



## **1 PF 2017**

Vážené čtenářky, vážení čtenáři,

tak jak je již dlouholetou tradicí, i v tomto čísle Zpravodaje bych se chtěl ohlédnout za nedávno skončeným rokem a dovolit Vám, milým čtenářům a čtenářkám, nahlédnout do plánovaných aktivit na rok letošní.

Z naší práce v minulém roce bych rád připomněl dvě záležitosti. První bylo uspořádání dvoudenního semináře z oblasti zkoušení způsobilosti ve spolupráci s poskytovateli zkoušení způsobilosti SEKK a CSLab a to v dubnu v Praze. Po odborné stránce jsme od účastníků dostali velmi pozitivní zpětnou vazbu. Nižší počet účastníků, než jsme očekávali, nás vede k zamyšlení nad další strategií v pořádání seminářů. Což je jedna z našich hlavních aktivit. Dále jsme 21. dílem KVALIMETRIE začali třetí desítku této populární řady příruček pro laboratoře. Celkový počet prodaných či zdarma členům zaslaných kusů se celkově blíží k šesti tisícům. Zmíněný

21. díl má dvě samostatné části. V první je aktualizované vydání příručky o referenčních materiálech v chemické analýze z roku 2004 a druhá část obsahuje odborný překlad Pokynu Eurachem/CITAC o nastavení a používání cílové nejistoty chemických měření. I v tomto případě dostávají naši členové výtisk zdarma.

A tím se dostávám k našim plánům pro letošní rok. Připravujeme vydání KVALIMETRIE 22, což bude znamenat, že v posledních 5 letech se nám daří publikovat vždy jeden nový díl ročně. Tentokrát půjde o odborný překlad nového Pokynu Eurachem/CITAC Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation. Chceme vyzkoušet změnu, která bude spočívat v tom, že tento díl KVALIMETRIE vydáme pouze v elektronické verzi. Ve velmi rané fázi je příprava jednodenního semináře, který bychom rádi uskutečnili na podzim.

Budeme rádi, když občas navštívíte naše webové stránky [www.eurachem.cz](http://www.eurachem.cz), kde máte zdarma k dispozici Metodické listy, jejichž počet jsme v minulém roce rozšířili o další čtyři. Dále zde vždy najdete aktuální informace o seminářích, nejen českých ale i těch, které pořádá Eurachem na evropské či světové úrovni. V roce 2017 to budou dva. První s názvem Uncertainty in Qualitative and Quantitative Analysis proběhne koncem května na Kypru. Druhým je deváté pokračování našeho nejuspěšnějšího semináře věnovaného zkoušení způsobilosti, obvykle s asi 300 účastníky z celého světa, které se uskuteční v říjnu 2017 v Portoroži ve Slovinsku.

V roce 2016 se nám podařilo naplnit požadavky nového občanského zákoníku, zaregistrovat nové stanovy a provést změnu sídla na UJEP v Ústí nad Labem. Podle nových pravidel jsme se stali zapsaným spolkem. Z organizačních záležitostí bych chtěl ještě připomenout, že v letošním roce končí funkční období výboru Eurachem-ČR a zvažujeme, zda volby uskutečnit elektronicky nebo je spojit s organizací jednodenních seminářů v Praze, tak jak tomu bylo v minulosti u naší organizace zvykem. Pokud máte zajímavé téma, které by mohlo být součástí semináře, neváhejte nám o tom napsat na e-mailovou adresu sekretariátu.

Dovolte mi závěrem Vám všem popřát pohodový a úspěšný rok 2017.

David MILDE  
předseda Eurachem-ČR

### **Uvnitř čísla**

#### **1 PF 2017**

#### **2 Úvod ke vlivu chyb lidského činitele na spolehlivost výsledků zkoušek v analytické chemii**

#### **3 Mimořádné valné shromáždění 2016, změna stanov a sídla Eurachem-ČR**

#### **4 Zasedání Výkonného výboru Eurachem v Praze**

#### **5 Vyšla Kvalimetrie 21**

#### **6 Accreditation and Quality Assurance 3 - 6/2016**

## 2 Úvod ke vlivu chyb lidského činitele na spolehlivost výsledků zkoušek v analytické chemii

V poslední době se v časopise Accreditation and Quality Assurance objevilo několik článků zabývajících se vlivem lidského faktoru na výsledky analytických zkoušek. Naposledy to byl článek I. Kuselmana et al. (1), který mj. navrhuje přihlídnout k lidským chybám a jejich metrologickým dopadům při dalších aktualizacích mezinárodního metrologického slovníku (VIM) a také Pokynu k vyjadřování nejistoty měření (GUM). V loňském roce pak byl vydán pokyn IUPAC/CITAC (2), který se pokouší o klasifikaci, modelování a kvantifikaci lidských chyb v chemické analytické laboratoři. Základem pro uvedený návod byl článek I. Kuselmana et al (3), který mj. uvádí řadu příkladů, kdy pracovník laboratoře může mít nepříznivý vliv na výsledky zkoušek. Jedná se o následující případy:

- nedostatečná definice analytu může vést k chybné volbě metody měření,
- nedostatečné vyhodnocení vhodnosti chromatografické kolony pro daný účel může zkompromitovat jinak dobrou separační metodu,
- uchovávání a používání certifikovaného referenčního materiálu v podmínkách neodpovídajících certifikátu daného CRM může zvýšit nejistotu certifikované hodnoty,
- používání mobilního telefonu během přípravy vzorku, analýzy a provádění výpočtů (!) může vést ke zcela exotickým odlehlým výsledkům.

Běžné návody a pokyny pro validaci analytických metod a vyhodnocení nejistoty měření obvykle neobsahují žádnou diskuzi o lidských chybách. Větší pozornost zkoumání a kvantifikaci lidských chyb byla již dříve věnována v letectví, ve strojírenství, medicíně, v rozbořech nehodovosti, kriminalistice a dalších oborech.

Norma ISO 17025 požaduje provedení analýzy příčin (4.11.2), kam jistě patří také lidský faktor. Jeho význam zdůrazňují i odkazy v (3), kde se uvádí, že 70 – 80 % příčin leteckých neštěstí je způsobeno lidským faktorem a až u 90 % pracovních úrazů je příčinou lidská chyba. Lidské chyby jsou dále příčinou 80 % poruch ve výrobě léčiv a zařízení. Více než 80 % neshod v klinické biochemické laboratoři bylo způsobeno lidským faktorem. Z vyhodnocení výsledků zkoušení způsobilosti v oblasti analýzy vzorků životního prostředí a potravin bylo zjištěno, že 44 % neakceptovatelných výsledků zúčastněných laboratoří bylo způsobeno „jednoduchou chybou pracovníka“.

Jako lidskou chybu definujeme lidskou akci nebo její výpadek, který vede k překročení tolerančních mezí podmínek definovaných pro normativní práci analytického/měřicího systému, v němž člověk působí. Jako příklad se uvádí analytik, který začíná zkoušení zkušební vzorku měřením jeho hmotnosti nebo objemu. Přitom musí neustále mít na mysli příslušný standardní

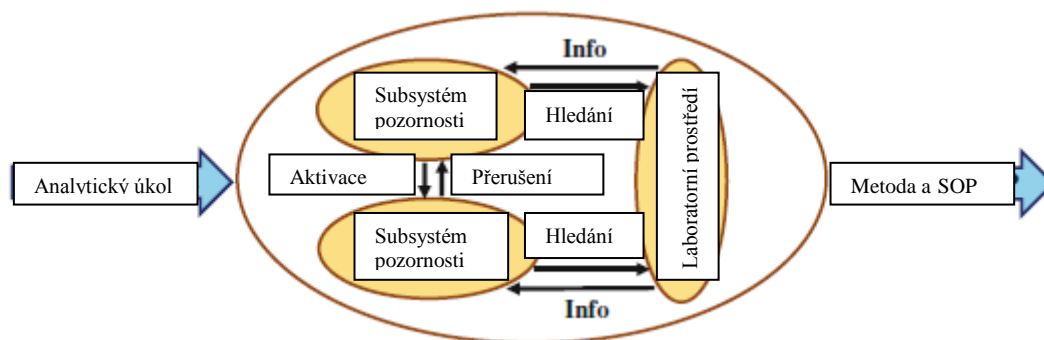
pracovní postup (SOP) a nejistotu měření popsanou ve zkušební metodě. Pokud se analytik odchýlí od SOP a použije nevhodné váhy nebo nevhodné skleněné nádobí, může vychýlení výsledku kvantifikace zkušební vzorku překročit s tím spojenou nejistotu měření obsaženou v dané metodě. Lidská chyba tak může vést k výsledku mimo danou specifikaci (OOS), zatímco následná chemická analýza zkušební vzorku a zkoušeného produktu by potvrdily požadavky na jeho kvalitu. Obecně lze jako lidskou chybu označit, jestliže plánovaná sekvence mentální nebo fyzické aktivity končí neúspěchem při dosažení plánovaného výsledku. Příčinou je proměnlivost lidského výkonu, která někdy vede k neočekávaným důsledkům označovaným jako lidská chyba.

Správná výkonnost i chyby vyplývají ze stejných kognitivních procesů, které nám umožňují rychle a flexibilně odpovídat v nových situacích a provádět několik činností zároveň. Systém kognitivního procesu lze zobrazit formou tří vzájemně reagujících subsystémů, viz obr. 1.

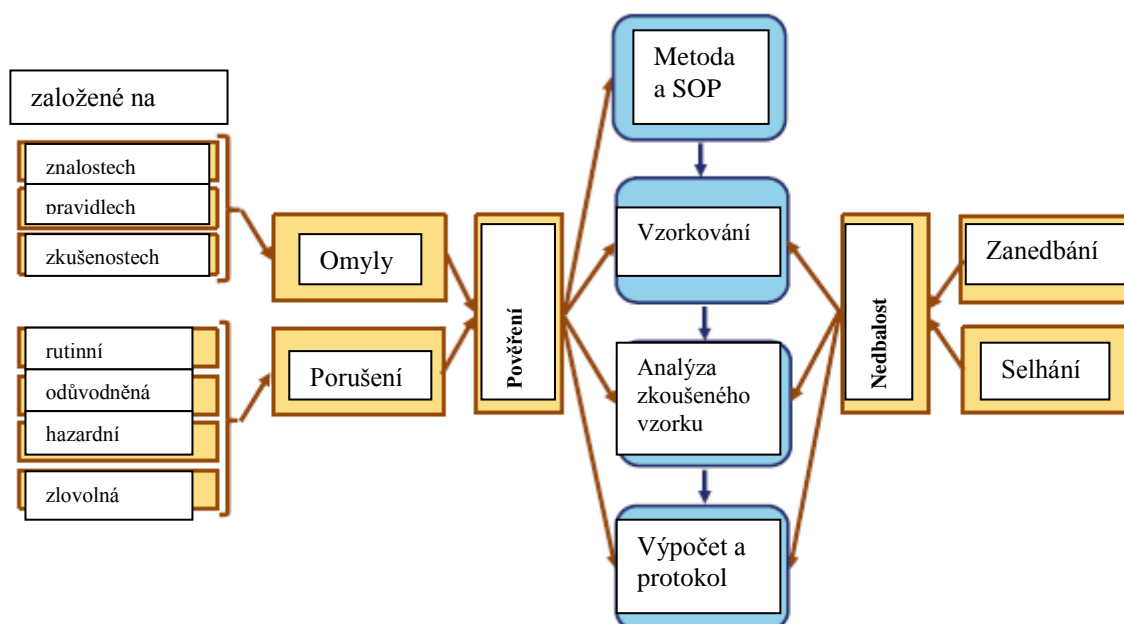
Automatický subsystém v obr. 1 je charakterizován podvědomým poznáním, za současného užití shromážděné informace a vzorů odezvy. Analytik generuje několik konkurenčních plánů pro vzorkování zkoušeného objektu, analýzu zkoušených vzorků, výpočet a tisk protokolu. Během těchto (rychlých) paralelních procesů analytik vybírá jednoduchou validovanou metodu a odpovídající SOP nebo se rozhoduje, zda je nutné vyvinout novou metodu. Konkurence mezi plány je odpovědná za několik typů chyb. Mj. analytik hledá vzorec, např. schéma řešení problému které bylo použitelné nejčastěji za podobných podmínek. Takový vzorec ovšem nemusí vyhovovat řešení daného úkolu. Analytik tak bude chtít spíše dělat zkoušky tak, jako to dělal mnohokrát předtím, než aby to udělal jinak.

Subsystém pozornosti na obr. 1 je založen na silných logických schopnostech. Využití těchto schopností je ovšem postupné a proto pomalé, namáhavé a obtížné pro udržení po delší dobu, protože naše paměťové zdroje jsou omezené. Tato omezení mohou vést k chybám v logické analýze. Například subsystém pozornosti je spojován s důvěrou analytika ve své navyklé neformální (laické) teorie vyvinuté během dlouhé doby. Tyto laické teorie mohou snadno vytvářet chyby v pochopení úkolu, pokud se analytik zabývá analytickou chemií, metrologií a zabezpečením kvality. Subsystém pozornosti zachovává cíle a přinejmenším částečně řídí automatický subsystém. Jestliže subsystém pozornosti ztratí svůj cíl, veškerý poznávací subsystém se stává chybným. Na druhé straně může automatický subsystém ovlivnit a případně přerušit subsystém pozornosti, jak je znázorněno šipkami na obr. 1.

Subsystém prostředí představuje pro analytika analytická laboratoř: management, kolegové a jejich znalosti, laboratorní přístroje, činidla atd. Prostředí neustále ovlivňuje analytikovo poznání během plánování a provádění každé akce. Automatický subsystém i subsystém pozornosti hledají potřebnou informaci v subsystému prostředí a získají ji, pokud je to možné. Také tento proces je v obr. 1 znázorněn šipkami.



Obr. 1 Systém analytického úkolu a procesu poznání pro výběr metody stanovení a odpovídající SOP. Systém procesu poznání je znázorněn vnější elipsou. Subsystémy pozornosti, automatismu a laboratorního prostředí jsou reprezentovány interními elipsami. Vzájemné interakce jsou vyznačeny šipkami.



Obr. 2 Kroky v procesu analýzy /měření a druhy lidských chyb. Typy omylů a porušení jsou označeny závorkami (levá část). Šipky ukazují vztahy mezi chybami a fázemi analytického procesu začínajícího výběrem analytické metody a SOP. (Obrázky převzaty z Kuselman I., Pennechi F., Fajgels A., Karpov Y.: *Human errors and reliability of test results in analytical chemistry. Accred. Qual. Assur.* 2013; 18:3–9).

### Klasifikace chyb

V analytické chemii máme chyby z pověření (commission) a chyby z nedbalosti (omission). Chyby z pověření jsou nevhodné akce, které přináší něco jiného, než bylo zamýšleno. Příkladem budiž výběr takové analytické/měřicí metody pro studii homogenity referenčního materiálu, která má směrodatnou odchylku reprodukovatelnosti větší než je směrodatná odchylka metody, pro niž je referenční materiál připravován. Naopak chyby z nedbalosti jsou neprovedené akce, které přispívají k odklonu od zamýšlené dráhy nebo závěru. Taková chyba se například může objevit, pokud je v chromatografu zapomenuta kolona z předchozí analýzy

a není nahrazena kolonou požadovanou v aktuální analytické metodě.

Tři typy chyb vyplývají z tří primárních fází poznání (plánování, ukládání a výkon): *omyly*, *zanedbání* a *selhání*.

Omyly se vyskytují tehdy, pokud akce jsou podle plánu, ale plán je špatný, protože analytik neměl vhodnou nebo dostatečnou informaci pro správné plánování. To se může stát, pokud analytik úplně nerozumí analytické metodě a pravidlům pro zabezpečení kvality, nebo aplikuje informace nesprávně v důsledku nedostatečné zkušenosti nebo nedostatečných znalostí. Klasifikace omylů je založena na lidském chování a dělíme je do tří skupin. Omyly založené na zkušenostech vycházejí z nedostatečné aplikace SOP způsobené přílišnou

sebedůvěrou ve stylu „to jsem dělal už 1000x...“. Omyly založené na pravidle se objevují, pokud analytik narazí na relativně běžný problém a aplikuje na jeho řešení známé řešení nebo pravidlo, které ovšem nemusí platit za všech okolností. Příkladem může být možný omyl analytika pracujícího na analytickém přístroji (spektrometr, chromatograf a podobně), který použije špatné podmínky metody nebo část podmínek metody načtených z paměti přístroje. Omyly založené na znalostech se objeví tehdy, pokud se analytik setká se situací, s níž se dosud nesešel a neexistuje žádná SOP nebo pravidlo, která by mohly posloužit jako vodítka, protože analytikova vlastní znalost není dostatečná z hlediska požadavků, očekávání nebo potřeby.

Záměrný omyl, např. odchylka od SOP s cílem 1) zkrátit analytický proces nebo 2) ho „vylepšit“, je porušení SOP. Tato porušení mohou být rutinní nebo odůvodněná, nebo také hazardní či dokonce zlovolná, kam patří i záměrná sabotáž.

Zanedbání jsou chyby vznikající především v důsledku ztráty pozornosti. Obvykle jsou spojeny s analytikovou pamětí (selhání paměti, „seniorské“ chyby) a obecně jsou těžko sledovatelné. Příkladem mohou být chromatografické vialky pro vzorky označené jako obvykle, ale naplněné vzorky v neočekávaném pořadí, které neodpovídá označení na vialkách.

Selhání jsou spojena s výkonnostní fází poznání. Jedná se o provedené akce, které neodpovídají plánu. Jako příklad lze uvést, když je analytik přerušen kolegovým dotazem během přípravy kalibračního roztoku v odměrné baňce, přitom zapomene, že v ní je již 1 ml CRM podle SOP a přidá další 1 ml...

Různé chyby se mohou vyskytovat v každé fázi analytického/měřicího procesu, od pochopení úkolu a výběru analytické metody s odpovídající SOP přes odběr vzorků a analýzu zkušební vzorku až po výpočty a vydání protokolu. Schéma, které shrnuje typy chyb, je znázorněno na obr. 2. Druhy omylů a porušení jsou uvedeny v levé části obr. 2. Šipky ukazují vztahy mezi chybami a fázemi analytického procesu. Chyby ze zanedbání neovlivňují plánování (výběr) metody a SOP v první fázi procesu v horní části schématu. Proto mezi nimi nejsou vyznačeny žádné vazby.

Mezi hlavní opatření pro snižování neočekávané variability analytikova chování patří vhodná disciplinární opatření, pravidelné opakování výcviku, důsledné pojmenování nedostatků, napomínání a varování, více pravidel a více automatizace v laboratoři. Opatření proti chybám musí být založena na obranných opatřeních laboratorního systému řízení kvality. Pokud se i tak vyskytne výsledek mimo specifikaci v důsledku lidské chyby, hlavním předmětem zkoumání musí být způsob a příčina selhání těchto obranných opatření.

#### Literatura:

1. Kuselman I., Pennecci F., Bich W., Brynn Hibert D.: Human being as a part of measuring system influencing measurement results. *Accred. Qual. Assur.* 2016; 21:421-424.

2. Kuselman I., Pennecci F.: IUPAC/CITAC Guide: Classification, modeling and quantification of human errors in a chemical analytical laboratory (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 2016; 88(5): 477-515.
3. Kuselman I., Pennecci F., Fajgels A., Karpov Y.: Human errors and reliability of test results in analytical chemistry. *Accred. Qual. Assur.* 2013; 18:3-9.

Jan Vilímeč

### 3 Mimořádné valné shromáždění 2016, změna stanov a sídla Eurachem-ČR

Valné shromáždění Eurachem-ČR probíhalo korespondenční formou od 15. 9. do 30. 9. 2016. Za každého člena hlasovala jedna oprávněná osoba. Jednomyslným hlasováním byly schváleny novelizované stanovy spolku Eurachem-ČR, které byly upraveny podle nového občanského zákoníku a zahrnují mj. změnu sídla Eurachem-ČR z.s., a to na adresu Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Pasteurova 3544/1, 400 96 Ústí nad Labem. Korespondenční adresa spolku zůstává stejná, tj. Eurachem-ČR, Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, Králova Výšina 3132/7, 400 96 Ústí nad Labem. Nové stanovy jsou vyvěšeny na internetových stránkách Eurachem-ČR.

Děkujeme všem členům, kteří se zúčastnili hlasování, za jejich aktivní přístup.

Jan Vilímeč  
tajemník výboru

### 4 Zasedání Výkonného výboru Eurachem v Praze

Po šesti letech se opět v Praze konalo zasedání Výkonného výboru evropského Eurachemu. Jednání proběhlo 6. a 7. října 2016 v hotelu DAP. Na organizačním zajištění a hladkém průběhu se podíleli D. Milde jako předseda a J. Znaležiona-Hadrová jako tajemnice sdružení. Kromě běžné agendy probíhala příprava workshopů, které bude Eurachem pořádat v letošním roce na Kypru a ve Slovinsku. Detailně diskutovanou oblastí byly probíhající změny v evropských Joint Research Centres, včetně budoucnosti výroby CRM v IRMM a vzdělávacího programu v oblasti zabezpečení kvality výsledku TrainMiC. Přípravovala se také strategie, kterou bude Eurachem v oblasti vzdělávání pracovníků laboratoří reagovat na nové vydání normy ISO/IEC 17025. Samotnému Výkonnému výboru předcházela dne 5. 10. 2016 porada pracovní skupiny Validace metod pod vedením předsedy Lorene Sibbesena.

David Milde

## 5 Vyšla Kvalimetrie 21

V řadě unikátních příruček pro laboratoře Kvalimetrie vyšel na podzim roku 2016 21. díl, který obsahuje dvě části:

1. Autorskou metodickou příručku Referenční materiály v chemické analýze
2. Překlad dokumentu Eurachem/CITAC Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurements

Autorská část revidovala a doplnila původní text z Kvalimetrie 14, pocházející z roku 2004. Během uplynulých 12 let se zcela změnil přístup v požadavcích na kvalitu referenčních materiálů (RM) a všechny zásadní dokumenty o referenčních materiálech (vytváří je výbor ISO pro referenční materiály - ISO/REMCO jako Pokyny ISO) byly revidovány a prošly významnými změnami.

Do jednoho ISO Pokynu se sloučily původní ISO Pokyny 32 a 33. Nově zůstal ISO Pokyn 33, ISO Pokyn 32 byl zrušen. Novým předpisem (doporučením) je i ISO Pokyn 80 a změněny byly všechny další ISO Pokyny: 30, 31 a 35. ISO Pokyn 34 byl úspěšně revidován v roce 2009 a v současné době je již schválena norma ISO 17034 *Obecné požadavky na způsobilost výrobců referenčních materiálů*, která ho nahrazuje a bude v budoucnu sloužit jako základ pro akreditaci výrobců RM.

Na tento vývoj reaguje nová metodická příručka a přináší čtenářům z laboratoří v jediné souhrnné stati ucelený pohled na to, jak kvalifikovaně vybírat a používat RM pro řešení svých analytických úloh.

V principu platí při použití referenčních materiálů (RM) stejné zásady, jako při použití jiných referenčních materiálů chemického složení. Určité zvláštnosti a specifické normy a názvosloví oboru laboratorní medicíny byly ale důvodem pro popsání zvláštností použití RM v klinických laboratořích ve zvláštní kapitole Kvalimetrie 21.

Jednotlivé postupy hodnocení a přenosu hodnot prostřednictvím referenčních materiálů doprovází v Kvalimetrii 21 tři příklady praktických řešení. Stěžejní zásady práce s referenčními materiály – zlatá pravidla – jsou opět uvedena v rámečcích na konci textu jednotlivých kapitol

Druhou částí Kvalimetrie 21 je standardní práce Eurachem-ČR a to překlad mezinárodní příručky vydané Eurachem (*Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurements*) přeložené do češtiny jako: *Nastavení a používání cílové nejistoty v chemických měřeních*.

Eurachem-ČR při této činnosti spolupracuje s ČIA, má autorské i odborné překladatelské zázemí, které je zárukou udržení kontinuity především v použité přeložené české terminologii. Dokumenty ISO/REMCO, které jsou v českém překladu vydávány jako Technické normalizační informace (TNI), hrají významnou roli při akreditaci výrobců referenčních materiálů.

Zbyněk Plzák

**Poznámka redakce:** Současně s tímto Zpravodajem obdrží členové řádné platící příspěvky zdarma výtisk Kvalimetrie 21.

## 6 Accreditation and Quality Assurance 3 - 6/2016

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

### Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 3 / 2016

1. Berger, T. F. H.; Luginbühl, W. Probabilistic comparison and assessment of proficiency testing schemes and laboratories in the somatic cell count of raw milk. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (3), 175–183. *Pravděpodobnostní přístup při hodnocení schémat zkoušení způsobilosti při určování počtu somatických buněk v mléce.* Stanovení počtu somatických buněk patří k nejčastějším testům sloužícím k posouzení zdravotního stavu hospodářských zvířat a hygienických podmínek při chovu dobytka po celém světě. Běžně se provádí pomocí automatizovaného opto-elektronického analyzátoru. Problémem je nedostatek certifikovaných referenčních materiálů a určitými nedostatky trpí i mikroskopická referenční metoda. V článku je navržen referenční systém, který má zajistit vzájemnou porovnatelnost výsledků měření.

2. Wong, S. K.; Yao, W. Y. Bias analysis of proficiency testing programme results. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (3), 185–189. *Analýza vychýlení výsledků programů zkoušení způsobilosti.* Programy zkoušení způsobilosti mohou zahrnovat velký počet zúčastněných laboratoří pocházejících z různých zemí či regionů, které obvykle analyzují stejný materiál za použití svých vlastních analytických metod. Výsledky tedy mohou obsahovat cenné informace, které by mohly sloužit i k jiným účelům než jen k hodnocení výkonnosti. Autoři se pokusili pomocí statistických metod a s využitím řady výsledků z dřívějších programů zkoušení způsobilosti nalézt vztah mezi vychýlením výsledků a experimentálními podmínkami.

3. Korun, M.; Vodenik, B.; Zorko, B. Calculation of the best estimates for measurements of radioactive substances when the presence of the analyte is not assured. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, 21 (3), 191–195. *Výpočet nejlepšího odhadu při měření radioaktivních látek, pokud přítomnost analytu není zaručena.* Nejlepší odhad a jeho standardní odchylka byly vypočteny pro případ, kdy apriorní pravděpodobnost, že vzorek neobsahuje analyt, není nulová. Při výpočtu se využívá postup podle normy ISO 11929. Posteriorní rozdělení hustoty pravděpodobnosti skutečné hodnoty je lineární kombinací Diracovy delta funkce a normalizované hustoty pravděpodobnosti dané pozorovanou hodnotou a její nejistotou. Koeficienty této lineární kombinace závisí na pozorované hodnotě a její nejistotě, jakož i na apriorní pravděpodobnosti.

4. Yamakawa, A.; Takeuchi, A.; Shibata, Y.; Beraill, S.; Donard, O. F. X. Determination of Hg isotopic compositions in certified reference material NIES No. 13 Human Hair by cold vapor generation multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometry. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 197–202. *Stanovení izotopického složení Hg v certifikovaném referenčním materiálu NIES No. 13 (lidské vlasy) metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázáním plazmatem a technikou studených par.*
5. Haloulos, I.; Theodorou, D.; Zannikou, Y.; Zannikos, F. Monitoring fuel quality: a case study for quinizarin marker content of unleaded petrol marketed in Greece. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 203–210. *Monitoring kvality paliv: případová studie při stanovení chinizarinu v bezolovnatém benzínu v Řecku.* Bylo analyzováno 97 vzorků bezolovnatého benzínu, přičemž byla sledována koncentrace chinizarinu, jež se v Řecku používá jako indikátor (marker) přítomnosti 95-ti oktánového bezolovnatého benzínu v jiných druzích pohonných hmot. Vzorky byly získány z čerpacích stanic prodávajících různé značky paliv nacházejících se v různých oblastech Řecku. Pomocí statistických metod byl mj. hodnocen způsob distribuce pohonných hmot v Řecku.
6. Wallace, J. Reliability of measurement uncertainty estimates for forensic analyses: evidence from recent proficiency tests. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 211–219. *Spolehlivost stanovení nejistoty měření forenzních analýz: poznatky ze zkoušení způsobilosti.* Ukazuje se, že statisticky významná část forenzních laboratoří podhodnocuje odhady nejistot. Bylo ukázáno na příkladech stanovení alkoholu v krvi a v dechu, jakož i při jiných běžně prováděných analýzách.
7. Digilio, F. A.; Lanati, A.; Bongiovanni, A.; Mascia, A.; Di Carlo, M.; Barra, A.; Cirafici, A. M.; Colotti, G.; Kisslinger, A.; Lacerra, G.; et al. Quality-based model for Life Sciences research guidelines. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 221–230. *Management kvality a výzkum v oblasti věd o živé přírodě.* Článek reguje na rostoucí požadavky na zavádění standardů kvality ve vědě a výzkumu.
8. Leonard, B. P. Why is “amount of substance” so poorly understood? The mysterious Avogadro constant is the culprit! *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 231–236. *Proč je "látkové množství" tak špatně chápáno? Viníkem je mýtická Avogadrova konstanta!* Poněkud plochá diskuse o vztahu mezi "molem" a Avogadrovou konstantou.
9. Visser, R. G. Reaction to Paul's Column "Where do we find the graphs from PT programmes showing measurement performance?" *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 237–238. Reakce na článek P. de Bievra o programech zkoušení způsobilosti.
10. Saito, T.; Botha, A. Guidance on the contents of accompanying documentation for reference materials (RMs). *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 239–241. *Pokyny k obsahu průvodní dokumentace referenčních materiálů.*
12. Korte, E.-H. Postface: On “hidden structures” and “circular reasoning.” *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (3), 245–245. *O skrytých strukturách a bludných úvahách.* Vzpomínka na náhle zesnulého P. de Bievra a jeho přínos ke zpřesňování myšlení a vyjadřování analytických chemiků.

### Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 4 / 2016

1. Wong, S. K. Review of the new edition of ISO 13528. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 249–254. *Nové vydání ISO 13528.* Verze vydaná v srpnu 2015 byla revidována zejména v oblasti statistických metod používaných při zkoušení způsobilosti.

2. Gasca-Aragon, H.; Duewer, D. L. The evaluation of the scoring systems: the fixed effects model under known variances. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 255–263. *Srovnání vyhodnocovacích systémů: model s pevnými efekty a známými rozptyly.* V článku je porovnáno sedm způsobů vyhodnocování výsledků mezilaboratorních porovnání pomocí různých kritérií (z, z', zeta, Ez, En, QMER, R) s využitím metod testování hypotéz. Demonstrováno na praktickém případě mezilaboratorního porovnání při stanovení olova ve vodě.

3. Bashkansky, E.; Turetsky, V. Proficiency testing: binary data analysis. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 265–270. *Zkoušení způsobilosti: analýza binárních dat.* Postup navržený autory práce je vhodný pro takové schéma zkoušení způsobilosti, kdy laboratoře analyzují několik vzorků s různou úrovní obtížnosti. Cílem testu je odlišit odchylky způsobené způsobilostí laboratoře od odchylek způsobených obtížností vzorku.

4. Bark, N.; Kallner, A. Further on creating normal density functions in Microsoft® Excel. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 377–380. *Jak vytvořit funkci normální hustoty v Microsoft® Excel.*

5. Kallner, A. A study of simulated normal probability functions using Microsoft Excel. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 271–276. *Studie simulovaných funkcí normální pravděpodobnosti s použitím Microsoft Excel.*

6. Adamski, J.; Zuba, D. Uncertainty of carboxyhaemoglobin determination in putrefied blood by headspace gas chromatography. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 279–286. *Nejistoty při stanovení karboxyhemoglobinu v krvi metodou headspace plynové chromatografie.* Plynová chromatografie s plamen-ionizačním detektorem byla použita pro stanovení karboxyhemoglobinu ve vzorcích krve odebraných post-mortem. Byly identifikovány čtyři hlavní složky nejistoty - kalibrace, opakovatelnost měření, příprava standardů a

příprava vzorků, přičemž dominujícím příspěvkem byla nejistota kalibrace (více než 39%), ostatní příspěvky byly v rozmezí 12 - 31%. Celková rozšířená nejistota při analýze vzorků obsahujících 3,8 - 82 % karboxyhemoglobinu byla v rozmezí 2,2 - 2,6 % ( $k=2$ ).

7. Yang, S.; Yang, D.; Gong, N.; Xu, W.; Guo, Y.; Du, G.; Lu, Y. Development of a new certified reference material of high-purity chrysin for the quality control of traditional Chinese medicine. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 287–293. *Vývoj nového certifikovaného referenčního materiálu vysoce čistého chrysinu pro řízení kvality v tradiční čínské medicíně.* Byl vyvinut nový certifikovaný referenční materiál obsahující  $(0,996 \pm 0.015)$  g/g chrysinu ( $k=2$ ). Ke kontrole čistoty byly použity metody diferenční skenovací kalorimetrie a coulometrické titrace.

8. Panda, N.; Kim, M.; Aoki, N.; Zhou, Z.; Shimosaka, T.; Kim, Y.; Lee, S.; Kim, D. Validation of primary formaldehyde gas standards prepared by dynamic thermogravimetry through a tri-national comparison of gaseous formaldehyde amount fraction. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 295–304. *Příprava primárních standardů plynného formaldehydu pomocí dynamické termogravimetrie a jejich validace s využitím mezinárodního porovnání.*

9. Saeed, K. Can single-operator laboratories comply with all of the requirements of ISO/IEC 17025:2005? *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (4), 305–308. *Může laboratoř s jedním pracovníkem vyhovět požadavkům normy ISO/IEC 17025:2005?* Norma ISO/IEC 17025 výslovně uvádí, že je aplikovatelná na laboratoře s libovolným počtem pracovníků, nicméně obsahuje požadavky (zejména v oblasti vnitřní komunikace a supervize), které může jen obtížně splnit laboratoř, v níž pracuje pouze jeden pracovník. Přístup různých akreditačních orgánů při posuzování není jednotný (některé např. požadují zapojení externích pracovníků do systému řízení laboratoře), což vede k diskriminaci některých laboratoř. Autor vyzývá k diskusi tohoto problému v souvislosti s připravovanou revizí uvedené normy.

### Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 5 / 2016

1. de Souza, R. P.; Carmo, L. F. R. C.; Pirmez, L. A procedure to detect suspected patterns of fraudulent behavior in vehicle emissions tests performed by an accredited inspection body. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 323–333. *Postup pro detekci vzorců indikujících podvodné jednání při emisních testech vozidel.* V posledních letech byly v Brazílii pozorovány známky podvodného jednání inspekčních orgánů zodpovědných za měření emisí vozidel používajících jako palivo zemní plyn. V tomto článku byly navrženy postupy využívající shukové analýzy, metod deskriptivní statistiky a jiných, které umožňují detekovat podezřelé výsledky testů.

2. Matsumoto, N.; Takada, K.; Shimosaka, T. Development of a certified reference material of nitrous oxide in nitrogen for emission gas measurement. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 335–339. *Vývoj certifikovaného referenčního materiálu oxidu dusného v dusíku pro měření emise plynů.* Byl připraven certifikovaný referenční materiál obsahující  $302,36 \mu\text{mol/mol}$   $\text{N}_2\text{O}$ . Materiál se vyznačuje dlouhodobou stabilitou (10 let), a nízkou hodnotou relativní rozšířené nejistoty (0,28 %).

3. Yang, M.; Wang, M.; Zhou, J.; Song, Y.; Wang, T. Development of a new certified reference material of tinidazole for quality and safety of agro-products. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 341–349. *Vývoj nového certifikovaného referenčního materiálu tinidazolu pro kvalitu a bezpečnost zemědělských produktů.* Certifikovaný referenční materiál tinidazolu s certifikovanou hodnotou 99,7 % a rozšířenou nejistotou 6 % ( $k=2$ ) je stabilní nejméně 6 měsíců, pokud je uchováván při  $4^\circ\text{C}$ .

4. Shakhshiro, A.; Doherty, P.; Logar, J. K.; Vodenik, B.; Verheyen, L.; Taggart, M. New certified reference materials and proficiency test for environmental radioactivity measurements. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 351–360. *Nové certifikované referenční materiály a zkoušení způsobilosti při měření radioaktivity v životním prostředí.* Uvedeny mj. výsledky zkoušení způsobilosti ERAD-PT-2013 zaměřeného na měření aktivity přírodních i antropogenních radionuklidů.

5. Inagaki, S.; Numata, M.; Kitamaki, Y.; Hanari, N.; Iwasawa, R. Characterization of water content in biodiesel fuel certified reference material (NMIJ CRM 8302-a). *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 361–366. *Charakterizace obsahu vody v certifikovaném referenčním materiálu bionafty.* V japonském referenčním materiálu NMJI CRM 8302-1 na bázi palmového oleje jsou certifikovány hodnoty obsahu vody, methanolu a šesti prvků (S, P, Na, K, Mg, Ca) spolu s hodnotou kinematically viskozity. Obsah vody je kritickou veličinou, neboť může být snadno ovlivněn vzdušnou vlhkostí. Karl Fischerovou titrací byl stanoven obsah vody  $393 \text{ mg/kg}$  s rozšířenou hodnotou nejistoty  $25 \text{ mg/kg}$ .

6. Noulsri, E.; Lerdwana, S.; Pattanapanyasat, K. Long-term external quality assessment program for CD4+ T-lymphocyte enumeration in Thailand. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 367–375. *Dlouhodobý program pro zabezpečení kvality stanovení lymfocytů v Thajsku.*

7. Bark, N.; Kallner, A. Further on creating normal density functions in Microsoft® Excel. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 377–380. *Další poznámky k vytvoření funkcí normální hustoty v Excelu.*

8. Wilrich, P.-T. Note on the bimodal distribution of PT results. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21* (5), 381–383. *Poznámka k bimodální distribuci výsledků zkoušení způsobilosti.*

## Accred. Qual. Assur. ročník 21, č. 6 / 2016

1. Praamsma, M.L., Parsons, P.J., Calibration strategies for quantifying the Mn content of tooth and bone samples by LA-ICP-MS. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 385–393. *Kalibrační strategie při kvantifikaci Mn ve vzorcích zubů a kostí metodou LA-ICP-MS.* Bylo srovnáno několik kalibračních strategií – šestibodová kalibrace využívající syntetického hydroxyapatitu, jednobodové kalibrace využívající standardů NIST SRM 1400 (Bone Ash), NIST SRM 1486 (Bone Meal) a NIST SRM 612 (Trace Elements in Glass). Ne všechny komerční standardy poskytovaly vyhovující výsledky.
2. Gao, F., Zhang, Q., Li, X., Zhang, Q., et al., Comparison of standard addition and conventional isotope dilution mass spectrometry for the quantification of endogenous progesterone in milk. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 395–401. *Srovnání metody standardního přídatku a metody MS s izotopovým ředěním pro kvantifikaci endogenního progesteronu v mléce.*
3. Ji, Y.-Y., Kim, C.-J., Lim, J.-M., Kim, H., et al., Validation of the quantification of natural radionuclides in raw materials and by-products using gamma-ray spectrometry. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 403–408. *Validace stanovení přírodních radionukleotidů v surovinách a vedlejších produktech s využitím gamaspektrometrie.*
4. Mironiuk, M., Barańska, M., Chojnacka, K., Górecki, H., Determination of the reference value of nitrogen mass fraction in the reference material of Polish soil. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 409–415. *Stanovení vztažné hodnoty obsahu dusíku v referenčním materiálu polské zeminy.*
5. Quincey, P., Brown, R.J.C., The changing role of base units within the revised SI: an opportunity to take dimensional analysis back to its roots. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 417–420. *Nová role základních jednotek v revidovaném systému SI: příležitost podívat se na základy rozměrové analýzy.* V novém systému SI ztrácejí základní jednotky svůj význam (systém je založen na sedmi základních konstantách), nicméně autoři článku poukazují na to, že rozměrová analýza (podle některých definic vázaná na koncept základních jednotek) zůstává stále užitečným nástrojem.
6. Kuselman, I., Pennechi, F., Bich, W., Brynn Hibbert, D., Human being as a part of measuring system influencing measurement results. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 421–424. *Lidský faktor jako součást měřicího systému ovlivňující výsledky měření.* Autoři zdůrazňují, že člověk je součástí měřicího systému a ovlivňuje bezpochyby kvalitu výsledků. Příspěvek lidského faktoru by měl být předmětem monitorování. Specialisté a studenti analytické chemie by měli získat znalosti o způsobech minimalizace chyb způsobených lidskými faktory.
7. Tembuysers, L., Van Campenhout, C., Blanckaert, N., Dequeker, E.M.C., ISO 15189-accredited laboratories fulfill the JCI Hospital Accreditation Standard requirements for the use of referral laboratories: report of a consensus meeting. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 425–431. *Laboratoře akreditované podle ISO 15189 vyhovují požadavkům na akreditaci nemocnic JCI (Joint Commission International Accreditation Standards for Hospitals).*
8. Glavič-Cindro, D., Korun, M., Vodenik, B., Zorko, B., On the definition of the decision threshold as stated in the standard ISO 11929. *Accredit. Qual. Assur.* **2016**, *21*, 433–435. *Definice rozhodovací hodnoty podle ISO 11929.* Způsob výpočtu rozhodovací hodnoty uvedený v normě ISO 11929: 2010 není v souladu s definicí této hodnoty uvedené v téže normě, postup při výpočtu obsahuje navíc požadavek na vyhodnocení konvenční hodnoty pro nulovou hodnotu měřené veličiny. Autoři navrhuji doplnění definice.

Pavel Janoš

Zpravodaj Eurachem-ČR. Vydal Eurachem-ČR z.s., jako neprodejnou publikaci pro potřebu svých členů. Pro tisk připravil J. Vilímeček.

Korespondenční adresa sdružení: ✉ Eurachem-ČR, Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, Králova Výšina 3132/7, 400 96 Ústí nad Labem

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

Číslo 59/2017 vyšlo 20. 1. 2017.