

ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΤΡΟΦΙΜΩΝ ΚΑΙ ΝΕΡΩΝ

Ποιότητα

2

- Η ποιότητα σε μια επιχείρηση είναι απαραίτητη για τη διαχρονική παραγωγή σταθερών προϊόντων καθορισμένων χαρακτηριστικών.
- Το προϊόν για ένα αναλυτικό εργαστήριο είναι οι εκθέσεις αποτελεσμάτων που ανάλογα εμπνέουν εμπιστοσύνη ή όχι στους πελάτες.
- Το εργαστήριο πρέπει να διαθέτει τα μέσα και την τεχνογνωσία για την έκδοση αξιόπιστων αποτελεσμάτων τα οποία δίδονται στους πελάτες υπό μορφή εκθέσεων.
- Η διασφάλιση των ορθών αποτελεσμάτων επιτυγχάνεται με τον σχεδιασμό και την εφαρμογή ενός καλού συστήματος Ποιότητας σύμφωνα με τις απαιτήσεις διεθνών πρότυπων (πχ. ISO17025, ISO15189).

Σύστημα Διαχείρισης Ποιότητας

3

- Αναγκαιότητα ενός καλά δομημένου συστήματος ποιότητας
 - ▣ Οι απαιτήσεις των προτύπων είτε έμμεσα είτε άμεσα διασφαλίζουν την ορθότητα των εργαστηριακών αποτελεσμάτων

- Παραδείγματα απαιτήσεων ενός Συστήματος που διασφαλίζουν τα εργαστηριακά αποτελέσματα
 - ▣ Επικύρωση-επαλήθευση μεθόδων
 - ▣ Πλήρης ιχνηλασιμότητα
 - ▣ Υλικά αναφοράς (CRMs, RMs)
 - ▣ Διεργαστηριακές συγκρίσεις
 - ▣ Εκπαίδευση προσωπικού
 - ▣ Διακριβώσεις εξοπλισμού, συντήρηση, κτλ

Βασικά συστατικά ενός Συστήματος

4



Ιχνηλασιμότητα

5

- Είναι η συσχέτιση του αποτελέσματος μιας μέτρησης ή της τιμής ενός προτύπου με τεκμηριωμένες τιμές αναφοράς, κατά κανόνα εθνικών ή διεθνών προτύπων, μέσω μιας αδιάσπαστης αλυσίδας συγκρίσεων με τεκμηριωμένες αβεβαιότητες.
 - ▣ Η έννοια της Ιχνηλασιμότητας αναφέρεται στην ικανότητα ανάκλησης παλαιών αρχείων, που τεκμηριώνουν ιστορικά τα δεδομένα της μέτρησης/βαθμονόμησης.
- Ιχνηλασιμότητα των μετρήσεων στο εργαστήριο
 - ▣ κωδικός εργαστηρίου, ημερομηνία, αναλυτής, όργανο, υλικά ελέγχου, διαγράμματα ελέγχου, περιβαλλοντικές συνθήκες, έλεγχοι μετρητικού εξοπλισμού κτλ.
- Ιχνηλασιμότητα μετρητικού εξοπλισμού
 - ▣ Γίνεται συνήθως από εξωτερικό Φορέα διακρίβωσης - Προσοχή στο πεδίο του. Πρέπει να υπάρχει Ιχνηλασιμότητα των μετρήσεων του σε διεθνή πρότυπα μεγέθη. Απαιτείται μεγάλη προσοχή από το εργαστήριο ώστε να καλύπτονται οι απαιτήσεις των μεθόδων
- Ιχνηλασιμότητα συγκεντρώσεων υλικών αναφοράς και μεγεθών
 - ▣ Σε διεθνής οργανισμούς, ώστε να διασφαλίζεται ότι όλα τα εργαστήρια προσδιορίζουν τις απαιτούμενες παραμέτρους συγκρίνοντας τα ίδια πρότυπα διαλύματα ή μεγέθη.

Υλικά αναφοράς

6

- Πιστοποιημένα υλικά αναφοράς (CRMs)
 - ▣ Συνοδεύονται με πιστοποιητικά που έχουν ιχνηλασιμότητα σε διεθνής οργανισμούς.
- Υλικά αναφοράς (RMs)
 - ▣ Συνοδεύονται με πιστοποιητικά. Συνήθως είναι υλικά δοκιμών δεξιότητας
- Εσωτερικά υλικά ελέγχου ή Δείγματα ελέγχου
 - ▣ Είναι άγνωστα δείγματα που μετρούνται πολλές φορές ή εμβολιάζονται με γνωστές συγκεντρώσεις. Μπορεί επίσης να προέρχονται από CRMs ή RMs μετά από αραιώσεις ή εμβολιασμούς από το εργαστήριο.
- Προμηθευτές των υλικών αναφοράς
 - ▣ Συνήθως από διοργανωτές διεργαστηριακών συμμετοχών όπως FAPAS, BAM, LGC

Πηγές αβεβαιότητας στο εργαστήριο

7

- Εξοπλισμός
 - ▣ Τεχνολογία
 - ▣ Φθορά υλικού
 - ▣ Βαθμονομήσεις (CRMs, RMs)
- Προσωπικό
 - ▣ εκπαίδευση
 - ▣ αραιώσεις
 - ▣ βαθμονομήσεις
- Περιβαλλοντικές συνθήκες
 - ▣ Θερμοκρασία
 - ▣ Δονήσεις
 - ▣ Υγρασία
- Τυχαία σφάλματα
 - ▣ Ακολουθούν την κανονική κατανομή Gauss
- Συστηματικά σφάλματα
 - ▣ Έλεγχος με CRMs, διαγράμματα ελέγχου
 - ▣ Πρέπει να εντοπίζονται οι πηγές των συστηματικών σφαλμάτων και να διορθώνονται

Δοκιμές Δεξιότητας

8

- Αποστέλλεται άγνωστο δείγμα για προσδιορισμό της επιθυμητής παραμέτρου. Τα αποτελέσματα συγκρίνονται με αυτά άλλων εργαστηρίων
- Διοργανωτές - Διαπιστευμένοι φορείς κατά ISO 17043.
- Το δείγμα της διεργαστηριακής συμμετοχής πρέπει να μετρείται ως άγνωστο δείγμα ρουτίνας.
- Επιθυμητό αποτέλεσμα $-2 \leq Z_{score} \leq +2$.
- Διερευνάται για τιμές μεταξύ του $\pm 2-3$.
- Γνωστοί διοργανωτές διεργαστηριακών δοκιμών
 - LGC (τρόφιμα, νερά, ζωοτροφές, χρώματα, πλαστικά κτλ)
 - FAPAS (τρόφιμα, νερά, ζωοτροφές, πρώτες ύλες κτλ)
 - PHENOVA (περιβαλλοντικά, τρόφιμα, νερά κτλ)
 - ie-Lab (απόβλητα νερά)
 - VETQAS (salmonella σε ζωοτροφές και τρόφιμα)

$$Z_{score} = \frac{X_i - \bar{X}}{SD}$$

Επιθεωρήσεις

9

- Σε όλα τα συστήματα ποιότητας γίνονται έλεγχοι ώστε να εντοπίζονται παραλήψεις και αστοχίες με σκοπό να βελτιώνονται συνεχώς.
- Οι επιθεωρήσεις μπορεί να είναι:
 - ▣ **Εσωτερικές** (από το εργαστήριο) ή
 - ▣ **Εξωτερικές** (από ανεξάρτητο εξωτερικό φορέα)
- Οι επιθεωρήσεις χωρίζονται σε:
 - ▣ **Οριζόντιες** (όλο το σύστημα) ή
 - ▣ **Κάθετες** (δειγματοληπτικά)
- Ότι αστοχίες και παραλήψεις εντοπιστούν από τις επιθεωρήσεις καταγράφονται και διαχειρίζονται ανάλογα ώστε να διορθωθούν.

Και άλλα πολλά... ΣΔΠ

10

- Εκπαίδευση προσωπικού
- Εξουσιοδότησεις προσωπικού (μετά από εκπαίδευση, επιθεώρηση, αξιολόγηση)
- Έλεγχος εγγράφων
- Διακριβώσεις
- Συντήρηση & έλεγχοι εξοπλισμού
- Προληπτικές ενέργειες για αποφυγή αστοχιών, σφαλμάτων βλαβών κá
- Ανασκοπήσεις
- Ανάπτυξη μεθόδων (βελτίωση υφιστάμενων)
- Επικαιροποίηση μεθόδων
- Καθορισμός Δεικτών Ποιότητας

Μέθοδοι ανάλυσης

11

- Πρότυπες μέθοδοι είναι μέθοδοι που εκδίδονται από επίσημους διεθνώς καθορισμένους φορείς όπως ISO, AFNOR, AOAC, NMKL, Nordic Committed of Food Analysis, US EPA κτλ.
- Επιλέγονται ανάλογα
 - ▣ με τις απαιτήσεις των πελατών
 - ▣ Τις ικανότητες του εργαστηρίου (εξοπλισμός, προσωπικό, κόστος)
 - ▣ Προτιμάται να επιλέγονται πρότυπες ώστε να εφαρμόζεται μόνο η επαλήθευση τους στο εργαστήριο και όχι πλήρης επικύρωση

Επικύρωση - επαλήθευση μεθόδων

12

Είναι μια σειρά από βήματα που σκοπό έχουν την επιβεβαίωση ότι η αναλυτική μέθοδος που επιλέγηκε ικανοποιεί τις απαιτήσεις του εργαστηρίου και των πελατών του (για το σκοπό που επιλέγηκε).

□ Επικύρωση μεθόδων

- Εφαρμόζεται σε **μη** πρότυπες μεθόδους.
- **Περιλαμβάνει:** Επαναληψιμότητα, αναπαραγωγιμότητα, αβεβαιότητα, καθορισμός γραμμικής περιοχής, όρια ποσοτικοποίησης και ανίχνευσης (LOQ-LOD), επιλεκτικότητα, ειδικότητα, αντοχή, επίδραση υποστρώματος σε διάφορες συγκεντρώσεις κτλ
- Δεν προτιμάται από τα εργαστήρια γιατί απαιτείται εντατική δουλειά για καθορισμό όλων των παραμέτρων.

□ Επαλήθευση μεθόδων (μερική επικύρωση)

- Εφαρμόζεται σε πρότυπες μεθόδους ώστε να δείξει ότι η εφαρμογή τους στο εργαστήριο καλύπτει τις απαιτήσεις των μεθόδων.
- **Περιλαμβάνει:** Επαναληψιμότητα, αναπαραγωγιμότητα, αβεβαιότητα, περιοχή εργασίας, όρια ποσοτικοποίησης και ανίχνευσης (LOQ-LOD)

Συχνότητα Ελέγχου Ποιότητας Μεθόδων

13

- Καθορίζεται από το εγχειρίδιο ποιότητας (διαδικασίες, μέθοδοι ανάλυσης, οδηγίες κτλ) του εργαστηρίου.
- Σύμφωνα με κατευθυντήριες οδηγίες των CITAC/Eurachem και USEPA, γενικά αποδεκτή συχνότητα για εφαρμογή ενός σωστού ελέγχου ποιότητας για αναλύσεις ρουτίνας είναι 5%. Δηλαδή 1 QC για κάθε 20 μετρήσεις αγνώστων δειγμάτων.
- Η συχνότητα ελέγχου (5%) μπορεί να αλλάξει ανάλογα
 - ▣ με τη συχνότητα εφαρμογής της μεθόδου.
 - ▣ την πολυπλοκότητα της μεθόδου
 - ▣ τον αριθμό των δειγμάτων
 - ▣ Τις απαιτήσεις του εργαστηρίου (ανάλογα με τις απαιτήσεις των πελατών)
- Μπορεί να εφαρμοστεί πιο συχνός έλεγχος όταν απαιτείται περισσότερη ασφάλεια

Έλεγχος Ποιότητας αναλυτικών μεθόδων, 1/3

14

ΠΕΡΙΛΑΜΒΑΝΕΙ:

- Μετρήσεις υλικών αναφοράς (CRMs, RMs).
 - Όρια αποδοχής (καθορίζονται από το πιστοποιητικό του υλικού και την αβεβαιότητα της μεθόδου)
 - Φαίνεται άμεσα η ορθότητα της μεθόδου
- Δείγματα έλεγχου (χρήση διαγραμμάτων ελέγχου)
 - Δείχνουν την καλή λειτουργία της μεθόδου (ορθότητα, bias, τάση απόκλισης)
 - Υπάρχουν πολλά είδη διαγραμμάτων. Πιο κοινά στη χρήση είναι του μέσου όρου και του εύρους.
- Λευκά δείγματα
 - Ένδειξη επιμόλυνσης
 - Συνήθως ορίζεται το κριτήριο αποδοχής ως $< LOQ$
- Τυφλά δείγματα
 - Γνωστά δείγματα που δίνονται στους αναλυτές του εργαστηρίου ως άγνωστα για έλεγχο της απόδοσης τους

Έλεγχος Ποιότητας αναλυτικών μεθόδων, 2/3

15

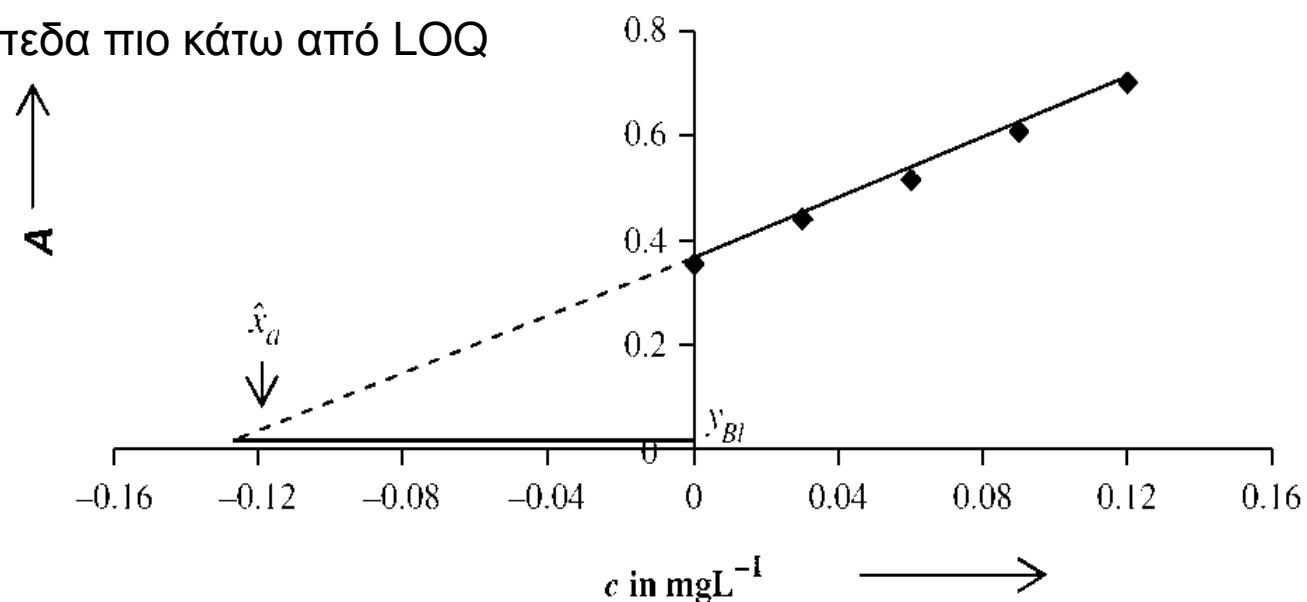
- Διπλά ή πολλαπλά δείγματα
 - Ένδειξη επαναληψιμότητας της μεθόδου
 - Διαφορά μικρότερη από το όριο επαναληψιμότητας
 - Δεν δείχνουν απόκλιση σε συστηματικά σφάλματα

- Εμβολιασμοί - Ανάκτηση
 - Ένδειξη της αποτελεσματικότητας της μεθόδου στο συγκεκριμένο υπόστρωμα
 - Ένδειξη επίδρασης υποστρώματος
 - Υπολογίζεται η ανάκτηση (Recovery):
 - $\% \text{Recovery} = [(C_{\text{εμβ}} - C_{\text{αγν}}) / \Delta C] \times 100$
 - $\% \text{Recovery} = [C_{\text{εμβ}} / (C_{\text{αγν}} + \Delta C)] \times 100$ (πιο ελαστικός τύπος).
 - Σε περίπτωση που υπάρχει επίδραση υποστρώματος πρέπει να καθοριστεί τρόπος αντιμετώπισης

Έλεγχος Ποιότητας αναλυτικών μεθόδων, 3/3

16

- Διαδοχικές αραιώσεις
 - άρση παρεμποδίσεων
 - μέτρηση στη γραμμική περιοχή
- Μέθοδος Σταθερής Προσθήκης
 - άρση επίδρασης υποστρώματος
 - Μετρήσεις σε επίπεδα πιο κάτω από LOQ



Δείγματα ελέγχου (QCS ή CS) – 1/2

17

- Ορισμός
 - ▣ Είναι υλικά που μετρούνται στο εργαστήριο ως δείγματα ρουτίνας, ακολουθώντας την μέθοδο ανάλυσης (όπως στα άγνωστα δείγματα). Από το αποτέλεσμα της μέτρησης τους εξάγονται συμπεράσματα που αφορούν τη μέθοδο όπως η ακρίβεια της μεθόδου, μια πιθανή τάση, παρουσίαση συστηματικού σφάλματος, αύξηση ή μείωση της επαναληψιμότητας κτλ.
- Τα δείγματα ελέγχου πρέπει να προσομοιάζουν με τα άγνωστα δείγματα.
 - ▣ Δηλαδή να υπάρχει ταύτιση υποστρώματος (matrix matching)
- Πρέπει να είναι χρονικά σταθερά.
- Να είναι ομοιογενή
- Να έχουν αρκετή ποσότητα
- Μπορεί να χρησιμοποιηθούν CRMs ή RMs
 - ▣ Πλεονέκτημα. Μπορεί να χρησιμοποιηθούν άμεσα αφού είναι γνωστή η συγκέντρωσή τους και τα όρια αποδοχής τους. Φαίνεται άμεσα η παρουσία σφάλματος (bias).
 - ▣ Μειονεκτήματα: Είναι μία επιλογή με ψηλό κόστος. Δυσκολία εντοπισμού ίδιου υποστρώματος ή επιθυμητής συγκέντρωσης.

Δείγματα ελέγχου (control samples ή CS) - 2/2

18

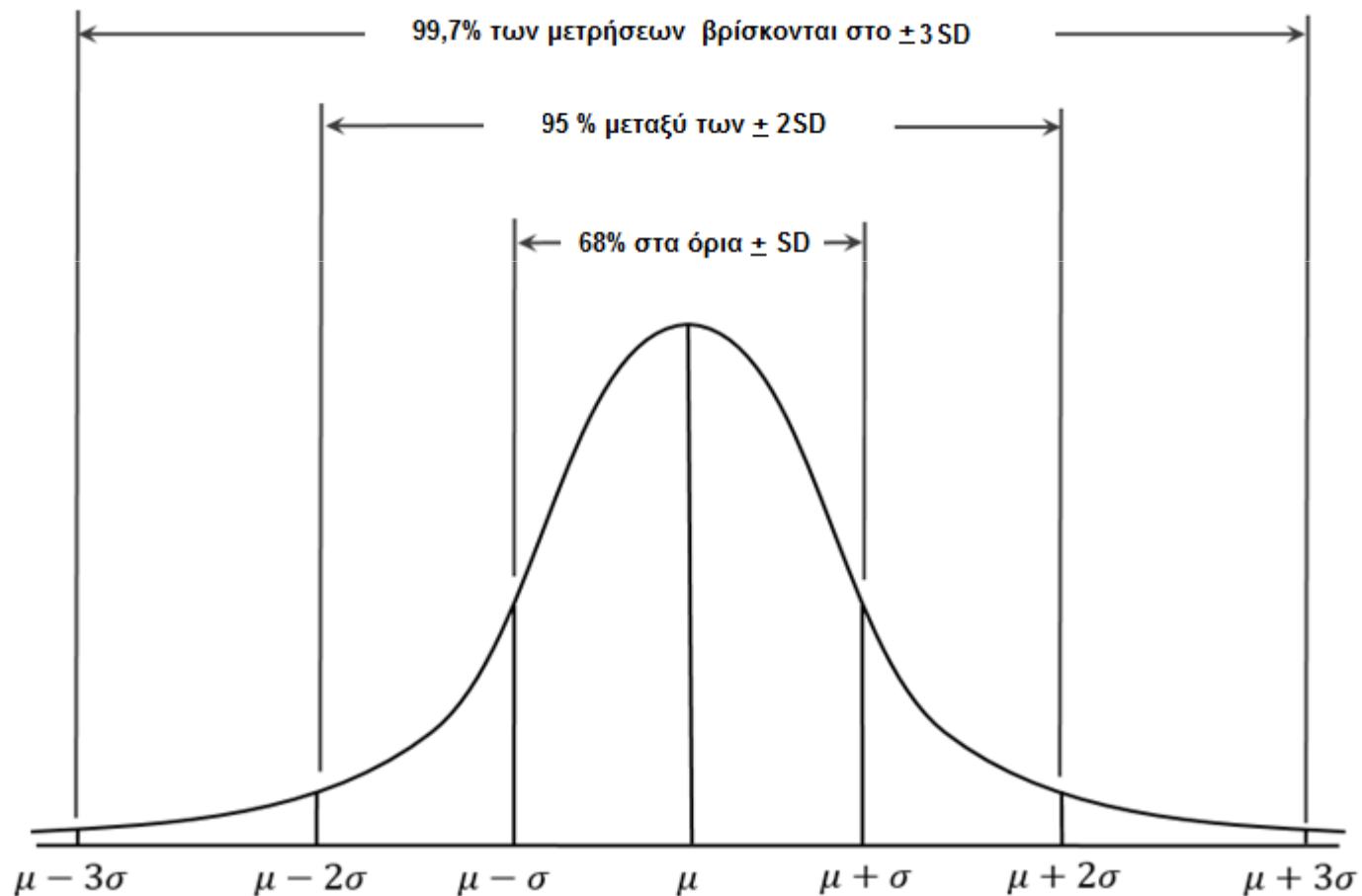
- Μπορεί να χρησιμοποιηθούν υπολείμματα διεργαστηριακών δειγμάτων.
 - ▣ Είναι γνωστή η μέση τιμή και τα όρια αποδοχής μετά την δημοσίευση των αποτελεσμάτων του διεργαστηριακού.
 - ▣ Συνήθως είναι σε μικρές ποσότητες. Είναι εφικτή λύση σε μεθόδους που απαιτείται μικρή ποσότητα δείγματος (πχ ICP).
- Μπορεί να χρησιμοποιηθούν άγνωστα δείγματα που προσδιορίστηκε η μέση τους τιμή στο εργαστήριο.
 - ▣ Απαιτείται μεγάλος αριθμός μετρήσεων (περίπου 20 μετρήσεις σε αναπαραγώγιμες συνθήκες) που είναι χρονοβόρο.
 - ▣ Φτηνή επιλογή (άγνωστα δείγματα)
 - ▣ Δεν είναι γνωστή η πραγματική τιμή. Επομένως κατά τον προσδιορισμό των ορίων πρέπει να μετρούνται και γνωστά δείγματα (CRMs/RMs) για έλεγχο της ακρίβειας.
- Χρησιμοποιούνται για τη δημιουργία διαγραμμάτων ελέγχου

Διαγράμματα ελέγχου

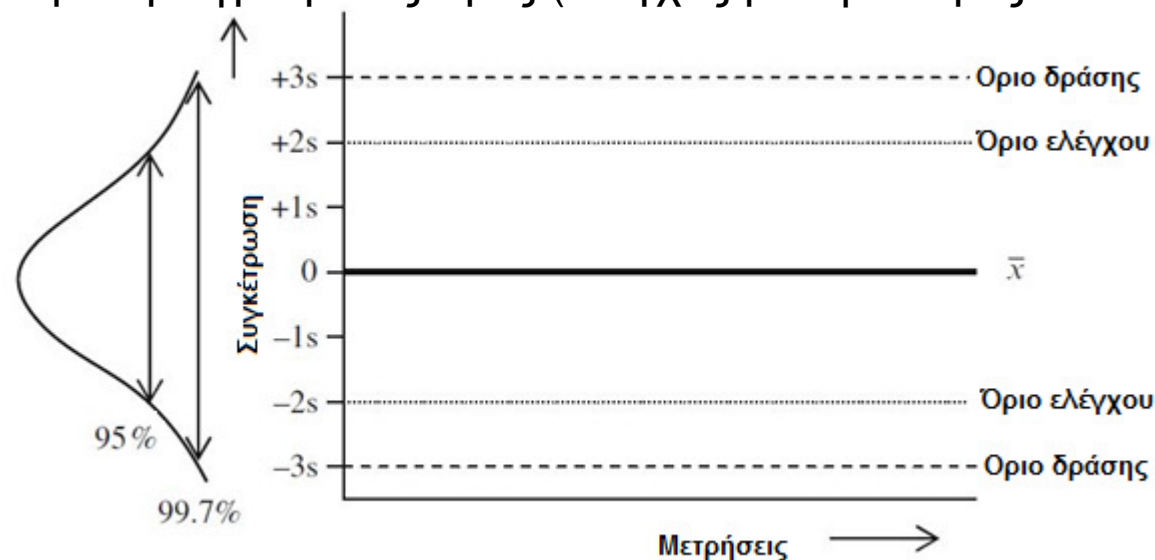
1/6

19

- Κανονική κατανομή – κατανομή Gauss



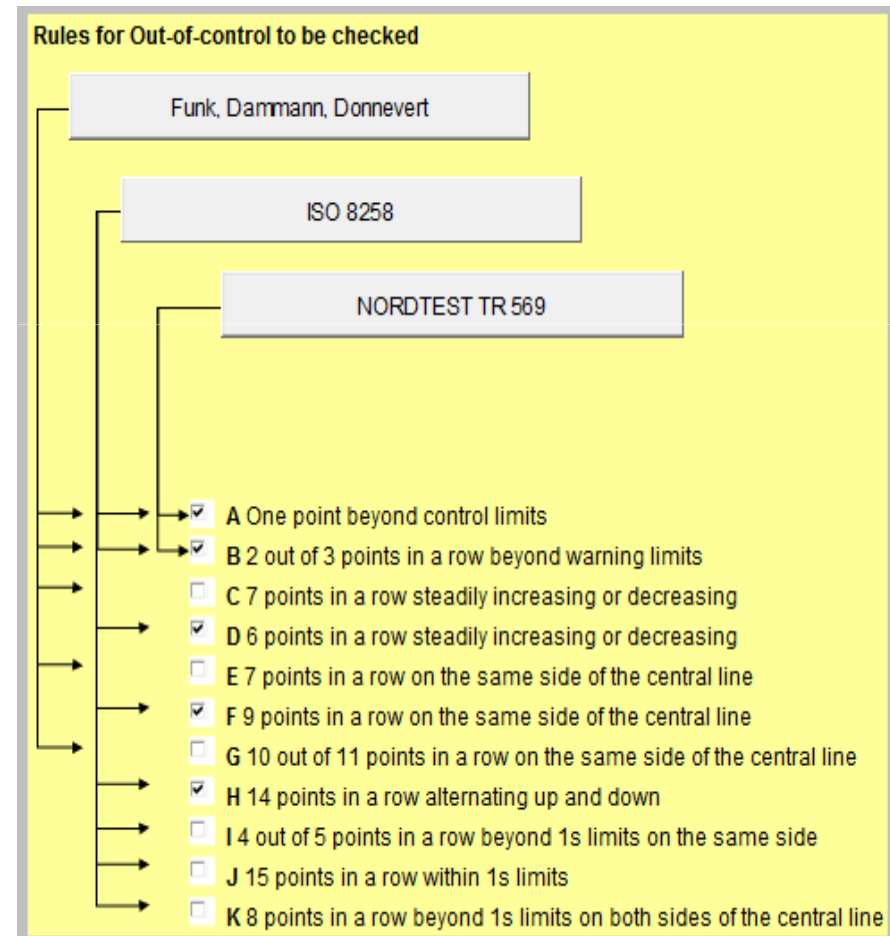
- Διαγράμματα ελέγχου μέσου όρου
 - ▣ Καθορίζονται τα όρια ελέγχου με τουλάχιστον 15-20 μετρήσεις του QCS σε αναπαραγωγίμες συνθήκες. Υπολογίζεται η τυπική απόκλιση (SD ή S) και η μέση τιμή
 - ▣ $\pm 2S =$ **όρια ελέγχου** (ή ειδοποίησης) και $\pm 3S =$ **Όρια δράσης** (ή συναγερμού)
 - ▣ Κατά διαστήματα (π.χ. κάθε εξάμηνο) υπολογίζεται ξανά ο μέσος όρος του δείγματος ελέγχου και η τυπική απόκλιση. Οι νέες τιμές συγκρίνονται στατιστικά με προηγούμενες τιμές (έλεγχος με τη δοκιμές t-τεστ και F-test).



□ Διαγράμματα ελέγχου μέσου όρου

Κριτήρια ελέγχου

- 1 μέτρηση εκτός των ± 3 SD
- 2 από τις 3 μετρήσεις εκτός των “control limits” δηλ. τα όρια ± 2 SD.
- 6 ή 7 σημεία συνεχόμενα σε τάση
- 9 σημεία ή 10 από τα 11 να βρίσκονται στην ίδια πλευρά της κεντρικής γραμμής.
- 14 σημεία εναλλάξ πάνω-κάτω
- 4 από τα 5 σημεία εντός του 1SD από την ίδια πλευρά
- 15 σημεία στη σειρά μεταξύ των ορίων ± 1 SD
- 8 συνεχόμενα σημεία εκτός των ορίων ± 1 SD



Διαγράμματα ελέγχου

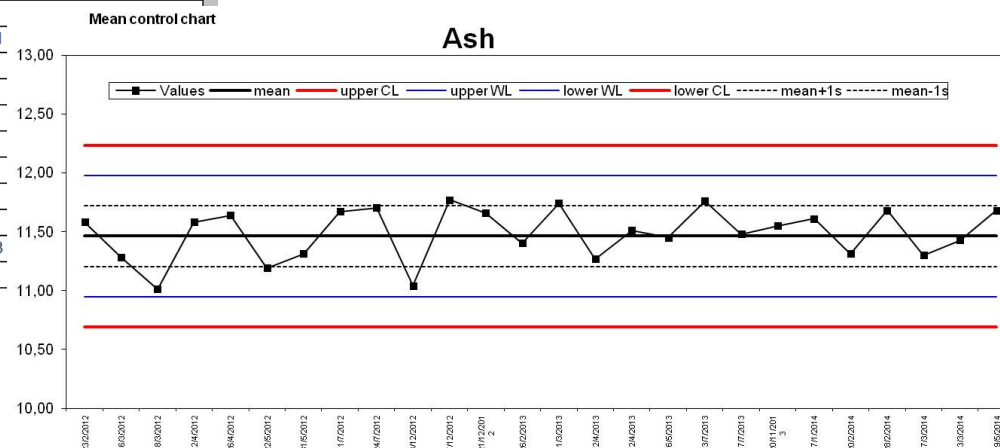
4/6

22

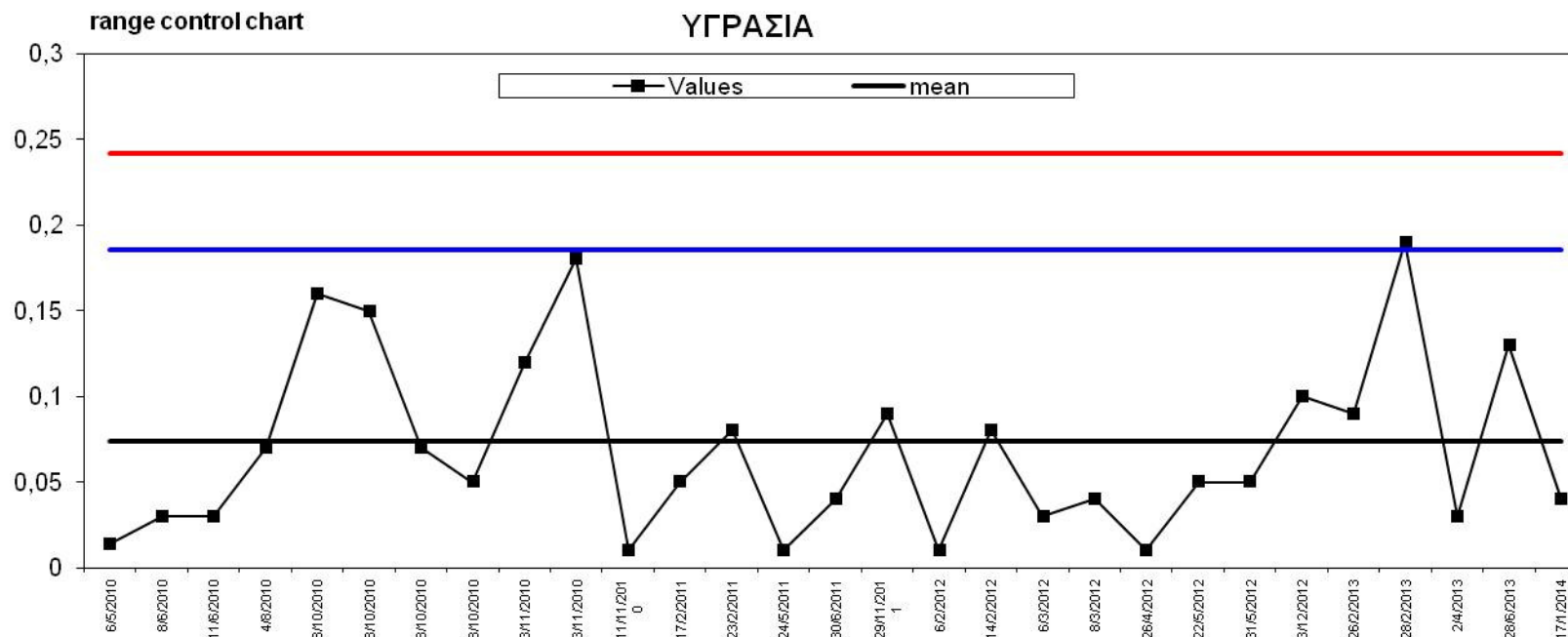
- Διάγραμμα ελέγχου μέσου όρου (Mean Control chart)
 - ▣ Παράδειγμα από καθημερινή χρήση στο εργαστήριο.
 - ▣ Χρήση λογισμικού (freeware) από Dr. Michael Koch - Πανεπιστήμιο Στουτγάρδης (Stuttgart).

<http://www.iswa.uni-stuttgart.de/ch/aqs/download/freeware.en.html>

ExcelKontrol 2.0 - X chart © Dr. Michael Gluschke, Dr.-Ing. Michael Koch						
Laboratory		PANKEMI LAB			Operator	
Parameter		Ash			Chart no.	
Standard / SOP		Control 683			Standard	
Matrix		ΠΛΗΡΗΣ ΖΩΟΤΡΟΦΗ			Assigned value	
Unit		mg/Kg				
Pre-period		Control period				
Date	Value	Date	Value	Check	Comment / Out-of-control situation / Action	
29/11/2011	10,97	23/2/2012	11,28	Check		
29/11/2011	11,06	6/3/2012	11,28	Check		
01/12/2011	11,79	8/3/2012	11,04	Check		
05/12/2011	11,48	2/4/2012	11,58	Check		
05/12/2011	11,49	26/4/2012	11,64	Check		
05/12/2011	11,71	22/5/2012	11,19	Check	OK 22/5/2012, QM	
05/12/2011	11,56	31/5/2012	11,31	Check		
05/12/2011	11,68	11/7/2012	11,67	Check		
05/12/2011	11,53	24/7/2012	11,7	Check	OK, 20/11/2012	
05/12/2011	11,79	3/12/2012	11,04	Check		
05/12/2011	11,98	7/12/2012	11,77	Check		
16/12/2011	11,6	21/12/2012	11,66	Check		
16/12/2011	11,4	26/2/2013	11,4	Check		
20/12/2011	11,11	11/3/2013	11,74	Check	OK QM 21/03/2013	
20/12/2011	11,37	2/4/2013	11,27	Check		
20/12/2011	11,38	12/4/2013	11,51	Check		



- Διάγραμμα εύρους (Range Control chart)
 - Για ασταθή υλικά πχ Υγρασία, μικροβιολογικά
 - Γίνονται δύο ή περισσότερες μετρήσεις και από αυτές υπολογίζεται και απεικονίζεται το εύρος τους ($X_{max}-X_{min}$)
 - **Μειονέκτημα:** Δεν φαίνονται τάσεις. Εμφανίζουν μόνο τυχαία σφάλματα και όχι συστηματικά



Σε περίπτωση αστοχίας των κριτηρίων των διαγραμμάτων ελέγχου τότε:

- Αναλύεται ξανά το δείγμα ελέγχου CS
- Γίνεται έλεγχος βαθμονόμησης (παρασκευάζονται νέα πρότυπα)
- Γίνεται έλεγχος του οργάνου
- Γίνεται έλεγχος με άλλο δείγμα ελέγχου π.χ. CRM
- Αν απαιτείται προσδιορίζονται νέα όρια με νέο CS.
- Καταγράφονται διορθωτικές ενέργειες για αποφυγή επανάληψης της αστοχίας εφόσον μπορεί να αποφευχθεί.

«Ψυχολογία» του αποτελέσματος

25

- Κάθε εργαστηριακό αποτέλεσμα πρέπει να μελετάται αν είναι ορθό ή όχι με πλήρη εφαρμογή του ελέγχου ποιότητας της μεθόδου.
- Σε ορισμένες περιπτώσεις όμως, η απλή διαίσθηση ότι ένα αποτέλεσμα πιθανόν να μην είναι ορθό, οδηγεί σε περαιτέρω διερεύνηση που μπορεί να δείξει απόκλιση που δεν εντοπίστηκε από τον καθορισμένο έλεγχο ποιότητας της μεθόδου (πχ σε περίπτωση νέου υποστρώματος).
- Σε αυτή τη περίπτωση διορθώνεται ο έλεγχος της μεθόδου ώστε να ικανοποιεί τις νέες ανάγκες του εργαστηρίου και των πελατών του.

Συμπεράσματα

26

- Η Ποιότητα στο εργαστήριο αντικατοπτρίζεται από την ποιότητα των εργαστηριακών αποτελεσμάτων.
- Υπάρχει κόστος για το εργαστήριο για την διασφάλιση των αποτελεσμάτων του
 - ▣ Χρόνος
 - ▣ Υλικά
 - ▣ Χρήμα
- Τα οφέλη όμως έναντι του κόστους είναι πολύ περισσότερα.
 - ▣ Αξιόπιστα εργαστηριακά αποτελέσματα
 - ▣ Εμπιστοσύνη στους πελάτες
 - ▣ Αυξάνεται το πελατολόγιο



Ευχαριστώ για την προσοχή σας