



Adam Hulanicki

Od około dwudziestu lat pojęcie jakości zagościło na czołowym miejscu w problematyce chemii analitycznej. Czy jednak zdajemy sobie sprawę ze znaczenia tego terminu i co on określa?

Adam Hulanicki

# Co to jest jakość w chemii analitycznej?

Termin **jakość** oczywiście nie powstał w tych ostatnich dwudziestu latach. Według Encyklopedii PWN w filozofii arystotelowskiej jakość oznacza jedną z przypadłości, wyrażającą określoność substancji cielesnej i ujawniającą w niej specyficzne przyporządkowanie materii do formy i rozróżniającą jakości stałe (dyspozycyjne), trudne do zmiany, bo związane z różnicą gatunkową bytu, oraz jakości zmienne, mogące przechodzić w swoje przeciwieństwa. W filozofii europejskiej występuje spór o obiektywny charakter jakości, łączący się z problemem obiektywności poznania i wartości poznawczej wrażeń zmysłowych. Według realizmu krytycznego należy rozróżniać jakości pierwotne (np. rozciągłość, masa, ruch) i jakości wtórne (np. barwa, dźwięk, zapach) o charakterze subiektywnym.

Słownik języka polskiego PWN pod terminem „jakość” podaje „właściwość, rodzaj, gatunek, wartość, zespół cech stanowiących o tym, że dany przedmiot jest tym przedmiotem, a nie innym”. Ta definicja dla chemika analityka była zawsze podstawą dobrze znanego i przyswojonego terminu **analiza jakościowa** – który z kolei encyklopedia definiuje jako „dział analizy chemicznej obejmujący metody określania składu jakościowego badanej substancji”. Jest to zresztą niefortunna definicja, która niewiele wyjaśnia, choć dla chemika jest intuicyjnie zrozumiała. Nieco lepiej ujmuje to definicja zaproponowana przez Valcarcela, według której analiza jakościowa jest takim typem analizy, w którym identyfikuje się analit (lub anality) obecne w badanej próbce, a wynik podaje się w zapisie binarnym: JEST / NIE MA.

W chemii analitycznej mamy zwykle do czynienia z koniecznością określenia zarówno jakości, jak i ilości analitu (analitów). Uzyskiwane informacje są wówczas określane jako dwuwymiarowe. W widmie emisyjnym jakościowa informacja zawarta jest w obecności lub nieobecności określonej linii widmowej, w zapisie chromatograficznym – położenie pików przy określonej wartości czasu retencji również niesie informację jakościową.

Często terminem jakości posługujemy się w jeszcze innym rozumieniu tego słowa. Mówimy na przykład „dobra jakość koszuli” lub „zła jakość towaru”. Nie oznacza to, że jeden towar ma inne składniki niż drugi. Możemy powiedzieć, że koszula bawełniana ma lepszą jakość jak koszula z tworzywa syntetycznego, zwróćmy jednak uwagę, że takie stwierdzenie

TABELA 1

Kryteria jakości zależne od przeznaczenia różnych preparatów n-heksanu (wg katalogu Fluka)	
<b>Odczynnik o czystości AnalaR</b>	
zawartość	≥ 99,0%
barwa	10 jedn. zmętnienia
woda	0,01%
kwasowość (CH <sub>3</sub> COOH)	0,0005%
zasadowość (NH <sub>3</sub> )	0,0001%
substancje nietlotne	0,001%
liczba bromowa	0,5
związki siarki	0,005%
związki aromatyczne	0,01%
metale	0,00001 - 0,000002%
<b>Odczynnik SpectrosoL - do badań spektralnych</b>	
zawartość	≥ 98,5%
<b>Min. transmitancja w 1-centymetrowej kuwecie</b>	
195 nm	10%
210 nm	50%
217 nm	80%
225 nm	90%
245 nm	98%
<b>Maks. fluorescencja (jako chinina)</b>	
254 nm	0,001 µg/g
365 nm	0,001 µg/g
<b>Maks. zawartość zanieczyszczeń</b>	
barwa	10 jedn. zmętnienia
woda	0,005%
substancje nietlotne	0,005%
kwasowość	0,05 cm <sup>3</sup> N%
zasadowość	0,02 cm <sup>3</sup> N%
<b>Odczynnik stosowany przy oznaczaniu pozostałości pestycydów</b>	
min. zawartość	95%
<b>Maks. zawartość zanieczyszczeń</b>	
woda	0,01%
substancje nietlotne	0,0005%
Kryteria chromatograficzne z detektorami ECD oraz NPD	

nia są często bardzo subiektywne. Dla innego rozmówcy dobrą jakością może mieć koszula z tworzyw syntetycznych, gdyż na jakość składa się wiele czynników subiektywnie ocenianych. Zwykle mówimy, lub myślimy, jako kupujący, o całym zestawie właściwości, których nie można opisać jednoznacznie ilościowymi wskaźnikami, które dla innego klienta będą odmienne. Wskazuje to na fakt, że pojęcie jakości jest bardzo subiektywne i zależne od kryteriów, które leżą u podstaw naszej oceny. Przybliżyła to nas do znaczenia terminu jakość. Tematyka jakości nie ogranicza się zresztą tylko do problematyki chemii analitycznej. Dziennik „Rzeczpospolita” donosił niedawno o Światowym Dniu Jakości i o Europejskim Tygodniu Jakości.

Ustaliliśmy więc następujące cechy jakości. Po pierwsze **jakość nie jest czymś istniejącym obiektywnie**, ale zależy od kryteriów stosowanych do oceny danego obiektu czy również danego działania. Po drugie **jakość zależy od naszych potrzeb**, to znaczy ten, kto będzie korzystał z danego towaru lub danego działania, musi określić, czego się spodziewa. Prowadzi to do następującej definicji jakości:

**Jakość jest to ogół cech i charakterystyk produktu lub usługi, warunkujący fakt, że spełniają one określone i oczekiwane wymagania.**

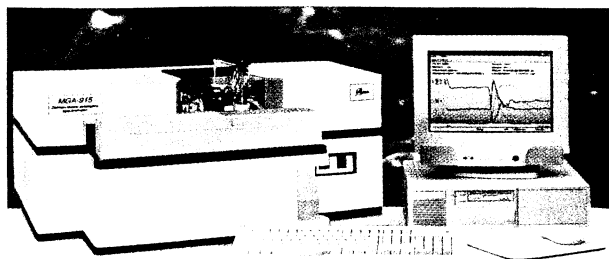
Bardzo dobrze oddaje to określenie angielskie „Quality = fits for purpose”, a więc jakość to jest to, co pasuje do danego celu.

Jakie więc mogą być te cechy i charakterystyki produktu? Jeżeli produktem jest określona substancja, to można mówić o zawartości aktywnego, nas interesującego składnika, o zawartości zanieczyszczeń, o postaci fizycznej, formie krystalicznej i wielu jeszcze innych charakterystykach. Te kryteria jakości znajdujemy w katalogach chemikaliów (tab. 1). Oczywiście z wymaganiami określonej jakości wiąże się cena. Jeśli produktem jest przyrząd pomiarowy, którym posługujemy się w pracy w laboratorium analitycznym, to o jego jakości świadczyć powinna zgodność odczytu z wielkością, którą charakteryzuje, powtarzalność uzyskiwanych wyników, szybkość otrzymywania odpowiedzi aparatu, a także kryteria ekonomiczne eksploatacji, odporność na zakłócenia, dostępność serwisowa i z pewnością wiele innych właściwości. Te właściwości przyrządu coraz częściej muszą być zgodne z określonymi standardami jakości.

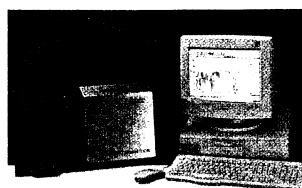
Jakie mogą być cechy i charakterystyki usługi? Tą usługą, która nas jako chemików analityków najbardziej interesuje, jest proces analityczny, który prowadzimy bądź dla naszych potrzeb, bądź dla zleceniodawcy, który u nas tę usługę zamówił. A kryterium jakości procesu analitycznego, które prawdopodobnie najbardziej interesuje zleceniodawcę; jest jakość wyniku analitycznego, określona jego dokładnością i precyzją, niepewnością otrzymanego wyniku, charakteryzującego badaną substancję, a także



Szlachetny stop światowej  
myśli technicznej  
i najlepszych tradycji  
rosyjskiej zbrojeniówki

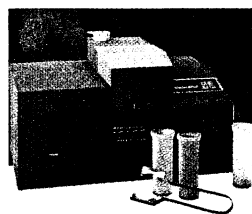


Spektrometry AAS • Analizatory rtęci • Systemy HPLC



- Spektrometry FT-IR
- Fluorymetry,  
spektrofluorymetry,  
kriofluorymetry

- Systemy  
elektroforezy kapilarnej
- Automatyczne analizatory  
do kontroli jakości wody



- Mineralizatory mikrofalowe
- Spektrometry rentgenowskie
- Akcesoria

**LumexPol Sp. z o.o.**

ul. Kadrowa 36 A, 04-421 Warszawa  
tel. 0 601 352 733, 0 607 368 068, tel./fax (22) 673 56 62  
e-mail: [biuro@lumexpol.pl](mailto:biuro@lumexpol.pl) [www.lumexpol.pl](http://www.lumexpol.pl)

Zapewniamy szkolenie, serwis gwarancyjny  
i pogwarancyjny, konsultacje metodyczne



Serdecznie zapraszamy do naszego stoiska nr 11 sektor C, na targach EuroLab 2003

selektywnością wynikającą z obecności interferentów, a być może także szybkością uzyskanego wyniku i jego kosztem.

TABELA 2

Wyniki analizy szesnastowiecznych próbek srebra [wg L. Górskiego]			
Data analizy w XVI w.	Przeliczone wyniki otrzymane w XVI w. % Ag	Wyniki analizy wykonanej w 1955 r. % Ag	Różnica % Ag
22.08.1528	9,38	9,29	+0,09
30.09.1528	18,75	19,27	- 0,52
30.09.1528	37,89	38,65	- 0,76
30.09.1528	9,38	9,43	- 0,05
28.11.1528	37,70	37,33	+0,37
28.11.1528	9,38	9,37	+0,01
12.08.1529	9,57	9,04	+0,53
12.08.1529	18,57	18,88	-0,13
7.05.1530	38,28	38,54	-0,26
17.09.1530	37,50	37,26	+0,24
1.04.1531	37,70	37,26	+0,24
15.07.1531	37,70	38,12	- 0,42
15.07.1531	9,38	9,25	+0,13
18.01.1533	9,57	9,49	+0,08
28.07.1534	38,09	38,15	- 0,06
15.12.1534	37,50	37,92	- 0,42

A więc wiedząc, co to jest jakość i jakie są czynniki ją określające, może się nam nasunąć pytanie, dlaczego dopiero od mniej więcej dwóch dekad pojawiła się taka troska o jakość wyniku analitycznego? Przecież analizy wykonuje się od przynajmniej kilku stuleci, a więc czy można powątpiewać w jakość

TABELA 3

Wyniki oznaczania śladowych ilości metali w wodach oceanicznych w latach 1940-1980 (w µg/l)			
	1940	1965	1980
Ołów	2,0	0,03	0,002
Miedź	10,0	3,0	0,25
Cynk	20,0	10,0	0,40

tych wszystkich wyników dawniej otrzymywanych? Mamy szereg dowodów, że w dawnych czasach wyniki analityczne też były wysokiej jakości. Przypomniał o tym profesor Ludwik Górski w swoim referacie na konferencji Euroanalysis V, przytaczając wy-

ki analiz próbek srebra z XVI wieku znalezionych wraz z oryginalnymi próbkami w ratuszu toruńskim. Profesor Hubicki, który te próbki analizował w latach pięćdziesiątych XX stulecia, potwierdził znakomitą jakość analiz wykonanych przed ponad czterystu laty (tab. 2). Mamy również szereg przykładów późniejszych wyników analitycznych, które świadczą o wielu popełnianych błędach analitycznych, a więc o niskiej jakości pracy analityków. Porównanie rezultatów oznaczania niektórych metali w wodach oceanicznych otrzymanych w latach 1940-1980 wskazuje na pozorny spadek ich zawartości nawet o kilka rzędów wielkości. Nie jest to niestety dowód na coraz czystsze wody oceanów, ale na wyeliminowanie błędów związanych na przykład z kontaminacją próbki podczas jej pobierania i analizowania (tab. 3). Fakty te wskazują na to, że w dawnych czasach były możliwe oznaczenia odpowiedniej jakości, a stosunkowo niedawno – a także obecnie – zdarzają się wyniki o bardzo złej jakości. Wskazuje to na konieczność rozważań nad jakością współczesnych wyników analitycznych, które oczywiście dotyczą szczególnie trudnych oznaczeń, takich jakimi są między innymi oznaczenia bardzo małych zawartości śladowych. Warto też zastanowić się, dlaczego współczesna analiza chemiczna tak rygorystycznie do spraw jakości podchodzi.

Czynnikiem o podstawowym znaczeniu jest wzrost znaczenia analizy chemicznej w wielu dziedzinach gospodarczej i społecznej działalności człowieka. Jakość bardzo wielu obszarów działalności zależna jest od poprawnego wyniku analitycznego. Truizmem będzie ich wymienianie: zanieczyszczenie środowiska, jakość żywności, ocena stanu zdrowia na podstawie wyników analitycznych, a także w nie mniejszym stopniu handel, nie tylko z najbliższym otoczeniem, gdzie można było wiele spraw wyjaśniać w czasie bezpośrednich ustaleń, ale handel w skali globalnej, gdzie jakość wielu surowców, półproduktów i końcowych produktów może być jednoznacznie określona na podstawie wyników analitycznych. Rozwój metod analitycznych zmierzających do poprawy jakości i standardu zdrowia i życia jest tego wyraźnym dowodem.

Konsekwencją doceniania znaczenia wyników analitycznych są decyzje, które są, lub powinny być, podejmowane na ich podstawie. Mogą to być decyzje ekonomiczne, społeczne, polityczne o różnorodnym zasięgu i oddziaływaniu. Jeśli taka decyzja ma być właściwa, to konieczne jest zaufanie do wyników analitycznych, a więc ich odpowiednia jakość. Jest oczywiste i udowodnione, że fałszywe decyzje podjęte na podstawie nieodpowiedniej jakości wyników kosztują w konsekwencji nieporównywalnie więcej od kosztu otrzymania wyniku poprawnego nawet przy dużych bezpośrednich kosztach jego otrzymania. Takie błędne decyzje podjęte na podstawie wyniku nieodpowiedniej jakości pociągają za

sobą mogą ogromne bezpośrednie i pośrednie straty, nie tylko ekonomiczne.

Kolejnym czynnikiem przemawiającym za koniecznością określenia jakości wyniku analitycznego są

Ta rosnąca rola analizy chemicznej wymusza znaczną liczbę wykonywanych analiz. Jedynie w przemyśle w USA wykonuje się dziennie 250 milionów oznaczeń. Szacuje się, że w analizie klinicz-

Dopuszczalne zawartości niektórych składników w wodach pitnych wg norm obowiązujących w różnych krajach [w mg L <sup>-1</sup> ]					
	WHO	EU	Rosja	Japonia	Kanada
Azotany	50	50	45	45	10
Chlorki	250	200	350	200	250
Cynk	3	0,1	1	-	5
Ołów	0,01	0,05	0,01	0,05	0,01
Żelazo	0,3	0,2	0,3	0,3	0,3

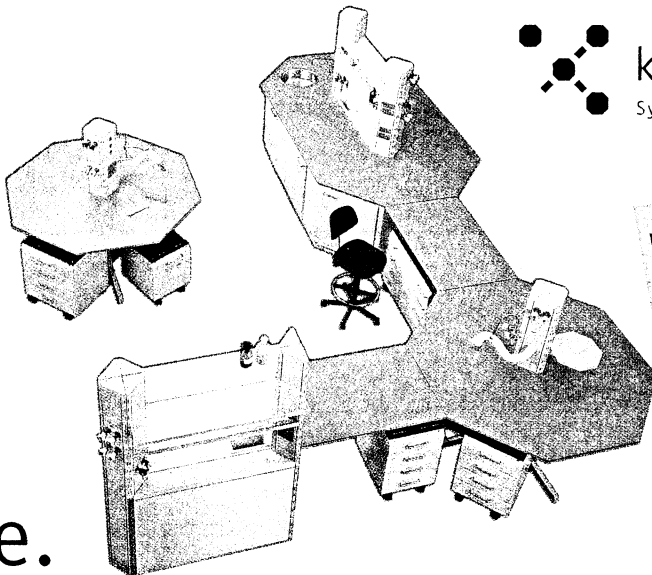
TABELA 4

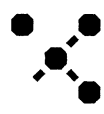
normy i standardy, które obowiązują w coraz szerszym zakresie w skali międzynarodowej, a właściwie nawet w skali globalnej. Dotyczą one na przykład dopuszczalnych stężeń zanieczyszczeń w powietrzu, w wodach powierzchniowych, w wodzie pitnej (tab. 4), w żywności, a także zachowania poziomów referencyjnych w diagnostyce lekarskiej. Wynik analizy otrzymany w jednym kraju, aby był respektowany w innym, musi mieć zapewnioną jakość, musi charakteryzować się niepewnością.

nej dokonuje się kilka milionów oznaczeń elektrolitów dziennie. Wzrost liczby potrzebnych wyników analitycznych powoduje konieczność automatyzacji procedur, ale również zaangażowania dużej liczby personelu analitycznego. Obecnie analizy wykonują nie tylko chemicy o specjalistycznym analitycznym wykształceniu, ale i lekarze, farmaceuci, rolnicy, geolodzy, geografowie, biolodzy i wiele innych specjalności. Jest z istoty rzeczy niemożliwe, aby oni w czasie swego kształcenia posiadli wiedzę anali-

Proponujemy Państwu funkcjonalne, uniwersalne w swojej formie, systemy mebli laboratoryjnych, dzięki którym można w prosty sposób, odpowiednio do wymagań, zorganizować bezpieczną pracę w laboratorium.

Ponieważ bezpieczeństwo w laboratorium stawiamy na pierwszym miejscu nasze meble wykonane są ze stali.



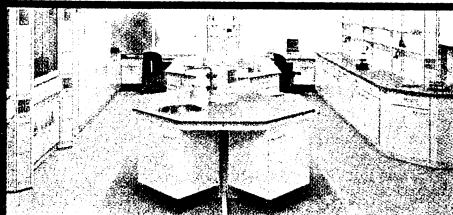



**köttermann**  
Systemy laboratoryjne ze stali

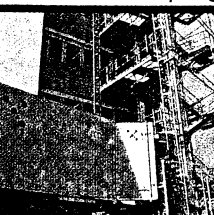
Zapraszamy do kontaktu z naszym przedstawicielem lub naszym biurem:  
Köttermann Sp. z o.o.  
ul. Przasnyska 6, 01-756 Warszawa  
tel.: 022 832 47 60, fax: 022 832 47 61  
e-mail: biuro@koettermann.pl


## Zawsze doskonałe.

**Köttermann: Doradztwo. Projektowanie. Serwis kontraktów. Serwis pogwarancyjny.**









tyczną w wystarczającym zakresie, odpowiadającym zasadom dobrej praktyki laboratoryjnej. Tak więc konieczne są mechanizmy, które gwarantują dobrą jakość wyniku analitycznego, niezależnie od tego, kto i gdzie będzie ten wynik otrzymywał.

	współczynnik dyfuzji	masa molowa	czynnik Boltzmann
	absorbancja integralna	promień rurki	funkcja podziału

$$m_{An} = \int_0^{\infty} A dt \frac{8\pi D r^2 M Z}{\log e N_A I^2 k_v g_1} \exp\left(\frac{E}{kT}\right)$$

Rys. Obliczanie masy charakterystycznej z mierzalnych parametrów wg B.V. Lvova

liczba Avogadro	długość rurki	współczynnik absorpcji	waga statystyczna
--------------------	------------------	---------------------------	----------------------

Jest jeszcze jeden ważny czynnik, które sprawił, że w końcu XX stulecia wymagania dotyczące jakości wyniku analitycznego uległy tak znacznemu zaostreniu. Paradoksalnie jest to rezultatem szybkiego rozwoju chemii analitycznej, a przede wszystkim dominującego stosowania procedur analitycznych wykorzystujących techniki fizykochemiczne, fizyczne, a także biologiczne. Dopóki w chemii analitycznej najważniejszą rolę odgrywały metody wagowe i miareczkowe, wykorzystujące relacje stechiometryczne, wystarczało przy starannej „dobrej praktyce laboratoryjnej” posługiwanie się właściwie skalibrowaną wagą analityczną i sprawdzonymi naczyniami miarowymi. Wówczas wynik analityczny można było, przy właściwie działającym urządzeniu miar i wag, skorelować z podstawowymi wielkościami jednostek: kilogramem, metrem czy metrem sześciennym i molem. Rosnące wymagania stawiane przed chemią analityczną i możliwości, które stwarza postęp nauki, dały w ręce chemika analityka ogromny asortyment technik, które nie mogą być w sposób jednoznaczny skorelowane z tymi podstawowymi wielkościami. Wydaje się to z pozoru nieprawdopodobne, gdyż przecież w przypadku większości technik fizycznych istnieją zależności opisujące zjawiska, będące źródłem sygnału analitycznego i znane są prawa i równania je wiążące. Nie mniej pogłębiona znajomość procesów chemicznych i wykorzystywanych zjawisk, zależność od zmiennych warunków zewnętrznych, wpływ parametrów aparaturowych i szereg innych czynników sprawiły, że mimo wielu prób czynionych przez znakomitych skądinąd analityków nie udało się, z nielicznymi wyjątkami, opracować metod absolutnych, nazywanych czasami metodami obliczeniowymi. Metody absolutne

z definicji powinny umożliwić wyznaczenie ilości (stężenia) analitu z wykorzystaniem jedynie stałych uniwersalnych i wielkości fizycznych charakteryzujących analit. Wpływ stosowanej aparatury powinien być oszacowany z założeń teoretycznych, a warunki doświadczalne muszą być tak dobrane, aby było możliwe przewidywanie wielkości sygnału analitycznego. Przed kilkunastu laty, zwłaszcza wśród fizyków zajmujących się fizycznymi metodami analizy, pojawiły się tendencje, aby wielkość sygnału opisać w postaci jednoznacznej zależności funkcyjnej. W atomowej spektrometrii absorpcyjnej B.V. Lvov proponował obliczanie tak zwanej masy charakterystycznej z mierzalnych parametrów. Mimo że zaproponowane wyrażenie było skomplikowane (rys.), to jednak nie obejmowało ono wszystkich zjawisk i procesów, a obliczenie niektórych wielkości występujących we wzorze wymagało pomiarów również obciążonych błędami lub wprowadzenia poprawek empirycznych. W rezultacie ta interesująca idea, pojawiająca się zresztą w innych technikach, nie wyeliminowała wypróbowanych sposobów doświadczalnej kalibracji. Tak więc mimo dysponowania doskonałą i nowoczesną aparaturą analityk musi indywidualnie ustalić empirycznie, w warunkach swojego warsztatu, zależność między sygnałem analitycznym a stężeniem lub ilością analitu.

Pewnym rozwiązaniem tego błędnego koła mogą być tak zwane metody definitywne, które w chemii analitycznej wprowadza prof. Dyczyński. Są to metody wykorzystujące sprawdzone i dobrze scharakteryzowane podstawy teoretyczne, skontrolowane doświadczalnie, tak aby potwierdzić, że błędy systematyczne są pomijalne, a precyzja jest zadowalająca stawianym wymaganiom. Nie mogą one jednak stać się rutynową procedurą każdego laboratorium analitycznego.

A więc powiedzieliśmy sobie, co rozumiemy pod słowem „jakość” i skąd wzięło się w pewnym okresie takie zainteresowanie jakością w chemii analitycznej. Czy można jednak wysnuć końcowe wnioski, jak analityk ma postępować, aby sprostać wymaganiom jakości wyniku analitycznego. W słów krótkości można to ująć następująco:

- starać się być świadomym źródeł błędów i je minimalizować,
- wykorzystywać odpowiednie metody matematyczne oceny wyniku i jego interpretacji,
- stosować metody eliminacji błędów systematycznych i poprawy dokładności,
- nie lekceważyć żadnego, nawet pozornie nieistotnego, etapu postępowania analitycznego,
- nie traktować wymagań zapewnienia jakości jako biurokratycznych przepisów, które nie zostały wymyślone „ku utrapieniu analityków”.

Odpowiada to więc maksymalnemu wykorzystaniu wiedzy i umiejętności oraz krytycznej ocenie własnych działań.