

SCHEMA^(R): ΔΙΟΡΓΑΝΩΤΗΣ ΣΧΗΜΑΤΩΝ ΔΙΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΔΟΚΙΜΩΝ ΕΛΕΓΧΟΥ ΙΚΑΝΟΤΗΤΑΣ (PTs) ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΧΗΜΙΚΩΝ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Η.Κακουλίδης, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του Κράτους, Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών

Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα

e-mail: schema@gcsl.gr

Περίληψη

Η παροχή διεργαστηριακών δοκιμών που διοργανώνονται σύμφωνα με τις απαιτήσεις του πρότυπου ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011 αποτελεί μια δραστηριότητα του Γενικού Χημείου του Κράτους, υψηλής ποιότητας, με ανταποδοτικό, έντονα ανταγωνιστικό, δυναμικό και καινοτόμο χαρακτήρα.

Η Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών έχει διαπιστευτεί από το Ε.ΣΥ.Δ. ως διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών και διοργανώνει εδώ και τέσσερα χρόνια σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας (Proficiency Testing schemes, PTs) υπό την ονομασία **SCHEMA[®]** (SCHEME FOR **CHEMICAL MEASUREMENT ASSESSMENT**) . Διοργανώνονται επαναλαμβανόμενα σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών σε πληθώρα υποστρωμάτων σύμφωνα με ετήσιο πρόγραμμα, το οποίο αναρτάται στον ιστότοπο του Γενικού Χημείου του Κράτους (www.gcsl.gr). Επίσης παρέχει διεργαστηριακές δοκιμές ύστερα από ανάθεση, οπότε ο σχεδιασμός του σχήματος πραγματοποιείται σύμφωνα με τις απαιτήσεις των πελατών.

Η Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών σε συμφωνία με τις απαιτήσεις του προτύπου ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011, αναλαμβάνει το σχεδιασμό, την παραγωγή και τη διανομή ομοιογενών και σταθερών δοκιμών σύμφωνα με προκαθορισμένο χρονοδιάγραμμα. Οι συμμετέχοντες προσδιορίζουν όσες από τις διαθέσιμες παραμέτρους επιθυμούν χρησιμοποιώντας αναλυτική μέθοδο της επιλογής τους και καλούνται να υποβάλουν τα αποτελέσματά τους εντός μιας προκαθορισμένης καταληκτικής ημερομηνίας. Ο φορέας συγκεντρώνει, αξιολογεί τα αποτελέσματα των εργαστηρίων και συντάσσει την τελική έκθεση της δοκιμής, στην οποία καταγράφονται χρήσιμα στοιχεία και πληροφορίες.

Τα σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας (PTs) αποτελούν μια περιοδική, αντικειμενική και ανεξάρτητη αξιολόγηση των επιδόσεων των εργαστηρίων και επομένως ένα σημαντικό εργαλείο για τη διασφάλιση της εγκυρότητας, αξιοπιστίας και συγκρισιμότητας των διεργαστηριακών αποτελεσμάτων.

Λέξεις κλειδιά: z-score, σχήμα διεργαστηριακής δοκιμής, διεργαστηριακή σύγκριση, εξωτερικός έλεγχος ποιότητας

Summary

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA[®]: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

SCHEMA®-G.C.S.L. (Scheme for **CHE**mical **M**easurement **A**ssessment) is a Proficiency Testing schemes (PTs) provider, accredited by E.SY.D. to organize PTs according to ISO/IEC 17043:2010. PTs are organized on a regular basis according to an annual distribution program (attached on the webpage of GCSL-www.gcsl.gr, following the link for the Proficiency testing) in environmental, industrial and agro-food fields. SCHEMA PTs constitute a multifunctional tool to evaluate, monitor, compare and improve the quality of the results of chemical and environmental laboratories that in 2012-2013 period had more than 350 participants from 30 countries worldwide.

The annual SCHEMA PTs program is designed on the basis of customer needs. Together with the distribution of the final report, a questionnaire is also provided, aiming to identify needs of the participants. Market needs are also taken into account in order to improve SCHEMA's competitiveness. The development of a PTs upon request could also be realized (targeted PTs design) in order to satisfy special needs, purposes, e.t.c.

Keywords: Proficiency Testing, ISO/IEC 17043:2010, Interlaboratory comparisons, z-score, external quality control

1. Εισαγωγή

Στόχος της συμμετοχής σε σχήματα των διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας είναι η οικιοθελής αξιολόγηση των υπηρεσιών που παρέχονται από εργαστήρια δοκιμών και διακριβώσεων.

2. Ορισμοί

Ορισμοί σύμφωνα με το πρότυπο ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011

Διεργαστηριακές συγκρίσεις (interlaboratory comparisons): αναφέρονται στην οργάνωση, εκτέλεση και αξιολόγηση δοκιμών/διακριβώσεων επί των ιδίων ή παρόμοιων αντικειμένων από δύο ή περισσότερα εργαστήρια, σύμφωνα με προκαθορισμένες διαδικασίες.

Δοκιμές ικανότητας εργαστηρίου (Proficiency testing): αναφέρονται στον προσδιορισμό της επίδοσης εργαστηρίου στην εκτέλεση δοκιμών/διακριβώσεων μέσω διεργαστηριακών συγκριτικών δοκιμών.

Οι διεργαστηριακές συγκρίσεις ή/και οι δοκιμές ελέγχου ικανότητας εργαστηρίων χρησιμοποιούνται ευρύτατα για διάφορους σκοπούς όπως:

- i. η αξιολόγηση της επίδοσης εργαστηρίων σε συγκεκριμένες δοκιμές και η παρακολούθηση της επίδοσής τους
- ii. ο εντοπισμός προβλημάτων στα εργαστήρια και η ανάληψη δράσεων για τη βελτίωση της αναλυτικής διαδικασίας
- iii. η απόδειξη της αποτελεσματικότητας και συγκρισιμότητας αναλυτικών μεθόδων
- iv. η παροχή πρόσθετης αξιοπιστίας για το εργαστήριο
- v. ο εντοπισμός διαφορών μεταξύ των εργαστηρίων
- vi. η εκπαίδευση των εργαστηρίων που συμμετέχουν, βασισμένη στα συμπεράσματα των διεργαστηριακών συγκρίσεων

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

- vii. η επικύρωση της εκτιμώμενης αβεβαιότητας
- viii. η αξιολόγηση των χαρακτηριστικών επίδοσης των διαφόρων μεθόδων
- ix. η απόδοση τιμών σε υλικά αναφοράς και αξιολόγηση της καταλληλότητάς τους για χρήση σε εξειδικευμένες δοκιμές και μετρητικές διαδικασίες
- x. προς απαίτηση του προτύπου ISO/IEC 17025:2005, τα εργαστήρια δοκιμών/διακριβώσεων πρέπει να τεκμηριώνουν την επίδοσή τους μέσω της συμμετοχής τους σε δοκιμές ελέγχου ικανότητας
- xi. η υποστήριξη των δηλώσεων ισοδυναμίας των μετρήσεων των Εθνικών Ινστιτούτων Μετρολογίας μέσα από «συγκρίσεις κλειδιά» και συμπληρωματικές συγκρίσεις που οργανώνονται το BIPM (Bureau International des poids et Mesures, Διεθνές Γραφείο Μέτρων και Σταθμών) και τα συσχετιζόμενα τοπικά μετρολογικά ινστιτούτα.

3. Οφέλη εργαστηρίων από τη συμμετοχή τους σε PTs:

Τα οφέλη από τη συμμετοχή των εργαστηρίων σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών περιγράφονται παρακάτω και απεικονίζονται στο Σχήμα 1:

- 1) Παρακολούθηση ποιότητας μετρήσεων. Η συμμετοχή σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών αποτελεί ρόλο κλειδί στην αξιολόγηση της ικανότητας/επάρκειας των εργαστηρίων δοκιμών/διακριβώσεων. Η συμμετοχή σε ένα σχήμα δεν χρησιμοποιείται ως μια στιγμιαία επιβεβαίωση της ικανότητας του εργαστηρίου αλλά ως διαρκής έλεγχος της επίδοσης και της συγκρισιμότητας των αποτελεσμάτων του εργαστηρίου.
- 2) Στοιχεία σε/απαιτήσεις φορέα διαπίστευσης/κανονιστικών αρχών- αρμόδιων αρχών. Η συμμετοχή σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας αναφέρεται μεταξύ άλλων στο ISO/IEC 17025:2005, ως απαραίτητη διαδικασία ελέγχου ποιότητας (εξωτερικός έλεγχος συστήματος ποιότητας) για την διαπίστευση εργαστηρίων. Σε συμφωνία με το ISO/IEC 17011, ο φορέας διαπίστευσης πρέπει υποχρεωτικά να λαμβάνει υπόψη του τη συμμετοχή και την επίδοση των εργαστηρίων σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών. Σε περίπτωση ευρωπαϊκού αναλυτικού εργαστηρίου που εμπλέκεται στον επίσημο έλεγχο τροφίμων και ζωοτροφών, ο ευρωπαϊκός κανονισμός (EC) 882/2004 θέτει νομική απαίτηση για διαπίστευση κατά ISO/IEC 17025:2005 του εργαστηρίου· συνεπώς η συμμετοχή του εργαστηρίου σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών είναι υποχρεωτική. Πρόσφατα αναθεωρήθηκε η Πολιτική του Ε.ΣΥ.Δ. σχετικά με τη συμμετοχή των εργαστηρίων σε προγράμματα δοκιμών ικανότητας και σε διεργαστηριακές δοκιμές σύμφωνα με το ΕΣΥΔ/ΠΔΙ/02/02/16.01.2014 έγγραφό του.
- 3) Αξιοπιστία/φερεγγυότητα-εσωτερικά οφέλη. Επιτυχής συμμετοχή εργαστηρίου σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών, εξασφαλίζει την αξιοπιστία των αποτελεσμάτων και αποδεικνύει την επάρκεια του εργαστηρίου στους χρήστες των υπηρεσιών του. Τα εσωτερικά οφέλη από τη συμμετοχή πρέπει επίσης να υπογραμμιστούν (πρόκληση για χειριστές, προσωπικό, σύστημα ποιότητας για συνεχή βελτίωση).
- 4) Επανατροφοδότηση σε περιπτώσεις αναλυτικών αποκλίσεων/προκαταλήψεων. Όταν η επίδοση του εργαστηρίου δεν είναι ικανοποιητική/αποδεκτή, διορθωτικές ενέργειες πρέπει να λάβουν χώρα σύμφωνα με το σύστημα ποιότητας του εργαστηρίου, ώστε τα προβλήματα να διορθωθούν και τα μη ικανοποιητικά αποτελέσματα να μην επανεμφανιστούν.
- 5) Υπόλοιπα δείγματα διεργαστηριακών δοκιμών/υλικά αναφοράς/υλικά ελέγχου ποιότητας. Σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών όπου σταθερά δείγματα έχουν διανεμηθεί στους συμμετέχοντες, υπόλοιπα δείγματα μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως υλικά αναφοράς (η τιμή αναφοράς θα αντιστοιχεί στην αποδιδόμενη τιμή όπως

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

αναφέρεται στην τελική έκθεση του σχήματος της διεργαστηριακής δοκιμής) και να λειτουργήσουν ως υλικά ελέγχου ποιότητας. Οι περισσότεροι πάροχοι σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών, διαθέτουν προς πώληση υπόλοιπα δείγματα που μπορούν επίσης να χρησιμοποιηθούν για συγκρίσεις μεθόδων, εκπαίδευση προσωπικού, κ.τ.λ.

6) Επικύρωση μεθόδων και βελτιστοποίηση κρίσιμων παραμέτρων. Η συμμετοχή σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών παίζει καθοριστικό ρόλο στην επικύρωση μεθόδων, καθώς το διανεμημένο υλικό μπορεί να χρησιμοποιηθεί για εκτίμηση της επαναληψιμότητας και αναπαραγωγιμότητας της μεθόδου. Στην τελική έκθεση, οι διοργανωτές παραθέτουν χρήσιμα στοιχεία και πληροφορίες για τις μεθόδους που χρησιμοποιήθηκαν από του άλλους συμμετέχοντες και για τις κρίσιμες παραμέτρους που επηρεάζουν το τελικό αποτέλεσμα (εντοπισμός κρίσιμων παραμέτρων για βελτίωση επίδοσης εργαστηρίου).

7) Κριτήρια για σύγκριση μεθόδων/τεχνικών/δεξιοτήτων. Η συμμετοχή σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών δίνει τη δυνατότητα για σύγκριση αποτελεσμάτων προσδιορισμού της ίδιας παραμέτρου χρησιμοποιώντας διαφορετικές μεθόδους ανάλυσης/τεχνικές, οργανολογία ή χειριστές (συμβάλλοντας στην εκπαίδευση του προσωπικού του εργαστηρίου). Οι συμμετέχοντες μπορούν να χρησιμοποιήσουν την τελική έκθεση της δοκιμής ως μέσο αξιολόγησης μεθόδων, τεχνικών και χειριστών.



Σχήμα 1. Οφέλη από τη συμμετοχή σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών.

4. Επιλογή της κατάλληλης διεργαστηριακής δοκιμής

Η επιλογή είναι κρίσιμη για τη μεγιστοποίηση του οφέλους από τη συμμετοχή σε σχήμα διεργαστηριακής δοκιμής ελέγχου ικανότητας. Όλα τα εργαστήρια πρέπει να αναπτύξουν επαρκή στρατηγική συμμετοχής σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών.

Σύμφωνα με την Ε.ΣΥ.Δ ΠΔΙ/02/02/16.01.2014, προβλέπεται ότι τα εργαστήρια δοκιμών πρέπει να υποβάλουν κατά την αρχική αξιολόγηση αλλά και κατά την επαναξιολόγηση τετραετές πρόγραμμα συμμετοχής σε διεργαστηριακές συγκρίσεις. Ακολουθώντας, θα πρέπει

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

να υποβάλλουν ετησίως και πριν από την προγραμματισμένη επιτήρηση, αναλυτική τεκμηρίωση ανασκόπησης του προγράμματος. Το εργαστήριο βάσει της τεκμηρίωσης πρέπει να δικαιολογεί την επιλεγείσα συχνότητα, η οποία σε κάθε περίπτωση δεν μπορεί να είναι μικρότερη από μια ανά τετραετία ανά τύπο δοκιμών.

Ουσιαστικά το εργαστήριο πρέπει να χαράξει τη στρατηγική συμμετοχής του σε σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας, απαντώντας στα παρακάτω ερωτήματα:

- 1) Ο διοργανωτής διεργαστηριακών δοκιμών είναι ανεξάρτητος από συμφέροντα στη παραγωγή ή στην προώθηση εξοπλισμού, αντιδραστηρίων ή βαθμονομητών;
- 2) Ποιό σχήμα διεργαστηριακών δοκιμών και σε ποια συχνότητα χρειάζεται το εργαστήριο (όγκος δειγμάτων του εργαστηρίου) ;
- 3) Υπάρχουν κατάλληλα σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών (PTs) για την τεχνική επάρκεια που απαιτείται; Με τη συμμετοχή καλύπτονται πλήρως οι ανάγκες του εργαστηρίου ;
- 4) Είναι κατάλληλο το συγκεκριμένο σχήμα της διεργαστηριακής δοκιμής (υπόστρωμα, παραμέτρους, επίπεδο αναλύτη, κτλ) ;
- 5) Ο διοργανωτής είναι διαπιστευμένος κατά ISO/IEC 17043:2010 ;

5. SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών (PTs)

Από το 2009, το Γενικό Χημείο του Κράτους διοργανώνει σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών υπό το λογότυπο SCHEMA-GCSL-Greece (Scheme for CHEmical Measurement Assessment – General Chemical State Laboratory) σε ετήσια βάση, σε συμφωνία με το πρόγραμμα που έχει αναρτηθεί στην ιστοσελίδα, σε πληθώρα υποστρωμάτων όπως: τρόφιμα, βιομηχανικά, περιβαλλοντικά δείγματα, κτλ. Ο αριθμός συμμετοχών στις διεργαστηριακές δοκιμές SCHEMA αυξάνει συνεχώς για τη χρονική περίοδο 2012-2013 πάνω από 350 συμμετοχές από 30 χώρες έχουν καταγραφεί. Για την περίοδο 2013-2014 νέα σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών έχουν σχεδιαστεί και ενσωματωθεί στο πρόγραμμα διανομής του SCHEMA.

Η Ε΄ Χημική Υπηρεσία Αθηνών έχει εγκαταστήσει σύστημα διαχείρισης της ποιότητας που ανταποκρίνεται πλήρως τόσο στις απαιτήσεις του προτύπου ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011 και ταυτόχρονα ικανοποιεί τις απαιτήσεις του προτύπου ISO/IEC 17025:2005.

Το SCHEMA έχει διαπιστευτεί (κατά ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011) από το Ε.ΣΥ.Δ ως διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών. Το πιστοποιητικό (n° 814) όπως επίσης και το πεδίο διαπίστευσης είναι αναρτημένα στην ιστοσελίδα του Ε.ΣΥ.Δ (www.esyd.gr). Η Ε΄ Χημική Υπηρεσία Αθηνών έχει εγκαταστήσει σύστημα διαχείρισης της ποιότητας που ανταποκρίνεται πλήρως στις απαιτήσεις του προτύπου ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011 και η πολιτική της εναρμονίζεται με την πολιτική ποιότητας του Γ.Χ.Κ., η οποία ικανοποιεί τις ανάλογες απαιτήσεις του προτύπου ISO/IEC 17025:2005.

5.1 Πρόγραμμα διανομής SCHEMA – Συμμετοχή

Το πρόγραμμα διανομής των διεργαστηριακών δοκιμών SCHEMA καταρτίζεται σε ετήσια βάση. Σχεδιάζεται το έντυπο εκδήλωσης ενδιαφέροντος που περιέχει πληροφορίες για τα προς ανάλυση δείγματα του κάθε σχήματος (υπόστρωμα), τις παραμέτρους που καλούνται να προσδιορίσουν οι συμμετέχοντες και τις αναμενόμενες ημερομηνίες

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε΄ Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

αποστολής των δειγμάτων. Το πρόγραμμα διανομής των διεργαστηριακών δοκιμών, όπως και το έντυπο εκδήλωσης ενδιαφέροντος αναρτώνται στον ιστότοπο του Γενικού Χημείου του Κράτους (www.gcsf.gr) και συγκεκριμένα στο σύνδεσμο «Διεργαστηριακά Σχήματα» (www.gcsf.gr/index.asp?a_id=371). Κάθε ενδιαφερόμενος μπορεί να συμπληρώσει το έντυπο εκδήλωσης ενδιαφέροντος και να το αποστείλει στην ηλεκτρονική διεύθυνση schema@gcsf.gr ή στο φαξ: +30-2106479114.

Το πρόγραμμα των διεργαστηριακών δοκιμών SCHEMA έχει καταχωριστεί στην ευρωπαϊκή βάση δεδομένων για διεργαστηριακές δοκιμές EPTIS (www.eptis.bam.de).

5.2 Οργάνωση/σχεδιασμός –Δομή διεργαστηριακών δοκιμών-Νέα Σχήματα

Η διαδικασία σχεδιασμού των διεργαστηριακών δοκιμών αποτελεί αποκλειστική ευθύνη της Ε΄ Χημικής Υπηρεσίας Αθηνών και δεν εκχωρείται ως υπεργολαβία. Από το φορέα καθορίζεται μία Επιτροπή που σχεδιάζει την λειτουργία κάθε σχήματος και συντάσσει πρακτικό όπου αναφέρονται οι στόχοι, ο σκοπός και ο βασικός σχεδιασμός του σχήματος.

Τα βήματα που ακολουθούνται για την οργάνωση ενός διεργαστηριακού σχήματος είναι τα ακόλουθα:

1. προμήθεια, προετοιμασία, έλεγχος ποιότητας των δειγμάτων προς αποστολή.
2. διανομή δειγμάτων και οδηγιών τους συμμετέχοντες.
3. οι συμμετέχοντες αναλύουν τα δείγματα και αναφέρουν τα αποτελέσματα όπως περιγράφεται στις οδηγίες εντός του προκαθορισμένου χρονικού διαστήματος.
4. επεξεργασία των αποτελεσμάτων και εκτίμηση της επίδοσης των συμμετεχόντων εργαστηρίων χρησιμοποιώντας κατάλληλα στατιστικά εργαλεία όπως π.χ. z-score.
5. έκδοση τελικής έκθεσης που αποστέλλεται στους συμμετέχοντες
6. ανασκόπηση του κύκλου και εντοπισμός σημείων που χρίζουν αλλαγής – βελτίωσης
7. έναρξη νέου κύκλου.

Το πρόγραμμα της τρέχουσας περιόδου (πρόγραμμα περιόδου 01.09.2013-30.06.2014) έχει εμπλουτιστεί με νέα σχήματα, ώστε να ανταποκρίνεται κατά τον καλύτερο δυνατό τρόπο στις ανάγκες της αγοράς αλλά και στις προσδοκίες και τις απαιτήσεις των Χημικών Υπηρεσιών του Γ.Χ.Κ., καλύπτοντας τόσο τομείς δοκιμών ρουτίνας όσο και εξειδικευμένων αναλύσεων. Το νέο πρόγραμμα περιλαμβάνει τη διοργάνωση διεργαστηριακών δοκιμών σε πληθώρα νέων παραμέτρων (οργανοληπτική αξιολόγηση παρθένου ελαιολάδου, μικροβιολογικές παράμετροι σε μεταλλικό νερό), γεγονός που το καθιστά ανταγωνιστικό αντίστοιχων σχημάτων των οίκων του εξωτερικού.

Αναλυτικότερα, στο νέο πρόγραμμα διανομής έχουν ενταχθεί διεργαστηριακές δοκιμές, όπως ο προσδιορισμός συνήθων παραμέτρων σε βιομηχανικά απόβλητα (COD, βαρέα μέταλλα, ολικά διαλυμένα στερεά, pH, κτλ), ο προσδιορισμός συνήθων παραμέτρων σε κρασιά, καύσιμα, πόσιμα νερά, αλκοολούχα ποτά, τρόφιμα, κ.τ.λ.

5.3 Εμπιστευτικότητα

Για να διασφαλίζεται η εμπιστευτικότητα, σε όλους τους συμμετέχοντες αποδίδεται ένας μοναδικός κωδικός εργαστηρίου. Ο αριθμός αυτός επιτρέπει την έκδοση των αποτελεσμάτων χωρίς να αποκαλύπτεται η ταυτότητα των εργαστηρίων που συμμετέχουν. Ταυτόχρονα, όλα τα μέλη του εργαστηρίου έχουν υπογράψει σχετική δήλωση εμπιστευτικότητας και δεσμεύονται για την αμερόληπτη εργασία τους. Η αξιοπιστία, η

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε΄ Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν.Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

εμπιστευτικότητα και η αμεροληψία αποτελούν αξίες οι οποίες αναφέρονται ξεκάθαρα στην πολιτική ποιότητας του εργαστηρίου.

5.4 Τα δοκίμια

Τα δείγματα προέρχονται από διάφορες πηγές και επιλέγονται προσεκτικά ώστε να ικανοποιούν τις ανάγκες των εργαστηρίων που θα συμμετέχουν (υποστρώματα μεταβάλλονται από διανομή σε διανομή, ώστε να είναι ρεαλιστικά καλύπτοντας ευρεία κλίμακα προϊόντων). Είναι κατά το δυνατό όμοια με τα δείγματα ρουτίνας των εργαστηρίων.

Για τον έλεγχο ποιότητας στον οποίο υποβάλλονται τα προς διανομή δείγματα σε κάθε κύκλο, λαμβάνονται υπόψη παράγοντες όπως η διαδικασία παραγωγής, η ομοιογένεια και η σταθερότητα του προς διανομή υλικού. Τα δείγματα διανέμονται σε κατάλληλη συσκευασία και σε συνθήκες που προστατεύουν το περιεχόμενο κατά τη μεταφορά.

Οι συμμετέχοντες καλούνται με την παραλαβή του δείγματος να ελέγξουν την κατάστασή του και να επιστρέψουν συμπληρωμένη τη συνημμένη «δήλωση παραλαβής του δείγματος».

5.5 Υποβολή Αποτελεσμάτων – Στατιστική επεξεργασία/Αξιολόγηση

Οι καταληκτικές ημερομηνίες για την υποβολή των αποτελεσμάτων των συμμετεχόντων και της κοινοποίησης της τελικής έκθεσης της δοκιμής έχουν γνωστοποιηθεί εκ των προτέρων στους συμμετέχοντες με το έντυπο συμμετοχής στην εν λόγω δοκιμή.

Οι συμμετέχοντες μπορούν να επιλέξουν όποια μέθοδο ανάλυσης επιθυμούν για τον προσδιορισμό του μετρούμενου μεγέθους, εκτός και αν υπάρχουν διαφορετικές οδηγίες. Καλούνται επίσης να χειριστούν τα δείγματα της διεργαστηριακής εξέτασης όπως τα συνήθη δείγματα της εργαστηριακής ρουτίνας τους. Στο ερωτηματολόγιο που συνοδεύει τα δείγματα ζητούνται κατά περίπτωση στοιχεία αναφορικά με την μέθοδο που χρησιμοποιήθηκε.

Για την επεξεργασία των αποτελεσμάτων ακολουθείται κατάλληλη, έγκυρη στατιστική μεθοδολογία που ικανοποιεί τις απαιτήσεις του προτύπου ISO 13528:2005 και του εναρμονισμένου πρωτοκόλλου της IUPAC. Με τη βοήθεια κατάλληλων στατιστικών ελέγχων ανιχνεύεται η παρουσία εκτρεπόμενων τιμών στον πληθυσμό των αποτελεσμάτων που έχουν υποβληθεί. Η χρήση ανθεκτικών στατιστικών μεγεθών (*robust statistics*) επιτρέπει τη διατήρηση των εκτρεπόμενων τιμών (οι οποίες αξιολογούνται όπως και οι υπόλοιπες τιμές), συγκρίνοντας δηλαδή την απόκλισή τους από μια αποδιδόμενη τιμή σε σχέση με την τιμή-στόχο της τυπικής απόκλισης για την εν λόγω διεργαστηριακή δοκιμή (αξιολόγηση μέσω z-scores ή άλλων στατιστικών μεγεθών). Επιπλέον, υπολογίζεται η αβεβαιότητα της αποδιδόμενης τιμής και συγκρίνεται με την τιμή-στόχο της τυπικής απόκλισης για τη διεργαστηριακή δοκιμή, ώστε να διαμορφωθεί μια εικόνα σχετικά με την εγκυρότητα της αξιολόγησης.

Συντάσσεται η τελική έκθεση της διεργαστηριακής δοκιμής SCHEMA και διανέμεται στους συμμετέχοντες σε ηλεκτρονική μορφή (ως αρχείο pdf) με e-mail, σύμφωνα με το χρονοδιάγραμμα που έχει ανακοινωθεί. Η τελική έκθεση περιλαμβάνει τα αποτελέσματα όλων των εργαστηρίων που συμμετείχαν στη διεργαστηριακή δοκιμή και την αξιολόγηση της επίδοσής τους. Η ανωνυμία των εργαστηρίων διασφαλίζεται από τη χρήση

Χ. Αλεξόπουλος, Α. Γεωργοπούλου, Π. Γιαννικοπούλου, Ε. Λαμπή

Γενικό Χημείο του κράτους/Ε' Χημική Υπηρεσία Αθηνών, Αν. Τσόχα 16, 115 21 Αθήνα.

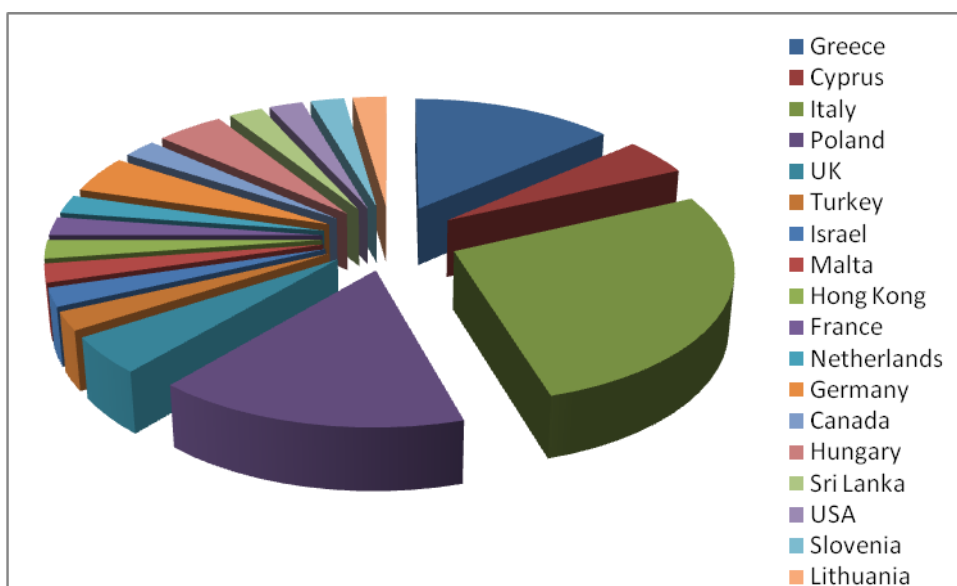
SCHEMA®: Διοργανωτής σχημάτων διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας για την αξιολόγηση χημικών μετρήσεων.

5ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών, Αθήνα, 9-10 Μαΐου 2014

κατάλληλων κωδικών. Μαζί με την τελική έκθεση, κάθε εργαστήριο λαμβάνει έντυπο, σε ηλεκτρονική μορφή, για την αξιολόγηση του σχήματος, το οποίο αφού συμπληρώσει, επιστρέφει στο διοργανωτή.

5.6 Αναδρομή –Διεργαστηριακές δοκιμές SCHEMA

Όλες οι διεργαστηριακές δοκιμές που έχουν διοργανωθεί από την ίδρυση του SCHEMA είχαν μεγάλη επιτυχία. Η υψηλή ποιότητα παροχής υπηρεσιών καθώς και το ανταγωνιστικό κόστος οδήγησαν σε εντυπωσιακή υποδοχή της νέας αυτής υπηρεσίας από την ελληνική εργαστηριακή κοινότητα, τόσο από τους φορείς του δημόσιου όσο και του ιδιωτικού τομέα. Επίσης, η συμμετοχή φορέων του εξωτερικού και η διεθνής αναγνωρισιμότητα του SCHEMA εγγυώνται μια διαρκή βελτίωση της θέσης του σε διεθνές επίπεδο ώστε σύντομα να βρίσκεται σε καλή θέση μεταξύ των αναγνωρισμένων φορέων παροχής διεργαστηριακών σχημάτων.

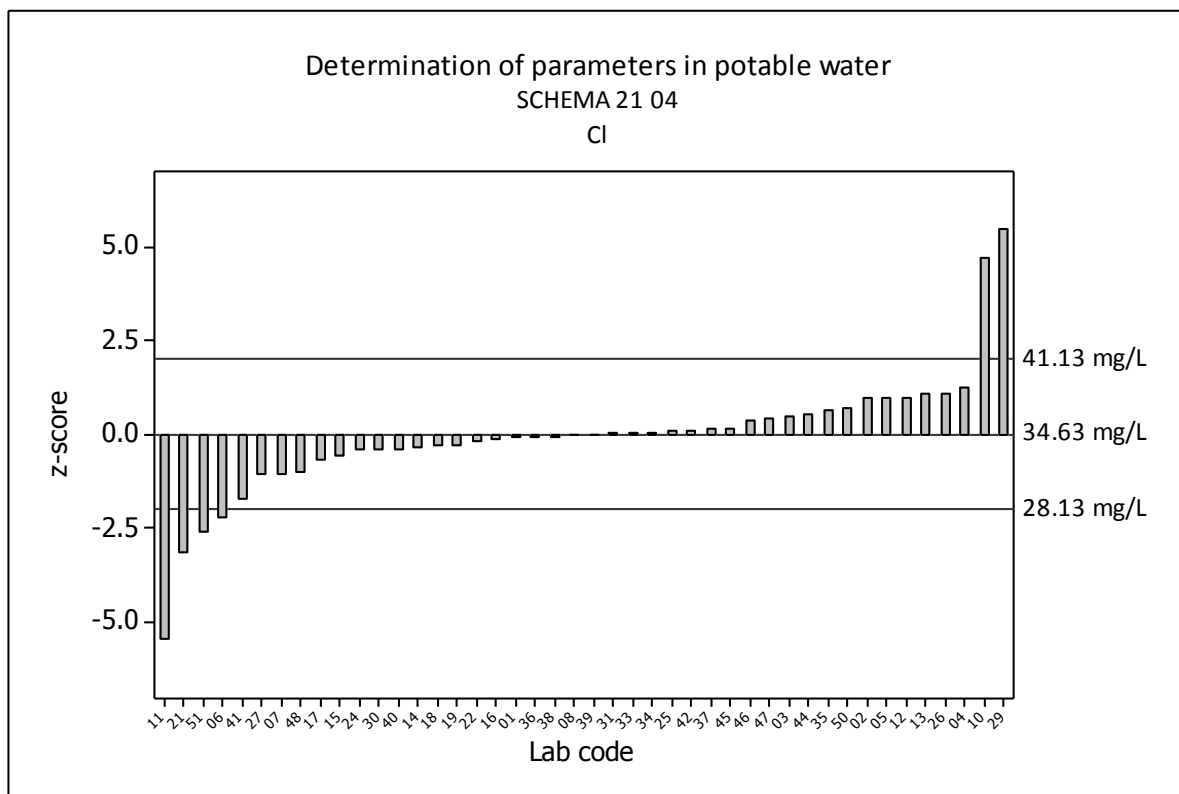


Σχήμα 2. Χώρες προέλευσης των εργαστηρίων που συμμετείχαν στη δοκιμή SCHEMA 30 04: Σεπτέμβριος 2013 -μετανάστευση Cd & Pb από κεραμικά. Το ποσοστό των ελληνικών εργαστηρίων ήταν μόλις 14%.

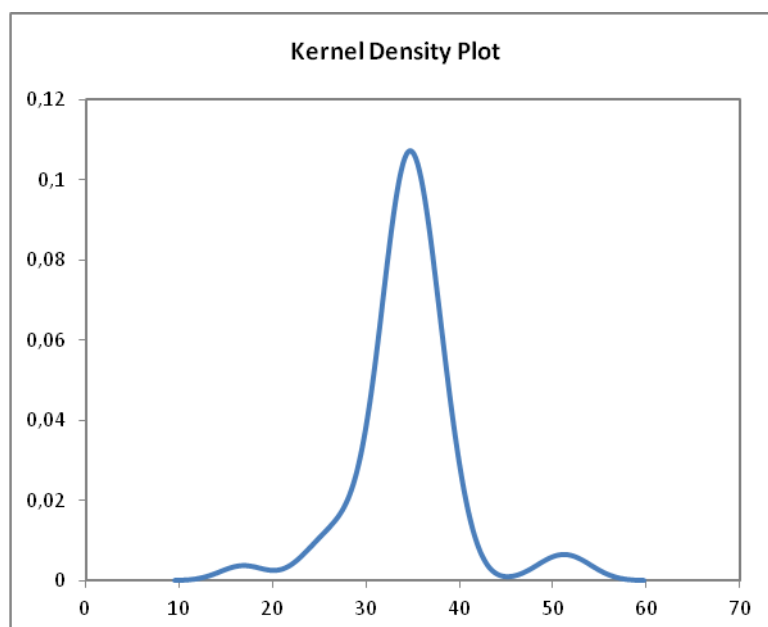
Για παράδειγμα οι διεργαστηριακές δοκιμές SCHEMA 21 XX - προσδιορισμός συνήθων παραμέτρων σε νερά συγκέντρωσαν μεγάλο πλήθος συμμετοχών όπως και οι δοκιμές SCHEMA 22 XX - προσδιορισμός βαρέων μετάλλων σε νερά (πάνω από 50 συμμετέχοντα εργαστήρια από 4 διαφορετικές ηπείρους). Αξίζει να αναφερθεί ότι η διοργάνωση διεργαστηριακής δοκιμής για τον προσδιορισμό της μετανάστευσης καδμίου και μολύβδου από κεραμικά, λόγω των εγγενών δυσκολιών που παρουσιάζει (ανομοιογένεια υλικού - δειγματοληψία) είναι μοναδική στο είδος της. Σε όλους τους κύκλους διεργαστηριακών δοκιμών SCHEMA 30 0X συμμετέχει η συντριπτική πλειοψηφία των εθνικών εργαστηρίων αναφοράς των κρατών-μελών της Ε.Ε. (NRLs)- Σχήμα 2, προσδίδοντας αυξημένο κύρος στην εν λόγω διεργαστηριακή δοκιμή.

Η γραφική παράσταση της αξιολόγησης της επίδοσης των εργαστηρίων με τη χρήση του z-score, για το SCHEMA 21 04: Απρίλιος 2013-συνήθεις παράμετροι σε πόσιμο νερό, για

τον προσδιορισμό ιόντων Cl⁻, απεικονίζεται στο Σχήμα 3 και το πυρηνοδιάγραμμα πυκνότητας Kernel στο Σχήμα 4.



Σχήμα 3. SCHEMA 21 04: Απρίλιος 2013-προσδιορισμός συνήθων παραμέτρων σε πόσιμο νερό-αξιολόγηση επίδοσης συμμετεχόντων μέσω z-score για τον προσδιορισμό ιόντων Cl⁻.



Σχήμα 4. SCHEMA 21 04: Απρίλιος 2013-προσδιορισμός συνήθων παραμέτρων σε πόσιμο νερό-προσδιορισμός ιόντων Cl⁻, πυρηνοδιάγραμμα πυκνότητας Kernel.

6. Συμπεράσματα

Τα σχήματα διεργαστηριακών δοκιμών ελέγχου ικανότητας (PTs) αποτελούν μια περιοδική, αντικειμενική και ανεξάρτητη αξιολόγηση των επιδόσεων των εργαστηρίων δοκιμών/διακριβώσεων και επομένως ένα σημαντικό εργαλείο για τη διασφάλιση της εγκυρότητας και της αξιοπιστίας των διεργαστηριακών αποτελεσμάτων. Η συμμετοχή σε σχήματα δοκιμών ικανότητας αποτελεί απαίτηση του προτύπου ISO/IEC 17025:2005 για τη διαπίστευση των εργαστηρίων χημικών αναλύσεων, καθώς συνιστά τον ουσιαστικότερο εξωτερικό έλεγχο ποιότητας παρέχοντας τη δυνατότητα συγκριτικής αξιολόγησης (*benchmarking*) με αντίστοιχα εργαστήρια.

7. Βιβλιογραφία

Αλεξόπουλος, Χ., Γεωργοπούλου, Α., Κακουλίδης, Η. και Λαμπή, Ε., ‘*SCHEMA: Σχήματα Αξιολόγησης Χημικών Μετρήσεων*’, Χημικά Χρονικά, Τεύχος 6, Τόμος 79, 13-19, 2012.

Αλεξόπουλος Χ., Κακουλίδης Η., Λαμπή Ε., ‘*Διεργαστηριακές δοκιμές μεταξύ μετρολογικών ινστιτούτων ως μηχανισμός εξασφάλισης ιχνηλασιμότητας στην εργαστηριακή ιατρική*’, 4^ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, ΕΜΠ, 03-04/02/2012, Αθήνα.

Αλεξόπουλος Χ., Γιαννακούρου Μ., Κακουλίδης Η., Λαμπή Ε., Θεοφίλου Δ., Φασιά Λ., ‘*Εκτίμηση της αβεβαιότητας και της τιμής-στόχου διεργαστηριακής δοκιμής για τη μετανάστευση Cd και Pb από κεραμικά με ανθεκτική ανάλυση ANOVA*’, 4^ο Τακτικό Εθνικό Συνέδριο Μετρολογίας, ΕΜΠ, Αθήνα, 03-04/02/2012, Αθήνα.

Αλεξόπουλος, Χ., Κακουλίδης, Η., Λαμπή, Ε., ‘*Διεργαστηριακές δοκιμές για τον προσδιορισμό αλλεργιογόνων σε τρόφιμα*’, 4^ο Πανελλήνιο Συνέδριο Βιοτεχνολογίας & Τεχνολογίας Τροφίμων, CHEM & EcoLink 2013, Μ.Ε.Σ. Παιανίας, 11-13/10/2013, Αθήνα.

Αλεξόπουλος, Χ., Χριστοπούλου, Ε., Γεωργοπούλου, Α., Γιαννικοπούλου, Π., Λαμπή, Ε., ‘*Οργανοληπτική αξιολόγηση παρθένου ελαιολάδου-SCHEMA 91 0X: διεργαστηριακή δοκιμή ελέγχου ικανότητας ως εργαλείο εκτίμησης της αξιοπιστίας και συγκρισιμότητας των αποτελεσμάτων*’, Ημερίδα Φύλαιος - Εξελίξεις στην Διασφάλιση Παραγωγής, Τυποποίησης & Προώθησης Ποιοτικού Ελαιολάδου, Ε.Ι.Ε, 11/12/2013, Αθήνα.

Ch. Alexopoulos, P. Giannikopoulou, A. Georgopoulou, E. Lampi, ‘*Method validation and uncertainty estimates from Proficiency Testing scheme (PTs) data*’, 8th International Conference on Instrumental Methods of Analysis, 2013, Thessaloniki.

ILAC-G13:08/2007, ‘*Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes*’.

ISO/IEC 17025:2005, ‘*General Requirements for the competence of testing and laboratories*’.

ISO/IEC 17043:2010, ‘*Conformity assessment – General requirements for proficiency testing*’.

M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, ‘*The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report)*’, Pure Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, pp. 145–196, 2006.