

# **Kontrola i zapewnienie jakości wyników**

# **Kontrola i zapewnienie jakości wyników**

**QA : Quality Assurance**

**QC : Quality Control**

- Dobór systemu zapewnienia jakości wyników dla danego zadania „*fit for purpose*”

### Kontrola jakości (Quality control)

- *Pozwala na ciągłe potwierdzenie sprawności całego systemu pomiarowego*

### Kontrola jakości

- Wewnętrzna – działania w laboratorium
- Zewnętrzna – udział w badaniach biegłości (PT/ILC)

- Co oznacza wewnętrzna kontrola jakości  
Internal Quality Control (QC)
- Zasady prowadzenia QC
- Monitorowanie kart kontrolnych typu X oraz R
- Ustalanie warunków granicznych
- Bieżące wykorzystanie danych z QC
- Wykorzystanie danych z QC do szacowania niepewności wyników pomiarów
- podsumowanie

Zgodnie z ISO/IEC 17025 (2005) 5:9

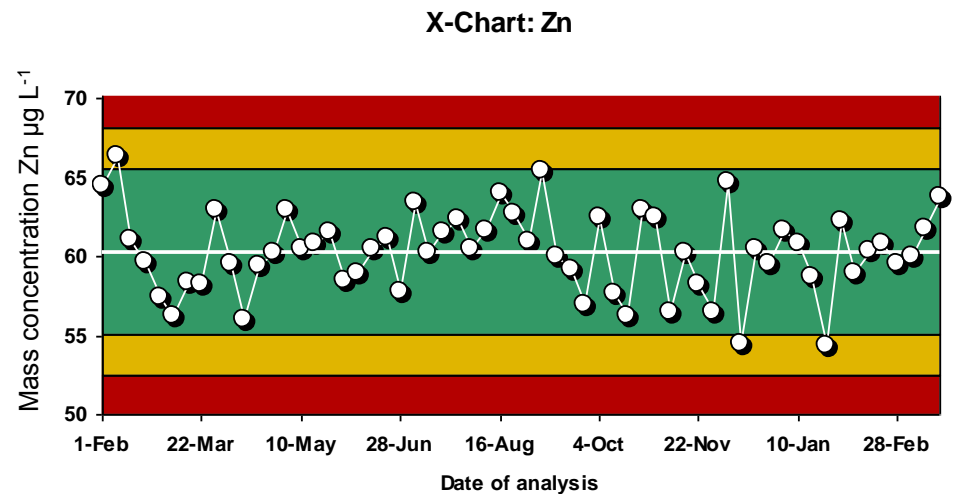
- *“laboratorium powinno posiadać procedury kontroli jakości dla monitorowania wiarygodności prowadzenia badań. Wyniki badań powinny być zapisywane tak, aby możliwe było śledzenie trendów oraz ich ocena. Poleca się stosowanie odpowiednich technik statystycznych do oceny wyników.”*  
*Monitorowanie obejmuje np. regularne stosowanie wewnętrznych narzędzi QC*

- *“Dane uzyskane z QC powinny być na bieżąco analizowane i oceniane względem wcześniej ustalonych kryteriów.*

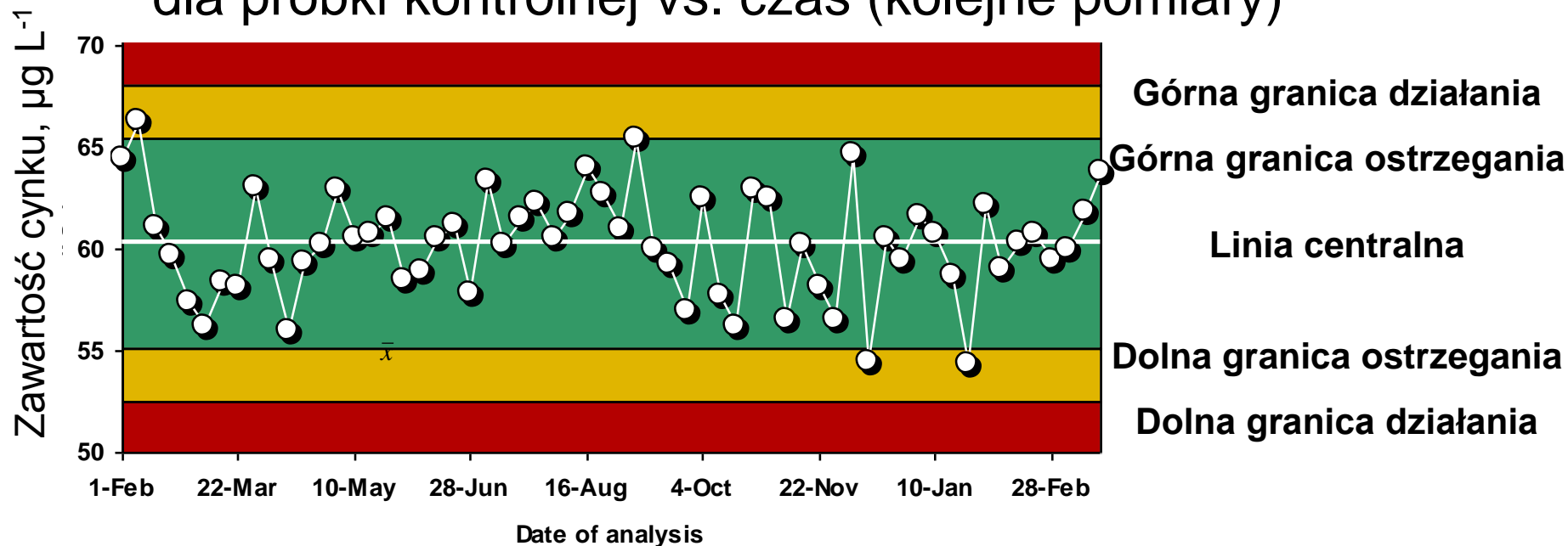
*W przypadku przekroczenia kryteriów, konieczne jest podejmowanie wcześniej ustalonych działań.*

- Ciągłe monitorowanie i bieżąca ocena stosowanych w laboratorium procedur pomiarowych oraz uzyskanych wyników
- Nadzór nad procesem analitycznym od przyjęcia próbki do laboratorium aż do wydania raportu z badań
- Narzędzie:

Karty kontrolne



Karta kontrolna : wykres wartości dla wyników pomiarów dla próbki kontrolnej vs. czas (kolejne pomiary)



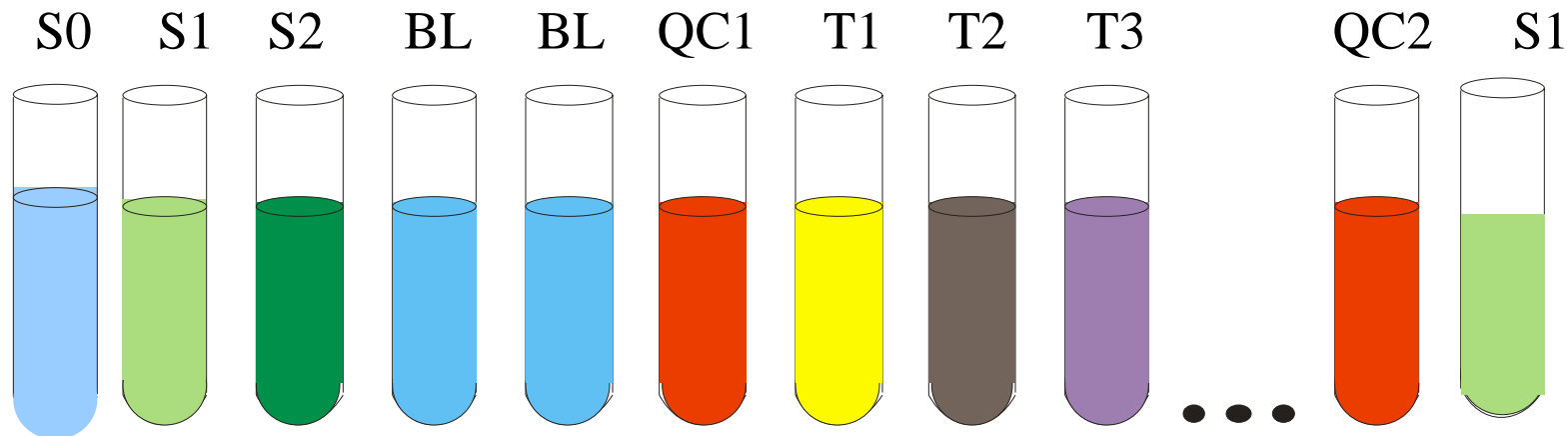
Wartość kontrolna

- Wynik pojedynczego pomiaru
- wartość średnia wielu pomiarów

## Rodzaje próbek kontrolnych

- Materiały odniesienia (laboratoryjne)
- Roztwory wzorcowe
- Próbki ślepe
- Matrycowe CRM
- Próbki analityczne





S0..S2

BL

QC1..

T1...T3

roztwory wzorcowe

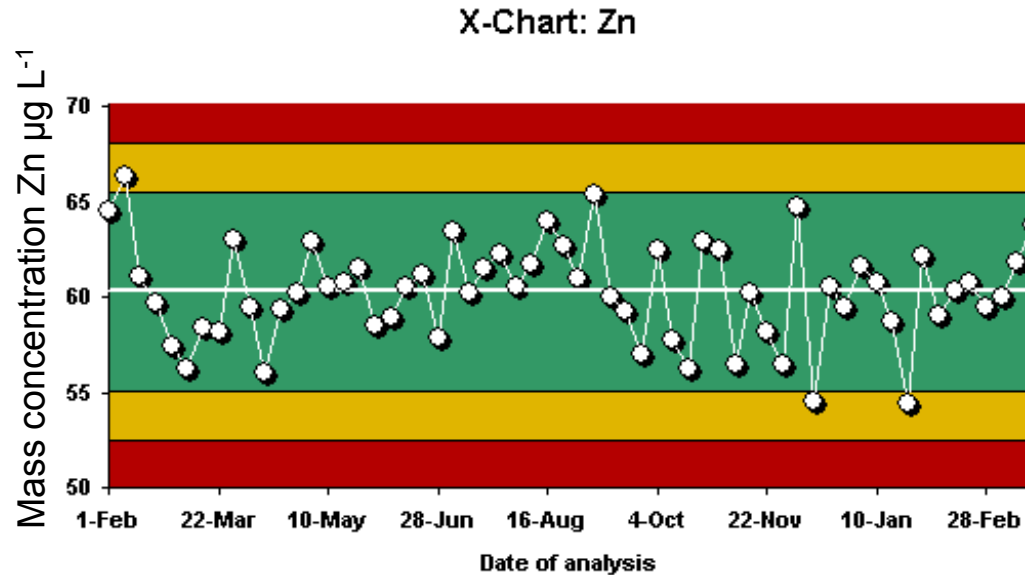
ślepa próba

Próbki kontrolne QC

Próbki analityczne

[Zn] = 85  $\mu\text{g L}^{-1}$

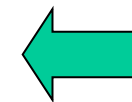
[Zn] = 63,8  $\mu\text{g L}^{-1}$



Próbka kontrolna powinna być poddana takiej samej procedurze jak próbki analityczne

### ALE

- Należy podawać o jedną cyfrę znaczącą więcej
- **Należy podawać wszystkie wyniki (NIE ODRZUCAĆ)**
  - uwzględniać wyniki poniżej GO
  - Uwzględniać wartości ujemne



dla małych stężeń

Zasady oceny wartości i wyznaczania wartości granicznych zależą od celu pomiarów

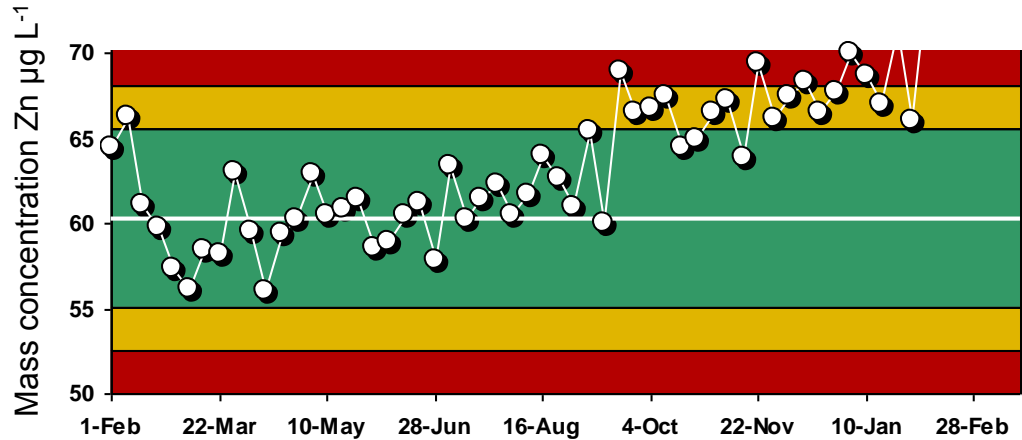
**Obszar zielony (między granicami ostrzegania)**  
→ **wyniki prawidłowe, mogą być podawane**

**Obszar czerwony (poza granicami działania)**  
→ **wyniki niewiarygodne, nie wolno podawać wyników**

**Obszar żółty (między granicą ostrzegania i działania)**  
→ **wyniki wątpliwe; podlegają specjalnej ocenie**

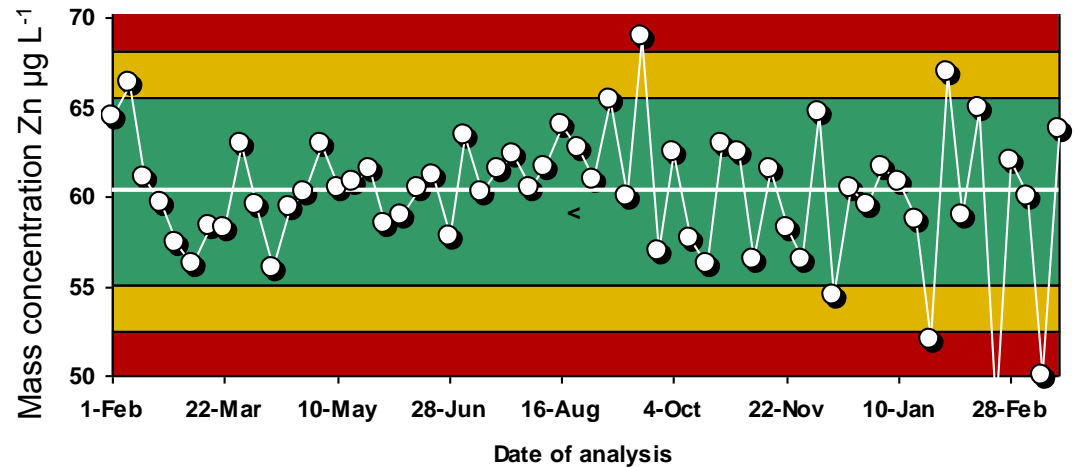
Efekt systematyczny

X-Chart: Zn



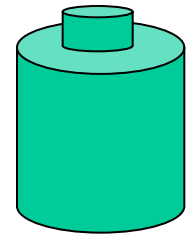
Efekt przypadkowy

X-Chart: Zn



WAZNE: odpowiednio duża porcja materiału trwałego, zawierającego odpowiednie stężenie analitu, a jeśli nie to ...

- O zbliżonym składzie (matrycy)
- O zbliżonym składzie oznaczanych składników



Dodatkowe wymagania

- Jednorodność – zbliżona do jednorodności próbek analitycznych
- Trwałość (w czasie stosowania)
  - Brak wpływu rodzaju naczynia
  - Brak zmian w czasie pobierania porcji próbki
  - Dobór warunków przechowywania
- Ilość niezbędna do wielokrotnego wykorzystania

Wartości graniczne wynikają z:

- 1) Cech charakterystycznych procedury pomiarowej  
i.e. odchylenie standardowe wyników dla próbki kontrolnej
  - nie zależą od wymaganych parametrów analitycznych

## **Wartości graniczne wyznaczone statystycznie**

- 2) Wymagań „klienta”
  - jeśli jest to możliwe to na podstawie wartości odchylenia standardowego

## **Docelowe wartości graniczne**

Na podstawie parametrów statystycznych.

1) Ustalenie **WSTĘPNYCH** wartości granicznych:

20-30 wyniki dla danej próbki QC pozwalają na wyznaczenie wartości odchylenia standardowego **s** i odpowiednio wartości  $(\pm 2 s)$  ;  $(\pm 3 s)$

2) Ustalenie **DOCELOWYCH** wartości granicznych:  
Wymagane jest powyżej 60 wyników dla danej próbki QC, dla dłuższego czasu, np. 1 roku

wyznaczenie wartości odchylenia standardowego **s** i odpowiednio wartości  $(\pm 2 s)$  ;  $(\pm 3 s)$

## Wartości graniczne na podstawie wymagań

Wartość odchylenia standardowego wymaganego dla karty kontrolnej,  $s_{\text{target}}$  może być oszacowane na podstawie wymagań

- Granice ostrzegania  $\pm 2 s_{\text{docelowe}}$
- Granice działania  $\pm 3 s_{\text{docelowe}}$

W przypadku pomiarów dla wielu składników, należy wybrać odpowiedni scenariusz



## **Linia centralna : wartość średnia**



Wartość średnia jest wyznaczana na podstawie pomiarów prowadzonych przez określony, dostatecznie długi czas, np. 1 rok.

Linia centralna = wartość średnia

## **Linia centralna ; wartość odniesienia**

Wartość certyfikowana dla materiału odniesienia (próbka kontrolna = CRM).

Linia centralna = wartość odniesienia

- Procedura nie daje wiarygodnych wyników jeśli:
-  • Wynik mieści się poza granicą działania ,
  -  • Wynik mieści się między wartościami granicy działania i ostrzegania

*NIE wolno podawać (RAPORTOWAC) wyników*

**KONIECZNE** działania korygujące

Wszystkie próbki badane po poprzedniej próbce kontrolnej muszą zostać ponownie zbadane

Procedura daje wiarygodne wyniki jeśli:



- Wynik jest na polu zielonym, pomiędzy liniami ostrzegania



- Wynik jest na polu żółtym, pomiędzy granicą ostrzegania i działania, ale poprzednie wyniki były na polu zielonym

*Wyniki mogą być raportowane pod warunkiem, że ..*

Wyniki mieszczą się na zielonym polu, ale statystycznie obserwujemy trendy:

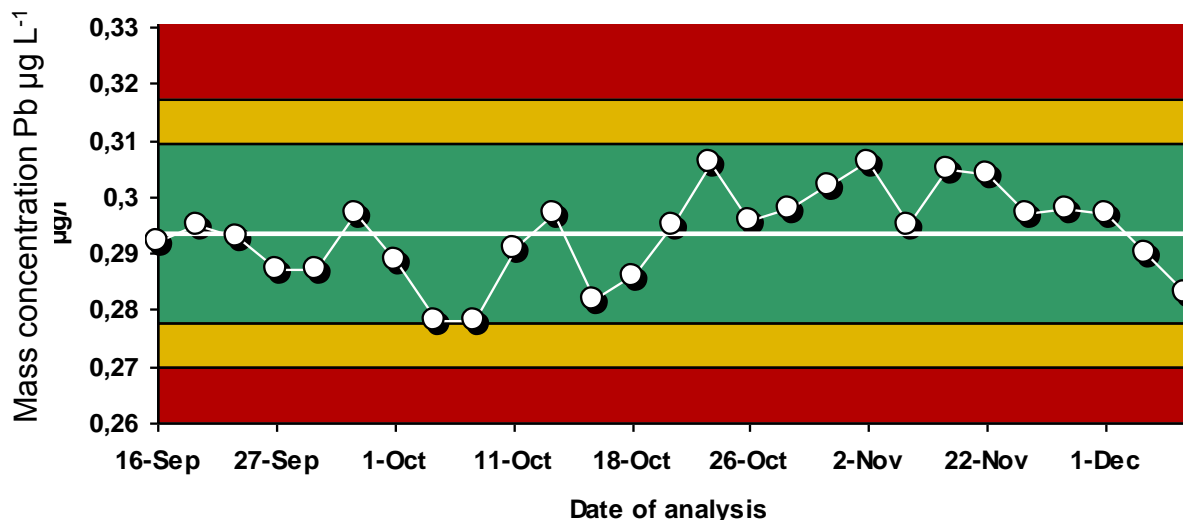
- 7 kolejnych wartości zachowuje się w sposób systematyczny: rośnie lub maleje
- 10 z 11 kolejnych wartości leży po tej samej stronie linii centralnej

*Można podawać wyniki, ale należy śledzić dalsze zachowanie*

*Po zdiagnozowaniu trendów należy indywidualnie podjąć odpowiednie działania*

Niewielkie odchylenia od wartości średniej są typowe i akceptowalne, o ile mieszczą się w zakresie zielonego pola

X-Chart: Pb



12 wartości mieści się powyżej linii centralnej.

.

### 3 zasady

- Docelowe wartości kontrolne – powinny odpowiadać wymaganiom
- Ostateczne wartości kontrolne – wyznaczone na podstawie dużego zbioru wartości i dłuższego czasu
- wyniki w polu zielonym są akceptowane

### QC?

QC oznacza codzienną „walidację” wybranych parametrów

## Ogólne

ISO 7870-1:2007 Control charts - Part 1:

Presents key elements and philosophy of the control chart approach and an overview of the basic principles and concepts

ISO 8258:1991 - General about Shewhart control charts (correction 1993). To be revised

## Dotyczące pomiarów chemicznych

ISO 7873:1993 - About control charts with warning limits

IUPAC 1995 - Harmonized guidelines for Internal Quality Control in analytical chemistry laboratories,

RSC, AMC Technical brief No. 9 Feb 2002 –

About QC based on duplicates of routine test samples

Nordtest TR 569 2007 (first ed 2005) Internal QC

ISO/DIS 13530.2 2008 QC for water analysis

## Stosowanie procedury pomiarowej

