mezinárodních MPZ přinesl vstup ČR do EU, s nímž začala účast v různých evropských projektech požadujících účast v „evropských“ MPZ. Pro laboratoře zabývající se analýzami hydrosféry má pak velký význam realizace Rámcové směrnice o vodní politice 2000/60/ES, která se zabývá hodnocením hydrosféry v hlavních evropských povodích. Z jejího hesla „Voda nezná hranic“ pak vyplývá, že ani „výsledky analýz hydrosféry neznají hranic“ a tudíž dodavatelé analytických dat pro tato hodnocení musejí procházet celoevropskými MPZ, které jsou obecně akceptovány a uznávány. Zahraniční MPZ musí laboratoř volit i v tom případě, že neexistuje tuzemský pořadatel porovnání pro některý speciální ukazatel či matici, což je častý případ u řady nově sledovaných organických polutantů (pesticidy, léčiva,...)

Z hlediska plnění akreditačních kritérií pak představuje velký problém opakovaná neúspěšná účast či opakovaná neúčast v MPZ nebo dokonce absence nápravných opatření. Někdy jsou definice těchto pojmů nejednoznačné a umožňují jejich různý výklad. Zde je třeba dbát na omezení rizika posunu role MPZ z „vnější kontroly“ na „vnější přezkušování“. Pro některé laboratoře se pak MPZ stává jen prostředkem pro získání dokladu o úspěšné účasti, čímž samozřejmě ztrácí MPZ svůj původní smysl. Těžištěm by vždy měl zůstat proces porovnání zkoušení. Velký tlak na dosažení úspěšných výsledků někdy vede i k negativním jevům (nestandardní provádění analýz tzn. přílišná péče jejich provádění, což může být často spíše kontraproduktivní, „opisování“ a sladování výsledků mezi laboratořemi, volba MPZ s mírnými kritérii...). Je na odpovědnosti každé laboratoře, jak se k těmto jevům postaví a do jaké míry správně chápe význam MPZ pro celou laboratoř, nejen pro splnění požadavků akreditačních orgánů. Úspěšnost v MPZ přitom může být velmi relativním pojmem, měl by to být signál o fungování příslušných analýz, nikoliv konečný ortel o schopnosti či neschopnosti pracovníků. Pečlivě je také nutné zvažovat dopady na hodnocení pracovníků či celé laboratoře, především při výjimečném neúspěšném výsledku.

Úspěšnost v MPZ přitom může být velmi relativním pojmem, měl by to být signál o fungování příslušných analýz, nikoliv konečný ortel o schopnosti či neschopnosti

pracovníků. Pečlivě je také nutné zvažovat dopady na hodnocení pracovníků či celé laboratoře, především při výjimečném neúspěšném výsledku.

Při hodnocení nákladovosti MPZ se musí kromě přímých nákladů představujících platbu pořadateli za účast brát v úvahu také vlastní náklady laboratoře na zpracování, event. transport a administrativu vzorků z MPZ (personální náklady, materiál, strojový čas přístrojů a s tím spojený výpadek kapacity). V případě neúspěšné účasti pak k tomu přibývají náklady na dohledání příčin neúspěchu, případný ekonomický dopad neúspěchu v MPZ (ztráta zakázek) a v tom nejhorším případě i ekonomický dopad neplnění akreditačních kritérií. Systém zabezpečení kvality laboratoře proto musí být vyladěný tak, aby neúspěšných účastí v MPZ bylo co nejméně, i když při obrovském rozsahu analyzovaných ukazatelů a matic se občasné neúspěchy nikdy nedá vyloučit.

Na otázky související s ekonomickou efektivitou zajištění kvality výsledků zkoušek neexistují jednoduché odpovědi, řadu okruhů s tím spojených lze jen velmi obtížně optimalizovat či u nich dokonce výrazně snižovat náklady. Laboratoře často slýchají otázku, zda se náklady na zabezpečení kvality či na akreditaci vyplatí, zda to nejsou zbytečné vícenáklady. Tato otázka je však počátkem 21. století irelevantní, neboť kvalitní laboratoře nemají v současnosti jinou možnost. Systém managementu kvality je dnes nedílnou součástí života každé seriózní laboratoře a nedílnou součástí procesu získávání dat. V oblasti sledování životního prostředí to platí dvojnásob, neboť si musíme uvědomit jak velký plošný dopad a mezinárodní rozměr péče o životní prostředí, tak velké prostředky, které se vynakládají na opatření ke jeho udržení či zlepšení. Výsledky laboratoří tvoří datovou základnu pro tyto rozhodovací procesy, pro hodnocení stavu i prognózování vývoje, pro návrhy opatření a vyhodnocování jejich účinnosti. Peníze vložené do získání kvalitních dat o životním prostředí jsou proto dobrou investicí, neboť absence těchto dat či špatná kvalita může mít velké ekologické i ekonomické dopady. A nic na tom nezmění ani dnešní skutečnost, kdy se začíná objevovat nový trend ze strany zadavatelů a kdy jediným kritériem pro výběr dodavatelské laboratoře bývá nejnižší nabídková cena a kdy kvalita jde tak trochu stranou. Tito zadavatelé však zapomínají na léty ověřenou skutečnost, že podezřele nízká cena bývá často spojena i s podezřele nízkou kvalitou.

Jiří Medek

Povodí Labe, státní podnik Hradec Králové,
odbor vodohospodářských laboratoří

3 Kvalimetrie 16

Kvalimetrie 16 „Statistické metody v metrologii a analytické chemii“ je zatím poslední z řady příruček KVALIMETRIE, které EURACHEM-ČR vydává. Příručka obsahuje přehled statistických metod, které se využívají v chemických laboratořích, a je doplněna příloženým CD se šablonami a řešenými příklady různých

statistických postupů s využitím programu MS-EXCEL. Excelové sešity jsou otevřené a mohou být využity při řešení obdobných problémů. Pro validaci zmíněných sešitů na jiných počítačích jsou přiloženy výsledky příkladů v textových rámečcích.

Pro chemické a biochemické laboratoře jsou nejdůležitější kapitoly o nejistotách, hodnocení závislosti mezi proměnnými, validace měřicích postupů a optimalizační metody. Významnou součástí příručky je kapitola o používání referenčních materiálů při řízení kvality.

Příručka Kvalimetrie 16 vznikla v rámci projektu PRM VII/18/09 Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví a INGO LA 09014 MŠMT.

Autor tohoto příspěvku a zároveň autor Kvalimetrie 16 věří, že příručka dojde širokého uplatnění v chemických a klinických laboratořích. EURACHEM-ČR zorganizoval k této příručce seminář, který se bude konat 8. září na VŠCHT v Praze. Přihlášku na seminář najdete na webových stránkách EURACHEM-ČR a ČIA.

Miloslav Suchánek

4 Valné shromáždění EURACHEM 2010

Ve dnech 27. a 28. května se v hotelu Niels Juel v městečku Køge (jižní předměstí Kodaně) konalo 26. zasedání Valného shromáždění EURACHEM. Ve stejném týdnu probíhala na stejném místě jednání několika pracovních skupin a před a po Valném shromáždění se sešel výkonný výbor. Samotného Valného shromáždění se zúčastnilo 33 zástupců členských států a pracovních skupin. Po přivítání účastníků jsme jednání zahájili vzpomínkou na dlouholetého polského delegáta a aktivního člena pracovní skupiny Education & Training, prof. Zbigniewa Dobkowského, který nás minulý rok náhle a neočekávaně navždy opustil. Po schválení agendy došlo k předání předsednictví Miloslavu Suchánkovi a volbě nových členů vedení a výkonného výboru. Novým místopředsedou byl jednohlasně zvolen Bertil Magnusson ze Švédska, novou členkou výkonného výboru Eugenia Eftimie-Totu z Rumunska a pokladníkem a tajemníkem v jedné osobě Ivan Koruna (dlouholetý člen a hospodář výboru EURACHEM-ČR). Již standardní částí jednání byly informace o činnosti jednotlivých národních organizací a stručné informace z dalších organizací, namátkou vybírám ILAC, EUROLAB, European Accreditation či ISO-REMCO. EURACHEM-ČR patří i nadále mezi nejaktivnější národní organizace a je snad jedinou nezávislou pobočkou se samostatnou právní registrací. Nedořešenou otázkou zůstává strategický plán pro další pětileté období. Jeho dopracováním se bude zabývat výkonný výbor na podzimním jednání v Praze. Jako celá řada dalších organizací i EURACHEM se potýká s problémem výběru členských příspěvků. V loňském roce částku 400 euro zaplatilo pouhých 15 zemí a tento neuspokojivý stav je nutné přičíst na vrub laxního přístupu k práci ze strany předchozího tajemníka. I z tohoto důvodu byla zřízena pozice pokladníka,

stanovena detailnější pravidla pro hospodaření se společnými prostředky a hlasováním schváleny „postihy“ pro neplatící členské státy.

Jak už bylo zmíněno v úvodním článku tohoto Zpravodaje, náplní diskusního fóra bylo možné zapojení EURACHEMu do tématu flexibilního rozsahu akreditace. Valné shromáždění požádalo E. Bakease a M. Golzeho, aby detailněji rozpracovali, v čem by EURACHEM v této oblasti mohl být přínosem. Dále bych vás rád seznámil s výsledky práce některých pracovních skupin. Skupina Education & Training na svém jednání, které předcházelo Valnému shromáždění, schválila definitivní podobu dokumentu, který by měl laboratorům pomoci s výkladem některých definicí z Mezinárodního metrologického slovníku (VIM 3), jehož český překlad vyšel jako TNI 010115. Po schválení dokumentu delegáty Valného shromáždění, které by mělo proběhnout ještě letošní rok elektronicky, začneme pracovat na jeho překladu do češtiny. Pracovní skupina Nejistota měření a návaznost dolaďuje revidovanou verzi „příručky nejistot“, která by měla být dokončena začátkem příštího roku. Z nových témat bych rád upozornil na zpracování vyhodnocení nejistot v blízkosti meze detekce a praktické implementaci simulační metody Monte Carlo do vyhodnocování nejistot. S vydáním tohoto revidovaného dokumentu bude spojen mezinárodní seminář. O jeho konání budeme informovat na webových stránkách www.eurachem.cz. Ke schvalovací proceduře je dokončován i text pracovní skupiny věnující se zkoušení způsobilosti pod názvem „Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes – 2010“. Také byla dokončena práce na novém „letáčku“ či metodickém listu pod názvem Zkoušení způsobilosti – preanalytické a postanalytické užití. Jeho anglická verze je již nyní ke stažení na www.eurachem.org. Je připraven i český překlad a po jeho grafické úpravě bude zveřejněn na našich webových stránkách (www.eurachem.cz).

EURACHEM již několik let čelí výzvě rapidního rozvoje bioanalytických metod. Hledáme odborníky, kteří by se chtěli zapojit do pracovní skupiny zabývající se kvalitou výsledků v této oblasti. Pokud by mezi čtenáři tohoto Zpravodaje byl zájemce či zájemkyně o práci v této skupině, necht' se laskavě obrátit na autora příspěvku.

Kompletní agenda Valného shromáždění i výkonného výboru je v elektronické podobě k dispozici u autora tohoto příspěvku. Českou republiku letos reprezentovali čtyři zástupci, přičemž účast tří byla hrazena z grantových prostředků MŠMT. I přes nelehkou ekonomickou situaci v Evropě se organizátorům podařilo ve stejném týdnu uspořádat dvoudenní workshop na téma „Analytical results for decisions!“. Mezi necelou čtyřicítkou účastníků však nebyl nikdo z ČR. Hladký průběh a vytvoření přátelské atmosféry díky dánským organizátorům je výzvou pro ruskou pobočku EURACHEM, která se nabídla uspořádat Valné shromáždění v roce 2011 v Moskvě.

Poděkování za finanční podporu grantovým projektům INGO (LA 311, LA 312 a LA 09014).

David Milde

5 Nová verze Metodického listu 4 Terminologie vzorkování

Před třemi lety vyšlo první vydání Metodického listu EURACHEM-ČR *Terminologie vzorkování*. Byl to čtvrtý Metodický list v této edici a jednalo se o vskutku pionýrský čin českých odborníků zabývajících se vzorkováním, kteří shrnuli zásady terminologie této oblasti. Vývoj terminologie v oblasti metrologie prošel od té doby zásadní změnou publikací třetího vydání Mezinárodního metrologického slovníku a jeho překladu TNI 01 0115:2009, jako se o tom zmiňuje Metodický list č. 2 této edice. I terminologii vzorkování bylo třeba novelizovat vzhledem k tomuto vývoji a skutečnosti, že jsme vydali v roce 2008 Kvalimetrii 15, která zahrnuje vydání překladu mezinárodní příručky *Nejistota měření vyplývající z odběru vzorků*, ve které jsme museli dále pokročit v hledání českých ekvivalentů z oblasti vzorkování. V neposlední řadě bylo nutno ve zmíněném Metodickém listu nahradit odkazované normativní dokumenty novými, zcela přepracovanými verzemi. Verze 2010 Metodického listu č. 4 EURACHEM-ČR *Terminologie vzorkování* je již vystavena na webových stránkách EURACHEM-ČR na známé adrese www.eurachem.cz v sekci PUBLIKACE a je, podobně jako ostatní Metodické listy, volně ke stažení ve formě pdf souboru.

Zbyněk Plzák

6 Accreditation and Quality Assurance 6 – 10 / 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. 6 / 2009

P. De Bievre: Akreditace (chemických) laboratoří, to je též implementace metrologických principů při (chemických) měřeních (redakční úvodník, str. 293-294)

Příspěvek mj. zdůrazňuje význam metrologického slovníku VIM3, jehož přijetí je jednou z podmínek vzájemného uznávání výsledků zkoušek na mezinárodní úrovni.

G. Price, P. De Bievre: Jednoduché principy metrologie v chemii: identifikace a počítání. (str. 295-305)

Základními úkoly analytické chemie jsou identifikace látek a kvantifikace. Autoři se zamýšlejí nad základními pojmy kvalitativní a kvantitativní analýzy, např. nad významem spojení „množství látky (substance)“. Kvantitativní měření je založeno na počítání a použití měřítka. Autoři diskutují různé způsoby počítání, rozdíl mezi ordinálními a kardinálními čísly a Helmholtzovu analýzu měření.

A. V. Harms: Vizualizace výsledků zkoušení způsobilosti pomocí grafu Kiri. (str. 307-311)

Pro vyhodnocení výsledků mezilaboratorních porovnání

ní se použijí tři kritéria – relativní nejistota, z skóre a zeta skóre, pomocí nichž se sestrojí nový typ grafu nazvaný *Kiri plot*. Demonstrováno na příkladě měření radioaktivity ^{95}Nb .

M. Schalles: Balance nejistot při měření teploty s využitím tříbodového černého tělesa. (str. 313-317)

Článek popisuje realizaci černého tělesa jako standardu pro měření teploty, referenčními body jsou body tání cínu, zinku a hliníku. Je uveden model pro výpočet nejistoty měření a diskutovány příspěvky k celkové nejistotě měření.

*M. Cotman, A. Drolc, T. Tišler: Mezilaboratorní studie toxicity odpadních vod s využitím *Daphnia magna*. (str. 319-327)*

Prezentovány výsledky několika mezilaboratorních porovnání organizovaných ve Slovinsku v posledních sedmi letech. Toxicita byla testována pomocí *Daphnia magna* podle ISO 6341. Bylo mj. zjištěno, že na výsledky testů nemá významný vliv původ organismů použitých při zkoušce (pěstované v laboratoři vs. Daphtoxkit).

X. Lu, H. Li, F. Meng, J. Ji: Zavedení systému hodnocení kvality referenčních materiálů. (str. 329-332)

Popsán systém hodnocení kvality referenčních materiálů zavedený Čínským národním metrologickým institutem, též koncept určení nejistoty v souladu s GUM.

K. Faber: O nepřijatelné praxi v dopingové kontrole. (str. 341)

Kritika (spíše z pohledu obhájce) praktik při dopingových kontrolách, kdy hodnocení výsledků údajně není založeno na vědeckých podkladech.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 7 / 2009

P. De Bievre: Požadovaná kvalita měření musí být zajištěna před měřením nebo během něj, ne po něm (to už může být pozdě). (redakční úvodník, str. 351-352)

Metrologický slovník VIM3 pracuje s pojmem cílová nejistota měření, který je užitečný jak pro analytiku, tak pro uživatele výsledků. Tato nejistota může být použita při rozhodování o tom, zda výsledky budou vhodné pro zamýšlený účel. Autor zdůrazňuje, že veškeré tyto úvahy je třeba dělat před vlastním měřením. Žádný způsob dodatečného zpracování již existujících výsledků nemůže zlepšit jejich kvalitu.

R. Willink: Role směrodatné odchylky při analýze dat z měření. (str. 353-358)

Podrobná statistická analýza veličiny s , její definice a použití při odhadu nejistot.

N. Poposki, N. Majcen, P. Taylor: Hodnocení veřejných nákladů na metrologii a ekonomických parametrů. (str. 359-368)

Analýza nákladů na financování metrologické infrastruktury z veřejných zdrojů. Jsou zhodnoceny přínosy pomocí ekonomických indikátorů kvality života, použita data z řady evropských zemí.

V. B. Bokov: Regresní modelování měření pomocí počítačové simulace. (str. 369-379)

Navrhovaný přístup kombinuje počítačovou simulaci s fyzikálním experimentem.

C. Tessini, C. Mardones, L. Rival, D. von Baer: Nejistota měření při stanovení šikimové kyseliny v červených vínech z Chile. (str. 381-387)

Šikimová kyselina byla stanovena HPLC metodou iontové výluky (kolona Aminex, mobilní fáze 5 mmol/l H_2SO_4 , UV detekce při 210 nm), jako hlavní zdroje nejistot byly identifikovány: příprava roztoku kyseliny šikimové, kvantifikace pomocí kalibrační křivky a zejména preciznost měření. Rozšířena nejistota byla pro různá vína v rozmezí 2,6 – 8,5 %. Vína z Chile (Carmenere, Shiraz, Pinot Noir) byla porovnána s tradičními varietami, jako Cabernet Sauvignon nebo Merlot. Nejnižší koncentrace šikimové kyseliny byly v Pinot Noir: 7 – 14 mg/l s rozšířenou nejistotou 8,5 %.

W. Bich: Odhady při opakovaných měřeních. (str. 389-392)

Pokračování diskuse na téma zpracování výsledků opakovaných měření, prezentován podrobný statistický model.

D. Armbruster: Ná vaznost měření a výrobci IVD v USA: metrologické aspekty. (str. 389-392)

Informace o aplikaci metrologických principů v oblasti výroby IVD (in vitro diagnostic) v USA, předpisy a zodpovědné orgány v této oblasti, vztah k předpisům platným v Evropě.

N. (K.) M. Faber: Validace specifčnosti v dopingové kontrole: problémy a perspektivy. (str. 399)

Autor tvrdí, že metody používané při dopingové kontrole nejsou dostatečně validovány z hlediska specifčnosti, tedy schopnosti detekovat pouze sledovanou látku. Zmiňuje případ zkoušky na metandienon využívající hmotnostně spektrometrické identifikace. Navrhuje nahrazení současné subjektivní (vizuální) interpretace spekter objektivním počítačovým vyhodnocováním.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 8-9 / 2009

B. Brookman, A. Menditto, M. Patriarca: Všechny cesty vedou do Říma: workshop o zkoušení způsobilosti. (redakční úvodník, str. 409-410)

Workshop EURACHEM o zkoušení způsobilosti se konal v říjnu 2008 v Římě a byl zaměřen zejména na nové standardy v oblasti zkoušení způsobilosti a vnějšího zabezpečování jakosti. Vybrané příspěvky z workshopu tvoří hlavní náplň tohoto čísla časopisu.

S. L. R. Ellison: Jak zlepšit odhad střední hodnoty pro multimodální data. (str. 411-419)

V článku jsou srovnány různé způsoby odhadu střední (dohodnuté) hodnoty pro multimodální soubory dat. Byla použita simulovaná data skládající se z hlavního souboru a minoritního souboru se známou střední hodnotou. Kromě běžných způsobů odhadu (průměr, medián) byl použit

Huberův odhad a tzv. MM-estimátor podle Yohai.

M. Belli: PT/EQA standardy a pravidla: několik poznámek k jakosti a spolehlivosti zkoušených položek. (str. 421-426)

Bylo konstatováno, že požadavky na jakost zkoušených položek při zkoušení způsobilosti jsou analogické požadavkům na referenční materiály. Článek uvádí zkušenosti výrobce referenčních materiálů – ISPRA. Uvedeny např. doporučené metody testování homogenity, stability apod.

J. Arnaud a spol.: Kriteria pro určení směrodatné odchylky při zkoušení způsobilosti při stanovení esenciálních stopových prvků v séru: srovnání z-skóre vypočteného z Horwitzovy funkce a z biologické variability. (str. 427-430)

Dva naznačené způsoby výpočtu z-skóre byly použity při vyhodnocování výsledků mezilaboratorních porovnání při stanovení Cu, Se a Zn v séru.

V. Dubey, S. Velikelo, M. Sliwakowski, G. Mallard: Organizace pro zákaz chemických zbraní a oficiální zkoušení způsobilosti: současný stav a budoucí trendy. (str. 431-437)

Organizace pro zákaz chemických zbraní (OPCW) organizuje oficiální zkoušení způsobilosti od r. 1996 v souladu s ILAC-G13 za účelem certifikace laboratoří pro analýzu vzorků pro potřeby konvence o chemických zbraních. Laboratoře jsou povinny absolvovat nejméně jedno zkoušení způsobilosti ročně. Testy OPCW jsou kvalitativní, laboratoře musí určit, zda ve vzorku je přítomna některá z velkého množství chemických látek, kterých se konvence o chemických zbraních může týkat. Je popsána organizace zkoušení způsobilosti i způsob hodnocení úspěšnosti laboratoří.

A. Thomas: Externí zajišťování jakosti v laboratorní medicíně: existuje logické zdůvodnění pro stanovení četnosti zkoušek?. (str. 439-444)

Při stanovení četnosti externího zkoušení způsobilosti je možno brát v úvahu mnohá hlediska: vědecké vs. klinické hledisko, typ nemoci, frekvenci analýz, složitost analýz, či dostupnost a cenu vzorků. Na základě srovnání různých schémat bylo zjištěno, že 28 % laboratoří působících v oblasti laboratorní medicíny se externího zkoušení způsobilosti účastní 4× ročně. V hematologii a mikrobiologii byl medián 3 účasti za rok, zatímco v biochemii byl medián 6 účastí za rok, přičemž 33 % laboratoří se zúčastňovalo externího zkoušení způsobilosti měsíčně.

M. Whetton, H. Finch: Pravidelná účast ve zkoušení způsobilosti zlepšuje výkonnost laboratoří: analýza dat ze zkoušení způsobilosti Aquacheck. (str. 445-448)

Byla zjištěna korelace mezi frekvencí účasti laboratoří ve zkoušení způsobilosti a dosahovanými výkonnostními charakteristikami (hodnoceno pomocí relativní směrodatné odchylky a z-skóre).

W. Gaunt, M. Whetton: Pravidelná účast ve zkoušení způsobilosti způsobuje dlouhodobé zlepšení výkonnosti labo-

ratoře. (str. 449-454)

Analýza historických dat ze zkoušení způsobilosti organizovaných LGC prokázala postupné zlepšování výkonnosti zúčastněných laboratoří.

G. Batista de Souza a spol.: Zkoušení způsobilosti laboratoří pro výživu zvířat. (str. 455-460)

Popsány zkušenosti s organizací zkoušení způsobilosti laboratoří pro analýzu zvířecí potravy a doplňků v Brazílii.

A. Taylor a spol.: Nestabilita rtuti ve vzorcích lidské moči při externím zajišťování jakosti. (str. 461-466)

Při externím zajišťování jakosti byly získány podhodnocené výsledky při stanovení anorganické rtuti. Byly testovány různé typy stabilizátorů. Autoři naznačují, že příčinou podhodnocených výsledků je spíše matrice moči (např. přítomnost proteinů), než ztráta analytu. Jednoznačné závěry v článku chybí, práce dále pokračují.

J. Srnková, J. Zbiral: Srovnání různých přístupů při statistickém vyhodnocování zkoušení způsobilosti. (str. 467-471)

Na příkladu dat ze zkoušení způsobilosti organizovaných ÚKZÚZ v letech 2005 – 2007 jsou demonstrovány různé způsoby výpočtu z-skóre. Jako nejvhodnější byl označen postup podle ISO 13528 (algoritmus A) využívající robustního průměru a robustní směrodatné odchylky.

I. Mäkinen, U.-M. Hanste: Zkoušení způsobilosti při měření radonu (²²²Rn) v pitné vodě. (str. 473-476)

Zkoušení způsobilosti při stanovení ²²²Rn se zúčastnilo několik regionálních finských laboratoří vybavených γ -spektrometry. Vzorky bylo současně analyzovány referenční scintilační (LSC) metodou. Více než 70 % výsledků získaných γ -spektrometrií se lišilo od referenčního LSC stanovení o méně než 10 %.

M. E. Poulsen, H. B. Christensen, S. S. Herrmann: Zkoušení způsobilosti při stanovení „přirozeně vzniklých“ a přidaných residuí pesticidů v cereáliích. (str. 477-485)

Testovaným materiálem byla pšenice, která byla během růstu ošetřována 14 různými pesticidními přípravky obsahujícími účinné látky jako alfa-cypermethrin, bifenthrin, carbendazim, chlormequat, melathion, pirimicarb a řadu dalších. Po sklizni byl materiál obohacen přídatkem dalších pesticidů. Zkoušení způsobilosti se zúčastnily 72 laboratoře, přijatelných hodnot z-skóre dosáhlo 56 – 97 % účastníků. V případě stanovení některých pesticidů (zvláště obsahujících fosfor) byla prokázána závislost výsledků stanovení na použitém způsobu extrakce.

S. Balzamo, P. de Zorzi, S. Birbizzi, E. Calabretta, M. Potalivo, S. Rosamilia: Měření PAU v environmentálních maticích: výsledky mezilaboratorního porovnání různých kroků měřicího postupu. (str. 487-495)

Italská organizace ISPRA organizovala mezilaboratorní porovnání pro různé kroky stanovení PAU počínaje extrakcí a konče vlastním měřením, testovanými materiály byla kontaminovaná zemina a extrakt referenčního materiálu. Výsledky vykazovaly velký rozptyl.

Ö. T. Bayrak, E. Okandan, H. Ückardes: *Schéma mezilaboratorního porovnání v sektoru paliv, LABKAR, Turecko.* (str. 497-502)

Popsána organizace a vyhodnocování mezilaboratorních porovnání při analýze různých paliv a olejů.

M. Grimaldi, M. Mancin, R. Trevisan, R. Mioni: *Zkoušení způsobilosti v potravinářské mikrobiologii „Aqua“: stanovení Staphylococcus aureus.* (str. 503-505)

Popsán italský program Aqua zaměřený na mikrobiologické testy.

Accred. Qual. Assur. ročník 14, č. 10 / 2009

P. de Bievre: *Když tvoříme řetěz, začínáme logicky prvním článkem, stejně bychom měli postupovat při vytváření řetězce metrologické návaznosti.* (redakční úvodník, str. 517-519)

Autor poukazuje na význam „prvního článku“ měřicího řetězce, kterým při chemických analýzách bývá certifikovaný referenční materiál a zdůrazňuje důležitost referenčního měřicího postupu.

M. Filomena Camoes: *Jakost při měření pH 100 let po jeho definici.* (str. 521-523)

Autoři uvádějí stručnou historii konceptu pH jako nejčastěji měřené veličiny v chemických laboratořích, zmiňují též úlohu statistiky při zlepšování jakosti měření. Poukazují na to, že od zavedení pojmu pH a zavedení jednoho z nejznámějších statistických testů – Studentova – uplynulo shodně 100 let. Jak pH, tak Studentův test mají ještě jednoho společného jmenovatele a tím je – pivo.

M. J. Castro-Castro, B. Candas-Estebanez, G. Sole-Enrech, X. Fuentes-Arderiu: *Použití predikčních rovnic k revizi výsledků měření v klinické laboratoři.* (str. 525-528)

Jedním z neobjektivnějších způsobů konečné kontroly výsledků měření v klinické laboratoři je tzv. kontrola plausibility. V článku je navrženo několik rovnic dávajících do souvislosti různé patofyziologické parametry, které mohou být použity k dodatečné kontrole laboratorních výsledků.

F. Pellizzato, M. Ricci, A. Held, H. Emons: *Validace metody stanovení chlorovaných parafinů s krátkým řetězcem v půdách a sedimentech.* (str. 529-540)

Byla validována metoda plynové chromatografie s EC detektorem využívající jako standardů čisté *n*-alkany, mez detekce byla 1,1 nmol/g, mez stanovitelnosti 3,5 nmol/g, relativní rozšířena nejistota byla 12 %.

V. Guslicov, M. Coarna, A. Pop, C. Vlad, N. Vlad: *Mezilaboratorní testy cementu v uplynulých 20 letech.* (str. 541-546)

Mezilaboratorních testů se od r. 1988 účastnilo více než 40 laboratoří z různých zemí (Rumunsko, Srbsko, Moldávie, Chorvatsko aj.), které prováděly 37 typů chemických, fyzikálních a mechanických zkoušek. V článku jsou prezentovány různé trendy ve vývoji výkonnostních charakteristik, např. reprodukovatelnosti.

A. Coskun, I. Unsal, M. Serteser, A. Fraterman: *Standardizace schémat externího zajišťování jakosti s využitím hodnot vychýlení založených na biologické variabilitě.* (str. 547-552)

Autoři navrhují nové kritérium pro vyhodnocování úspěšnosti při mezilaboratorních porovnáních klinických laboratoří využívající biologické variability.

B. Toman, A. Possolo: *Modely zohledňující vliv laboratoře při mezilaboratorních porovnáních.* (str. 553-563)

Navržen nový statistický model pro určení referenční hodnoty při mezilaboratorních porovnáních. Model bere v úvahu, že rozptyl výsledků mezi laboratořemi je obvykle mnohem větší, než nejistoty uváděné jednotlivými laboratořemi. Ilustrováno na klíčovém mezilaboratorním porovnání CCQM-K25.

N. Majcen: *Měření: koncert?* (str. 565-566)

Krátká poznámka o důležitosti kalibrace měřících zařízení a různých způsobech kalibrace.

Pavel Janoš

6 Informace

Vážení členové EURACHEM-ČR, k tomuto Zpravodaji je přiložena jako každým rokem výzva k zaplacení členských příspěvků za rok 2010, ve výjimečných případech prodloužení i za roky předešlé. Pokud budete mít k platbě příspěvků připomínky nebo dotazy, obraťte se na hospodáře sdružení (e-mail: kvalimetrie@o2active.cz).

Dále chceme všechny členy sdružení upozornit, že díky soustředěnému úsilí výboru EURACHEM-ČR a především Z. Plzáka se podařilo publikovat překlad VIM 3 ve volně stažitelném formátu na stránkách ÚNMZ ve Sbornících technické normalizace jako svazek 21 Terminologie z oblasti metrologie.

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 46/2010 vyšlo 28. 7. 2010

Zpravodaj46fin.doc