



The slide features the logo of Palacký University in Olomouc at the top left, with the text 'Univerzita Palackého v Olomouci' to its right. The main title 'Zajišťování kvality' is displayed in a large, bold, blue font. Below the title, there is a list of bullet points defining quality assurance and its key elements.


- (QA – quality assurance): část managementu kvality zaměřená na poskytování důvěry, že požadavky na kvalitu budou splněny:
 - Všechny plánované a systematické činnosti, zavedené jako součást systému managementu a potřebné k prokázání přiměřené důvěry, že výrobek nebo služba splňují požadavky na kvalitu.
- **Důležité prvky zajišťování kvality:**
 - vyhovující laboratorní prostředí,
 - udržované a kalibrované zařízení,
 - **programy řízení kvality (interní/vnitřní a externí/vnější),**
 - vzdělaný, školený a zkušený personál,
 - validované a dokumentované metody,
 - postupy kontroly a vydávání zpráv,
 - metrologická návaznost výsledků,
 - interní audity a přezkoumání systému managementu,
 - požadavky na chemikálie,
 - plány vzdělávání a záznamy o něm,
 - preanalytická fáze (odběr, identifikace, skladování a transport vzorků).



Univerzita Palackého
v Olomouci

Řízení kvality

- (QC quality control): část managementu kvality zaměřená na plnění požadavků na kvalitu:
 - Souhrn postupů, přijatých personálem laboratoře k průběžnému sledování postupů a výsledků měření s cílem rozhodnout, zda jsou výsledky dostatečně spolehlivé, aby vyhověly potřebě zákazníka.
- Prvky vnitřního řízení kvality:
 - analýza referenčních materiálů/vnitřních etalonů (standardů)
 - analýza blanků
 - analýzy pozadí – matrice
 - analýzy vzorků s přidavkem standardu
 - analýzy duplikátů
 - používání kontrolních materiálů a regulačních diagramů
 - statistické metody
 - interní audity
- Prvky vnějšího řízení kvality:
 - účast v programech zkoušení způsobilosti
 - porovnávací a certifikační studie
 - externí audity a klasifikace



Univerzita Palackého
v Olomouci

Vnitřní QC

**Regulační diagramy (RD)
(Control charts)**



Univerzita Palackého
v Olomouci

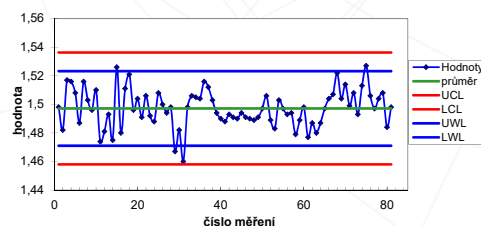
- Regulační diagramy umožňují dlouhodobě sledovat stabilitu (chemického) měřicího systému.
- Diagnostický nástroj k posouzení, zda se sledovaný proces chová tak, jak očekáváme (= stav statistické regulace).
- **Účel:** posouzení, zda je variabilita parametru způsobena pouze náhodným kolísáním nebo jinými příčinami (nastavení přístroje, změna chemikálie, ...).
- Typy regulačních diagramů:
 - **Shewhartovy RD:** navrhl W.A. Shewhart pro posuzování kvality vyráběných telefonních přístrojů (1924).
 - **Cumulative Sums (CUSUM):** popsal v r. 1954 E.S. Page pro monitorování změn v detekčních systémech.

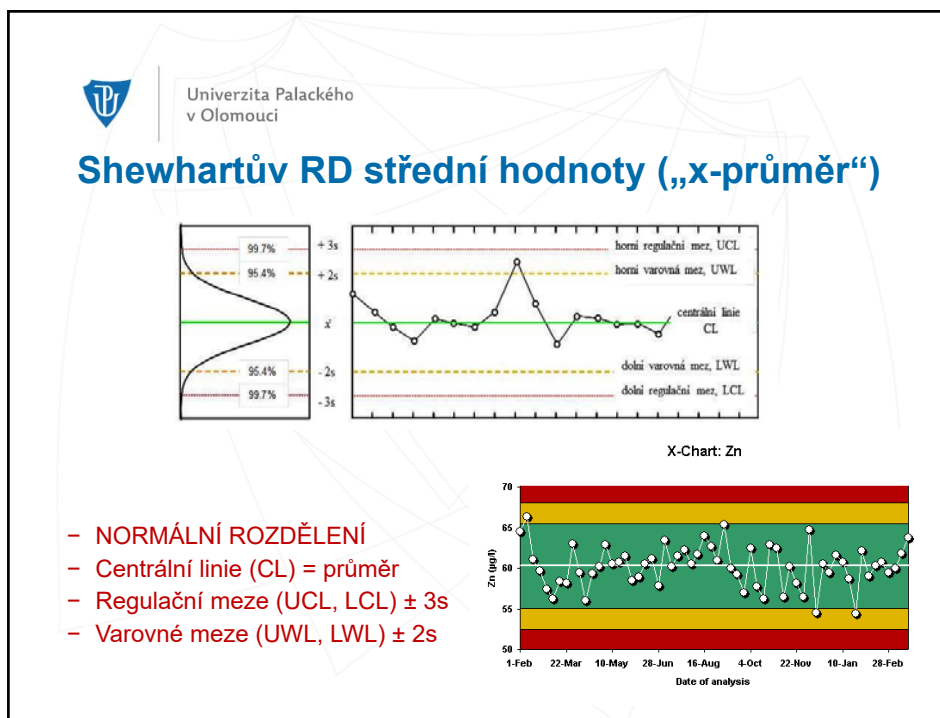
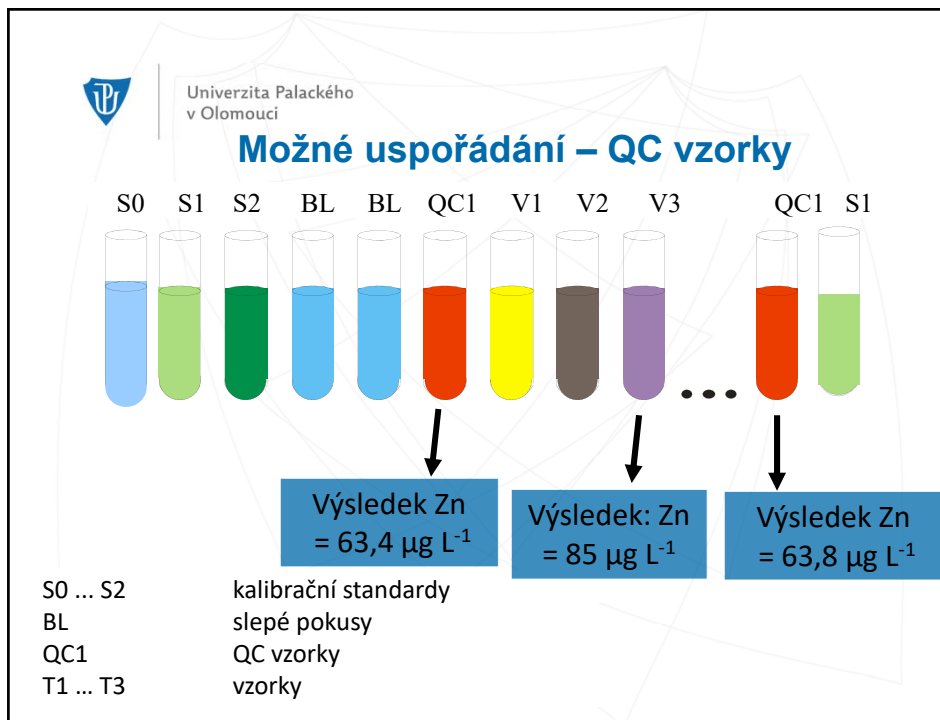


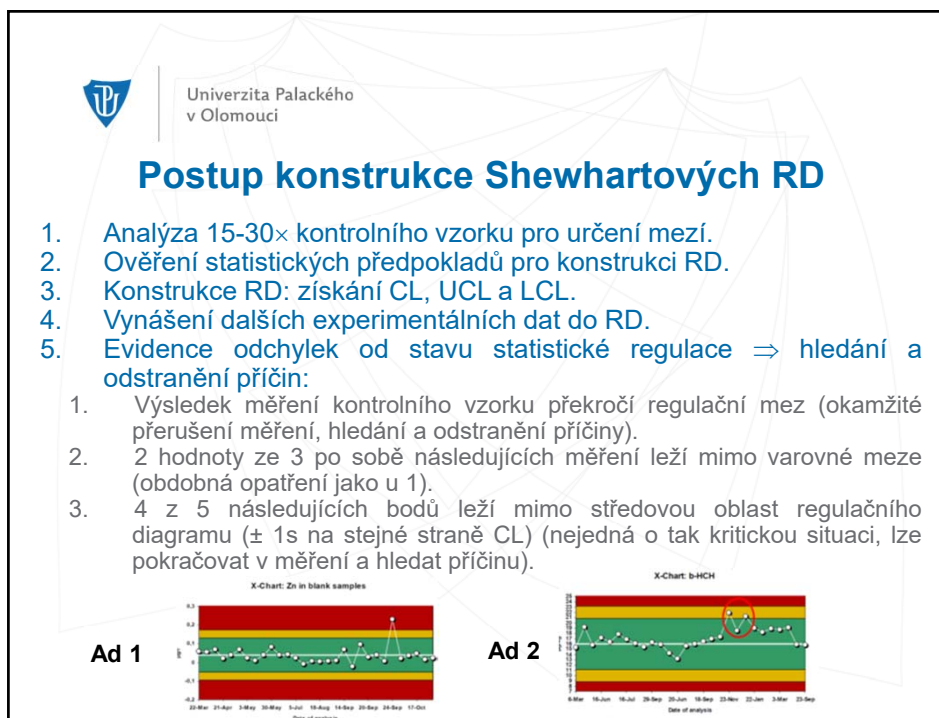
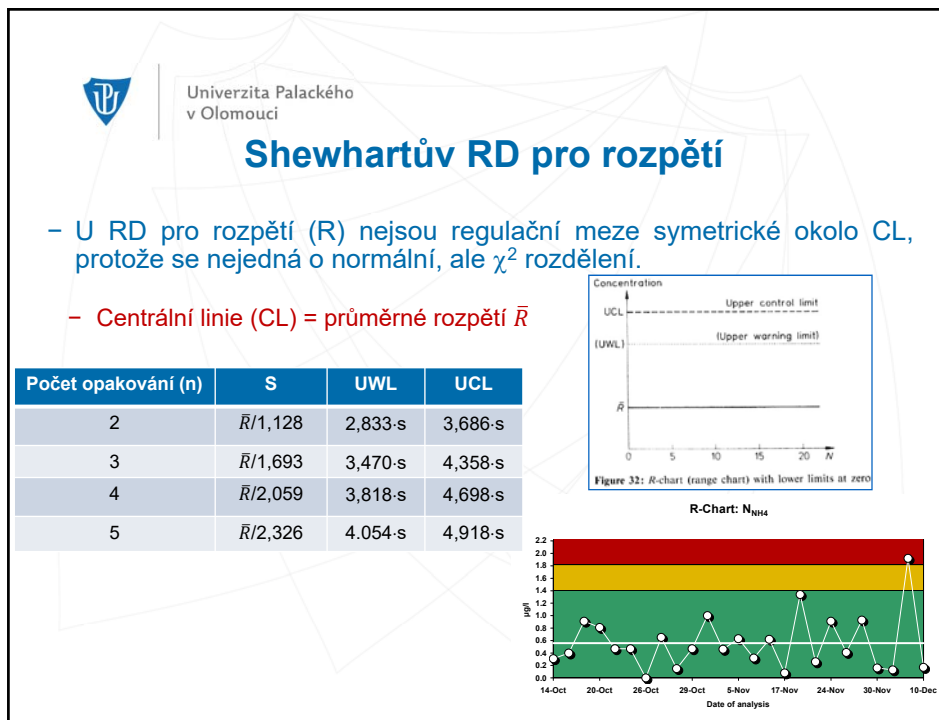
Univerzita Palackého
v Olomouci

Shewhartovy RD

- Nejvíce se využívají Shewhartovy RD pro průměr \bar{x} a rozpětí R sloužící k podchycení každodenní variability analytického procesu.
- Výsledky individuálních měření kontrolního vzorku se vynášejí na osu y proti datu měření nebo číslu kontrolního vzorku.
- **Statistické předpoklady pro použití Shewhartových RD:**
 - normalita rozdělení dat, nezávislost,
 - konstantní střední hodnota a rozptyl, bez odlehlých bodů.





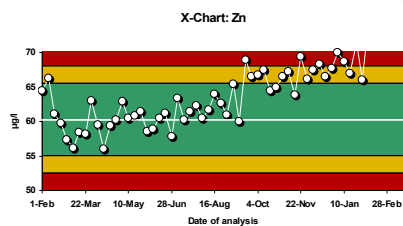




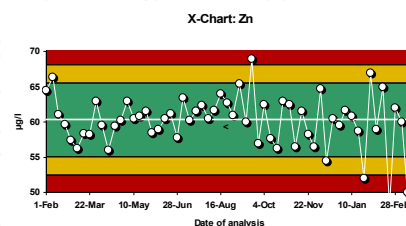
Univerzita Palackého
v Olomouci

Shewhartovy RD

- Doporučovaná četnost kontrolních vzorků pro vnitřní řízení kvality se obvykle 5 %, tzn. série každých 20 vzorků by měla obsahovat 1 kontrolní vzorek.
- Pravidelné posuzování RD – např. roční kontrola zaměřená na sledování změny centrální linie nebo směrodatné odchylky.



změna centrální linie



změna směrodatné odchylky



Univerzita Palackého
v Olomouci

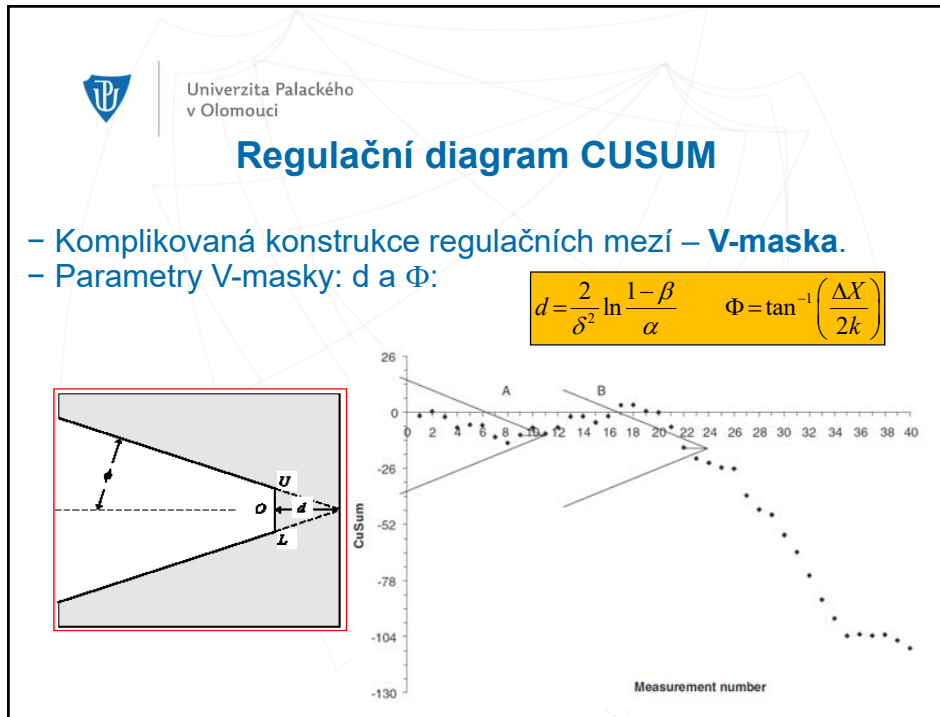
Regulační diagram CUSUM


- **C**umulative **S**UMs = postupné součty.
- Do RD se vynášejí postupné součty odchylek měřené veličiny od očekávané hodnoty μ_0 .

$$S_i = \sum_{j=1}^i (X_j - \mu_0)$$

$$S_1 = X_1 - \mu_0; S_2 = S_1 + (X_2 - \mu_0); S_3 = S_2 + (X_3 - \mu_0)$$

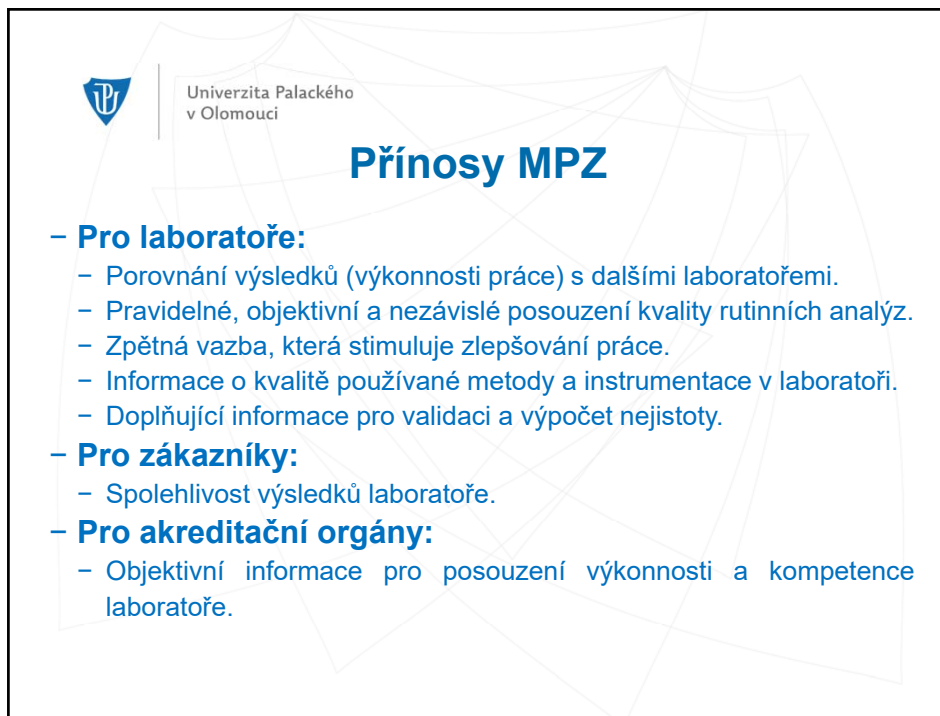
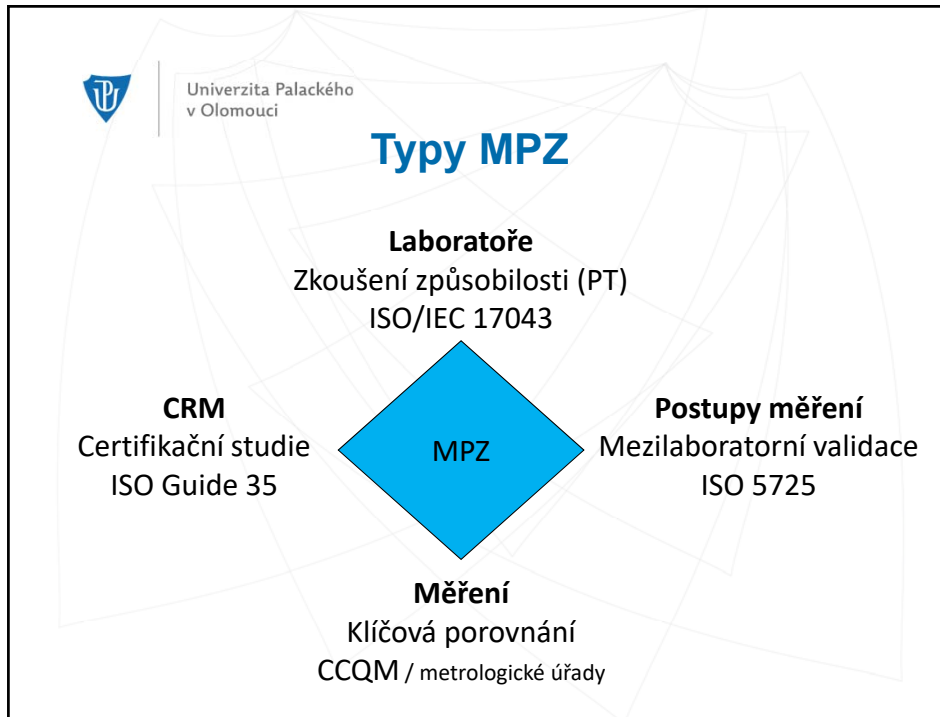
- Do RD vynášíme hodnoty např. z měření QC vzorku.
- Je-li systém ve stavu statistické regulace, leží CUSUM okolo 0.
- Při vzniku difference X_i od μ_0 se hodnoty CUSUM začnou odchylovat od 0 (změní se směrnice přímky).




 Univerzita Palackého
v Olomouci

Vnější opatření QC

Mezilaboratorní porovnávací zkoušky – MPZ
(Interlaboratory comparisons – ILC)





Univerzita Palackého
v Olomouci

MPZ pro postupy měření (ISO 5725)

- IUPAC název: Performance Study
- Výsledky se hodnotí jednofaktorovou ANOVA, sledují se 2 rozptyly:
 - rozptyl opakovatelnosti (lidský faktor) s_r^2 ,
 - mezilaboratorní rozptyl s_L^2 ,
 - rozptyl reprodukovatelnosti $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$.
- Postup vysvětlíme pouze pro 2 opakování v každé laboratoři ($p =$ počet laboratoří).

$$s_r^2 = \frac{1}{2p} \sum_{i=1}^p (y_1 - y_2)^2 \quad s_L^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 - \frac{s_r^2}{2}$$

\bar{y}_i 5 průměr i -té laboratoře

$\bar{\bar{y}}$ 6 celkový průměr (všech laboratoří)



Univerzita Palackého
v Olomouci

MPZ pro postupy měření (ISO 5725)

- Příklad: Vzorek krmiva s růstovým hormonem olaquindaxem byl poslán do 5 laboratoří*. Každá laboratoř provedla 2 stanovení dohodnutým postupem měření (HPLC s UV/Vis detekcí). Zjistěte rozptyl reprodukovatelnosti tohoto postupu měření.
- * V praxi by byl počet laboratoří větší. Příklad má ilustrovat princip výpočtu.

Číslo laboratoře	1. výsledek (mg/kg)	2. výsledek (mg/kg)
1	23,0	22,2
2	23,8	22,6
3	21,0	23,8
4	26,5	27,1
5	21,4	21,4



Univerzita Palackého
v Olomouci

MPZ pro laboratoř: zkoušení způsobilosti


- **Organizace** (poskytovatel zkoušení způsobilosti):
 - nabídka účastníkům,
 - příprava vzorků, testy homogenity a stability,
 - distribuce vzorků,
 - účastník analyzuje vzorek/vzorky a zašle výsledky poskytovateli,
 - sběr dat a jejich vyhodnocení,
 - zaslání zpráv účastníkům.
- **Vzorky:**
 - matrice podobná reálným vzorkům, stabilita, homogenita,
 - při použití CRM zabránit jejich identifikaci.



Univerzita Palackého
v Olomouci

MPZ pro laboratoř: zkoušení způsobilosti

- **Distribuce vzorků:**
 - kódování vzorků, zabránění omylu či identifikaci,
 - zabránění dohodám mezi účastníky a výměně informací,
 - podmínky transportu musí odpovídat typu vzorků.
- **Analýzy v laboratoři:**
 - přístup jako k běžným vzorkům ??,
 - zvolit vhodnou frekvenci účasti v PT,
 - rozsah je omezen náklady a splněním minimálních požadavků akreditačního orgánu,
 - ne všechna data jsou spolehlivá (konkurence, neprofesionální přístup pod hrozbou vyloučení z trhu).
- **Vyhodnocení dat poskytovatelem:**
 - statistická analýza (normální rozdělení, odlehlé hodnoty, ...),
 - důvěrnost a důkladná dokumentace.


 Univerzita Palackého
v Olomouci

Výkonnostní statistiky

– Nejběžnější je **z-skóre**:

X – vztažná hodnota
x – výsledek laboratoře
 σ_{PT} – směrodatná odchylka

$$z = \frac{x - X}{\sigma_{PT}}$$

– Kritérium posouzení úspěšnosti:


$|z| < 2$ úspěšná účast
 $2 < |z| < 3$ pochybný výsledek
 $|z| > 3$ neúspěšná účast

– **Zeta skóre**:

$$\xi = \frac{x - X}{\sqrt{u(x)^2 + u(X)^2}}$$

u(x) – standardní nejistota výsledku laboratoře
u(X) – standardní nejistota vztažné hodnoty

- při vyhodnocení se použije i nejistota laboratoře,
- posouzení úspěšnosti stejné jako u z-skóre.


 Univerzita Palackého
v Olomouci

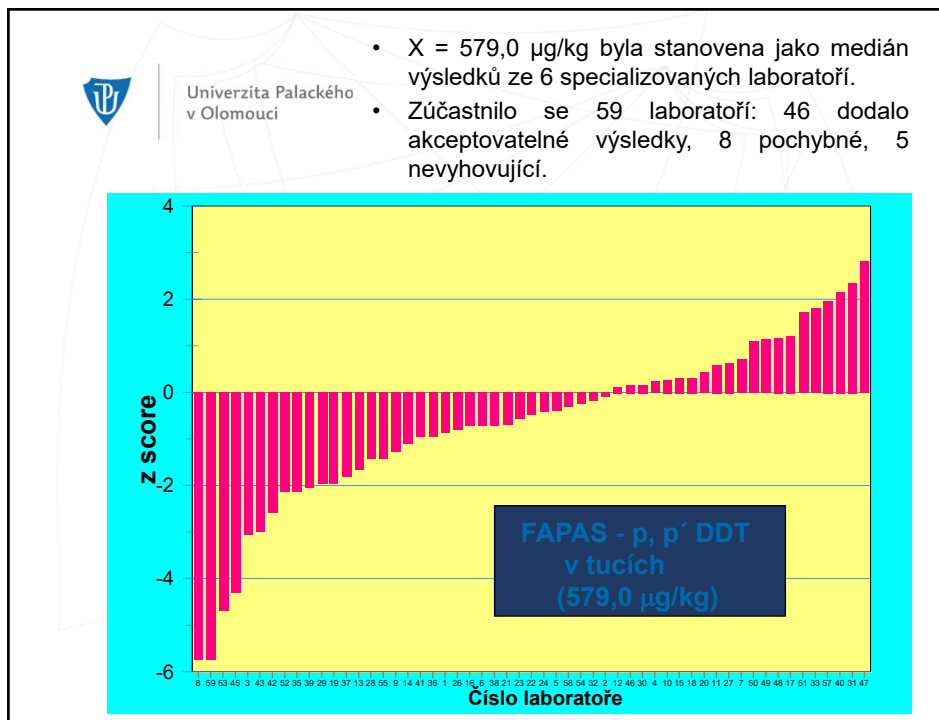
Získání vztažné hodnoty X a σ_{PT}

– **Získání vztažné hodnoty X:**

- přípravou (gravimetrie, coulometrie),
- z certifikované hodnoty (CRM),
- z referenční hodnoty (použití referenční laboratoře),
- z konsensuální hodnoty výsledků expertních laboratoří,
- z konsensuální hodnoty z výsledků účastníků.

– **Získání směrodatné odchylky σ_{PT} :**

- předepsaná hodnota (regulativní požadavek),
- předem stanovená hodnota organizátorem/poskytovatelem (zkušenost, model),
- z preciznosti získané během přípravného experimentu,
- z údajů získaných od účastníků.



Univerzita Palackého v Olomouci

Zkoušení způsobilosti

– Příklad: 17 laboratoří* se zúčastnilo zkoušení způsobilosti zaměřeného na stanovení vlhkosti v ječmeni. Poskytovatel PT stanovil $\sigma_{PT} = 0,2\%$ a vztažnou hodnotu získal z výsledků účastníků. Vypočtete z skóre pro laboratoře.

– * V praxi by byl počet laboratoří větší. Příklad má ilustrovat princip výpočtu.

Číslo laboratoře	Vlhkost (%)
1	13,4
2	13,5
3	13,4
4	13,2
5	13,6
6	12,7
7	13,3
8	13,6
9	13,6
10	13,4
11	13,2
12	13,7
13	13,4
14	13,3
15	13,7
16	13,2
17	13,3

