

Příprava položek zkoušení způsobilosti, testování homogenity a stability, vyhodnocení PT

Pavel Kořínek

na začátku všeho je myšlenka...

- Staneme se akreditovaným poskytovatelem
- Zorganizujeme PT pro stanovení analytů v sedimentu

zdokumentujeme vše ...



Poskytovatel PT

- Na všechno máme dokumentaci

F-45-11-01 Logistika - logistika kola PT

a již máme

pilotní pracoviště pro přípravu vzorku

- akreditované ČIA, s posouzeným SOP pro přípravu PT

Laboratoř

- hledali a hledali až našli plán vzorkování



máme vzorek



něco musíme přidat



opatrně sušíme....



homogenizace



otestujeme homogenitu



rozvážíme, zabalíme, pošleme



vše zdokumentujeme (laboratoř)

datum	hodina	úkon	provedl
13.1.2011	9:30 - 10:30	odběr vzorku	XXXXXXXX
14.-15.1.2011	13:00 - 13:00	sušení vzorku	XXXXXXXX
17.-20.1.2011	-	mletí vzorku na kulovém mlýnu	XXXXXXXX
21.-22.1.2011	-	spikování p-chlorfenolem, sušení	XXXXXXXX
23.1.2011	-	homogenizace spikovaného vzorku po vysušení	XXXXXXXX
24.1.2011	14:00 - 15:45	balení vzorků do vzorkovnic	XXXXXXXX
25.1.2011	-	analýza vzorků - parametr AOX - pro test homogenity	XXXXXXXX
16.2.2011	-	distribuce vzorků	XXXXXXXX
22.2.2011	-	distribuce vzorků	XXXXXXXX
23.2.2011	-	analýza vzorků - parametr AOX - pro test stability	XXXXXXXX
28.2.2011	-	Vyhodnocení testu stability a homogenity	XXXXXXXX

a doložíme (laboratoř, organizátor)

- testování homogenity
- zpráva z PT
- vyhodnocení PT

vystavíme osvědčení o účasti


 CSlab spol. s r. o.
 Bavorská 856
 155 00 Praha 5


Organizátor programu zkoušení způsobilosti akreditovaný ČIA č. 7003

Č.j.: PT/CHA/8/2010 (PT32)
 Registrační č.: 214

OSVĚDČENÍ

o účasti ve zkoušení způsobilosti

Označení PT: PT/CHA/8/2010 (PT32)
Matrice: Odpadní voda
Ukazatele: Vybrané ukazatele jakosti odpadní vody - ZCHR
Termín: září-prosinec 2010, Praha, Brno, Ostrava
Laboratoř: 

Uvedená laboratoř účasti ve zkoušení způsobilosti dosáhla svými výsledky vyhodnocenými podle ČSN ISO 5725 "Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření" a ISO 13528:2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, uspokojivých výsledků stanovení ukazatelů uvedených v příloze tohoto osvědčení. Laboratoř svou účastí ve zkoušení způsobilosti demonstrovala svou schopnost provádět tato stanovení.

Bez přílohy je toto osvědčení neplatné.


Datum vystavení osvědčení: 14. prosinec 2010

Platnost tohoto osvědčení je jeden rok od data vystavení.



 Ing. Alena Nižnanská
 koordinátor PT


 RNDr. Pavel Kofínek, Ph. D.
 zástupce vedoucí CSlab spol. s r. o.


 CSlab spol. s r. o.
 Bavorská 856
 155 00 Praha 5


Organizátor programu zkoušení způsobilosti akreditovaný ČIA č. 7003

Příloha k č.j.: PT/CHA/8/2010 (PT32)
 Registrační č.: 214


MORAVSKÁ VODÁRENSKÁ, a.s.
 Oddělení kontroly kvality vody, laboratoř Zlín
 Dolní novosadská
 779 00 Olomouc
 IČ: 61859575

dosáhla ve zkoušení způsobilosti

PT/CHA/8/2010 (PT32)
 Odpadní voda
 Vybrané ukazatele jakosti odpadní vody - ZCHR

uspokojivých (satisfactory*) výsledků:

- Dusičnanový dusík
- pH
- Biochemická spotřeba kyslíku po 5 dnech
- Chemická spotřeba kyslíku dichromanem
- Amoniakální dusík
- Dusičnanový dusík
- Celkový anorganický dusík
- Organický dusík
- Celkový fosfor
- Rozpuštěné látky sušené
- Rozpuštěné látky žíhané
- Nerozpuštěné látky (NL 105)

Za výsledky vyhodnocení PT:
 V Praze, dne 14.12.2010
 



* ČSN EN ISO/IEC 17043 Posuzování shody - Obecné požadavky na zkoušení způsobilosti

Předpoklady studií homogenity a stability

- pro PT potřebujeme získat optimální mezivzorkovou homogenitu
- poskytovatel PT deklaruje krátkodobou stabilitu (transport a doba analýz)
- část materiálů má prokazatelně dlouhodobou stabilitu, odpovídá uživatel materiálu
- pro studii homogenity i stability využíváme náhodné vzorkování

homogenita a stabilita - odkazy

Pure Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, pp. 145–196, 2006.
doi:10.1351/pac200678010145
© 2006 IUPAC

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY

ANALYTICAL CHEMISTRY DIVISION*

INTERDIVISIONAL WORKING PARTY FOR HARMONIZATION OF
QUALITY ASSURANCE SCHEMES

THE INTERNATIONAL HARMONIZED PROTOCOL FOR THE PROFICIENCY TESTING OF ANALYTICAL CHEMISTRY LABORATORIES

(IUPAC Technical Report)

Prepared for publication by

MICHAEL THOMPSON¹, STEPHEN L. R. ELLISON^{2,4}, AND ROGER WOOD³

¹*School of Biological and Chemical Sciences, Birkbeck College, University of London, Malet Street, London WC1E 7HX, UK;* ²*LGC Limited, Queens Road, Teddington Middlesex, TW11 0LY, UK;* ³*Food Standards Agency, c/o Institute of Food Research, Norwich Research Park, Colney, Norwich NR4 7UA, UK*

*Membership of the Analytical Chemistry Division during the final preparation of this report was as follows:

President: K. J. Powell (New Zealand); **Titular Members:** D. Moore (USA); R. Lobinski (France); R. M. Smith (UK); M. Bonardi (Italy); A. Fajgelj (Slovenia); B. Hibbert (Australia); J.-Å. Jönsson (Sweden); K. Matsumoto (Japan); E. A. G. Zagatto (Brazil); **Associate Members:** Z. Chai (China); H. Gamsjäger (Austria); D. W. Kutner (Poland); K. Murray (USA); Y. Umezawa (Japan); Y. Vlasov (Russia); **National Representatives:** J. Arunachalam (India); C. Balarew (Bulgaria); D. A. Batistoni (Argentina); K. Danzer (Germany); E. Domínguez (Spain); W. Lund (Norway); Z. Mester (Canada); **Provisional Member:** N. Terto (Botswana).

⁴Corresponding author: E-mail: s.ellison@lgc.co.uk

Republication or reproduction of this report or its storage and/or dissemination by electronic means is permitted without the need for formal IUPAC permission on condition that an acknowledgment, with full reference to the source, along with use of the copyright symbol ©, the name IUPAC, and the year of publication, are prominently visible. Publication of a translation into another language is subject to the additional condition of prior approval from the relevant IUPAC National Adhering Organization.

145



GUIDE 35

Reference materials — General
and statistical principles for
certification

Third edition 2006

© ISO 2006

homogenita a stabilita - odkazy

KVALIMETRIE

Miloslav Suchánek

16. Statistické metody v metrologii a analytické chemii

Řešené příklady na CD-ROM v Excelu

Eurachem



ZASTŘENO
NA ANALYTICKOU CHEMII
V EURLABU

KVALIMETRIE

17. Mezilaboratorní porovnávání a zkoušení způsobilosti

Pomůcka k zajišťování kvality v chemických,
biochemických a klinických laboratořích

Eurachem



ZASTŘENO
NA ANALYTICKOU CHEMII
V EURLABU



- testování homogenity - software

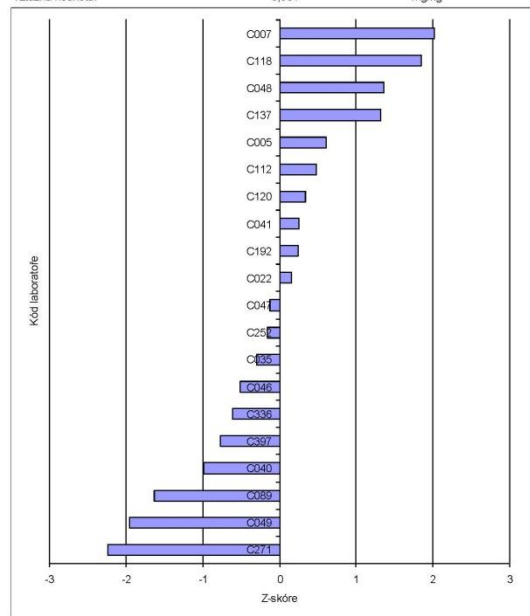
odpadní voda

Vyhodnocení - zhomogenizovaná odpadní voda - reálný vzorek

Vzorkování sedimentu

Příloha č. 7 ke zprávě úkolu PRM č. VIII/12 strana 1 ze 2

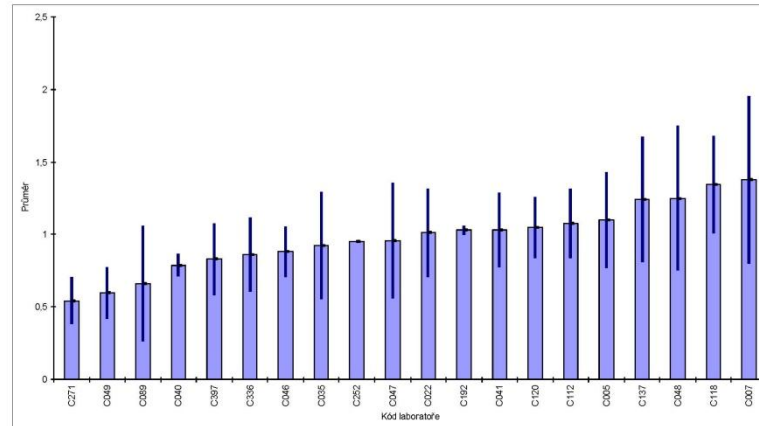
Označení PT: PT/CHA/1/2011 (PT22)
 Ukazatel: Benzo[g,h,i]perylen [mg/kg]
 Počet laboratoří, které dodaly výsledky: 20
 Minimum a maximum naměřených hodnot: 0,542 - 1,377 mg/kg
 Minimum a maximum pro udělení Osvědčení: 0,589 - 1,373 mg/kg
 Průměr laboratoří po vyloučení odlehlých výsledků: 0,974 mg/kg
 Vztažná hodnota: 0,981 mg/kg



6

Příloha č. 7 ke zprávě úkolu PRM č. VIII/12 strana 2 ze 2

Označení PT: PT/CHA/1/2011 (PT22)
 Ukazatel: Benzo[g,h,i]perylen [mg/kg]
 Počet laboratoří, které dodaly výsledky: 20
 Minimum a maximum naměřených hodnot: 0,542 - 1,377 mg/kg
 Minimum a maximum pro udělení Osvědčení: 0,589 - 1,373 mg/kg
 Průměr laboratoří po vyloučení odlehlých výsledků: 0,974 mg/kg
 Vztažná hodnota: 0,981 mg/kg



6

Stanovení vztažné hodnoty

- stanovení vztažné hodnoty – pilotní laboratoř
- stanovení vztažné hodnoty z průměru laboratoří po vyloučení odlehlých hodnot
- pro méně než 20 účastníků použití Hornova postupu
- uměle připravené vzorky – vztažná hodnota z CRM
- pokud se přesto průměr laboratoří liší o více než jednu směrodatnou odchylku σ , bere se jako vztažná hodnota průměr laboratoří

Vyhodnocení PT - Z_{score}

- Každá laboratoř analyzuje vzorek dvakrát a dodá dva výsledky. Každému průměru výsledku laboratoře je přiřazeno z-skóre vypočítané ze vztahu:

$$Z = \frac{x - X}{\sigma}$$

- kde x je výsledek účastníka
- X je vztažná hodnota
- σ je cílová hodnota směrodatné odchylky
- Pro hodnoty z-skóre platí:
 - $z \leq 2$ uspokojivé
 - $2 < |z| < 3$ sporné
 - $z \geq 3$ neuspokojivé.

Vyhodnocení PT – E_n číslo

- U uměle připravených vzorků, kdy je určena nejistota vztažných hodnot, se vypočítá i E_n číslo (dodá-li účastník rozšířené nejistoty).

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab.}^2 + U_{ref.}^2}}$$

$U_{lab.}$ - rozšířená nejistota výsledku účastníka,

$U_{ref.}$ - rozšířená nejistota vztažné hodnoty stanovená referenční laboratoří.

$|E_n| \leq 1$ uspokojivé

$|E_n| > 1$ neuspokojivé

Koluze výsledků

- celkově 17 respondentů
 - - účast v PT je pro mne nutné zlo 9
 - - je pro mne zajímavá např. k vyhledání chyb 8
 - - je mi to jedno, je to jeden vzorek navíc 0
- nikdy nekonzultuji výsledky PT 0
- sděluji výsledky jen v případě, že mi někdo zavolá 8
- sám kontaktuji jiné laboratoře 9

Koluze výsledků

- celkově 17 respondentů
 - - nikdy jsem neupravil výsledky v PT 4
 - - občas jsem upravil výsledky PT 12
 - - často upravuji výsledky PT 1
- pokud v PT neuspěji, budu v práci postižen 3
- pokud v PT neuspěji, nebudu v práci postižen 14



děkuji za pozornost