



Zofia Sęktas

Zofia Sęktas

# Sterowanie jakością badań

W LABORATORIUM STACJI CHEMICZNO-ROLNICZEJ W WESOŁEJ

Laboratorium badawcze tworząc system jakości staje przed problemem doboru metod kontroli jakości, które z jednej strony zapewniłyby odpowiedni poziom jakości wyników, a z drugiej byłyby adekwatne do rodzaju stosowanych metod badawczych, ilości badań, możliwości laboratorium.

Według normy PN-EN ISO/IEC 17025 „Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących”, w zakresie zapewnienia jakości wyników badań laboratorium powinno mieć procedury sterowania jakością w celu monitorowania miarodajności podejmowanych badań. Uzyskiwane dane należy zapisywać w taki sposób, aby możliwe było śledzenie kierunków ich zmian oraz, jeżeli to możliwe, powinny być stosowane techniki statystyczne w celu przeglądu wyników. Monitorowanie należy planować i poddawać okresowym przeglądom.

Zakres i metody kontroli laboratorium powinno dobrać sobie odpowiednio do rodzaju i wielkości wykonywanych badań.

Na podstawie powyższych wymagań Dział Laboratorium Stacji Chemiczno-Rolniczej w Wesolej opracował i wdrożył do stosowania własną, odpowiednią do prowadzonego zakresu badań procedurę „Sterowanie jakością badań”.

System kontroli prowadzony jest w dwóch niezależnych pionach (tab. 1).

Wszystkie metody badawcze stosowane w Dziale Laboratoryjnym są zwalidowane, to znaczy posiadają wyznaczone cechy charakterystyczne: granicę oznaczalności, precyzję, współczynnik odzysku, poprawność, niepewność metody.

Działania systemowe sterowania jakością badań mają na celu, oprócz bieżącego zapewniania jakości wyni-

ków, monitorowanie stabilności metod badawczych poprzez śledzenie w czasie cech charakterystycznych wyznaczonych na etapie walidacji.

**Wewnątrzlaboratoryjna kontrola jakości na I poziomie:** próbki ślepe, kontrolne, powtórzone, próbki z kontroli zakresu służą do oceny prawidłowości przebiegu poszczególnych etapów badania na stanowisku pracy. Wyniki badań tych próbek nanoszone są na bieżąco na karty kontrolne (karty Shewharta) i wykorzystywane do oceny poprawności danej serii analitycznej. Wykresy na kartach Shewharta są cennym źródłem informacji o odchyleniach i nieprawidłowościach w wykonywanych badaniach. Umożliwiają również śledzenie stabilności stosowanych metod badawczych (porównywanie kolejnych kart Shewharta)

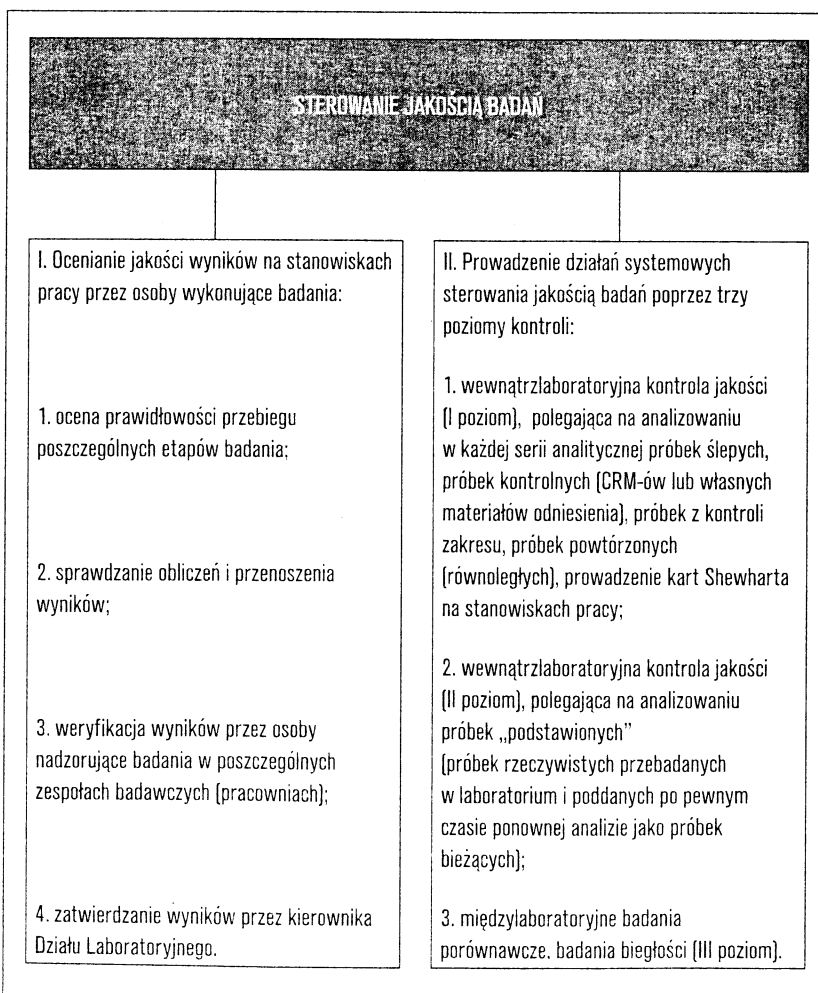


TABELA 1

i w razie pojawienia się nieprawidłowości zobowiązują do podjęcia działań korygujących.

I poziom wewnątrzlaboratoryjnej kontroli jakości dostarcza ponadto danych, które pozwalają wyznaczyć i śledzić w czasie cechy charakterystyczne metody: granicę oznaczalności (z kart próbek ślepych), precyzję (z kart próbek kontrolnych), niepewność (z kart próbek powtórzonych).

Stosowanie w miarę dostępności (i możliwości finansowych) certyfikowanych materiałów odniesienia służy do sprawdzenia poprawności metody i pozwala stwierdzić, czy nie występuje błąd systematyczny.

**II poziom wewnątrzlaboratoryjnej kontroli jakości**, w formie niejawniej dla pracowników wykonujących badania, ma na celu kontrolowanie jakości wyników w warunkach odtwarzalności wewnątrzlaboratoryjnej. Próbkę „podstawioną” pozwalają dodatkowo na prowadzenie oceny kompetencji personelu do wykonywania poszczególnych badań.

**Zewnątrzlaboratoryjna kontrola jakości (III poziom)**

w postaci uczestnictwa w międzylaboratoryjnych badaniach porównawczych, jest bardzo ważnym elementem sterowania jakością badań, pozwalającym na potwierdzenie poprawności stosowanych metod badawczych. Porównanie swoich wyników z wynikami innych laboratoriów daje pewność, że wyniki uzyskiwane odzwierciedlają rzeczywistą zawartość analizowanej substancji, a ewentualne odchylenia mieszczą się w granicach możliwych do zaakceptowania.

Dział Laboratoryjny Stacji Chemiczno-Rolniczej w Wesolej od 1998 roku w sposób planowy dokonuje oceny technicznych kompetencji swojego laboratorium poprzez uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych. Laboratorium regularnie uczestniczy w międzynarodowych badaniach biegłości:

■ w programie WEPAL (Instytut Rolniczy w Wageningen, Holandia) obejmującym:

- ISE – badanie gleb (Pb, Cd, Ni, Cr, Cu, Zn, Mn, Fe, As, Hg, pH, subst. org.);
- IPE – badanie roślin (Pb, Cd, Ni, Cr, Cu, Zn, Mn, Fe, As, Hg, B, N-Total, P, K, Ca, Na, Mg, S);

● w miarę możliwości w innych, organizowanych przez PHARE, AQUACON – LEPE project (Instytut Środowiskowy, Ispra Włochy);

● uczestniczy w testowaniu polskich materiałów referencyjnych przygotowywanych przez Instytut Badań Jądrowych w Świerku (liście herbaty, mieszanina ziół);

● aby poddać ocenie cały zakres wykonywanych badań, Dział Laboratoryjny SChR w Wesolej od 1998 roku realizuje własny program międzylaboratoryjnych badań porównawczych (tab. 2) w sieci 17 Oddziałów Stacji, obejmujących analizę:

- ▲ gleb rolniczych;
- ▲ gleb i podłoży ogrodniczych;
- ▲ materiału roślinnego;
- ▲ nawozów.

Program międzylaboratoryjnych badań porównawczych Stacji Chemiczno-Rolniczej		
Materiał badany /Częstotliwość	Badana cecha	Metoda
Gleby rolnicze 4 x 3 próbki (co kwartał)	pH P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , K <sub>2</sub> O – przyswajalne Mg – przyswajalny Cu, Zn, Mn, Fe, B – przyswajalne zaw. subst. organicznej Pb, Cd, Ni, Cr, Cu, Zn, Mn, Fe, As, Hg azot mineralny (N-NO <sub>3</sub> + N-NH <sub>4</sub> )	ekstr. w KCl, potencjometryczna Egnera Riehma, kolorymetryczna Schachtschabela, ASA wg PN, ekstr. 0,1 n HCl, ASA Tiurina/wagowa ASA, po mineraliz. w wodzie król. ekstr. 1% K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , kolorymetryczna
Gleby ogrodnicze 2 x 3 próbki (I, II półrocze)	PH zasolenie N-NO <sub>3</sub> , N-NH <sub>4</sub> , chlorki – przyswajalne P, Mg, Ca, Na, K – przyswajalne Cu, Zn, Mn, Fe – przyswajalne	w wodzie, potencjometryczna w wodzie, konduktometryczna ekstr. 0,3% kwas octowy, potencjom. ekstr. jw., kolorym., ASA; fotom. pt. ASA
Materiał roślinny suchy 2 x 3 próbki (I, II półrocze)	N, P, S, K, Ca, Na, Mg mikroelementy i pierw. śladowe: Cu, Zn, Mn, Fe, Pb, Cd, Ni, Cr, As, Hg	miner. W kwasach, ozn. miareczkowe kolorym., fotom. pt., ASA miner. „na sucho”/w kwasach, ozn. ASA
Nawozy 2 x 3 próbki (I, II półrocze)	azotowe, wapniowe, wapniowo-magnezowe, wieloskładnikowe – metody wg PN	

TABELA 2

**Zakład Produkcyjno-Usługowy**  
**TESTCHEM**

44-370 Pszów, ul. Niepodległości 88d, tel./fax: (032) 455 88 83  
e-mail: testchem@ka.onet.pl NIP 647-051-91-45  
www.testchem.pl

**PRODUKCJA:**

**URZĄDZENIA DO PRZYGOTOWANIA I POBIERANIA PRÓBEK**

Próbobiomniki  
Kruszarki laboratoryjne  
Młynki laboratoryjne  
Prasy do próbek  
Mieszalniki laboratoryjne

**URZĄDZENIA DO CHŁODZENIA I STABILIZACJI TEMPERATURY**

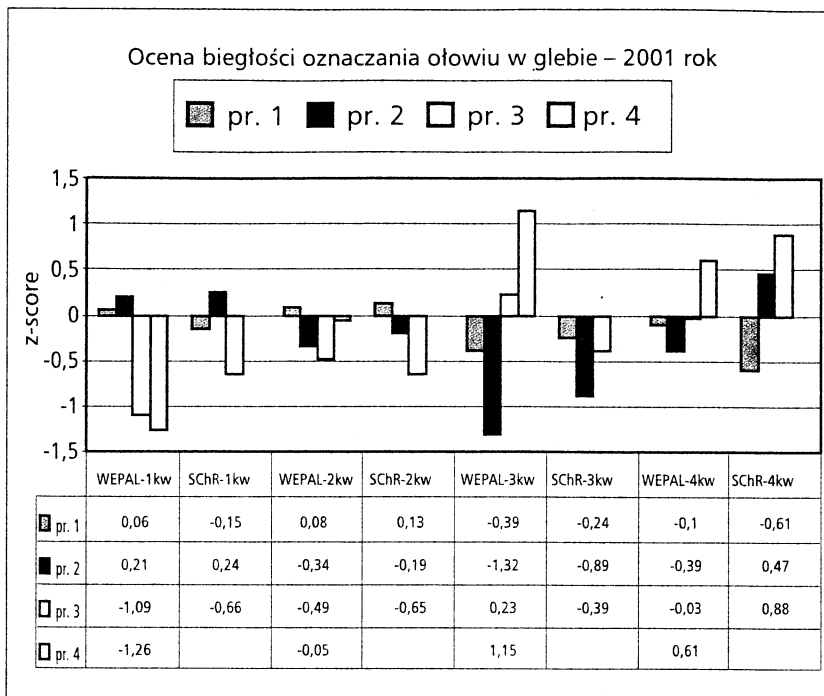
Układy chłodzenia spektrometrów i dyfraktometrów rtg.  
Układy chłodzenia mikroskopów elektronowych  
Układy chłodzenia spektrometrów AAS i ICP

**SPRZEDAŻ:**

Spektrometry i dyfraktometry rtg (Rigaku - Japonia)

Urządzenia do oznaczania rtęci (NIC - Japonia)

TESTCHEM



Rys. Przykładowy wykres oceny biegłości dla wyników badania Pb w glebie w 2001 roku

Przykładowe zestawienie wyników badań międzylaboratoryjnych dla gleb rolniczych w latach 1998-2001

Składnik badany	1998		1999		2000		2001	
	Ilość wyn.	wątpl. niezadow.**	Ilość wyn.	wątpl. niezadow.**	Ilość wyn.	wątpl. niezadow.**	Ilość wyn.	wątpl. niezadow.**
Pb – woda król.	31	1**	34	-	28	1*	28	-
Cd	31	1**	34	-	28	-	28	-
Ni	31	1**	34	-	28	1*	28	1**
Cr	15	-	18	-	20	1*	20	-
Cu	31	1*	34	-	28	-	28	-
Zn	31	1**	34	2*	28	1*	28	-
Mn	25	-	28	-	28	-	28	-
Fe	17	-	28	1**	28	-	28	-
As	22	1*	31	-	28	1*	28	-
Hg	28	1**	34	1*	28	1*	24	-
N-NO <sub>3</sub> – min.	-	-	6	-	12	-	12	-
N-NH <sub>4</sub> – min.	-	-	6	-	12	-	12	-
Cu – przysw.	6	1**	12	-	12	-	12	-
Zn – przysw.	6	-	12	-	12	-	12	1*
Mn – przysw.	6	-	12	-	12	-	12	-
Fe – przysw.	6	-	12	-	12	-	12	-
B – przysw.	6	3*2**	12	1*	12	1**	12	-
Próchnica	-	-	-	-	-	-	28	-
N ogólny	-	-	-	-	-	-	12	-
pH	6	-	20	1*	27	-	28	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> – przysw.	6	1*	12	-	12	1*	20	1*
K <sub>2</sub> O – przysw.	6	-	12	-	12	-	20	-
Mg – przysw.	6	1*	12	-	12	1**	12	-

\* – wynik wątpliwy 2 < |z| < 3, \*\* – wynik niezadowolający |z| > 3

TABELA 3

Ocena wyników badań międzylaboratoryjnych oparta jest na zmiennej standaryzowanej z-score:

$$z = \frac{X_i - X_0}{SD}$$

gdzie:

X<sub>i</sub> – wynik i-tego uczestnika

X<sub>0</sub> – wartość średnia (po odrzuceniu wyników odbiegających)

SD – odchylenie standardowe

Interpretacja wyników:

|z| < 2 – wynik zadowolający,

2 < |z| < 3 – wynik wątpliwy,

|z| > 3 – wynik niezadowolający.

Do pełnego wykorzystania uczestnictwa w badaniach ważne jest, aby wyniki z tych badań poddawać szczegółowej ocenie z udziałem personelu wykonującego badania oraz prowadzić monitorowanie jakości wyników w celu kontrolowania stabilności systemu jakości.

W naszym laboratorium w tym celu prowadzone są następujące działania:

- po otrzymaniu raportu z badań dla każdego badanego składnika prowadzone są karty oceny badania biegłości (za pomocą z-score), gdzie nanoszone są z udziałem pracownika kolejne wyniki z badań w ciągu całego roku (rys.). Graficzny wykres z-score ilustruje ocenę jakości wyniku, a także pozwala śledzić, czy nie występuje błąd systematyczny (stale z < 0 lub z > 0);

- z każdego raportu spisywana jest notatka z omówienia wyników, zawierająca ich ocenę, analizę ewentualnych błędów, ustalenia dotyczące poprawy jakości;

- wyniki z raportów w formie wykresów prezentowane są na tablicach ogłoszeń w laboratorium, aby wszyscy pracownicy mogli się z nimi zapoznać;

- dla każdego składnika sporządzane są roczne zestawienia wyników badań biegłości (tab. 3), które są prezentowane wszystkim pracownikom laboratorium na dorocznych spotkaniach oraz poddawane są analizie podczas przeglądów systemu jakości w obecności dyrektora, w celu ewentualnego ustalenia rodzaju działań, jakie należy podjąć dla poprawy jakości wykonywanych badań. Zaprezentowane w powyższym artykule działania laboratorium SChR w Wesolej w ramach sterowania jakością badań są przykładem, jak można rozwiązać w laboratorium problem zapewnienia jakości wyników. System w takiej formie został zaakceptowany przez auditorów PCA i funkcjonuje w laboratorium od 1999 roku.

Należy jednak pamiętać, że nie ma gotowych, doskonałych systemów do bezpośredniego przeniesienia do własnego laboratorium. Każde laboratorium powinno dobrać takie elementy sterowania jakością badań, które zapewnią uzyskanie rzetelnych i wiarygodnych wyników, spełniających oczekiwania klienta. ■