



1 Kam kráčí Eurachem?

Na otázku v nadpisu se vnučuje několik odpovědí (zkuste si položit podobně znějící otázku: Kam kráčí EU?), ale i doplňující otázky typu: Kráčí EURACHEM vůbec někam, je nutné, aby někam kráčel (tedy měnil se)?

Základní poslání EURACHEM, tedy přispívat ke zlepšování kvality chemických měření, zůstává samozřejmě nezměněno. Valné shromáždění EURACHEM se v květnu tohoto roku ve Vilniusu zabývalo strategií na další pětileté období a konstatovalo, že hlavní cíle a úkoly zůstávají v podstatě stejné jako v předchozím období – stále aktuální jsou otázky „správné analytické praxe“ při chemických měřeních jakož i spolupráce mezi národními organizacemi v této oblasti. Zvýšený důraz bude zřejmě věnován vzájemnému uznávání výsledků zkoušek a návaznosti měření tak, aby se tyto koncepce rozšířily z vrcholových orgánů až do provozních laboratoří. Ojedinelé „euroskeptické“ hlasy v diskusi (např. maďarského delegáta) zpochybňovaly smysl spolupráce s komisí EU a s některými programy EU. Skutečností bude spíše opačný trend – těsnější propojení EURACHEM s dalšími organizacemi s evropskou působností (EUROLAB, EA, CITAC aj.). Dalším trendem je určitá „institucionalizace“ evropské spolupráce i samotného EURACHEM. S tím souvisejí i snahy o vyjasnění právního statutu EURACHEM a národních organizací. Jen na okraj může-

me poznamenat, že česká pobočka snad jako jediná má svůj právní statut jasně definován a může tedy bez problémů vstupovat jako plnoprávný subjekt do jednání a právních vztahů.

Obecné trendy v EURACHEM a v EU odrážela i diskuse na specifitější témata, jako je evropský akreditační systém. Dá se očekávat, že současný systém založený na existenci notifikovaných orgánů bude harmonizován a získá určitý právní rámec. Právní statut získává EA a mění se v profesionálnější organizaci s většími pravomocemi. Předpokládá se vytvoření odvětvových akreditačních schémat. Diskutovanou otázkou byla rovněž přeshraniční spolupráce v oblasti akreditace. Tyto procesy bude EURACHEM nadále sledovat a aktivně ovlivňovat prostřednictvím spolupráce s EA a 4E.

Pavel Janoš

2 Odhad nejistoty měření vyplývající z odběru vzorku

Odběr vzorků vždy přispívá k celkové nejistotě měření. Používané analytické metody umožňují a často i vyžadují použití menších zkoušených objemů. Pokud zkoušený vzorek nebude reprezentativní vzhledem k původnímu materiálu, je zřejmé, že ani analytický výsledek nebude odpovídat reálnému stavu. Pro zajištění platnosti analýzy je tedy odběr vzorku kritickým krokem.

Zde je nutné připomenout ne zcela vyhovující překlad výrazu „sampling“, který v anglosaské literatuře zahrnuje jak vzorkování, tak odběr vzorku. Protože v českých podmínkách je vzorkování obecnější pojem (činnost vedoucí k odběru a odběr reprezentativního vzorku vhodného pro daný účel) než odběr vzorku (stanovený postup odběru vzorku dle příslušné specifikace), je tedy odběr vzorku podmnožinou vzorkování. Pokud nebude uvedeno jinak, další text se bude týkat odhadu a výpočtu nejistoty odběru vzorku.

Nejistoty analytických měření jsou v současné době zpracovány ve většině laboratoří na velmi dobré úrovni. Byly stanoveny např. opakovaným měřením matricových certifikovaných referenčních materiálů (CRM), jejichž příprava často trvá několik let a především vykazují optimální homogenitu. Příspěvek nejistoty odběru vzorku není v nejistotě měření zahrnut. Problematice nejistot měření

Uvnitř čísla

- 1 Kam kráčí Eurachem?
- 2 Odhad nejistoty měření vyplývající z odběru vzorku
- 3 Pražské analytické centrum inovací - PACI
- 4 23. Valné shromáždění Eurachem
- 5 Accreditation and Quality Assurance
- 6 Informace

vznikajících při vzorkování se již delší dobu věnuje společný výbor sdružení EURACHEM, EUROLAB, CITAC a Nordtest, který v dubnu 2006 vydal návrh dokumentu popisujícího tento problém [1]. Upravenou verzi tohoto dokumentu pak Valné shromáždění EURACHEM v květnu t.r. schválilo k publikaci jako oficiální dokument EURACHEM. Následující text ilustruje jeho přístup k nejistotám vzorkování.

Jakým příspěvkem ovlivní nejistota odběru vzorku celkovou nejistotu měření a především, jak ji optimálně stanovit? Nutno konstatovat, že zcela univerzální postup prozatím neexistuje. Vždy se jedná o přiblížení teoretické hodnotě, stejně tak, jako v analytické chemii (tabulka 1 a obrázek 1).

Tab. 1 – Možné zdroje nejistoty odběru/přípravy vzorku

Odběr vzorku	Zpracování vzorku
- HETEROGENITA (nehomogenita)	- homogenizace a výběr vzorku ke zpracování
- efekt strategie odběru vzorku	- sušení
- vliv vzorkovaného množství	- mletí
- fyzikální vlastnosti vzorku (pevný, kapalný, plynný)	- rozpouštění
- vliv teploty a tlaku	- extrakce
- sorpce, rozdělovací koeficienty ve vzorkovaném systému	- kontaminace
- přeprava a skladování vzorku	- derivatizace
	- chyba ředění
	- koncentrování
	- speciální efekty

Předpokládejme, že x je naměřená hodnota koncentrace analytu, X je skutečná hodnota koncentrace analytu reprezentující vzorkovaný objekt, $\varepsilon_{\text{odběru}}$ je příspěvek k celkové chybě měření způsobený odběrem a $\varepsilon_{\text{analýzy}}$ je celkový příspěvek chyby analýzy, potom platí

$$x = X + \varepsilon_{\text{odběru}} + \varepsilon_{\text{analýzy}}$$

kde

$$\varepsilon_{\text{odběru}} = \varepsilon_{\text{heterogenity}} + \varepsilon_{\text{činnost při odběru}}$$

Pro odběr jednoho vzorku platí

$$\sigma^2_{\text{měření}} = \sigma^2_{\text{odběru}} + \sigma^2_{\text{analýzy}}$$

kde σ je směrodatná odchylka experimentálně stanovených hodnot.

Pro další výpočty použijeme výběrovou směrodatnou odchylku s

$$s^2_{\text{měření}} = s^2_{\text{odběru}} + s^2_{\text{analýzy}}$$

Standardní nejistotu měření určíme s použitím $s_{\text{měření}}$

$$s_{\text{měření}} = \sqrt{s^2_{\text{odběru}} + s^2_{\text{analýzy}}} \quad (1)$$

Pro určení nejistoty odběru je doporučeno odebírat vzorky pro více objektů v dané lokalitě (obr. 2 na následující straně), v takovém případě získáme další člen rovnice $\sigma^2_{\text{mezi objekty}}$ – a tedy, pokud jednotlivé příspěvky jsou nezávislé, platí

$$\sigma^2_{\text{celková}} = \sigma^2_{\text{mezi objekty}} + \sigma^2_{\text{odběru}} + \sigma^2_{\text{analýzy}}$$

a pro praktické účely pak rovnice

$$S^2_{\text{celková}} = S^2_{\text{mezi objekty}} + S^2_{\text{odběru}} + S^2_{\text{analýzy}} \quad (2)$$

Empirickým způsobem lze nejistotu odběru vzorku stanovit následujícími způsoby:

- 1) metodou duplicitních odběrů
- 2) jedna vzorkovací skupina použije různé techniky odběru
- 3) více vzorkovacích skupin použije stejnou techniku odběru
- 4) více vzorkovacích skupin použije různé techniky odběru (odpovídá mezilaboratornímu testování)

Jednotlivé způsoby shrnuje tabulka 2 na následující straně.

Standardní nejistota měření, reprezentovaná v tomto případě výběrovou směrodatnou odchylkou měření $s_{\text{měření}}$, je obvykle aplikována na výsledek ve tvaru $x \pm u$ a pokrývá pouze 68 % normálního rozložení. Z tohoto důvodu použijeme rozšířenou nejistotu U , kde platí

$$U = k \cdot u$$

kde $k = 2$. Koeficient rozšíření $k = 2$ pokrývá na hladině pravděpodobnosti 95 % normálního rozložení.

Dále je možno použít vztah

$$U = 2 \cdot s_{\text{měření}} \quad (3)$$

a pro stanovení relativní rozšířené nejistoty U_r

$$U_r = 100 \cdot \frac{2s_{\text{měření}}}{x} \% \quad (4)$$

Modelové příklady [1]

1) Stanovení dusičnanů v hlávkovém salátu metodou HPLC

Z aplikace statistických metod je zřejmé, že zvýšením počtu odběrů se snižuje podíl nejistoty odpovídající příspěvku z odběru vzorku. Minimální počet odběrů aplikovatelný pro analýzu rozptylu (ANOVA) je 8. Obecně je výhodnější odebrat 12 duplicitních vzorků než 8 triplicitních.

Zájmová oblast pro odběr reprezentativního vzorku obsahovala přibližně 20 000 hlávek salátu. Optimální postup pro určení hodnoty dusičnanů je odebrat všechny hlávky salátu, vzorek zpracovat a homogenizovat. Tato strategie je i v jiných případech nereálná. Byl zvolen následující postup. Pozemek byl rozdělen na 8 sektorů, v každém sektoru byly odebrány dva vzorky strategií obráceného W:



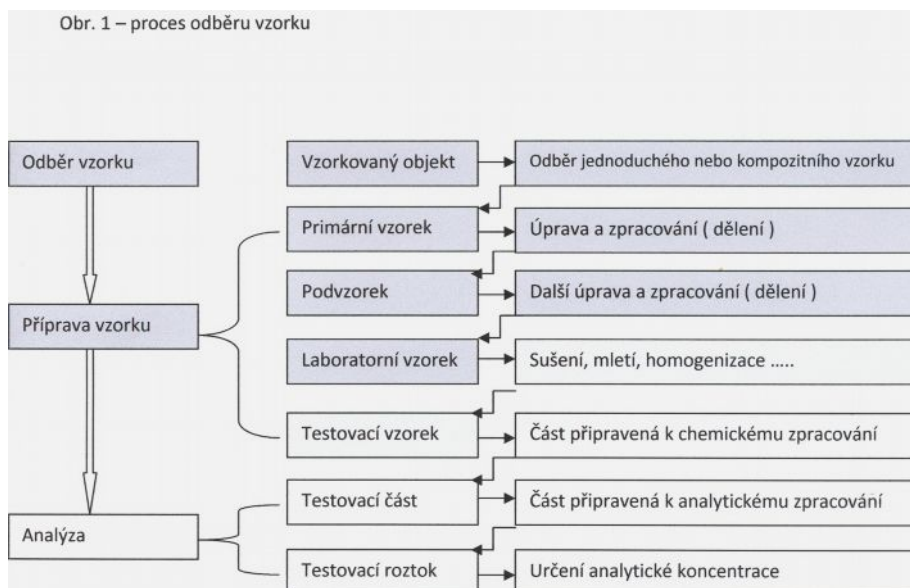
Každý vzorek je tedy tvořen 10 hlávkami salátu. Vzorek byl zpracován v laboratoři, k analýze bylo použito 10 g vzorku. Výsledky stanovení uvádí tabulka 3.

Výsledky byly zpracovány pomocí programu pro analýzu rozptylu (ANOVA) s následujícími výsledky:

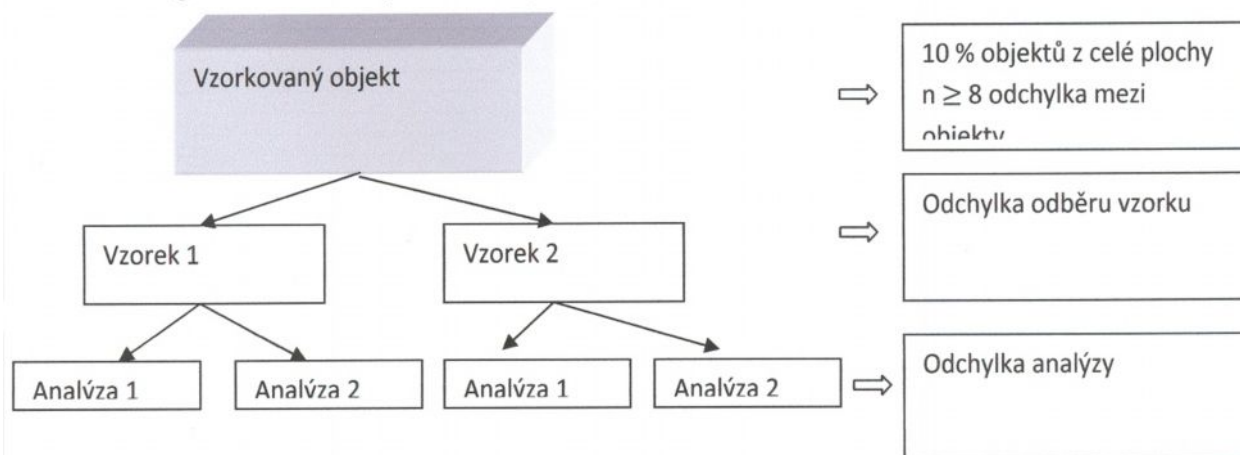
$$s_{\text{odběru}} = 319,05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1} \quad s_{\text{analýzy}} = 167,94 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Dosazením do rovnice (1) se získá celková nejistota měření $s_{\text{měření}} = 360,55 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ a dosazením do rovnice (4) se získá rozšířená nejistota měření $U = 16,4 \%$.

V uvedeném případě se odběr na celkové nejistotě podílí 14,5 % a vlastní analýza 7,6 %.



Obr 2 : Strategie odběru vzorku pro určení nejistoty



Tabulka 2 – Empirické metody určení nejistoty odběru

Metoda	Popis metody	Odběr	Technika odběru	Vyhodnocení složek			
				Přesnost odběru	Vychýlení odběru	Přesnost měření	Vychýlení měření
1	duplikátní vzorky	jednoduchý vzorek	stejná	ano	ne	ano	ne ¹
2	různé techniky odběru	směsný vzorek	různá	z technik odběru		ano	ne ¹
3	odběr dvou a více skupin	více vzorků	stejná	z odběru více laboratořemi		ano	ano ²
4	PT na odběr	více vzorků	různá	z technik odběru + z odběru více laboratořemi		ano	ano ²

Poznámky:

¹ – Zařazením certifikovaného referenčního materiálu pro analýzu je možno určit vychýlení analýzy

² – Vychýlení analýzy je částečně nebo zcela zahrnuto účastí více laboratoří v mezilaboratorní studii

Jako doplnění lze ještě uvést, že limitní hodnota uvedená Commission Regulation (EC) No 563/2002 ze dne 2. dubna 2002 uvádí limitní hodnotu pro dusičnany 4500 mg.kg^{-1} . Jaký legislativní dopad bude mít zapracování nejistoty ponecháme k volné úvaze čtenáři. Jako podkladový materiál je uvedena tabulka 4.

Tabulka 4 – vliv nejistoty měření (podvzorek S1, odběr A – H)

vzorek	S1A1	U	S1A1-U	S1A1+U
A	3898	± 639,3	3259	4537
B	3910	± 641,2	3269	4551
C	5708	± 936,1	4772	6644
D	5028	± 824,6	4203	5853
E	4640	± 761,0	3879	5401
F	5182	± 849,8	4332	6032
G	3028	± 496,6	2531	3525
H	3966	± 650,4	3316	4616

Ještě náročnější z hlediska nehomogenity vzorku je situace u odpadů, zemín a dalších pevných matic.

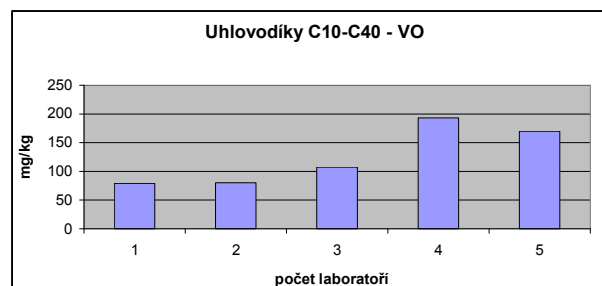
2) Stanovení olova v zemině

Zemina kontaminovaná olovem byla odebrána pomocí odběrové sondy o průměru 25 mm z vrstvy 0 – 150 mm, zájmový objekt tvořila plocha 30 x 30 m, celkově bylo odebráno 100 vzorků a po zpracování v laboratoři analyzováno technikou ICP-AES. V uvedeném případě je celková rozšířená nejistota měření 83,9 %, odběr se na celkové rozšířené nejistotě podílí 83,3 % a vlastní analýza 10,5 %.

Příklad z praxe – stanovení kovů a uhlovodíků v sedimentu [2]

V roce 2006 byl v České republice zpracován projekt ÚNMZ PRM 2006 č. IX/8/06 – Hodnocení vlivu jednotlivých kroků analytických postupů včetně vzorkování u stanovení As, Cr, Ni, Pb a uhlovodíků C10-C40 v sedimentech na výsledek zkoušek a jeho metrologickou návaznost [2]. Vlastního odběru vzorku se účastnilo 10 odběrových skupin. Každý z účastníků obdržel k analýze CRM, IRM – vzorek odebraný organizátorem předem na stejné lokalitě, a připravený v laboratoři (sušení, síťování, homogenizace), KO – směsný vzorek v původním stavu odebraný organizátorem den před odběrem a VO – vlastní směsný vzorek odebraný na lokalitě. Příspěvek nejistoty odběru se pohyboval v rozmezí 40-80 %. Na obr.3 je přehled výsledků stanovení uhlovodíků C10-C40.

Obrázek 3 Stanovení obsahu uhlovodíků C10-C40 – vlastní odběr



Uvedený počet dodaných výsledků nespňuje minimální počet nutný pro vyhodnocení analýzou rozptylu, v tomto případě je proto použito také výsledků dodaných laboratořemi po analýze kontrolních vzorků. Příspěvek odběru 40 % k celkové rozšířené nejistotě je vzhledem k typu analýzy zdánlivě velice nízký. Koncentrace stanovovaného analytu je ovšem blízká detekčním schopnostem použité metody. Hodnota nejistoty metody závisí na koncentraci analytu, pro výsledky blízké se detekčním schopnostem metody dosahuje běžně hodnot 100 %. A to je právě jedno z velkých úskalí určování nejistoty odběru vzorku, kdy nízká koncentrace stanovovaného analytu blízké se detekčním schopnostem použité metody podstatně převyšuje příspěvek nejistoty odběru vzorku pro analyt na požadované koncentraci.

V roce 2007 proběhne mezilaboratorní porovnávací studie pro stanovení příspěvku nejistoty odběru odpadní vody.

Závěrem lze na základě shrnutí poznatků z doposud provedených studií konstatovat, že příspěvek nejistoty odběru vzorku je ve více než 90 % případů vyšší než příspěvek nejistoty vlastní analýzy. Velmi omezujícím faktorem je značná ekonomická náročnost, zvláště pro studii prováděnou jednou laboratoří. Pravděpodobně nejvýhodnější a nejvíce robustní je stanovení příspěvku nejistoty odběru vzorku pomocí mezilaboratorních porovnání odběru vzorků.

Literatura:

- [1] EURACHEM/EUROLAB/CITAC/Nordtest guide (EA LC(06)48_GA_06_22_8.1) Estimation of measurement uncertainty arising from sampling, duben 2006.
- [2] Zpráva projektu ÚNMZ PRM 2006 č. IX/8/06, prosinec 2006.

Pavel Kořínek
ZÚ Brno

3 Pražské analytické centrum inovací – PACI

PACI je dvouletý projekt, který je zaměřen na spolupráci analytických pracovišť na území Prahy. Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a Státním rozpočtem České republiky. Projekt má tři hlavní cíle:

- přispět ke zvýšení kvalifikace pracovníků v oboru analytické chemie
- rozvinout těsnější spolupráci mezi akademickými pracovišti a podnikatelskými subjekty
- ukázat cesty a možnosti komercializace výsledku analytické chemie

První cíl sleduje zvýšení znalostí a dovedností především v nejmodernějších instrumentálních technikách, jako jsou techniky spektroskopické, techniky separační a zejména jejich spojení, dále pak v oblasti elektrochemických senzorů a detektorů. Bude vytvořen a realizován ucelený systém výukových kurzů, zaměřený na know-how v moderních analytických technikách. Nabídkou přípravných kurzů pro certifikaci podle norem ISO 140000, 17025 a 15189 přispěje projekt k zajištění kvality laboratoří.

Druhý cíl je orientován na především na tvůrčí pracovníky v podnikatelské sféře a chce ukázat jednak vlastní výsledky výzkumu na akademických pracovištích, jednak technologický pokrok, který ovlivňuje či ovlivní analytické techniky a přispěje k jejím inovacím. Akademická pracoviště by naopak měla získat informace o potřebách praxe. Hlavní formou naplnění tohoto cíle jsou cykly přednášek a pracovní setkání.

Třetí cíl je orientován především na univerzitní pracoviště. Zhodnotí dosavadní aktivity v této oblasti a na příkladech ukáže možnosti a předpoklady podnikání v akademickém prostředí, možnosti zakládání „spin-off“ společností. Cíl bude realizován formou přednáškového kurzu. Přenos zahraničních zkušeností zajistí velmi úspěšná společnost Isis Innovations Ltd. vlastněná University of Oxford.

Cílem projektu je poskytnout nejen potřebné znalosti, ale i praktické dovednosti kdekoliv to bude možné. Je zřejmé, že v tomto ohledu bude projekt přínosem jak pro poskytovatele služeb chemické analýzy, tak pro jejich konzumenty (pracoviště státní správy či samosprávy). Řada analytických technik je bezprostředně spjata s problematikou monitorování životního prostředí. Těmto tématům bude věnována ve všech akcích maximální pozornost a nejméně jeden kurz a jeden přednáškový cyklus bude věnován speciálně této problematice. Zvláštní pozornost bude věnována otázkám zajištění kvality analytických výsledků v rámci přípravných kurzů pro personál laboratoří. Jiným přínosem projektu je poskytnutí informací, které by mohly být inspirující pro vývoj nových analytických metod či přístrojů.

EURACHEM-ČR se podílel na vytváření programu PACI. V prvním kursu pro certifikaci personálu v rámci systému ISO/IEC 17025 řada členů EURACHEM-ČR měla přednášky o statistických metodách, interních auditech, mezilaboratorních pokusech, nejistotách, validacích a dalších tématech, kterými se EURACHEM-ČR zabývá. Rovněž proběhl kurs používání EXCELU v analytické laboratoři, který zajišťoval lektor z EURACHEM-ČR. V letošním roce byl zahájen rovněž kurs pro certifikaci personálu v rámci systému ISO 15189 za hojně účasti členů EURACHEM-ČR jako lektorů.

PACI má vlastní internetovou stránku www.gacr.cz/PACI kde lze nalézt další informace.

Miloslav Suchánek

4 23. Valné shromáždění Eurachem

Ve dnech 24. a 25. května 2007 se v hotelu Best Western Naujasis v Vilniusu konalo každoroční Valné shromáždění EURACHEM. Česká republika má od letošního roku dva nové delegáty (P. Janoš a D. Milde). Jednání se jako člen výkonného výboru zúčastnil i M. Suchánek, který byl v tajném hlasování zvolen do výkonného výboru na další tři roky. Letošní setkání organizoval litevský EURACHEM ve spolupráci s Univerzitou ve Vilniusu. Podle mého názoru se organizátorům celá akce zdařila. Jednání se zúčastnilo 24 národních delegátů, předsedové pracovních skupin, zástupci spolupracujících organizací (Eurolab, CCQM, EAAB, Euramet) a samozřejmě předseda, místopředseda a tajemník EURACHEM, celkem 45 účastníků. Po schválení agendy Valného shromáždění jsme byli informováni o proběhlých i plánovaných aktivitách sekretariátu a předsedy včetně stručné finanční zprávy.

V roce 2006 tvořilo EURACHEM 31 členských zemí a během letošního Valného shromáždění bylo jednohlasně mezi členy přijato Bulharsko. Představitelem Bulharska byl Dr. Katerinov z národního metrologického institutu, který představil aktivity bulharského EURACHEM. Pro zajímavost mohu uvést, že v současnosti je v Bulharsku asi 200 akreditovaných laboratoří.

Dále byly projednávány vnitřní záležitosti EURACHEM týkající se např. autorských práv publikací, placení členských příspěvků či dřívějších problémů s webovými stránkami. Nadále bude používána doména www.eurachem.org.

Následovalo schvalování nových dokumentů EURACHEM. Na uvedené webové stránce je dostupný dokument s názvem „Využití nejistot při posuzování shody“ (*Use of uncertainty information in compliance assessment*). Delegáti dále schválili dokument „Odhad nejistot při vzorkování“ (*Estimation of measurement uncertainty arising from sampling*). Anglická verze by se měla v dohledné době objevit na webových stránkách EURACHEM. Prozatím je dostupná pracovní verze spolu s prezentacemi ze semináře pořádaného k tomuto tématu v Kodani na webové stránce www.samplersguide.com. V brzké době začneme pracovat na překladu obou dokumentů a plánujeme jejich vydání jako dalšího dílu Kvalimetrie. Následovaly informace od jednotlivých pracovních skupin spolu s plánovanými aktivitami.

Zajímavé byly prezentace týkající se aktivit a postavení EURACHEM v jednotlivých členských zemích. Činnosti a aktivity národních poboček jsou na velmi odlišné úrovni a obvykle spočívají v pořádání seminářů. Aktivity českého EURACHEM jsou ve srovnání s dalšími státy více než nadprůměrné. Jako příklad můžeme uvést, že bylo prodáno více než 4100 kusů příruček Kvalimetrie. Steve Ellison, předseda EURACHEM,

zhodnotil tyto prezentace slovy, že *aktivita nejsou úměrné síle ekonomiky ani velikosti země*. Diskusní fórum bylo letos věnováno tématu „Vývoj v akreditaci“. Zbývající část programu se soustředila na informace o aktivitách spolupracujících organizací a plánovaných aktivitách, které bude EURACHEM pořádat nebo se na nich podílet.

Kompletní agenda Valného shromáždění je v elektronické formě k dispozici u českých delegátů. Příští Valné shromáždění proběhne v květnu 2008 v Aténách a mělo by být spojeno s workshopem v oblasti Education & Training. Účast obou českých delegátů byla hrazena z grantových prostředků MŠMT. *Poděkování za finanční podporu grantovým projektům INGO (LA 311 a LA 312).*

David Milde

5 Accreditation and Quality Assurance 6 - 9/2006

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

Accred. Qual. Assur. ročník 11, č. 6 / 2006

S. S. Ehrmeyer, R. H. Laessig: Harmonizace pravidel versus kvalita Nexus pro laboratorní testy (str. 265-268)

Účelem předpisů CLIA (Clinical Laboratory Improvement Amendments) je získání přesných a spolehlivých výsledků klinického testování v přijatelném časovém horizontu. Cílem legislativy CLIA bylo zajištění základní úrovně kvality testování. Systém "Nexus" jde za tuto základní linii. Předpisy CLIA počítají s prevencí chyb při testování. Článek zmiňuje i další systém předpisů pro laboratorní testování, např. EQC (Equivalent Quality Control) – ten skloubil pohled výkonných i řídicích pracovníků laboratoří i jejich součinnost. Systém Nexus zajistí kvalitu testovacího procesu ve všech jeho částech – jak v části pre-analytické a post-analytické, tak při vlastní analýze.

N. P. van Duijn: Předpokládané hodnoty místo rozsahů normálních hodnot: méně dat, více informací (str. 269-272)

Článek se zaměřuje na tři strategie rozhodování o diagnóze pacienta, které se liší zaměřením se na určité cíle – získání klinických informací či rovinnou usnadnění jednání pacienta s lékařem jak při zadávání testů, tak při interpretaci jejich výsledků.

Zde se jeví posteriorní pravděpodobnosti vhodnější než přístup založený na stanovení normálních hodnot biologicky aktivních látek v organismu.

Nejrozšířenější je vylučovací strategie, její nevýhodou jsou falešně pozitivní výsledky. Běžně má vést pozitivní výsledek k dalšímu pozorování či opakovanému testování. Vzhledem k tomu, že široké testování v praxi není rozumnou strategií, praktičtí lékaři ignorují lehce ab-

normální hodnoty, subjektivně si takto rozšiřují rozsah normálních hodnot, je využito malé množství testů.

Konfirmativní strategie: nevýhodou tohoto přístupu jsou falešně negativní výsledky. Při další léčbě se nedělají testy nebo se opakují, krajní hodnoty intervalů se berou jako abnormální. Počet testů je střední až vysoký.

Taktická strategie: taktický záměr uklidnit pacienta může vést k ignorování lehce zvýšených hodnot rozšířením intervalu normálních hodnot. Nevýznamné přírůstky při testování z taktických důvodů nejsou brány v úvahu, všechny testové výsledky jsou klinicky nevýznamné, nepodezřelé odchylky jsou vyloučeny. Zde by měly být zvoleny velmi omezené sety testů. Laboratorní test je měnou ve vzájemném obchodu s očekáváním a vztahy mezi pacientem a lékařem.

Volba strategie s počítačovým algoritmem vede ke zjištění hodnoty s posteriorní pravděpodobností místo normálních rozsahů hodnot. To znamená o číslo méně na laboratorním formuláři spolu se získáním významnější informace.

J. H. Nichols: Kvalita v systému testování POCT: přechod na další úroveň (str. 273-277)

Systém Point-of-care-testing (POCT) je komplexní systém testování v jednotlivých fázích klinického procesu a může v něm příležitostně vzniknout chyba. POCT kvalita znamená multidisciplinární koordinaci a soulad pre-, post- a vlastních analytických procesů pro získání výsledku a pro klinickou činnost lékaře. Na rozdíl od jiných lékařských zařízení POCT vyžaduje výrazné nároky na analytika a na dokumentaci kalibrace a kontrolu kvality. Kliničtí pracovníci někdy zaměňují POCT za základní laboratorní testování a také zaměňují výsledky, i když jsou to dvě různé metodiky.

POCT na dalších úrovních léčebného procesu znamená pohled až za analytickou fázi diagnostického procesu a integraci POCT do celého procesu péče o pacienta, což slouží jako ilustrace vztahu POCT k rozhodování ve specifických momentech tohoto procesu.

Národní akademie klinické biochemie připravuje systematický přehled literatury za účelem naznačení směrů správné praxe, která dává do souvislosti použití POCT a zlepšení stavu pacientů.

L. G. M. Jørgensen, H. Hey, I. Brandslund, M. Eivindson, I. Vind, H. Grønbaek, S. Jensen a P. H. Petersen: Zlepšení kvality ve zprávách o zdravotním stavu u pacientů s Crohnovou nemocí (str. 278-283)

Použití tří testů zdravotního stavu (IBDQ, BDI, VAS) při léčbě Crohnovy choroby pomocí obohacení diety o 3- a 6 ω-mastné kyseliny je považováno za nevhodné, málo informativní pro klinickou praxi a nehomogenní v kontextu s výsledky mezinárodních studií.

V této studii byl použit index tělesné hmotnosti BMI (Body Mass Index) a posouzení kvality života pacienta jako faktory sledované během léčby. Všechny získané výsledky byly vyjádřeny v % před stanovením optimalizovaných mezních hodnot.

Článek dále zmiňuje výsledky BMI testů. Byly také provedeny testy funkce střev, kvality zdravotního stavu

a astenie. Je navržena i nová selektivní škála se specifickými položkami ve formě optimalizovaného dotazníku.

K validaci je navrhována specifická škála pro posuzování zdravotního stavu během léčení onemocnění střev, při kterých ω -3 mastné kyseliny vykazují nejlepší výsledky.

J. Penders, A. Verstraete: Laboratorní směrnice a standardy v klinické a soudní toxikologii (str. 284-290)

Článek podává přehled standardů a předpisů týkajících se analytické toxikologie a detailněji se zaměřuje také na soudní toxikologii, klinickou toxikologii, testování v jednotlivých fázích klinického procesu (POCT). Existují standardy a směrnice pro forenzní toxikologickou analýzu ve specifických oblastech jako jsou např. testy užívání drog na pracovišti (USA, Austrálie a Evropa).

V oblasti klinické toxikologie se předpisy zaměřují také na časový aspekt analýz. V USA a UK mají stanovený časový limit pro zpracování výsledků specifických analytů. K dispozici je mnoho standardů a předpisů, z nichž si laboratoře mohou vybrat v závislosti na oblasti činnosti a právním prostředí. Specifické požadavky na testování musí být zohledněny v případech klinické smrti a případů sexuálního napadení.

M. Plebani: Ke specifikaci kvality v extra-analytických fázích laboratorního testování: Jaké informace o specifikacích kvality by měly být sdělovány klinickým lékařům a jak? (str. 291-296)

Specifikace kvality, úroveň provedení testů nezbytná pro rozhodování v klinickém procesu hrají nejen centrální roli v managementu kvality v klinických laboratořích ale jsou také nezbytné pro interpretaci získaných informací klinickými lékaři. Laboratorní testy byly rozděleny do pěti kategorií a také je předkládán návrh ohledně informací o specifikaci kvality pro klinické lékaře. U testů s unimodální distribucí (jednovrcholovým rozdělením) by měly být tradiční referenční hodnoty nahrazeny rozhodovacími mezemi, u testů s bimodální (dvouvrcholovým rozdělením) distribucí by měly laboratorní zprávy také obsahovat další údaje ohledně nejistoty u laboratorních dat. U testů, které monitorují reakci na léčbu, by měly být specifikovány hranice mezi dvěma po sobě jdoucími výsledky. Baterie testů mají být doplněny pravidelně komentářem, pokud jej vyžadují, pre- a post- testová konzultace je závazná pro genetické testování.

Accred. Qual. Assur. ročník 11, č. 7 /2006

M. A. Konner, S. Arends, S. Schubert, Ch. Berding, C. Weykamp, C. Siebelder: Výpočet nejistoty pro kalibrátory standardizační sítě IFCC HbA1c (str. 319-328)

Během posledního desetiletí zavedla standardizační síť IFCC HbA1c referenční postup pro HbA1c testování postavenému na nejvyšší příčce metrologického žebříčku. Na základě tohoto postupu jsou připraveny referenční kalibrátory, které slouží jako východisko pro

standardizaci rutinních HbA1c testů. Podle směrnice IVD je nutno nejistotu u referenčního kalibrátoru uvést spolu s deklarovanými hodnotami.

Článek se zabývá výpočtem nejistoty podle GUM (Guide to the expression of uncertainty in measurement). Výsledky jsou validovány simulačními studiemi.

V. Balaram, M. L. Patil, A. K. Agrawal, D. V. Subba Rao, S. N. Charan, M. Satyanarayanan, Ramavati Mathur, K. Kapilavastu, D. S. Sarma, M. Sankara Gowda, S. L. Ramesh, P. Sangurmath, K. V. Anjaiah, B. Dasaram, R. K. Saxena a Zahida Begum: Příprava a certifikace geochemického referenčního materiálu vysoce jakostního zlata. (str. 325-335)

Geochemický referenční materiál vysoce jakostního zlata BND 3401.01 byl připraven v Národním ústavu pro geofyzikální výzkum (NGRI) v Hajdarabádu v Indii. Na programu vývoje se podílelo 15 institucí z Indie, Kanady, Číny a Tanzánie se zkušenostmi v oblasti geochemické analýzy.

K dispozici jsou podrobné charakteristiky ohledně obsahu hlavních, vedlejších, několika stopových a ultrastopových prvků a všech prvků vzácných zemin získané různými analytickými technikami. Je také specifikována certifikovaná hodnota obsahu zlata.

P. Fisicaro, F. Durbiano, F. Giuffredi: Akreditace italské laboratoře pro přípravu referenčního vodného roztoku sacharózy (str. 336-342)

Byla akreditována laboratoř Chemifarm pro kalibraci dvou charakteristik vodného roztoku. Je to první výrobce certifikovaných referenčních roztoků v Itálii. Vodné roztoky obsahují sacharózu v různé koncentraci a mají deklarované různé indexy lomu v daném rozmezí a také různé hmotnostní zlomky (vyjádřeno v Brixově stupnici). Článek také popisuje jak splnit kritéria norem ISO Guide 34 a ILAC-G 12 v souladu s kritérii ISO/IEC.

Accred. Qual. Assur. ročník 11, č. 8-9 (2006)

M. Thompson, S. L. R. Ellison: Posouzení způsobilosti - integrující téma revidovaného souboru pravidel PT v laboratořích analytické chemie (HPPTAC) (str. 373-378)

Článek se zaměřuje na přehled změn harmonizovaných norem IUPAC pro zkoušení způsobilosti (Proficiency Testing - PT) v laboratořích analytické chemie (Harmonised Protocol for Proficiency Testing in Analytical Chemistry) a referuje o výzkumu uskutečněném od prvního vydání norem. Není třeba revidovat principy, aktuální jsou otázky jejich zavádění do praxe s pozitivní zkušeností. Dochází k růstu povědomí o nejistotě jako metrologickém konceptu a objasnění myšlenky posouzení způsobilosti k jistým činnostem, což směřuje k převodu výsledků na skóre porovnatelné mezi různými typy analýz.

A. Schmidt, U. Örnemark, M. Golze, G. M. Henriksen: *Průzkum akreditace pracovišť zajišťujících PT a EQA (External Quality Assessment) (str. 379-384)*

V letech 2004-2005 byly provedeny průzkumy mezi pracovišti zajišťujícími PT a EQA (External Quality Assessment). Informace ze 160 pracovišť z 32 zemí ukazují silnou tendenci směrem k PT/EQA akreditaci. Harmonizace národních akreditačních orgánů je nedostatečná a také PT a EQA nejsou realizovány za stejných podmínek. Článek se také zaměřuje na pohledy zákazníků, zkušenosti z akreditačního procesu, názory z mezinárodních organizací a vliv akreditace na poplatky, kvalitu a dostupnost.

K. Monnery: *Zkušenosti z hodnocení pracovišť pro akreditaci PT (str. 385-387)*

Po skončení pilotního projektu v letech 2001-2 akreditoval UKAS 9 pracovišť pro zajištění PT. V průběhu pilotního projektu a při kontrolních návštěvách získal UKAS zkušenosti s posuzováním organizací dle kritérií ISO/IEC Guide 43-1:1997 a ILAC G13:2000. Článek se zaměřuje na klíčové aspekty pilotního projektu a rozšíření služeb UKAS o akreditaci poskytovatelů PT certifikátů.

A. J. Russell, U. Örnemark, L. Hård, G. Nordin: *Vyplatí se investovat peníze do akreditací pro poskytovatele testů způsobilosti? (str. 388-390)*

Téma je prezentováno ze dvou úhlů pohledu, a to jednak z pohledu akreditačního orgánu, jednak z pohledu poskytovatele externích schémat hodnocení kvality.

N. Boley, A. M. H. van der Veen, P. Robouch, M. Golze, J. van de Kreeke, U. Örnemark, B. Tylee: *Srovnatelnost schémat zkoušení způsobilosti (PT) (str. 391-399)*

Používání schémat zkoušení způsobilosti v posledních letech vzrůstá a jejich srovnatelnost se stává vskutku problémem. Projekt COEPT systematicky demonstruje (ve čtyřech technických sektorech – voda, půda, potravinářství a pracovní hygiena), že v každém sektoru existuje mezi schématy mnoho podobností.

D. Tholen, R. Chappel, B. Francis: *Využití výsledků účastnických externích schémat hodnocení kvality (EQA) pro hodnocení homogenity a stability vzorku pro kvalitativní analyty (str. 400-407)*

Mezinárodní požadavky na testy způsobilosti (PT) a EQA říkají, že poskytovatelé musí demonstrovat, že vzorky jsou homogenní a stabilní. Testy homogenity a stability však mohou být nákladné, mohou používat vzorky, které jinak slouží jako materiál pro kontrolu kvality a rovněž mohou selhat ve zjištění signifikantní nehomogenity a nestability. V některých situacích je lépe použít k identifikaci problémů výsledky od účastníků. Nežvykle vysoký poměr nesprávných výsledků může indikovat, že vzorky nebyly homogenní a stabilní. Článek diskutuje podmínky, za kterých lze toto demonstrovat a na dvou příkladech ukazuje efektivnost daného

návrhu. Tato procedura je efektivní zejména tam, kde je větší množství účastníků a/nebo historicky nízký poměr nesprávných výsledků.

Hana Dočekalová

6 Informace

Seminář *Nejistoty a jejich využití*

EURACHEM-ČR uspořádal 7. června 2007 na Chemické fakultě VUT v Brně seminář *Nejistoty a jejich využití*. Akce se zúčastnilo 58 zástupců laboratoří z celé ČR. Po členy EURACHEM-ČR, kteří se nemohli semináře zúčastnit, je k dispozici omezený počet CD se sylaby přednesených přednášek za manipulační poplatek 150,- Kč. Objednávky zasílejte na adresu sekretariátu, společně s CD vám bude zaslána faktura na výše uvedenou částku.

Jan Vilímeč

Metodické listy EURACHEM-ČR

Na webových stránkách EURACHEM-ČR v sekci PUBLIKACE jsou zveřejněny čtyři Metodické listy (ve formátu pdf). Jedná se o krátká pojednání o konkrétním analytickém problému, v případě potřeby výpočtu i se souborem v MS Excel. Prozatím jsou zveřejněny následující Metodické listy: *Porovnání výsledku s certifikovanou hodnotou CRM, Jak překládat precision, accuracy a trueness?, Výpočet nejistot objemových operací s příslušným souborem v tabulkovém editoru, a Terminologie vzorkování*. Další Metodické listy budou zveřejněny na podzim roku 2007.

Výbor EURACHEM-ČR