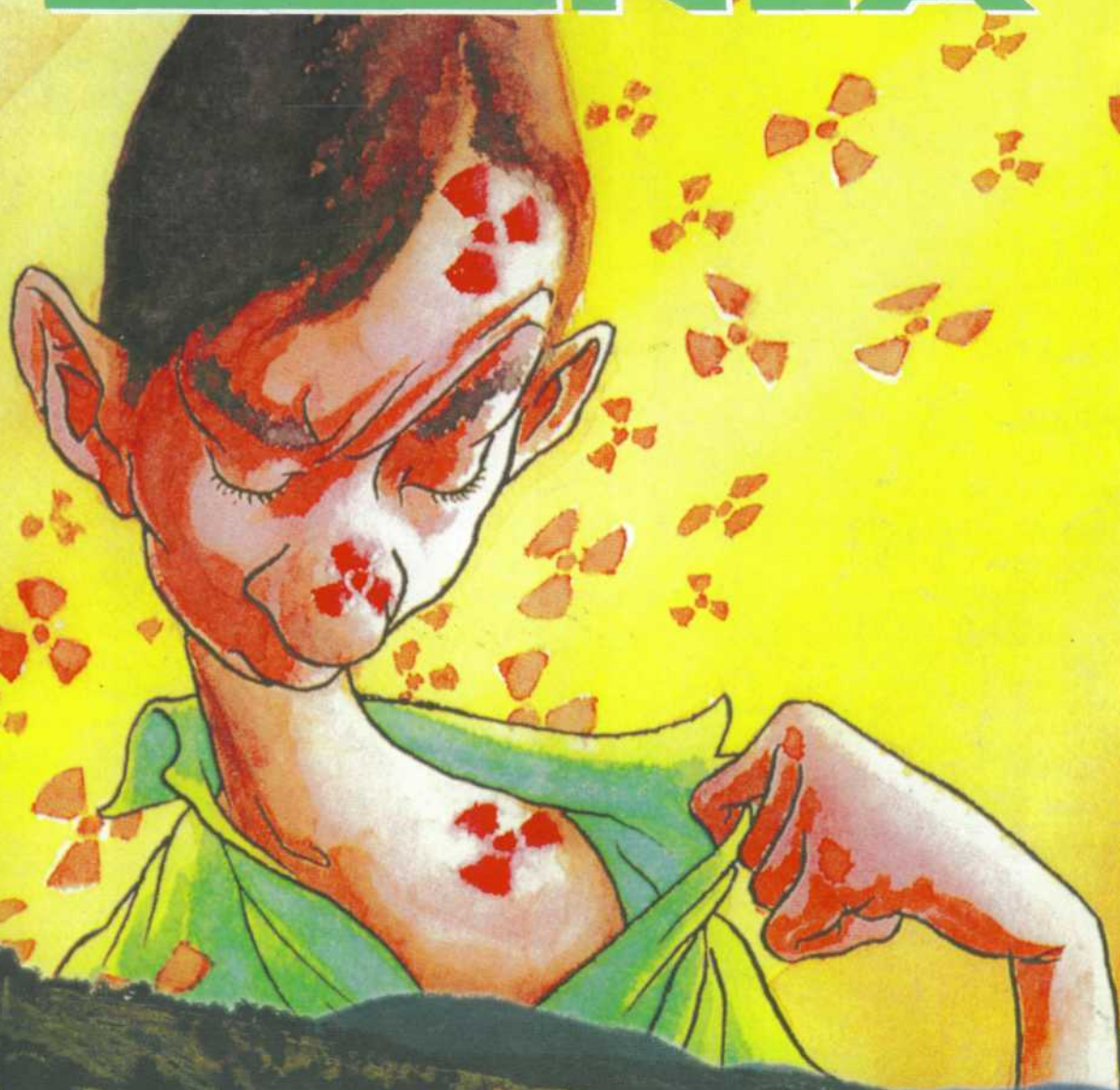


ΧΗΜΙΚΑ NEA



PUBLISHED BY THE PAN-CYPRIAN UNION OF CHEMISTS
ΕΚΔΙΔΕΤΑΙ ΑΠΟ ΤΗΝ ΠΑΓΚΥΠΡΙΑ ΕΝΩΣΗ ΧΗΜΙΚΩΝ

ΤΙΜΗ £1,50

ΤΕΥΧΟΣ 24

ΜΑΡΤΙΟΣ 1998

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΑΒΕΒΑΙΟΤΗΤΑΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΑΞΙΟΠΙΣΤΙΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

Η εμπειρία μιας χημικής βιομηχανίας

του Εύη Χατζηκώστα*,
Χημικού

Συνεργάστηκαν οι χημικοί:

Σταύρος Κτίστης

Παντελής Ζαχαροπλάστης **

ΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟ ΠΡΟΪΟΝ

Ένα εργαστήριο αποτελεί μια μονάδα παραγωγής δεδομένων. Όπως τα προϊόντα μιας οποιασδήποτε μονάδας παραγωγής απαιτείται να είναι ποιοτικά, έτσι και τα προϊόντα ενός εργαστηρίου-τα εργαστηριακά δεδομένα (data) - απαιτείται να είναι ποιοτικά.

Η διασφάλιση της ποιότητας των εργαστηριακών δεδομένων επιτυγχάνεται με τις ακόλουθες τεχνικές:

- Σωστή δειματοληψία
- Διακρίβωση των οργάνων μέτρησης
- Επικύρωση αναλυτικών μεθόδων (Validation)
- Καλή Εργαστηριακή Πρακτική (GLP) (1)

Ο έλεγχος της ποιότητας των εργαστηριακών δεδομένων επιτυγχάνεται με τις ακόλουθες τεχνικές.

- Ενδοεργαστηριακός έλεγχος (προσδιορισμός της επαναληψιμότητας)
- Σύνδεση των εργαστηριακών δεδομένων με τα δεδομένα που λαμβάνονται κατά την παρα-

γωγή του προϊόντος που εξετάζεται

- Στατιστικός έλεγχος διεργασιών (Statistical Process Control, SPC)

Η αξιολόγηση των εργαστηριακών δεδομένων και κατά συνέπεια η βελτίωση της ποιότητας του εργαστηριακού προϊόντος επιτυγχάνεται με τις ακόλουθες τεχνικές:

- Διεργαστηριακός Έλεγχος
- Συστήματα Συλλογής Πληροφοριών (2).

ΕΠΑΝΑΛΗΨΙΜΟΤΗΤΑ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ

Το εργαστήριο έχει να χειριστεί απλούς αριθμούς οι οποίοι παράγονται από τα όργανα μέτρησης και ελέγχου των προϊόντων, την ποιότητα των οποίων τάσσεται να προσδιορίσει. Βασική παράμετρος για τη διεξαγωγή αποτελεσματικού ενδοεργαστηριακού ελέγχου είναι ο προσδιορισμός της επαναληψιμότητας του εργαστηρίου (3).

Όπως είναι ευρέως γνωστό, ο όρος "επαναληψιμότητα" για ένα και το αυτό εργαστήριο (repeatability, r) ορίζεται σαν η διαφορά μεταξύ δύο μεμονωμένων αποτελεσμάτων που λαμβάνονται από ένα κατάλληλα προσοντούχο άτομο εντός ενός και του αυτού εργαστηρίου, χρησιμοποιώντας ένα και το αυτό σύνολο εξοπλισμού, αναλύοντας ένα και το αυτό δείγμα πολλές φορές ανεξάρτητα, κάτω από καθορισμένες συνθήκες. Κάτω από στατιστικές συνθήκες η διαφορά αυτή υπερβαίνεται μόνο σε μια στις 20 περιπτώσεις (επίπε-

δο εμπιστοσύνης 95%).

$$r = 1,96 \times S_r \times \sqrt{2}$$

όπου S_r η τυπική απόκλιση.

Με παρόμοιο τρόπο ορίζεται και η "επαναληψιμότητα" μεταξύ διαφορετικών εργαστηρίων (Reproducibility, R), σαν η διαφορά μεταξύ δύο μεμονωμένων αποτελεσμάτων που λαμβάνονται από διαφορετικά - κατάλληλα προσοντούχα - άτομα, σε διαφορετικά εργαστήρια, χρησιμοποιώντας διαφορετικά σύνολα εξοπλισμού, αναλύοντας ένα και το αυτό δείγμα μια φορά με εφαρμογή της ίδιας αναλυτικής διεργασίας. Κάτω από στατιστικές συνθήκες η διαφορά αυτή υπερβαίνεται μόνο σε μια στις 20 περιπτώσεις (επίπεδο εμπιστοσύνης 95%).

$$R = 1,96 \times S_R \times \sqrt{2}$$

όπου S_R η τυπική απόκλιση

ΤΟ ΠΡΟΤΥΠΟ ISO 5725 - 1986 (E)

Ο υπολογισμός των δύο παραμέτρων επαναληψιμότητας εργαστηριακών αποτελεσμάτων, repeatability, r και Reproducibility, R , είναι το αντικείμενο του διεθνούς προτύπου ISO 5725 - 1986 (E) (4). Όπως διευκρινίζεται στην εισαγωγή του προτύπου (παράγραφος 0.3) οι παράμετροι αυτές είναι δύο ακραίες τιμές. Η ενδοεργαστηριακή επαναληψιμότητα, r , αποτελεί την ελάχιστη και η διεργαστηριακή επαναληψιμότητα, R , τη μέγιστη διακύμανση των αποτελεσμάτων.

Ωστόσο, όπως διευκρινίζεται, είναι λογικό να υπάρχουν και ενδιάμεσες μετρήσεις διακύμανσης

* Premier Chemical Co. Ltd

** Τώρα στην Ελληνική Μεταλλευτική Εταιρεία

όπως για παράδειγμα: ο προσδιορισμός της επαναληψιμότητας δοκιμών εντός ενός εργαστηρίου σε μεγάλα χρονικά διαστήματα ή από διάφορους χειριστές εντός ενός και του αυτού εργαστηρίου κλπ.

Ο προσδιορισμός των δύο παραμέτρων επαναληψιμότητας r και R με τον τρόπο που καθορίζεται στο πρότυπο ISO 5725 αποτελεί το αντικείμενο συνεργασίας μεταξύ πολλών εργαστηρίων. Ο αριθμός τους συστήνεται να είναι πέραν των οκτώ. Οι παράμετροι r και R υπολογίζονται σε διάφορα επίπεδα (π.χ. διάφορες συγκεντρώσεις της δραστηζής ουσίας).

Την εργασία προσδιορισμού των παραμέτρων επαναληψιμότητας αναλαμβάνουν διάφοροι οργανισμοί των οποίων η αρμοδιότητα είναι η έκδοση και επικύρωση (validation) αναλυτικών ή άλλων μεθόδων προσδιορισμού διαφόρων παραμέτρων. Στα πλαίσια της διεργαστηριακής αυτής μελέτης (Collaborative Study), αποστέλλεται σε διάφορα ανά τον κόσμο εργαστήρια μέρος από ένα και το αυτό δείγμα για να αναλυθεί με συγκεκριμένη μέθοδο. Ο χειρισμός και η μεταφορά του δείγματος ακολουθεί ειδικές πρόνοιες. Η ετοιμασία της έκθεσης των αποτελεσμάτων ακολουθεί επίσης ειδικές πρόνοιες και αποστέλλεται στην επιτροπή των εμπειρογνομόνων που έχει το πρόσταγμα του διεργαστηριακού ελέγχου για (α) επεξεργασία με βάση τις αρχές που ορίζονται στο πρότυπο και (β) για έκδοση των παραμέτρων r και R που αφορούν τη συγκεκριμένη μέθοδο. Στη βιβλιογραφία για κάθε μέθοδο ανάλυσης δημοσιεύονται και οι τιμές r και R οι οποίες μπορούν να χρησιμοποιούνται από κάθε εργαστήριο που ακολουθεί τη συγκεκριμένη μέθοδο ανάλυσης.

ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΑΠΟΔΟΧΗΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Με βάση τις δύο παραμέτρους επαναληψιμότητας μπορούν να υπολογιστούν τα κριτήρια αποδοχής των αναλυτικών αποτελεσμάτων που λαμβάνονται από ένα ή περισσότερα εργαστήρια (4). Μπορούν ακόμη να προσδιοριστούν τα όρια ελέγχου(5) που θέτει ο κατασκευαστής καθώς επίσης και τα

όρια που θέτει ο πελάτης ή το επίσημο εργαστήριο ελέγχου.(3), (6), (11). Ως κριτήρια αποδοχής των αναλυτικών αποτελεσμάτων χρησιμοποιούνται κατά κανόνα τα κριτήρια που ορίζονται από το Στατιστικό Έλεγχο των Διεργασιών (Statistical Process Control, SPC). Με τον έλεγχο αυτό, μπορούν επίσης να καθοριστούν και τα όρια ελέγχου του εργαστηρίου. Τα όρια αυτά τοποθετούνται έτσι, ώστε να περικλείουν το 95 ή 99% των παρατηρούμενων τιμών.

Τα όρια που ο πελάτης ή το εργαστήριο ελέγχου αποδέχονται, καθορίζονται βέβαια από τον ίδιο. Μπορεί όμως ο κατασκευαστής να γνωρίζει κατά πόσον οι διεργασίες που ακολουθεί είναι ικανές να ανταποκριθούν στις απαιτήσεις του πελάτη του (Process Capability).

ΕΝΔΟΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΣ ΕΛΕΓΧΟΣ

Ένα εργαστήριο μπορεί να προβαίνει στον "έλεγχο ποιότητας των αποτελεσμάτων του" εφαρμόζοντας τον ενδοεργαστηριακό έλεγχο. Κατά τον έλεγχο αυτό, το εργαστήριο μπορεί να προσδιορίζει την ενδοαναλυτική επαναληψιμότητα (within assay) όταν μετρά μια παράμετρο ενός και του αυτού δείγματος εντός μιας συγκεκριμένης σειράς προσδιορισμού και την ενδοεργαστηριακή επαναληψιμότητα (between assay) όταν μετρά μια παράμετρο ενός και του αυτού δείγματος σε διαφορετικές σειρές προσδιορισμού (7).

Όπως τονίστηκε πιο πάνω, οι τιμές r και R είναι ακραίες και μπορεί για ένα εργαστήριο να απαιτούνται ενδιάμεσες μετρήσεις επαναληψιμότητας.

Κατά την παραγωγή και τον έλεγχο διαφόρων βιομηχανικών προϊόντων υπάρχει πάντα μια αβεβαιότητα που αφορά στην ποιότητα του προϊόντος σε συνάρτηση με τις εργαστηριακές μετρήσεις προσδιορισμού αυτής της ποιότητας. Η αβεβαιότητα αυτή αποδίδεται στα διάφορα κρίσιμα στάδια παραγωγής και ελέγχου του προϊόντος(8) που είναι τα ακόλουθα:

- i. Οργανα μέτρησης
- ii. Δειγματοληψία
- iii. Μέθοδος προσδιορισμού της ποιότητας

iv. Ομοιογένεια παρτίδων παραγωγής

v. Εξοπλισμός παραγωγής.

Για τον καθορισμό της αξιοπιστίας των μεθόδων παραγωγής και ελέγχου μπορεί να γίνει μέτρηση της επαναληψιμότητας μιας διεργασίας με την εισαγωγή των εννοιών που περιγράφονται συνοπτικά πιο κάτω:

Επαναληψιμότητα οργάνου (r_i)

Η παράμετρος αυτή προσδιορίζεται με την επανάληψη μετρήσεων επί ενός και του αυτού οργάνου (repeatability of the instrument, r_i). Στην περίπτωση χημικών αναλύσεων ο προσδιορισμός του r_i γίνεται με πολλές εισαγωγές (injections) εντός του οργάνου δείγματος από το ίδιο διάλυμα συγκεκριμένης ουσίας. Το μέγεθος του r_i δηλώνει τη μέγιστη διαφορά που αναμένεται να υπάρχει μεταξύ δύο μεμονωμένων μετρήσεων που αναφέρονται στο ίδιο διάλυμα ουσίας.

Όταν το r_i προσδιοριστεί, διαφορές μετρήσεων μεγαλύτερες από αυτό θα οφείλονται πιθανότατα σε μη αποτελεσματική λειτουργία και κατ'επέκταση σε κακή επαναληψιμότητα του οργάνου.

Επαναληψιμότητα του δείγματος (r_s)

Η επαναληψιμότητα του δείγματος (repeatability of the sample, r_s) καθορίζει το βαθμό της ομοιογένειάς του. Ο προσδιορισμός της παραμέτρου αυτής καθορίζεται με μετρήσεις της συγκέντρωσης της προς εξέταση ουσίας σε διαλύματα που ετοιμάζονται με πολλές ζυγίσεις από το ίδιο και το αυτό δείγμα προϊόντος. Οι αναλύσεις γίνονται κατά την ίδια εργαστηριακή μέρα/σειρά αναλύσεων. Το μέγεθος του r_s δηλώνει τη μέγιστη διαφορά που αναμένεται να υπάρχει μεταξύ δύο μεμονωμένων μετρήσεων που αναφέρονται στο ίδιο ακριβώς δείγμα.

Επαναληψιμότητα της μεθόδου (r_m)

Με αναλύσεις που πραγματικά ποιούνται επί ενός και του αυτού δείγματος αλλά σε διαφορετικές εργαστηριακές ημέρες/σειρά αναλύσεων καθορίζεται η επαναληψιμότητα της μεθόδου (repeatability of the method, r_m). Το δ

για θα πρέπει να παραμένει ουσιαστικά αναλλοίωτο, γιατί και διατηρείται σε κατάλληλο περιβάλλον. Το μέγεθος του r_m δηλώνει την αβεβαιότητα που αναφέρεται σε μια συγκεκριμένη ανάλυση.

Επαναληψιμότητα της παρτίδας παραγωγής (r_b)

Με αναλύσεις που πραγματοποιούνται επί διαφόρων δειγμάτων που λαμβάνονται από μια συγκεκριμένη παρτίδα παραγωγής, προσδιορίζεται η επαναληψιμότητα της παρτίδας παραγωγής (repeatability of the batch, r_b). Η παράμετρος αυτή καθορίζει το βαθμό ομοιογένειας της παρτίδας.

Επαναληψιμότητα προϊόντος (r_p)

Με αναλύσεις ενός και του αυτού προϊόντος που παράγεται σε διαφορετικές μέρες καθορίζεται η επαναληψιμότητα του προϊόντος (repeatability of the product, r_p).

Έχει κριθεί πως για τον προσδιορισμό κάθε μορφής επαναληψιμότητας απαιτούνται τουλάχιστον έξι μετρήσεις: Έξι εισαγωγές δείγματος στο όργανο για τον προσδιορισμό του r_i , έξι ζυγίσεις για τον προσδιορισμό του r_s , έξι σειρές αναλύσεων για τον προσδιορισμό του r_m , έξι δείγματα από την ίδια παρτίδα για τον προσδιορισμό του r_b και έξι παραγωγές του ίδιου προϊόντος σε διαφορετικούς χρόνους για τον προσδιορισμό του r_p .

Θεωρητικά αναμένεται οι τιμές r να κατατάσσονται στην σειρά:

$$r_i < r_s < r_m < r_b < r_p$$

αν και αυτό δεν επαληθεύεται πάντοτε στην πράξη. Εξάλλου, το γεγονός ότι οι τελικές τιμές αποτελούν μέσους όρους δυο μετρήσεων, οι διαφορές ελαχιστοποιούνται και κατ'επέκταση η πιο πάνω σειρά δεν είναι πάντα αληθής αλλά μπορεί και να αντιστρέφεται για μεμονωμένες περιπτώσεις. Ακριβώς για το λόγο αυτό οι τιμές r δεν προσδιορίζονται μόνο μια φορά αλλά κατά διαστήματα και ανάλογα με τις ανάγκες που δημιουργούνται. Λόγω των μορφών των εργαστηριακών αποτελεσμάτων επαναλαμβάνεται κάθε εργασία προσδιορισμού του r και επανεκτιμάται η ανάλογη επαναληψιμότητα.

ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΩΝ ΠΑΡΑΜΕΤΡΩΝ ΕΝΔΟΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑ- ΚΗΣ ΕΠΑΝΑΛΗΨΙ- ΜΟΤΗΤΑΣ

Με τον καθορισμό των παραμέτρων r , το εργαστήριο μπορεί ανά πάσα στιγμή να συγκρίνει τα αποτελέσματά του με τις ανάλογες επαναληψιμότητες. Για να μπορέσει να επιτευχθεί αυτό πρέπει να γίνονται μετρήσεις εις διπλούν για να μπορεί με αυτό τον τρόπο να φαίνονται διαφορές. Στο μοντέλο που αναπτύχθηκε πιο πάνω, μέσα σε ένα εργαστήριο χημικών αναλύσεων μπορεί να ακολουθείται η εξής διαδικασία αναλύσεων:

- Λήψη δύο δειγμάτων από την ίδια παρτίδα προϊόντος
- Εκτέλεση δύο ζυγίσεων από κάθε δείγμα και κατ'επέκταση ετομιασία δύο διαλυμάτων για κάθε δείγμα
- Εισαγωγή στο όργανο δύο ενέσεων από κάθε διάλυμα.

Αυτό σημαίνει ότι για κάθε παρτίδα προϊόντος απαιτούνται οκτώ αναλύσεις και επί πλέον απαιτούνται και αναλύσεις των προτύπων διαλυμάτων για σκοπούς διόρθωσης του οργάνου. Εάν ωστόσο το εργαστήριο έχει αποδείξει ότι δεν υπάρχουν προβλήματα ανομοιογένειας στο προϊόν τότε μπορεί να αποφευχθεί η διπλή δειγματοληψία και η εργασία του εργαστηρίου να υποδιπλασιασθεί. Εάν επίσης, έχει διαπιστωθεί ότι η επαναληψιμότητα του οργάνου είναι αρκούντως ικανοποιητική, μπορεί να αποφευχθεί και η διπλή εισαγωγή δειγμάτων. Όμως δεν συστήνεται η αποφυγή διπλής ζύγισης από το ίδιο δείγμα.

Στις μετρήσεις για τον καθορισμό μιας συγκεκριμένης επαναληψιμότητας πρέπει απαραίτητα να γίνονται και οι έξι προσδιορισμοί εις διπλούν. Για παράδειγμα, για τον καθορισμό του r_p γίνονται μετρήσεις σε έξι διαφορετικές σειρές αναλύσεων επί δύο δειγμάτων για κάθε σειρά, από τα οποία γίνονται ζυγίσεις εις διπλούν και εισαγωγή δείγματος εντός του οργάνου επίσης εις διπλούν.

Οι διαφορές μεταξύ των διπλών μετρήσεων δεν πρέπει να ξε-

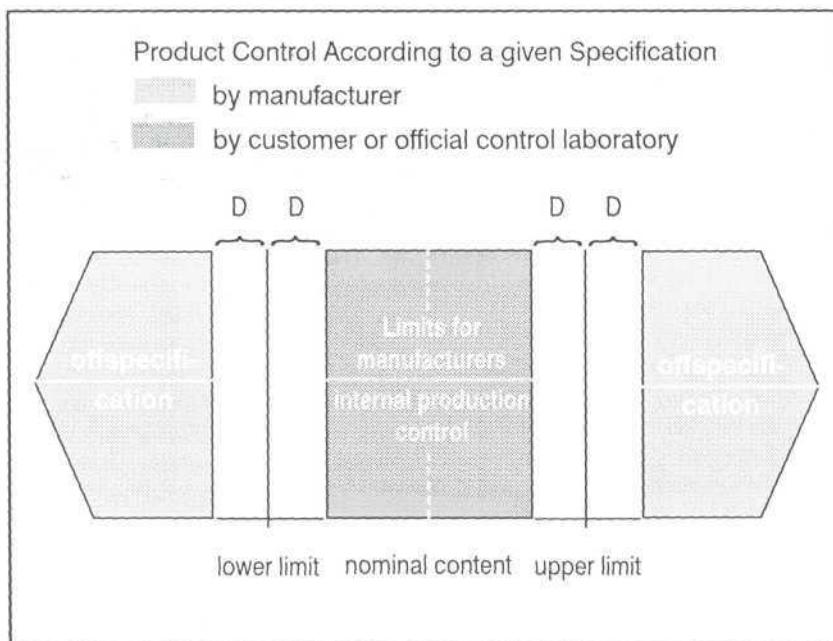
περνούν τις αντίστοιχες τιμές επαναληψιμότητας που έχει προσδιορίσει το εργαστήριο. Στην περίπτωση που τέτοιες διαφορές είναι μεγαλύτερες από τις αντίστοιχες τιμές r ακολουθούνται τα διάφορα κριτήρια αποδοχής των αποτελεσμάτων (4). Εκατέρωθεν των ορίων ανοχής υπάρχει πάντα μια περιοχή αβεβαιότητας όπου δεν μπορεί να αποφασιστεί με σαφήνεια κατά πόσον ένα προϊόν συμμορφώνεται με τις καθορισμένες προδιαγραφές (βλ. Σχήμα 1). Αυτό καθιστά αναγκαίο όπως ο κατασκευαστής στενέψει τα όρια ελέγχου της παραγωγής του κατά μία ποσότητα D εκατέρωθεν του κατώτερου και του ανώτερου ορίου των προδιαγραφών. Αντίθετα, ο πελάτης ή το εργαστήριο ελέγχου πρέπει να διευρύνουν τα ανώτερα και κατώτερα όρια των προδιαγραφών κατά την ποσότητα D πριν θεωρήσουν ότι το προϊόν ενός κατασκευαστή έχει πρόβλημα(6). Συνεπώς κάθε μέρος πρέπει να αναγνωρίζει το δικό του αναλυτικό σφάλμα. Η ποσότητα D ορίζεται μαθηματικά ως εξής:

$$D = \frac{0,84}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{n}\right)}$$

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΔΕΔΟΜΕΝΑ

Ανεξάρτητα με τον αριθμό των προσδιορισμών που έχουν πραγματοποιηθεί επί μιας παρτίδας προϊόντος, το αποτέλεσμα που θα δίδεται επίσημα σαν ένδειξη της ποιότητας του προϊόντος πρέπει να είναι ένας αριθμός. Είναι βέβαια ανάγκη ο αριθμός αυτός να συνοδεύεται και με τον βαθμό αβεβαιότητας της μέτρησης και το επίπεδο εμπιστοσύνης που χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό της αβεβαιότητας (8).

Τα εργαστηριακά δεδομένα πρέπει να αναφέρονται σε κάθε παρτίδα προϊόντος. Με τη χρήση του στατιστικού ελέγχου των διεργασιών (Statistical Process Control) μπορεί να γίνεται γραφική αναπαράσταση όλων των αποτελεσμάτων που αφορούν ένα συγκεκριμένο προϊόν όπου να φαίνεται επίσης και τα όρια ελέγχου του



Σχήμα 1

εργαστηρίου.

ΣΥΣΤΗΜΑ ΣΥΛΛΟΓΗΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΩΝ

Η απόδοση ενός εργαστηρίου στηρίζεται πρώτιστα στη στελέχωση του με κατάλληλα προσοικουχό προσωπικό. Πέραν όμως τούτου η επιτυχής λειτουργία του οφείλεται και στην εμπειρία που συσσωρεύεται τόσο στα άτομα όσο και στο εργαστήριο. Η εμπειρία του εργαστηρίου μπορεί να τυποποιηθεί με ένα Σύστημα Συλλογής Εργαστηριακής Εμπειρίας (2). Οι διάφορες πληροφορίες μπορούν να ταξινομηθούν με βάση τον ακόλουθο τρόπο:

Αναλυτικές μέθοδοι και φυσικοχημικές δοκιμασίες.

Πληροφορίες που αφορούν:

- την απόδοση και αποτελεσματικότητα της μεθόδου
- τα προβλήματα και προβληματισμούς που εντοπίζονται κατά την εφαρμογή της μεθόδου
- όλες τις εργασίες που σχετίζονται με την επαναληψιμότητα της μεθόδου
- εναλλακτικές μεθόδους αναλύσεως.

Όργανα μετρήσεων

Πληροφορίες που αφορούν:

- την απόδοση, στη συντήρηση και στο ιστορικό τους,

- τη διακριβωσή τους.

Προϊόντα παραγωγής

Ο σκοπός ύπαρξης ενός εργαστηρίου ελέγχου ποιότητας είναι ο έλεγχος και η βελτίωση της ποιότητας των προϊόντων παραγωγής. Κατά συνέπεια, το σύστημα συλλογής πληροφοριών του εργαστηρίου, όσον αφορά αυτά τα προϊόντα, πρέπει να είναι ο κυριότερος άξονας του εργαστηρίου. Ένα τέτοιο σύστημα μπορεί να περιλαμβάνει τις ακόλουθες πληροφορίες:

- εργαστηριακές μετρήσεις που αφορούν κάθε παρτίδα συγκεκριμένου προϊόντος.
- εργαστηριακές εκθέσεις που αφορούν κάθε σειρά ανάλυσης ενός συγκεκριμένου προϊόντος.
- πιστοποιητικά ανάλυσης που εκδίδονται για κάθε συγκεκριμένη αποστολή ενός προϊόντος.
- συγκριτικοί πίνακες με αποτελέσματα αναλύσεων άλλων εργαστηρίων που αφορούν συγκεκριμένα προϊόντα.
- παράπονα πελατών σχετικά με το προϊόν.
- προβλήματα κατά την παραγωγή του προϊόντος.
- ενέργειες που λήφθηκαν για τη διόρθωση ελαττωματικών προϊόντων.
- εκθέσεις αναφορικά με τις εργασίες που γίνονται προς ανάπτυξη/βελτίωση ενός προϊόντος.

ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΟΡΓΑΝΩΝ

Όλα τα όργανα μετρήσεων σε ένα εργαστήριο πρέπει να ελέγχονται για την ακρίβεια στην οποία αναμένεται ή επιδιώκεται να λειτουργούν και να διορθώνονται κατάλληλα. Η διακριβωση των οργάνων γίνεται με χρήση πρότυπων μονάδων μέτρησης τις οποίες είτε διαθέτει το ίδιο το εργαστήριο είτε άλλο αναγνωρισμένο εργαστήριο. Στην περίπτωση διακριβωσης οργάνων με πρότυπες χημικές ουσίες το εργαστήριο πρέπει να τηρεί συστήματα:

- ανανέωσης των ουσιών πριν την ημερομηνία λήξεώς τους
- διαφύλαξης των ουσιών κάτω από τις ενδεδειγμένες συνθήκες
- σύνδεσης των ουσιών με τα αντίστοιχα πιστοποιητικά ανάλυσης
- σύνδεσης των εργαστηριακών αναλύσεων με τη συγκεκριμένη ουσία που χρησιμοποιήθηκε σαν πρότυπο κατά την ανάλυση καθώς και με το αντίστοιχο πιστοποιητικό ανάλυσης που συνοδεύει την ουσία αυτή.

Όλες οι πληροφορίες σχετικά με τη διακριβωση των οργάνων κρατούνται στο Σύστημα Συλλογής Πληροφοριών του Εργαστηρίου.

ΔΙΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΣ ΕΛΕΓΧΟΣ

Πέρα από την εργασία που εκτελείται εντός ενός εργαστηρίου με σκοπό τον έλεγχο ποιότητας της εργασίας, είναι απαραίτητο να υπάρχει ένα σύστημα σύγκρισης των εργαστηριακών αποτελεσμάτων του εργαστηρίου με ένα δεύτερο εργαστήριο. Αυτό μπορεί να επιτευχθεί πρακτικά με τους ακόλουθους τρόπους.

- Ανάλυση χημικών προϊόντων που παραλαμβάνει η βιομηχανία για να τα χρησιμοποιήσει σαν πρώτες ύλες ή να τα διαθέσει σαν τελικά προϊόντα και τα οποία συνοδεύονται από πιστοποιητικά ανάλυσης που εκδίδεται από αξιόπιστο εργαστήριο. Η σύγκριση αφορά στο αποτέλεσμα που δηλώνεται στο πιστοποιητικό και σε αυτό που βεβαιώνει το εργαστήριο. Τα αποτελέσματα συγκεντρώνονται σε συγκριτικούς πίνακες και αξιολο-

γούνται κατάλληλα.

● Σύγκριση αποτελεσμάτων ελέγχου των προϊόντων που βρέθηκαν από τον πελάτη ή από τον επίσημο φορέα ελέγχου με τα αποτελέσματα του εργαστηρίου που είχαν βρεθεί στα πλαίσια των αναλύσεων για σκοπούς ελέγχου ποιότητας. Τα αποτελέσματα συγκεντρώνονται σε συγκριτικούς πίνακες και αξιολογούνται κατάλληλα.

● Συνεργασία ομοειδών εργαστηρίων με σκοπό την εκτέλεση συγκεκριμένου προγράμματος ελέγχου προς όφελος και των δύο εργαστηρίων.

ΑΞΙΟΠΙΣΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

Δεν υπάρχει αμφιβολία ότι το κόστος λειτουργίας ενός εργαστηρίου είναι τεράστιο. Όμως το όφελος που προσφέρει στη βιομηχανία είναι ασύγκριτο. Συχνά βλέπουμε τεράστιες ποσότητες προϊόντων να αποσύρονται από την αγορά και να καταστρέφονται. Τι καταναλώθηκε άραγε και, το πιο σημαντικό τι πρόκειται ακόμη να καταναλωθεί μέχρι να αρχίσει να γίνεται επιτακτική η ανάγκη αποτελεσματικού ελέγχου και λήψης κατάλληλων μέτρων σχετικά με προϊόντα που έχουν σχέση ιδιαίτερα με την ασφάλεια και την υγεία του καταναλωτή; Είναι φανερό πως δεν μπορούμε να αγνοήσουμε την ευθύνη εκείνου του Κύπριου παραγωγού που επιμελημένα αποφεύγει τον έλεγχο ποιότητας των προϊόντων του με κίνδυνο τη διοχέτευση μέσα στην αγορά της Κύπρου ή του εξωτερικού, προϊόντων ελαττωματικών ή εκτός προδιαγραφών. Είναι ανάγκη να ληφθούν σημαντικές αποφάσεις από όλες τις βιομηχανίες που επιθυμούν να είναι ανταγωνιστικές στην αγορά, για δημιουργία εργαστηρίων, στελέχωσή τους με κατάλληλα προσοντούχο προσωπικό και εξοπλισμό τους με τον απαιτούμενο εξοπλισμό.

Τα υφιστάμενα εργαστήρια είναι αναγκαίο να προσαρμόσουν τις διαδικασίες ελέγχου τους στις απαιτήσεις των σύγχρονων εργαστηρίων ελέγχου. Απαιτείται χρόνος πολύς για τη συγκέντρωση της κατάλληλης εμπειρίας για να μπορέσει να γίνει η αξιολόγησή τους και να ληφθούν οι κατάλληλες διορθωτικές ενέργειες τόσο επί της λει-

τουργίας του εργαστηρίου όσο και επί των προϊόντων τα οποία το εργαστήριο ελέγχει.

Τα εργαστήρια που έχουν συγκεκριμένη εμπειρία είναι ανάγκη να αναζητήσουν συνεργασία με άλλα ομοειδή εργαστήρια. Τα εργαστήρια ανταγωνιστικών βιομηχανιών δεν έχουν λόγο να είναι μεταξύ τους ανταγωνιστικά. Συναφώς, τα εργαστήρια των επίσημων φορέων ελέγχου πρέπει να αναπτύξουν σχέση συνεργασίας με τα εργαστήρια της βιομηχανίας. Σχέσεις μεταξύ ομοειδών εργαστηρίων που είναι ανταγωνιστικές ή ακόμα και εχθρικές σίγουρα αποτελούν προσβολή της επιστήμης και χωρίς αμφιβολία λειτουργούν προς ζημιά της επιστημονικής προόδου και της εθνικής οικονομίας.

Πριν από το "Διαπιστευμένο Εργαστήριο" που για τα κυπριακά δεδομένα είναι ακόμη λίγο απόμακρο, είναι αναγκαίο να δημιουργηθεί το "αξιόπιστο εργαστήριο" (9). Σημαντικά στοιχεία για τη δημιουργία αξιόπιστων εργαστηρίων αποτελούν ο ενδοεργαστηριακός και διεργαστηριακός έλεγχος που οπωσδήποτε θα είναι πιο αποτελεσματικοί με τη συνεργασία και ανταλλαγή επιστημονικών απόψεων μεταξύ των εργαστηρίων. Η συνεργασία αυτή μπορεί να επιτευχθεί μέσω του Δικτύου Επικοινωνίας και Πληροφόρησης που συντονίζεται από τον ΚΟ-ΠΕΠ.

Με τη δημιουργία "Αξιόπιστων Εργαστηρίων" γίνεται πιο εφικτός ο στόχος των "Διαπιστευμένων Εργαστηρίων" πράγμα το οποίο θα αυξήσει την εμπιστοσύνη και αξιοπιστία προς τα εργαστηριακά αποτελέσματα και στα πιστοποιητικά ανάλυσης. Και κατ'επέκταση θα μειωθούν τα κόστη ελέγχου τα οποία γίνονται για επιβεβαίωση της ποιότητας των προμηθευτών και των ειδών κατανάλωσης.

BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

(1) *Good Laboratory Practices, An agrochemical Respective.* Edited by Willa Y. Garner and Maureen S. Barge. ACS Symposium Series 369. American Chemical Society, Washington, DC 1988.

(2) *LIMS: Implementation and management* (Allen S. Nagakawa, The Royal Society of Chemistry, 1994).

(3) *Use of tolerances in the de-*

termination of active ingredient content in specification for pesticide products (Technical Monograph, GIFAP 1982).

(4) *International Standard ISO 5725-1986(E).*

(5) *Αξιολόγηση εργαστηριακών δεδομένων* (Ε. Χατζηκώστας, Χημικά Νέα, 12ο τεύχος)

(6) *Pesticides Regulatory Analysis from an industry viewpoint* (by Dr. H.J. Niessen, paper given at the 6th International Congress of Pesticide Chemistry, August 1986, GIFAP).

(7) *Εξωτερική αξιολόγηση ποότητας αποτελεσμάτων των εργαστηρίων κλινική χημείας* (Ιων Χριστοφορίδης, Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. "Δημόκριτος" Ινστιτούτο Ρ.Ρ.Π.

(8) *Step by step estimate of uncertainty of test results. Examples from the practice,* Janusz S. Morkowski EMPA, Switzerland (2nd Eurolab Symposium)

(9) *Διασφάλιση αξιοπιστίας εργαστηριακών εξετάσεων κλινική χημείας* (Θθων Παναγιωτάκης, Νοσοκομείο "Ευαγγελισμός").

(10) *Manual on the development and use of FAO specifications for plant protection products, forth edition, paper 128, Rome 1995*

(11) *Guidelines for CIPAC Collaborative Study Procedures for assessment of performance of Analytical methods.* International Group of National Associations of Manufacturers of Agrochemical products, GIFAP. ■