

SPRAWOZDANIE Z EKSPLOATACJI

ANALIZA LABORATORYJNA & TECHNIKA POMIARÓW CIĄGŁYCH
ZAPEWNIENIE JAKOŚCI ANALITYCZNEJ



Wyniki pomiarów oparte na systemie Zapewnienia Jakości

Pojęcie zapewnienia jakości i analityka są ściśle ze sobą powiązane.

O dokładności wyników pomiarów decyduje nie tylko metoda analityczna (standardowa/analityka zakładowa), lecz o wiele bardziej staranność wykonywania poszczególnych pomiarów oraz środki stosowane w celu → *zapewnienia jakości*. W przypadku testów kuwetowych LANGE znaczna część wysiłku w celu zapewnienia jakości zostaje przeniesiona z użytkownika na producenta testów. Na przykład w Internecie, pod adresem www.hach-lange.pl, dostępne są odpowiednie → *certyfikaty* poświadczające → *jakość* odczynników. Użytkownik otrzymuje wsparcie również podczas poszczególnych etapów kontroli jakości: roztwory → *ADDISTA* to rozwiązanie potrzebne do zagwarantowania istotnych punktów AQA (Analytical Quality Assurance).

Autor:

Petra Pütz

- Inż. dypl. chemii
- Zastosowania produktów laboratoryjnych HACH LANGE



LANGE

Czy kontrola jakości analitycznej jest konieczna?

Jakość towarów i usług ma w dzisiejszych czasach decydujące znaczenie. Klienci i użytkownicy oczekują od usługodawców i producentów wysokich standardów jakości. Z tego powodu jakość oferowanych usług i produktów jest wielokrotnie sprawdzana i dokumentowana (np. zgodnie z ISO 9001:2000). Również wyniki analiz są w pewnym sensie towarem, który musi posiadać udokumentowaną jakość, a wyniki powinny mieć odpowiednią wartość i być porównywalne. Odpowiedzialność za wyniki końcowe ponosi „producent”, tzn. użytkownik lub jego przełożony. Obaj tym samym odpowiadają za ewentualne błędy w interpretacji i decyzjach podejmowanych na podstawie błędnych wyników analiz. Jeśli we właściwych punktach procesu analizy zastosowane są odpowiednie kontrole jakości, gwa-

Jakość produktów
+ Jakość zastosowania
+ Procedury zapewnienia jakości
= Jakość wyników

rantują one pewność wyników analiz i redukują do minimum ryzyko popełnienia błędu.

Organizacja procedur zapewnienia jakości w laboratorium

Struktura i proces Zapewnienia Jakości Analitycznej w laboratoriach podlegają różnym normom międzynarodowym i krajowym, np. EN 45 001,

ISO CD 13 530, w Niemczech Biuletyny LAWA oraz Biuletyn DWA A 704.

Najważniejsze punkty to:

- Ustalenie wdrażanych procedur
- Wewnętrzne i zewnętrzne procedury zapewniania jakości
- System analityczny (kontrola i konserwacja)
- Personel laboratorium (kwalifikacje i szkolenia)
- Dokumentacja wdrażanych czynności

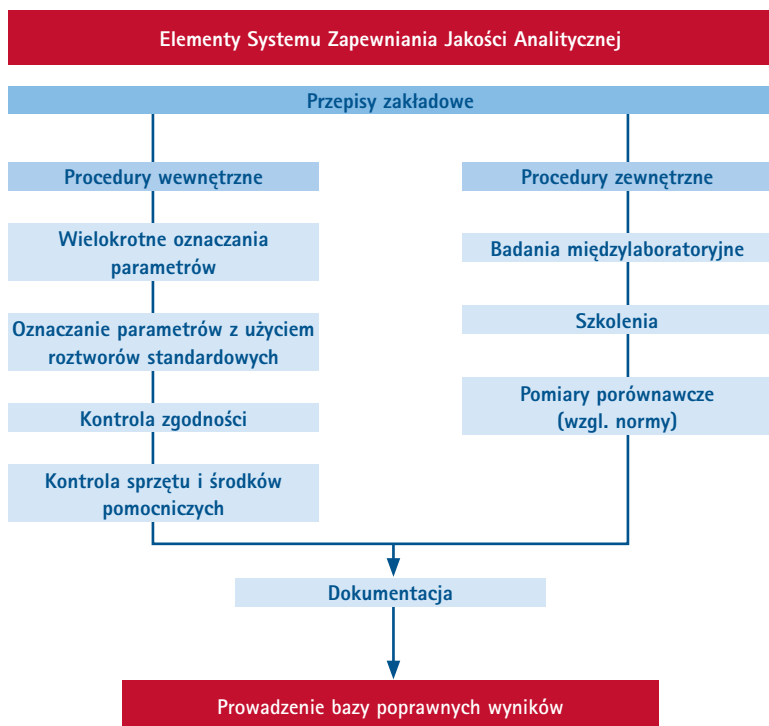
Głównym celem jest określenie jednolitych wymogów jakościowych dla wyników pomiarów w analityce zakładowej. Formułowane są zasadnicze wymagania dotyczące metod analitycznych w zakładzie, producentów sprzętu i odczynników oraz samych użytkowników. Wymagania te obowiązują wszystkie oczyszczalnie ścieków, w tym oczyszczalnie w zakładach przemysłowych.

Elementy systemu kontroli jakości

AQA można podzielić na dwa obszary:

- 1. Wewnętrzne procedury AQA**
stosowane przez samych użytkowników w danej placówce.
- 2. Zewnętrzne procedury AQA**
Wywodzą się np. ze współpracy użytkowników i producentów lub też pomiędzy różnymi laboratoriami.

Przepisy pracy (dotyczące procedur pomiaru, częstości i celów kontroli jakości) służą temu, aby poszczególne środki AQA dostosować do potrzeb i specyfiki danego zakładu.



Ilustracja 1: Wewnętrzne i zewnętrzne procedury zapewnienia jakości



Ilustracja 2: Różne środki zapewniania jakości pomiarów i wynikające z nich korzyści

ADDISTA

HACH LANGE stworzyła praktyczny system łączący wszystkie elementy procedur zapewniania jakości. Roztwory standardowe ADDISTA gwarantują stabilne pomiary w ramach procedur zapewnienia jakości analitycznej. Odpowiednie zestawy ADDISTA do użytku z testami kuwetowymi zawierają jeden roztwór standardowy/wzorcowy oraz dwa roztwory do badań międzylaboratoryjnych.

Dla celów analityki substancji odżywczych dostępne są zestawy z jednym roztworem standardowym i jednym roztworem do badań międzylaboratoryjnych.

Oznaczanie parametrów z użyciem roztworów standardowych

Regularna analiza roztworu standardowe-

go stanowi podstawę każdego systemu Zapewniania Jakości Analitycznej. Analizowane są w tym celu roztwory o znanym stężeniu, a wartości pomiarów dokumentowane są na karcie kontrolnej. Jeśli ustalone wartości pomiarowe leżą w podanym przedziale ufności (dopuszczalny rozrzut wokół wartości zadanej), jest to gwarancją, że stosowane wyposażenie, takie jak fotometr, test kuwetowy, pipety itp. pracują bez zarzutu a analiza została przeprowadzona prawidłowo.

Kontrola zgodności

Pomimo właściwych metod pracy i sprawnego wyposażenia, próbki mogą zawierać substancje, które fałszują wyniki analiz (np. wysokie stężenia ChZT

podczas oznaczania azotanów). Może to być zweryfikowane poprzez rozcieńczenie lub dodanie wzorca.

Rozcieńczanie

Próbka jest rozcieńczana np. w stosunku 1:10, tzn. 1 ml próbki + 9 ml wody destylowanej, a następnie analizowana w standardowy sposób. Ustalony wynik musi być porównywalny z wynikiem dla próbki oryginalnej przy uwzględnieniu współczynnika rozcieńczenia. Podczas wyboru stopnia rozcieńczenia ważne jest przestrzeganie podanych granic zakresu pomiaru. Jeśli wynik pomiaru oryginalnej próbki leży w pobliżu dolnej granicy zakresu pomiaru danego testu kuwetowego, należy wykorzystać metodę dodatku wzorca.

Badania międzylaboratoryjne – od ponad 20 lat



Zestaw do analityki laboratoryjnej ADDISTA z roztworami do badań międzylaboratoryjnych A+B oraz roztworem standardowym/wzorcowym



Zestawy ADDISTA do urządzeń pomiarowych AMTAX, NITRATAX i PHOSPHAX

Metoda dodatku wzorca

W metodzie tej próbka jest mieszana z roztworem wzorcowym a następnie poddana analizie za pomocą odpowiedniego testu kuwetowego (E1). Jednocześnie dokonuje się pomiaru próbki bez dodatku wzorca (E2). Przyrost stężenia wylicza się w następujący sposób:

$$\text{Przyrost stężenia} = E1 - E2/2$$

Ustalony w ten sposób przyrost stężenia powinien znajdować się w podanym przedziale ufności (podany na odwrocie opakowania zestawu ADDISTA). Jeśli wartość leży poza nim, w próbce znajdują się jony zakłócające i należy ją odpowiednio przygotować (rozcieńczenie, roztwarzanie lub inna metoda w zależności od rodzaju próbki) do dalszych pomiarów. Prostem sposobem na usunięcie błędów może być rozcieńczenie próbki, ponieważ zmniejsza się w ten sposób stężenie substancji zakłócających.

Badania międzylaboratoryjne

Ważnym elementem zewnętrznych procedur zapewniania jakości są badania międzylaboratoryjne. Zasada tych badań polega na niezależnej analizie identycznych próbek poprzez kilku użytkowników w porównywalnych warunkach. Na podstawie indywidualnie ustalonych wyników można ocenić pracę danego laboratorium. Dodatkowo zbierane są informacje o precyzji i prawidłowości przyjętej procedury analitycznej. Certyfikowane laboratoria państwowe muszą obowiązkowo uczestniczyć regularnie w badaniach międzylaboratoryjnych, aby sprawdzić jakość wykonywanych analiz. Uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych stanowi również często warunek uznania wiarygodności metod analitycznych stosowanych w laboratorium. W przypadku udanej wery-

fikacji w ramach badań międzylaboratoryjnych firmy HACH LANGE uczestnik otrzymuje pełną dokumentację badań oraz certyfikat.

Wielokrotne oznaczenie parametrów

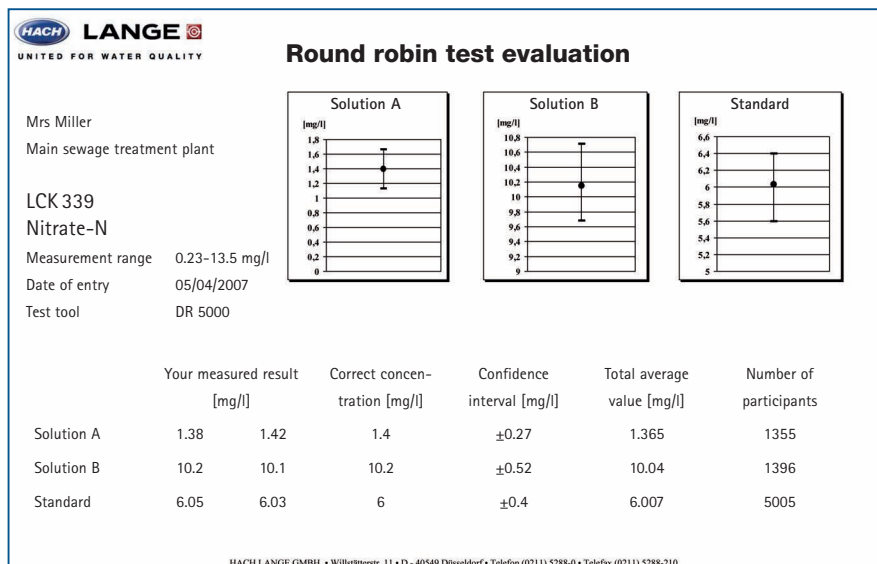
Wielokrotne oznaczenie parametrów danej próbki lub powtarzanie poszczególnych etapów analizy (np. pobieranie próbek) zwiększa pewność poszczególnych wyników pomiarów. Procedura umożliwi natychmiastowe rozpoznanie większych odchyłań i ustalenie wartości uśrednionych, co znacznie zwiększa precyzję wyników. Procedura dwukrotnego oznaczania należy do normalnej praktyki analitycznej, niezależnie od stosowanych metod analizy.

Pomiary porównawcze

Pomimo że procedury stosowane w laboratoriach dostarczają wyniki porównywalne z procedurami standardowymi dla wszystkich typowych matryc, użytkownik skupi się na pytaniu, na ile uzyskane wyniki są porównywalne z wyni-



Certyfikat badania międzylaboratoryjnego zakończony powodzeniem



Ilustracja 3: Wyniki badania międzylaboratoryjnego na podstawie parametru Azotany-Azot. Każdy poszczególny użytkownik podaje wynik uwzględniający poprawne stężenie, przedział ufności, średnią ogólną wartość oraz liczbę uczestników w badaniu międzylaboratoryjnym

kami procedury referencyjnej. Dlatego w przypadku nadzoru urzędowego zalecany jest podział próbki i równoczesna analiza za pomocą testów kuwetowych, przy zachowaniu wymaganych procedur zapewnienia jakości.

Szkolenie personelu

Poprzez regularne uczestnictwo w szkoleniach (np. raz do roku) wiedza analityczna pozostaje aktualna, jest odświeżana i pogłębiana stosownie do specjalizacji personelu. Zrozumienie związków poszczególnych etapów procedury analitycznej, rozpoznawanie źródeł błędów oraz praktyczne zajęcia grupowe podnoszą kwalifikacje potrzebne do optymalnego wykorzystania procedur i właściwej oceny wyników pomiarów.

Kontrola sprzętu i środków pomocniczych

Dla fotometrów HACH LANGE dostępne

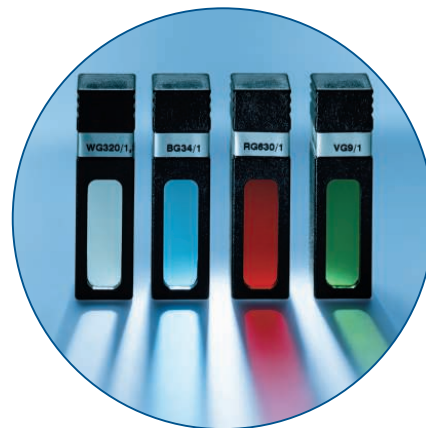
są zestawy filtrów kontrolnych pozwalających sprawdzić światło rozproszone oraz prawidłowość pomiarów. Umożliwiają one samodzielne, szybkie i nieskomplikowane sprawdzenie sprzętu przez użytkownika. Ustalone dane są wprowadzane do protokołu kontroli. Kolejną możliwością niezależnego sprawdzenia fotometru lub narzędzi pomiarowych do pomiarów ciągłych jest nabycie Pakietu Serwisowego HACH LANGE (Umowa serwisowa). Bliższe informacje pod adresem www.hach-lange.pl lub pod numerem 071/ 342 10 83.

Częstą przyczyną błędów jest niewłaściwie dozowana ilość, np. na skutek rozregulowania lub nieprawidłowego użycia pipety. Regularna kontrola za pomocą zestawu do kontroli pipet LCA 722 umożliwia na czas rozpoznać i usunąć źródło błędów. Nie jest wymagane korzystanie z wagi laboratoryjnej.



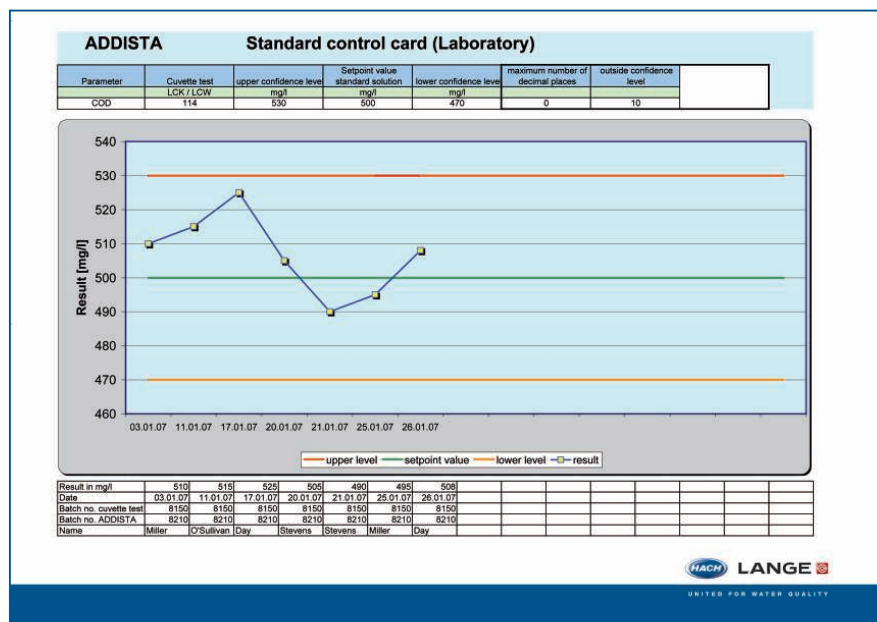
„Od ponad 20 lat nasz bezpłatny program badań testowych sprawdza się w całej Europie. Duża akceptacja dla tej prostej i skutecznej metody zewnętrznej kontroli jakości uwidacznia się w rosnącej co roku liczbie uczestników. Duży udział badań zakończonych pomyślnym wynikiem na poziomie 85 % stanowi dowód dobrej pracy analitycznej użytkowników produktów HACH LANGE.”

Sabine Kater, Menedżer Produktu,
HACH LANGE Düsseldorf



Zestaw filtrów kontrolnych do sprawdzania poprawności sprzętu fotometrycznego

Prawidłowa dokumentacja procedur AQA



Analiza laboratoryjna: Standardowa karta kontrolna

Dokumentacja

Procedury zapewniania jakości analitycznej służą udokumentowaniu wyników oraz dostarczają dowodów prawidłowego działania systemu pomiarowego i bezbłędnej analizy. Rozpoczynają się one w momencie pobrania próbki, kiedy sporządzany jest odpowiedni protokół i kończą się utworzeniem raportu z analizy w dzienniku laboratoryjnym. Dokumentacja musi być pełna i czytelna. Musi być jasne, kto, kiedy i w jaki sposób ustalił dane wyniki analiz!

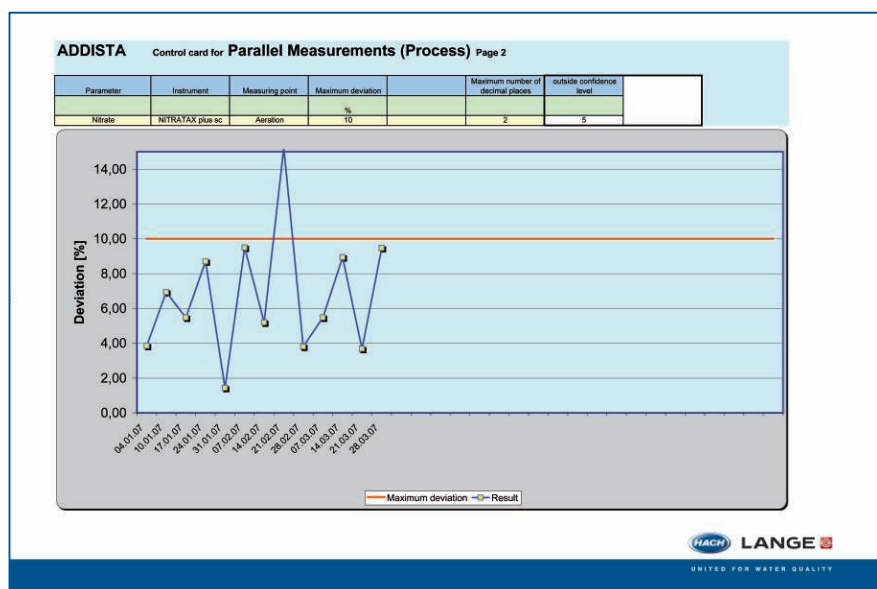
Karty kontrolne

Wszystkie wyniki wg procedur zapewniania jakości powinny być zapisywane na specjalnych kartach kontrolnych (w Niemczech np. zeszyty kontroli jakości HACH LANGE lub wersja Excel na płycie CD-ROM). Dla ułatwienia oceny każdego testu kuwetowego podawany jest przedział ufności.

O czym należy pamiętać?

- Wszystkie wyniki powinny leżeć w przedziale ufności
- Poprawa metod pracy poprzez zastosowanie węższych przedziałów ufności
- Obserwować tendencje

Wersja zeszytu kontroli jakości w postaci tabeli programu Excel dodatkowo ułatwia całą procedurę. Użytkownik wprowadza dane do komputera, a program automatycznie oblicza, czy osiągnięty został wyznaczony cel (np. czy wyniki leżą w granicach przedziału ufności). Zależnie od procedury wyniki można również przedstawić w formie graficznej.



Procesowa karta kontrolna: Równoczesne pomiary w laboratorium

AQA – zalecenia dotyczące częstości i celów kontroli jakości

PROCEDURA	CEL	KORZYŚCI	CZĘSTOŚĆ	OCZEKIWANA JAKOŚĆ
Wielokrotne oznaczenie parametrów	Większa precyzja	Rozpoznawanie odchyień	1 x w miesiącu, dodatkowo przy ważnych badaniach, odniesienie wzgl. personelu i matrycy	Różnice $\leq 10\%$ *
Pomiar z użyciem roztworów standardowych	Wewnętrzna kontrola systemu	Ubezpieczenie metod pracy	Dla co 10 próbek, co najmniej 1 x w miesiącu; odniesienie wzgl. personelu	Wyniki w przedziale ufności
Roztworzenie / rozcieńczanie	Kontrola zgodności	Ochrona przed błędami pomiaru (efekty matrycowe)	Przy niezgodnych wynikach, przy zmianach matrycowych, co najmniej co 3 miesiące	Odchylenia $\leq 20\%$ *
Badania międzylaboratoryjne	Zewnętrzne potwierdzenie jakości analiz	Rozpoznanie zakresu rozrzutu, dowód prawidłowości	1-2 x w roku, odniesienie wzgl. personelu	Odchylenia $\leq 20\%$ *
Pomiary porównawcze	Ubezpieczenie metody badań	Dowód przydatności testu kuwetowego dla danej próbki	11 x w roku dla każdego testu kuwetowego i przy niezgodnych wynikach pomiaru (regularne dzielenie próbek w przypadku nadzoru urzędowego)	Odchylenia $v \leq 20\%$ *
Dokumentacja	Transparentność metod analitycznych i materiał dowodowy	Śledzenie czynności laboratoryjnych	Zawsze	

Tabela 1: Cel, korzyści i częstość poszczególnych procedur AQA

* Granice procentowe dotyczą przedziału 20–80 % zakresu pomiarowego. Przy bardzo niskich stężeniach może być bardziej sensowne podawanie oczekiwanej jakości w mg/l.

Istotny element oceny wyników stanowią ustalone samodzielnie wartości empiryczne. Zmiany stężenia badanych parametrów są zależne od rozmaitych czynników, takich jak całkowita ilość wody, czas przebywania w instalacji, wartość pH itp. Wartości analiz i wartości empiryczne muszą być dopasowane! Przykład: widoczność (głęb.) = 50 cm a ChZT = 38 mg/l O₂ => niezgodność.

Podsumowanie

Regularne stosowanie procedur Zapewnienia Jakości Analitycznej

- Pozwala sprawdzić wyniki analiz
- Dostarcza informacji o stanie systemu analitycznego
- Umożliwia natychmiastowe rozpoznanie błędów proceduralnych
- Pozwala na porównanie wyników pomiarów
- Zapewnia uznanie wyników analiz!



Dla wielu parametrów, np. zmętnienia, dostępne są roztwory wzorcowe wielokrotnego i pojedynczego użycia.



Kompletna dokumentacja jakości analiz

Środki pomocnicze AQA

ADDISTA	TEST KUWETOWY
LCA 700	LCK 238 LATON LCK 304 Azot amonowy LCK 311 Chlorki LCK 328 Potas LCK 348 Fosfor (orto) LCK 414 ChZT
LCA 701	LCK 306 Ołów LCK 321 Żelazo LCK 329 Miedź LCK 337 Nikiel LCK 353 Siarczany LCK 360 Cynk
LCA 702	LCK 301 Aluminium LCK 308 Kadm LCK 313 Chrom (VI), og. LCK 353 Siarczany
LCA 703	LCK 049 Fosforany (orto) LCK 114 ChZT LCK 303 Azot amonowy LCK 311 Chlorki LCK 339 Azotany LCK 350 Fosfor (orto) LCK 353 Siarczany LCK 386 OWO
LCA 704	LCK 153 Siarczany LCK 305 Azot amonowy LCK 311 Chlorki LCK 314 ChZT LCK 340 Azotany LCK 349 Fosfor (orto) LCK 385 OWO

ADDISTA	TEST KUWETOWY
LCA 705	LCK 014 ChZT LCK 302 Azot amonowy LCK 311 Chlorki LCK 387 OWO
LCA 706	LCK 521 Żelazo LCK 529 Miedź LCK 537 Nikiel LCW 032 Mangan
LCA 707	LCK 341 Azotyny LCK 348 Pog. LCK 614 ChZT
LCA 708	LCK 338 LATON LCK 350 Pog. LCK 514 ChZT
LCA 709	LCK 138 LATON LCK 342 Azotyny LCK 349 Pog. LCK 614 ChZT
LCA 310*	LCK 310 Wolny chlor
LCA 333*	LCK 333 Niejonowe śr. pow.-czynnne
LCA 390*	LCK 390 AOX
LCA 555*	LCK 555 BZT
LCA 753**	ADDISTA proces, dla Azotu amonowego (AMTAX) Azotanów (NITRATAX) Fosforanów (PHOSPHAX)
LCA 754**	ADDISTA proces, dla OWO (TOCTAX)

* Pojedynczy roztwór wzorcowy, nie do badań międzylaboratoryjnych

** Tylko roztwór standardowy i roztwór do badań międzylaboratoryjnych

Usługi HACH LANGE



Zadzwoń, aby złożyć zamówienie.
Informacje i porady:
Zadzwoń, aby uzyskać wsparcie techniczne.



Seminaria i warsztaty.
Dalsze szkolenia i wymiana doświadczeń dotyczących wykonywania analiz w praktyce.



Zapewnienie jakości, łącznie z roztworami wzorcowymi, serwisem i testowaniem urządzenia.



Pomoc techniczna w terenie.



Niezawodny serwis.



www.hach-lange.pl
aktualne informacje.

Test media

LZP 310	Zestaw filtrów do sprawdzania światła rozproszonego i poprawności fotometrycznej do CADAS i XION
LZV 537	Zestaw filtrów do sprawdzania światła rozproszonego i poprawności fotometrycznej do DR 2800/DR 5000
LCA 722	Zestaw do sprawdzania pipet tłoczkowych HACH LANGE
LZP 181	Zestaw roztworów do sprawdzania poprawności fotometrycznej
LZV 086	Roztwór nadchloranu holmu do sprawdzania długości fali (zatopiony w kuwecie QA)

Wszelkie zmiany zastrzeżone.

HACH LANGE SP. ZO.O.
ul. Krakowska 119
PL-50-428 Wrocław
Tel. +48 801 022 442
Fax +48 717 174 088
info@hach-lange.pl
www.hach-lange.pl



Zamówienia: +48 71 717 40 89
Informacje: +48 80 102 24 42
Doradztwo: +48 71 717 40 87



LANGE