

VÝKLAD POJMŮ V MANAGEMENTU KVALITY V ANALYTICKÝCH LABORATOŘÍCH

1. Vysvětlivky k pojmům týkajících se kvality v chemickém měření

Vysvětlivky vycházejí z definic pojmů, které byly vytvořeny ISO, IUPAC a dalšími mezinárodními organizacemi. Současná terminologie plně vyhovující pro oblast chemických a fyzikálně-chemických měření je v české verzi dostupná v TNI 01 0115, která je překladem ISO/IEC Guide 99:2007. Odtud jsou převzaty též některé vysvětlivky a příklady.

Měření (Measurement)

Proces experimentálního získávání jedné nebo více hodnot veličiny

Měřená veličina (Measurand)

Veličina, která má být měřena.

V chemických měřeních je měřenou veličinou zpravidla látkové množství vyjadřované v jednotce mol, případně v jednotkách hmotnosti.

Pozor: v chemii se pro 'měřenou veličinu' někdy používají termíny „analyt“ nebo název látky - toto použití je ale chybné, protože tyto termíny neodkazují na veličiny.

Metoda měření

Generický popis (algoritmus) logického organizování činností použitých při měření.

Postup měření

Podrobný popis měření podle definovaného měřicího principu a dané metody měření založený na modelu měření a zahrnující potřebné výpočty k získání výsledku měření.

Pravá (skutečná) hodnota (True value)

Hodnota veličiny, která je ve shodě s definicí veličiny.

Je to hodnota ideální, která by mohla být získána dokonalým měřením. Pravá hodnota je však prakticky nedostupná a proto se nahrazuje konvenční hodnotou nebo referenční hodnotou.

Konvenční hodnota (Conventional Value)

Hodnota veličiny, která pro daný účel může nahradit pravou hodnotu – je přiřazena dohodou.

Konvenční hodnota je někdy nejlepším možným odhadem pravé hodnoty veličiny. Obvykle je považována za dostatečně blízkou pravé hodnotě a rozdíl je pro daný účel nevýznamný.

V chemických měřeních je tento termín často považován za zbytečný a zavádějící neboť je v principu naprosto stejný jako častěji používaný pojem "referenční hodnota (reference value)".

Referenční hodnota (Reference value)

Hodnota, která se používá jako konvenční hodnota pro srovnání a která se získá jako:

- teoretická nebo zavedená (ustanovená) hodnota, založená na vědeckých principech (viz pravá hodnota)
- přidělená (určená) nebo certifikovaná hodnota založená na experimentální práci národní nebo mezinárodní organizace
- dohodnutá nebo certifikovaná hodnota založená na experimentální spolupráci pod dohledem (vedením) vědecké skupiny (viz konvenční hodnota)
- střední hodnota specifikovaného souboru výsledků měření, nejsou-li hodnoty podle a) až c) dosažitelné

Naměřená hodnota (measured value)

Hodnota veličiny, která reprezentuje jednotlivý výsledek měření.

Výsledek měření / zkoušky (Measurement / Test result)

Soubor hodnot veličiny přiřazený měřené veličině společně s jakoukoliv další dostupnou relevantní informací.

V chemii je to pozorovaný obsah složky nebo míra sledované vlastnosti v analyzovaném vzorku získaná použitím konkrétního měřicího / zkušebního postupu. *Může jít o jednotlivý výsledek měření nebo průměrnou hodnotu z opakovaných měření / analýz téhož vzorku.*

Výsledek měření je obecně vyjádřen jako naměřená hodnota veličiny a nejistota měření. Jestliže je nejistota měření pro některý účel považována za zanedbatelnou, výsledek měření smí být vyjádřen jako jediná naměřená hodnota veličiny. Toto je v mnoha oborech běžný způsob vyjadřování výsledku měření.

Chyba měření (Measurement error)

Chyba měření je naměřená hodnota veličiny minus referenční hodnota měřené veličiny.

Chyba výsledku nabývá diskretních hodnot ale bez znalosti hodnoty referenční je rovněž idealizovaným pojmem.

Známé složky chyby měření mohou být kompenzovány použitím přiměřených korekcí.

Chyba korigovaného výsledku může být charakterizovaná pouze nejistotou.

Chyba měření nemá být zaměňována s výrobní vadou nebo omylem.

Chyba měření je součtem systematických a náhodných chyb:

a) Systematická chyba měření (systematic measurement error):

Složka chyby měření, která v opakovaných měřeních zůstává konstantní nebo se mění předvídatelným způsobem.

Chyba, která v průběhu určitého počtu měření prováděných za stejných podmínek, o stejné hodnotě dané veličiny, zůstává buď konstantní v absolutní hodnotě a znaménku, nebo se mění podle daného zákona, pokud se mění podmínky.

Systematická chyba měření se rovná chybě měření minus náhodná chyba měření. Vyjadřuje se také jako vychýlení měření (bias).

Systematická chyba měření a její příčiny mohou být známé nebo neznámé. Ke kompenzaci známé systematické chyby měření může být aplikována korekce.

b) Náhodná chyba měření (random measurement error):

Složka chyby měření, která se v opakovaných měřeních mění nepředvídatelným způsobem.

Chyba, která se mění nepředvídatelným způsobem v absolutní hodnotě a znaménku, pokud je velké množství měření o stejné hodnotě veličiny prováděno za skutečně identických podmínek.

Náhodná chyba je rovna rozdílu chyby měření a systematické chyby měření.

Náhodnou chybu nelze odstranit žádnou korekcí !

Vzhledem k tomu, že může být uskutečněn pouze konečný počet měření, je možné určit pouze odhad hodnoty náhodné chyby.

Přesnost měření (Measurement accuracy)

Těsnost shody mezi naměřenou hodnotou veličiny a pravou hodnotou měřené veličiny.

Zahrnuje jak systematickou chybu tak i náhodné chyby. Jedná se tedy o termín nadřazený pojmům "pravdivost" a "preciznost", které v sobě zahrnuje. Promítá se do celkové chyby výsledku.

Pojem "přesnost měření" není veličinou a není dán číselnou hodnotou veličiny. Měření je prohlášeno za přesnější, když nabízí menší chybu měření.

Za předpokladu, že výsledky použité metody vykazují nulovou nebo zanedbatelnou systematickou chybu (vychýlení), přesnost odpovídá preciznosti.

Pravdivost (správnost) měření (Measurement trueness)

Těsnost shody mezi aritmetickým průměrem nekonečného počtu opakovaných naměřených hodnot a referenční hodnotou veličiny.

Pravdivost měření není veličinou, a tudíž sama nemůže být vyjádřena číselně. Míra pravdivosti se obvykle vyjadřuje pomocí vychýlení výsledků – viz též výtěžnost.

Pravdivost měření se vztahuje k systematické chybě, nevztahuje se k náhodné chybě.

Vychýlení měření (Measurement bias)

Hodnota odhadu systematické chyby měření.

Charakterizuje systematickou chybu v daném analytickém postupu a je (kladnou nebo zápornou) **odchylkou střední hodnoty analytického výsledku od (uvažované) pravé hodnoty.** (Compendium of Chemical Terminology, IUPAC)

Preciznost měření (Measurement precision)

Těsnost shody mezi naměřenými hodnotami veličiny získanými opakovanými měřeními na stejném vzorku nebo na podobných vzorcích za specifikovaných podmínek.

Čím menší jsou náhodné vlivy, které způsobují rozptýlení výsledků, tím větší je preciznost, ale preciznost sama nemá žádnou numerickou hodnotu.

Preciznost závisí pouze na distribuci náhodných chyb a nemá žádný vztah k pravé či referenční hodnotě.

Preciznost analytického postupu vyjadřuje těsnost shody (stupeň rozptylu) mezi řadou měření získanou z opakovaného vzorkování stejného homogenního vzorku za předepsaných podmínek.

Preciznost je obvykle vyjádřena jako rozptyl, standardní odchylka nebo variační koeficient řady opakovaných měření.

Preciznost může být definována ve třech úrovních: opakovatelnost (repeatability), mezilehlá preciznost (intermediate precision) a reprodukovatelnost (reproducibility).

Opakovatelnost vyjadřuje preciznost za stejných pracovních podmínek v krátkém časovém období..

Intra-laboratorní reprodukovatelnost (mezilehlá preciznost) vyjadřuje proměnlivost v rámci laboratoře: různé dny, jiní analytici, jiné zařízení atd.

Reprodukovatelnost vyjadřuje shodu mezi laboratořemi (collaborative studies).

Opakovatelnost (Repeatability)

Vyjadřuje preciznost za podmínek opakovatelnosti (ČSN ISO 3534-1).

Podmínky opakovatelnosti dle ČSN ISO 3534-1:

podmínky, kdy navzájem nezávislé výsledky zkoušek se získají opakovaným použitím téže zkušební metody na identickém materiálu v téže laboratoři, týměž pracovníkem za použití týchž přístrojů a zařízení v krátkém časovém rozmezí.

Ukazatel opakovatelnosti r je hodnota, pro kterou se se specifikovanou pravděpodobností předpokládá, že pod ní leží absolutní rozdíl výsledků dvou nezávislých zkoušek získaných za podmínek opakovatelnosti.

Mez opakovatelnosti r se vypočte jako **2,8-násobek** směrodatné odchylky výsledků za podmínek opakovatelnosti.

Mez opakovatelnosti r je spojována vždy s pravděpodobností 95%. Jestliže se vyjádří při jiné pravděpodobnosti, je nutné to vyznačit - např. r_{99} (ISO 5725).

Opakovatelnost je vlastností měřicí metody, nikoli výsledku měření.

Reprodukovatelnost (Reproducibility)

Vyjadřuje preciznost za podmínek reprodukovatelnosti (ČSN ISO 3534-1).

Těsnost shody výsledků měření stejné veličiny, kde jsou jednotlivá měření provedena (různými metodami ?), s různými měřicími přístroji, různými pracovníky, v různých laboratořích, po časovém intervalu dostatečně dlouhém ve srovnání s délkou trvání jednotlivého měření, za různých obvyklých podmínek provozu užívaných přístrojů.

Zejména v analytické chemii je zapotřebí vyjádřit reprodukovatelnost jako vlastnost analytické metody používané v různých laboratořích, zatímco výše uvedená definice připouští odlišné zkušební postupy.

Mez reprodukovatelnosti R je hodnota, pro kterou se s definovanou pravděpodobností předpokládá, že pod ní leží absolutní rozdíl výsledků dvou jednotlivých zkoušek získaných za podmínek reprodukovatelnosti. Mez reprodukovatelnosti **R** se standardně vypočte jako **2,8-násobek** směrodatné odchylky výsledků za podmínek reprodukovatelnosti.

Metrologická srovnatelnost výsledků měření (Metrological comparability of measurement results)

Srovnatelnost výsledku měření pro veličiny daného druhu, které jsou metrologicky návazné ke stejné referenci.

Příklad: výsledky měření vzdáleností mezi Zemí a Měsícem a mezi Paříží a Londýnem jsou metrologicky srovnatelné, pokud jsou oba tyto výsledky metrologicky návazné na stejnou měřicí jednotku, např. metr."

Srovnávací matrice (Blank Matrices)

Srovnávací matrice (roztok) je matrice (roztok), která neobsahuje stanovovanou látku (analyt), ale jinak má, pokud je to možné, stejné složení jako analyzovaný materiál (roztok).

Slepý pokus (Blank Sample/Run)

Slepý pokus je analytický pracovní postup identický s postupem, který se používá pro analýzu normálního vzorku, jež se provádí bez přidání srovnávacího vzorku / matrice.

Slepý pokus při titraci je titrace prováděná s roztokem identickým s roztokem vzorku (např. v objemu, aciditě, množství indikátoru, atd.) s tím, že samotný vzorek je vynechán. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Srovnávací roztok je roztok, který záměrně neobsahuje stanovovanou látku (analyt), ale jinak má, pokud je to možné, stejné složení jako roztok etalonu. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Kalibrace (Calibration)

Soubor pracovních postupů, kterým se za specifikovaných podmínek stanoví vztah mezi hodnotami udávanými měřicím přístrojem nebo měřicím systémem, popř. hodnotami reprezentovanými referenčním materiálem a odpovídajícími známými hodnotami měřeného vzorku.

1. Výsledek kalibrace dovoluje odhad chyb údajů měřicího přístroje, měřicího systému nebo převod hodnot na body na libovolných stupnicích.
2. Kalibrace může rovněž stanovit jiné/další/ostatní metrologické vlastnosti.
3. Výsledek kalibrace může být zaznamenán v dokumentu nazývaném někdy kalibrační list nebo protokol o kalibraci.
4. Výsledek kalibrace je někdy vyjádřen jako kalibrační faktor nebo jako řada kalibračních faktorů ve formě kalibrační křivky. (ISO Guide 30)
5. Přístroje jako chromatografy nebo spektrometry mají být kalibrovány s použitím látek o známé a odpovídající čistotě nebo certifikovanými referenčními materiály o známém složení.
6. Matematicky kalibrace spočívá v určení funkční závislosti měřeného signálu na obsahu analytu ve vzorku. Tato závislost může být lineární nebo nelineární. V případě nelineární kalibrace se použije polynomičká funkce anebo se jednotlivé hodnoty transformují tak, aby mohl být použit lineární vztah.

Referenční materiál (Reference material)

Materiál nebo látka, jejíž jedna nebo více hodnot vlastností je dostatečně homogenní a dobře stanovená, aby mohla být použita ke kalibraci přístroje, posouzení analytické metody nebo k přiřazení hodnot materiálům.

Termín "referenční materiál" se vztahuje i na materiály, které jsou v praxi běžně nazývány "standards" – zpravidla chemické látky s definovanou čistotou (a jejich roztoky) používané pro kalibrace nebo identifikace. Homogenní materiál, dostupný v dostatečném množství, se může používat pro srovnání analytických výsledků získaných v různých laboratořích nebo různými technikami. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Certifikovaný referenční materiál (Certified Reference Material)

Referenční materiál doprovázený certifikátem, jehož jedna nebo více hodnot vlastností jsou certifikovány postupem, který určuje návaznost na správnou realizaci jednotky, v níž jsou hodnoty vlastností vyjádřeny a jehož každá certifikovaná hodnota je doprovázena nejistotou na uvedené hladině spolehlivosti. (ISO Guide 30)

Materiál s podobnou maticí (Matrix Matched Material)

Materiál s podobnou maticí (MMM) je libovolný materiál, který rovněž obsahuje všechny významné složky jako vzorek, a proto mají vzorek i MMM stejný vliv na měření.

Matrice (v analýze) znamená analytický vzorek, uvažovaný jako soubor složek se všemi jednotlivými vlastnostmi. Složený výsledný vliv, který různé složky matrice mohou vykázat při analýze určité složky se označuje jako vliv matrice, resp. maticový efekt. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Kontrolní materiál (Control Material)

Materiál používaný v rámci vnitrolaboratorního operativního řízení jakosti (interní QC) a podrobený stejnému, nebo části stejného postupu měření, jaký se používá pro zkoušené materiály. (ISO/IUPAC Guidelines for Internal Quality Control)

Konfirmace (Confirmation)

Definice Websterova slovníku: "Učinit pevným nebo pevnějším; dát souhlas k; dát novou záruku platnosti; odstranit pochybnosti úředním činem nebo nespornou skutečností (To make firm or firmer; to give approval to; to give new assurance of the validity of: remove doubt by authoritative act or indisputable fact.)."

Z výše uvedených definic vyplývá, že **konfirmace ve smyslu chemického měření je proces prokazování platnosti výsledku nebo metody.** Typickým příkladem je konfirmace identity stanoveného analytu nezávislou metodou (např. hmotnostní spektrometrií či na základě optických spekter).

Metrologická confirmace je soubor činností požadovaných pro zajištění toho, aby měřicí vybavení bylo ve shodě s požadavky na jeho zamýšlené použití (ČSN ISO 10012).

Metrologická confirmace obecně zahrnuje kalibraci a ověřování, nezbytné seřízení nebo opravu (a následnou rekalibraci), porovnání s metrologickými požadavky apod.

Mez detekce (Limit of Detection) - LOD

Mez detekce jednotlivé analytické metody je nejnižší množství stanovované látky ve vzorku, které může být detekováno (prokázáno), ale nemusí být nutně stanoveno jako přesná hodnota. (Draft ICH)

Mez detekce vyjádřená jako koncentrace **C(1)** nebo množství **Q(1)** je odvozena z nejmenšího měření **X(1)**, které může být detekováno s přiměřenou jistotou pro danou metodu.

Hodnota **X(1)** je dána rovnicí:

$$X(1) = X(b) + k \cdot S(b)$$

X(b) je střední hodnota srovnávacích měření (vzorků),

S(b) je odhad směrodatné odchylky srovnávacích měření (vzorků),

k je numerický faktor zvolený podle požadovaného stupně spolehlivosti (Compendium of Chemical Terminology IUPAC) – zpravidla se volí $k = 3$

Mez stanovitelnosti (Limit of Quantitation) - LOQ

Mez stanovitelnosti jednotlivé analytické metody je nejnižší množství stanovované látky ve vzorku, které může být kvantitativně stanoveno s přijatelnou přesností.

Mez stanovitelnosti je parametr kvantitativního stanovení pro nízké hladiny látek v matricích vzorku.

V praxi se nejčastěji odhadne jako trojnásobek meze detekce nebo se (pro daný účel) určí jako nejnižší bod kalibrační křivky. V druhém případě ale musí být vždy vyšší než LOD.

Linearita (Linearity)

Linearita analytické metody je schopnost získat výsledky zkoušek, které jsou (v daném rozsahu) přímo úměrné koncentraci (množství) stanovované látky (analytu) ve vzorku.

Pro takové analytické metody, které nejsou lineární, musí být uvedena jiná matematická závislost. (Draft ICH)

Pracovní charakteristiky (Performance Characteristics)

Význačné rysy nebo vlastnosti přístroje nebo analytické metody, které je možno kvantitativně popsat.

V případě analytických metod jsou pracovními charakteristikami zpravidla takové vlastnosti jako např. přesnost mez detekce nebo mez stanovitelnosti, selektivita, pracovní rozsah a linearita, robustnost.

Zkoušení způsobilosti (Proficiency Testing)

Zjištění schopnosti laboratoře provádět zkoušky, a to pomocí mezilaboratorních porovnání zkoušek

Pojem "zkoušení způsobilosti" je všeobecně přijatý a pro tuto činnost preferovaný. Někdy se v anglické verzi používá též pojem "laboratory performance assessment". Významově se pojem zkoušení způsobilosti kryje s méně používaným pojmem "mezilaboratorní porovnání zkoušek" (interlaboratory comparison).

Výtěžnost (Recovery)

Výtěžnost (v chemickém procesu) je podíl nebo procento (%R) látky získané za specifikovaných podmínek z celkového množství látky (potenciálně získatelného). Tento pojem se používá v chemické syntéze, při extrakci a řadě dalších procesů.

V analytické chemii se obecně používá vztah:

$$R(a) = Q(a) / Q \text{ kde}$$

R(a) výtěžnost stanovení analytu v dané matici za specifikovaných podmínek

Q(a) je množství analytu stanovené analýzou

Q skutečné (přidané) množství analytu v matici

Poznámka: stanovení výtěžnosti je jednou z hlavních rutinních metod zjišťování systematické chyby výsledku (odchylky), resp. pravdivosti metody.

Robustnost (Robustness / Ruggedness)

Robustnost analytické metody je míra její schopnosti zůstat neovlivněna malými, ale záměrnými, změnami parametrů metody a poskytuje údaj o její spolehlivosti během obvyklého používání.

Schopnost metody být "netečná k mírným (a nevyhnutelným) odchylkám od některé obvyklé rutinní činnosti". Youden, W. J., Statistical Techniques for collaborative Tests. Statistical Manual of the AOAC, Association of Official Analytical Chemists, Washington DC.

Definice pojmu "Robustnost" je blízká pojetí robustnosti metody, kterým se rozumí schopnost metody poskytnout prakticky stejné výsledky i pokud je zatížena mírnými odchylkami od postupů zavedených v metodě.

Selektivita (Selectivity)

Schopnost stanovit látku (analyt) v přítomnosti rušivých složek (interferencí), o kterých lze předpokládat, že budou přítomny.

Typicky jimi mohou být nečistoty, degradační produkty, složky matrice atd.

Výraz "selektivní" je pojem, který vyjadřuje rozsah, ve kterém ostatní látky interferují při stanovování látky podle daného postupu.

Selektivita metody patří mezi její významné provozní charakteristiky a má být popsána pro různé analyzované matrice. Typicky se zjišťuje výtěžnost analytů či jejich směsí pro různé typy vzorků a na různých koncentračních úrovních.

Specifita (Specificity)

Výraz specifický se považuje za krajní ve smyslu selektivní, kdy se nepředpokládá žádný vliv interferencí.

Metoda, která je dokonale selektivní se nazývá specifická.

Citlivost (Sensitivity)

Velikost nárůstu závisle proměnné v měřeném vzorku vyvolaná nárůstem koncentrace nebo množství stanovované látky (analytu).

O analytické metodě říkáme, že je citlivá, pokud malá změna v koncentraci c nebo množství q způsobí velkou změnu v měření x , jinak vyjádřeno, derivace dx/dc nebo dx/dq je velká.

Citlivost je vyjádřena směrnicí kalibrační závislosti. Není-li tedy kalibrační závislost lineární, je citlivost na různých koncentračních úrovních rozdílná.

Pokud je citlivost závislá na matici, není kalibrace na čisté látky postačující.

Poměr signál/šum (Signal/Noise Ratio)

Měření relativního vlivu šumu na kontrolní signál. Obvykle je vyjádřen jako velikost signálu vydělená směrodatnou odchylkou charakterizující kolísání pozadí. Nejmenší signál, který lze spolehlivě naměřit, je roven trojnásobku směrodatné odchylky pozadového šumu – *background noise*. (Grant and Hackh's Chemical Dictionary)

Signál: "detekovatelná fyzikální veličina nebo impuls (jako napětí, proud nebo velikost magnetického pole), kterým může být přenášena zpráva nebo informace [a detectable physical quantity or impulse (as a voltage, current or magnetic field strength) by which messages or information can be transmitted.]" (Websters dictionary)

Šum: "nechtěný signál nebo rušení (např. statika nebo výchylka napětí) v elektronickém komunikačním systému [an unwanted signal or disturbance (as static or variation of voltage) in an electronic communication system.]" (Websters dictionary)

Na rozdíl od šumu, pomalá časová změna střední úrovně pozadí se nazývá **drift**.

Obohacené vzorky (Spiked samples)

Obohacováním vzorku se rozumí přidavek známého množství materiálu nebo stanovované látky (analytu) určených k měření k matici, která je blízká nebo stejná s maticí vzorků určených k měření. Tento pojem je v zásadě laboratorním slangem. **Nejčastěji se tímto pojmem rozumí přidavek stanovované látky (analytu) k samému vzorku.**

Standard (Measurement Standard, Document Standard, Analytical standard)

Slovo "standard" má mnoho významů v anglickém jazyce a rovněž se překládá několika způsoby. V měření se nejběžněji používá význam "hmotnost nebo míra, podle kterých se ostatní přizpůsobují, nebo podle kterých se rozhoduje o pravdivosti nebo kvalitě ostatních" (norma). Pro tento význam existují dva hlavní druhy norem, které se vztahují na chemické měření: Dokument, např. normy řady ISO; a Měření, např. známé skutečné hodnoty, jako například normovaný metr. Mezi normy (pro) měření patří analytické referenční materiály (standards).

Standard (analytický)

Standard je referenční materiál, jehož hodnoty, pro koncentrace specifikovaných prvků, jsou doporučeny kompetentním orgánem. Tyto hodnoty jsou založeny na shodných výsledcích získaných nezávislými analytickými technikami. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Standardizace v titraci je proces stanovení koncentrace účinného činidla v roztoku, obvykle titrací známého množství látky, která je čistá nebo je známa hodnota její koncentrace nebo obsahu. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Standardní látka je látka používaná pro standardizování roztoků pro volumetrii. Má být snadno dostupná, čistá, neměná na vzduchu za mírných teplot, nesmí být ani hygroskopická, nebo vytvářet solný povlak na povrchu krystalu (eflorescentní), má být snadno rozpustná ve vodě nebo alkoholu a mít vysokou molekulovou hmotnost (aby se odstranil vliv chyb při vážení), nesmí dávat žádný produkt, který interferuje při titraci, a pokud se používají vizuální indikátory, nesmí být zbarvena před, ani po titraci. (Grant and Hackh's Chemical Dictionary)

Standardní roztok je roztok o známém titru. (Compendium of Chemical Terminology IUPAC)

Standardní roztoky jsou připraveny za použití standardních látek jedním z několika způsobů. Primární standard je látka o známé vysoké čistotě, která, aby se získal roztok primárního standardu, může být rozpuštěna ve známém objemu rozpouštědla. Pokud se pro určení koncentrace titračního roztoku používá stechiometrických výpočtů, je tento roztok nazýván roztokem sekundárního standardu. Pojem sekundární standard se může rovněž používat pro látku, jejíž obsah účinného činidla byl stanoven srovnáním s primárním standardem .

Nejistota (Uncertainty)

1. **Parametr charakterizující rozptýlení hodnot měřené veličiny přiřazených k měřené veličině na základě použité informace.**
2. **Odhad přiřazený k výsledku zkoušky a charakterizující interval hodnot, o němž se tvrdí, že uvnitř něho leží skutečná hodnota.**

Nejistota měření sestává z mnoha složek. Některé z těchto složek lze odhadnout na základě statistického rozdělení výsledků řady měření a lze je charakterizovat směrodatnými odchylkami. Odhady jiných složek lze provést pouze na základě dalších informací (např. specifikací dodavatele, norem, kalibračních listů, certifikátů, funkčních závislostí apod.).

Kombinovaná nejistota se vyčíslí jako příspěvek všech faktorů charakterizovaných standardními nejistotami a vypočte se propagací rozptylů všech složek; vyjadřuje se jako směrodatná odchylka. Kombinovaná standardní nejistota násobená koeficientem rozšíření (coverage factor) $k = 2$ vyjadřuje asi 95 % hladinu spolehlivosti.

Má se rozlišovat mezi nejistotou a odhadem přiřazeným k výsledku zkoušky, který charakterizuje interval hodnot, o němž se tvrdí, že uvnitř něho leží střední hodnota souboru výsledků řady opakování (nezávislá na pravé hodnotě !). Takovýto odhad je spíše mírou shodnosti než nejistotou a má se používat pouze není-li definována referenční hodnota. Použije-li se tedy místo pravé či referenční hodnoty střední hodnota, má se použít výraz **náhodná složka nejistoty (random component of uncertainty)**.

Validace (Validation)

Potvrzení poskytnutím objektivních důkazů, že požadavky na specifické zamýšlené použití (nebo pro specifickou aplikaci) jsou splněny. (ČSN ISO 9000).

Zkušební laboratoř podrobuje validaci analytické metody. V praxi jde o stanovení pracovních charakteristik (např. opakovatelnost, reprodukovatelnost, linearita, mez detekce, robustnost,...) a jejich porovnání s požadavky na kvalitu výsledků.

Metoda má být validována před jejím rutinním použitím a po jakékoli významnější změně.

Pokud jsou pracovní charakteristiky známy (např. již validované normalizované metody), lze validovat pouze charakteristiky rozhodující pro zamýšlené použití. Analytik musí však prokázat, že je schopen validovanou metodu používat a dosahovat požadovaných pracovních charakteristik.

Verifikace

Experimentální potvrzení a poskytnutím objektivního důkazu, že specifikované požadavky jsou splněny.

Jde pouze o prokázání shody, přezkoušení či osvědčení o dosažitelnosti deklarovaných parametrů.

Audit, Prověrka (Auditing)

Systematický, nezávislý a dokumentovaný proces pro získání důkazů a pro jejich hodnocení s cílem stanovit rozsah, v němž jsou splněny požadavky (ČSN EN ISO 19011).

Komentář: Tento pojem není jednoznačně definován v ISO Guide 25 nebo ve Správné laboratorní praxi ("GLP Monitoring Unit"). Websterův slovník definuje tento pojem jako "Formální zkoumání účtů nebo finanční situace organizace. Metodické zkoumání a revize." (*A formal examination of an organisation's accounts or financial situation. A methodical examination and review.*)

V analytických laboratořích je tento pojem zpravidla používán v souvislosti se systémy kvality.

Audit laboratoře se provádí na místě a zahrnuje i praktické předvedení zkušebních postupů.

Prokazování kvality (Quality Assurance)

Část managementu kvality zaměřená na poskytování důvěry, že požadavky na jakost budou splněny (ČSN EN ISO 9000).

Poznámka:

1. Prokazování kvality nebude úplné, jestliže dané požadavky plně neodpovídají potřebám uživatele.
2. Pro dosažení efektivity požaduje prokazování kvality obvykle nepřetržité vyhodnocování faktorů, které ovlivňují návrh nebo specifikace zamýšlených aplikací, stejně jako ověřování a prověrku (audit) produkce a kontrolních činností.
3. V prostředí organizace slouží prokazování kvality jako forma řízení. V opačné situaci slouží prokazování kvality rovněž při poskytování důvěry dodavateli.

2. SLOVNÍK NĚKTERÝCH TERMÍNŮ Z OBLASTI AKREDITACE LABORATOŘÍ

Slovník shrnuje nejdůležitější pojmy, používané v oblasti akreditace zkušebních laboratoří. Základem pro jeho tvorbu byly normy ČSN EN ISO/IEC 17025, a ČSN ISO 9000. Výklad pojmů je uveden v případech, kdy je v normách jednoznačně definován, v ostatních případech je uveden odkaz na příslušný výklad v normách.

akreditace (laboratoře): formální uznání, že zkušební laboratoř je způsobilá provádět určité zkoušky nebo určité druhy zkoušek	(laboratory) accreditation
akreditační kritéria (laboratoře): soubor požadavků akreditačního orgánu, který musí zkušební laboratoř splnit, aby byla akreditována; viz ČSN EN 45002, čl. 3	(laboratory) accreditation criteria
akreditační orgán (laboratoře): orgán řídící a spravující systém akreditace laboratoří a udělující akreditaci; viz ČSN EN 45003	(laboratory) accreditation body
akreditační systém (laboratoře): systém, který má svá vlastní pravidla postupu a řízení pro provádění akreditace laboratoří	(laboratory) accreditation system
akreditovaná laboratoř: zkušební laboratoř, jíž byla udělena akreditace	accredited laboratory
kvalita: stupeň splnění požadavků souborem inherentních znaků	quality
požadavek: potřeby nebo očekávání, které jsou stanoveny, obecně se předpokládají nebo jsou závazné.	requirement
neshoda: nesplnění požadavku	nonconformity
kontrola; inspekce: hodnocení shody s požadavky pozorováním a posouzením, doplněné podle vhodnosti měřením, zkoušením nebo srovnáváním	inspection
návaznost: vlastnost výsledku měření daná schopností prokázat vztah k příslušným etalonům nebo jiným referencím pomocí nepřerušovaného řetězce porovnání jehož nejistoty jsou uvedeny.	traceability
zkušební laboratoř: laboratoř provádějící zkoušky	testing laboratory

posuzování laboratoře: přezkoušení zkušební laboratoře s cílem vyhodnotit její soulad s určitými akreditačními kritérii pro laboratoř – viz audit	laboratory assessment
posuzovatel laboratoře: osoba vykonávající některé nebo všechny funkce ve vztahu k posuzování laboratoře	laboratory assessor
přezkoumání činnost prováděná pro posouzení vhodnosti, přiměřenosti a efektivnosti předmětu přezkoumání k dosažení stanovených cílů	review
příručka kvality: dokument, v němž je specifikován systém managementu kvality organizace.	quality manual
management kvality: koordinované činnosti pro řízení organizace s ohledem na kvalitu; součást funkce celkového řízení organizace, která určuje a realizuje politiku jakosti	quality management
Řízení kvality Část managementu jakosti zaměřená na splnění požadavků na kvalitu. <i>Řízení kvality zahrnuje operativní postupy, metody a činnosti zaměřené na sledování procesu a na eliminování příčin neuspokojivého stavu tak, aby se dosáhlo přijatelné efektivnosti.</i>	Quality Control
specifikace: dokument v němž jsou stanoveny požadavky; může se týkat činností, produktů, zařízení aj.	specification
plánování kvality: část managementu jakosti zaměřená na stanovení cílů jakosti a na specifikaci nezbytných provozních procesů a zdrojů pro splnění cílů jakosti.	quality planning
prokazování kvality (QA): část managementu jakosti zaměřená na poskytování důvěry, že požadavky na kvalitu jsou splněny.	quality assurance (QA)
zkouška: proces, kterým se zjistí jeden nebo více znaků zkušební vzorku podle specifikovaného postupu (zkušební metody)	test
zkušební metoda: specifikovaný technický postup pro provedení zkoušky	test method