

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)

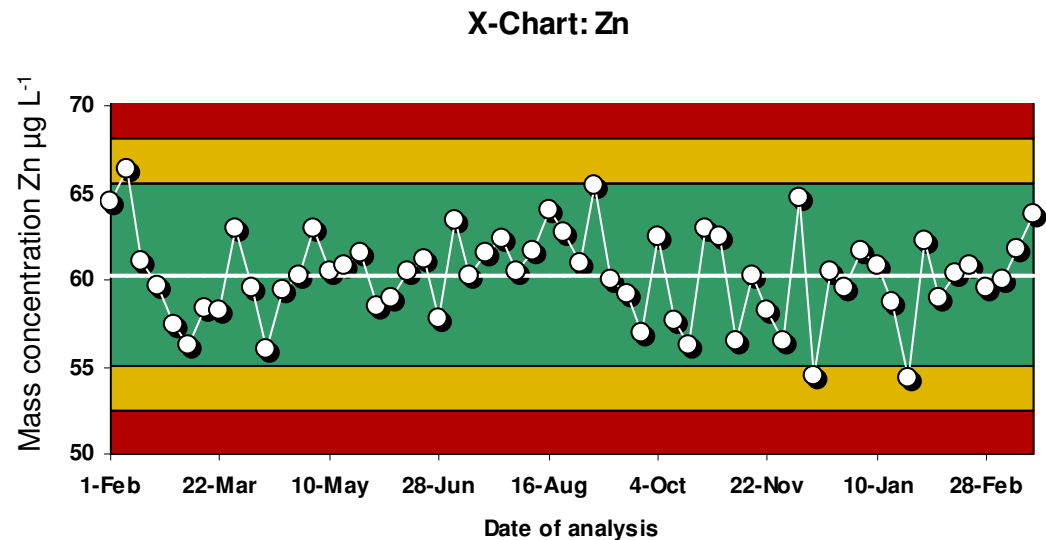
- *Pozwala na ciągłe potwierdzenie sprawności całego systemu pomiarowego*

Kontrola jakości

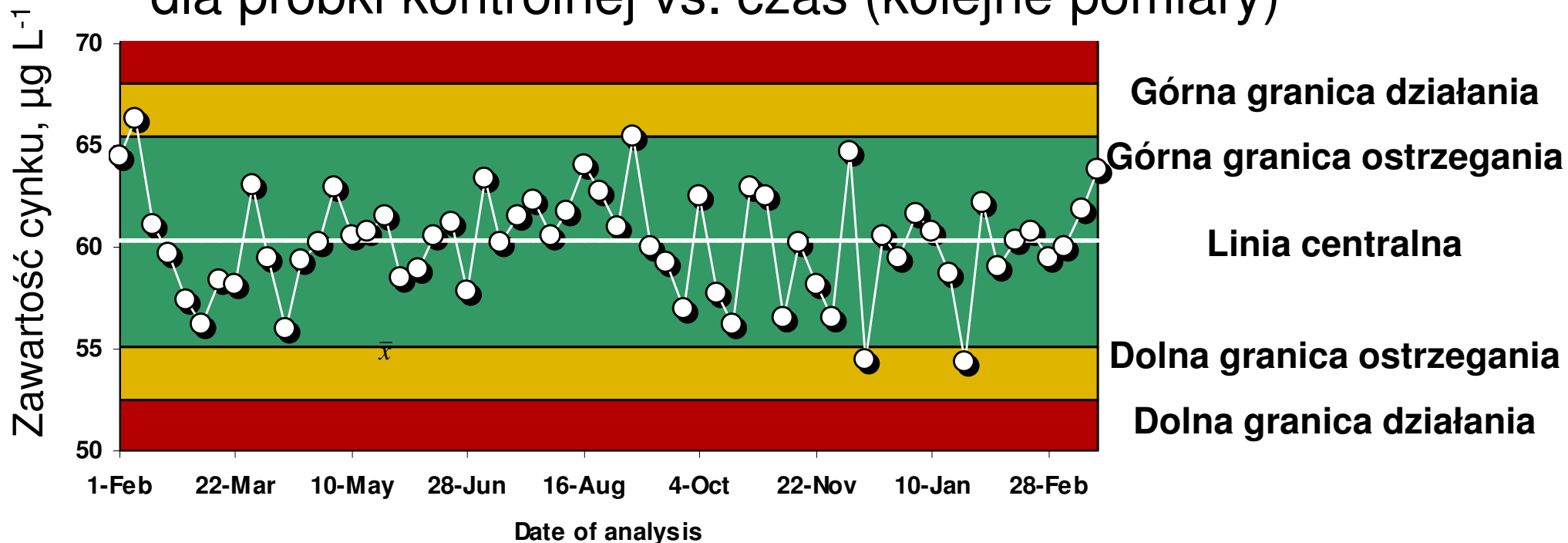
- Wewnętrzna – działania w laboratorium
- Zewnętrzna – udział w badaniach biegłości (PT/ILC)

- 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)

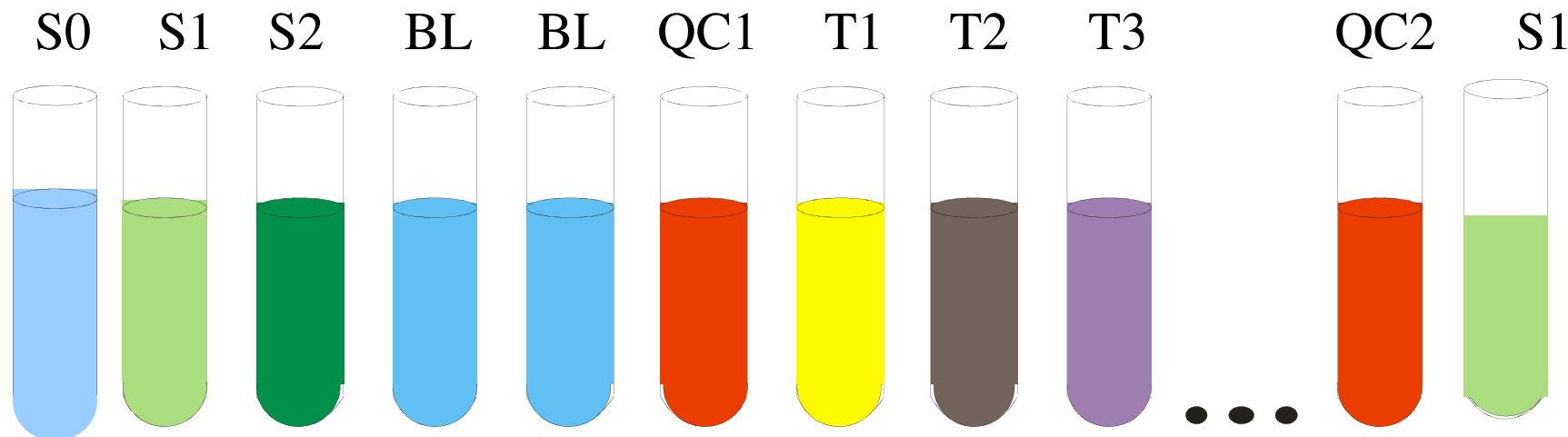


Wartość kontrolna

- 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

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

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

Zasady oceny wartości i wyznaczania wartości granicznych zależą od celu pomiarów

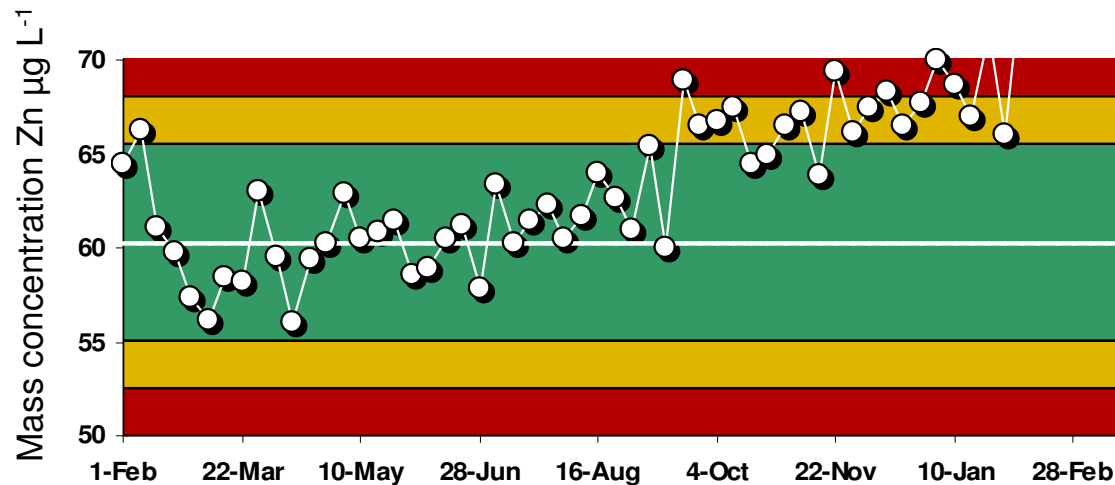
***Obszar zielony (między granicami ostrzegania)
→ wyniki prawidłowe, mogą być podawane***

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

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

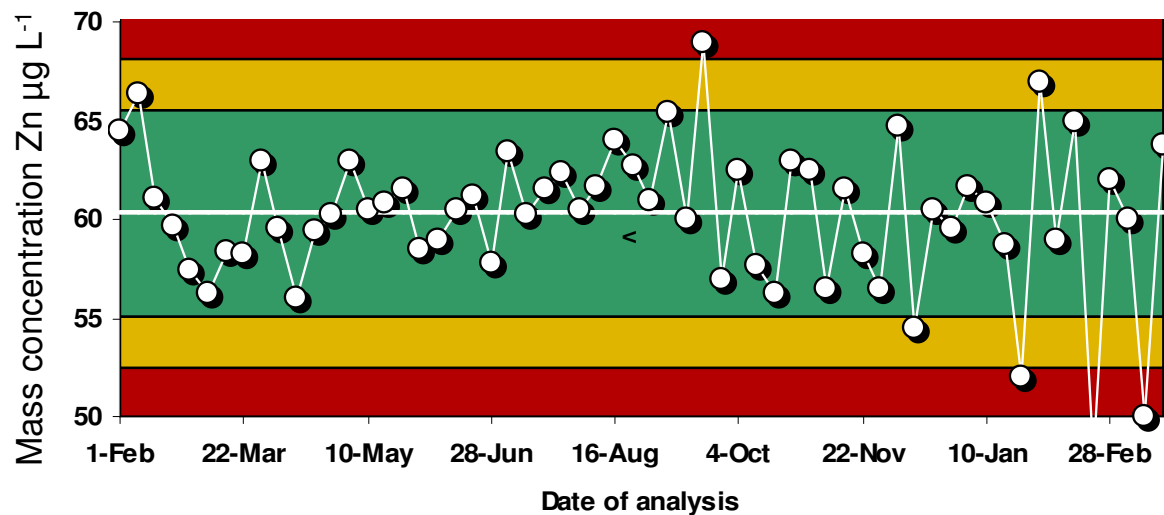
Efekt systematyczny

X-Chart: Zn

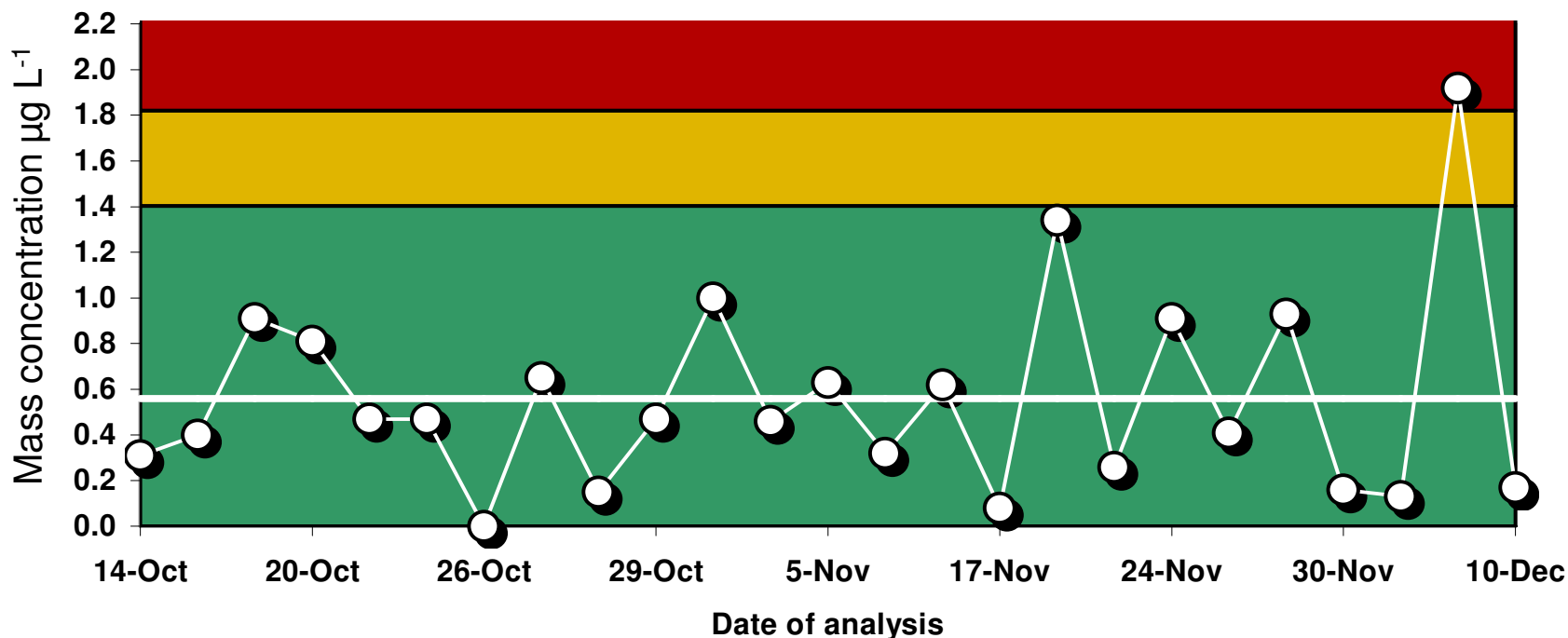


Efekt przypadkowy

X-Chart: Zn



R-Chart: N_{NH4}



Karta
zakresu

- linia centralna
- górny zakres ostrzegania
- górny zakres działania

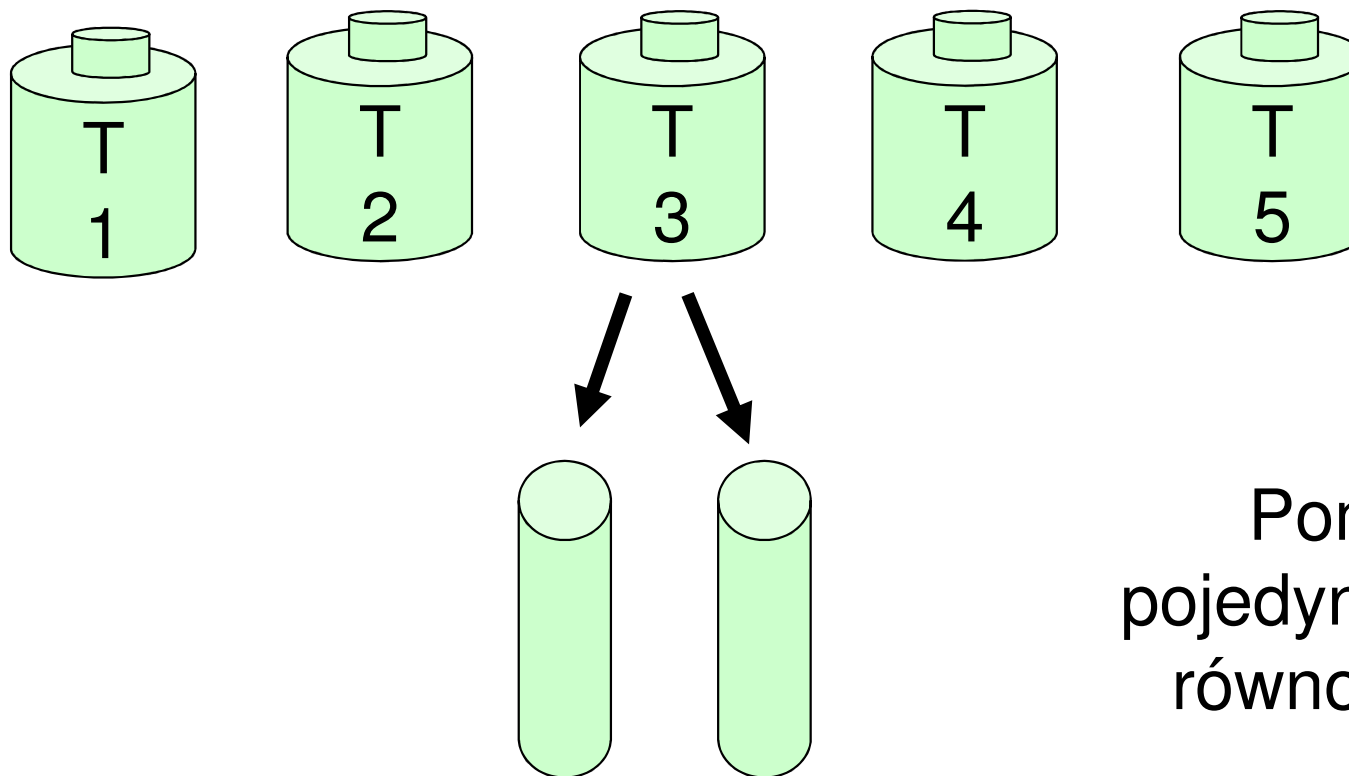
$$R = x_{\max} - x_{\min}$$

$$r\% = \frac{(x_{\max} - x_{\min})}{\bar{x}} \cdot 100$$

Dla kart typu R lub r%

Najlepiej wybrać reprezentatywną próbkę analityczną

Badanie należy prowadzić dla dwóch równoległych porcji



Pomiar
pojedynczy czy
równoległy?

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_{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 (RAPORTOWAĆ) 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



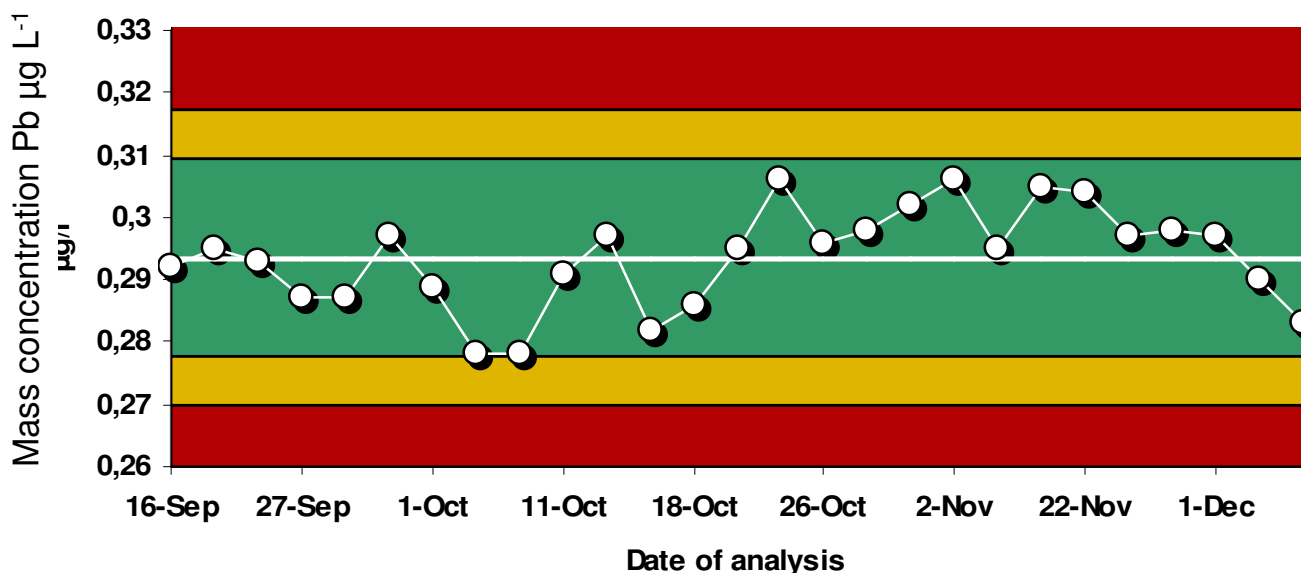
- 10 z 11 kolejnych wartości leży po tej samej stronie linii centralnej

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.

Zmiana próbki kontrolnej

- należy uzyskać wyniki dla bieżącej i nowej próbki kontrolnej (na zakładkę)
- Stosować wartość średnią, jako wstępnie wyznaczoną, przeprowadzić korekcję, o ile to zasadne
- Dla zbliżonych stężeń można stosować wstępnie wartość odchylenia standardowego s

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

