

Obsah

1 Úvod	7
2 Validace	9
2.1 Vysvětlíte rozdíl mezi principem, metodou, postupem, návodem a standardním pracovním postupem (SOP).	9
2.2 Co je to validace a jak je definována?	11
2.3 Jak je validace metod vyžadována normou ISO/IEC 17 025?	11
2.4 Jsou normalizované metody validovány?	12
2.5 Musí laboratoř validovat všechny metody?	12
2.6 Lze zaměnit validaci metody regulačním diagramem?	15
2.7 Jak často se má metoda validovat?	15
2.8 Může se více laboratoří spojit k validaci společně používané metody?	15
2.9 Jaké validační parametry má obsahovat validační protokol?	17
2.10 Jak by měla laboratoř prokázat, že má metodu validovanou?	18
2.11 Jaké statistické metody se při validaci používají?	18
2.12 Co jsou „zlatá“ pravidla validace?	19
2.13 Jaký je rozdíl mezi optimalizací metody a validací metody?	19
2.14 Vysvětlíte rozdíl mezi skutečnou hodnotou veličiny, střední hodnotou veličiny a aritmetickým průměrem.	20
2.15 Jak je definována mez detekce a jak se vypočítává?	21
2.16 Jak je definována mez stanovitelnosti a jak se vypočítává?	22
2.17 Co je to pracovní rozsah metody a jak se určuje?	22
2.18 Co je to linearita metody?	23
2.19 Jaké statistické nástroje používáme při kalibraci metody?	24
2.20 Existují softwarové prostředky pro validaci?	25
2.21 Jaký je nejjednodušší postup zjištění robustnosti metody?	26
2.22 Co je to výtěžnost a jak se určuje?	29
2.23 Jak zjišťovat správnost (a pravdivost) analytické metody?	30
2.24 Jak zjišťovat opakovatelnost a reprodukovatelnost analytické metody?	30
2.25 Co se míní selektivitou metody?	33
2.26 Musí se validovat laboratorní software?	33
2.27 Uveďte vhodné zdroje informací o validaci metod.	35
3 Metrologie	37
3.1 Co je návaznost a jak je definována?	37
3.2 Co je národní schéma návaznosti?	38
3.3 Co jsou stanovená měřidla a pracovní měřidla?	40
3.4 Vysvětlíte rozdíl mezi RM, CRM, standardem (etalonem), pracovním RM.	40
3.5 Jak získávat informace o CRM?	41
3.6 Jaké jsou požadavky na producenty CRM?	41
3.7 Co musí obsahovat certifikát CRM?	41
3.8 Jaký je rozdíl mezi ověřováním a kalibrací měřidel?	44

3.9	Jaké jsou požadavky na obsah metrologického řádu?	44
3.10	Co je konfirmace?	46
3.11	Jak stanovujeme intervaly kalibrace měřidel?	47
3.12	Co to je kvalifikace přístroje?	49
3.13	Literatura	51
4	Nejistoty	53
4.1	Jak a proč vznikla veličina nejistota měření?	53
4.2	Proč se obyčejnému intervalu spolehlivosti říká rozšířená nejistota, tedy synonymum?	54
4.3	Co je kvalifikovaný odhad nejistoty B?	55
4.4	Formulace požadavků na protokol zkoušky v ISO/IEC 17 025 neobsahuje striktní požadavek na uvádění výsledku měření spolu s nejistotou. Znamená to, že ve srovnání s EN 45 001 se upouští od požadavku, aby laboratoře odhadovaly nejistotu výsledku měření?	57
4.5	Co nového přináší přepracované druhé vydání příručky EURACHEM „Stanovení nejistoty analytického měření“?	58
4.6	Které obecné zásady jsou pro výpočet nejistot nejdůležitější?	58
4.7	Jakou nejistotu je správné používat na protokolech – vypočtenou nebo kvalifikovaně odhadnutou ?	60
4.8	Je nezbytné nutné počítat nejistoty zkoušek z jednotlivých analytických kroků, je možné v první etapě vycházet z regulačních diagramů?	60
4.9	Výpočet nejistoty ředěných vzorků; u dodávaných referenčních materiálů bývá zpravidla též nejistota udávané hodnoty. Jakým způsobem lze určit nejistotu koncentrace roztoku získaného ředěním referenčního materiálu?	62
4.10	Jaké jsou možnosti použití tabulkových procesorů při výpočtu nejistot?	62
4.11	Proč není teoretický rozbor nejistot součástí normovaných postupů, zejména norem přebíraných z EU?	65
4.12	Jak zahrnout do výpočtu nejistoty indikovanou odchylku – systematickou chybu stanovení, kterou nejsme schopni důvodně přiřadit všem prováděným stanovením?	66
4.13	Lze využít dat z QC pro odhad nejistot? Vztah validace a určování nejistot.	68
4.14	Jaká míra přesnosti (opakovatelnost, reprodukovatelnost, mezilehlá přesnost) je ta „správná“ – pro laboratoř, pro zákazníka, pro „toho, kdo činí rozhodnutí“, pro odhad nejistot. Jaký je racionální přístup při získávání těchto hodnot?	69
4.15	Výrobci přístrojů deklarují u svých výrobků „nejvyšší dovolenou chybu“ bez podrobnějšího vysvětlení. O jakou chybu se jedná?	70
4.16	Jaké postupy máme zvolit, abychom zjistili velikost soustavné chyby analytické metody?	71
4.17	Jak odhadovat nejistoty u metod, pokud je potřeba odhadnout nejistotu v intervalu koncentrací? Vztahuje se nejistota na celý pracovní rozsah?	71
4.18	Existuje jednoznačná interpretace analytických výsledků s nejistotou v případech, kdy se jedná o porovnání s limitními hodnotami?	72
4.19	Jak uvádět výsledky a jak zaokrouhlovat výsledek? Mají se výsledky na mezi stanovitelnosti vyjadřovat s nejistotou?	73
4.20	Jak lze použít analýzy certifikovaného referenčního materiálu k odhadu nejistoty analytické metody?	74
4.21	Jak lze využít analýzy provedené referenční metodou k odhadu příspěvku nejistoty?	75
4.22	Jaké jsou způsoby vyhodnocení duplicitních vzorků? Je možno odhadnout nejistotu z vyhodnocení duplikátů?	76
4.23	Podíl nejistoty analytické kalibrace metody (a způsob výpočtu) na celkové nejistotě stanovení?	76
4.24	Literatura	77

5	Validace a nejistoty vzorkování	79
5.1	Obecný úvod	79
5.2	Bude vzorkování posouzeno při akreditaci jako součást jednotlivých metod, nebo posuzováno samostatně? Vzorkování: akreditace vztahená ke vzorkování vod nebo ke konkrétní analýze? Co musí zahrnovat akreditace vzorkovacích prací? Akreditace odběru vzorků.	81
5.3	Mohou vzorkování provádět jiní pracovníci, než pracovníci laboratoře, která má vzorkování akreditováno?	81
5.4	ČSN EN 45 001. kap. 5.4.3g: podle jakých kritérií určit vhodnost popisu odběru vzorku?	82
5.5	Jak často je při akreditaci vzorkování třeba provádět kontrolu ovlivnění výsledků měření transportem, vzorkovnicí atd.?	82
5.6	Jak rozlišit při kontrole vzorkování správnost vzorkování, nehomogenitu vzorku a správnost stanovení? Jak v praxi zabezpečit kontrolu kvality odběru vzorků a určit nejistotu odběru? Jak zahrnout nejistotu vzorkování do protokolu o zkoušce?	83
5.7	Jak provádět interní prověrky vzorkování?	85
5.8	Jak bude posuzována dokumentace a rozsah zabezpečení jakosti vzorkování v případě, že laboratoř bude provádět vzorkování jako neposouzenou (neakreditovanou) činnost?	85
5.9	Závěr	86
6	Regulační diagramy	87
6.1	Jaké jsou doporučené metody statistického řízení jakosti?	87
6.2	Vysvětlíte základní pojmy související s regulačními diagramy.	87
6.3	Jaké existují typy regulačních diagramů?	89
6.4	Jaké typy regulačních diagramů se nejvíce používají v laboratořích?	90
6.5	Jak zvolit vhodný typ regulačního diagramu?	91
6.6	Praktický návod pro používání regulačních diagramů.	92
6.7	Vyhodnocování a interpretace regulačních diagramů.	92
6.8	Co jsou multivariantní (multikriteriální) regulační diagramy?	94
6.9	Jaké jsou zvláštnosti specifika použití regulačních diagramů v mikrobiologii?	95
6.10	Jaké je další využití regulačních diagramů v laboratořích mimo přímou oblast zkoušek?	96
6.11	Doporučená literatura o vytváření a používání regulačních diagramů.	97
7	Názory Českého institutu pro akreditaci na některé otázky	99
7.1	Názor na zavádění a používání EN a ISO norem pro analytické metody v případech, kdy jsou metody zpracovány ve formě SOP, jsou validovány (příp. i akreditovány), ale vycházejí ze starých (již neplatných) ČSN.	99
7.2	V čem se liší norma ISO/IEC 17 025 od ČSN EN 45 001?	99
7.3	Jak přesně vymezit a zformulovat do pracovních smluv pojem „služební tajemství“?	99
7.4	Jsou platné normy validovány? Pokud ano, kde je možné výsledky validace shlédnout, pokud ne, z čeho vycházejí udávané údaje?	99
7.5	Setkali jsme se s nejednoznačným výkladem subdodávek. Podle jednoho názoru může laboratoř získat osvědčení (akreditaci) pouze na metody, které je sama schopna provádět. Za subdodávku se považují veškeré ostatní analýzy, které laboratoř zadá u jiné laboratoře. Podle dalšího názoru laboratoř může zadat u subdodavatele (s příslušnou kvalifikací) i analýzy, na něž má osvědčení (akreditaci), např. při poruše. analýzy (neakreditované), které laboratoř zadává u jiných laboratořích za subdodávky považovány nejsou. jedná se tak o běžné subdodávky v rámci obchodních vztahů se zákazníkem.	100
7.6	Jak zvolit firmu, která provede confirmaci měřidla tak, aby byla confirmace uznána akreditačním orgánem, existuje evidence takových firem?	101

7.7	Ekonomická nezávislost laboratoře; jak je nutno prokazovat nezávislost laboratoře, která je součástí organizace a práce pro interní zákazníky nejsou fakturovány klasicky.	101
7.8	Je možné podle ISO/IEC 17 025 na žádost zákazníka použít hromadný protokol a přitom uvádět, že laboratoř je akreditovaná. Pakliže ano, jak se počítá množství neakreditovaných stanovení?	101
7.9	Norma ISO/IEC 17 025: řízení neshod, analýza příčin, nápravná opatření, řízení datových souborů – v jakém rozsahu?	101
7.10	Kolik bude v naší zemi akreditačních orgánů a jak si je má laboratoř vybrat?	102
7.11	Co si lze představit pod pojmy: první, druhá a třetí stana?	102
7.12	Příklad postupu pro přezkoumávání požadavků nabídek a smluv?	102
7.13	Má být manažer jakosti stálým pracovníkem zařazeným do útvaru laboratoří?	102
7.14	Úsudky a interpretace jako součást zkušebního protokolu.	103
7.15	Jak postupovat v případě, že začne platit pro určité stanovení nová norma?	103
7.16	Jaká se bude vyžadovat dokumentace přezkoumávání požadavků interních zákazníků?	103
7.17	Jaký je výklad pojmů „řízení neshodné práce“, „nápravná opatření zabraňující opakovanému výskytu problému“, „preventivní opatření“, které spolu úzce souvisí a jsou v ISO 17 025 vymezeny tak obecně, že rozdíly mezi nimi nejsou jasné?	104
7.18	Jakým způsobem je možné ovlivnit proces tvorby norem pro laboratoře ve stávajících normách je mnoho chyb. Některé jsou zjevné a některé skryté a odhalí se až při zavádění postupů do laboratoří?	104
7.19	Ekonomická nezávislost laboratoře; jak je nutno prokazovat nezávislost laboratoře, která je součástí organizace a práce pro interní zákazníky nejsou fakturovány klasicky.	104
7.20	Akreditace odběru vzorků?	104
7.21	Bude vzorkování posuzováno při akreditaci jako součást jednotlivých metod nebo bude posuzováno samostatně?	105