الشركة القابضة
لمياه الشرب والصرف الصحي

برنامج إدارة مياه الشرب و الصرف الصحي
Water and Wastewater Management Program

gtz

Since the 1st of January 2011
giz Deutsche Gesellschaft für Internationale Zusammenarbeit (GIZ) GmbH

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

Quality Control /Quality Assurance

Water Sampling and Analysis

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

Quality Control /Quality Assurance
Water Sampling and Analysis

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

Quality Control /Quality Assurance Manual For Water And Analysis

Prof. Saad Hassan(Ph.D.,D.Sc.)
Head of the Reference Laboratory
Faculty of Science, Ain Shams University

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

المحتويات

صفحة

مقدمه 1

الباب الأول
متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل 3

الباب الثانى
متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل 17

الباب الثالث
متطلبات المعامل من الموارد البشرية 53

الباب الرابع
ضبط وتاكيد جوده التحاليل فى معامل مياه االشرب 57

الباب الخامس
نظام ضبط الجودة فى تجميع واعداد العينات للتحاليل 67

الباب السادس
إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها 89

الباب السابع
نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية 137

الباب الثامن
أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية 157

الباب التاسع
المصطلحات والتعاريف فى مواصفة الأيزو 17025 173

مقدمة

يحتوى هذا الدليل على كل المتطلبات التى يجب أن تستوفيها معامل التحاليل لكي تبين إذا رغبت أنها تعمل بنظام الجودة وأنها مؤهلة فنيا وقادرة على إصدار نتائج صحيحة تقيناً وقابلة للتطبيق . والتوجيهات التى يحتويها هذا الدليل يمكن استخدمها بواسطة الراغبين نحو التسجيل تحت مفهوم ممارسة المختبرات الجيدة (GLP) أو الراغبين الاعتماد بموجب EN 29000/ISO 9000 ويحتوى الدليل متطلبات إدارة المعمل وتشغيله وتوثيق مستنداته وموارده البشرية اللازمة لإعتمادة .

وهذه تستند على "المتطلبات العامة لاختبار قدرة معامل التحاليل والمعايرة ISO/DIS 17025:2005 " وكذلك "المعايير العامة لتشغيل معامل التحاليل EN 45001:1989 " وهذا الدليل لم يصمم فقط لكى تستخدمه معامل التحاليل عند إعدادها لنظام الجودة والأنظمة الإدارية والتقنية التى تحكم تلك العمليات ولكن أيضاً لعملاء المختبرات والسلطات التنظيمية والجهات المانحة للاعتماد المشتركة فى تأكيد أو تمييز قدرة المعامل الفنية.

الفصل الأول

متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل

الفصل الاول

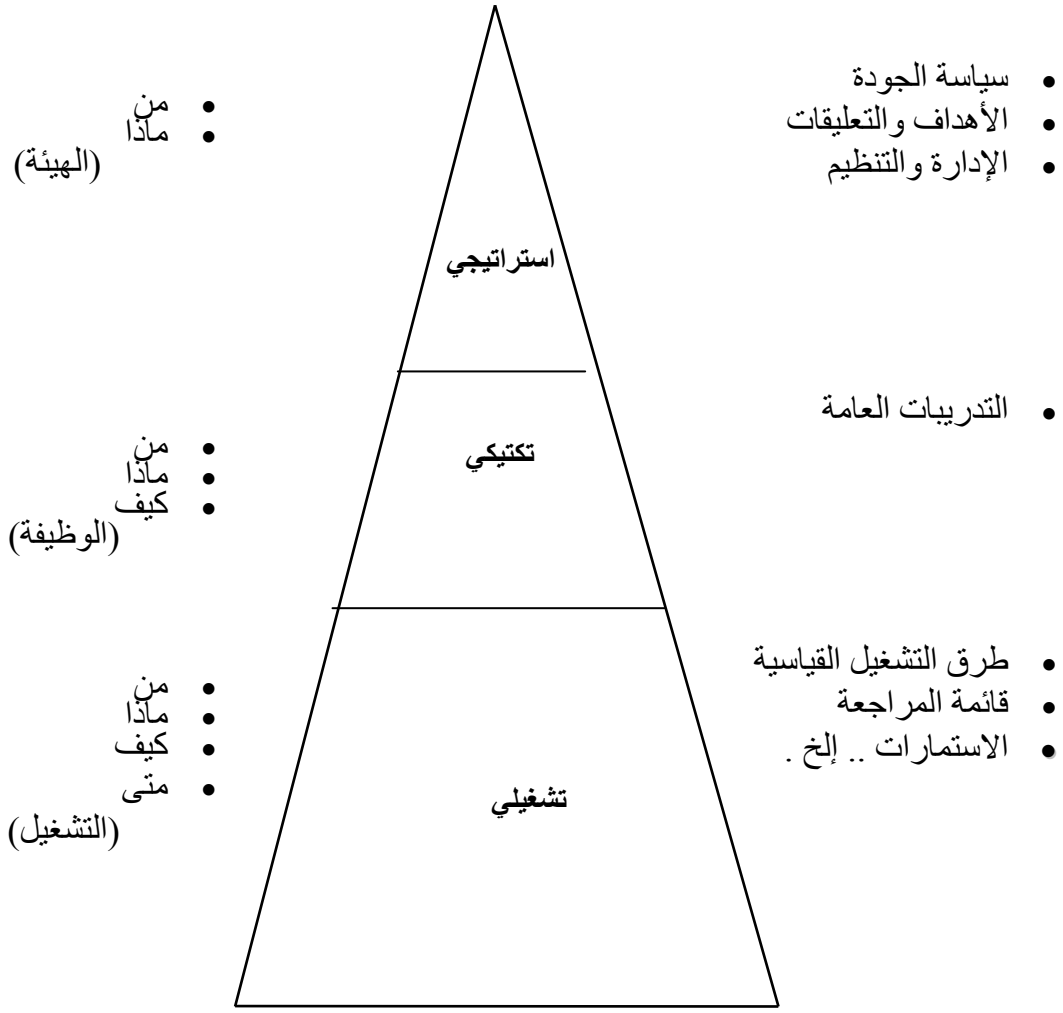
متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل

نظام الجودة :

يجب على إدارة المعمل إعداد وتطبيق نظام لضمان الجودة يناسب الغرض والنشاط المزمع البدء فيه متضمناً ذلك نوع ومدى وحجم الاختبارات المخطط لها . ويجب على إدارة المعمل أن توثق سياستها وأنظمتها وبرامجها وطرقها وتعليماتها إلى الحد الضروري الذى يمكن للمعمل من تأكيد جودة نتائج التحاليل التى يؤديها .

ويجب أن يكون التوثيق المستخدم فى نظام الجودة معلوماً ومتاحاً ومنقولاً ومطبقاً من قبل الأشخاص المعينين . ويجب على المعمل أن يحدد ويوثق سياساته وأهدافه المرجوه فى نظام الجودة ويطبقها .

إن الأهداف الإجمالية يجب طرحها من خلال دليل نظام الجودة ويتم التأكيد على مستوى الأداء ويمكن أن يصدر ذلك من خلال سلطة المدير التنفيذي . ويشمل التخطيط التالي تدرج توثيق نظام الجودة :



يمكن حصر عناصر نظام الجودة فى ثلاثة مستويات تسمي الاستراتيجي والتكتيكي والتشغيلي كما هو مبين بالشكل العلوي . ويمكن من خلال المساحة التى يشغلها كل مستوى من المثلث توقع كمية الوثائق النسبية المطلوب إعدادها لكل مرحلة .

فالمستوى الاستراتيجي وهو (دليل الجودة) يكتب كنشرة منفصلة بحيث يمكن توزيعها على العملاء وجهاز شئون البيئة لتعطيهم المعلومات الكافية عن علاقة ما يجري بنظام تأكيد الجودة ولا يلزم أن يبين كيف يجرى ذلك تفصيلاً .

إن توزيع هذا الدليل سوف يخلق حالة من الثقة وربما يساعد فى إيجاد علاقات عمل طيبة . وهذا الدليل يعتبر شرطاً مسبقاً ضرورياً لإجراءات التفويض ويجب إعداده وتقديمه قبل أن يقوم المختبر بنشاطه .

وتصف مستندات المستويين التكتيكي والتشغيلي التفاصيل عن كيف يتم تأكيد الجودة وعادة ما يبقى هذا الجزء سرياً باستثناء جهاز شئون البيئة التى يمكنه الإطلاع عليه. ومستندات هذين الجزئين يجب إعدادهما وتقديمها خلال العامين التاليين للتفويض .

إن دليل الجودة الذى يشمل المستوى الاستراتيجي يجب أن يتضمن التالي :

(1) إفادة من الإدارة العليا بسياسة الجودة المتبعة متضمنة الأهداف والالتزامات .

(2) الترتيب والتنظيم وهيكل المختبر ومكانه والهيئة الأم التى يتبعها وكذلك أية مخططات تنظيمية معينة .

(3) العلاقات بين الإدارة والعمليات التقنية والخدمات المساندة ونظام الجودة .

(4) توصيف للأعمال المسندة للعاملين الرئيسيين وإشارة إلى توصيف لوظائف الموظفين الآخرين .

(5) نطاق نشاط المعمل .

(6) الترتيبات التى تضمن أن يقوم المعمل بمراجعة كل الأعمال الجديدة لضمان وجود الوسائل والموارد الملائمة قبل تنفيذ العمل .

(7) طرق حماية السرية وحقوق الملكية للنتائج .

(8) وصفاً مختصراً عن تدقيق ومراجعة النظام المتبع .

(9) إشارة إلى وثائق الجودة التى يقتنيها المعمل .

إن دليل الجودة غالباً ما يوزع على الجهات الخارجية ولذا فمن الممكن أن يحتوى على توصيف قصير عن تاريخ وأهداف المعمل والمعلومات المتعلقة بنشاطه وعلى سبيل المثال ارتباطه وعلاقاته بالجهات الحكومية والدولية .

وأدلة الجودة التى تغطى المستوى التكتيكي تتضمن الموضوعات ومجموعة من الإرشادات كما يلى:

(أ) طرق ضبط وصيانة التوثيق .

(ب) التعريف بالتوقيع المعتمد (حين يكون هذا المفهوم مناسب) .

(ج) الطرق المعملية لتتبع القياسات .

(د) إشارات إلى المعايرة وتأكيد طرق الاختبارات المستخدمة .

(ه) طرق إجراء المعايرة والاختبارات .

(و) إشارة إلى الأجهزة الرئيسية والمواد القياسية المستخدمة فى القياس .

(ز) إشارة إلى الطرق المستخدمة فى المعايرة والتأكد منها وصيانة الأجهزة .

(ح) إشارة إلى وسائل التأكد متضمناً برامج المقارنات بين المختبرات واختبارات الكفاءة واستخدام المواد المرجعية ومخططات ضبط الجودة الداخلي .

(ط) الإجراءات التى تلى ردود الفعل وطرق التصحيح عند حدوث تناقضات فى النتائج أو حيود عن السياسات الموثقة والإجراءات المتبعة .

(ي) ترتيبات إدارة المعمل عند السماح بحيود عن وثائق السياسات والإجراءات أو من المواصفات القياسية .

(ك) إجراءات المراجعة والتفتيش .

إن التعليمات تعني الممارسات العامة التى تتعلق بالعديد إن لم يكن بكل القياسات التى يجريها المعمل . وهى عادة مستقلة عن التقنية فالموضوعات التى يمكن أن تتناولها التعليمات هى :

(أ) **المعمل :**

- الوسائل (الأثاث والمبني) .
- الأجهزة .
- الكيماويات والكواشف والمواد المرجعية (إذا كان ذلك قابلاً للتطبيق) .
- تحريات حقلية (إذا كان قابلاً للتطبيق) .
- أخذ العينات (إذا شمل نشاط العمل أخذ العينات) .
- العينات ومواد الاختبار .
- طرق القياس .
- معالجة البيانات .

(ب) نظام الجودة :

- ضبط وصيانة توثيق نظام الجودة .

- المراجعة والتفتيش على نظام الجودة .
- تقارير نتائج الاختبارات .
- ضبط النتائج والتقارير متضمناً مراجعة النتائج وتحديد مدى الدقة (استخدام التجربة الغفل والمواد المرجعية والاشتراك فى اختبارات الكفاءة) .
- تصنيف أدوات المختبر .
- التعامل مع المخلفات .
- الشكاوى .

أما المستوى التشغيلى فيشمل معظم توثيق نظام الجودة ويغطى بمجموعة من طرق التشغيل (SOP's) التى تصف العمليات المحددة والطرق التى سيجريها المعمل .

وهذه تغطى كل الطرق التحليلية والدلائل المتعلقة بالأجهزة والطرق المستخدمة يومياً فى المعمل والتى تشمل عمليات أخذ العينات وتحضيرها وطرق القياس وأى عمليات أخرى تجرى بالمعمل بطريقة متكررة .

ويجب مراجعة نظام الجودة بصورة دورية منتظمة بواسطة الإدارة أو من ينوب عنها للتأكد من استمرار فعالية الإجراءات وأى إجراءات تصحيحية بدأت .

الخدمات المقدمة للعملاء :

يجب أن يعطي المعمل واحداً أو أكثر من الخدمات الآتية :

(1) جمع عينات مياه الشرب أو المياه السطحية أو مياه الصرف الصناعي .

(2) تقييم نوعية عينات المياه .

(3) متابعة عمليات مغالجة المياة .

ويجب على المختبر أيضاً :

(أ) يتعاون مع العميل أو من يمثله ليسهل استيضاح أى طلب بخصوص مراقبة أداء المختبر فيما يتعلق بالعمل ومثل هذا التعاون ربما يتضمن السماح للعميل أو من يمثله من التواجد فى مناطق معينة من الم عمل لمشاهدة الاختبارات التى تجرى للعميل دون التأثير على سرية الأعمال التى تجرى لعملاء آخرين .

(ب) تحضير وتوزيع جزء من مواد الاختبار قد يحتاجها العميل لأغراض أجراء قياسات تأكيدية فى أماكن أخرى .

(ج) الحصول على ردود من العملاء لاستخدامها فى تحسين نظام الجودة .

الشكاوى وضبط الاختبارات غير المتوافقة :

يجب أن يكون لدى المعمل سياسة موثقة وطريقة للتعامل مع الشكاوى التى يتلقاها من العملاء . ويجب الاحتفاظ بسجل لكل الشكاوى والتحريات والإجراءات التصحيحية التى اتخذها المعمل.

ويجب على المعمل التعرف على الأعمال غير المتوافقة والمشاكل المتعلقة بنظام الجودة أو النشاطات المتعلقة بالاختبارات والتى يمكن أن تحدث فى أماكن متعددة ضمن نظام الجودة أو العمليات التقنية مثل شكاوى العملاء وضبط الجودة ومعايرة الأجهزة ومراجعة المواد المستهلكة ومشاهدات العاملين أو رؤساءهم أو تقارير الاختبار وشهادة مراجعة المعايرة ومراجعة الإدارة وردود العملاء أو مشاهدة العاملين وكذلك التفتيش الداخلي والخارجي . ويجب على المعمل أن يكون لديه سياسة وإجراءات يمكن تطبيقها عندما لا يتوافق أو يتفق أى اختبار مع متطلبات العميل .

ويجب أن تتضمن السياسة والإجراءات ما يلي :

(أ) تحديد المسئوليات والمسئولين عن التعامل مع الأعمال غير المتوافقة (متضمنة إيقاف العمل وحجب تقارير الاختبار وشهادات المعايرة إذا كان ضرورياً) .

(ب) تقييم أهمية عدم التوافق .

(ج) اتخاذ الإجراءات للمعالجة الفورية مع اتخاذ أى قرار عن مدى قبول الأعمال غير المتوافقة .

(د) استرجاع النتائج غير المتوافقة من العميل كلما كان ضروريا.

(ه) تحديد المسئولية لمن يخول لهم الحق فى استئناف العمل .

وعندما يشير التقييم الى أن الأعمال غير المتوافقة يمكن أن تعالج أو أن هناك احتمالات لمصداقية الشكوى عن أعمال ا المعمل فيما يتعلق بسياسة الخاصة وطرق تحاليله فإن الإجراءات التصحيحية يجب اتخاذها فوراً للتعرف على الأسباب الجذرية للمشكلة وإزالة الأسباب .

الإجراءات التصحيحية :

على المعمل أن يبني سياسة وطريقة وأن يعين مسئولاً لاتخاذ الإجراءات التصحيحية عند اكتشاف أية أعمال غير متوافقة أو حيود عن السياسات والطرق المذكورة فى نظام الجودة أو طرق التشغيل التقنية .

ويجب على المعمل أن يوثق ويطبق التغيرات المطلوبة على طرق التشغيل والتى تظهر سلبياتها من خلال الإجراءات التصحيحية .

وتبدأ طريقة التصحيح بتحريات لتحديد السبب الرئيسي للمشكلة ويمكن أن يكون من بين الأسباب متطلبات العميل أو العينات أو مواصفات العينة أو الطريقة والإجراءات المتبعة فى التحاليل ومهارات الفنيين وتدريبهم والمواد المستهلكة والأجهزة ومعايرتها .

وبعد التعرف على أسباب عدم توافق العمل يجب على المعمل التعرف على الإجراءات التصحيحية واختيار وتطبيق الإجراءات الأكثر ملائمة لإزالة المشكلة ومنع تكرارها .

إن أى إجراء يتبع لإزالة أسباب عدم التوافق يجب أن يكون بدرجة مناسبة لحجم المشكلة ويعادل الأخطار المتوقعة وبعد تطبيق إجراءات التصحيح يجب على المعمل مراقبة النتائج للتأكد من أن الإجراءات التى اتخذت كانت فعالة فى التغلب على المشكلات التى تم التعرف عليها . وعندما يكون التعرف على عدم التوافق أو الحيود يعطى ظلالاً من الشك على إلتزام المعمل بسياسته وطرقه المعلنة أو على إلتزامه بهذا الدليل فإن على المختبر أن يجرى وبسرعة التفتيش

على مجالات النشاط المعنية . مثل هذا التفتيش الخاص يلى مباشرة التطبيق لإجراء التصحيح ليؤكد مصداقيته . والتفتيش الخاص يجب أن يكون ضرورياً فقط عند تعرض مصداقية النتائج للخطر .

الإجراءات الوقائية :

على المعمل **أن** :

(أ) يتعرف على التحسينات المطلوبة ومصادر عدم التوافق سواء كانت تقنية أو متعلقة بنظام الجودة .

(ب) إعداد خطط للإجراءات الوقائية .

(ج) رصد التحسن .

وتتضمن إجراءات التصحيح خطوات البدء وتطبيق السيطرة للتأكد من فاعليتها وبما تضمن الإجراءات الوقائية بالإضافة إلى مراجعة طرق التشغيل وتحليل النتائج وتحليل نتائج اختبار الكفاءة وتحليل المخاطر .

مراجعة وتفتيش المعمل :

إن المراجعة والتفتيش من المظاهر الهامة فى إدارة نظام الجودة . والتفتيش على الجودة هى مراجعة دورية على نظام جودة المعمل للتأكد من فاعليته وتطبيقه والإلتزام به ، أما مراجعة الجودة فهى اختبار دوري على نظام الجودة للتأكد أنه يفي بمتطلبات المختبر ومتطلبات مستويات الجودة . ويجب تناول

المراجعة والتفتيش بحيث تتضمن قائمة مراجعة تفاصيل الموضوعات الكيميائية بالمعمل والتى يجب فحصها خلال التفتيش على الجودة .

وعلى الجهات المانحة للتفويض والاعتماد أن تجرى تفتيشاً دورياً وفق جدول زمني محدد (عادة يستكمل خلال عام واحد) واتمام إجراءات التفتيش على نشاطات المعمل للتأكد من أن التشغيل يتم بطريقة تتفق مع متطلبات نظام الجودة وكذلك هذا الدليل . ويجب أن يتناول برنامج التفتيش كل العناصر الخاصة بنظام الجودة بما فى ذلك النشاطات الاختبارات .

أن مسئولية مدير النوعية للمعمل هى التخطيط والترتيب للتفتيش بما يتوافق مع الجدول الزمني الموضوع وكما هو مطلوب من الإدارة . وهذا التفتيش يجب أن يجرى بواسطة أشخاص مدربين أكفاء واللذين كلما سمحت الموارد يكونون مستقلين عن النشاط المراد التفتيش عليه .

وعندما تؤدى نتائج التفتيش إلى شك أو صواب فى التشغيل وصلاحية الاختبارات أو النتائج فإن على المعمل أن يتخذ الإجراءات التصحيحية الفورية وأن يبلغ العميل كتابه عندما تدل التحريات أن نتائج المعمل ربما تتأثر .

إن مجال النشاط الخاضع للتفتيش والإجراءات التصحيحية المترتبة عليها يجب أن تسجل . وعلى إدارة المعمل أن تتأكد أن هذه الإجراءات التصحيحية قد اتخذت خلال وقت ملائم ومتفق عليه .

وعلى إدارة المعمل بمسئوليتها التنفيذية وبصورة دورية (مرة كل 12 شهر) وطبقاً لجدول زمني سبق إعداده وطريقة عمل محددة أن يجرى مراجعة

لنظام الجودة ونشاطات الاختبار للتأكد من استمرار ملائمتها وفاعليتها ولإدخال اى تغيرات أو تحسينات ضرورية . ويجب أن تأخذ المراجعة فى الاعتبار التقارير من الرؤساء والقيادات المشرفة ونتائج التفتيش الحديث والإجراءات التصحيحية والوقائية والتقييم بواسطة هيئات خارجية ونتائج المقارنة بين المعامل واختبارات الكفاءة وأية تغير فى حجم ونوع العمل الجاري وردود الفعل من العملاء بما فى ذلك الشكاوى والعوامل الأخرى المتعلقة بالعمل مثل تسهيلات ضبط الجودة والموارد وتدريب الفنيين .

ويجب أن تغذى هذه النتائج نظام التخطيط ب المعمل وأن تحتوى على الأهداف والخطط الإجرائية للعام الذي يليه . ويجب تسجيل ما يمكن أن ينتج من مراجعة الإدارة والإجراءات التى اتخذت وعلى الإدارة أن تتأكد من أن هذه الإجراءات قد صدرت خلال فترة زمنية مناسبة ويجب توافر نسخة من تقرير التفتيش والمراجعة لأخذه فى الاعتبار عند تجديد الاعتماد .

الفصل الثـــانى

متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل

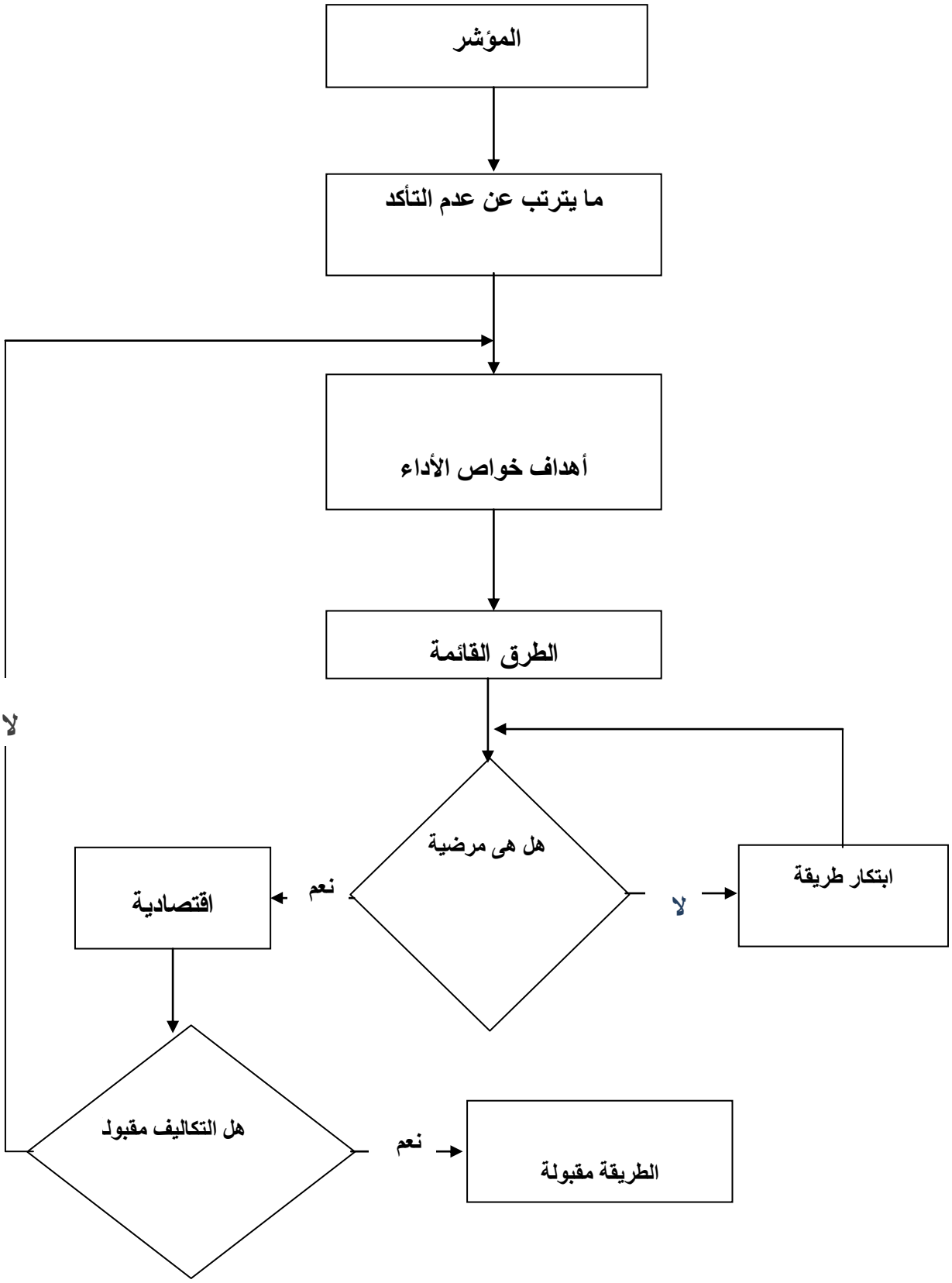
الفصل الثانى

متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل

طرق العمل :

يجب أن يستخدم المعمل طرق اختبار متضمنة طرق أخذ العينات ومعالجتها ونقلها وتخزينها وتحضير المواد التى ستختبر والتى يجب أن تفى بمتطلبات العميل والتى تكون مناسبة للاختبار ويفضل تلك الطرق القياسية . ويجب على المعمل أن يؤكد أنه يستخدم آخر طبعه من الطرق القياسية إلا إذا كان من غير المناسب أو الممكن استخدامه .وكلما كان ضرورياً فإنه الطرق القياسية يجب أن تكون مكملة بالتفصيلات الإضافية لضمان تطابق النتائج .

ويعتمد اختيار الطريقة على عدة عوامل أهمها خواص الأداء الأساسية ويبين الشكل التالي طريقة العمل التفصيلية لاختيار الطريقة :


المؤشر
ما يترتب عن عدم التأكد
أهداف خواص الأداء
الطرق القائمة
هل هى مرضية
نعم
اقتصادية
لا
ابتكار طريقة
لا
هل التكاليف مقبول
نعم
الطريقة مقبولة

وعندما لا يحدد العميل الطريقة اللازمة للاستخدام فإن المعمل ر عليه أن يختار المعايير الملائمة المنشورة دولياً أو اقليمياً أو محلياً أو المنشورة بواسطة المنظمات التقنية ذات السمعة الجيدة أو التى نشرت فى المجلات العلمية المختصصة .

والطرق التى يبتكرها المعمل ر أو يتبناها يمكن استخدامها أيضاً إذا كانت ملائمة للغرض المقصود وتم قبولها للتطبيق. ويجب إخبار العميل بالطريقة التى اختيرت . وعلى المعمل ر أن يؤكد أنه يستخدم طرقاً قياسية بشكل صحيح قبل إجراء الاختبارات والمعايرات . وإذا ما تغيرت الطرق القياسية المستخدمة وجب إعادة التأكيد .

وعلى المعمل اخبار العميل بأن الطريقة المقترحة منه تعتبر غير ملائمة إذا كان الأمر كذلك أو أنها قديمة ويمكن للمعمل أن يرفض إجراء الاختبار وفقاً لهذه الطرق التى قد تؤثر على النتائج المرجوه أو تقلل من صلاحيتها .

وإدخال طرق اختبارات مطورة با لمعمل لاستخداماته الخاصة يجب أن تكون نشاطاً مخططاً وأن تكون معتمدة بالفنيين الأكفاء وموثقة بالموارد الكافية . ويجب تحديث هذه الخطط مع التطور ويجب أن يؤكد الاتصال الفعال بين كل الفنيين "المعنيين وعندما يكون من الضروري استخدام طرق غير موجودة فى الطرق القياسية فإن ذلك يكون خاضعاً للاتفاق مع العميل ويجب أن يتضمن مواصفات واضحة باحتياجات العميل وغرض الاختبار . ويجب أن توثق الطرق

المبتكرة جيدا قبل استخدامها وأن تكون متاحة للاختبار بواسطة العميل والمستفيدين المخولين الآخرين .

ويمكن إدخال طرق وأساليب جديدة قبل إجراء الاختبار وأن تحتوى على الأقل المعلومات الآتية :

(أ) النطاق .

(ب) وصف نوع المادة المختبرة .

(ج) المؤشرات والكميات اللازم تقديرها .

(د) الأجهزة والمواد المرجعية والقياسية المطلوبة .

(ه) الظروف البيئية المطلوبة وفترة الثبات المطلوبة .

(و) وصف لطريقة العمل متضمناً .

- لصق علامات للتعرف – المعالجة – النقل – التخزين واعادة المادة .
- مراجعة الأجهزة للتأكد أنها تعمل بكفاءة وكلما تطلب الأمر معايرتها وضبطها قبل كل استخدام .
- طرق تسجيل الملاحظات والنتائج .
- إجراءات الأمان .

(ز) المعايير والمتطلبات للقبول والرفض .

(ح) تسجيل البيانات وطرق تحليلها وعرضها .

(ط) الإجراءات المتبعة لتقدير النتائج غير الموثوق بها .

وعندما تشتق النتائج بواسطة تقنيات إليكترونية لمعالجة البيانات فإن استقرار ومعقولية النظام يجب أن يكونا ذو مستوى بحيث لا يؤثر فى دقة النتائج.

ويجب أن يكون النظام المستخدم قادراً على تمييز أية أعطال خلال تطبيق البرنامج وأن يتخذ الإجراءات الملائمة .

ويجب على معامل التحاليل أن تؤكد قدرتها على إنجاز أداء مرضي مع خصائص أداء التوثيق لأى طريقة وذلك قبل إجراء تحليل للعينات .

ويجب أن تدرس قابلية التطبيق للطرق المستخدمة فى المعامل ويصدق عليها قبل استخدامها وكلما كان متاحاً يجب استخدام المواد المرجعية لتحديد أية انحرافات منظمة وإذا لم يكن ذلك ممكناً وجب مقارنة النتائج بتلك التى يحصل عليها باستخدام تقنيات أخرى من المفضل أن تكون مبينة على أساس مغاير للتحليل . وتحديد مدى عدم الثقة يجب أن يكون جزءاً من عملية التوثيق وأن يكون أساسياً لضبط الجودة السائد .

ويجب دراسة قابلية التطبيق الكامل لكل الطرق المستخدمة والنتائج وبيان حدود تطبيقاتها وأن تكون الطرق المستخدمة خاضعة لنظام ضبط الجودة والمعايرة . وربما يجد المعمل أنه من الملائم تبنى شكل موحد لقابلية تطبيق الطرق .

إن التطورات فى المنهج والتقنيات يتطلب تغيير فى الطرق المستخدمة من وقت لآخر والطرق القديمة الملغاه يجب سحبها ولكن يجب حجزها لأغراض الأرشيف ويجب وضع علامة (ملغاه) عليها . والطرق المنقحة البديلة يجب أن

تكون كاملة التوثيق ومجازه من المسئول ب المعمل الذى وافق على استخدام الطريقة وتاريخ هذه الإجازة .

وعندما تجرى تعديلات طفيفة على الطريقة المستخدمة تشمل تغيير حجم العينة واستخدام كواشف مختلفة فإن الطريقة المنقحة يجب دراسة قابلية تطبيقها وتبيانها للجهات المانحة للتفويض أو الاعتماد فى الزيارة المقبلة . وعندما يشمل التغير فى الطريقة تغيراً فى النطاق مثل التغير الجوهري فى التكنولوجيا أو المنهج فإن على المعمل الحصول على موافقة الجهات المانحة للاعتماد مسبقاً . وأنه من حق الجهات المانحة للاعتماد ومقيموها أن تطلب إعادة تقييم لهذه التقنية اعتماداً على النطاق القائم للعمل المعتمد داخل المعمل .

ويجب أن يضمن المعمل نوعية طرق العمل المستخدمة بإجراءات مخططة تشتمل:

(أ) مخططات ضبط الجودة الداخلي باستخدام تقنيات إحصائية .

(ب) الاشتراك فى مقارنات مع معامل أخرى أو برامج اختبار الجودة .

(ج) الاستعمال المنتظم للمواد المرجعية أو ضبط الجودة الداخلي باستخدام مواد مرجعية ثانوية .

(د) تكرار الاختبارات أو المعايرات باستخدام نفس الطريقة أو غيرها .

(ه) إعادة الاختبارات أو المعايرات للمواد المحتجزة .

(و) ربط النتائج للخصائص المختلفة للمواد .

أخذ العينات ومعالجتها وتحضيرها :

إن الاختبارات التحليلية ربما تكون لعدة إغراض منها تحديد قيمة متوسطة لمؤشر فى عينة أو تحديد صورة عن قيمة تركيز المؤشر عبر عينة أو لتحديد تلوث محلى فى العينة وبوضوح فإن طريقة أخذ العينة سوف يعتمد على سبب التحليل .

وإذا كان الجزء المستخدم فى التحاليل لا يمثل العينة الأصلية فإنه سيكون من الصعب أن تنسب النتيجة التحليلية إلى تلك الموجودة أصلاً مهما كانت جودة التحاليل التى أجريت أو مهما إجريت التحاليل بعناية . وربما تعتمد النتائج النهائية على الطريقة التحليلية المستخدمة ولكنها ستعتمد دائماً على عملية أخذ العينات .

وإذا تطلبت إجراءات تحسين الطرق التحليلية استخدام كميات أقل من العينة فإن الخطأ المصاحب عند أخذ العينة سوف يزداد أهمية ولا يمكن ضبط الخطأ الناشئ عن أخذ العينات باستخدام مواد قياسية أو مرجعية وطريقة أخذ العينات هى دائماً مصدر للخطأ وفى العديد من المجالات الخاصة بالتحاليل فإن المشاكل المصاحبة عند أخذ العينات قد أشير إليها ووثقت الطرق ونشرت ويجب على المحللون أن يرجعوا إلى الطرق القياسية العالمية كلما كان ذلك ملائماً . وعندما لا تتاح طرق معينة فإن على المحلل أن يعتمد على الخبرة أو يطوع طرقاً أخرى مطبقة فى أغراض مشابهة . وفى حالة الشك فإن المادة مجال التحليل وأى عينات تؤخذ منها يجب معاملتها دائماً على أنها متباينة .

إن اختيار عينة أو عينات ملائمة من كميات كبيرة من المادة هى مرحلة هامة فى التحاليل الكيميائية . وهى نادراً ما تكون أمراً مباشراً . وفى الحالة المثالية إذا كانت النتائج النهائية ذات قيمة عملية يجب إجراء مرحلة أخذ العينات بواسطة أو تحت إشراف آخذ عينات ماهر ذو دراية بمحتوى التحاليل الكلية وهذا الشخص غالباً ما يكون محللاً أو أحد المدربين المتخصصين فى أخذ العينات . وحيث أنه ليس عملياً الاستعانة بالاشخاص المهرة فى مجرد أخذ العينات فإن المعمل يشجع التعاون مع العميل وإعطائه النصيحة وربما المساعدة العملية للتأكد من أن العينات التى يجلبها العميل مناسبة بقدر الإمكان .

هناك قواعد هامة يجب إتباعها عند تصميم وإعداد أو إتباع استراتيجية لأخذ العينات :

(أ) يجب تفهم الغرض من التحاليل ويصمم طريقة أخذ العينات وفقاً لذلك وتعتمد استراتيجية اخذ العينات على طبيعة المشكلة على سبيل المثال.

- إذا كان متوسط تركيز المؤشر المراد تحليله فى العينة مطلوباً .
- إذا كان توزيع العنصر المراد تحليله فى العينة مطلوباً .
- إذا كان من المتوقع أن تكون العينة ملوثة بعنصر معين ومن المحتمل أن تكون هناك عوامل غير تحليلية مثل طبيعة المنطقة المختبرة .

(ب) من الخطأ افتراض أن كل العينات متجانسة حتى وإن بدت كذلك وعندما تكون العينة فى اثنين أو أكثر من الأطوار الفيزيائية فإن توزيع المادة المراد قياسه ربما يتغير فى كل طور وربما كان من الملائم فصل الطورين ومعامله كل منهما كعينة منفصلة وبالمثل ربما كان من الملائم خلط

الطورين معاً والعمل على تجانسهما فى طور واحد . وفى المواد الصلبة ربما يكون هناك تفاوتاً ملحوظاً فى تركيز المادة المراد قياسها إذا كان توزيع حجم الحبيبات للمادة الرئيسية يتفاوت كثيراً خلال فترة زمنية حيث تترسب العينة وربما كان من الملائم قبل أخذ العينة . إذا كان ذلك عملياً خلط المادة للتأكد من أن توزيع حجم الحبيبات يمثل الحقيقة . وبالمثل ربما يتفاوت توزيع تركيز المادة المراد تقديرها فى العينة الصلبة عندما تتعرض أجزاء من العينة لاجهادات مختلفة .

(ج) يجب الأخذ فى الاعتبار عند تصميم استراتيجية أخذ العينات خواص المادة المراد تقديرها وربما كان من المهم الأخذ فى الاعتبار تطاير المادة وحساسيتها للضوء وتأثرها بالحرارة ونشاطها الكيميائي وكذلك اختبار الأجهزة وظروف التعبأه والتخزين . ويجب اختيار الأجهزة المستخدمة لأخذ العينات وطرق تجزأه العينة ونقلها وتحضيرها وحفظها واستخلاصها وذلك لتجنب أية تغيرات غير مقصودة فى طبيعة العينة والتى ربما تؤثر على النتائج النهائية .

إن مفهوم الخطأ الوزني أو الحجمي عند أخذ العينة يجب أخذه فى الاعتبار وكذلك أية أجهزة تحتاج لمعايرة دقيقة . وربما كان من الملائم إضافة كيماويات كمواد حافظة مثل الأحماض ومضادات الأكسدة على العينات لتثبيتها وهذا على درجة عالية من الأهمية فى تحليل التركيزات المتناهية فى الصغر عندما تكون هناك خطورة من أدمصاص المواد المراد تقديرها على جدران الأوعية المستخدمة لتخزين العينات .

(د) ربما كان من الضروري الأخذ فى الاعتبار الاستخدام والقيمة للمادة الأصلية المتبقية بمجرد أخذ العينة للتحليل ويعتبر أخذ العينات بطريقة يؤثر عليها من السوء بحيث يجعلها عديمة القيمة والنفع .

(ه) يجب أن يكون لدى المعمل خطة وإجراءات لأخذ عينات مياه الشرب و الصرف عندما تجرى تحاليل لمواد أو أوساط أو منتجات .

إن خطة وطريقة أخذ العينات يجب توافرها عن الموقع المراد اختباره . ومهما كانت الاستراتيجية المستخدمة لأخذ العينات فإنه من الأهمية الحيوية أن يحتفظ المسئول عن أخذ العينة بسجل واضح للإجراءات المتخذة بالترتيب حتى يمكن من التكرار المتماثل ويجب توثيق إجراءات أخذ العينات بطريقة كاملة ودورية .

(و) وعندما تؤخذ أكثر من عينة من نفس المكان بما يكون من المفيد أن يحتوى التوثيق على شكل توضيحي ليوضح مكان أخذ العينة وذلك يجعل من السهل تكرار أخذ العينات من نفس المكان إذا تطلب الأمر ذلك فى وقت لاحق وكذلك ربما يساعد فى الوصول إلى استنتجات من نتائج التحاليل .

(ز) عندما يكون المعمل غير مسئولاً عن مرحلة أخذ العينات يكون من الملائم أن يذكر فى التقرير أنه قد تسلم العينة وقام بتحليلها .

أما إذا كان المعمل قد قام بإجراء مرحلة أخذ العينات فيكون من الملائم ذكر طريقة العمل التى استخدمت وأية ملحوظات قد يكون لها تأثير على النتائج .

إن تعبئة العينة والأجهزة المستخدمة للتعامل مع العينة يجب أن تختار بحيث تكون كل الأسطح التى تلامس العينة خاملة ويجب أن يعطى اهتمام خاص

لاحتمال تلوث العينات عن طريق ذوبانية الفلزات أو المبيدات من جدران الوعاء أو غطائه ويجب أن تضمن طريقة تعبئة العينة عدم التسبب فى أية أخطار كيميائية أو بيولوجية ويجب أن تكون التعبئة والتغطية كافية لضمان عدم تسرب العينة من الوعاء أو تلوثها .

وفى بعض الظروف على سبيل المثال عندما تؤخذ العينة لأغراض قانونية فإن يجب أن تغلق العينة جيداً . بحيث لا تسمح بالحصول على جزء من هذه العينة دون فض الأختام وتأكيد الحالة الجيدة التى وجدت عليها الأختام هى جزء من تقرير التحاليل .

إن الملصق الذى يوضع على العينة يعد مظهراً مهماً للتوثيق ويجب أن يميز العينة بشكل واضح وما يرتبط بها من خطط وملاحظات .

ووضع ملصق على العينة عملية مهمة فى العمليات التحليلية عندما يتطلب الأمر تقسيم أو توزيع العينة إلى عينات أخرى أو عندما تعدل الطريقة وتحت هذه الظروف فإنه من الملائم إضافة معلومات إضافية أخرى مثل المرجعية إلى العينة الرئيسية وأى عمليات أخرى تستخدم لاستخلاص أو تقسيم العينة ويجب أن يثبت الملصق على العبوة بطريقة مناسبة وأن يكتب بوسيلة لا تسمح ببهتان الكتابة ويمكن تعقيمها ولا يؤثر انسكاب العينة أو المحاليل أو ارتفاع الحرارة أو الرطوبة عليها .

وهناك متطلبات معينة فى وضع الملصق والتوثيق بالنسبة للعينات المستخدمة فى التقاضى وربما يضاف ملصق إضافي لتوقيع الأشخاص الذين

تعاملوا مع العينة (من أخذ العينة ومن قام باختيارها وتحليلها وعادة ما يتبع اسلوب تسلسل الحيازة للعينة) وما يشمله من توثيق كإيصال الاستلام الذى يظهر أن توقيعا واحداً كما هو مبين على الملصق يدل على من قام بنقل العينة إلى الخطوة والتوقيع التالي وهذا يدلل على الحفاظ المستمر على العينة .

ويجب أن تخزن العينات بطريقة لا تسمح بالإضرار بالعاملين ب ا لمعمل وتحافظ على تكامل العينة . ويجب الحفاظ على منطقة التخزين نظيفة وأن ترتب بحيث لا تسمح بأن تتلوث أو تلوث أو تتلف العبوة وأختامها .

ويجب تجنب الظروف البيئية القاسية التى قد تغير من تكوين العينة على سبيل المثال فقدان المادة عن طريق التحلل أو الادمصاص ويجب استخدام مستوى ملائم من الأمان يحد من وصوله غير المخولين للعينات .

ويجب تدريب كل الفنيين المكلفين بالتعامل مع العينات تدريباً جيداً كما يجب على المختبر أن يكون لديه سياسة موثقة لاستقبال والحفاظ والتخلص من العينات وأسلوب التخلص يجب أن يأخذ فى الاعتبار الإرشادات السابق ذكرها .

ويجب على المعمل أن يكون لديه إجراءات لتسجيل كل البيانات والعمليات المتعلقة بأخذ العينات والتى تشكل جزءاً من التحاليل التى يجريها وهذه السجلات يجب أن تحتوى على الإجراءات المتبعة لأخذ العينات والتعرف على آخذ العينات والظروف البيئية (إذا كان لها علاقة) والتخطيطات أو الوسائل المكافئة للتعرف على موقع أخذ العينات وإذا اقتضت الضرورة الإحصائيات التى بنيت عليها طرق أخذ العينات .

ويجب أن يكون لدى المعمل إجراءات لنقل واستقبال والتعامل والمحافظة والتخزين والتخلص من العينات متضمناً كل الشروط التى تحافظ على تكامل العينات المختبرة .

ويجب أن يكون لدى المعمل نظام للتعرف على المواد المختبرة وهذا التعرف يجب الحفاظ عليه خلال فترة بقاء العينة ب المعمل . ويجب أن يصمم النظام ويدار بطريقة تضمن عدم الخلط عندما يشار للعينات فى السجلات ويجب أن يتضمن النظام إذا كان ذلك ملائماً أقسام من مجموعات المادة المختبرة وطريقة نقلها داخل وخارج المعمل .

وعند استقبال العينات للاختبار أو المواد للمعايرة فيجب تسجيل أى انحراف أو حيود أو اختلاف عن المعتاد من الظروف المحددة المعتادة وعندما يكون هناك شك فى ملائمة المادة أو العينة للاختبار أو المعايرة أو عندما لا يتوافق أى اختبار مع ما هو موصوف وعندما لا يذكر طريقة الاختبار أو المعايرة المستخدمة بالتفصيل الكافي فإن المختبر عليه أن يراجع العميل لمزيد من التعليمات قبل الشروع فى التنفيذ وعليه أن يسجل المناقشة .

وعلى المعمل أن يكون لديه الإجراءات والتسهيلات الملائمة لمنع تدهور أو فقدان أو فساد العينات المرسلة للتحليل أو المعايرة خلال فترة التخزين والتعامل التحضير وأن يتبع التعليمات المصاحبة للعينات . وعندما تخزن العينات تحت ظروف بيئية محددة فإن هذه الظروف يجب المحافظة عليها ورصدها وتسجيلها وعندما تحفظ عينة الاختبار أو المعايرة أو جزءاً منها حفاظاً آمناً (على سبيل

المثال لأسباب التسجيل والأمان أو القيمة أو لتمكن من إجراء تجارب مكملة أو لإجراء المعايرة فى وقت لاحق) يجب على المختبر أن يتخذ إجراءات التخزين والأمان التى تحمى الظروف والتكامل للعينة أو الجزء المعني منها .

صلاحية طرق التحليل (قابلية التطبيق) (Validation) :

الصلاحية يعنى التأكيد بالاختبار وإعطاء الدليل الفعال على أن متطلبات معينة لاستعمال محدد قد تم الالتزام به وعادة فإن قابلية التطبيق أو الصلاحية هو توازن بين التكاليف والأضرار والإمكانيات التقنية .

وتتضمن الصلاحية مواصفات المتطلبات وتحديد خصائص الطرق ومقارنة المتطلبات مع قيمة خصائص الطريقة ثم التصريح بالصلاحية وعلى المختبر أن يثبت صلاحية الطرق غير القياسية والطرق المصممة والطرق القياسية التى تستخدم خارج نطاق المدى المقصود وتكبير الطرق القياسية لتتوافق مع الطرق المستخدمة مع الاستخدام المقصود ودراسة صلاحية الطريقة يجب أن يكون شاملاً كلما كان ذلك ضرورياً ليقابل الاحتياجات فى تطبيق معين أو مجالات من التطبيق ويجب أن يسجل المعمل النتائج التى يحصل عليها والطريقة المستخدمة لإثبات الصلاحية والتصريح عندما تكون الطريقة مطابقة للغرض المقصود .

وتؤسس الصلاحية بدراسات لإثبات أن خصائص الأداء للطريقة تقابل المواصفات المرتبطة بالاستخدام المقصود للنتائج التحليلية وخصائص الأداء تشمل :

- الإنتقالية والتحديد .

- المدى .
- العلاقة الخطية .
- الحساسية .
- حد التمييز .
- حد التقدير .
- المرونة .
- الدقة .
- التحديد .

وهذه المؤشرات يجب أن تذكر بوضوح فى الطريقة الموثقة بحيث يستطيع المستخدم تقييم مدى ملائمة هذه الطريقة لاستخدام معين .

إن الطرق القياسية المستخدمة يجب أن تدرس حدود صلاحيتها فى كل معمل لتبين أن الأداء الموثق يمكن الحصول عليه . وحتماً فإن هناك خلاف فى الآراء على النظرية المستخدمة فى حسابات هذه المؤشرات وتقدم التفسيرات التالية للإرشاد وليس كرؤية مؤكدة .

الانتقائية Selectivity:

يدل هذا التعبير على المدى الذى يمكن أن يحدد مكون أو مكونات محددة فى مخلوط معقد دون تداخلات من المكونات الأخرى فى المخلوط . والطريقة التى تكون انتقائية تماماً لمكون أو مجموعة من المواد يقال عنها محددة (Specific) . إن تطبيق الطريقة يجب أن يدرس باستخدام عينات مختلفة تتراوح نوعيتها بين المادة القياسية النقية والمخلوط ذو الخلفية المعقدة . وفى كل حالة فإن المردود

(Recovery) من المادة المقاسة يجب تحديده وذكر تأثير التداخلات المتوقعة . وكل تقييد فى تطبيق الطريقة يجب توثيقه .

المدى Range:

يحدد المدى العملي لطريقة بفحص العينات بتركيزات مختلفة وتحديد مدى التركيز الذى يمكن عنده الحصول على درجة مقبولة من الدقة والتحديد .

والمدى العملي غالباً ما يكون أكثر شمولاً عن المدى الخطي والذى يحدد بتحليل عدد من العينات المختلفة فى التركيز وحساب الارتداد من النتائج باستخدام طريقة المربعات الأقل (Least Squares) . وليس من الضروري أن تكون أو تحسينات خطية تماماً لكي تكون الطريقة فعالة .

والطرق التى تبين خطية جيدة لخمسة مواد قياسية مختلفة التركيز (بالإضافة إلى التجربة الغفل) تعد كافية من أجل الحصول على منحنيات المعايرة . وعندما تكون العلاقة الخطية ليست كذلك تماماً يجب زيادة المواد القياسية .

الخطية Linearity:

تحدد بتحليل عينات ذات تركيز يتعدى المدى المعروف عن الطريقة وتستخدم النتائج فى حساب خط الارتداد مع التركيز باستخدام طريقة المربعات الأقل . ويكفى أن تكون الطريقة خطية على مدى معين من التركيز ولا يعتبر ذلك ضرورة مطلقة . وعندما لا يحصل على خطية لطريقة معينة فإنه من الممكن استخدام طريقة جبرية للحسابات .

الحساسية Sensitivity:

وهى الفرق بين تركيز المادة المطلوب تحليلها والذى يطابق أقل فرق فى استجابة الطريقة الذى يمكن تميزه . ويمثل بميل منحنى المعايرة ويمكن قياسه بواسطة المربعات الأقل أو عملياً باستخدام عينات تحتوى على تركيزات مختلفة من المادة المطلوب تحليلها .

حد التمييز Limit of Detection:

ويقاس بإعادة تحليل كمية من التجربة الغفل وهو تركيز المادة الذى تكافئ استجابتها متوسط الاستجابة للتجربة الغفل مضافاً إليها ثلاثة أضعاف الحيود القياسي .

حد التقدير Limit of Quantitation:

وهو أقل تركيز من المادة التى يمكن تقديرها بمستوى مقبول من التكرارية والدقة . ويجب إيجادها باستخدام عينة قياسية مناسبة وهو يعني عادة أقل نقطة فى منحنى المعايرة (باستبعاد التجربة الغفل) ولا يجب تقديره بالاستنباط أو بمد خط المعايرة .

المرونة Ruggedness (Robustness):

عندما تستخدم المعامل المختلفة نفس الطريقة فإنها عادة تلجأ إلى إدخال تغيرات ضئيلة فى طريقة العمل والتى من الممكن أن يكون لها أو لا يكون لها تأثير ملحوظ على أداء الطريقة . وتقاس المرونة بادخال تغيرات متعمدة على

ظروف الطريقة مثل تغيير درجة الحرارة والرقم الايدروجيني والزيادة من الكاشف ودراسة تأثيرها .

الدقة Accuracy:

وهو قرب قيمة المادة التى أجرى تحليلها من القيمة الحقيقية ويمكن أن يعرف ذلك باستخدام عينة قياسية مرجعية . وعندما لا يتوافر وجود عينة قياسية يمكن تقدير الدقة بإضافة كمية محدودة ومعروفة من كيماويات قياسية لجزء من المادة المراد قياسها . ويمكن استخدمها لتقدير الدقة للمراحل التى تلى الإضافة . ويمكن إيجاد الدقة

بمقارنة النتائج التى يحصل عليها بتلك التى يحصل عليها باستخدام طريقة أخرى قاطعة أو طرق عمل بديلة وكذلك من الدراسات البينية .

دقة التكرارية Precision:

وهو تعبير على قرب الاتفاق بين نتائج اختبارات مستقلة وعادة ما يعبر عنه فى صورة الحيود القياسي وهو يعتمد عادة على تركيز المادة وهذا الاعتماد يجب تقديره وتوثيقه ويمكن التعبير عنه بطرق مختلفة تعتمد على ظروف الحسابات . والتكرارية (Repeatability) هى نوع من دقة التكرارية (Precision) والتى تستنبط من قياسات متكررة اجريت تحت ظروف يمكن تكرارها وهذا يعنى استخدام نفس الطريقة – نفس المواد – نفس الشخص – نفس المعمل وذلك فى فترة زمنية متقاربة وقابلية إعادة الاخراج (Reproducibility) هو مفهوم من دقة التكرارية يعزى لقياسات تجرى تحت ظروف يمكن اعادتها

مثل استخدام نفس الطرق – أشخاص مختلفين – معامل مختلفة – أجهزة مختلفة وعلى فترات زمنية متباعدة . ويتطلب استمرار استخدام الطرق مراجعة منتظمة للتأكد من أن احتياجات العميل مازالت تنجز . واختلاف المتطلبات يقتضي تعديل فى خطة التطوير وإعادة اختبار الصلاحية والموافقة عليها وتفويضها .

الكواشف والمواد المرجعية والكيماويات القياسية :

يجب على المعمل أن يستخدم النوعية المناسبة من الكيماويات والكواشف للاختبارات المعنية . وربما يؤخذ فى الاعتبار متطلبات النقاوة للكيماويات القياسية فيما يتعلق بالتحمل (Tolerance) المجاز للطريقة وعلى سبيل المثال فإن تحمل أقل من 0.1% لقيمة مستهدفة سوف يتطلب استخدام كيماويات قياسية ذات تركيز مؤكد أكبر من 99.9% وتجرى المعايرة فى عديد من التحاليل باستخدام مواد قياسية محضرة بالمختبر من كيماويات معلومة النقاوة والتركيب . ومسئولية المستخدم أن يتحقق من أن نوعية المواد القياسية مرضية وعادة يتم التحقق من كل دفعة جديدة من المواد بمقارنتها بالقديم .

إن درجة نقاوة أى كاشف (حتى الماء) يجب أن تكون كما هو مذكور فى الطريقة . والاحتياطات مثل السمية والقابلية للاشتعال والثبات الحراري والضوئي والقابلية للتفاعل مع مواد كيميائية أخرى أو مع مادة الوعاء وكذلك أية أخطار أخرى يجب أخذها فى الاعتبار . والكواشف التى تحضر فى المختبر يجب وضع ملصق عليها ليسهل التعرف عليها وعلى قوتها والمذيب المستخدم (عندما لا يكون الماء) وأية احتياطات خاصة أو أخطار متوقعة أو قيود على الاستخدام وكذلك

تاريخ التحضير وتاريخ انتهاء الصلاحية ويجب أن يسهل التعرف على الشخص المسئول عن تحضير الكواشف من خلال الملصق أو من السجلات .

ويجب على المعمل استخدام مواد مرجعية وهى مواد أحد خواصها أو أكثر معروف بدرجة كافية لاستخدامها فى تقييم المواد . ويجب على المعمل استخدام مواد مرجعية موثقة وهى مواد أحد خواصها أوأكثر له شهادة أو وثيقة مصاحبة له بقيم خواصه التى حصل عليها بطريقة صالحة من الجهة المصدرة للشهادة . وعلى كل حال فليس كل المواد صالحة لنفس المقياس . وتفاصيل تجارب التجانس وتجارب الثبات والمواد المستخدمة فى التفويض ودرجة الشك والتفاوت فى قيم المواد يمكن الحصول عليها من المنتج وتستخدم للحكم على الأصل .

ويجب استخدام المواد المرجعية كلما كان ذلك ممكناً لإمكان التقصي الأساسى فى قياس الكيماويات ولبيان دقة النتائج ومعايرة الأجهزة ورصد أداء المعمل وصلاحية الطرق وليمكن من مقارنة الطرق بالاستخدام كمواد نقل قياسية وعندما يتداخل الوسط فيجب إعادة اختبار صلاحية الطريقة باستخدام مواد قياسية موثقة لها فى وسط مقارب للعينة وعندما لا يتوافر وجود مثل هذه العينات فربما يكون مقبولاً استخدام عينة أضيف لها مادة كيميائية قياسية .

والمواد المرجعية والكيماويات القياسية يجب أن يكون عليها ملصقات بحيث لا يمكن الخطأ فى تميزها ويكون مصاحباً لها الشهادات والمستندات . ويجب توافر المعلومات التى تبين عمر وظروف التخزين والقابلية للتطبيق والقيود على الاستخدام والمواد القياسية المحضرة يجب معاملتها مثل الكواشف من حيث

وضع الملصقات ولتحليل مواد متناهية الضآلة فى التركيز فإنه من الضروري السيطرة وضبط التداخلات . ويجب أن يعطى اهتمام بتوصيات المصنع فيما يتعلق بظروف التخزين والعمر . ويجب التعامل مع المواد المرجعية والقياسية بطريقة آمنة تضمن عدم فقدانها وتعكس طرق التدريب على هذه المتطلبات .

ويجب أن تتوافق طريقة التخلص من الكواشف مع قانون البيئة رقم 4 لسنه 1994 وقرار وزير الاسكان رقم 44 لسنة 2000 وكذلك تعليمات الصحة والأمان .

ويجب أن يكون لدى المعمل طرقاً آمنة للتعامل ونقل وتخزين الكواشف وتعليمات لاستخدام المواد المرجعية والقياسية لمنع التلوث والتدهور وللمحافظة على تكاملها .

الأجهزة :

يجب أن يزود المعمل بكل الأجهزة اللازمة للأداء الصحيح للاختبارات (متضمناً أخذ العينات والتحضير والإعداد والتحليل وفى الحالات التى يحتاج المختبر فيها استخدام أجهزة خارج نطاق سيطرته يجب التأكد من أن المتطلبات المذكورة فى هذا الدليل قد تم الوفاء بها .

ويجب أن تكون الأجهزة وبرامجها المستخدمة فى أخذ العينات والتحليل قادرة على تحقيق الدقة المطلوبة والمتوافقة مع المواصفات المتعلقة بالاختبارات التى تجرى وأن يجرى تشغيلها بالأشخاص المخولين . وعادة تقسم الأجهزة فى معامل التحاليل الكيميائية إلى :

(i) أجهزة خدمة عامة لا تستخدم فى إجراء القياسات أو لها تأثير ضئيل للغاية على القياسات (مثل قرص التسخين والقلاب والأوعية الزجاجية غير العيارية والزجاجيات المستخدمة للتعامل مع حجوم تقريبية مثل المخابير المدرجة) وكذلك أنظمة التدفئة والتهوية .

(ii) أجهزة حجمية (مثل القوارير والماصات وسحاحات تجميع الغازات ..إلخ)

(iii) أجهزة قياس (مثل الترمومترات وأجهزة التوقيت وأجهزة قياس الطيف والكروماتوجرافى وأجهزة القياس الكهروكيميائي والموازين والمجسات وأجهزة رصد الغازات) .

(iv) مقاييس فيزيائية (مثل الأوزان المرجعية والترمومترات) .

(v) الحاسبات ومعالجة البيانات .

ويجب الاحتفاظ بسجلات (Logbooks) لكل مادة رئيسية أو جهاز قياس ويجب أن يحتوى كل سجل على ما يلي على الأقل :

(i) أسم المادة أو الجهاز .

(ii) أسم المصنع وطريقة التعرف والرقم الكودي .

(iii) تاريخ الاستلام وتاريخ استخدامه .

(iv) موقعه الحالي كلما كان ذلك ملائماً .

(v) حالته عند الوصول (على سبيل المثال جديد – مستخدم – مجدد) .

(vi) تاريخ أية إعطاب أو تعديل أو إصلاحات .

(vii) تعليمات المصنع وإذا كانت متوافرة أو إشارة إلى مكانها .

(viii) تواريخ ونتائج ونسخ من التقارير والشهادات لكل المعايرات والضبط ومعايير القبول والوقت المحدد للمعايرة التالية .

(ix) الصيانة التى أجريت حتى تاريخه وخطة الصيانة .

ويجب معايرة أجهزة القياس المستخدمة فى ال معامل قبل استخدامها وبعده طبقاً لبرنامج محدد . وكجزء من نظام الجودة فإن المختبر مطالب أن يدير برنامجاً لصيانة ومعايرة الأجهزة المستخدمة فى المعامل .

ويجب إعداد برنامج معايرة للأجهزة الرئيسية حيث أن هذه الخصائص لها تأثير فعال على النتائج . وعند استلام أجهزة متضمنة تلك المستخدمة فى أخذ العينات يجب مراجعتها للتأكد أنها تفى بمتطلبات المواصفات التى حددها المعمل وتتوافق مع المواصفات القياسية المعنية ويجب مراجعتها ومعايرتها قبل

الاستخدام .ويجب إعداد وتنفيذ برنامج شامل لمعايرة الأجهزة لكي يضمن أن القياسات التى تجرى بالمعمل متطابقة مع المعايير المحلية والدولية .

وعندما لا يكون هناك تطابق مع هذه المعايير فإن على المعمل أن يعطى أدلة مقنعة لمضاهاه دقة نتائج الاختبارات (على سبيل المثال الاشتراك فى برنامج مناسب للمقارنة بين المعامل) .

وعلى المعمل أن يعد نظاماً لمراقبة الأداء – أو نظاماً مناسباً للمراجعة على طرق الاختبارات (على سبيل المثال نظام يعتمد على مستوى استجابة المجس أو الكاشف المستخدم للمادة المقاسة أو لفصل المواد أو لفصل المواد أو لفصل الأنظمة أو لتحديد الخواص الطيفية للمواد المعايرة ... إلخ) . وهذه المراجعات يجب استكمالها قبل استخدام الأجهزة ويمكن استخدام التوجهات الآتية للصيانة والمعايرة :

(i) ضرورة تنظيف ومراجعة إجراءات الأمان لأجهزة الخدمة العامة .

(ii) يجب صيانة ومعايرة أجهزة القياس الحجمي بطريقة مناسبة حيث تحتاج إلى معايرة دورية أكثر تعتمد على الاستخدام . وللدقة العالية فإن القياسات غالباً ما تجرى وزنياً عنها حجمياً .

ويجب تجنب أى تلوث ممكن للأجهزة من استخدامات سابقة . إن النوع المستخدم (زجاج – تيفلون ...) وطريقة التخزين والتنظيف وفصل أجهزة القياس الحجمي على درجة عالية من الأهمية وخصوصاً عند استخدامها

فى تحاليل تركيزات متناهية فى الصغر حيث أن الادمصاص أو الذوبانية لها دور فعال .

(iii) يجب استخدام أجهزة القياس بطريقة صحيحة مع الخدمة الدورية والتنظيف والمعايرة . إن المراجعة الدورية للأداء يجب إجرائها (على سبيل المثال مراجعة الاستجابة – الثبات – خطية المصادر – المجسات والكواشف – كفاءة الفصل فى الأنظمة الكروماتوجرافية – تفكك – اشتقاق ودقة طول الموجة لأجهزة قياس الطيف .. إلخ) ويمكن تحديد تكرارية مراجعة أداء الأجهزة بالخبرة أو عند الحاجة أو بملاحظة نوع الأداء السابق للأجهزة . ويجب أن تكون الفترات بين المراجعات أقصر من الوقت التى يأخذه الجهاز ليحيد خارج الحدود المقبولة .

(iv) وعندما تكون المؤشرات الفيزيائية حرجة للأداء الصحيح لاختبار محدد فإن المعمل يجب أن يستخدم مادة قياسية لهذا الغرض كوسيلة للمعايرة . والمواد القياسية المرجعية وما يصاحبها من شهادات يجب تخزينها واستخدامها بطريقة متكررة للحفاظ على حالة المعايرة . ويجب إعطاء الاهتمام لأية نصيحة عن التخزين تكون فى الوثائق المرفقة بالمواد القياسية . ويجب استخدام المواد القياسية المرجعية المستخدمة فى القياس ب المعمل فى أغراض المعايرة فقط وليس لأى غرض آخر ويجب معايرتها بمادة يمكن أن تدل على التطابق مع معايير القياس المحلية أو العالمية ويجب أن تخضع أجهزة الاختبار للمراجعة أثناء الخدمة بين المعايرات المنتظمة .

ويجب أن تكون المواد المرجعية كلما أمكن مطابقة للمعايير المحلية والدولية للمواد المرجعية .

ويجب توافر التعليمات الحديثة للعاملين المعينين ب المعمل عن استخدام وصيانة الأجهزة متضمناً أية أدلة معينة من قبل منتج الجهاز . إن كل مكون فى الجهاز المستخدم للاختبار والمعايرة والمؤثر فى النتائج يجب أن يتم تعريفه بطريقة فريدة ويجب الاحتفاظ بسجل له .

ويجب على المعمل أن يكون لديه طرق وخطة معدة من أجل التعامل الآمن والنقل والتخزين والاستخدام والصيانة لأجهزة القياس لضمان الأداء الأمثل ولمنع التلوث والتدهور . وربما كان من الضروري اتخاذ إجراءات إضافية عند استخدام أجهزة القياس خارج النطاق الدائم للمعمل لأغراض الاختبارات والمعايرات أو تجميع العينات إن الأجهزة التى تتعرض لزيادة مفرطة فى الاستخدام أو التى يساء استخدامها أو التى تعطى نتائج مشكوك فيها أو التى تظهر عيباً أو تعطى دقة خارج الحدود المحدودة يجب استبعادها من الخدمة ووضع ملصق عليها أو علامة وتخزن بشكل ملائم حتى يتم إصلاحها ويتم التأكد من أدائها الصحيح من خلال المعايرة وعلى المعمل أن يختبر تأثير العيب أو الحيود من الحدود المحددة على اختبارات أو معايرات سابقة وأن يعد طريقة عن " ضبط الأعمال غير المتوافقة" .

إن كل الأجهزة تحت سيطرة المعمل والتى تحتاج الى معايرة يجب وضع ملصق عليها ورقم أو تميز لتبين حالة وتاريخ المعايرة عندما يحين ميعاد إعادة المعايرة .

ولسبب من الأسباب عندما يستخدم الجهاز خارج سيطرة المعمل المباشرة لفترة فإن على المعمل التأكد أن حالتى الأداء والمعايرة قد تم مراجعتها وكانتا مرضية قبل إعادة الجهاز للخدمة مرة أخرى .

وعلى المختبر التأكد من أن المتطلبات المذكورة فى هذا الدليل قد استوفيت عند استخدام الحاسبات أو أجهزة الأختبار الاوتوماتيكية لجمع أو معالجة أو تسجيل أو أعداد تقارير أو تخزين أو استرجاع نتائج التحاليل .

وعندما يتطلب الأمر المراجعة للاطمئنان على حالة الأجهزة المعايرة فإن هذه المراجعة تجرى دورياً طبقاً لطريقة عمل محددة وعندما تؤدى المعايرات إلى مجموعة من عوامل التصحيح فيجب على المختبر أن يكون لديه طرق العمل التى تضمن أن أى نسخة (على سبيل المثال فى برامج الحاسب) قد تم تحديثها بطريقة صحيحة . إن أجهزة الاختبار والمعايرة بما فى ذلك الأجهزة والبرامج يجب حمايتها من أى تعديلات تبطل نتائج اختبارتها .

المعايرة وتتبع القياسات :

يجب تصميم البرنامج الشامل لمعايرة أجهزة القياس فى ا لمعامل بطريقة تضمن صلاحية البرنامج وقابلية التطبيق مفهوم لتتبع كل القياسات من خلال شهادات يحتفظ بها المختبر لمواد قياسية محلية أو دولية أو مواد مرجعية .

وعندما لا يتوافر مثل تلك المواد القياسية أو المواد المرجعية المصحوبة بشهادات فإنه يمكن اختيار مادة بخواص وثبات مناسبين واستخدامها كمادة مرجعية لـلمعمل. والخواص المطلوبة لمثل هذه المادة يجب أن يميز بإعادة الاختبار ومن المستحسن بأكثر من معمل وباستخدام طرق متعددة .

(i) تستخدم المواد القياسية بشكل عام لضمان القابلية للتتبع وفقاً لمعايير محلية أو دولية للأجهزة المستخدمة فى القياس المباشر للخواص الأساسية (على سبيل المثال الكتلة – درجة الحرارة – الوقت) أو خواص اشتقاقية أبسط مثل الحجم . وهذه الخواص لها تأثير هام على نتائج التحاليل .

(ii) عادة تعرف الأجهزة فى الطرق القياسية المحلية والدولية وتستخدم المواد المرجعية القابلة للتتبع لأغراض المعايرة عندما تكون متاحة . وعلى المعمل مراجعة الأجهزة المقتناه حديثاً قبل الاستخدام لضمان توافقها مع التصميم المحدد والأداء والأبعاد المطلوبة .

(iii) الأجهزة مثل الكروماتوجراف وأجهزة قياس الطيف وجهاز قياس طيف الامتصاص الذري والتى تتطلب معايرة كجزء من التشغيل العادى يجب معايرتها باستخدام كيماويات بدرجة نقاوة معلومة وكافية أو باستخدام مواد

مرجعية معروفة التركيب وغالباً فإنه من غير الممكن فى التحاليل الكيميائية معايرة مؤشرات فردية ضمن الطريقة . وفى هذه الحالات ربما يكون ممكناً تتبع المعايرة للطريقة باستخدام مواد مرجعية مذودة بشهادات وتخضع هذه المواد لنفس خطوات معاملة العينات . وتستخدم درجة الاتفاق بين القيمة التى حصل عليها للمادة المرجعية والقيمة الموجودة فى الشهادة الخاصة بها لتحديد دقة النتائج التى يحصل عليها للعينات المجهولة .

ويجب إعداد برامج معايرة فردية تعتمد على متطلبات محددة للتحاليل وأيضاً ربما يكون ضرورياً مراجعة معايرة الجهاز بعد كل إغلاق سواء كان ذلك الإغلاق متعمداً أو لا . وكذلك بعد كل خدمة أو صيانة أساسية . إن مستوى وتكرارية المعايرة يجب أن تكون على الأقل مثل ما يوصى به المصنع .

ويجب أن تكون الطرق المستخدمة لإجراء المعايرة كافية التوثيق والتطبيق إما كجزء من الطرق التحليلية المحددة أو كوثيقة عامة للمعايرة ، ويجب أن يبين التوثيق كيف تجرى المعايرة ومتى يكون ضرورياً إجراء المعايرة والإجراءات التى تتخذ فى حالة فشل المعايرة ، وغالباً ما يذكر الفترات التى يتم عليها إجراء المعايرة وإعادتها على المواد القياسية .

قياس اللايقين Measurement Uncertainty:

قياس اللايقين هو تقدير متعلق بالقياس والذى يميز مدى القيم التى تتضمن القيمة الحقيقية . وكل قياس يكون مصحوباً بدرجة من عدم التأكد ناتجة من الأخطاء التى تنشأ من مختلف مراحل أخذ العينة وتحليلها ومن عدم المعرفة بالعوامل التى تؤثر فى النتيجة ومن الضروري معرفة بعض المعلومات عن درجة الثقة وعدم التأكد للحصول على قياس ذو فائدة عملية وعبارة عدم التأكد المصاحبة للنتائج التى تعطى للعميل تعكس نوعية النتائج .

وتعبير اللايقين هو تقدير كمى للحدود التى من خلالها يفترض وجود القيمة الحقيقية لتركيز المادة . ويعبر عن اللايقين بقيمة الانحراف القياسي أو بمضاعفاته ، وللحصول على أو حساب اللايقين يجب تحديداً الأخذ فى الاعتبار كل مصادر اللايقين . ولا تقبل التكرارية والإعادة على سبيل المثال اللايقين الكلي حيث أن كلاهما لا يأخذ فى الاعتبار أى تأثيرات منظمة مرتبطة بالطريقة (وبصورة عامة يفترض أن تجرى تصويبات للخطأ المنتظم المعروف) .

إن نتائج أى طريقة قياس عرضه للحيود عن القيمة الحقيقية لعديد من الأسباب . على سبيل المثال درجة الحرارة تؤثر على الأجهزة الحجمية وانعكاس أو تشتت الضوء فى أجهزة القياس الطيفي والتفاوت فى مصدر الكهرباء والتفسيرات الفردية للمحلل فيما يتعلق بالطرق وعدم تمام الاسترجاع عند الاستخلاص كلها مصادر هامة للخطأ . وهذه الأخطاء يجب التقليل منها بالسيطرة الخارجية والتصحيح المناسب مثل تطبيق عامل تصحيح مناسب . ويصعب

الحصول على مقدار الانحراف من قياس واحد للمادة المجهولة عن القيمة الحقيقية لذا فإن مدى الأبخرة يجب حسابه .

وإنها لممارسة عامة أن يتم التعرف على التأثيرات العشوائية وكذلك ما يسمي التأثيرات المنتظمة على عمليات القياس . وعند حساب اللايقين الكلي فإنه من الأهمية التحقق من أن كلا النوعين من التأثير يساهم فى اللايقين التأكد الكلي المصاحبة للنتيجة .

والتأثيرات العشوائية تسبب أخطاء وقد تتفاوت من قياس إلى آخر مؤدية إلى مكون من اللايقين فى تقدير القيمة الحقيقية . وهذا المكون من عدم التأكد ربما يشار إليه " عدم التأكد العشوائي " إن قيمة مكون اللايقين المصاحب للتأثيرات العشوائية يمكن أن يقدر بقياس الفرق فى النتائج من خلال عدد مناسب من التقديرات تحت مدى من الظروف المماثلة .

وفى دراسة اللايقين العشوائى فإن عدد القياسات يجب الا تقل عادة عن 10. والتأثيرات المنتظمة تؤدى الى اخطاء ثابتة خلال مدى الوقت المتكرر . بينما من الممكن التعرف على تأثير منتظم معين ولكن تأثيره على النتائج غير معروف تماما فإنه يظهر النوع الثانى من تأثر اللايقين. وهذا النوع الثانى من مساهمات عدم التأكد يشار اليها من الآن فصاعدا "بالنوع 2" من عدم التأكد وهو عادة يصعب تحديده. ولكن حجمه يمكن معرفته على اساس تصميم هندسى أو الخبرة أو المقارنات الدولية بين المعامل الخ . كذلك فان هذا النوع الثانى من مساهمة عدم التأكد يعرف على اساس الانحراف القياسى. حتى عند التعرف على

تأثير منتظم مثل حيود الطريقة ويمكن تصحيحه والتصحيح المضبوط المطلوب يكون غير معروف مثل القيمة الحقيقية. ان الفرق بين التصحيح المضبوط والتقدير المستخدم يؤدى الى اللايقين فى تقدير القيمة الحقيقية.

انه من المهم ان نلاحظ ان مكونات النوع الثانى من اللايقين تنشأ عندما يكون تصحيح الانحراف القياسى ناشئا عن سبب معين يتوقع أن يكون صفرا. وعلى سبيل المثال فان معايرة جهاز طيف الامتصاص الذرى باستخدام محلول ملائم تدل على ان تصحيح خطأ منتظم يجب أن يكون صفرا. وعلى أية حال فان مضاهاة المحلول المرجعى والعينة من الصعب ان يكون تاما والفرق بين استجابة الجهاز سوف يعطى خطا منتظما غير معلوم فى النتائج التحليلية لهذا النوع من العينات. واضافة لذلك فان المحلول المرجعى نفسه سوف ينحرف بصورة عامة بدرجة صغيرة غير معلومة عن القيمة الاسمية لمحتواه من المادة. وكلتا الحالتين تؤدى الى النوع الثانى من مكونات اللايقين.

والمهمة الابتدائية فى تحديد قيمة اللايقين هو التعرف على مصادرة المعينة وقيمة كل مساهمة . ويجب الاحتفاظ بسجل لكل المصادر الفردية من اللايقين التى يتم التعرف عليها ومساهمة كل مصدر و مصدر القيمة (مثلا العمل الاستكشافى والمراجع وحدود المعايرة) و عند التعرف على مصادر اللايقين يجب الأخذ فى الاعتبار التسلسل الكامل للظروف الضرورية للغرض من التحليل. وهذا التسلسل يتضمن اخذ العينات وتقسيمها وتحضيرها واستخلاصها وتنظيفها وتركيزها أو تخفيفها ومعايرة الجهاز (متضمنا تحضير المواد

المرجعية) والتحليل الآلى ومعالجة البيانات والربط بين النتائج التى يحصل عليها.

وكل هذه المراحل المسماة أو الأخرى المعروفة فى ظروف محددة سوف يصاحبها مصادر للخطأ. وحيث أنه يمكن التعرف عليها عمليا بوضوح ويحدد مساهمة كل خطوة فى اللايقين الكلى فانه يجب اتباع ذلك وحيث ان الخطوات فى التقدير تعطى نتائج فانه من المفيد تحديد عدم التأكد المصاحب لكل خطوة . والمصادر الفردية للخطأ لكل مرحلة (مثل تأثيرات درجة الحرارة – خطأ الوزن .... الخ) ويمكن قياسها عمليا فانه من الممكن الأخذ فى الاعتبار تأثيرات العوامل المجمعة. وعلى سبيل المثال فان التكرارية لقياس ربما يستخدم كتعبير عن عدم التأكد العشوائى لهذه المراحل القابلة للتكرار وبالمثل فان تقدير جزء من النوع الثانى من عدم التأكد يمكن أن يشتق من تفاوتات معروفة بين المعامل فى الطريقة المشتقة من دراسات بين المعامل.

ومن الضرورى الاخذ فى الاعتبار ان النوع الثانى من عدم التأكد ينشأ خارج نطاق هذه الدراسات. وعلى سبيل المثال فان القيم الاسمية للمواد المرجعية تذكر فى صورة مدى وعندما تستخدم عدة معامل نفس العينة فى دراساتها المقارنة فان عدم التأكد من قيم المادة المرجعية لا تدخل فى التفاوتات بين المعامل وعندما تتوافر المواد المرجعية المصحوبة بشهادات وتستخدم فى اغراض أخرى غير المعايرة فانها تستخدم لتعطى تقدير مستقلاً عن قيمة النوع الثانى من مساهمة عدم التأكد ولكن التأثير من تغير الوسط بين العينة والمادة المرجعية يجب اخذه فى الاعتبار.

وتقع مساهمات اللايقين فى النتائج التحليلية ضمن اربعة مجموعات:-

(I) مساهمات من التأثيرات العشوائية وتقدر من تجارب الاعادة (Repeatability).

(II) مساهمات النوع الثانى مثل المشغل اللايقين من المعايرة وأخطاء التدريج وتأثيرات المختبر والأجهزة وتقدر من تجارب التكرارية (Reproducibility) .

(III) مساهمات النوع 2خارج نطاق دراسة المعامل مثل اللايقين من المواد المرجعية.

(IV) مصادر أخرى للايقين مثل التفاوت فى اخذ العينات و تأثيرات الوسط.

وعندما يقدر اللايقين فى مجموعات فانه من المهم تسجيل مصادر اللايقين الواجب أخذها فى الاعتبار ضمن كل مجموعة وقياس وتسجيل كل مكون من اللايقين كلما كان ذلك ممكنا كمراجعة على المساهمات مجتمعة.

ومن غير الواقعى قياس اللايقين لكل اختبار ولكل نوع من العينات. وعندما يجرى اختبار معين بطريقة متكررة يكون كافيا التعرف على اللايقين مرة واحدة او على فترات متقطعة. وبديل لذلك فان التعرف الكافى لاختبار (او نظام) مشابهة ربما يكون كافيا وتعالج القيمة فى صورة انحراف قياسى. ويجب التعبير عن مساهمات اللايقين لكل مصدر بنفس الطريقة وبنفس الوحدات مثل الانحراف القياسى. وفى بعض الحالات يلزم التحويل . فمثلا حدود المادة المرجعية مساهمات أخرى للنوع 2 غالبا يفترض أنها حدود مطلقة للتقريب الملائم . يعالج

مستطيل التوزيع ذو العرض (W)كتوزيع طبيعى للحيود القياسى [W/(2√3)] من أجل الجمع. ويمكن تحويل فترات الثقة الى الحيود القياسى بالقسمة على قيمة محددة من قيم (Student's t) للعينات الكبيرة (1.96 من اجل 95% حدود ثقة).

وعندما يتوافر كتالوج اللايقين فمن الملائم المزج المباشر للحيود القياسى وتطبيق القانون العام لتوليد الخطأ. وهذا يمكن تحقيقه بأخذ الجذر التربيعى لكل مساهمات مكونات عدم التاكد بعد تربيعها ويعبر عنها كحيود قياسى.

وعندما تكون النتائج حصيلة ضرب أو قسمة فان الحيود القياسى النسبى يحسب بأن الجذر التربيعى لمجموع القيم التربيعية للحيود القياسى النسبى لكل جزئية فى النتائج ويحسب الحيود القياسى الكلى من مجموع الحيود القياسى .

ويعبر عن اللايقين الكلى بقيمة الحيود القياسى الكلى أو فى قيمة تكرارية لها. ويفضل فى بعض الحالات تحويل اللايقين الكلى الى مراحل الثقة (Confidence interval). وفى هذه الحالة يقدر ضعفى الحيود القياسى الكلى ليصل الى مرحلة ثقة 95%.

ويجب على معامل القياس ان يكون لديها وتطبق طرقا لتقدير وحساب اللايقين الا اذا كانت طرق الاختبار تعيق اجراء مثل هذه الحسابات الصارمة. وفى بعض الحالات فانه ليس ممكنا اجراء تقديرات احصائية وارصادية قابلة للتطبيق لقياس اللايقين وفى هذه الحالات فان المعمل عليه على الأقل ان يحاول معرفة كل مكونات اللايقين ويعمل أفضل التقديرات الممكنة ويضمن أن شكل التقرير لا يعطى انطباعا مبالغا فيه عن الدقة. وفى هذه الحالات عندما تحدد

طريقة لتمييز حدود القيم للمصادر الرئيسية للايقين فى القياس وتميز شكل عرض النتائج المحسوبة فان على المعمل أن يأخذ فى اعتباره استيفاء هذا السبب باتباع التعليمات المذكورة.

وعند تقدير اللايقين لقياس فانه من الواجب الاخذ فى الاعتبار مكونات اللايقين المهمة فى هذه الحالة باستخدام طرق مقبولة للتحليل. والمصادر التى تسهم فى اللايقين تشمل وليست قاصرة على المواد القياسية المرجعية والطرق والمواد المرجعية والطرق المستخدمة والظروف البيئية وحالة المادة المختبرة أو المعايرة ومن يقوم بالتشغيل . ان توقع السلوك على فترة زمنية طويلة للمواد المختبرة لا تؤخذ فى الاعتبار عند تقدير قياس عدم التاكد.

الفصل الثـــالث

متطلبات المعامل من الموارد البشرية

الفصل الثالث

متطلبات المعامل من الموارد البشرية

يجب على إدارة المعمل ان تحدد المستويات الدنيا من التعليم والتدريب والمهارات والخبرات الضرورية للقيادات داخل المعمل ويجب إجراء التحاليل الكيميائية بواسطة أو تحت إشراف محللين أكفاء مؤهلين (على الأقل حاصلين على درجة بكالوريوس كيمياء أو ما يعادلها) وربما يكونوا أيضا حاصلين على درجة علمية أعلى (دبلوما). أما المستوى الأعلى القيادى بالمعمل من العاملين فيجب ان يكون حاصلا على مؤهلات عليا مشابهة مثل (الماجستير أو الدكتوراه فى الكيمياء التحليلية) ويمكن قبول مؤهلات بديلة بواسطة الجهات المانحة للاعتماد عندما يكون العاملين لديهم خبرة واسعة فى المجال أو عندما يكون نطاق العمل فى المعمل محدودا.

والعاملين من الخريجين يجب ان يكون لديهم خبرة عامين على الأقل فى مجال التخصص قبل اعتباره محللا ذو خبرة. والعاملين الذين يخضعون للتدريب دون مؤهلات فى المجال يمكن ان يقوموا بالتحاليل اذا ما اثبتوا ان لديهم مستوى كاف من التدريب وعملوا تحت إشراف كاف.

ويجب على المعمل الاحتفاظ بسجلات لكل العاملين الفنيين الثابتين والمتعاقد معهم تشمل :

(i) القدرة فى المجال

(ii) المؤهلات التعليمية والمهنية

(iii) التدريب

(iv) المهارات

(v) الخبرات

ويجب ان تكون هذه المعلومات متاحة بسهولة وان تتضمن التاريخ الذى تم التفويض أو تبتث فيه القدرة والمعايير التى بنى عليها التفويض وتأكيد السلطة.

و المعمل مسئول عن استيفاء متطلبات الشهادة للعاملين وهذه المتطلبات ربما تكون تنظيمية للمعمل وربما تكون اشتراطا لمجال تقنى معين أو مطلوب بواسطة العملاء.

ويجب ان يكون للمعمل سياسة واجراءات للتعرف على احتياجات التدريب وتزويد المتدربين بها. ويجب ان يكون برنامج التدريب ملائما للمهمات القائمة أو المتوقعة للمعمل.

ويجب على المعمل ضمان تلقى العاملين فيه التدريب الكافى للاداء الجيد للاختبارات وتشغيل الاجهزة. وهذا يشمل خلفية التدريب على تقنيات معينة. ويجب اتخاذ المعايير الموضوعية خلال التدريب لتقييم كفاءة التدريب. والمحللون يقومون باجراء تحاليل على عينات اذا كانوا مؤهلين لذلك اذا اجروا ذلك تحت

اشراف كاف. واستمرارية المقدرة يجب مراقبتها باستخدام تقنيات ضبط الجودة على سبيل المثال.

ان الحاجة لاعادة التدريب المستمر للعاملين يجب ان يأخذ فى الاعتبار استخدام الطريقة أو التقنية بانتظام أم لا. وفى كل حالة فان الفترات الحرجة يجب تحديدها وتوثيقها.

ويجب ان يحتفظ المعمل بسجل محدث عن التدريب الذى تلقاه كل من العاملين. والغرض من هذه السجلات هو اثبات ان العاملين قد تم تدريبهم بشكل كافى وان قدراتهم لاجراء اختبارات مفوضة أو معتمدة قد تم تقييمها. ويجب ان تكون هذه السجلات متوافرة للتفتيش بواسطة الجهة المانحة للتفويض أو الاعتماد عندما تطلب ويجب ان تحتوى على:

(i) حضور المقررات الداخلية والخارجية.

(ii) التدريب على اداء العمل.

(iii) الاشتراك فى برامج اختبار الكفاءة.

(iv) البحوث العلمية المنشورة.

وحيث أن المعمل يمكن ان يستخدم عاملين دائمين أو بعقود بالاضافة الى فنيين مساندين فان على المعمل ان يضمن ان هؤلاء جميعا يتم الاشراف عليهم وأنهم يعملون طبقا لنظام الجودة ب المعمل .

يجب على المعمل الاحتفاظ بتوصيف لوظائف القيادات والتقنين والفنيين المساعدين المشاركين فى الاختبارات أوالمعايرات وكحد أدنى فان المسئولية تجاه النقاط الاتية يجب تحديدها.

- الاختبارات المؤادة.
- الاختبارات المخططة ونتائج التقييم.
- تطوير واستحداث الطرق ومدى قابليتها للتطبيق.
- الخبرة والخبراء.
- المؤهلات وبرامج التدريب.
- الواجبات الإدارية والقيادية.

وعلى الإدارة ان تخول اشخاص معينين لأداء أنواع معينة من الاختبارات أو لأخذ العينات أو لتوقيع تقارير الاختبارات أو لاعطاء تفسيرات وآراء أو لتشغيل أنواع معينة من الأجهزة.

الفصل الرابع

ضبط وتاكيد جوده التحاليل فى معامل مياه االشرب

الباب الرابع

ضبط وتاكيد جوده التحاليل فى معامل مياه االشرب

تتطلب إدارة معامل تحاليل مياة الشرب تطبيق بعض الاشتراطات المتعلقة بنظام الجودة على نحو يفى بمتطلبات الجوده العالمية وتتطابق مع المواصفة ايزو 17025 لعام 2005 وتلك المتطلبات يمكن اجمالها بصورة عامة على النحو الاتي :

متطلبات فنية :

- عدد ونوعية الأفراد .
- ظروف وبيئة وتجهيزات مكان العمل .
- طرق الاختبارات والمعايرة المستخدمة.
- أجهزة تجميع العينات.
- أجهزة تحليل العينات .
- تداول مواد الاختبار والمعايرة .
- تأكيد جودة الاختبارات والمعايرة .
- توثيق المستندات و تسجيل النتائج وطرق الحفظ .

متطلبات إدارية :

- التنظيم والإدارة .
- نظام الجودة .
- ضبط المستندات .
- ضبط وتصحيح الاختبارات والمعايرات غير السليمة .
- الإجراءات التصحيحية .
- الإجراءات الوقائية .
- حفظ وادارة السجلات والمستندات .
- التفتيش الداخلي .
- مراجعة الإدارة .

متطلبات الأفراد :

على المعمل :

(1) أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوى الخبرة والدراية الفنية الملائمة للأعمال الموكلة لهم .

(2) الالتزام بتدريب العاملين .

(3) أن يحتفظ بسجلات للمؤهلات والتدريب والخبرات المهارية الخاصة بالعاملين .

متطلبات الاقامة والبيئة والأجهزة :

على المعمل :

(1) أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التى لا تؤثر على نوعية النتائج .

(2) أن يكون لديه الصيانة الجيدة .

(3) أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات .

(4) يحتفظ ويسجل الصيانة التى تمت على أجهزة بعناية .

متطلبات الطرق وأنواع الاختبارات :

على المعمل :

(1) أن يكون لديه توجيهات موثقة عن طرق استخدام الأجهزة .

(2) أن يكون لديه طرق موثقة عن أخذ العينات والتحاليل .

(3) أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام فى حالة استخدام الكمبيوتر .

(4) أن يكون لديه نظام موثق عن التعرف على عينات الاختبار .

متطلبات نظم الجودة والتفتيش والمراجعة :

على المعمل :

(1) أن ينشأ ويحافظ على نظام جودة مناسب لأنواع ومستويات وحجم النشاطات المختلفة.

(2) أن يقوم بإعداد كتيبات جودة وما يتعلق بها من وثائق جودة تحتوى على :

(أ) سياسة الجودة .

(ب) التسلسل الإداري وتوصيف الوظائف والمهام .

(ج) طرق العمل التى يؤديها بما فى ذلك نشاطات الصيانة .

(د) طرق ونشاطات ضبط الجودة الداخلي .

(ه) طرق التفتيش والمراجعة لنظام الجودة .

(و) طرق تناول الشكاوي وحماية السرية .

متطلبات الإدارة والتنظيم :

على المعمل :

(1) أن يؤكد أن العاملين به لا يتعرضون لأى ضغوط تؤثر على جودة الأداء

(2) أن يكون منظماً بطريقة توحى بالثقة فى استقلاليته وتكامله .

(3) له مدير مسئولاً على العمليات الفنية التى تجرى بالمعمل .

(4) له مدير جودة مسئولاً عن تطبيق نظام الجودة .

(5) أن يشارك فى الاختبارات والدراسات وبرامج المقارنات بين المعامل واختبارات الكفاءة .

متطلبات السجلات والتقارير :

على المعمل أن :

(1) أن يحتفظ بنظام سجلات تسجل فيه كل المشاهدات الأولية والحسابات واشتقاق النتائج.

(2) أن تكون تقاريره متضمنة البيانات الكافية والمتضمنة على الأقل :

(أ) اسم وعنوان المعمل .

(ب) اسم وعنوان العميل .

(ج) تعريف بالطريقة المستخدمة .

(د) ترقيم محدد ووحيد للعينة التى أجرى لها تحاليل النتائج .

(ه) التوقيعات اللازمة .

ضبط ومراقبة جودة التحاليل الكيميائية

ضبط الجودة هى نشاطات وتقنيات تستخدم لضمان الجودة وتشتمل على:

1 -اجراء تجارب غفل (Blank)

2 -قياس متكرر (Duplicate)

3 -تحليل عينة عمياء (Blind)

4 -تحليل عينات مضاف اليها تركيزات معلومة spike

5 -اصدار رسوم الضبط البيانية بنوعية التحاليل

6 -استخدام عينات مرجعية

أما تأكيد الجودة فيشمل عدة نشاطات منها :

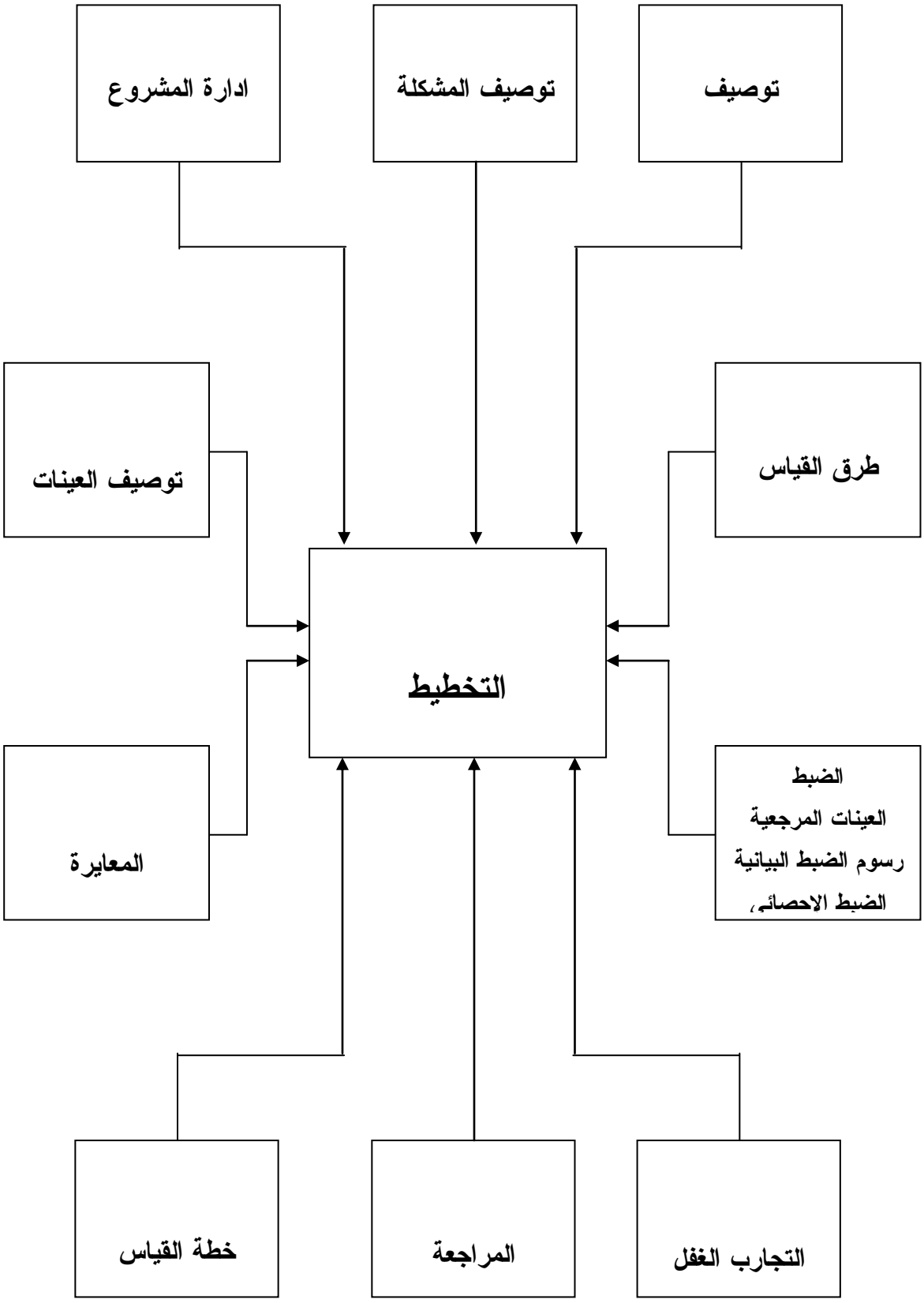
1 معايرة الاجهزة

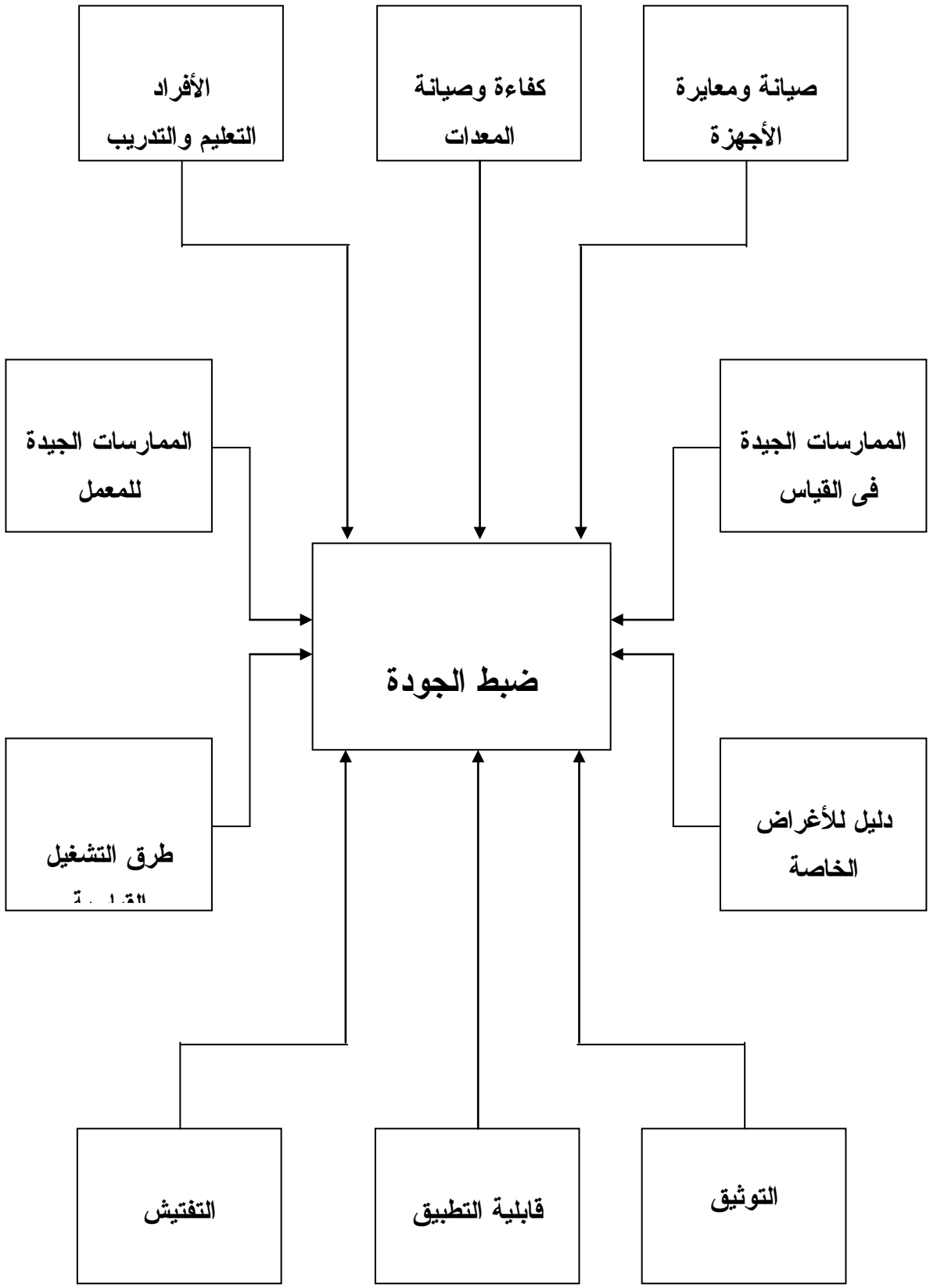
2 تدريب العاملين

3 صيانة الاجهزة

4 التفتيش والمراجعة

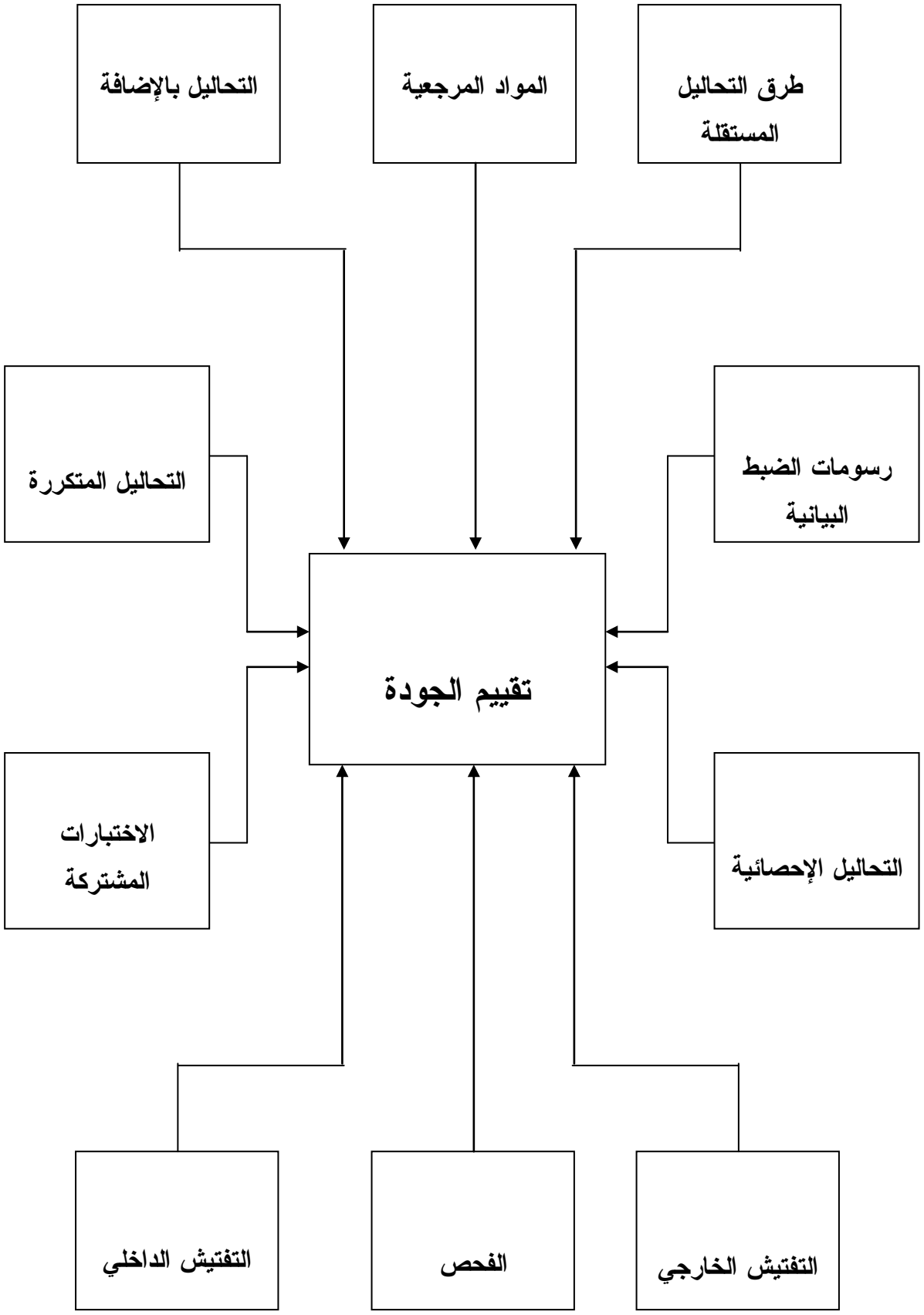
وتشمل المخططات التالية اجراءات اتباع نظام الجودة .





عناصر التخطيط فى برنامج القياسات

نظام تطبيق الجودة



الفصل الخامس

نظام ضبط الجودة فى تجميع واعداد العينات للتحاليل

الباب الخامس

نظام ضبط الجودة فى تجميع واعداد العينات للتحاليل

مقدمة :

يتم تطبيق نظام ضبط الكفاءة الداخلي من خلال قياسات مستمرة لعينات ضابطة وإدخال القيم الضابطة المتحصل عليها فى إنشاء رسومات الضبط البيانية ، ولكن قبل التعرض لهذه القياسات وما يلي ذلك من إنشاء الرسومات البيانية نعرض بعض المفاهيم .

كفاءة الإدارة :

تعرف على أنها نشاطات من خلال فاعليات الإدارة . وهى تحدد سياسة الكفاءة والأهداف والمسئوليات . كما تقوم بالتأكد من تحقيق هذه النشاطات فيما بينها .

وتعطى كفاءة الإدارة جودة معلومة ومتناغمة . وتأتى معقولية الجودة من تحقيق نتائج متطلبات الجودة .

تأكيد الجودة :

تعرف على أنها نشاطات من خلال نظام ضبط الكفاءة وتهدف إلى الحصول على ثقة معقولة يمكن من خلالها تحقيق متطلبات الجودة . ويعطى برنامج

تأكيد الجودة القدرة على الحصول على نتائج مناسبة وموثوق بها يمكن الاعتماد عليها .

الفوائد التى يمكن الحصول عليها من تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

1 تعطى المحلل القدرة على اكتشاف أية مشكلة وإرجاعها إلى مصدرها بطريقة نظامية .

2 تعطى معامل التحاليل القدرة على الوصول إلى نتائج مناسبة يمكن الاعتماد عليها .

3 تزيد من ثقة المحلل فى نفسه وفى قدرته على التحليل .

4 تعمل على زيادة وتحسين سمعة المعمل .

العناصر التى يعتمد عليها فى تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

1 - أعضاء الهيئة والمستخدمين .

2 - التسهيلات المعملية والمكانية .

3 - المواد والأجهزة المستخدمة .

4 - سياسة أخذ العينات .

5 - العينات .

6 - طرق التحليل .

7 - اختبارات الكفاءة الخارجية .

8 - الاتفاقيات .

أعضاء الهيئة والعاملين :

1 ضرورة وجود عمالة مهرة ومتحركة .

2 لابد أن يكون مع العاملين تعليمات مكتوبة وواضحة تتعلق بنوعية وأهداف عمل كل منهم .

3 لابد أن تقوم الإدارة بتوفير دورات تدريبية وعملية للعاملين غير ذوى الخبرة .

4 لابد للعاملين من غير ذوى الخبرة أن يقوموا بالعمل تحت إشراف زملاء لهم من ذوى الخبرة .

الأجهزة والمواد :

1 لابد من وجود صيانة دورية للأجهزة المستخدمة وذلك عن طريق مهندسي الصيانة المعتمد من الشركة المصنعة للأجهزة أو من خلال العاملين المهرة وذلك للحصول دوماً على أفضل ظروف تشغيل لهذه الأجهزة .

2 لابد من استخدام مواد معملية وزجاجيات وكواشف وكيماويات ذات جودة معقولة .

سياسة أخذ العينات :

لابد من وجود برنامج لأخذ العينات مصمم جيدا علي أن يحتوى بالتفصيل علي كل من :

1 نوعية العينات التي يمكن أخذها .

2 – من أين تؤخذ هذه العينات .

3 – متي يتم أخذ العينات .

4 – كم عدد العينات التي لابد من أخذها .

5 – لابد أن يحتوي خطوات العمل في أخذ العينات علي طريقة تفصيلية وواضحة عن كيفية أخذ هذه العينات .

ضبط وتأكيد جودة جمع العينات

هناك سلسلة من الإجراءات تؤكد درجة الثقة في النتائج الكلية . والخطة المذكورة في هذا الجزء تتضمن سلسلة من الخطوات والأساليب التي يمكن تلخيصها فيما يلي :

أ – معايير عامة لضمان الجودة .

ب– منع تلوث العينات .

جـــ– إجراءات حقلية لضبط الجودة .

د– تجهيز العبوات (الأوعية) .

أ– معايير عامة لضمان الجودة

1. كل الأجهزة والأدوات يجب حفظها نظيفة ، وفي حالة جيدة .
2. وجود سجل بقطع الغيار ، والإصلاحات التي تمت علي كل جهاز .
3. الحفاظ علي نوعية البيئة دون تلوثها في أماكن العمل .
4. إتباع طرق قياسية موثوق في مصداقيتها ونتائجها .
5. استخدام الطرق السليمة لجمع العينات واستخدام أدوات نظيفة

6. التأكد من ان العينات قد أخذت من اماكن مختلفة وفى أوقات مناسبة
7. استخدام العبوات النظيفة والسدادات المناسبة للعنصر المراد تحليله
8. استخدام المواد الحافظة السليمة والملائمة لحفظ العينات
9. حفظ العينة بالتبريد أو تثبيت الرقم الايدروجينى وارسالها للمعمل فى أقرب فرصة
10. تجنب تلوث العينات
11. تجنب سحب أى مواد طافية قدر الامكان عن طريق غمر فتحة اناء التجميع تحت مستوى الماء
12. يجمع حجم مناسب من العينة يكفى لاجراء كافة التحاليل المطلوبة
13. ضرورة اجراء بعض التحاليل الحقلية قبل ارسالها للمعمل لتجنب حدوث تغيرات كيميائية فمن الضرورى اجراء قياسات درجة الحرارة – الرقم الايدروجينى – الاكسجين الذائب فى موقع اخذ العينة حيث تتغير قيم هذه العوامل تغيرا كبيرا.
14. ويراعى عند جمع العينات أن هناك نوعين من العينات.

ب- منع تلوث العينات

نظرا لأن النتائج التي يحصل عليها تعتمد أساسا علي العينات التي تصل إلي المعمل فإن هناك إجراءات يجب إتباعها ، والتقيد بها حتى يمكن التأكد من أن العينات المرسلة للتحليل ممثلة تماما للواقع ولم تتعرض لأي تلوث أثناء أخذها

أو لأي تحلل نتيجة لتخزينها . ونظرا لأن مصادر التلوث متعددة فنذكر فيما يلي بعض الاحتياطات الواجب إتباعها .

1 -القياسات الحلقية مثل قياس الأس الايدروجيني ، ودرجة الحرارة ، وتركيز الكبريتيد يجب إجراؤها علي جزء منفصل من العينة ، يتم التخلص منه بعد إجراء القياس مباشرة.

2 -العبوات المستخدمة لتجميع العينات يجب أن تكون جديدة لم تستخدم من قبل ، وتكون قد أجريت عليها عملية التنظيف اللازمة مثل الغسيل بالحمض – التنظيف بالمذيبات – التنظيف بالبخار حسب نوع التحليل المطلوب إجراءه .

3 -استخدام نوعيات مناسبة من العبوات (بلاستيك – زجاج) تتناسب مع كل تحليل .

4 -عدم استخدام أي عبوات معملية سبق استخدامها مع محاليل مركزة ، في جمع العينات المراد تحليلها .

5 -اختبار كل المواد الحافظة والزجاجات للتأكد من صلاحيتها قبل نقلها إلي مكان نقل العينات .

6 -يجب أن تكون كل المواد الحافظة المستخدمة علي درجة عالية من النقاوة .

7 -للتقليل من فرص الخطأ الناشئ من إضافة مادة حافظة بطريق الخطأ يجب حفظ المواد الحافظة التي تستخدم في حالة أو حالات معا مع العبوات المخصصة للتحليل المخصص له هذه المواد .

8 -أغطية العبوات المستخدمة لتجميع العينات المطلوب تحليل مواد عضوية بها تغلف برقائق ألومنيوم أو شرائط تيفلون .

9 -عدم لمس السطوح الداخلية للعبوات وأغطيتها باليد بعد الغسيل .

10 -حفظ العبوات في مكان نظيف خال من الأتربة ، والأبخرة والميكروبات والتأكد من النظافة التامة للسيارة المستخدمة في نقل العينات .

11 -تجنب أبخرة الجازولين ونواتج احتراقه ، وأدخنة السجائر عند تجميع ونقل العينات للتحليل .

12 -حفظ كل الأجهزة ، والمعدات المستخدمة في تجميع العينات نظيفة مغلقة برقائق ألومنيوم سبق غسلها .

13 - العبوات المعقمة لجمع العينات للتحليل البيولوجي يجب أن تحفظ طول الوقت معقمة وحتى الاستخدام .

14 -تجنب تعرض الأدوات والمعدات المعدنية للأحماض وأبخرتها .

15 -عدم تعريض عبوات العينات المجمعة لأشعة الشمس ، وحفظها في درجة حرارة منخفضة .

16 -سرعة إرسال العينات إلي المعمل خلال فترة زمنية لا تتجاوز ثلاث ساعات .

جـ – إجراءات حقلية لضبط الجودة

1 -قبل إجراء عملية جمع العينات تختار عبوة من بين كل 10 عبوات وتملأ بالماء المقطر ، وتضاف إليها المادة الحافظة بنفس الطريقة التي بها العينات ، وترسل للتحليل علي إنها عينة غفل (blank) لمراقبة مصدرأي تلوث أو تغير خارجي .

2 -تغسل الأدوات المستخدمة في تجميع العينات بطريقة دورية ، ويحلل الغسيل للتأكد من عدم مساهمة أدوات التجميع في إدخال عناصر غريبة أو تلوث .

3 -عند استخدام أوراق أو أقماع ترشيح في الحقل يجب غسلها جيدا في المعمل وحفظها في أكياس بلاستيك مغلفة استعدادا لنقلها .

4 -تقسم إحدى العينات (واحد من كل 10) إلي جزئين (duplicate) وترسل للمعمل ، وذلك لتحديد مستوي أي خطأ أو تفاوت ينشأ منذ وقت أخذ العينة إلي وصولها إلي المعمل .

5 -تؤخذ أكثر من عينة من نفس الموقع (replicate) بصورة دورية (مرة كل 20 تحليل) لتحديد مستوي التفاوت من نفس المصدر .

6 -تتبع طريقة الإضافة القياسية (spiked, standard addition) وذلك بأخذ إحدى العينات ، وإضافة كمية معلومة من العنصر المراد تقديره للتأكد من أن النتائج تعطي تركيزا يعادل ما هو موجود في العينة وحدها مضافا إليه ما أضيف من الكمية القياسية .

د – تجهيز العبوات :

تكون العبوات (الأوعية) التي توضع فيها العينات مصنوعة إما من الزجاج المتعادل المقاوم للكيماويات ولها فوهة مصنفرة ، وغطاء مصنفر محكم الغلق ؛ أو من البولي إيثيلين ، ويكون محكم الغلق أيضا ، وذلك حسب نوع التحليل المطلوب . ويجب أن يكون الوعاء سهل التنظيف ، وذا فوهة واسعة ، وأن يسع الحجم المطلوب من العينة.

وتتبع الخطوات التالية في غسل العبوات ، وأغطيتها ، المستخدمة في تجميع العينات لإجراء تحاليل المواد غير العضوية والعوامل الأخرى .

1 -غسل العبوات ، وأغطيتها بمنظف صناعي لا يحتوى على فوسفات وباستخدام فرشاة نظيفة .

2 -غسل العبوات الزجاجية بحمض الكروميك .

3 -غسل العبوات بالماء العادي ، ثم المقطر ، ثم إمرار البخار بها .

4 -قلب العبوات لتصفية الماء وتجفيفها .

5 -تعقيم العبوات المستخدمة فى تجميع عينات للفحص الميكروبيولوجي ، وذلك بحفظها فى أوتوكلاف لمدة 24 ساعة .

وفى بعض الأحوال تعالج العبوات معالجة خاصة مثل :

1 -العبوات المستخدمة فى تجميع عينات لتحليل محتواها من العناصر المعدنية ، يجب غلسها بحمض النيتريك (جزء حمض + 4 أجزاء ماء) ثم غسلها بالماء المقطر .

2 -العبوات المستخدمة لتجميع عينات لتحليل محتواها من المركبات العضوية ، يجب غسلها بالأسيتون ثم إمرار البخار بها ثم تجفيفها

طريقة سحب العينات :

تسحب العينة من موقع مناسب بحيث تكون ممثلة لطبيعة المياه على قدر المستطاع ، ومن مكان مناسب (مثلاً فى نهاية عملية المعالجة أو عملية التنقية) .

ويجب ألا يسمح ببقاء أى فقاعة غازية أو أى جزء غير مملوء ما بين سطح الماء داخل الوعاء وبين السدادة عند ملء الوعاء . ويراعيى عند سحب العينة وضع فوهة الوعاء بعكس إتجاه تيار الماء . ولا تسحب العينة من السطح ولا من القاع . وبعد الإنتهاء من ملء الوعاء ، يجب إحكام غلقه بالسدادة ، ثم تغليف الفوهة بالشاش .

حفظ العينات :

يتم تحليل العينة عقب سحبها مباشرة حيث لا توجد طريقة قياسية واحدة للحفظ ، وإذا تعذر إجراء الاختبارات اللازمة بعد أخذها مباشرة فيجب حفظها عند درجة حرارة 4°م ، وذلك بوضعها فى صندوق ثلاجة عند نفس الدرجة لمدة لا تزيد عن 24 ساعة ، أو بوضعها فى صندوق مكسو من الداخل بألواح الزنك أو أى معدن آخر يحل محله مع إحاطة الوعاء بطبقة من نشارة الخشب أو أى مادة أخرى تقوم مقامها ، ومن الثلج المجروش بحيث تبقى درجة الحرارة أقل من 4°م إلى نهاية مدة التجميع ، ووصولها إلى المعمل للتحليل . ولا تستخدم نفس العينة للتحليل الكيميائي ، والتحليل البكتريولوجي لأن طرق الحفظ تختلف .

حجم العينات :

لا يقل العينة المأخوذة للتحليل عن 2 لتر ، ولبعض الاختبارات تسحب عينات أكبر حجماً ، كما سيرد فيما بعد عند تناول اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

أنواع العينات :

1- العينة المفردة او البسيطة:

إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة متغيرة مثل مياه الصرف فتسحب أكثر من عينة مفردة على فترات مناسبة طبقاً لظروف تغير المصدر.ويتم جمعها فى وقت محدد ومرة واحدة ومن مكان واحد ويتم جمع هذه العينات فى الحالات الاتية :

(1) عندما يكون مكان أخذ العينة غير متجدد بصفة مستمرة

(2) عندما يكون المطلوب ملاحظة حالة غريبة فى توقيت محدد

(3) عندما يجرى الاختبار بصورة منتظمة وقصيرة المدى

(4) عندما تكون مواصفات المياه ثابتة ومستقرة خلال فترات ممتده

(5) لتحديد تركيز وثبات السائل المخلوط أو الحمأة المنشطة الراجعة

2- العينة المركبة :

تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة فى فترة تشغيل كاملة ، وهى عبارة عن تجميع لعينات مفردة او بسيطة يتم جمعها على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أو ساعة) خلال فترة لا تتعدى 24 ساعة من المكان المحدد عند النقطة التى يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط فى نهاية المدة المحددة لتجميع العينة . ويمكن استخدام جهاز لتجميع العينة إذا تيسر وجوده . ويستخدم لسحب هذه العينات وعاء ذو فوهة واسعة لا يقل قطرها عن 35 مم ولا يقل حجم الوعاء عن 120 ملليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة . ويجب

مراعاة حفظ العينات الجزئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخلط وتمزج جيداً حيث تمثل متوسط حالة المياه . ولا تصلح هذه العينات لاجراء اختبارات على الاكسجين الذائب – درجة الحرارة – الرقم الايدروجينى – السيانيد – كبريتيد الايدروجين – الكلور الحر – الكبريتيت نظرا لسرعة تغير هذه العوامل .

1- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي

يستعمل وعاء من الزجاج المتعادل لا يقل حجمه عن 250 مليلتر له غطاء زجاجي مصنفر مع حماية هذا الغطاء بتغطيته بورق سلوفان أو رقائق ألومنيوم ، وتوضع كمية من ثيوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3.5H_2O$ فى الوعاء قبل تعقيمه ، وذلك لمعادلة ما قد يحتمل وجوده من الكلور الحر أو الكلور أمين المتخلف بالمياه ، والذي قد يؤثر على عدد البكتريا الموجودة أثناء نقل أو حفظ العينة ، وقد وجد أن 0.1 ملليلتر من محلول 3% من ثيوكبريتات الصوديوم المتبلور (أى ما يعادل 3 ملليجرام) فى زجاجة سعة 170 ملليلتر كافية لمعادلة 5 ملليجرام فى اللتر من الكلور المتخلف ، كما أنه ليس لها أى أثر يذكر على أحياء المجموعة القولونية . ويجب كذلك فى حالة سحب عينات سبق معالجتها بالكلور تقدير كمية الكلور المتخلف فى مكان سحب العينة. ويجب مراعاة أن تملأ الزجاجة إلى ثلاثة أرباع سعتها ، وتوضع فى صندوق ثلاجة عقب سحبها مباشرة وألا يزيد الوقت بين سحب العينة وتحليلها عن 6 ساعات.

2- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي :

يبين الجدول رقم (5) الحجم المطلوب تجميعه ، ونوع الوعاء وطريقة الحفظ والزمن الأقصى لحفظ العينة قبل إجراء التحليل .

بيانات العينة :

يجب تعريف كل عينة وذلك باستخدام لاصق مقاوم للرطوبة ولا يسهل إزالته تكتب عليه البيانات اللازمة الضرورية أثناء أخذ العينة كما يلازم ذلك ملء نموذج يحتوى على المعلومات التالية والاحتفاظ به فى ملفات خاصة لسهولة تتبع العينات :

1 – أسم وعنوان مصدر العينة .

2 – مكان سحب العينة .

3 – رقم العينة .

4 – سبب الفحص (جديد – دوري – تفتيش) .

5 – تاريخ سحب العينة .

6 – وقت سحب العينة .

7 – طبيعة العينة ومصدرها .

8 – درجة حرارة العينة وقت سحبها .

9 – درجة حرارة الجو وقت سحب العينة .

10 – نوع العينة (مفردة – مركبة) .

11 – الفترة بين العينات الجزئية فى حالة العينة المركبة .

12 -المواد الحافظة التى أضيفت .

13 -طرق المعالجة أو التعقيم إذا كانت مستعملة ونسبة المواد المستخدمة فى المعالجة أو التعقيم .

14 -الفحص الظاهري للعينة (لون – رائحة – عكارة – رواسب) .

15 -الاختبارات المطلوب إجراؤها .

16 -الأس الايدروجيني .

17 -اسم ساحب العينة وتوقيعه .

احتياطات السلامة الصحية عند جمع العينات :

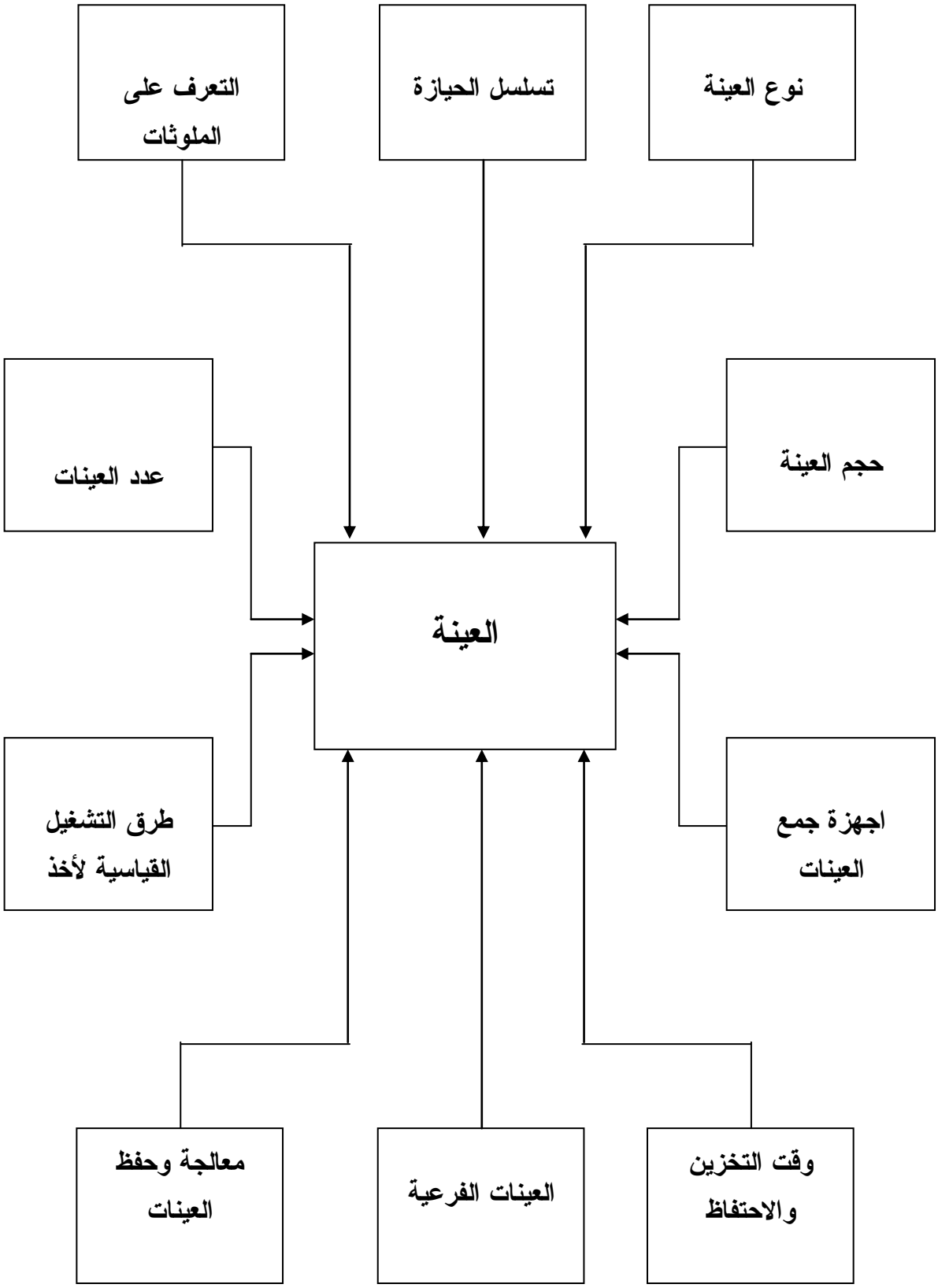
1 -تجنب ملامسة العينة للجلد أو وصول أبخرة منها إلى الرئة .

2 -تجنب تلوث الأطعمة وحظر تواجدها بالقرب من العينات .

3 -وجوب ارتداء قفازات مطاطية ونظارة وبالطو أثناء أخذ العينات .

4 -منع التدخين أثناء أخذ العينات .

5 -منع أى مصدر إشعال بالقرب من أماكن أخذ عينات تحتوى على مركبات عضوية متطايرة قابلة للاشتعال .


نوع العينة
تسلسل الحيازة
التعرف على الملوثات
حجم العينة
عدد العينات
العينة
اجهزة جمع العينات
طرق التشغيل القياسية لأخذ
وقت التخزين والاحتفاظ
العينات الفرعية
معالجة وحفظ العينات

ضبط وتأكيد جودة نتائج التحاليل

يجب أن يضمن المعمل نوعية النتائج باستخدام خطط ضبط الجودة (Quality control) وتأكيد الجودة (Quality assurance) .

وضبط الجودة (QC) هى تقنيات تشغيلية ونشاطات تستخدم لتحقيق متطلبات نوعية جيدة ويجب ان تشمل :

(I) رسوم ضبط بيانية Control charts.

(II) تجارب غفل (Blank)

(III) عينات مضاف اليها مواد قياسية (Spiked)

(IV) تكرارية التقدير

(V) عينات عمياء (blind)

(VI) عينات مقسمة (split)

وتأكيد الجودة (QC) هى كل الأفعال المنتظمة والمخططة الضرورية وتشمل:

(I) معايرة الأجهزة

(II) التدريب

(III) صيانة الاجهزة

(IV) التفتيش والمراجعة

وكجزء من أنظمة الجودة ولرصد الاداء التحليلى يوميا ومن دفعة الى دفعة فان المعمل ر عليه ان يعد نظاما داخليا للجودة وان يشارك كلما كان ذلك ممكنا فى خطة اختبار الكفاءة. وهذه القياسات يجب ان تكون محددة بوضوح فى دليل

الجودة. ويعتمد مستوى ضبط الجودة على طبيعة التحاليل ودوريتها وحجم الدفعة ودرجة التلقائية (Automation) وصعوبة الاختبار ومصداقيته.

وعينات ضبط الجودة هى عينات مثالية ذات درجة عالية من الثبات ومتاحة بكميات للتحليل على فترات زمنية ممتدة. وخلال هذه الفترة فان التفاوت فى اداء الطريقة المستخدمة. يمكن رصده بقياس القيمة المحددة للعينة المستخدمة فى ضبط الجودة وعادة باستخدام رسم بيانى.

ويجب ان يكون المستوى الذى يتبناه المعمل كافيا لضمان تطبيق النتائج وكدليل فان مستوى ضبط الجودة المثالى فى التحاليل الروتينية يجب الا يقل عن 5% من العينات الداخلة وهذا يعنى عينة لكل 20 عينة وفى ظروف أخرى ربما تتطلب 50%. وعند تحليل عينات بصورة غير دورية فانه يجب تطبيق النظام الكامل على كل حالة. وهذا ربما يتطلب استخدام مواد مرجعية تحتوى على تركيزات معروفة وموثقة بشهادات وكذلك تكرار تحليل العينة و اضافة كمية من المادة القياسية للعينة وتحليلها (Spike). والعينات التى تحلل بصورة دورية متكررة يجب اخضاعها لطرق ضبط الجودة المنتظم متضمنا استخدام الرسوم البيانية وعينات المراجعة.

ويجب على المعمل أن يراقب ادائه طبقا لمتطلباته الخاصة ووفقا لمشاركته فى اختبار الكفاءة الذى ينظم بصورة دورية. وهذا الاختبار يساعد فى القاء الضوء ليس فقط على تكرارية الاداء بين المختبرات ولكن أيضا فى الكشف عن الاخطاء المنتظمة مثل الحيود . وجهات الاعتماد تعرف مدى اهمية هذه

الاختبارات وتشجع بشدة المختبرات فى الاشتراك فى هذه الاختبارات كجزء مكمل فى خطط تأكيد الجودة. وإنه من المهم مراقبة نتائج اختبار الكفاءة كوسيلة لمراجعة تاكيد الجودة اتخاذ الاجراءات الضرورية وجهات الاعتماد ربما تحدد الاشتراك فى اختبارات بعينها كمتطلب فى عملية الاعتماد.

خطة ضبط الجودة:

(i) يجب على المحلل أن يبرهن على قدرته فى نوع التحاليل التى يجريها. وفى معظم التحاليل فإن إثبات دقة محلل واحد وعدم حيود نتائجه يعتبر كافيا.

(ii) استخدام حصيلة تجربة الإضافة المعروفة (Known addition) كجزء من الخطة المنتظمة للتحاليل. ويجب أن تكون الإضافات المعروفة على الأقل 10% من عدد العينات. واستخدام محاليل مركزة حيث لاتغير كثيرا فى الحجم.

(iii) استخدام عينة ضبط الجودة (QCs) وهى محلول من المادة المراد تحليلها معروفة التركيز على وجه اليقين وتستخدم مع جزء من عينة غفل حقلية أو وسط العينة المراد تحليلها ويحصل على ضبط الجودة هذه خارج المختبر وهى مختلفة عن المحاليل القياسية المستخدمة فى المعايرة . وتستخدم لمراجعة اداء المختبر مع مادة اختبار محضرة خارجيا.

(iv) كاشف مختبر غفل (Blank) وهى كمية من الكاشف ذو وسط مائى أو وسط آخر تعامل بنفس الطريقة التى تعامل بها العينات وتستخدم التجربة الغفل

لتقدير ما اذا كانت هناك تداخلات من العينة او تداخلات أخرى موجودة فى بيئة المعمل ناشئة عن الاجهزة أو الكواشف المستخدمة .

(v) استخدام عينتين مختبرتين (LD1, LD2) وهما جزئين فى نفس العينة يؤخذ بواسطة المختبر وتحللان منفردتين باستخدام نفس طريقة العمل وهذه التحاليل تظهر مدى الدقة والتكرارية المصاحبة لطريقة عمل المعمل ولا تدل على طرق جمع وحفظ وتخزين العينات.

(vi) تعتبر منحنيات الجودة من اهم الوسائل لمراقبة نوعية القياس فى المعمل . ومنحنيات الجودة هى طريقة مرئية للمراجعة وإثبات أن الطريقة المستخدمة منضبطة احصائيا وكذلك فى اعادة عملية القياسات ولتشخيص مشاكل القياس. بالاضافة الى ذلك فانها تستخدم لاظهار الانحراف (أو غياب الانحراف) والدقة وحدود التمييز. وغالبا يستخدم منحنى (س) ومنحنى (ر) ومنحنى (د) و منحنى (رَ).

واستخدام نوع واحد من عينات الجودة ونوع واحد من منحنيات الجودة غير كافيين لضبط كل مصادر الخطأ.

الاسكان والشروط البيئية؛

إن وسائل المعمل للاختبار تتضمن وليست قاصرة على مصادر الطاقة و الضوء والتهوية والظروف البيئية حيث يجب أن تكون كلها فى صورة تساعد على اداء الاختبار بطريقة صحيحة.ويجب على المعمل أن يضمن أن البيئة لا تؤثر على نتائج الاختبارات أو تؤثر سلبا على النوعية المطلوبة لأى قياس. ويجب أن تعطى عناية خاصة عندما يجرى أخذ العينات والاختبارات فى الموقع وليس فى المكان الثابت للمعمل.

ويجب حماية مكان اجراء الاختبارات من الظروف القاسية والتى ربما تؤثر على نوعية النتائج. ويجب اعطاء اهتمام على سبيل المثال الى التعقيم البيولوجى والاتربة والتداخلات الكهرومغناطيسية والاشعاعات والرطوبة ومصدر الكهرباء ودرجة الحرارة والصوت ومستوى الاهتزازات بحيث تكون ملائمة للنشاط التقنى المعنى. ويجب ايقاف الاختبار والمعايرة عندما تتأثر نتائج التحليل أو المعايرة بالظروف البيئية.

وربما كان من الضرورى أن يحد من الوصول الى منطقة معينة من المعمل لطبيعة العمل بها. وهذا القيد ربما يتخذ لأغراض الأمان والأمن والحساسية للتلوث. ومثال ذلك عند إجراء تحاليل لعينات ضئيلة حيث أن هذه القيود يجب اتخاذها ويجب على العاملين أن يدركوا الآتى:

(i) الغرض الذى من أجله تستخدم المساحة.

(ii) القيود الموضوعة للعمل فى هذه المساحة.

(iii) الأسباب التى من أجلها قيد العمل فى هذه المساحة.

ومن الضرورى أن تعزل أنواع العمل والتى تكون عرضة للتداخلات من الأعمال الأخرى أو من تلك التى قد تسبب مشاكل معينة أو أخطار محتملة. وكمثال عند اجراء تحاليل لعينات ضئيلة تتطلب فصل فيزيائى من كميات كبيرة أو فى تحليل مواد مسرطنة. وعند اختبار مساحة معينة لعمل خاص يجب أن يوضع فى الاعتبار ضمان خلو هذه المساحة من التلوث. وبمجرد الاستخدام يجب أن تكون هذه المساحة مقيدة الاستخدام كما يجب أن يكون العمل الذى يجرى بها تحت السيطرة الحذرة. ويجب أخذ المعايير التى تضمن المحافظة على المعمل حيث يعد طرق عمل مناسبة وعلى سبيل المثال:

(I) العينات والكواشف والمواد القياسية يجب تخزينها بحيث يضمن تكاملها ويجب أن يحفظ المعمل من أى تدهور أو تلوث أو فقدان هوية.

(II) عينات الصرف والكواشف المستخدمة يجب جمعها فى آنية خاصة ومعالجتها قبل التخلص منها وعند استخدام شبكة المجارى فإنه من الواجب اعداد خط خاص وخزان معالجة قبل الصرف.

الفصل السادس

إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها

الفصل السادس

إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها

يقوم المعمل باعداد وتوثيق إجراءات للتحكم واخضاع جميع الوثائق للرقابة فى تداولها وحفظها سواء كانت و **ثائق** داخلية (مثل نتائج تحاليل او تقارير) ، او وثائق خارجية (مثل القوانين – المواصفات القياسية – كتيبات التشغيل او الكتالوجات – دليل الصيانة والمعايرة – شهادات معايرة المعدات – شهادات المواد الكيماوية والمرجعية – مواصفات المواد الكيماوية والمحاليل – رسومات بيانية – برامج الحاسب) سواء كانت على وسائط مطبوعة او اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة او بطريقة رقمية أو فوتوغرافية او خطية.

وتتضمن اجراءات التحكم فى حفظ وتداول الوثائق كما يلى:

1 إجراءات اعتماد واصدار الوثائق

وتتضمن اجراءات اعتماد واصدار الوثائق ما يلى:

-كيفية الاصدار والمراجعة قبل الاصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والاهداف ودليل الجودة ووثائق الاجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.

-تمييز الوثائق

- اعداد القوائم الرئيسية لاصدارات الوثائق المختلفة
- توزيع الوثائق فى مواقع الاستخدام
- المراجعة الدورية للوثائق

2 اجراءات تعديلات الوثائق

وتتضمن اجراءات تعديلات الوثائق مايلى:

- مراجعة وموافقة المصدر
- كيفية ادخال التعديل فى الوثائق
- التعامل مع الوثائق الملغاة
- تمييز التغيير اذا كان باليد بالتوقيع والتاريخ
- كيفية اجراء التعديلات وحفظها على الحاسب الالى

3 التحكم فى السجلات

إن السجلات كنوع خاص من الوثائق توفر الدليل على المطابقة مع المتطلبات وفاعلية التشغيل لنظام الادارة والنشاط الفنى للمعمل .

ويجب على المعمل اعداد اجراءات موثقة لتعريف وتجميع وفهرسة وحفظ وتخزين وصيانة والتخلص من السجلات كالاتى:

تعريف/تمييز السجلات:

حيث يتم تمييز السجلات بأرقام نماذج فريدة لكل سجل.

حصر السجلات:

حيث يتم حصر السجلات المستخدمة فى قائمة السجلات وذلك لضمان توزيع النماذج المعدلة على جميع مواقع الاستخدام المعنية وضمان التطبيق الصحيح لها طبقا نظام الادارة .

جمع وفهرسة السجلات:

يتم تجميع وفهرسة السجلات فى ملفات نظيف وسليمة باسلوب يضمن سهولة الوصول اليها

حفظ السجلات:

تحفظ ملفات السجلات بطريقة منظمة ومرتبة دون تكديس فى تجهيزات المعمل فى الفترة الى يتطلبها العمل من أجل سهولة الاستعمال والاستدعاء السهل عند الطلب ، وتعرف السجلات بالشكل الذى يسهل معرفتها ، ويتم حفظ سجلات المعمل اما ورقيا او بوسائل الكترونية.

حماية وصيانة السجلات:

مسئولية مدير المعمل توفير المكان والبيئة المناسبة لحماية وصيانة السجلات من التلف أو الفساد او الفقد او الضياع وكذلك تحديد المسئول عن كل سجل لضمان حمايتها والمحافظة عليها من التلف ويحفظ هذا المسئول السجلات بأمن وسرية ولايجوز نقل اى معلومات كتابة او على وسائط الكترونية لأى جهة الا بتصريح من الادارة العليا لضمان خصوصية وسرية معلومات العملاء.

يقوم المعمل باعداد اجراءات لحماية ونسخ السجلات المخزنة الكترونيا لمنع التداخل أو التعديل غير المسئول لهذه السجلات.

استدعاء السجلات:

يتم الاستدعاء السهل للسجل من خلال التنظيم والترتيب وتحديد المسئول والتمييز الفريد وعدم وضع السجلات فى غير أماكن تخزينها وعدم حفظ السجلات فى دواليب خاصة لمنع وجود عقبات تعرقل سرعة العمل وانسيابية استدعاء البيانات عند الطلب.

فترة الاحتفاظ بالسجلات

تحدد فترة الاحتفاظ بالسجلات بحيث يتم استدعاء وتتبع أى بيانات مطلوبة عن فترات سابقة.

التخلص من السجلات:

يتم تحديد كيفية التخلص من السجلات بعد انتهاء فترة الاحتفاظ المحدودة.

أنواع السجلات:

تنقسم السجلات الى نوعان رئيسيان هما:

أ) سجلات الجودة:

وتتضمن تقارير عمليات المراجعة الداخلية ومراجعات الادارة وسجلات الاجراءات التصحيحية والوقائية.

ب) السجلات الفنية:

وهى عبارة عن تجميع البيانات والمعلومات الناتجة من اجراء الاختبارات والمعايرات الداخلية التى تبين مستوى الجودة أو مكونات العملية المنجزة ، وقد تتضمن هذه السجلات النماذج والعقود والكتب واستمارات تسجيل النتائج وأوراق المراجعة والعمل ورسومات التحكم وتقارير الاختبار وشهادات المعايرة الخارجية و الداخلية ومذكرات العميل وأوراقه والردود الواردة منه. ويحتفظ المعمل بدفاتر القراءات الأصلية والبيانات المشتقة منها ومنحنيات الجودة وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الاجهزة المعنية وتفاصيل العينات ومعلومات كافية لتتبع أثر المراجعة الداخلية وسجلات معايرة أجهزة المعمل والأفراد ونسخة من كل تقرير اختبار.

وتقوم ادارة المعمل بتحديد مدة الحفظ لهذه السجلات (وعادة يتم الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5 سنوات)

وسجلات كل اختبار بالمعمل تحتوى على المعلومات الكافية لتسهيل – كلما كان ممكنا – تحديد العوامل المؤثرة على مقدار اللايقين وكذلك امكانية اعادة الاختبار تحت ظروف أقرب ما يمكن من الظروف الأصلية ، كما تحتوى سجلات المعمل على اسماء الأفراد المسئولين عن أخذ العينات وأداء كل اختبار وفحص النتائج ويتم تسجيل القراءات والحسابات فى نفس وقت اجراء الاختبار تحت اشراف اعلى.

ويجب تسجيل النتائج فى دفاتر الملاحظات بالحبر ، وعند حدوث أخطاء فى السجلات لا يتم محوها ويتم شطب الخطأ بما يجعله مقروء وتسجل القيمة الصحيحة أعلاه مع التوقيع عليها من الفرد الذى أجرى التصحيح.

وفى حالة النتائج الى يحصل عليها بواسطة الحاسب الآلى فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنه فقد او تغيير النتائج الأصلية ويمكن ايجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب فى أى وقت ومنع غير المخولين بذلك من الاطلاع او التعديل فى البيانات المسجلة.

السجلات الداخلية

يلزم اعداد سجلات تبين حالة العينات التى يتم تجميعها وتحليلها وتسمى هذه المتابعة سجل تسلسل الحيازة حيث تعتبر العينات تحت وصاية شخص ما من المعمل ما دامت فى حوزته وتحت مسئوليته ، لذا وجب اعداد العديد من السجلات والتقارير المتعلقة بنشاط المعمل :

دفتر تدوين بيانات العينة فى الموقع حيث يسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:

مكان جمع العينة:

حالة العينة: ملونة – معكرة .... الخ

الاختبارات المطلوبة:

تاريخ ووقت جمع العينة:

نوع العينة:

نقل العينة:

اسم القائم بجمع العينة:

تقرير تسلسل الحيازه وتسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:

توقيع من قام بجمعها :

تاريخ وزمن التجميع :

موقع العينة :

اسم من قام بنقل العينة :

تاريخ الاستلام :

وقت وصول العينة للمعمل :

اسم مستلم العينة :

وقت بدء تحليل العينة:

اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزة Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين

(1) توصيف الجهاز .

(2) إجراءات المعايرة .

(3) إجراءات الصيانة التى تمت .

(4) طريقة التشغيل .

ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الاتية :

اسم الجهاز:

اسم المورد وعنوانه:

الشركة المنتجة :

رقم المسلسل :

حالة الجهاز : جديد – قديم – مجدد

تاريخ شراء الجهاز:

تاريخ بدء تشغيل الجهاز:

قطع الغيار أو الاجزاء الملحقة به:

مكان وضع الجهاز:

نوع وتوقيت الصيانة التى تمت:

تاريخ المعايرة:

تقارير نتائج تحليل العينات

رقم العينة:

مصدر العينة:

تاريخ تحليل العينة:

التحليل:

الطريقة المستخدمة:

وحدة القياس :

النتيجة :

اسم المحلل :

التوقيع:

مراجعة :

التوقيع التاريخ:

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:

نوع العينة:

تاريخ ووقت التحليل :

حجم العينة المستخدمة

(ملليلتر) (أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (جـــ)

وزن الراسب (جـــ – ب)

التركيز = (جـــ – ب ÷ أ) × 1000 = ملليجرام /لتر

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع:

التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتداخلات:

مدة ابقاء العينة وحفظها:

الاجهزة المستخدمة:

الكواشف المستخدمة:

محاليل المعايرة:

محاليل ضبط الجودة:

طريقة العمل :

وحدة التعبير عن النتائج:

الحسابات:

المراجع :

تسجيل النتائج :

يجب تسجيل النتائج المعملية فى نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هى التى تحتوى على تفاصيل النتائج التى يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :

1 -التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .

2 حجم العينة المستخدم فى كل تجربة .

3 نوع الاختبار .

4 النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة .

5 اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل .

6 مرجع الطريقة المستخدمة .

7 طريقة حساب النتيجة .

وبعد مراجعة النتائج تحفظ النماذج بترتيبها الزمني فى ملفات خاصة يحتفظ بها لمدة 5 سنوات على الأقل .

ومن المعروف أن استخدام أجهزة جيدة وطرق صحيحة لا يعطي بالضرورة نتائج صحيحة . وعلى المحلل أن يراجع من وقت إلى آخر نوعية النتائج بالتأكد من صلاحية المواد الكيميائية المستخدمة والأجهزة والمواد القياسية وطرق الحساب والقياس وذلك بإجراء تجارب على عينات قياسية لمعرفة مدى الخطأ وهو ما يعرف بتجارب ضبط وتأكيد الجودة .

ويمثل الجدولين الآتيين نموذجان لتسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة :

تاريخ وضع العينة فى الحضانة :

تاريخ إخراج العينة :

رقم العينة			
رقم الزجاجة			
حجم العينة	التجربة الأولى	التجربة الثانية	التجربة الثالثة
نسبة التجفيف (300/حجم العينة سم^3)			
الأكسجين المذاب المقاس فى بداية التجربة (مجم/لتر)			
الأكسجين المذاب المقاس فى نهاية التجربة (مجم/لتر)			
الأكسجين الممتص (مجم/لتر)			
الأكسجين الحيوي الممتص الأكسجين الممتص × نسبة التجفيف) (مجم/لتر)			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

يقوم المعمل باعداد وتوثيق إجراءات للتحكم واخضاع جميع الوثائق للرقابة فى تداولها وحفظها سواء كانت و **ثائق** داخلية (مثل نتائج تحاليل او تقارير) ، او وثائق خارجية (مثل القوانين – المواصفات القياسية – كتيبات التشغيل او الكتالوجات – دليل الصيانة والمعايرة – شهادات معايرة المعدات – شهادات المواد الكيماوية والمرجعية – مواصفات المواد الكيماوية والمحاليل – رسومات بيانية – برامج الحاسب) سواء كانت على وسائط مطبوعة او اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة او بطريقة رقمية أو فوتوغرافية او خطية.

وتتضمن اجراءات التحكم فى حفظ وتداول الوثائق كما يلى:

4 إجراءات اعتماد واصدار الوثائق

وتتضمن اجراءات اعتماد واصدار الوثائق ما يلى:

- كيفية الاصدار والمراجعة قبل الاصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والاهداف ودليل الجودة ووثائق الاجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.
- تمييز الوثائق
- اعداد القوائم الرئيسية لاصدارات الوثائق المختلفة
- توزيع الوثائق فى مواقع الاستخدام
- المراجعة الدورية للوثائق

5 اجراءات تعديلات الوثائق

وتتضمن اجراءات تعديلات الوثائق مايلى:

- مراجعة وموافقة المصدر
- كيفية ادخال التعديل فى الوثائق

-التعامل مع الوثائق الملغاة

-تمييز التغيير اذا كان باليد بالتوقيع والتاريخ

-كيفية اجراء التعديلات وحفظها على الحاسب الالى

6 - التحكم فى السجلات

إن السجلات كنوع خاص من الوثائق توفر الدليل على المطابقة مع المتطلبات وفاعلية التشغيل لنظام الادارة والنشاط الفنى للمعمل .

ويجب على المعمل اعداد اجراءات موثقة لتعريف وتجميع وفهرسة وحفظ وتخزين وصيانة والتخلص من السجلات كالاتى:

تعريف/تمييز السجلات:

حيث يتم تمييز السجلات بأرقام نماذج فريدة لكل سجل.

حصر السجلات:

حيث يتم حصر السجلات المستخدمة فى قائمة السجلات وذلك لضمان توزيع النماذج المعدلة على جميع مواقع الاستخدام المعنية وضمان التطبيق الصحيح لها طبقا نظام الادارة .

جمع وفهرسة السجلات:

يتم تجميع وفهرسة السجلات فى ملفات نظيف وسليمة باسلوب يضمن سهولة الوصول اليها

حفظ السجلات:

تحفظ ملفات السجلات بطريقة منظمة ومرتبة دون تكديس فى تجهيزات المعمل فى الفترة الى يتطلبها العمل من أجل سهولة الاستعمال والاستدعاء

السهل عند الطلب ، وتعرف السجلات بالشكل الذى يسهل معرفتها ، ويتم حفظ سجلات المعمل اما ورقيا او بوسائل الكترونية.

حماية وصيانة السجلات:

مسئولية مدير المعمل توفير المكان والبيئة المناسبة لحماية وصيانة السجلات من التلف أو الفساد او الفقد او الضياع وكذلك تحديد المسئول عن كل سجل لضمان حمايتها والمحافظة عليها من التلف ويحفظ هذا المسئول السجلات بأمن وسرية ولايجوز نقل اى معلومات كتابة او على وسائط الكترونية لأى جهة الا بتصريح من الادارة العليا لضمان خصوصية وسرية معلومات العملاء.

يقوم المعمل باعداد اجراءات لحماية ونسخ السجلات المخزنة الكترونيا لمنع التداخل أو التعديل غير المسئول لهذه السجلات.

استدعاء السجلات:

يتم الاستدعاء السهل للسجل من خلال التنظيم والترتيب وتحديد المسئول والتمييز الفريد وعدم وضع السجلات فى غير أماكن تخزينها وعدم حفظ السجلات فى دواليب خاصة لمنع وجود عقبات تعرقل سرعة العمل وانسيابية استدعاء البيانات عند الطلب.

فترة الاحتفاظ بالسجلات

تحدد فترة الاحتفاظ بالسجلات بحيث يتم استدعاء وتتبع أى بيانات مطلوبة عن فترات سابقة.

التخلص من السجلات:

يتم تحديد كيفية التخلص من السجلات بعد انتهاء فترة الاحتفاظ المحدودة.

أنواع السجلات:

تنقسم السجلات الى نوعان رئيسيان هما:

- سجلات الجودة:

وتتضمن تقارير عمليات المراجعة الداخلية ومراجعات الادارة وسجلات الاجراءات التصحيحية والوقائية.

- السجلات الفنية:

وهى عبارة عن تجميع البيانات والمعلومات الناتجة من اجراء الاختبارات والمعايرات الداخلية التى تبين مستوى الجودة أو مكونات العملية المنجزة ، وقد تتضمن هذه السجلات النماذج والعقود والكتب واستمارات تسجيل النتائج وأوراق المراجعة والعمل ورسومات التحكم وتقارير الاختبار وشهادات المعايرة الخارجية و الداخلية ومذكرات العميل وأوراقه والردود الواردة منه.

ويحتفظ المعمل بدفاتر القراءات الأصلية والبيانات المشتقة منها ومنحنيات الجودة وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الاجهزة المعنية وتفاصيل العينات ومعلومات كافية لتتبع أثر المراجعة الداخلية وسجلات معايرة أجهزة المعمل والأفراد ونسخة من كل تقرير اختبار.

وتقوم ادارة المعمل بتحديد مدة الحفظ لهذه السجلات (وعادة يتم الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5 سنوات)

وسجلات كل اختبار بالمعمل تحتوى على المعلومات الكافية لتسهيل – كلما كان ممكنا – تحديد العوامل المؤثرة على مقدار اللايقين وكذلك امكانية اعادة الاختبار تحت ظروف أقرب ما يمكن من الظروف الأصلية ، كما تحتوى سجلات المعمل على اسماء الأفراد المسئولين عن أخذ العينات وأداء كل اختبار وفحص النتائج ويتم تسجيل القراءات والحسابات فى نفس وقت اجراء الاختبار تحت اشراف اعلى.

ويجب تسجيل النتائج فى دفاتر الملاحظات بالحبر ، وعند حدوث أخطاء فى السجلات لا يتم محوها ويتم شطب الخطأ بما يجعله مقروء وتسجل القيمة الصحيحة أعلاه مع التوقيع عليها من الفرد الذى أجرى التصحيح.

وفى حالة النتائج الى يحصل عليها بواسطة الحاسب الآلى فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنه فقد او تغيير النتائج الأصلية ويمكن ايجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب فى أى وقت ومنع غير المخولين بذلك من الاطلاع او التعديل فى البيانات المسجلة.

السجلات الداخلية

يلزم اعداد سجلات تبين حالة العينات التى يتم تجميعها وتحليلها وتسمى هذه المتابعة سجل تسلسل الحيازة حيث تعتبر العينات تحت وصاية شخص ما من المعمل ما دامت فى حوزته وتحت مسئوليته ، لذا وجب اعداد العديد من السجلات والتقارير المتعلقة بنشاط المعمل :

دفتر تدوين بيانات العينة فى الموقع حيث يسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:

مكان جمع العينة:

حالة العينة: ملونة – معكرة .... الخ

الاختبارات المطلوبة:

تاريخ ووقت جمع العينة:

نوع العينة:

نقل العينة:

اسم القائم بجمع العينة:

تقرير تسلسل الحيازه وتسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:

توقيع من قام بجمعها :

تاريخ وزمن التجميع :

موقع العينة :

اسم من قام بنقل العينة :

تاريخ الاستلام :

وقت وصول العينة للمعمل :

اسم مستلم العينة :

وقت بدء تحليل العينة:

اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزة Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين

1) توصيف الجهاز .
2) إجراءات المعايرة .
3) إجراءات الصيانة التى تمت .
4) طريقة التشغيل .

ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الاتية :

اسم الجهاز:

اسم المورد وعنوانه:

الشركة المنتجة :

رقم المسلسل :

حالة الجهاز : جديد – قديم – مجدد

تاريخ شراء الجهاز:

تاريخ بدء تشغيل الجهاز:

قطع الغيار أو الاجزاء الملحقة به:

مكان وضع الجهاز:

نوع وتوقيت الصيانة التى تمت:

تاريخ المعايرة:

تقارير نتائج تحليل العينات

رقم العينة:

مصدر العينة:

تاريخ تحليل العينة:

التحليل:

الطريقة المستخدمة:

وحدة القياس :

النتيجة :

اسم المحلل :

التوقيع:

مراجعة :

التوقيع:

التاريخ:

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:

نوع العينة:

تاريخ ووقت التحليل :

حجم العينة المستخدمة

(ملليلتر) (أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (جـــ)

وزن الراسب (جـــ – ب)

التركيز = (جـــ – ب ÷ أ) × 1000 = ملليجرام /لتر

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع:

التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:
الاحتياطات اللازمة والتداخلات:
مدة ابقاء العينة وحفظها:
الاجهزة المستخدمة:
الكواشف المستخدمة:
محاليل المعايرة:
محاليل ضبط الجودة:
طريقة العمل :
وحدة التعبير عن النتائج:
الحسابات:
المراجع :

تسجيل النتائج :

يجب تسجيل النتائج المعملية فى نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هى التى تحتوى على تفاصيل النتائج التى يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :

1 -التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .

2 حجم العينة المستخدم فى كل تجربة .

3 نوع الاختبار .

4 النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة .

5 اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل .

6 مرجع الطريقة المستخدمة .

7 طريقة حساب النتيجة .

وبعد مراجعة النتائج تحفظ النماذج بترتيبها الزمني فى ملفات خاصة يحتفظ بها لمدة 5 سنوات على الأقل .

ومن المعروف أن استخدام أجهزة جيدة وطرق صحيحة لا يعطي بالضرورة نتائج صحيحة . وعلى المحلل أن يراجع من وقت إلى آخر نوعية النتائج بالتأكد من صلاحية المواد الكيميائية المستخدمة والأجهزة والمواد القياسية وطرق الحساب والقياس وذلك بإجراء تجارب على عينات قياسية لمعرفة مدى الخطأ وهو ما يعرف بتجارب ضبط وتأكيد الجودة .

ويمثل الجدولين الآتيين نموذجان لتسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه ، والجدول رقم (8) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي فى عينة مياه .

جدول رقم (6)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة :

تاريخ وضع العينة فى الحضانة :

تاريخ إخراج العينة :

رقم العينة			
رقم الزجاجة			
حجم العينة	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
نسبة التجفيف (300/حجم العينة سم^3)			
الأكسجين المذاب المقاس فى بداية التجربة (مجم/لتر)			
الأكسجين المذاب المقاس فى نهاية التجربة (مجم/لتر)			
الأكسجين الممتص (مجم/لتر)			
الأكسجين الحيوي الممتص الأكسجين الممتص × نسبة التجفيف) (مجم/لتر)			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

جدول رقم (7)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
وزن الكأس فارغاً (جم) (A)			
وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)			
تركيز الزيوت والشحوم $mg/L = \frac{(B-A)x1000000}{\text{حجم العينة}}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

جدول رقم (8)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ ووقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة الغفل (A) سم^3			
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة (B) سم^3			
الفرق (A – B)			
عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة فى المعايرة (N)			
$COD(mg/L) = \frac{(A-B)xNx8000}{m/sample}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
وزن الكأس فارغاً (جم) (A)			
وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)			
تركيز الزيوت والشحوم $mg/L = \frac{(B-A)x1000000}{\text{حجم العينة}}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ ووقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة الغفل (A) سم^3			
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة (B) سم^3			
الفرق (A – B)			
عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة فى المعايرة (N)			
$\text{COD(mg/L)} = \frac{(A-B)xNx8000}{m/sample}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

السجلات Records:

يجب على المعمل أن يتخذ الإجراءات والوسائل اللازمة لاعداد طرق للتعرف والجمع والفهرسة والوصول والتخزين والمحافظة والتخلص من كل سجلات الجودة والسجلات التقنية ويجب المحافظة على كل السجلات وتخزينها فى مكان مناسب يجنبها الاضرار أو التدهور والفقد. ويجب الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5 سنوات.

وعلى المعمل أن يحافظ على كراسات النتائج الأصلية ونماذج جمع النتائج ومنحنيات الجودة وتقارير الاختبارات وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الاجهزة المعنية وتفاصيل العينات ويجب تسجيل النتائج فى دفاتر الملاحظات بالحبر ولا تمحى ولا تحذف أية أخطاء بل تشطب ويجب توقيع السجل من المحلل. وفى حالة النتائج التى يحصل عليها بواسطة الحاسب الآلى فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنع فقدان أو تغيير النتائج الاصلية ويمكن ايجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب فى أى وقت ومنع غير المخولين من الاطلاع أو التعديل فى البيانات المسجلة.

تقارير الاختبارات Test reports:

يجب ان تسجل الأعمال التى يجريها المعمل فى تقارير وان تظهر بوضوح ودقة وموضوعية وبدون لبس نتائج الاختبارات وأية معلومات ذات صلة وكل تقارير للاختبارات يجب ان يحتوى على الأقل على المعلومات الآتية:

(i) اسم وعنوان المعمل ومكان اجراء التحليل اذا كان مختلفا عن عنوان المختبر.

(ii) تعريف فريد بالتقرير مثل اعطائه رقما مسلسلا ولكل صفحة وعدد الصفحات الكلى للتقرير.

(iii) اسم وعنوان العميل.

(iv) وصف وتعريف بالمادة التى تم تحليلها.

(v) تاريخ استلام العينة وتاريخ اجراء التحليل.

(vi) تعريف بمواصفات الاختبار أو وصف للطريقة المستخدمة فى التحليل .

(vii) وصف لطريقة جمع العينة التى اجريت بواسطة المعمل أو جهة أخرى عندما يكون ذلك له علاقة بتطبيقات النتائج.

(viii) أى اضافات أو حيود أو استبعاد عن مواصفات الطريقة وأى معلومات أخرى ذات علاقة بالاختبار.

(ix) تعريف بأى اختبار أو طريقة غير قياسية تكون قد استخدمت .

(x) الظروف البيئية السائدة وقت أخذ العينة والتى قد تؤثر فى تفسير نتائج الاختبار.

(xi) قياس وفحص واشتقاق النتائج مدعمة بالجداول والرسومات والأشكال التوضيحية والصور كلما أمكن وأية قصور تم التعرف عليه.

(xii) وحدات القياس المستخدمة.

(xiii) تصريح عن قياس اللايقين (Uncertainty) .

(xiv) توقيع ووظيفة أو تأشيرة الشخص الذى قبل المسئولية التقنية لاصدار التقرير.

(xv) تصريح بأن النتائج مقصورة على المواد التى حللت بدون موافقة كتابية من المعمل

(xvi) تصريح بأن التقرير لن يعاد اصداره فى صورته ماعد اصداره كاملا.

ويجب أن يولى ترتيب تقرير الاختبار عناية خاصة وخصوصا فيما يتعلق بتقديم نتائج الاختبار وسهولة فهمه بالقارئ. ويجب أن يصمم شكل التقرير بعناية ودقة لكل نوع من الاختبارات ولكن تبقى العنوانين موحدة كلما امكن.

إن شكل التقرير يجب أن يصمم بحيث يشمل كل نوع من الاختبارات التى تجرى وللتقليل من امكانية الخطأ أو سوء الاستخدام. ويعطى اهتمام لطريقة إخراج التقرير.

إن التصحيح أو الاضافة فى تقرير النتائج بعد اصداره يجب أن يتم من خلال تقرير آخر بعنوان مناسب مثل تعديل / اضافة الى تقرير مسلسل .... (أو طريقة أخرى للتعريف) ويجب أن يستوفى المتطلبات السابق ذكرها.

ويجب الا يتضمن أية نصائح أو توجيهات أو توصيات مبنية على النتائج.

وعندما يطلب من المعمل الرأى والتفسير وذكره فى التقرير يجب على المعمل أن يكون قادرا على أن يبين أنه قام بتوثيق الاسس التى بنى عليها تفسيره ورأيه. والرأى والتفسير اللتين يحتويهما تقرير الاختبار ربما يكون محتويا وليس قاصرا على :

- الرأى عن توافق النتائج مع المتطلبات.
- توصيات بكيفية استخدام النتائج.
- الإرشادات المستخدمة للتحسين.

وعندما يحتوى تقرير الاختبار نتائج اختبارات اجريت بواسطة معمل آخر (من الباطن) يجب الإشارة الى ذلك بوضوح. وعندما تجرى المعايرة من الباطن فإن المعمل الذى أدى العمل يجب إصدار شهادة معايرة للمعمل الذى يصدر التقرير.

ضبط البيانات Data control:

يجب ان تخضع الحسابات ونقل البيانات الى مراجعة ملائمة بطريقة منتظمة . وعند استخدام الحاسب الآلى أو أجهزة آلية فى معالجة وتسجيل واعداد البيانات وتخزينها لاسترجاع بيانات الاختبار والمعايرة يجب على المختبر ان يضمن

(I) أن توثق البرامج التى اعدت بطريقة مسهبة كافية وقابلة للتطبيق وتراجع للتأكد من كفايتها للاستخدام.

(II) اعداد طرق استخدام وتطبيقها من اجل حماية تكامل البيانات وهذه الطرق يجب ان تحتوى ولا تقتصر على السرية والتكامل لادخال وتجميع وتخزين ونقل ومعالجة البيانات.

ويجب صيانة الأجهزة الآلية والحاسب لضمان الاداء الأمثل ويجب تزويدها بظروف مناخية وتشغيلية ضرورية للحفاظ على تكامل الاختبار وبيانات المعايرة.

وتعتبر البرامج التجارية ذات الاستخدام العام عند استخدامها فى نطاق مدى تطبيقاتها قابلة للاستخدام بصورة كافية.وعند نقل نتائج الاختبار أو المعايرة بواسطة الهاتف أو التلكس أو الفاكس أو اى وسيلة اليكترونية أو كهرومغناطيسية يجب استيفاء متطلبات هذا الدليل .

ضبط الوثائقDocument control:

يجب على المعمل ان يعد ويحافظ على إجراءات ضبط كل الوثائق (التى تصدر داخليا أو من مصادر خارجية) والتى تشكل جزءا من توثيق الجودة.

وهذه تشمل وثائق خارجية المصدر مثل التعليمات والمقاييس ووثائق المعايرة وطرق المعايرة والاختبار وكذلك الرسومات والمواصفات والإرشادات والأدلة والتصريحات المتعلقة بالسياسة العامة للمختبر وجداول المعايرة والرسومات البيانية والكتب والمعلقات والمذكرات والبرامج والخطط الى آخره وتلك ربما تكون على وسائط مختلفة مطبوعة أو اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة أو بطريقة رقمية أو فوتوغرافية أو خطية.

ويجب مراجعة وقبول كل الوثائق التى تصدر للعاملين با لمعمل كجزء من نظام الجودة للاستخدام بالأشخاص المخولين قبل الإصدار.ويجب إعداد قائمة رئيسية أو ما يعادلها من طرق ضبط الوثائق تبين حالة النسخة المنقحة المستخدمة وتوزيع الوثائق فى نظام الجودة والمتوقع ان يعيق استخدام أو عدم تطبيق أو إلغاء الوثائق ويجب على الطرق المستخدمة ان تضمن ان:

(i) النسخة الرسمية للوثائق الملائمة متاحة فى كل المواقع عندما يكون ذلك لازما للتشغيل والاداء الفعال فى المعمل .

(ii) مراجعة الوثائق بصورة دورية وإعادة إصدارها اذا كان ذلك ضروريا لضمان ملائمتها بصورة مستمرة والالزام بالمتطلبات القابلة للتطبيق.

(iii) الوثائق الملغية وغير المطبقة يجب إزالتها فورا من كل نقاط الإصدار أو الاستخدام أو التأكيد على عدم الاستخدام المقصود.

(iv) الوثائق المتقادمة الواجب الاحتفاظ بها لأغراض قانونية أو للمعرفة يجب تميزها بطريقة مناسبة.

ويجب أن تميز وثائق نظام الجودة الصادرة من المعمل بطريقة فريدة وهذا التعريف يجب أن يتضمن تاريخ الاصدار والتعريف بالتنقيح وعدد الصفحات أو علامة تبين نهاية الوثيقة وجهة الاصدار. ويجب مراجعة وقبول التغيرات التى تجرى على الوثائق بواسطة من قاموا بمراجعة النسخة الأصلية الا اذا تم تعيين غيرهم.

ويجب ان تكون المعلومات والخلفية وثيقة الصلة بالموضوع متاحة للأشخاص المعنيون حتى يتمكنوا من المراجعة والموافقة. وكلما كان عمليا فإن طبيعة التغيير يجب تمييزها فى الوثائق أو ملحقاتها الملائمة. ويجب اعداد طرق تصنف كيف ان التغيرات فى الوثائق المسجلة على انظمة الحاسب قد تم اجرائها وضبطها.

استخدام الحاسبات :

تستخدم الحاسبات فى معامل التحاليل الكيميائية فى مجالات عديدة منها:

(i) ضبط الظروف البيئية الحرجة.

(ii) رصد وضبط القوائم.

(iii) تحديد مواقيت المعايرة والصيانة.

(iv) بيان المخزون من الكواشف والمواد القياسية.

(v) تصميم واداء التجارب الاحصائية.

(vi) جدولة العينات ومراقبة العمل

(vii) اصدار منحنيات الجودة.

(viii) رصد طرق الاختبارات.

(ix) السيطرة على الاجهزة الآلية.

(x) التقاط وتخزين واسترجاع ومعالجة النتائج بطريقة يدوية أو آلية.

(xi) مضاهاة نتائج العينة مع بيانات بالمكتبة.

(xii) إصدار تقارير الاختبارات.

(xiii) الكتابة العادية.

(xiv) الاتصالات.

وربما تستخدم الأسلاك والوصلات للربط بين اجزاء مختلفة فى الحاسب أو بين حاسبات مختلفة . ومن الضرورى ان تختار الوصلات والاسلاك لتحقق التطبيق المطلوب حيث انها يمكن ان تؤثر على سرعة ونوعية نقل البيانات.

إن بيئة وظروف تشغيل معامل التحاليل الكيميائية تخلق أخطار معينة عند تشغيل الحاسب وتخزين الاوساط ويمكن الحصول على الارشاد داخل دليل التشغيل ولكن يجب اتخاذ الاحتياطات الضرورية لتجنب الضرر الممكن حدوثه نتيجة تلوث كيميائى أو بكتيروبولوجى أو تلوث بالاتربة أو الحرارة أو الرطوبة أو المجالات المغناطيسية.

ولأغراض صلاحية استخدام الحاسبات المستخدمة فى معامل التحاليل الكيميائية فانه عادة يكفى الافتراض بأن التشغيل يعتبر كافيا طالما تعطى إجابات متوقعة عند اعطاء محددات معروفة. ويجب ملاحظة ان بعض الاخطاء يمكن ان تحدث عندما تدخل بعض المحددات المعروفة . ويجب تحقيق قابلية التطبيق للعديد من العمليات الحسابية كلما أمكن.

ويجب اجراء مراجعات مماثلة عند تغيير استخدام الحاسب أو بعد الصيانة أو بعد تجديد البرامج. وفى الاختبارات الكيميائية فان مثل هذه المراجعات بمكن ارجائها باستخدام مواد مرجعية مزودة بشهادات لأغراض التطبيق الاولى مع

استخدام مواد قياسية ثانوية مثل المواد المستخدمة فى ضبط الجودة والمستخدمة فى المراجعة الدورية المتكررة.

ويجب الأخذ فى الاعتبار اية توصيات صادرة عن المصنع. والطرق القابلة للتطبيق والمستخدمة فى أنظمة معينة واية بيانات مسجلة أثناء عملية التطبيق يجب توثيقها. ومن الملائم ان يبين التطبيق باستخدام أمثلة لتطبيقات مثالية:

1- تستخدم حزمة معالجة الكلمات (Word Processing) فى المعامل على نحو واسع لإصدار عديد من الوثائق. ويجب على المعمل ان يضمن ان استخدام هذه الحزم تحت السيطرة الكافية لمنع إصدار اى تقرير أو وثيقة غير مسئولة. وفى معظم الأحوال البسيطة عندما يقوم الحاسب بدور اكثر قليلا من الآلة الكاتبة الاليكترونية فان قابلية التطبيق يمكن التوصل اليها يدويا بمراجعة النسخ المطبوعة . إن معظم الأنظمة المعقدة تقرأ وتعالج البيانات لاخراج تقارير فى شكل مطلوب. وهذه الأنظمة تتطلب مراجعات إضافية.

2- الأجهزة التى تستخدم معالج للبيانات ميكروئى (Microprocessor) مزودة عادة بمراجعة ذاتية روتينية يمكن تنشيطها عندما يبدأ تشغيل الجهاز وعندما لا يكون البرنامج موجوداً يجب تمييز ومراجعة كل الأجهزة الطرفية. وفى معظم الظروف فان قابلية التطبيق يمكن اجرائها باختبار كل المظاهر المتعددة لاداء الجهاز باستخدام المحددات المعروفة مثل اختبار عينات مرجعية ، مواد قياسية فيزيائية أو كيميائية للمعايرة أو عينات ضبط الجودة.

3 -المخارج من الأجهزة التحليلية تحتاج قبل معالجتها عادة ان تتحول الى النظام الرقمى باستخدام محول رقمى. والبيانات الرقمية تترجم بعد ذلك الى اشارة يمكن يميزها (مثل الأرقام – اطياف وقمم لمنحنيات طبقا للنظام) بواسطة برنامج جبرى. وهذا يجعل القرارات المختلفة (مثل تقرير اين تبدا قمة المنحنى واين تنتهى أو كيف يقرب الرقم الى قيم عليا أو سفلى) طبقا لتعليمات مبرمجة.

والجبر هو مصدر عام عن الاداء وقابلية الاداء يجب ان تختبر المنطق وراء القرارات المأخوذة . وربما كان من الصعب تطبيق هذه الأنظمة فى الفصل بين أجهزة التحليل التى تعطى إشارات أصلية. وعادة فان قابلية تطبيق النظام بأسره باستخدام مواد قياسية كيميائية أو مواد مرجعية. وهذا القابلية للتطبيق عادة تقبل. وفى حالات استثنائية ربما يكون من الضرورى معرفة قابلية التطبيق لنظام معالجة البيانات بمعزل على الباقى وذلك بمعالجة الخارج من الجهاز باستخدام إشارة قياسية كهربائية. ويتوافر تجاريا مولد إشارات قابل لتتبع المقاييس الكهربائية وهذه اكثر ملائمة لدراسة قابلية التطبيق لمسجلات المنحنيات والتكاملات غير المحسوبة حيث انها عادة تنتج انحراف فى الفولت.

والقدرة على إعطاء منحنى تخليقى ضرورى ليكون فى استخدام الحساب المتكامل. ومن الضرورى معرفة قابلية تطبيق الحاسب وذلك بناء على نظام معالجة البيانات بتشغيله بالتوازى مع مسجل منحنى مؤشرى أو مكامل غير حسابى أو بمعايرته مع مولد إشارات قابل للتتبع. ويوجد حاليا

أنظمة عديدة تحت التطوير تتكون من برامج قادرة على محاكاة مخرجات الأجهزة ذات المؤشر ولها استخدام هام كمقياس لقابلية التطبيق. ويلاحظ ان الاشارة الصناعية ليس لها نفس مستويات الضوضاء مثل الإشارة لعينة حقيقية وعليه يجب الاحتياط عند استخدامها فى معرفة قابلية التطبيق.

4 -الأجهزة المشغلة باستخدام أنظمة حاسب ربما تتضمن واحد أو أكثر من الأمثلة السابق الإشارة اليها وتعمل إما بشكل آلى أو فى وقت منضبط. ويجب إنجاز قابلية التطبيق بمعرفة التطبيق لكل مكون بالإضافة الى المراجعة الكلية على المحاكاة بين المكونات المفردة والحاسب المتحكم. واهتمام بالتأكد من ان الحاسب والوصلات لها مقدرة كافية للغرض المطلوب. وفى حالة زيادة تحميل أى جزء من النظام يجب ان تقلل سرعته لمنع فقدان البيانات وحيث يمكن ان يكون لها عواقب وخيمة عندما يتضمن التشغيل روتين زمنى متتابع. ومثل هذه الأنظمة عادة يعرف مدى تطبيقها بمراجعة الاداء المرضى لها (متضمنا الاداء تحت ظروف قاسية) وكذلك الثقة فى النظام قبل السماح بتشغيله.

ويجب ان يكون التقييم مبنيا على الأسباب المحتملة والتى تؤدى الى تعطل الجهاز. وكلما أمكن فإن ضبط الأنظمة يجب ان يكون مصمما للتعرف واعطاء الضوء على مثل هذه الأعطال والإشارة الى النتائج المصاحبة. إن استخدام عينات ضبط الجودة والمواد القياسية على فترات من دفعات العينات يجب ان تكون كافية لرصد الأداء الصحيح على أساس يومى. إن الحساب الروتينى يمكن مراجعته باختيار قيم لمحددات معروفة.

ويجب مراجعة النقل الاليكترونى للبيانات لضمان عدم حدوث تلف خلال النقل. ويمكن تحقيق ذلك على الحاسب باستخدام " ملفات إثبات" ولكن كلما كان عمليا يجب ان يكون النقل مدعوما بنسخة مطبوعة من النتائج .

5- ازداد شيوع أنظمة ادارة معلومات المختبر كطريقة لادارة نشاط المختبر باستخدام الحاسب. وهذا النظام عبارة عن حزمة من البرامج تسمح بالجمع الاليكترونى والحسابات وهضم البيانات التحليلية والتى تستقبل مباشرة من أجهزة القياس المناسبة وتتضمن الكتابة وقاعدة بيانات وجداول وقدرات للمعالجة. ويمكن ان تؤدى عديد من الوظائف مثل تسجيل وتتبع العينات و معالجة البيانات المجمعة وضبط الجودة وضبط السيطرة المالية واخراج التقارير. ومتطلبات قابلية التطبيق الخاص تتضمن السيطرة على الوصول إلى مختلف الوظائف ومحاولات التفتيش على التعديلات فى الكاتالوج وادارة الملفات.

إجراءات التشغيل:

عندما تكون البرامج منفصلة عن الحاسب ولها دليل تشغيل منفصل وطرق تشغيل مكملة يجب ان يكون ذلك متاحا للمشغل. إن أى حيود عن الطريقة المطبقة يجب توثيقها الى حد ملائم يسمح بإعادة الطريقة فى وقت لاحق. ويجب على المعمل توثيق أى طرق خاصة مرتبطة بالأمان وانقطاع التيار وادارة الملفات (متضمنا الأرشيف وتصليح الملفات واسترجاعها) وكذلك قابلية التطبيق والتدريب.

حماية البيانات :

يجب ان يتخذ المعمل الإجراءات الملائمة لحماية تكامل الحاسبات والبرامج واى بيانات مصاحبة ويجب ان يتماشى ذلك مع القواعد المعمول بها محليا أو إقليميا أو دوليا لحماية البيانات.

يجب ان يمنع المعمل الوصول غير المخول الى الحاسبات وتتضمن الإجراءات المناسبة استخدام مناطق آمنة و إغلاق لوحة التشغيل واستخدام كلمات سر أو بصمة الصوت أو بصمة اليد ويمكن أيضا ان تتضمن إجراءات وقائية إضافية عندما يكون الجهاز متاحا نظريا من الخارج عن طريق شبكة اتصالات أو كروت توصيل.

ويجب على المعمل ان يقيم درجة الخطورة للوصول المتعمد او غير المتعمد لكل الحاسبات أو تطبيقات معينة ووضع مستوى من التأمين مناسب لأهمية وحساسية البيانات. ويجب ان تجرب البرامج وتعديلاتها قبل الاستخدام وذلك بفحصها للتأكد من خلوها من الفيروسات وقابليتها للتطبيق.

ويجب على المعمل منع استخدام اى برامج غير مجازة على الحاسبات ويجب الحصول على البرامج من مصادر موثوق بها فقط أو مصممة ب المعمل .ويجب ايقاف التفويض الممنوح لاستخدام إصدارات ملغية من البرامج وذلك لمنع استخدامها مرة أخرى.

وعندما تكون البرامج أو البيانات متاحة فأنها تكون اكثر عرضة للتغيير المتعمد أو العرض وكقاعدة عامة يجب عدم تخزين البيانات على الحاسب وكلما أمكن يجب نسخها وحفظها للمحافظة على تكاملها.

وعندما تنسخ ملفات البيانات لحفظها فى الأرشيف يجب تخزينها بطريقة تقلل من فقدانها أو افسادها والتخزين المناسب الآمن يكون ضد الحريق ومقاوم للمياه ومحمى من المجالات الكهربائية والمغناطيسية ، ومتخصصو الأمان متوافرون. وعند نسخ الملفات يجب فصل النسخ بعضها عن بعض.

وعندما تكون هناك إتاحة ممكنة للبيانات فان المختبر يجب ان يضيف ضمانات أمنية مناسبة بحيث لا تسمح بالتغيرات المتعمدة والعرضية يجب الإشارة الى ذلك والقاء الضوء عليها. وكلما كان ممكنا يجب التفتيش على البرامج. وفى أنظمة برامج البيانات التجارية فان أية معالجات ثنائية تنتج ملف "نتيجة" جديدة تاركة البيانات الأصلية دون تغيير.

وعندما يصعب الوصول الى البرامج فان اداء الأجهزة يمكن ان يكون قد تأثر بالاعطاب الميكانيكية أو الكهربائية ومن غير المحتمل فى مثل هذه الظروف ان يعمل الجهاز بطريقة صحيحة بينما يعطى نتائج خاطئة ومثل هذا العطل يحتمل ان يكون دليلا على فشل النظام كليا.

وعندما تكتب البرامج بطريقة تسمح بتغيير محتويات اية ملف بسهولة فهناك عادة ميكانيكية كجزء من نظام ادارة الملفات يبين تاريخ آخر تغيير لملف

بعينه وفى بعض الحالات يبين التاريخ الكلى لكل ملف . ويحب استخدام الميكنة فى ادارة الملفات كلما أمكن.

الصيانة :

يجب توثيق البرامج كاملة حيث من المعتاد ان تكون ناقصة . وكلما كان ممكنا يجب الحصول على الأخطاء المعروفة من المورد وكذلك اى تأثير لذلك على الاستخدام اليومى للبرامج. وعند الاستخدام يجب الحفاظ على سجل لأى أخطاء تلاحظ فى تشغيل البرامج.ويجب ملاحظة وجود أخطاء عند استخدام برامج معدة بالمعمل واذا لم يكن تصحيح ذلك ممكنا فيجب تقييم أثر ذلك على التشغيل.

وعندما يستعان بمن يقوم بالصيانة من غير المتعاقد معهم يجب اتخاذ الاحتياطات لضمان سرية وحساسية البيانات المسجلة. ومن الممكن ان تكون هذه الضمانات تعهد كتابى بعدم إفشاء اى معلومات تتاح له.

قابلية التطبيق :

الحاسبات مهما كان نوعها تعانى من أعراض "الصندوق الأسود" حيث تدخل المدخلات من جهة ويحصل على النتيجة من جهة أخرى. وحيث أن ما يجرى بداخلها لا يرى يجب الافتراض ان هذا الصندوق يعمل بطريقة صحيحة. ولأغراض التأكد من قابلية التطبيق فان من المعتاد قبول فرضية التشغيل الصحيح اذا أعطى الحاسب إجابات متوقعة عند إدخال مدخلات بمحددات معروفة جيدا. ودرجة قابلية التطبيق الضرورية تعتمد على الاستخدام الحقيقى للحاسب. ويجب ان يكون الاستخدام المقترح لكل حاسب قد أخذ فى الاعتبار درجة قابلية التطبيق.

حفظ السجلات / الارشيف :

عند تحديث البرامج يجب الاحتفاظ بسجل بتاريخ النسخ المحدثة وعند حفظ نتائج العينات فمن الضروري تخزين كل البيانات المطلوبة لاعادة استخراج الإجابات الأصلية. بالإضافة الى حفظ ملفات البيانات الأولية وذلك يتضمن اى معالجات لملفات معالجة البيانات والنسخة المعينة من برامج التشغيل. وفى حالات نادرة يكون من الضروري الاحتفاظ بنسخة مطبوعة من الملفات الملغية لتشغيل أرشيف البرامج. وفى هذه الحالات يكون اكثر عمليا تسجيل البيانات منذ البداية فى نسخة مطبوعة.

الفصل السابع

نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية

الباب السابع

نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية

رسومات الضبط البيانية Control Charts :

تعتبر هذه الرسومات من أهم الوسائل للمتابعة والتأكد من جودة القياسات المعملية وهى طريقة مرئية لمراجعة العمليات التحليلية وإثبات أنها منضبطة إحصائياً ويتم الحصول على هذه الرسومات باستخدام مواد مرجعية أو قياسية وإجراء تحاليل دورية ومنتظمة لها واستخدام الأشكال الناتجة فى متابعة جودة التحاليل .

ورسوم الضبط البيانية تمثيل بياني يبين العلاقة بين نتيجة تحليل العينة المرجعية أو القياسية على أحد المحورين ورقم أو زمن القياس على المحور الآخر ومن هذا الشكل يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وهذه المستويات تعرف بالحدود التحذيرية والحدود الضابطة . ويعرف الخط المركزي علي إنه أفضل تقييم لمدي متغيرات القيم الضابطة علي سبيل المثال المتوسط الحسابي للقيم الضابطة . ويمكن الحصول علي هذه القيم الضابطة باستخدام قيم الاستجابة وهي القيم المستخرجة من عمليات القياس .

القيم الضابطة Control Value :

هى قيم لتركيزات من مواد مرجعية توقع على رسومات الضبط البيانية .

قيم الاستجابة Response Value :

هى قيم عملية تنتج من القياسات وقد تكون قيم امتصاص أو انبعاث أو جهد ناتجة من الاستجابة للمادة المرجعية المستخدمة .

خط الضبط Control Line :

هى قيم للعينات الضابطة .

الحد التحذيري Warning Limit :

وهذا الحد قد يكون علوياً (upper) أو سفلياً (lower) حيث يبين أحتمال وجود 95% من القيم الضابطة داخلة وهذه القيم تمثل ± ضعف الحيود القياسي (standard deviation) .

الحد الضابط (Control Limit) :

ويطلق عليه أيضاً حد الفعل (Action Limit) وهذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً أيضاً ويبين احتمال وجود 99.7% من القيم الضابطة داخله وهو يمثل ± ثلاثة أمثال الحيود القياسي .

أنواع رسومات الضبط :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من رسوم الضبط وهي :

1 رسم ضبط للمتوسط ($\overline{X}$ – chart)

2 رسم الضبط للمدى (R-chart) .

3 رسم الضبط للاسترجاع (D-chart) .

4 رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

رسم الضبط للمتوسط ($\overline{X}$ – chart) ويشمل :

(1) خط الضبط (CL) هي قيمة المادة المرجعية أو العينة الضابطة ذات التركيز المعلوم

(2) حد التحذير (WL) وهى = $CL \pm 2\ S_x$

(3) حد الضبط (AL) وهى = $CL \pm 3\ S_x$

(4) قيمة الاستجابة وهى قيم X لكل مجموعة من النتائج

(5) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي (AL) ——————————

حد التحذير العلوي (WL) ——————————

خط الضبط (CL) ----------

حد التحذير السفلي (WL) ——————————

حد الضبط السفلي (AL) ——————————

رسم الضبط للمدى (R-chart) ويشمل :

(1) خط الضبط (CL) وهى الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة مرجعية مقاسة فى كل مجموعة $R = d_2 S_w$

(2) حد الضبط العلوي UAL $D_4 * R$

(3) حد الضبط السفلي LAL $D_3 = zero$

(4) قيم الاستجابة وهى قيمة R لكل مجموعة

(5) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي UAL ——————

حد الضبط (CL) ——————

حد الضبط السفلي (LAL) ------صفر------

رسم ضبط الاسترجاع (D-chart) وتشمل :

(1) خط ضابط (CL) وهو متوسط الفرق بين قيمة الاستجابة لعينة طبيعية قبل وبعد إضافة كمية معلومة من المادة القياسية (spiked)

(2) حد التحذير (WL) $CL \pm 2\sqrt{2}S_x$

(3) حد الضبط (AL) $CL \pm 3\sqrt{2}S_x$

(4) قيم الاستجابة هو الفرق بين قيمة استجابة العينة قبل وبعض إضافة كمية معلومة من المادة القياسية

رسم ضبط المدى النسبي (r-chart) وتشمل :

(1) متوسط النسبة المئوية للمدى النسبي (r) لعينة طبيعية ثابتة مقاسة ضمن مجموعة :

$$r = \frac{R \times 100}{\overline{X}}$$

(2) حد الضبط العلوي $D_4 * \bar{r}$

(3) حد الضبط السفلي $D_3 = 0$

(4) قيم الاستجابة وهى قيمة r لعينة طبيعية ضمن التشغيلة

ويبين الجدول (9) القيم الإحصائية لكل من D, d

عدد التحاليل المتكررة فى كل تشغيله	الخط الضابط d_2	حد الضبط السفلي D_3	حد الضبط العلوي D_4
2	1.128	صفر	3.267
3	1.693	صفر	2.575
4	2.059	صفر	2.282
5	2.326	صفر	2.115

مثال :

عند إجراء ضبط الجودة للأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) أجريت القياسات الآتية على عينة قياسية تحتوى على 500 ملليجرام أكسجين / لتر .

بين رسم الضبط للمتوسط الحسابي (X-chart) ورسم الضبط للمدى (R-chart)

رقم التشغيلة	التكرارية		المدى (R)	المتوسط ($\overline{X}$)
	تجربة (1) X_1	تجربة (2) X_2		
1	491	493	2	492.0
2	497	497	صفر	497.0
3	498	501	3	499.5
4	492	485	7	488.5
5	498	493	5	495.5
6	510	508	2	509.0
7	506	512	6	509.0
8	492	487	5	489.5
9	491	488	3	489.5
10	497	503	6	500.0
11	500	494	6	497.0
12	506	511	5	508.5
13	506	501	5	503.5
14	487	497	10	492.0
15	491	491	صفر	491.0
16	500	499	1	499.5
17	491	507	16	499.0
18	495	498	3	496.5
19	502	500	2	501.0
20	495	492	3	493.5
متوسط المدى $\overline{\overline{R}}$			4.5	
متوسط $\overline{\overline{X}}$				497.5

الإجابة :

يحسب الحيود القياسي (S_x) من المعادلة :

$$S_x^2 = \sum (X - \overline{X})^2 / (n-1)$$

$$S_x^2 = 43.4$$

$$S_x = 6.59 \text{ mgO}_2\text{/L}$$

$$\overline{X} = 497.5 \text{ mgO}_2\text{/L}$$

(أ) رسم الضبط للمتوسط $\overline{X}$ (-chart)

حد التحذير العلوي = $\overline{X}$ + $2S_x$

= 497.5 + (6.59 × 2) = 510.7 ملليجرام/م^3

حد التحذير السفلي = $\overline{X}$ − $2S_x$

= 497.5 − (6.59 × 2) = 484.3 ملليجرام/م^3

حد الضبط العلوي = $\overline{X}$ + $3S_x$

= 497.5 + (6.59 × 3) = 517.3 ملليجرام/م^3

حد الضبط السفلي = $\overline{X}$ − $3S_x$

= 497.5 − (6.59 × 3) = 477.7 ملليجرام/م^3

(ب) رسم الضبط للمدى :

حيث أن $\overline{\overline{R}}$ = 4.5

فإن خط الضبط = 4.5

الحد الضابط العلوي = D_4 × $\overline{R}$ = 1.128 × 4.5 = 5.08

الحد الضابط السلفي = D_3 = صفر

مثال 2

عند قياس مستوى النترات فى عينات مياه طبيعية أجريت القياسات على العينات قبل وبعد إضافة تركيز معلوم مقداره 0.5 ملليجرام/لتر وتم الحصول على النتائج الآتية :

بين رسم الاسترجاع الضبطى لهذا التحليل .

رقم التشغيله	القراءة المباشرة (X)	القراءة بعد إضافة التركيز المعلوم	قيمة الاسترجاع $\overline{D}$
1	4.215	4.700	0.485
2	6.333	6.850	0.517
3	8.514	9.113	0.599
4	9.210	9.802	0.592
5	5.413	5.920	0.507
6	6.595	7.015	0.420
7	8.231	8.812	0.581
8	18.304	18.813	0.509
9	16.511	17.105	0.594
10	20.222	20.719	0.497

الخط الضابط $\overline{\overline{D}}$ = 0.530

الحد التحذيري العلوي = $\overline{\overline{D}} + 2\sqrt{2S_x}$

الحد التحذيري السفلي = $\overline{\overline{D}} - 2\sqrt{2S_x}$

رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) :

مثال : من النتائج القياسات التى أجريت على عينات طبيعية محتوية على الفوسفات كما هو مبين بالجدول الآتي بين رسم الضبط النسبي .

رقم التشغيلة	القراءة الأولى X_1	القراءة الثانية X_2	المدى R	المتوسط $\overline{X}$	r,%
1	3.12	3.61	0.49	3.36	14.6
2	4.55	4.86	0.31	4.71	6.6
3	5.11	5.00	0.11	5.06	2.2
4	11.22	10.90	0.32	11.06	2.9
5	7.25	7.38	0.13	7.32	1.8
6	10.31	11.10	0.79	10.71	7.4
7	1.9	2.30	0.40	2.10	19.0
8	27.11	25.91	1.20	26.51	4.5
9	14.16	15.21	1.05	14.69	7.1
10	15.5	16.62	1.12	16.06	7.0

الإجابة :

يحسب المدى و المتوسط للقراءات ثم تطبق المعادلة

$$r,\% = \frac{R}{\overline{X}} \times 100$$

الخط الضابط (CL) للمدى $\bar{r}$ = 7.3

الحد التحذيري العلوي = $D_4 \times \bar{r}$

= 3.267 × 7.3 = 23.85

الحد التحذيري السفلي = D_3 = صفر

تقييم رسومات ضبط الجودة :

استخدام وتفسير رسومات الضبط البيانية :

1 –استخدام يومي :

الاستخدام اليومي لهذه الرسومات يتم إما عن طريق المحلل نفسه أو عن طريق عضو الهيئة المكلف بالتحقق من صحة النتائج .

2 –استخدام على فترات زمنية :

يتم فحص رسومات الضبط البيانية على فترات زمنية متباعدة وذلك بواسطة مدير الجودة وذلك للكشف عن التوزيع العشوائي ومقدار الخطأ العشوائي فى النتائج . وكذلك اكتشاف عما إذا كان هناك ميل أو تغيير فى اتجاه النتائج . كما يتم اختيار خواص الأداء مثل حد القياس ومقياس الضبط ومقدار الدقة والحيود . وكذلك لابد من التأكد إن كان هناك أى تغيير أو حيود فى خواص الأداء .

رسوم $\overline{X}$:

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هى الحالات التى يكون فيها

(1) قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط .

(2) سبعة قيم متتابعة على جانب واحد من الخط المحوري .

(3) سبعة قيم متتابعة ومتزايدة .

(4) سبعة قيم متتابعة ومتناقصة .

(5) قيمتين من ثلاثة قيم متتابعة تقع خارج حدود التحذير .

(6) عشرة قيم من أحدى عشر قيمة متتابعة عن جانب واحد من الخط المحوري .

رسوم $\overline{R}$:

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق الجودة هى الحالات التى يكون فيها :

(1) قيمة واحدة تقع فوق حد الضبط .

(2) قيمة واحدة تقع أدني حد الضبط .

(3) سبعة قراءات متتابعة متزايدة أو متناقصة .

(4) سبعة قراءات متتابعة تقع فوق متوسط المدى .

وبالمثل فلو أن قيمة واحدة على الأقل وقعت خارج حد الضبط العلوي وجب إعادة حساب كل القيم : ويراعي أن الزيادة أو النقصان المنتظم للمدى يدل على خلل بنظام صيانة الأجهزة أو تقادم الكواشف المستخدمة .

ويجب عند تقييم رسومات الضبط ألا ينظر المرء فقط إلى حالات الضبط ولكن أيضاً عن أى تطور في مواقع النقاط على الرسم ليتخذ التدابير الكافية قبل أن تظهر حالات الخروج عن حدود الضبط فالزيادة المضطردة ولو داخل حد الأمان وكذلك التذبذب الحاد بالزيادة والنقصان يمكن أن يؤديا إلى حالات خروج عن حدود الضبط .

عينات الجودة الضابطة :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من العينات الضابطة والتى تستخدم قيم نتائجها على رسومات الضبط البيانية للجودة وهذه العينات هى :

النوع الأول (I) :

عينة تخليقية أو مرجعية معلومة التركيز ويستفاد من استخدامها فى تحديد المدى والحيود القياسي والدقة والمتوسط وعند استخدامها لتحديد المدى (R) فإنها تدل على مدى الخطأ العشوائي . وعند استخدامها لتحديد المتوسط فإنها تدل على مدى الخطأ المنتظم وتستخدم فى إعداد رسم ضبط المتوسط (X-chart) ورسم ضبط المدى (R-chart) .

النوع الثاني (II) :

عينة طبيعية غير معلومة ومتغيرة التركيز يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل . وتستخدم فى إعداد رسوم ضبط المدى النسبي (r-chart)

النوع الثالث (III) :

عينات طبيعية يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل وتقاس قبل وبعد إضافة تركيز معلوم من مادة قياسية لنفس العنصر المراد قياسه وتستخدم فى رسم الضبط للاسترجاع الضبطي (D-chart) .

النوع الرابع (IV) :

عينات غفل (blank) تستخدم عندما يكون العنصر المراد قياسه غير ثابت ويتغير تركيزه مع الوقت ويستفاد من هذه العينات فى تحديد مدى التمييز (limit of detection) وتستخدم هذه العينات فى إعداد رسم الضبط للمدى (R-chart) للتجارب الغفل .

النوع الخامس (V) :

عينات طبيعية غير ثابتة كيميائياً وغير معلومة التركيز ويمكن اختيارها من بين العينات الواردة إلى المعمل للتحليل وتستخدم فى إعداد رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

ويبين الجدول الآتي نوع العينات المستخدمة فى إعداد رسومات ضبط الجودة المختلفة :

استخدام العينات الضابطة فى إعداد رسومات الضبط البيانية :

أنواع رسومات الضبط	نوع العينة الضابطة المستخدمة				
	I	II	III	IV	V
رسم الضبط المتوسط ($\overline{X}$ – chart)	√			√	
رسم الضبط للمدى (R-chart)	√			√	
رسم الضبط للاسترجاع (D-chart)			√		
رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart)		√			

المواد الكيميائية المستخدمة كعينات الضبط :

نوع القياس	العنصر المقاس	المادة القياسية المستخدمة
النوعية العامة للمياه	الرقم الايدروجينى	KH_2PO_4 + $Na_2HPO_4.2H_2O$ + KCl
	التوصيل الكهربي	
	العكارة	فورمازين Formazine
	الجسيمات الصلبة العالقة	كاولين Kaolin
	الأكسجين المذاب	هواء مضغوط
الملوثات غير العضوية	كل	مواد قياسية
الأملاح المذابة	كالسيوم	$CaCl_2.2H_2O$
	ماغنسيوم	$MgSO_4.7H_2O$
	صوديوم	NaCl
	بوتاسيوم	KCl
	كلوريد	NaCl
	فلوريد	NaF
	كبريتات	Na_2SO_4
	القلوية	Na_2CO_3
المغذيات	أمونيا	NH_4Cl
	نترات	KNO_3
	نيتريت	$NaNO_2$
	نيتروجين كلداهل ونيتروجين كلي	Glycine
	فوسفور	β-Glycerophosphate disodium
	سليكات	$Na_2SiO_3.2H_2O$
مواد عضوية غير محددة	مركبات عضوية غير متطايرة	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية
	الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD)	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية
	الأكسجين الحيوي الممتص (BOD)	جلوكوز / حمض جلوتاميك
ملوثات عضوية	كل	مواد قياسية

ويشمل ضبط الجودة الداخلي على قياسات منتظمة على عينات ضبط وإدخال قيم الضبط على رسومات الضبط وتعرف عينات الضبط بأنها عينات تستخدم لغرض ضبط الجودة الداخلي وتخضع لنفس طرق القياس التى تستخدم مع عينات الاختبار وتستخدم عينة ضابطة كل 20 عينة من عينات الاختبار على الأقل .

مدى الثقة Confidence interval :

مثال :

متوسط القراءات = 3.343

والحيود القياسي = 0.363

عدد القياسات(n) = 10

التكرارية فى التشغيله = 2

يحسب مدى الثقة كما يلى :

$$\overline{X} \pm t_{1-\alpha/2}(df)\frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$3.343 \pm 2.262\frac{0.363}{\sqrt{10}} = 3.343 \pm 0.26$$

3.083 to 3.603

تدريب : أحسب مدى الثقة من النتائج الآتية :

5, 3, 8, 6, 2, 9, 2, 7, 8, 4

المتوسط = 5.4

الحيود القياسي = 2.6

df = 9

التكرارية = 2

عدد القياسات = 10

الاجابة :

$$5.4 \pm 2.262 \frac{4.07}{\sqrt{10}}$$

X ± 2.91

مدى الثقة :

8.31 to 2.49

حساب حد التمييز Limit of detection

Criterion of detection (CD) = $t_{0.95}$ (f) $S_{b1,w}$ $\sqrt{(1 + 1/n)}$

Limit of detection (LOD) = 2 CD

حيث $t_{0.95}$ قيمة إحصائية من جدول اختبار t

f درجات الحرية (عدد القياسات −1)

$S_{bl,w}$ الحيود القياس داخل التشغيله للتجربة الغفل

n عدد التجارب الغفل المتكررة المستخدمة فى التحليل

مثال

عند تقدير مستوى النيتريت فى عينة مياه تم الحصول على النتائج الآتية للتجربة الغفل:

0.088, 0.064, 0.073, 0.082, 0.079, 0.05

احسب حد التمييز :

الاجابة

$S_{w\ blank} = 0.0122$ mg/L

$$LOD = 2 \times t_{0.95} \times 0.0122\sqrt{1+\frac{1}{2}}$$

= 0.06 mg/L

حساب دقة النتائج Accuracy

يمكن قياس الدقة بحساب الاسترجاع لكل قياس منفرد

$$\frac{X}{T} \times 100$$

أو صحة النتيجة (Trueness) :

$$\frac{X-T}{T} \times 100$$

حيث X القيمة المقاسة

T القيمة الحقيقية

تحسب دقة النتائج من قيم تركيزات العنصر

ويعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترجاع الأدني والأقصى

Minimum and maximum recovery

$$\text{قيمة الاسترجاع الأدنى} = \frac{\text{أقل قراءة من القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

$$\text{قيمة الاسترجاع القصوى} = \frac{\text{أعلى قراءة من القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

رقم التشغيلة	القراءة الأولى (X_1)	القراءة الثانية (X_2)	المتوسط $\overline{X}$
1	150	155	152.5
2	140	148	144.0
3	160	155	157.5
4	145	148	146.5
5	160	156	158.0
6	150	149	149.5
7	154	160	157.0
8	153	158	155.5
9	160	158	159.0
10	154	156	155.0

القيمة الحقيقية = 155 $\overline{X}$ = 153.5

الاسترجاع = 90.3 – 103.2%

الصحة = 99.0%

الحيود القياسي فى التشغيلة الواحدة (S_x) وبين التشغيلات المختلفة (S_b)

$$S_b = \sqrt{(S_x^2 - S_w^2 / n)}$$

رقم التشغيلة	القياس الأولى (X_1)	القياس الثانى (X_2)	المدى R	$\overline{X}$	
1	380	370	10	375	1.8
2	375	377	2	376	2.8
3	372	368	4	370	3.2
4	374	381	7	377.5	4.3
5	365	365	صفر	365	8.2
6	377	370	7	373.5	0.3
7	372	379	5	375.5	2.3

$$S_w = \frac{R}{d_2}$$

$$S_w = \frac{5}{1.128} = 4.43$$

عوامل حساب الحيود القياسي فى المدى

الحيود القياسي (d_2)	عدد التكرارية فى التجارب فى كل تشغيلة
1.128	2
1.693	3
2.059	4
2.326	5

ولحساب مقدار الدقة يتطلب قياس العديد من القراءات للعينات المختارة من الأنواع الآتية :

1 من قيمة الاسترداد المحسوبة لتركيز معلوم مضاف إلى عينة طبيعية .

2 من مواد مرجعية معلومة التركيز .

3- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة محدودة الدقة .

4- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة أخرى موثقة .

5- من خلال دراسات بين المعامل المختلفة .

الفصل الثامن

أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية

الباب الثامن

أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية

ما من شك فى أن جميع التحاليل الكيميائية تتعرض لأخطاء تؤدى الى ظهور نتائج تبعد عن القيم الحقيقية وهذه الاخطاء هى :

(1) الخطأ العشوائى Random error

(2) الخطأ المنتظم Systematic error

(3) الخطأ الفادحGross error

(4) خطأ التقريب Rounding error

(1) الخطأ العشوائى :

فى هذا النوع لا يؤدى إعادة التحليل على عينات متماثلة ومتجانسة الى نتائج متطابقة بل يعطى نتائج متفرقة تنتشر حول قيمة محورية وبذلك فإنها ذات قيمة موجبة أو سالبة نسبة الى هذه القيمة المحورية ويتفاوت بعد هذه القيم عن القيمة المحورية . ويمكن تقييم الخطأ العشوائى باستخدام الحيود القياسى

ويعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل :

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة الى أخرى
- تذبذب درجات الحرارة كإختلاف وقت ومكان التسخين

- تذبذب ظروف تشغيل الاجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربى وطول الموجة المستخدمة فى القياس
- التفاوت من تشغيله الى أخرى

(2) الخطأ المنتظم :

وهذا الخطأ يأخذ مسارا محددا وتكون كل القيم المقاسة إما أصغر أو أكبر من القيمة الحقيقية وقد يكون هذا الفرق كبيرا أو صغيرا ويعزى هذا الخطأ الى:

- عدم ثبات العينة من وقت جمعها الى وقت تحليلها
- عدم القدرة على تحليل كل الأشكال الموجود عليها العامل المراد تحليله
- التداخلات
- انحراف قيم المعايرة زيادة أو نقصانا
- قيمة التجارب الغفل

(3) الخطأ الفادح :

هو الخطأ الذى ينشأ بصورة عامة من عدم اليقظة لمن جمع العينة أو قام بالتحليل أو أعد التقرير

ويعزى ذلك الى :

- اخطاء عند ترقيم العينات
- تحليل العينة الخاطئة

- استخدام طريقة غير مناسبة
- القراءة الخاطئة لمقياس أو أرقام الاجهزة
- استخدام وحدات للتعبير عن التركيز خاطئة
- النقل الخاطئ للنتائج من كراسة النتائج الاصلية
- نقل أرقام من مواقعها
- اجراء الحسابات بطريقة خاطئة

(4) خطأ التقريب :

عند تقريب قراءات أو أرقام فى المراحل الاولية للحسابات تنشأ اخطاء حيث أنه فى بعض الأحوال تضرب القيم فى معاملات قد تزيد أو تقل كثيرا عن القيمة اذا بقيت دون تقريب .

لذا وجب عدم تقريب الارقام حتى المرحلة الاخيرة من الحسابات

ويجب مراعاة ما يلى :

(1) أن زيادة الخطأ العشوائى يؤدى الى انخفاض دقة التكرارية (Precision)

(2) أن زيادة الخطأ المنتظم يؤدى الى انخفاض الحقيقة Trueness

(3) أن انخفاض الخطأ العشوائى يؤى الى ارتفاع دقة التكرارية

(4) أن انخفاض الخطأ المنتظم يؤدى الى ارتفاع الحقيقة

وينشأ عن ذلك الحالات الاتية :

الحالة	خطأ عشوائى	خطأ منتظم
التكرارية منخفضة والحقيقة منخفضة	كبير	كبير
التكرارية مرتفعة والحقيقة منخفضة	صغير	كبير
التكرارية منخفضة والحقيقة عالية	كبير	صغير
التكرارية مرتفعة والحقيقة مرتفعة	صغير	صغير

وبذلك فإن أفضل الحالات هى التى يكون فيها كل من التكرارية والحقيقة عاليتان وهذان ينشأن من انخفاض الخطأ العشوائى والخطأ المنتظم

وبذلك فإنه يمكن اجمالا تقسيم مصادر الخطأ العملية فى معامل التحاليل الى الأخطاء الاتية :

(1) أخطاء تعزى للعينة

(2) اخطاء تعزى للكواشف المستخدمة

(3) أخطاء تعزى للموا دالمرجعية

(4) أخطاء تعزى للطرق المستخدمة

(5) أخطاء تعزى للمعايره

(6) أخطاء تعزى للاجهزة المستخدمة

(7) أخطاء تعزى لتسجيل النتائج

(8) أخطاء تعزى للحسابات

(9) أخطاء تعزى للنقل

(10) أخطاء تعزى لإعداد التقارير

أنواع ومصادر الأخطاء فى التحاليل الكيميائية

(1) أخطاء عند أخذ العينات :

1 – تلوث العينة من الوعاء أو الأنابيب .

2 – استخدام وعاء غير مناسب .

3 – استخدام عينة غير ممثلة (من منطقة غير مناسبة – عدم المزج – وقت غير ملائم) .

(2) أخطاء من نقل وتخزين العينات :

1 – عدم غلق إناء العينة .

2 – تلوث العينة من مصادر خارجية كالأبخرة العضوية فى الهواء والأتربة من جو العمل .

3 – التخزين عند درجة حرارة غير مناسبة مما يؤدي إلى تكسير بعض المركبات العضوية .

4 – تحلل بعض المركبات الحساسة للضوء (PAH) .

5 – عدم الأخذ فى الاعتبار ثبات العينات (فيزيائياً – كيميائياً – بيولوجياً) .

6 – عدم استخدام مواد حافظة مناسبة .

7 – التخزين الطويل للعينة قبل التحليل .

8 – استخدام إناء غير مناسب (نظافة – نوع – سدادات مطاطية) .

(3) أخطاء من التعرف على العينات :

1 – استبدال عينة بأخرى .

2 – وقت غير سليم أو غياب المعلومات .

(4) أخطاء من تحضير العينات :

1 – قيم التجارب الغفل (أدوات طحن العينات) .

2 – عدم التجانس .

3 – الفقد بالتبخر لمواد متطايرة .

4 – ظروف هضم العينات وعدم تكراريتها بنفس الظروف كاختلاف وقت وحرارة الهضم .

(5) أخطاء من الكواشف المستخدمة :

1 – استخدام كواشف غير نقية .

2 – استخدام مذيبات غير نقية .

3 – سوء تخزين الكواشف .

4 – استخدام كواشف انتهت صلاحيتها .

5 – استخدام حجوم غير صحيحة من المذيبات .

6 – عدم ذوبانية الكواشف كاملة .

7 – تبخر الكواشف .

(6) أخطاء من المواد المرجعية والقياسية المستخدمة :

1 – مواد مرجعية غير نقية .

2 – أخطاء من تداخل مواد غريبة فى المواد المرجعية .

3 – اختلاف فيزيائي بين العينة والمادة المرجعية (مثل اللزوجة) .

4 – استخدام قيم مرجعية خاطئة .

5 – تغير المادة المرجعية نتيجة تخزين غير مناسب – تبخر – ادمصاص .

6 – استخدام مواد مرجعية انتهت فترة صلاحيتها .

7 – أخطاء فى تحضير المواد المرجعية .

(7) أخطاء من طريقة القياس المستخدمة :

1 – الحيود عن الطريقة وعدم إتباع الطريقة تماماً .

2 – أخطاء عند التحضير أو الخلط أو الإضافة .

3 – استخدام عمليات تحليلية خاطئة .

4 – عدم الالتزام بالمدى الذي يصلح .

5 – إهمال المدى الخطي للتجربة .

6 – إهمال حد التمييز .

7 – إهمال قيم التجارب الغفل .

8 – عدم ملاحظة وقت التفاعل بدقة .

9 – عدم ضبط درجة الحرارة بدقة .

10 –إهمال تراكب الخطوط وتداخلها فى قياس طيف الانبعاث .

(8) أخطاء من المعايرة :

1 – أخطاء فى قياس الحجوم .

(9) أخطاء الوزن :

1 – عدم ضبط صفر الميزان .

2 – عدم معايرة الميزان .

(10) أخطاء من استخدام الأجهزة :

1 – عدم نظافة الأجهزة المستخدمة .

2 – التلوث .

3 – عدم تجفيف الأجهزة .

4 – استخدام أجهزة غير مناسبة وإهمال ضبطها .

5 – عدم مراجعة نوعية النتائج .

6 – إهمال صيانة الأجهزة .

7 – تأثير الحرارة والكهرباء والمجال المغناطيسي على الأجهزة .

(11) أخطاء من استخدام الماصات الزجاجية :

1 – استبدال الماصات (ذات حجوم متفاوتة) .

2 – استخدام الماصة غير المناسبة .

3 – استخدام الماصات مبللة .

4 – استخدام ماصات غير معايرة أو يصعب معايرتها .

5 – طريقة الاستخدام غير الصحيحة مثل عدم الأخذ فى الاعتبار وقت التفريغ أو عدم استخدامها وهى فى وضع رأسي و عدم ملاحظة علامات البدء والنهاية بدقة ووجود فقاعات هواء .

6 – عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحلول.

7 – عدم التنبه والدقة فى الاستخدام .

(12) أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية :

1 – استبدال الماصات ذات حجوم مختلفة .

2 – أخطاء فى الحجوم .

3 – عدم أحكام الطرف المتحرك .

4 – استخدام ماصة أطرافها تسرب المحاليل .

5 – التصاق المحاليل على السطح الخارجي .

6 – تفريغ الماصة بسرعة زائدة .

7 – سحب فقاعات هواء .

(13) أخطاء من أوعية تفريغ الجرعات :

1 – انسداد إبرة سحب وتفريغ العينات .

2 – استخدام أجهزة غير معايرة .

3 – وجود أنابيب أو صمامات يتسرب منها المحاليل .

4 – انسداد الأنابيب أو الصمامات .

5 – عدم ضبط الحجوم المحقونة .

6 – أخطاء من عدم دقة سرعة المضخات الناقلة للمحاليل .

(14) أخطاء من الخلية المستخدمة فى القياس :

1 – عيوب بالخلية كاختلاف الشفافية أو استخدام خلايا مختلفة .

2 – استخدام خلايا غير مناسبة كنوع الزجاج أو الحجوم .

3 – وضع الخلية بطريقة غير صحيحة .

4 – عدم ملء الخلية بحجم كاف .

5 – استخدام خلايا مبللة من الخارج .

6 – استخدام خلايا ذات سطوح مخدوشة أو خشنة .

7 – وجود فقاعات هواء داخل المحاليل المقاسة .

8 – استخدام خلايا غير نظيفة .

(15) أخطاء جهاز الفوتوميتر :

1 – أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس .

2 – عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة .

3 – عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخرة عليها .

4 – عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآليه إعطاء ضوءا وحيد طول الموجة .

5 – عدم ضبط الجهاز .

6 – إهمال أية حيود .

7 – عدم ضبط نقطة الصفر .

8 – دخول ضوء فى غرفة العينة .

9 – عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء .

10 –استخدام مرشح خطأ .

11 –استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط .

12 –مدى غير ملائم للقياس .

13 –مسجل يعطى ذبذبات عالية .

14 –قراءات غير ثابتة لتذبذب التيار .

(16) أخطاء من تسجيل الاستجابة :

1 – استخدام مدى غير مناسب .

2 – أخطاء فى القراءة .

3 – استبدال النتائج .

4 – أخطاء فى التسجيل .

(17) أخطاء من الحسابات :

1 – أخطاء حسابية فى الوحدة المستخدمة – وحساب الكسور الجبرية .

2 – تقريب الأرقام .

3 – عدم حساب قيم التجربة الغفل للعينة أو الكاشف المستخدم .

4 – عدم استخدام معامل امتصاص صحيح .

5 – إهمال أو استخدام معامل تخفيف غير صحيح .

6 – عدم ا لانتباه على الانتقال إلى مدى قياس آخر .

(18) أخطاء أثناء نقل القراءات :

1 – الخطأ فى تصنيف الأخطاء وخلطها .

2 – الخطأ فى التهجئة .

3 – أخطاء نقل (مشوهة – غير كاملة) .

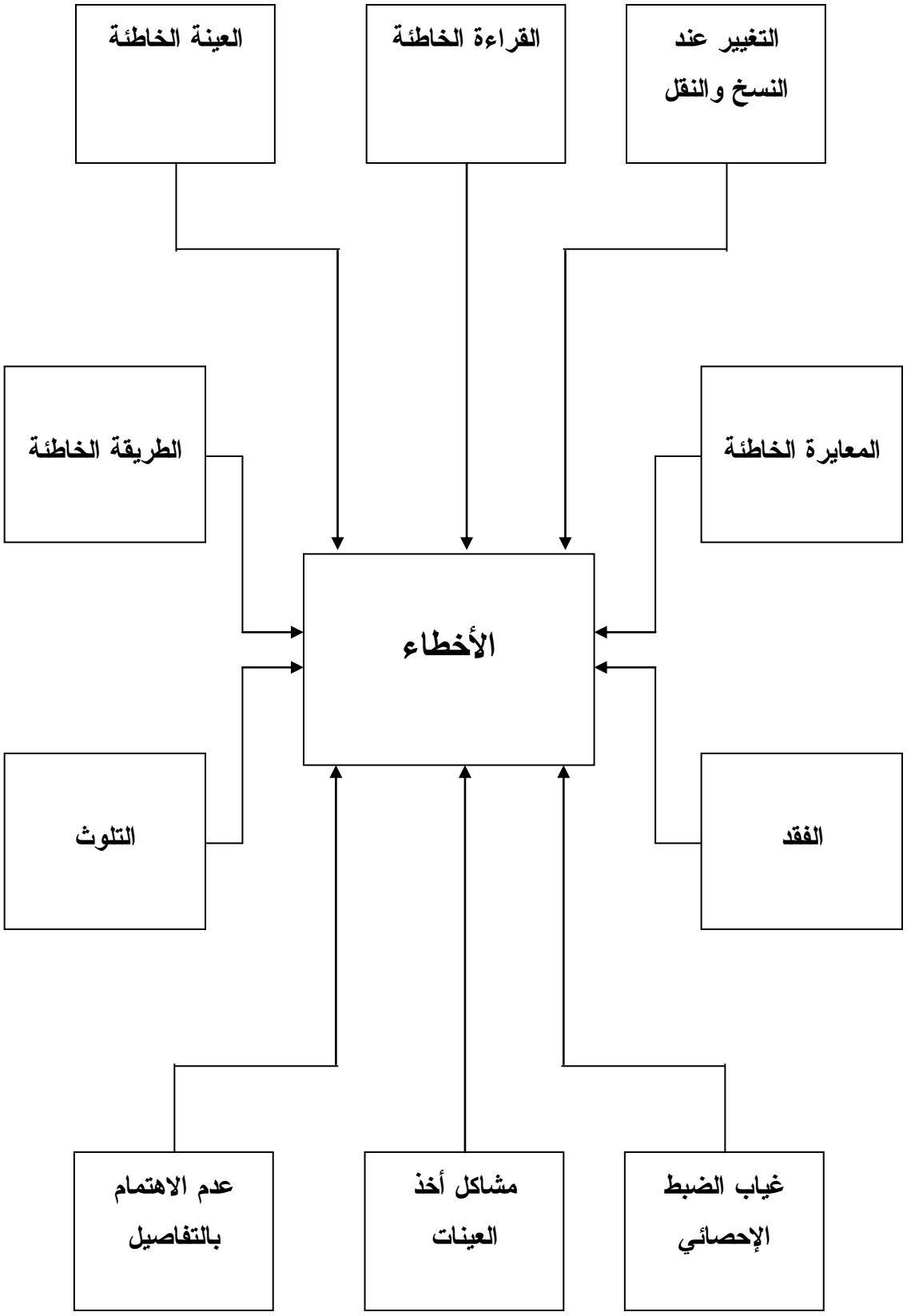
(19) أخطاء عند تسجيل النتائج :

1 – استبعاد أخطاء العينة .

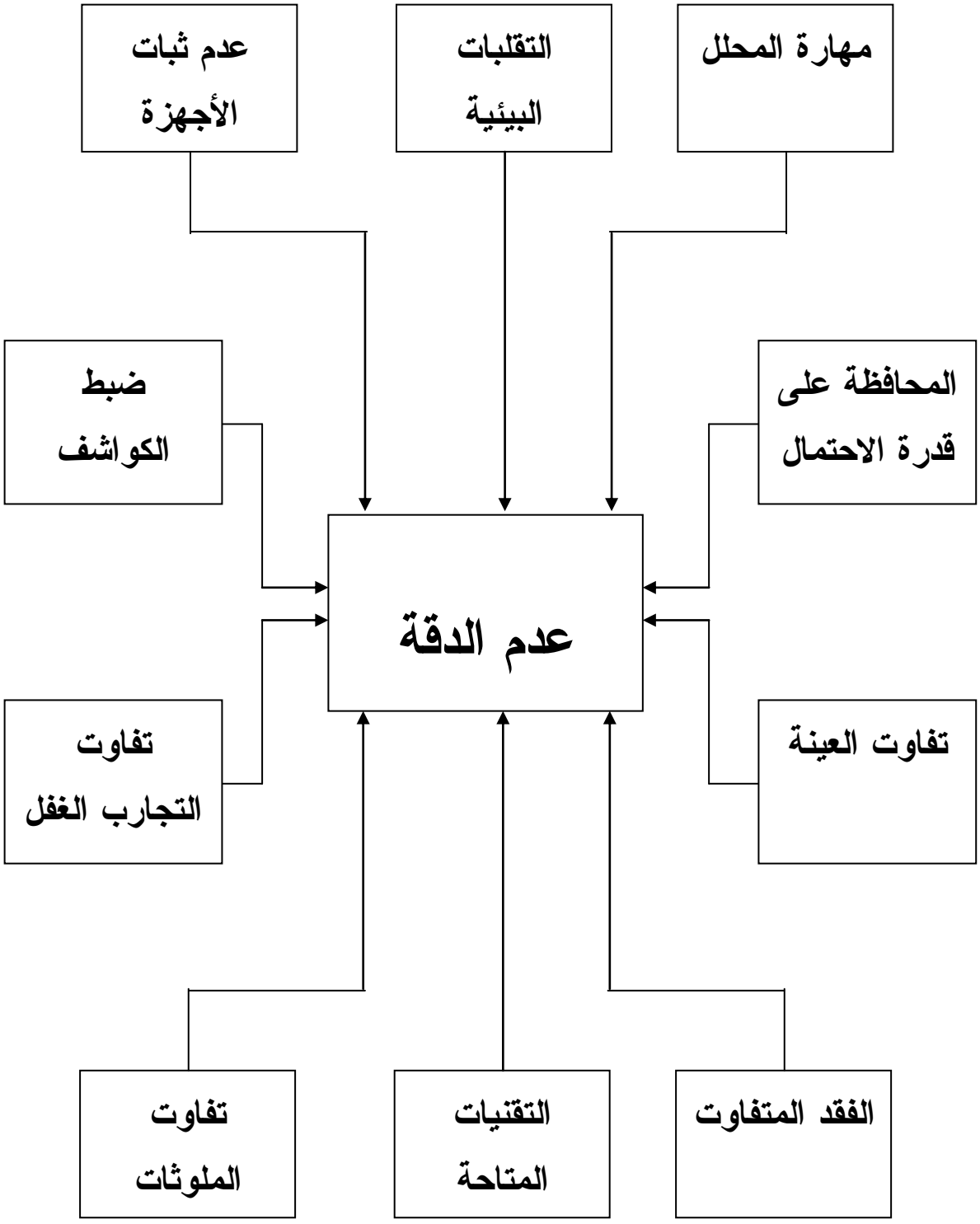
2 – عدم اتخاذ إجراءات ضبط وتأكيد الجودة .

3 – استبعاد الحالات خارج مدى الضبط .

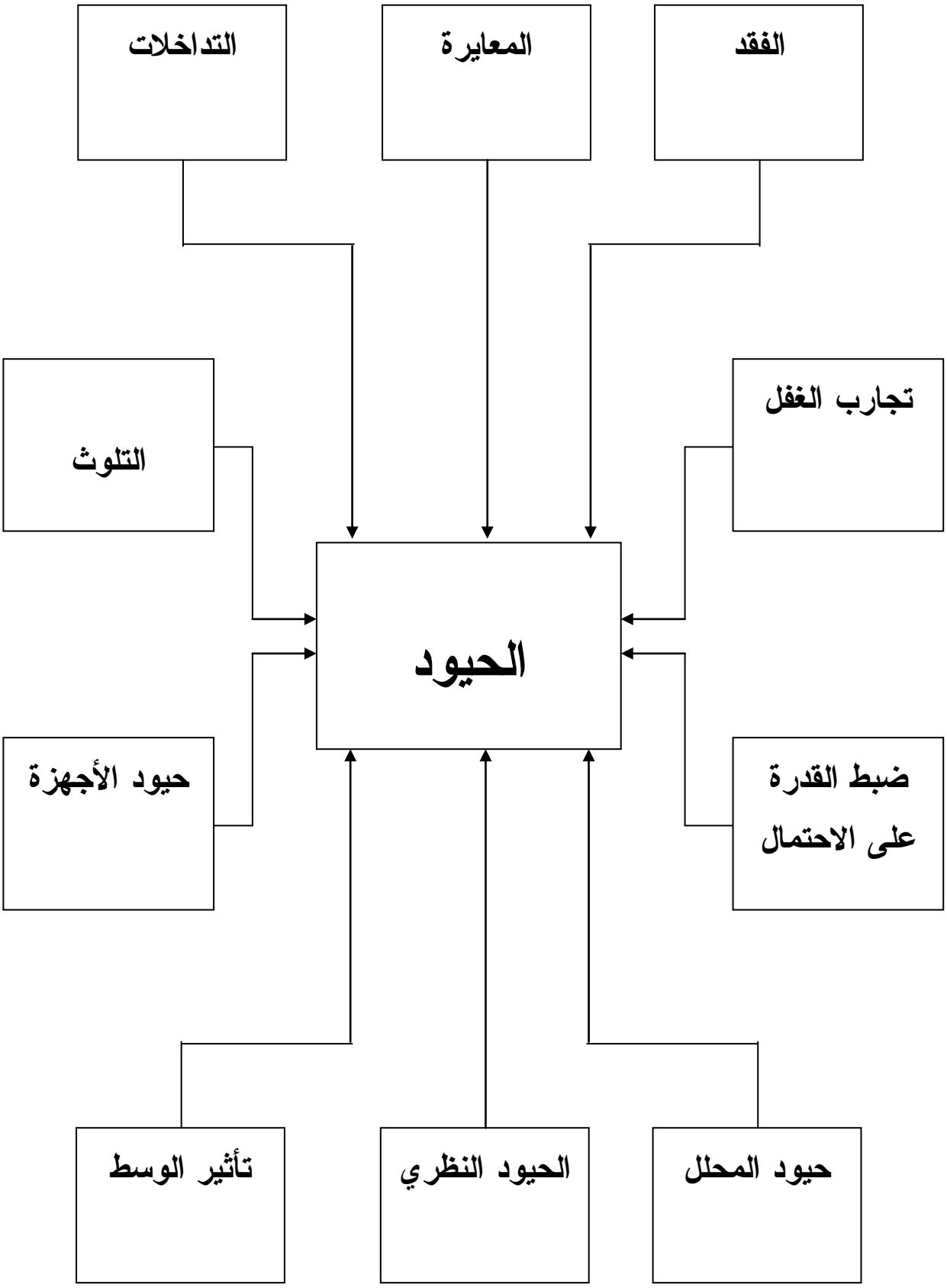
وتبين المخططات التالية بعض مصادر الخطأ فى التحاليل الكيميائية :


العينة الخاطئة
القراءة الخاطئة
التغيير عند النسخ والنقل
الطريقة الخاطئة
المعايرة الخاطئة
الأخطاء
التلوث
الفقد
عدم الاهتمام بالتفاصيل
مشاكل أخذ العينات
غياب الضبط الإحصائي

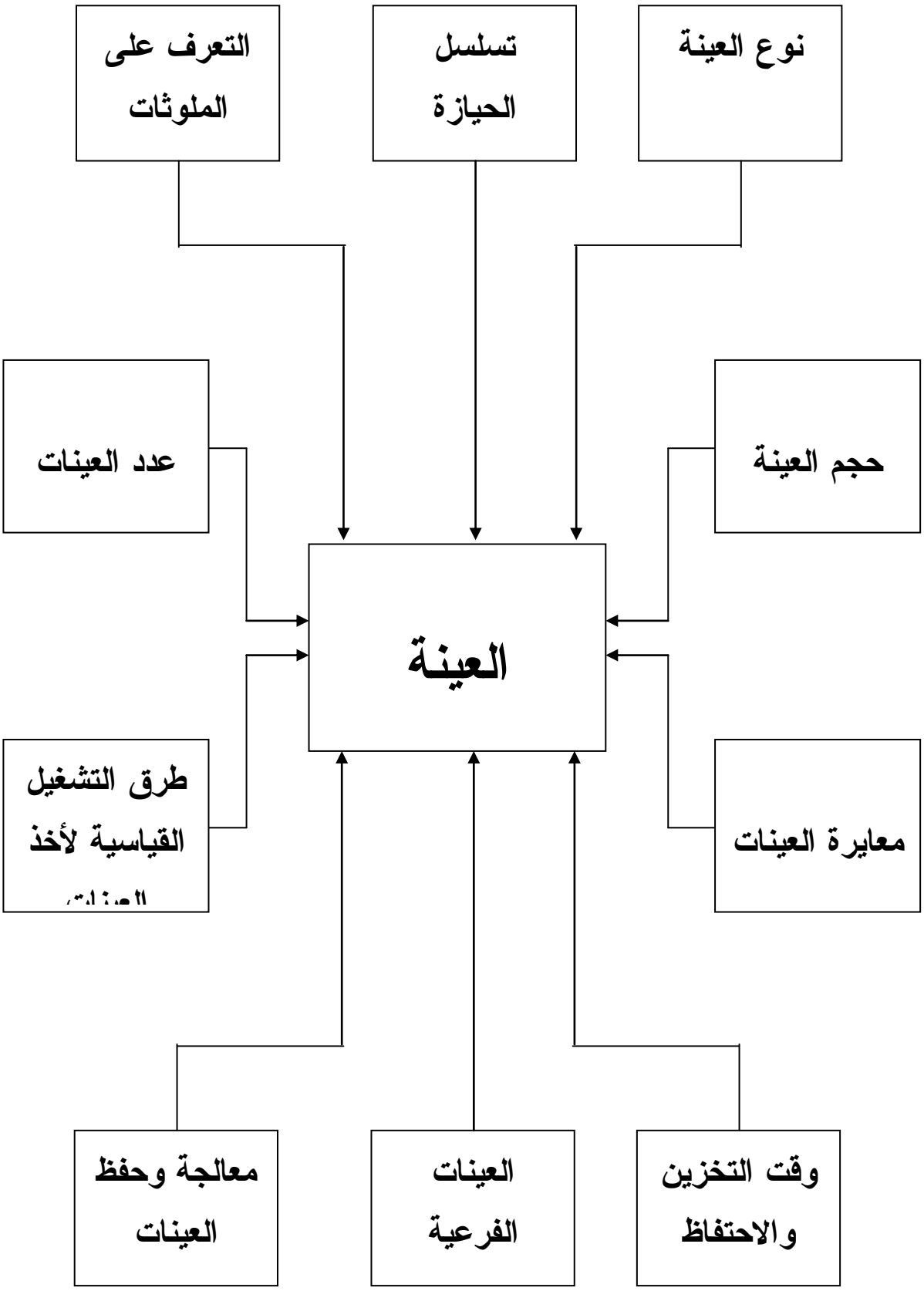
مصادر بعض الأخطاء فى القياسات



بعض مصادر عدم دقة النتائج



مصادر الحيود فى القياسات



الفصل التاسع

المصطلحات والتعاريف فى مواصفة الأيزو 17025

الفصل التاسع

المصطلحات والتعاريف فى مواصفة الأيزو 17025

هذا الفصل يوضح ويوحد المصطلحات المختبرية المتعلقة بالجودة كما تستخدم فى ادارة الجودة طبقا لمتطلبات الايزو رقم (8402).

معمل معتمد Accredited Laboratory :

معمل تم اعتماده لاجراء التحاليل بواسطة جهة محلية أو دولية مانحة.

تفتيش Auditee:

الجهة التى تم التفتيش عليها.

توافق Compatibility :

قابلية لاستخدام معا تحت شروط محددة لانجاز متطلبات معينة.

تطابق Conformity :

استيفاء متطلبات معينة وهذا التعريف قابل للتطبيق لأغراض مقاييس النوعية.

مراجعة العقد Contract review :

نشاطات منتظمة تجرى من قبل المورد قبل التوقيع على العقد للتأكد من ان متطلبات الجودة قد تم تعريفها بشكل كامل دون أى غموض ووثقت ويمكن

ادراكها من قبل المورد . ومراجعة العقد ربما تكرر فى اطوار مختلفة من التعاقد كلما تطلب ذلك.

المقاول Contractor:

المورد فى الحالات التعاقدية وهو احيانا يشار اليه " الطرف الأول فى العمل"

أفعال تصحيحة Corrective action :

هى الأفعال التى تجرى لازالة اسباب وجود عدم توافق أوعيوب او مواقف غير مرغوب فيها أخرى لمنع تكرارها وهى ربما تشمل الاجراءات والانظمة للوصول الى تحسين النوعية فى أى مرحلة من مراحل حلقة النوعية وهناك فرق بين "التصحيح" و "الأفعال التصحيحية" فالتصحيح يشير الى تجديد أو تعديل الاختلاف فى عدم التوافق القائم بينما تشير الأفعال التصحيحية الى ازالة اسباب عدم التوافق.

العميل Customer :

مستقبل المنتج من قبل المورد ، وفى حالات التعاقد يسمى العميل "المشترى" . وربما يكون العميل مثلا المستهلك النهائى المستعمل أو المشترى. ويمكن أن يكون هيئة داخلية أو خارجية.

عيب Defect :

عدم الوفاء بمتطلبات الاستخدام المقصودة أو التوقع المعقول وذلك يتعلق بالأمان.

درجة الإظهار Degree of demonstration :

المدى الذى يعطى ليدلل على الثقة فى ان متطلبات محددة قد تم الالتزام بها. وهذا المدى يعتمد على معايير مثل الاقتصاد و التعقيد والابتكار والامان والاعتبارات البيئية.

قابلية الإعتماد Dependability:

اصطلاح جماعى يستخدم لوصف الاداء المتاح والعوامل المؤثرة : ثقة الاداء واستمرارية الاداء والاداء المدعم للصيانة . ويستخدم التعبير فقط للوصف العام فى صورة غير مقننة وهو واحد من المظاهر التى تعتمد على الوقت بالنسبة للنوعية.

مراجعة التصميم Design review :

توثيق شامل واختبار منتظم للتصميم لتقييم قدرته على الوفاء باشتراطات الجودة والتعرف على المشاكل ان وجدت واقتراح الحلول.

تحريك عدم التوافق Disposition of non conformity :

هو الفعل الذى يؤدى لعدم التوافق بهدف التغلب على عدم التوافق. ربما يأخذ الفعل على سبيل المثال تصحيح مثل اصلاح أو تجديد العمل أو امتياز لتعديد التوثيق أو المتطلب.

شخصية أو مادة Entity :

هى ما يمكن ان يوصف ويعتبر بشكل فردى. وكل مادة أو شخصية ربما تكون نشاط أو ناتج أو هيئة كنظام كامل أو شخص أو اى مجموعة من ذلك.

درجة Grade :

صنف أو رتبة تعطى للشخصية التى لها نفس الاستعمال الوظيفى ولكن بمتطلبات مختلفة من الجودة. والدرجة تعكس اختلاف مخطط ومميز فى متطلبات النوعية. والاهتمام يكون على الاستخدام الوظيفى وعلاقة التكلفة.

اعتماد المعمل Laboratory accreditation :

هو التمييز الرسمى لاختيار معمل على انه مؤهل لإجراء اختبارات معينة أو أنواع محددة من الاختبارات وفقا لمتطلبات إرشادات الايزو 17025.

نظام تفويض المعامل Laboratory authorization system :

نظام له قواعده الخاصة لاجراء وادارة تنفيذ التفويض للمعامل.

معايير تفويض المعامل (Laboratory) authorization criteria:

مجموعة من المتطلبات يستخدمها جهاز شئون البيئة لاستيفائها بالمختبرات من اجل تفويضها.

اختبار كفاءة المعامل Laboratory proficiency test :

تحديد اداء المعمل بواسطة مقارنات لاختبارات بين المعامل.

مراجعة الإدارة Management review :

تقييم رسمى يجرى بواسطة الإدارة العليا على وضع نظام الجودة وكفائته وعلاقته بسياسة الجودة والاهداف. ونتائج التفتيش على الجودة هى واحدة من المدخلات لمراجعة الادارة .

شكل لتأكيد الجودة Model for quality assurance:

هى مجموعة متطلبات مختارة لنظام الجودة ومقننة تتضافر لتفى بمتطلبات تاكيد الجودة فى حالة معينة.

عدم التوافق Non conformity:

عدم استيفاء متطلبات محددة وهذا التعبير يغطى حيود أو غياب واحدا أو أكثرا من خصائص الجودة متضمنا خصائص الاعتماد أو عناصر نظام الجودة من متطلبات معينة.

دليل موضوعى Objective evidence :

معلومات يمكن اثبات صحتها مستندة الى حقائق يحصل عليها خلال الملاحظات أو القياس أو الاختبار أو وسائل أخرى.

المنظمة Organization :

شركة أو مؤسسة أو منشأة أو معهد أو جزء منهم خاص أو عام لها وظائفها وادارتها الخاصة وهذا التعريف صحيح لأغراض معايير الجودة.

التركيب التنظيمى Organization structure :

المستويات والهيئات والعلاقات المرتبة فى نمط يتم من خلاله المنظمه اداء لوظائفها.

فعل وقائى Preventive action :

هو الفعل الذى يتخذ لإزالة أسباب عدم التوافق أو العيب أو أى حالات غير مرغوب فيها لمنع حدوثها . وربما يتضمن ذلك تغيرات فى الإجراءات والأنظمة لتحسين الجودة عند أى مرحلة من حلقة النوعية.

طريقة العمل Procedure:

طريقة محددة لإجراء نشاط وفى حالات عديدة توثق الطريقة (مثال: طرق نظام الجودة) وعندما توثق الطريقة يستخدم التعبير "طريقة مكتوبة" أو "طريقة موثقة" وتحتوى الطريقة المكتوبة أو الموثقة على غرض ونطاق النشاط وماذا يجب عمله وبواسطة من ومتى وأين وكيف سيجرى ونوع المواد والاجهزة والوثائق المستخدمة وكيف يمكن ضبط وتسجيل نتيجة الطريقة.

العملية Process:

مجموعة المصادر والنشاطات وعلاقتها المرتبطة والتى تحول المدخلات الى مخرجات وتشمل الاشخاص والتمويل والأجهزة والتقينات والطرق.

المنتج Product :

نتائج نشاطات وعمليات وربما تشمل اجهزة خدمية ومواد مصنعة وبرامج أو مجموعة منها.

ويمكن ان يكون المنتج محسوسا مثل تجمعات أو مواد معالجة وقد يكون غير محسوس مثل المفاهيم والمعلومات أو مجموعة منها. ويمكن أن يكون المنتج مقصودا مثل تقديم عروض للعميل أو غير مقصود مثل الملوثات أو آثار غير مرغوبة.

مسئولية المنتج Product Liability:

تعبير لوصف المسئولية عن المنتج لتقديم تعويض عن الضرر الذى يحدث نتيجة اصابة الاشخاص وتلف المقتنيات أو أية آثار ضارة يسببها المنتج.

المشترى Purchaser:

هو الزبون فى الحالة التعاقدية. ويشار اليه أحيانا شريك العمل (طرف ثانى).

عملية التأهيل Qualification Process:

العملية التى تبين ما اذا كانت الشخصية قادرة على انجاز متطلبات محددة.

مؤهل Qualified :

هى الحالة التى تعطى للشخصية عندما تستوفى متطلبات خاصة.

الجودة Quality:

مجموعة خصائص لنوع تدل على قابليته على استيفاء الاحتياجات المذكورة وتترجم الاحتياجات الى خصائص بمعايير محددة (انظر متطلبات الجودة) والحاجات ربما تشمل على سبيل المثال مظاهر الاداء والقابلية للاستخدام والاعتماد والتوافر والثقة والقابلية للصيانة والامان والبيئة والاقتصاد والجمال . ومصطلح الجودة ليس تعبيرا وحيدا للتدليل على درجة التميز بطريقة مقارنة ولا يجب استخدامه فى الاحساس الكمى للتقييم الفنى وللتعبير عن هذه المفاهيم يمكن استخدام صفة توضح على سبيل المثال يمكن استخدام التعبيرات الاتية:

تأكيد الجودة Quality assurance:

هى كل النشاطات المطبقة والمخططة والمنظمة فى إطار نظام الجودة والتى تستخدم لتعطي ثقة كافية فى أن الغرض سوف يستوفي متطلبات الجودة .

ويوجد غرضين لتأكيد الجودة غرض داخلي وآخر خارجي .

(I) **تأكيد الجودة الداخلي :** وهو يعطي داخل المؤسسة ثقة فى تأكيد الجودة بالإدارة .

(II) **تأكيد الجودة الخارجي :** وهو يعطي ثقة للمستهلك والآخرين فى التعاقد أو أغراض أخرى .

التفتيش على الجودة Quality audit:

هو اختبار مرتب ومستقل لتحديد ما إذا كانت نشاطات الجودة والنتائج المصاحبة تتفق مع الترتيبات المخططة وما إذا كانت هذه الترتيبات تطبق بكفاءة وتناسب الوصول إلى الأهداف ويجرى التفتيش على الجودة بواسطة أفراد ليس لهم مسئولية مباشرة فى المجالات التى يفتشون عليها ولكن من المفضل تعاونهم مع الأفراد المدربين وأحد أغراض التفتيش على الجودة هو تقييم الحاجة للتحسين وإجراءات التصحيح ويجب ألا تختلط إجراءات التفتيش مع إجراءات المراقبة لغرض ضبط العملية أو قبول المنتج .

ملاحظة التفتيش على الجودة Quality audit observation :

هو تعبير عن حقائق اجريت خلال التفتيش على الجودة ودعمت بأدلة موضوعية.

مفتش الجودةQuality auditor :

هو الشخص المؤهل لاداء التفتيش على الجودة ويعين لادارة التفتيش عل الجودة ويسمى "مفتش الجودة المقدم"

ضبط الجودة Quality control :

هى نشاطات تشغيلية تقنية تستخدم لاستيفاء متطلبات الجودة . وتشمل تقنيات التشغيل والنشاطات التى تستهدف الرصد وإزالة الأداء غير المرضي فى كل مراحل حلقة النوعية بغرض الوصول إلى تأثير اقتصادي

تقييم الجودة (Quality evaluation (assessment :

هو الاختبار المنتظم لتحديد مدى القدرة على انجاز متطلبات محددة. وتقييم الجودة يمكن ان يستخدم لتحديد قدرة نوعية المورد. وفى هذه الحالة واعتمادا على ظروف محددة فإن نتائج تقييم الجودة ربما تستخدم لأغراض التأهيل أو القبول أو القيد أو الحصول على شهادة أو التفويض.

تحسين الجودة Quality improvement:

هى الأفعال التى تتخذ من خلال المؤسسة لزيادة فعاليتها وكفاءتها وعملياتها وتعود بالفائدة على المؤسسة والعملاء.

حلقة الجودة Quality loop :

نموذج تصورى لتفاعل النشاطات المؤثرة على الجودة فى المراحل المختلفة والتى تتراوح بين التعرف على الحاجات الى التقييم.

فقدان الجودة Quality losses :

هى الخسارة التى يسببها عدم إدراك إمكانيات العمليات والنشاطات. وبعض الأمثلة عن فقدان الجودة هى خسارة رضاء العميل أو فقد الغرض لإضافة قيمة أكبر للعميل أو للمؤسسة أو المجتمع بالاضافة الى موارد النفايات والمواد.

ادارة الجودة Quality Management :

كل النشاطات للإدارة الكلية التى تحدد أغراض سياسة ومسئوليات الجودة وتضمن توافقهم عن طريق التخطيط للجودة وضبط الجودة وتأكيد الجودة وتحسين

الجودة فى إطار نظام الجودة . وإدارة الجودة هى مسئولية كل مستويات الإدارة والتى يجب الوصول إليها من خلال الإدارة العليا . وتطبق بمساهمة جميع العاملين بالمؤسسة .

ادارة الجودة الشاملة (total) Quality Management :

الطريق السليم إلى إدارة المؤسسة يركز على الجودة ويستند على اشتراك كل الأعضاء ويهدف إلى نجاح طويل الأجل من خلال إرضاء العملاء ويستفاد منه كل أعضاء المؤسسة والمجتمع . إن قوة ومثابرة القيادة العليا للإدارة وتعليم وتدريب كل العاملين فى المؤسسة ضروري لنجاح هذا الإتجاه . إن مفهوم الجودة فى إطار إدارة الجودة الشاملة يعزى إلى تحقيق كل أهدف ومفهوم "أستفادة المجتمع" ويدل عند الضرورة على استيفاء متطلبات المجتمع .

دليل الجودة Quality Manual:

هى الوثائق التى تصرح بسياسة الجودة وتصف جودة نظام المؤسسة . إن دليل الجودة ربما يتعلق بمجموع أو جزء من النشاطات للمؤسسة . إن عنوان ومجال الدليل يعكس مجال الاستخدام ويجب أن يحتوى دليل الجودة على :

(1) سياسة الجودة .
(2) المسئوليات والسلطات والعلاقات البيئية بين العاملين اللذين يديرون ويؤدون ويحققون ويراجعون الأعمال التى تؤثر على الجودة .
(3) طرق وتعليمات نظام الجودة .

(4) تصريح عن مراجعة وتجديد السيطرة على الدليل ويمكن أن يختلف دليل النوعية فى العمق والشكل ليفي بأغراض المؤسسة . ويمكن أن يحتوى على أكثر من دليل اعتماداً على نطاق الدليل .

خطة الجودة Quality Plan :

هى وثيقة تعرض ممارسة معينة للجودة والمصادر وتسلسل النشاطات لمنتج معين أو مشروع أو عقد وتشير خطة الجودة عادة الى إجراءات من الجودة قابلة للتطبيق فى حالات محددة. واعتمادا على نطاق الخطة يمكن ان يستخدم "خطة تأكيد الجودة" و"خطة ادارة الجودة".

التخطيط للجودة Quality planning:

هى النشاطات التى تحقق أهداف ومتطلبات الجودة من اجل تطبيق عناصر نظام الجودة. والتخطيط للجودة يغطى:

(i) التخطيط للمنتج: ويشمل التمييز والتصنيف وتقييم خصائص الجودة وكذلك ايجاد متطلبات اهداف الجودة والقيود عليها.

(ii) تخطيط ادارى وتشغيلى: ويشمل اعداد تطبيقات لنظام الجودة متضمنا التنظيم والجدولة.

(iii) تحضير خطط الجودة ووضع الشروط لتحسينها.

سياسة الجودة Quality policy:

النوايا الكلية والتوجهات للمؤسسة فيما يتعلق بالجودة كما هو مذكور رسمياً بالإدارة العليا . وتشكل سياسة الجودة عنصر السياسة المطبقة والمعتمدة من الإدارة العليا .

مراقبة الجودة Quality surveillance :

هى إجراءات التنظيم المؤسساتية والعمليات والمصادر اللازمة لتطبيق إدارة الجودة ويجب أن يكون ذلك شاملاً وملائماً لأهداف الجودة .

يصمم نظام جودة المؤسسة فى المقام الأول ليفي الحاجات الداخلية الإدارية للمؤسسة وهى أشمل من متطلبات عميل واحد بعينه الذى قد يقيم الجزء المعنى به من نظام الجودة .

نظام الجودة Quality system :

هى إجراءات التنظيم المؤسساتية والعمليات والمصادر اللازمة لتطبيق إدارة الجودة ويجب أن يكون ذلك شاملاً وملائماً لأهداف الجودة . يصمم نظام جودة المؤسسة فى المقام الأول ليفي الحاجات الداخلية الإدارية للمؤسسة وهى أشمل من متطلبات عميل واحد بعينه الذى قد يقيم الجزء المعنى به من نظام الجودة .

تكلفة الجودة Quality-related costs:

هى تكلفة ضمان وتأكيد جودة مرضية وكذلك الخسائر المحتملة عندما لا تتحقق جودة مرضية.

سجل Record:

وثيقة تبين الأدلة الموضوعية عن النشاطات المؤداة أو النتائج المحققة. وسجل الجودة يعطى أدلة موضوعية عن مدى إنجاز متطلبات النوعية (مثال سجل جودة المنتج) أو كفاءة تشغيل عناصر نظام الجودة (مثال سجل جودة النظام) وبعض أغراض سجلات الجودة هو إجراءات إظهار وتتبع ومنع وتصحيح. ويمكن أن يكتب السجل ويخزن على أى وسط.

التصليح Repair :

هو الفعل الذى يتخذ على منتج غير متوافق بحيث يصبح مستوفيا لمتطلبات استخدامه المقررة بالرغم من عدم توافقه مع المتطلبات الأصلية المحددة.

متطلبات الجودة Requirements for quality :

هو تعبير عن الحاجات أو ترجمتها الى مجموعة متطلبات كيفية أو كمية للخصائص لتمكن من التحقق منها واختبارها. و من الضرورى ان تعكس متطلبات الجودة المتطلبات المنصوص عليها بالكامل من قبل العميل. وتعبير "متطلبات" يغطى احتياجات السوق والتعاقد وكذلك المتطلبات الداخلية للمؤسسة . ويمكن إعدادها والإسهاب فيها وتحديثها عند مراحل تخطيط مختلفة . ويجب التعبير عن متطلبات الجودة فى تعبيرات وظائفية وتوثيقها.

متطلبات المجتمع Requirements of Society:

هى التزامات بالقوانين والتعليمات والقواعد والرموز والحالات والاعتبارات الأخرى التى يصدرها المجتمع. واعتبارات أخرى تتضمن حماية المجتمع

والصحة والأمان والامن وحماية الطاقة والمصادر الطبيعية. ويجب ان تؤخذ كل متطلبات المجتمع فى الاعتبار عند تحديد متطلبات الجودة.

تجديد العمل Rework :

الفعل الذى يجرى على منتج غير متوافق بحيث يفى بالشروط المحددة. وتجديد العمل هو نوع من تحريك المنتج غير المتوافق.

الأمان Safety :

هى الحالة التى يكون فيها الخطر أو الضرر (على الأشخاص) أو التلف محدودا لمستوى مقبول. والامان هو احد مظاهر الجودة. وهذا التعريف قابل للتطبيق لأغراض قياس الجودة.

العينة Sample :

جزء من المادة يختار ليمثل كل المادة

التعامل مع العينة Sample handling :

وذلك يشير الى المعالجات التى تتعرض لها العينات خلال عملية اختيارها من المادة الاصلية واختبارها.

تحضير العينة Sample preparation :

يصف هذا التعبير الإجراءات المتبعة لاختيار جزء من العينة من كل العينة للاختبار وتتضمن المعالجات داخل المختبر والخلط والتقسيم والطحن.

التفتيش الذاتى Self inspection:

التفتيش على العمل من قبل المؤدى لهذا العمل طبقا لقواعد محددة.

الخدمة Service :

النتيجة الناشئة عن النشاطات المتبادلة بين المورد والعميل ومورد الخدمة الداخلية للوفاء بمتطلبات العميل . ويمكن أن يمثل المورد أو العميل عند الالتقاء بالفرد أو الجهاز ونشاط العميل عند نقط اللقاء مع المورد ربما يكون أساسياً لتوصيل الخدمة

توصيل الخدمة Service delivery:

هى خدمات المورد الضرورية لاتمام الخدمة.

المواصفات Specification :

هى وثائق تحدد المتطلبات و يجب أن يبين نوع المواصفات مثل "مواصفات المنتج" و "مواصفات الاختبار" ويجب أن تشير المواصفات أو تتضمن رسومات وأنماط أو أى وثائق متعلقة بالموضوع وان تدل على الوسائل والمعايير التى يمكن بها مراجعة التوافق.

مقاول الباطن Subcontractor :

هيئة تزود المورد النهائى بالمنتج.

جزء من العينة Subsample :

جزء من العينة يحصل عليها باختيار أو تقسيم العينة الاصلية وهو وحدة مفردة من العينة أو وحدة نهائية لمراحل متعددة.

المورد Supplier :

مؤسسة تزود العميل بالمنتج. وفى ظروف التعاقد فان المورد يطلق عليه "متعاقد" . وربما يكون المورد على سبيل المثال المنتج أو الموزع أو المستورد أو المجمع أو مؤدى الخدمات. والمورد يمكن أن يكون مؤسسة خارجية أو داخلية.

الاختبار Test :

العملية التقنية المكونة من تقدير واحد أو أكثر من الخصائص للمنتج المعطي وهى عملية تجرى طبقاً لإجراء محدد .

طريقة الاختبار Test method :

إجراء تقني محدد لأداء الاختبار .

جزء اختبار Test portion:

يشير ذلك الى المادة الحقيقية الموزونة أو المقاسة والمعدة للاستخدام فى التحاليل.

تقرير اختبار Test report:

وثائق تمثل نتائج الاختبارات والمعلومات الأخرى ذات الصلة بالاختبار .

معمل الاختبارات Testing laboratory:

معمل تجرى فيه الاختبارات .

قابلية التتبعTractability :

هى القابلية لتتبع تاريخ وتطبيق ومكان لأى غرض بواسطة التعريفات المسجلة وبمنطق المعايرة فإن تعبير قابلية التتبع يعنى قياس الأجهزة بالمقاييس المحلية أو

الدولية وكذلك الثوابت والخواص الفيزيائية الأساسية أو المواد المرجعية .

وبمفهوم جمع النتائج فإن ذلك يعنى الحسابات وجمع النتائج من خلال متطلبات الجودة وأحياناً عودة إلى متطلبات الجودة .

التوثيق Validation :

هو التأكيد باستخدام أدلة موضوعية أنه قد تم الوفاء بمتطلبات معينة من أجل غرض محدد وتؤدي عملية التوثيق على الناتج النهائي تحت ظروف تشغيل محددة ربما تكون ضرورية فى مراحل مبكرة .

الاثبات Verification :

التأكيد بالاختبار والدليل الموضوعي أن المتطلبات المحددة تم استيفائها ويستخدم تعبير "أثبت" لتوصيف الحالة المطابقة .

References

1. Association of Public Analysts, 'A Protocol for Analytical Quality Assurance in Public Analysis' Laboratories', APA, London, 1986.
2. British Standard BS 5700:1984, + AMD 5480:1987, 'Guide to Process Control using Quality Control Chart Methods and Cusum Techniques' (complements BS 5701:1980 and BS 5703:1980).
3. Dux, J. P., 'Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory', Van Nostrand Reinhold, New York, 1986.
4. EN 30011-1: 1993 Guidelines for auditing quality systems- Part 1: Auditing.
5. EN 30011-2: 1993 Guidelines for auditing quality systems- Part 2: Qualification criteria for quality systems auditors.
6. EN 45001 General criteria for the operation of testing laboratories.
7. EN 45002 General criteria for the assessment of testing laboratories.
8. EN 45003 General criteria for laboratory accreditation bodies.
9. EN 45011 General criteria of certification bodies operating product certification.
10. EN 45012 General criteria for certification bodies operating Quality System certification.
11. EN 45013 General criteria for certification bodies operating certification of personnel.
12. EN 45014 General criteria for suppliers' declaration of conformity.

13. EN 45020:1993 General terms and their definitions concerning standardization and related activities.

14. Enell, J. W., "Which Sampling Plan Should I choose?", Journal of Quality Technology 1984, 16(3), 168-171.

15. Feder, P. L., 'Sampling From Batches', Journal of Quality Technology 1975, 7(2), 53-58.

16. Garfied, F. A., 'Sampling in the Analytical Scheme', J. Assoc. Off. Anal. Chem. 1989, 72(3), 405-411.

17. Garfield, F.M. 'Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories', Association of Official Analytical Chemists, Arlington VA, 1984.

18. Gunzler, H. (editor), "Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry," Springer-Verlag, Berlin 1994.

19. Handbook for Sampling and Sample Preservation of Water and Waste Water' EPA-600/4-82-029, September 1982, and 'Addendum', EPA-600/4-83-039, August 1983.

20. Horwitz, W. 'Problems of Sampling and Analytical Methods', J. Assoc. Off. Anal. Chem. 1976, 59(6), 1197-1203.

21. Horwitz, W., 'Nomenclature for Sampling in Analytical Chemistry –(Recommendations 1990)', IUPAC, Pure Appl. Chem. 1990, 62(6), 1193-12-8.

22. IEC 50(191):1990, International Electromechanical Vocabulary-Chapter 191:Dependability and Quality of service.

23. International Standards for Sampling: ISO 707:1985; ISO 2858-Part 1:1989; ISO 2859-Part 2:1989; ISO 3951:1989; ISO 7002:1986; ISO 8213:1986; ISO 6206:1979.

24. ISO 10011-1:1990, Guidelines for Auditing Quality Systems-Part 1: Auditing.

25. ISO 10011-2:1991, Guidelines for auditing quality systems-Part 2: Qualification criteria for quality systems auditors.

26. ISO 10011-3:1991, Guidelines for auditing quality systems – Part 3: Management of audit programmes.

27. ISO 10012-1:1992, Quality assurance requirements for measuring equipment-Part 1: Meteorological confirmation system for measuring equipment.

28. ISO 3534-1:1993, Statistics-Vocabulary and symbols-Part 1:Probability and general statistical terms.

29. ISO 3534-2:1993, Statistics-Vocabulary and general symbols-Part 2: Statistical quality control.

30. ISO 3534-3:1995, Statistics-Vocabulary and general symbols-Part 3: Design of experiments.

31. ISO 9000:1987, Quality management and quality assurance standards-Guidelines for selection\d use.

32. ISO 9000-1:1994, Quality management and quality assurance standards-Part 1: Guidelines for selection and use.

33. ISO 9000-2:1993, Quality management and quality assurance standards-Part 2: Generic guidelines for the application of ISO 9001, ISO 9002 and ISO 9003.

34. ISO 9000-3:1991, Quality management and quality assurance standards-Part 3: Guidelines for the application of ISO 9001 to the development, supply and maintenance of software.

35. ISO 9000-4:1993, Quality management and quality assurance standards-Part 4: Guide to dependability programme management.

36. ISO 9001:1994, Quality systems-Model for quality assurance in design development, production, installation and servicing.

37. ISO 9002:1994, Quality systems-Model for quality assurance in production installation and servicing.

38. ISO 9003:1994, Quality systems-Model for quality assurance in final inspection and test.

39. ISO 9004:1987, Quality system elements-Guidelines.

40. ISO 9004-1:1994, Quality management and quality system elements-Part 1: Guidelines.

41. ISO 9004-2:1991, Quality management and quality system elements-Part 2: Guidelines for services.

42. ISO 9004-3:1993, Quality management and quality system elements-Part 4: Guidelines for quality improvement.

43. ISO/DIS 8402: 1993 Quality management and quality assurance-Vocabulary.

44. ISO/IEC Guide 17025: General requirements, for the technical competence of testing laboratories (1998).

45. ISO/IEC Guide 2, General terms and definitions concerning standardization and related activities.

46. ISO/IEC Guide 25, General requirements for the technical competence of testing laboratories (1990).

47. ISO/IEC Guide 38, General requirements for the acceptance of testing laboratories.

48. ISO/IEC Guide 43, Development and operation of laboratory proficiency testing.

49. ISO/IEC Guide 45, Guidelines for the presentation of test results, and

50. ISO/IEC Guide 49, Guidelines for development of a quality manual for testing laboratory.

51. Keith, L.H., "Environmental Sampling and Analysis: A Practical Guide," Lewis, Michigan, 1991.

52. Kratochvil, B., and Taylor, J. K., 'Sampling for Chemical Analytical', Anal. Chem. 1981, 53(8), 924A-938A.

53. Kratochvil, B., Wallace, D., and Taylor, J. K., 'Sampling for Chemical Analysis', Anal. Chem. 1984, 56(5), 113R-129R.

54. Lund, U.O., Internal Quality Control in Environmental Laboratories" VKI, 1997.

55. Lund, U.O., (editor) "Analytical Quality Assurance and Control" VKI, 1997.

56. Miller, J. C., and Miller, J. N. 'Statistics for Analytical Chemistry', Ellis Horwood, Chichester, 1988.

57. Murdoch, J., 'Control Charts', Macmillan 1979.

58. Sampling, Standards, and Homogeneity, ASTM Special Technical Publication 540', presented at a symposium at the 75th Annual Meeting, ASTM, Los Angeles, CA, June 25-30, 1972. Available from American Society For Testing and Materials, 1916 Race St, PA 19103.

59. Smith, R., and James, G. V., 'The Sampling of Bulk Materials', The Royal Society of Chemistry (Analytical Sciences Monographs No 8).

60. Taylor, J. K., 'Quality Assurance of Chemical Measurements', Lewis Publishers, Michigan, 1987.

61. VIM: 1993, International vocabulary of basic and general terms in metrology, issued by BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML.

62. Youden, W. J. and Steiner, E. H. 'Statistical Manual of the AOAC', Association of Official Analytical Chemists, 1975.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

ARAB REPUBLIC OF EGYPT
German Technical Cooperation

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

الملحقات

Quality Control /Quality Assurance Manual For Water And Analysis

Annexes

Prof. Saad Hassan(Ph.D.,D.Sc.)

Head of the Reference Laboratory
Faculty of Science, Ain Shams University

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

Annex 1
الملحق الأول

ترجمة ارشادية

للمواصفة القياسية ايزو 17025 / 2005

المتطلبات العامة لكفاءة معامل الاختبارات والمعايرات

إكمالا للفائدة تم ترجمة المواصفة القياسية الدولية أيزو 17025 للغة الضاد ترجمة استرشادية بهدف استيعاب مضمون المواصفة وإن كان ذلك لا يغنى عن المواصفة الأصلية الصادرة باللغة الانجليزية من منظمة الايزو الدولية ولايفوتنا التذكير بأنه اذا اختلف على القارئ والتبس عليه شأن فيلكن مرجعه الأساسى هو المواصفة الأصلية.

فما هذه الترجمة التى بين يديك الا للاسترشاد بالرغم من التأكيد على ما تتضمنه من دقة واجتهاد عالى الشأن.

مقدمة Introduction

إن النسخة الأولى من المواصفة الدولية (أيزو 17025 إصدار 1999) كانت نتيجة للخبرة الواسعة فى تنفيذ إرشادات الأيزو 25 والمواصفة الأوروبية EN 45001 والتى حلت محلهما ، وهى تتضمن كل المتطلبات التى يلزم تحقيقها فى معامل الاختبارات والمعايرة حتى تظهر استخدامها أنظمة إدارة ذات كفاءة فنية عالية وقادرة على اعطاء نتائج فنية صالحة.

والنسخة الأولى (اصدار 1999) تشير الى مواصفة الأيزو 1994/9001 ومواصفة الأيزو 1994/9002 ، وهاتان المواصفتان حل محلهما مواصفة الأيزو 2000/9001 والتى تتوافق مع مواصفة الأيزو 17025 والنسخة الثانية هذه (مواصفة الأيزو 2005/17025) تم فيها تعديل بعض الفقرات أو اضافتها فى ضوء مواصفة الأيزو 2000/9001.

إن جهات الاعتماد التى تعترف بكفاءة معامل الاختبارات والمعايرة تستخدم هذه المواصفة كمقياس دولى وكأساس فى منح الاعتماد accreditation حيث أن الجزء الرابع من هذه

المواصفة يوضح متطلبات الإدارة (الإدارة السليمة) أما الجزء الخامس فيوضح متطلبات الكفاءة الفنية لأنواع معامل الاختبارات و/أو المعايرات.

ان التقدم فى استخدام نظم الادارة تدريجيا أدى الى الحاجة الى ضمان أن المعامل التى تشكل جزء من منشأة أكبر أو تقدم خدمات أخرى يمكن أن تدير نظام إدارة جودة يتوافق مع مواصفة الأيزو 9001 وأيضا مع هذه المواصفة الدولية.

يجب العناية أيضا بالتوافق مع كل متطلبات مواصفة الأيزو 9001 المرتبطة بمجال خدمات الاختبار والمعايرة التى تم تغطيتها بواسطة نظام إدارة المعمل.

إن معامل الاختبار والمعايرة التى تتوافق مع هذه المواصفة الدولية سوف تكون متوافقة فى إدارتها مع المواصفة أيزو 9001.

إن مطابقة نظام إدارة الجودة داخل المعمل مع متطلبات مواصفة الأيزو 9001 فقط لا يظهر كفاءة المعمل فى اعطاء بيانات ونتائج فنية صالحة وايضا لايظهر مطابقة هذه المواصفة الدولية مع نظام ادارة الجودة داخل ما يطبقة المعمل لمتطلبات الأيزو 9001.

وليكن معلوما أن قبول نتائج المعايرات والاختبارات بين البلاد المختلفة يتوقف على انتهاج المعامل نهجا يتوافق مع هذه المواصفة الدولية بالاضافة الى اعتمادها من هيئات اعتماد مشتركة فى اتفاقيات اعتراف متبادل مع نظائرها فى البلدان الأخرى والتى تعمل وفقا لهذه المواصفة الدولية.

كما أن استخدام هذه المواصفة يسهل التعاون بين المعامل والهيئات الأخرى كما يساعد على تبادل المعلومات والخبرات والتناسق بين المواصفات وطرق التشغيل.

1. المجال

1.1 تحدد هذه المواصفة الدولية المتطلبات العامة للكفاءة فى اداء الاختبارات و/أو المعايرات بما فى ذلك أخذ العينات وتغطى المواصفة الاختبارات التى تجريها المعامل مستخدمة الطرق القياسية والطرق غير القياسية والطرق التى تستبطها المعامل.

1.2تطبق هذه المواصفة الدولية كل المنظمات التى تجرى اختبارات و/أو معايرات بما فى ذلك – على سبيل المثال – المعامل التى تعمل كطرف أول أو طرف ثان أو طرف ثالث فى عمليات الاختبار أو المعايرة وكذلك المعامل التى يشكل الاختبار و/أو المعايرة جزء من التفتيش وإجازة المنتج.

وتطبق هذه المواصفة الدولية على جميع المعامل بصرف النظر عن عدد العاملين بتلك المعامل أو مدى خدمات الاختبار و/أو المعايرة التى تقدمها ، وفى الحالات التى لا يستخدم فيها بعض الأنشطة التى لا تغطيها هذه المواصفة الدولية مثل أخذ العينات وتصميم/تطوير طرق جديدة لا يلزم تطبيق البنود الخاصة بتلك الخدمات فى المواصفة.

1.3الملاحظات الواردة فى هذا الجزء من المواصفة تهدف الى توضيح البنود الواردة وتتخذ كدليل ارشادى لفهم المحتوى ولاتتضمن متطلبات اضافية ولاتعتبر جزءا من هذه المواصفة الدولية.

1.4تستخدم هذه المواصفة الدولية بواسطة المعامل لانشاء وتطوير نظم إدارة الجودة والنظم الادارية والفنية التى تحكم اداء عملها ويمكن لعملاء المعامل والسلطات التنظيمية وهيئات الاعتماد أن تستخدم هذه المواصفة للتعرف على كفاءة المعامل أو تأكيدها.

1.5هذه المواصفة الدولية لا تغطى التوافق مع متطلبات القوانين والسلامة فى تشغيل المعامل.

1.6اذا كانت معامل الاختبارات والمعايرة متوافقة مع متطلبات هذه المواصفة العالمية فإن ذلك يؤدى الى ادارة نظام جودة لأنشطة الاختبارات والمعايرة تفى أيضا باحتياجات مبادئ مواصفة الأيزو 9001 – وملحق (أ) فى المواصفة الأصلية يوضح التناظر بين هذه المواصفة (مواصفة الأيزو 17025) ومواصفة الأيزو 9001 – كما أن هذه

المواصفة العالمية تغطى متطلبات الكفاءة الفنية التى لاتغطيها مواصفة الأيزو 9001.

ملاحظة (1) : قد يكون ضروريا شرح أو تفسير بعض المتطلبات فى هذه المواصفة الدولية للتأكد أن تطبيق هذه المتطلبات يتم بشكل متناغم وعلى هذا فإن الملحق (ب) فى المواصفة 17025 الأصلية يوفر تطبيقات لمجالات محددة وخاصة لهيئات الاعتماد (أنظر مواصفة الأيزو ISO/IEC 17011).

ملاحظة (2): إذا رغب المعمل فى الحصول على الاعتماد لنشاط محدد أو كل أنشطته فى مجال الاختبار والمعايرة فعليه اختيار هيئة اعتماد تعمل طبقا لمواصفة الأيزو (ISO/IEC 17011).

2. المراجع المعيارية Normative References

الوثائق القياسية التالية أساسية لتطبيق هذه الوثيقة (مواصفة الأيزو 17025) وبالنسبة للمراجع غير المؤرخة فإنه يتم تطبيق اخر نسخة من الوثائق المرجعية متضمنة أى تعديلات:

- أيزو 17000 مفردات ومبادئ عامة – تقييم المطابقة
- المعجم الدولى للمصطلحات العامة والأساسية لعلم القياس VIM الصادرة عن: IEC, BIPM, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML

ملاحظة : المواصفات الأخرى والأدلة .. الخ ذات الصلة بموضوع هذه المواصفة الدولية معطاة فى المراجع (Bibliography)

3. المصطلحات والتعاريف

المصطلحات والتعاريف الواردة فى الايزو ISO/IEC 17000 والمعجم الدولى للمصطلحات VIM مطبقة من أجل أغراض هذه الوثيقة.

ملاحظة: التعاريف العامة المتعلقة بالجودة واردة فى الأيزو 9001 حيث أن الأيزو 17000 يعطى تعريفات خاصة مرتبطة بالشهادة واعتماد المعامل ، وعند وجود تعاريف مختلفة فى الأيزو 9000 فانه من المفضل اخذ تلك الواردة فى الأيزو 17000 والمعجم الدولى للمصطلحات VIM.

4. المتطلبات الادارية

4-1 التنظيم

1. يجب أن يكون بالمعمل أو المنظمة التابع لها كيان ذو مسئولية قانونية.
2. تقع على المعمل مسئولية اداء الاختبارات بالشكل الذى يتوافق مع متطلبات هذه المواصفة الدولية وأن يحقق احتياجات العملاء وجهات التنظيم وجهة الاعتماد.
3. يجب أن يغطى نظام ادارة المعمل مجالات الاختبارات التى تتم فى مقر المعمل الدائم بالمنظمة.
4. يجب على المعمل اذا كان تابعا لمؤسسة ذات أنشطة أخرى غير الاختبارات أن يحدد مسئوليات شاغلى الوظائف الرئيسية الذين لهم علاقة أو تأثير على أعمال الاختبارات حتى يمكن التعرف على احتمالات تعارض المصالح

ملاحظة 1: فى حالة اذا كان المعمل يشكل جزءا أو ادارة تابعة لمؤسسة كبيرة يجب أن يظهر الهيكل التنظيمى وضع المعمل بحيث ألا تؤثر الأقسام ذات المصالح المتعارضة مثل أقسام الانتاج والتسويق والأقسام المالية تأثيرا عكسيا يضر بتوافق المعمل مع هذه المواصفة (أيزو 17025).

ملاحظة 2: عند رغبة المعمل فى أن يعترف به كطرف ثالث محايد يجب أن يظهر بوضوح وبالدليل أنه جهة غير منحازة وأن العاملين به متحررين من أى ضغوط تجارية او مالية او أى عوامل أخرى يمكن أن تؤثر على أحكامه الفنية.

يجب أن يحقق المعمل الآتى:

أ) توفير كوادر بشرية فنية وادارية لديهم السلطة والموارد اللازمة لتنفيذ مسئولياتها متضمنة التنفيذ والصيانة وتحسين نظام الادارة وتحديد ظهور حيود عن نظام الادارة أو طرق الاختبار والمبادرة باتخاذ الاجراءات لمنع وقوع هذا الحيود أو الحد منه.

ب) وجود ترتيبات تضمن أن المعمل وأفراده متحررون من أى ضغوط داحلية غير مناسبة أو ضغوط خارجية تجارية أو مالية أو غيرها قد تؤثر بالضرر على جودة أعمالهم .

ت) توفير سياسات وطرق لتأكيد حماية خصوصية بيانات ومعلومات وحقوق ملكية العملاء بما فى ذلك تأمين التخزين الالكترونى للنتائج ونقلها.

ث) وجود ساسية وإجراءات فى المعمل لتفادى الاشتراك فى انشطة من شأنها تقليل الثقة فى كفاءة المعمل وحياده وأحكامه واستقامة أعماله.

ج) تحديد الهيكل التنظيمى والادارى للمعمل ووضعه فى المؤسسة الأم إن وجدت والعلاقة بين نظام ادارة الجودة والتشغيل الفنى والخدمات الداعمة.

ح) تحديد المسئوليات والسلطات والعلاقات البينية لكل الأفراد الذين يقومون بالادارة والأداء والتحقق من صحة العمل الذى له تأثير على جودة الاختبارات.

خ) توفير الاشراف الكافى على الأفراد القائمين بالاختبارات بما فيهم الأفراد تحت التدريب وذلك بواسطة أفراد على دراية بالطرق والاجراءات والغرض من الاختبار وكيفية تقييم نتائج الاختبار.

د) وجود إدارة فنية مسئولة مسئولية شاملة عن العمليات الفنية وتوفير الموارد اللازمة لتحقيق الجودة المطلوبة فى عمليات المعمل.

ذ) تحديد لمدير الجودة (أيا كان المسمى الوظيفى) – بغض النظر عن مسئولياته الأخرى – له المسئولية والسلطة المحددة تجاه تنفيذ نظام الجودة واتباع تعليماته فى كل الأوقات ، كما يكون له الحرية والحق فى الاتصال المباشر بأعلى مستويات الادارة المخولة سلكة إتخاذ القرارات فيما يختص بالسياسات والموارد.

ر) تحديد نواب لشاغلى وظائف الادارة الحاكمة

ز) ضمان وعى أفراد المعمل بمدى أهمية أنشطتهم ، وكيفية مساهمتهم فى تحقيق أهداف نظام الادارة.

ملاحظة: قد يكون للأفراد أكثر من وظيفة كما وأنه قد يكون غير عملى تعيين نائبا لكل وظيفة.

5. يجب أن تضمن الادارة العليا وجود وسائل الاتصالات المناسبة داخل المعمل لضمان فاعلية نظام الادارة.

4-2 نظام الادارة

1. يجب على المعمل أن ينشئ ويطبق ويحافظ على نظام إدارة مناسب لطبيعة ومجال أنشطته. ويجب توثيق سياسات المعمل ونظمه وبرامجه والطرق المستخدمة والاجراءات بالقدر اللازم لتأكيد جودة نتائج الاختبارات.

ويجب تبليغ وتوصيل وثائق نظام الادارة للعاملين المعنيين وأن تكون واضحة ومفهومة ومتاحة لهم مع التزامهم بتنفيذ ما جاء فيها.

2. يجب تحديد سياسات نظام الادارة وأهدافه فى كتيب الجودة (أيا كان المسمى) والأهداف العامة يجب أن تنشأ وتراجع أثناء مراجعة الادارة.

سياسة الجودة تصدر من المدير التنفيذى وتتضمن على الأقل:

أ) التزام المعمل بممارسة مهنية جيدة وبجودة اختباراتها فى خدمة عملائها

ب) النص على مستوى خدمات المعمل

ت) غرض نظام الإدارة المتعلق بالجودة

ث) استيعاب كل العاملين فى مجالات الاختبار بوثائق الجودة وتطبيق السياسات والاجراءات المستخدمة فى اداء أعمالهم.

ج) التزام اداء المعمل بالتوافق مع هذه المواصفة الدولية (المواصفة أيزو 17025) والتحسين المستمر فى فاعلية نظام الادارة.

ملاحظة: يجب أن يكون النص على سياسة الجودة مختصراً وقد يتضمن ضرورة أن يتم اجراء الاختبارات و/أو المعايرات طبقا للطرق المنصوص عليها ومتطلبات العملاء ، ويجدر الذكر أنه فى حالة كون معمل الاختبار و/أو المعايرة جزءا من مؤسسة أكبر قد توجد بعض عناصر سياسة الجودة فى وثائق أخرى غير كتيب الجودة للمعمل.

3. يجب أن تزود الادارة العليا بدليل للتعهد بتطوير وتنفيذ نظام الادارة والتحسين المستمر فى فاعليته

4. يجب أن تبين الادارة العليا لأفراد المعمل أهمية تحقيق متطلبات العميل وأيضا المتطلبات القانونية والتشريعية.

5. يجب أن يحتوى او يشير كتيب الجودة الى الاجراءات المساعدة المستخدمة بما فى ذلك الطرق الفنية كما يجب أن يحدد إطار التوثيق المستخدم فى نظام الادارة

6. يجب تحديد دور ومسئوليات الإدارة الفنية ومدير الجودة فى كتيب الجودة بما فى ذلك المسولية عن التأكد من توافق الاداء مع متطلبات هذه المواصفة الدولية (مواصفة الأيزو 17025)

7. يجب أن تضمن الادارة العليا الحفاظ على سلامة نظام الادارة عندما تحدث تغيرات مخططة ومنفذة فى نظام الادارة.

4-3 التحكم فى الادارة

1. عام

يجب أن يضع المعمل اجراءات للتحكم فى حفظ وتداول الوثائق التى تشكل جزء من نظام الادارة ، ويجب الاستمرار فى العمل بهذه الاجراءات (سواء كانت داخلية أو خارجية) مثل التشريعات ، المعايير القياسية ، الوثائق المعيارية الأخرى ، طرق الاختيار و/أو المعايرة وأيضا الرسومات ، برامج الحاسبات ، المواصفات القياسية ، التعليمات وكتيبات التشغيل.

ملاحظة 1: فى هذا الصدد يمكن اعتبار كلمة وثيقة تنطبق على نصوص السياسة العامة والطرق والمواصفات وجداول المعايرة والخرائط والمراجع والملصقات الارشادية والملاحظات والمذكرات وبرامج الحاسبات والرسومات والخطط .. الخ ويمكن أن تسجل بأى وسيلة سواء كانت ورقية أو وسائل الكترونية كما يمكن أن تكون رقمية أو بيانية أو فوتوغرافية او كتابية.

ملاحظة 2: انظر بند الذى يختص بوسائل التحكم فى حفظ وتداول بيانات الاختبار والمعايرة وبند الذى يختص بالتحكم فى حفظ وتداول السجلات.

2. التصديق على الوثائق واصدارها:

يجب مراجعة كل الوثائق الصادرة للافراد فى المعمل والتصديق عليها من شخص مسئول قبل اصدارها واستخدامها.

كما يجب اصدار قائمة رئيسية أو وثيقة تكافئها كطريقة للتحكم فى وضع الوثائق من حيث المراجعة والتوزيع فى نظام الادارة واتاحة الوثائق لمنع استخدام الوثائق غير السارية او الملغاة.

يجب أن تؤكد الاجراءات على:

أ) توفر نسخ مجازة من الوثائق المناسبة فى كل المواقع التى تؤدى فيها عمليات مؤثرة على وظيفة المعمل الفعلية.

ب) استعراض الوثائق دوريا ومراجعتها عند الضرورة للتأكد من استمرارية ملاءمتها للغرض منها وتوافقها مع المتطلبات اللازمة.

ت) ازالة الوثائق الملقاة بشكل حاسم من مصادر اصدارها او استخدامها او التأكد من عدم استخدام تلك الوثائق بشكل غير مقصود.

ث) تمييز الوثائق الملغاة التى يحتفظ بها لأسباب قانونية أو بغرض الاحتفاظ بالمعلومات.

يجب تمييز وثائق نظام الادارة الصادرة من المعمل ويشمل هذا التمييز تاريخ الاصدار والمراجعة وترقيم الصفحات والعدد الكلى للصفحات وسلطة اصدارها.

3. تعديل الوثائق:

أ) تستعرض وتعتمد التعديلات فى الوثائق بواسطة شاغل الوظيفة التى أجرت المراجعة للوثيقة الأصلية.

ب) تمييز النصوص التى تم تعديلها او اضافتها للوثيقة

ت) يجب تحديد الطرق التى تتبع والسلطات المفوضة لإجراء التعديلات باليد اذا كان نظام التحكم والتداول يسمح بذلك.

ث) يجب وضع الطرق المتبعة فى إجراء التعديلات على الوثائق التى يحتفظ بها فى أنظمة الحاسب وكيفية التحكم فى تداولها وحفظها.

4. مراجعة الطلبات والعطاءات والعقود

يجب أن ينشئ المعلمل ويحافظ على اجراءات لمراجعة الطلبات والعطاءات والعقود ، على ان تؤكد سياسات وإجراءات هذه المراجعة والتى تؤدى الى تحرير عقد اختبار لتحقيق التالى:

أ) تحديد المتطلبات اللازمة للمراجعة وتحديد الطرق المستخدمة تعريفا وافيا وتوثيقها وفهمها.

ب) توفير القدرة والموارد لدى المعمل لتحقيق تلك المتطلبات.

ت) اختيار طريقة الاختيار المناسبة لتحقيق متطلبات العملاء.

ويلزم أن يكون العقد مقبولا من المعمل والعميل.

ملاحظة 1: يجب عند المراجعة الأخذ فى الاعتبار النواحى المالية والقانونية والجدول الزمنى.

ملاحظة 2: يجب أن يتم التثبت من قدرة المعمل على اداء الاختبارات المطلوبة بما يملكه من موارد طبيعية وبشرية ومعلوماتية ومهارات وخبرات الأفراد العاملين ، يجب أن تشمل المراجعة استعراض نتائج برامج المقارنات بين المعامل أو برامج اختبار الكفاءة

الفنية أو نتائج اختبارات تجريبية أو معايرة جارية تستخدم عينات معلومة القيمة أو أجهزة لتحديد مقدار اللايقين فى القياس أو حدود السماح والثقة .... الخ

ملاحظة 3: قد يكون العقد اتفاقا مكتوبا أو شفهيا لتقديم خدمات الاختبار و/أو المعايرة للعميل.

يجب الاحتفاظ بسجلات مراجعة الطلبات والعطاءات والعقود المحتوية على أى تغيرات جوهرية وكذلك سجلات المناقشات أو المكاتبات المتعلقة بالعميل مع تقرير نتائج اختبارات العميل.

ملاحظة : يعتبر تحديد التاريخ وتعريف القائم بالعمل فى موضوع العقد بالمعمل كافيا لعمليات المراجعة الروتينية أو البسيطة أما فى حالات الاختبارات المعقدة فيتم الاحتفاظ بسجلات أكثر شمولا.

يجب ان تغطى المراجعة على أى اختبارات يتعاقد المعمل عليها مع آخرين للعمل من الباطن.

يجب ابلاغ العميل باى حيود عن بنود العقد

اذا احتاج العقد تعديلا بعد بدء تنفيذ العمل تكرر نفس عملية مراجعة العقد واخطار كل الاطراف التى يمكن أن تتأثر بتلك التعديلات.

5. التعاقد مع معامل لإجراء اختبارات من الباطن

- عند اسناد العمل لمعمل من الباطن لأى سبب غير متوقع أو على أساس مستمر يجب أن يكون المعمل معتمد دوليا
- يجب اخطار العميل بترتيبات التعاقد من الباطن وموافقته على هذه الترتيبات كتابيا.
- المعمل مسئول أمام العميل عن اعمال من تعاقد معه من الباطن إلا فى حالة قيام العميل بتحديد المعمل المستخدم بنفسه.

- يجب حفظ سجل لكل معمل متعاقد معه من الباطن والذى يستخدم فى اجراء الاختبارات والاحتفاظ بسجل الأدلة التى تظهر توافق تلك المعامل مع متطلبات المواصفة 17025 فيما يخص العمل قيد التعاقد

6. شراء الخدمات والتوريدات

- يجب أن يضع المعمل السياسات والاجراءات المناسبة لاختيار خدمات المشتريات والامداد التى يستخدمها والتى تؤثر على جودة الاختبارات.
- يجب وجود اجراءات الشراء واستقبال وتخزين الكواشف والمواد الكيميائية والمستهلكات التى يستخدمها المعمل فى الاختبارات.
- يجب التحقق من المواد المشتراة والكواشف والمواد الكيميائية وعدم استخدامها الا بعد اجراء التفتيش او التحقق اللازم من مطابقتها للمواصفات القياسية ، كما يجب الاحتفاظ بالسجلات التى تم اتخاذها للتحقق من هذه المطابقة.
- يجب أن تحتوى وثائق المشتريات على البيانات التى تصف الخدمات والامدادات التى تم طلبها (والتى تؤثر على جودة اداء المعمل) على أن تتم مراجعة تلك الوثائق واعتماد محتوياتها الفنية قبل اصدارها.
- على المعمل أن يقيم الموردين للخدمات والامدادات التى والتى تؤثر على جودة الاختبارات ، وعليه أن يحفظ سجلات التقييم وأن يضع قائمة بالموردين الذين تم اعتمادهم بواسطته.

7. خدمة العميل

يلتزم المعمل بان يوفر لعملائه أو من يمثلهم التعاون للتحقق من طلبات العملاء ورصد أداء المعمل فيما يختص بالعمل الخاص بالعميل الى المدى الذى لايؤثر على خصوصية المعلومات الخاصة بالعملاء الآخرين

ملاحظة 1: هذا التعاون قد يشمل:

أ) السماح بتواجد العميل أو يمثله بشكل معقول لبعض الأماكن بالمعمل لمشاهدة الاختبار و/أو المعايرة التى تتم لحساب العميل.

ب) الاعداد والتغليف وارسال الاجهزة أو المواد المقدمة للاختبار و/أو المعايرة والتى يحتاجها العميل بغرض التحقق.

ملاحظة 2: يقدر العملاء الحفاظ على الاتصالات الجيدة بينهم وبين المعمل والتى تشمل النصيحة والارشاد فى النواحى الفنية والاراء والتفسيرات المبنية على النتائج ، ويجب الابقاء على الاتصال بالعميل على مدى العملية وخاصة فى عمليات الاختبار و/او المعايرة كبيرة الحجم كما يجب على المعمل اخطار العميل باى تأخير أو حيود فى اداء الاختبارات و/او المعايرات.

من المرغوب فيه ان تحصل المعامل على افادة من العملاء سواء كانت الافادة ايجابية او سلبية (تقييم العميل للمعمل مثلا) ويجب استخدام افادة العميل وتحليلها فى تحسين نظام الادارة للمعمل ومستوى خدمات الاختبار والمعايرة وخدمة العملاء.

8. الشكاوى

يلزم ان يكون لدى المعمل سياسة وطريقة لمعالجة الشكاوى الواردة من العملاء او الجهات الأخرى ، كما يلزم أن يحتفظ المعمل بسجلات لكل الشكاوى والتقصيات والاجراءات التصحيحية التى اتخذت بشأن هذه الشكاوى (انظر بند 11)

9. التحكم فى اعمال الاختبارات غير المطابقة

يلزم أن يكون لدى المعمل سياسة وطرق تنفذ عند عدم توافق أى وجه من أوجه اعمال الاختبار او نتائجها مع طرق العمل الخاصة بالمعمل او المتطلبات المتفق عليها مع العميل.

ويلزم أن تؤكد هذه السياسة والطرق الموثقة النواحى التالية:

أ) تحديد المسئوليات والسلطات المشرفة على الأعمال غير المطابقة وكذلك الاجراءات المتخذة (بما فى ذلك تجميد العمل وسحب تقارير الاختبار وشهادات المعايرة عند الضرورة) بحيث تتخذ الادارة تلك الاجراءات عند اكتشاف عدم المطابقة

ب) تقييم مدى أهمية وتأثير عدم المطابقة

ت) اتخاذ الاجراءات التصحيحية فورا مع اى قرارات تتخذ بشان قبول الاعمال غير المطابقة

ث) حيثما وجب ذلك يخطر العميل ويسحب العمل غير المطابق

ج) تحديد مسئولية سلطة اتخاذ قرار استئناف العمل

ملاحظة : التعرف على الأعمال الغير مطابقة او المشاكل المتعلقة بنظام الجودة او انشطة الاختبار و/او المعايرة يمكن ان يحدث فى مواضع مختلفة داخل نظام الجودة والعمليات الفنية ومثال ذلك شكاوى العملاء وضبط الجودة ومعايرة الاجهزة والتحقق من المواد المستهلكة

وملاحظة الأفراد والاشراف عليهم والتحقق من تقارير الاختبار أو شهادات المعايرة ومتابعة الادارة وبرامج المراجعة الداخلية والخارجية.

فى الحالات التى تظهر عمليات التقييم أن الأعمال غير المطابقة يمكن تكرار حدوثها أو أن هناك شك فى توافق عمليات المعمل مع طرقه وسياساته المنصوص عليها فى نظام الجودة يلزم اتباع الاجراءات التصحيحية المذكورة فى بند 11 من المواصفة بحزم ودون ابطاء.

10. التحسين

يجب على المعمل ان يحسن باستمرار من كفاءة نظام الادارة من خلال استخدام سياسة الجودة وأهداف الجودة ونتائج التدقيق وتحليل البيانات والاجراء الوقائى والاجراء التصحيحى ومراجعة الادارة

11. الاجراءات التصحيحية

- **عام**

يلزم أن يضع المعمل السياسة والطريقة ويحدد السلطات المناسبة لتنفيذ الاجراءات التصحيحية فى الحالات التى يتعرف فيها على الأعمال غير المطابقة أو الحيود عن السياسات والطرق الموضوعة فى نظام الجودة أو العمليات الفنية .

ملاحظة: تحديد المشكلة فى نظام الجودة أو العمليات الفنية للعمل يمكن أن يتم من خلال أنشطة مختلفة مثل مراقبة وضبط الأعمال غير المطابقة وبرامج المراجعة الداخلية والخارجية واستعراضات الادارة والافادة من العملاء او ملاحظات العاملين بالمعمل.

- **تحليل الأسباب**

يلزم أن تبدأ طريقة اتخاذ الاجراءات التصحيحية بالبحث والنقص لتحديد السبب الجذرى للمشكلة.

ملاحظة: يعتبر تحليل الأسباب مفتاح لحل المشكلة وأكثر الاجزاء صعوبة فى طريقة تحديد الاجراءات التصحيحية وعادة ما يكون السبب الجذرى فى المشكلة غير واضح ومن ثم يحتاج الأمر الى تحليل دقيق لكل الأسباب الممكنة والكامنة وقد تشمل هذه الأسباب احتياجات العميل والعينات ومواصفات العينات والطرق المستخدمة ومهارات العاملين ومدى تدريبهم والمواد المستهلكة المستخدمة او المعدات ومعايرتها.

- **اختيار وتنفيذ الاجراءات التصحيحية**

حيثما وجب اتخاذ اجراءات تصحيحية يلزم أن يقوم المعمل بتحديد هذه الاجراءات الممكنة حيث يلزم أن يختار وينفذ الاجراءت التصحيحية بالدرجة المناسبة لحجم المشكلة والأخطار الناتجة عنها ويلزم ان يقوم المعمل بتوثيق وتنفيذ التغييرات المطلوبة الناتجة من فحص الاجراءات التصحيحى.

- **رصد ومتابعة الاجراءات التصحيحية :**

يلزم أن يرصد المعمل ويتابع النتائج ليتأكد من فاعلية الاجراءات التصحيحية المتخذة.

- **المراجعات الاضافية**

فى حالة عدم المطابقة أو الحيود التى تلقى ظلالا من الشك على توافق اداء المعمل مع سياساته وطرقه أو توافقه مع هذه المواصفة الدولية يلزم أن يؤكد المعمل ان مجالات هذه الآنشطة يتم مراجعتها طبقا للبند 4–14 من المواصفة فى اقرب وقت ممكن.

ملاحظة: غالبا ما تتم هذه المراجعات الاضافية عقب تنفيذ الاجراءات التصحيحية لتأكيد فاعلية الاجراءات ، ويكون من الضرورى اجراء مراجعة اضافية عند وقوع ما يهدد مهمة المعمل.

12. الاجراءات الوقائية

- يجب تحديد التحسينات المطلوبة والمصادر المحتملة لعدم المطابقة سواء كانت فنية أو متعلقة بنظام الادارة.
- عند تحديد فرص للتحسين أو عندما تتطلب الحاجة لفعل وقائى فانه يجب تطوير وتنفيذ ومراقبة خطة لتقليل احتمالات حدوث عدم التطابق والاستفادة من فرص التحسين.
- يلزم أن تشمل طرق الاجراءات الوقائية المبادرة لاتخاذ الاجراءات وتطبيق الضوابط للتأكد من فعاليتها.

ملاحظة 1: الاجراء الوقائى هو عملية مسبقة فتحديد فرص التحسينات أكثر من كونه رد فعل للمشاكل أو الشكاوى.

ملاحظة 2: كجزء من مراجعة اجراءات التشغيل قد يتضمن الاجراء الوقائى تحليل البيانات بما فى ذلك تحليل النزعات وعوامل المخاطرة ونتائج برامج اختبار الكفاءة الفنية.

13. التحكم فى السجلات

- **عام**

يلزم أن يضع المعمل ويحافظ على طرق موثقة للتعريف التجميع والفهرسة والحفظ والتخزين والصيانة والتخلص من سجلات الجودة والسجلات الفنية وتتضمن سجلات الجودة تقارير عمليات المراجعة الداخلية واستعراضات الادارة بالاضافة الى سجلات الاجراءات التصحيحية والوقائية.

يلزم أن تكون كل السجلات واضحة ومقروءة ومخزنة ومحتفظ بها بطريقة تضمن الوصول اليها واسترجاعها وبحيث تحول ظروف حفظها دون تلفها أو تدهور حالتها أو فقدها كما يلزم تحديد الفقرات الزمنية للاحتفاظ بالسجلات قبل التخلص منها.

ملاحظة : قد تحفظ السجلات بأى وسيلة ممكنة سواء ورقيا أو الكترونيا

يلزم تأمين كل السجلات وحفظها بشكل يضمن خصوصية المعلومات بها.

يلزم أن يضع المعمل الطرق الملائمة لحماية السجلات والاحتفاظ بنسخ احتياطية للسجلات المخزنة على وسيلة الكترونية وكذلك الحيلولة دون اطلاع غير المختصين على السجلات أو ادخال أية تعديلات عليها.

- **السجلات الفنية:**

يلزم أن يحتفظ المعمل بسجلات الملاحظات (القراءات) الأصلية والبيانات المشتقة منها ومعلومات كافية لتتبع أثر المراجعة الداخلية وكذلك سجلات المعايرة والأفراد ونسخة من كل تقرير اختبار أو شهادة معايرة صادرة عن المعمل وذلك لفترة زمنية معينة ، ويجب أن تتضمن سجلات كل عملية اختبار أو معايرة المعلومات الكافية لتسهيل – اذا كان ممكنا – تعريف العناصر المؤثرة على مقدار اللايقين وكذلك امكانية اعادة اجراء الاختبار او المعايرة تحت ظروف اقرب ما تكون لظروف اجراء العملية الأصلية.

كما يلزم ان تتضمن السجلات اسماء الأفراد المسئولين عن اختبار العينات واداء الاختبار والتحقق من النتائج.

ملاحظة 1: قد يكون من المستحيل أو غير العملى الاحتفاظ بسجلات القراءات الأصلية فى بعض مجالات القياس والمعايرة .

ملاحظة 2: السجلات الفنية هى تجميع لبيانات (انظر بند 5-4-7) والمعلومات الناتجة من اجراء الاختبارات و/أو المعايرات والتى تبين ما اذا كان مستوى معين من الجودة أو مكونات العملية قد تم انجازها وقد تتضمن هذه السجلات النماذج والعقود والكتب واستمارات تسجيل النتائج واوراق المراجعة والعمل ورسومات التحكم والتقارير وتقارير الاختبار الداخلى والخارجة وشهادات المعايرة الداخلية والخارجية ومذكرات العميل واوراقه والردود الواردة منه.

يلزم تسجيل القراءات والبيانات والحسابات فى نفس وقت اجراءها وربطها بالعملية الخاصة بها .

فى حالة حدوث اخطاء فى السجلات يلزم شطب الخطأ وليس محوه أو جعله غير مقروء ويكتب التصحيح او القيمة الصحيحة الى جانب الخطأ مع التوقيع على كل تصحيح بواسطة من قام بالشطب والتصحيح سواء بالتوقيع الكامل أو بالأحرف الأولى من اسمه وتتخذ قياسات مكافئة فى حالة السجلات المحفوظة بوسائل الكترونية لتجنب فقد أو تغيير البيانات الأصلية.

14. المراجعة الداخلية

على المعمل أن ينفذ المراجعات الداخلية لأنشطته بشكل دورى وطبقا لبرنامج زمنى محدد مسبقا وطرق موثقة بغرض التأكد من استمرارية توافق الأداء فى عملياته مع متطلبات نظام الجودة المذكورة فى هذه المواصفة الدولية ويجب أن يتضمن برنامج المراجعات الداخلية كل عناصر نظام الجودة بما فى ذلك انشطة الاختبار ويعتبر مدير الجودة مسئول عن تخطيط وتنظيم المراجعات كما يتطلبها البرنامج وتطلبها ادارة المعمل ويجب ان يقوم بهذه المراجعات افراد مؤهلون ومدربون ومستقلون عن الأنشطة التى يراجعونها حيثما سنحت بذلك الموارد المتاحة .

ملاحظة : من المعتاد ان تكتمل دورة برنامج المراجعة الداخلية فى عام واحد.

عندما تلقى نتائج المراجعات بظلال من الشك على فاعلية العمليات او على صحة أو مصداقية نتائج اختبارات أو معايرات المعمل يلزك أن يتخذ المعمل اجراءات تصحيحية موقوتة وان يقوم باخطار العملاء كتابة اذ ما اظهرت نتائج الاستقصاء ان نتائج المعمل قد تأثرت بشكل او باخر.

يجب تسجيل النشاط الذى تمت مراجعتخ ونتائج المراجعة والاجراءات التصحيحية الناتجة عن المراجعة

يلزم ان يتم التحقق من تنفيذ وفاعلية الاجراءات التصحيحية التى تم اتخاذها وتسجيل ذلك من خلال عمليات متابعة مراجعات الأنشطة.

15. مراجعات الادارة

يلزم ان تقوم الادارة (مستويات الادارة العليا) دوريا باستعراض نظام ادارة المعمل وانشطة الاختبار طبقا لبرنامج مسبق وطريقة موثقة للتأكد من استمرارية ملائمتها وفاعليتها ولادخال التغيرات والتحسينات اللازمة.

ويجب ان تاخذ مراجعة الادارة فى الحسبان النقاط الاتية:

- ملائمة السياسات والطرق
- التقارير المرفوعة من جهات الادارة والمشرفين على الافراد.
- نتائج المراجعات الحديثة.
- الاجراءات التصيحيحية والوقائية.
- التقييم بواسطة جهات خارجية.
- نتائج المقارنات بين المعامل وبرامج اختبار الكفاءة الفنية.
- التغيرات فى حجم ونوعية الأعمال موضوع الاستعراض.
- الافادة الواردة من العملاء
- الشكاوى
- توصيات التحسين.
- العوامل الأخرى الموثرة مثل انشطة ضبط الجودة والموارد وتدريب الأفراد

ملاحظة 1: الفترة النمطية لاجراء مراجعة الادارة هى مرة كل عام

ملاحظة 2: تنعكس نتائج مراجعة الادارة على نظام التخطيط للمعمل حيث تتضمن الأغراض والأهداف وخطط العمل للعام القادم.

ملاحظة 3: تتضمن مراجعة الادارة المواضيع المتعلقة بعناصر مراجعة الادارة التى تبحث فى اجتماعات الادارة المنتظمة

يجب تسجيل ملاحظات استعراضات الادارة والاجراءات الناشئة عن تلك الملاحظات كما يلزم أن تتأكد الادارة من تنفيذ تلك الاجراءات خلال فترة زمنية مناسبة ومتفق عليها.

- **المتطلبات الفنية**

1. عام

تتحدد صحة ومصداقية الاختبارات و/أو المعايرات التى يجريها المعمل بالعديد من العوامل. وتشمل هذه العوامل اسهامات من:

- عوامل انسانية
- المكان والظروف البيئية
- طرق الاختبار والمعايرة ومصداقيتها
- التجهيزات
- اسناد القياسات
- اختيار العينات
- تداول الأغراض موضوع الاختبار والمعايرة

يختلف مدى اسهام العوامل فى قيمة اللايقين الكلية لنتائج القياس اختلافا مؤثرا طبقا لنوعيات الاختبارات ونوعيات المعايرات.

وعلى المعمل أن يأخذ فى الاعتبار عند وضع وتطوير طرق الاختبار والمعايرة وكذلك تأهيل وتدريب العاملين واختيار التجهيزات المستخدمة ومعايرتها.

2. الأفراد

على المعمل أن يتاكد من كفاءة كل من يقوم بتشغيل معدة محددة ويؤدى الاختبارات و/او المعايرات ويقيم النتائج ويوقع تقارير الاختبار وشهادات المعايرة وعند الاستعانة بأفراد تحت التدريب يلزم توفير الاشراف الملائم لهم ، كما يلزم ان يكون تأهيل الأفراد اللذين يقومون بمهام محددة على أساس التعليم المناسب والتدريب والخبرة وتقديم دليل مهاراتهم عند الطلب.

ملاحظة (1): فى بعض المجالات الفنية (مثل مجال الاختبارات غير المتلفة) قد يكون مطلوبا أن يحوز الأشخاص اللذين يقومون باداء مهام معينة شهادة شخصية وعلى المعمل تحقيق متطلبات الشهادات الشخصية المحددة حيث قد تكون هذه المتطلبات متطلبات تنظيمية أو متطلبات منصوص عليها فى المواصفات الخاصة بالمجال او متطلبات العميل نفسه.

ملاحظة (2): على الأشخاص المسئولين عن ابداء الرأى أو التفسيرات التى يتضمنها تقارير الاختبار أن تتوفر لديهم – الى جانب المؤهلات الملائمة والتدريب والخبرة والمعرفة المرضية للاختبارات الجارية – المتطلبات التالية:

- المعلومات المتعلقة بالتكنولوجيا المستخدمة فى تصنيع الأغراض أو الخامات أو المنتجات المختبرة او كيفية استخدامها أو المتوقع من استخدامها ، لتحقيقه كما يلزم أن يكون على علم بالعيوب او التدهور الذى قد يطرا عليها اثناء استخدام هذه الأغراض او الخامات ...الخ
- المعلومات عن المتطلبات العامة المنصوص عليها فى التشريعات والمواصفات وفهم جيد لدلالة وتأثير الحيود الحادث على الاستخدام العادى لهذه الأغراض أو المواد أو المنتجات موضوع التقرير

على ادارة المعمل تحديد وصياغة اهدافها فيما يتعلق بتعليم وتدريب وتحديد مهارات افراد المعمل كما يلزم أن تكون هناك سياسة وطرق لتحديد وتوفير احتياجات التدريب وبرامج التدريب المطلوبة للافراد على أن تكون تلك البرامج مناسبة للمهام الحالية والمتوقعة للمعمل ويجب تقييم فاعلية التدريب المتخذ.

على المعمل ان يستخدم افراد من موظفيه او من العاملين بعقود مع المعمل . وفى حالة استخدام متعاقدين وموظفين فنيين اضافيين على المعمل للتاكد من ان هؤلاء الأشخاص يعملون تحت اشراف موظفى المعمل وانهم ذوى كفاءة فنية ويؤدون عملهم طبقا لنظام الادارة بالمعمل.

على المعمل ان يحتفظ بالتوصيف الوظيفى لشاغلى الوظائف الادارية (العليا) والفنية والأفراد ذوى الوظائف الرئيسية المساعدة فى اجراء الاختبارات.

ملاحظة: يمكن تعريف التوصيف الوظيفى بعدة طرق وكحد أدنى للتوصيف يجب تحديد النقاط التالية:

- المسئوليات تجاه اداء الاختبارات و/او المعايرات
- المسئوليات ووضع خطط الاختبارات و/او المعايرات وتقييم النتائج.
- مسئوليات تقرير الاراء والتفسيرات
- المسئوليات تجاه التعديل والتطوير والتحقق من صحة الطرق الجديدة.
- المعرفة والخبرات
- المؤهلات وبرامج التدريب
- الواجبات الادارية

يلزم ان تفرض الادارة اشخاصا محددين لاداء نوع معين من اختيار العينات وعمليات الاختبار واصدار تقارير اختبار واعطاء الاراء والتفسيرات وتشغيل انواع معينة من الأجهزة ، وعلى المعمل الاحتفاظ بسجلات لهذه التفويضات وتقرير الكفاءة والمؤهلات العلمية والمهنية والتدريب والمهارات وخبرات جميع الأفراد الفنيين بما فى ذلك المتعاقدين منهم ، كما يلزم ان تكون هذه المعلومات فى متناول اليد وان تشمل تاريخ التصديق على التفويض و/أو تقرير الكفاءة

3.المكان والظروف البيئية

يجب ان تكون امكانيات المعمل اللازمة لاجراء الاختبار بمافى ذلك مصادر الطاقة والظروف البيئية – وان كانت لا تقتصر على هذه العوامل – كافية وملائمة للقيام بأداء الاختبارات الصحيحة.

وعلى المعمل أن يضمن ألا يؤثر جو المعمل والظروف البيئية المحيطة على صحة النتائج او يؤثر تاثيرا عكسيا على جودة اى قياسات تتم به . ويجب الحيطة بشكل خاص عند اختيار

العينات واجراء الاختبارت و/او المعايرات فى موقع غير مقر المعمل الدائم ، ويلزم ايضا توثيق المتطلبات (المكان والظروف البيئية) الفنية التى يمكن ان تؤثر على نتائج الاختبارات.

يجب على المعمل ان يراقب ويتحكم ويسجل الظروف البيئية التى تتطلبها المواصفات أو الطرق والوسائل المستخدمة والتى تؤثر على جودة النتائج ، كما يلزم الانتباه لظروف العمل مثل التعقيم البيولوجى والاتربة والتشويش الكهرومغناطيسى والاشعاع والرطوبة والمصادر الكهربية ودرجات الحرارة ودرجات الصوت والاهتزاز كل حسب النشاط الفنى المناظر ، ويلزم ايقاف الاختبارات والمعايرات فى حالة تعرض النتائج للخطر نتيجة لتأثير الظروف البيئية المحيطة.

يلزم الفصل بشل فعال بين المساحات المتجاورة المخصصة لأنشطة متعارضة مع اتخاذ الاجراءات اللازمة لمنع انتقال التلوث

يجب التحكم فى الوصول الى الاماكن وكذلك التحكم فى استخدام الاماكن والمساحات التى تؤثر على جودة الاختبارات و/او المعايرات ويحدد المعمل مدى التحكم بناء على ظروفه الخاصة.

يلزم اتخاذ الاجراءات اللازمة للتأكد من النظام والنظافة بالمعمل مع اعداد الطرق الخاصة بتحقيق ذلك عندما تدعو الضرورة.

4. طرق الاختبارات واقرار صحة الطرق

عام

يلزم ان يستخدم المعمل طرق واجراءات ملائمة لكل الاختبارات و/او المعايرات داخل مجال عمله وتشمل هذه الطرق الاجراءات اختيار العينات وتناول ونقل وتخزين واعداد الأغراض المراد اختبارها و/او معايرتها – واذا كان ملائما – تقدير اللايقين فى نتائج القياس بالاضافة الى التقنيات الاحصائية لتحليل بيانات ونتائج الاختبار و/او المعايرة.

ويلزم ان يكون لدى المعمل تعليمات عن استخدام وتشغيل كل المعدات ذات الصلة بعمليات الاختبار و/او المعايرة وكذلك الاجراءات المستخدمة فى تناول واعداد العينات للاختبار و/أو المعايرة اذا كان ذلك يعرض نتائج الاختبار و/أو المعايرة للمخاطر ، كما يلزم حفظ كافة التعليمات والمواصفات وكتيبات التشغيل والبيانات المرجعية ذات الصلة بعمل المعمل وان تكون فى متناول العاملين ويلزم التنوية ان الحيود عن طرق الاختبار والمعايرة يمكن حدوثه فقط فى حالة ما اذا كان موثقا ومبررا فنيا ومسموح به من المفوضين ومقبولا من العميل.

ملاحظة: لا تحتاج المواصفات القياسية الوطنية او الاقليمية او الدولية أو المواصفات الأخرى المعترف بها والتى تحتوى على معلومات كافية وموجزة عن كيفية اجراء الاختبارات و/او المعايرات الى أن يضاف اليها او يعاد كتابتها لتصبح طريقة داخلية ، أما اذا اعيد كتابتها فى المعمل فانه يكون من الضرورى توفير توثيق اضافى لخطوات اختيارية او تفاصيل اضافية فى الطرق المستخدمة بالمواصفة.

اختيار الطرق المستخدمة

يلزم ان يستخدم المعمل طرق اختيار و/او معايرة بما فى ذلك طرق اختيار العنيات والتى توافق احتياجات العميل وان تكون مناسبة للاختبارات و/او المعايرات التى يقوم بها المعمل ويفضل استخدام الطرق المنشورة كمواصفات قياسية سواء كانت وطنية او اقليمية او دولية.

ويلزم على المعمل ان يتأكد من انه يستخدم احدث الاصدارات السارية للمواصفة ما لم يكن ذلك غير مناسب أو غير ممكن ، وعند الضرورة يلزم ان يلحق بالمواصفة تفاصيل اضافية لضمان اتساق تطبيق المواصفة.

اما اذا لم يحدد العميل الطريقة اللازم اتباعها فيجب على المعمل اختيار الطريقة المناسبة والتى تم نشرها فى مواصفة دولية او اقليمية او وطنية اوبواسطة مؤسسات فنية ذات سمعة طيبة او فى مجلات علمية ذات صلة بالموضوع او طبقا لما يحدده منتج المعدة ، كما يمكن استخدام طرق قام المعمل بتطويرها أو طرق يتبناها المعمل بشرط ان تكون مناسبة للغرض وتم التحقق من صحتها ، وفى جميع الأحوال يلزم اخطار المعمل بالطريقة المستخدمة ويلزم

على المعمل أن يؤكد تمكنه من التشغيل المناسب للطرق القياسية قبل اجراء الاختبارات أو المعايرات واذا ما تغيرت الطريقة القياسية فعلى المعمل ان يعيد هذا التأكد.

ويقوم المعمل باخطار العميل فى حالة ما اذا كانت الطريقة المقترحة بواسطته غير مناسبة أو تقادمت.

الطرق المطورة بواسطة المعمل

عند استخدام طرق الاختبار والمعايرة بواسطة المعمل فى المجالات الخاصة يلزم ان يكون ذلك طبقا للخطة الموضوعة الموكل بها افراد مؤهلين ومزودين بالموارد المناسبة . كما يلزم تحديث الخطط فى مسايرة التطوير مع ضمان فاعلية الاتصال بين جميع الأفراد المعنيين.

الطرق غير القياسية

فى الحالات التى تحتم استخدام طرق لاتغطيها الطرق القياسية يلزم ان يخضع استخدام هذه الطرق للاتفاق مع العميل على ان يتضمن الاتفاق تحديدا واضحا لاحتياجات المعمل والغرض من الاختبار و/او المعايرة ، وغنى عن القول ضرورة التحقق من صحة الطريقة بالشكل المناسب قبل استخدامها.

ملاحظة: يجب وضع اجراءات طرق الاختبار أو المعايرة الجديدة قبل اجراء الاختبارات و/او المعايرات حيث تحتوى هذه الطرق على المعلومات الاتية على الأقل:

- تعريف مناسب للطريقة
- مجال عمل الطريقة
- وصف لنوعية المادة المراد اختبارها او معايرتها
- العناصر والكميات والمدى المراد تحديدها
- الاجهزة والمعدات المستخدمة بما فى ذلك متطلبات الاداء الفنى
- مرجع القياس والمواد المرجعية المطلوب استخدامها
- الظروف البيئية المطلوبة والفترات الزمنية اللازمة لتحقيق الاستقرار

- وصف للطريقة يتضمن
  - وضع علامات تمييز الغرض وتناوله ونقله وتخزينه واعداده للقياس
  - المراجعات اللازمة قبل بدء العمل
  - التحقق من ان المعدة تعمل بشكل صحيح وعند الحاجة يتم ضبطها ومعايرتها قبل كل استخدام
  - طريقة تسجيل القراءات والنتائج
  - الاجراءات التى يجب مراعاتها لضمان السلامة.
  - المقوماة و/او متطلبات القبول او الرفض
  - البيانات الواجب تسجيلها وطرق تحليل وعرض النتائج
  - اللايقين أو طريقة تقدير اللايقين

اقرار صحة الطرق :

التحقق من صحة الطريقة هو التأكد بالفحص وتقديم الادلة الموضوعية على ان الاحتياجات المعنية لتحقيق غرض محدد قد تم توفرها.

على المعمل ان يتحقق من صحة الطرق غير القياسية والطرق التى تم تصميمها /تطويرها بواسطة المعمل والطرق القياسية المستخدمة خارج المجال المراد لها والاسهاب او التوسع والتعديلات التى قد يجريها على الطرق القياسية وذلك للتأكد من صلاحية الطرق للغرض المقصود ، هذا ويلزم ان يكون التحقق شاملا حسبما يجب لمواجهة احتياجات التطبيق ومجالاته ، وعلى المعمل ان يسجل النتائج المستخرجة والطريقة المستخدمة للتحقق مع ذكر نص يوضح صلاحية الطريقة للغرض المقصود.

ملاحظة 1: قد يشمل التحقق من صحة الطرق طرق اختيار العينات وتناولها ونقلها.

ملاحظة 2: الأسلوب المتبع لتحديد وتقييم اداء الطريقة يجب ان يكون واحدا من الاساليب التالية او خليط منها:

- المعايرة باستخدام مرجع قياسى او مادة مرجعية
- المقارنة بنتائج تم الحصول عليها باستخدام طرق اخرى
- المقارنات البين معملية
- تقييم منهجى للعوامل المؤثرة على النتائج
- قدير اللايقين فى نتائج القياس مبنيا على الفهم العلمى للمبادئ النظرية للطريقة والخبرة العملية.

ملاحظة 3: عندما تحدث بعض التغييرات فى طريقة غير قياسية تم التحقق من صحتها يجب توثيق تأثير هذه التغييرات واجراء تحقق جديد من صحة الطريقة اذا كان ذلك مناسبا.

يلزم ان يكون المدى وصحة القيم التى يحصل عليها المعمل من الطرق المحقق صحتها وثيق الصلة باحتياجات العميل للغرض المستخدمة من اجله هذه الطرق ، ومن أمثلة المدى والقيم المقصودة قيمة اللايقين فى نتائج القياس وحدود الكشف وانتقائية الطريقة وخطية نتائجها وحدود التكرارية و/او تطابق استخراجية النتائج وثباتها امام المؤثرات الخارجية و/او حساسيتها المتبادلة لتداخلات نماذج العينات أو الغرض المراد قياسه.

ملاحظة 1: يشمل التحقق من صحة الطرق تحديد المتطلبات وتعيين الخواص المميزة للطرق والتأكد من ان استخدام الطريقة يحقق الاحتياجات المطلوبة بالاضافة الى نص يوضح التحقق من صحة الطريقة.

ملاحظة 2: مع تتابع تطوير الطريقة يتم استعراضها بشكل منتظم للتأكد من ان احتياجات العميل ما زالت محققة باستخدام الطريقة المطورة . مع تغير الاحتياجات التى تتطلب تعديلات لخطة تطوير الطرق يجب ان تجاز وان يتم الموافقة عليها.

ملاحظة 3: التحقق من صحة الطرق يتم دائما بالتوازن بين التكلفة والمخاطرة والاحتمالات الفنية.

وهناك العديد من الحالات التى تعطى فيها القيم المدى واللايقين (مثل صحة القياس وحدود الكشف وانتقائية الطرق وخطيتها وتكراراتها وتطابق استخراجية النتائج ومطابقة نتائجها

وقدرتها على مواجهة المؤثرات الخارجية وحساسيتها المتبادلة) بشكل مبسط نتيجة لقلة المعلومات.

تقدير اللايقين فى القياسات

يلزم على معمل المعايرة أو معمل الاختبار الذى يجرى المعايرات الخاصة به ان يطبق طريقة لتقدير اللايقين فى نتائج القياس لكل المعايرات التى يجريها.

على معمل الاختبار ان يحوز ويطبق طرق لتقدير قيم اللايقين فى نتائج القياس ، وفى حالات معينة عندما تحول طبيعة طريقة الاختبار دون اجراء حسابات بالغة الدقة وصحيحة احصائيا ومترولوجيا لقيم اللايقين فى نتائج القياس يتعين على المعمل – على اقل تقدير – محاولة تعين كل مكونات اللايقين وعمل تقدير معقول لقيمها مع التاكد من أن نموذج تقرير النتائج لا يعطى انطباعا خاطئا عن قيمة اللايقين.

ويلزم ان يبنى التقدير المعقول على معرفة كفاءة اداء الطريقة وعلى مدى القياسات مستخدما فى ذلك على سبيل المثال الخبرات السابقة وبيانات التحقق من صحة الطريقة.

ملاحظة 1: تتوقف درجة الدقة البالغة المطلوبة لتقدير اللايقين فى القياس على العوامل التالية:

- متطلبات طريقة الاختبار
- احتياجات العميل
- وجود حدود ضيقة يبنى على اساسها اتخاذ قرار المطابقة مع المواصفات.

ملاحظة 2: فى الحالات التى تحدد طريقة اختبار معترف بها حدود القيم للمكونات الأساسية للايقين فى نتائج القياس كما تحدد نموذج تمثيل النتائج المحسوبة يعتبر المعمل الذى يستخدم مثل هذه الطريقة فى اجراء الاختبار وتمثيل النتائج فى استوفى هذه الفقرة (انظر 5–10) عند تقدير قيمة اللايقين فى نتائج القياس يلزم آخذ كل مكونات اللايقين الهامة للحالة موضع الاعتبار مع استخدام طرق التحليل المناسبة.

ملاحظة 1: المصادر المساهمة فى تقدير اللايقين تشمل وان كانت لا تقتصر بالضرورة على مراجع القياس والمواد المرجعية والطرق والمعدات المستخدمة والظروف البيئية المحيطة وخواص وحالة الغرض المراد اختباره او معايرته وكذا الفرد القائم بالاختبار والمعايرة.

ملاحظة 2: لا يؤخذ – عادة – فى الاعتبار عند تقدير قيمة اللايقين توقع اداء الغرض المراد اختباره و/او معايرته على المدى الطويل.

ملاحظة 3: لمزيد من المعلومات فى هذا الصدد انظر مواصفة الأيزو 5725 ودليل التعبير عن اللايقين فى القياس.

التحكم فى البيانات:

يلزم ان تخضع الحسابات ونقل البيانات للمراجعة الملائمة بشكل منظم.

عندما يستخدم المعمل حواسب آلية او معدات اوتوماتيكية فى تناول او تشغيل أو تسجيل او تقرير او تخزين او استرجاع بيانات الاختبار او المعايرة فعليه التاكد من:

أ. ان برامج الحاسب الالى المطورة بواسطة مستخدم الجهاز موثقة بالتفصيل الكافى ومحققة بشكل مناسب لتصلح للغرض المستخدمة فيه.

ب. وضع وانشاء وتنفيذ طرق حماية البيانات على ان تشمل هذه الطرق ولا تقتصر على سلامة وخصوصية ادخال البيانات او تحصيلها وتخزين البيانات ونقلها وتشغيلها.

ت. صيانة الحواسب الالية والمعدات الاوتوماتيكية للتأكد من ادائها المناسب وكذلك احاطتها بظروف التشغيل الضرورية لسلامة بيانات الاختبار والمعايرة.

ملاحظة : برامج الحواسب الالية الجاهزة مثل برامج الكتابة وقواعد البيانات والبرامج الاحصائية المستخدمة استخداما عاما فى مدى التطبيقات المصممة من اجلها يمكن اعتبارها محققة بدرجة كافية ومع ذلك يجب التحقق من صحة برامج المعمل الخاصة او المعدلة طبقا لما جاء بالبنود السابقه.

التجهيزات

يلزم ان يجهز المعمل بكل الأدوات اللازمة لاختيار العينات والقياس ومعدات القياس المطلوبة للاداء الصحيح للاختبارات و/او المعايرات (بما فى ذلك اختيار العينات واعداد العينات المراد اختبارها و/او معايرتها وتشغيل وتحليل بيانات الاختبار و/او المعايرة) وفى الحالات التى يحتاج فيها المعمل لاستخدام معدات خارج نطاق سيطرته الدائمة عليه التأكد من متطلبات احتياجات هذه المواصفة الدولية.

يلزم ان تحقق المعدات وبرمجياتها المستخدمة فى الاختبار والمعايرة واختيار العينات صحة القياس المطلوبة وان تتوافق مع المواصفات ذات الصلة بالاختبارات و/او المعايرات المعنية ، كما يلزم ان تصمم برامج المعايرة للكميات أو القيم الحاكمة للاجهزة ذات التأثير الفعال على النتائج.

ويلزم ايضا مراجعة و/او معايرة الاجهزة قبل استخدامها بما فى ذلك الاجهزة المستخدمة فى اختيار العينات للتأكد من مطابقتها لمتطلبات مواصفات المعمل وتوافقها مع المواصفات القياسية المعنية

يتم تشغيل الاجهزة بواسطة الافراد المخولين سلطة استخدامها على أن يكون فى متناول أيدى أفراد المعمل المناسبين أحدث الاصدارات لتعليمات تشغيل وصيانة الاجهزة (بما فى ذلك أى كتيبات تشغيل ذات صلة بالجهاز يوفرها منتج الجهاز).

يتم تعريف كل بند من المعدات وبرمجياتها المستخدمة فى الاختبار والمعايرة ذات التأثير على نتائج القياس تعريفا مميزا كلما كان ذلك ممكنا عمليا.

يتم الاحتفاظ بسجلات لكل بند من المعدات وبرمجياتها المستخدمة فى الاختبار والمعايرة ذات التأثر على نتائج الاختبار و/او المعايرة على ان تحتوى السجلات على المعلومات التالية على الأقل:

- هوية بند المعد وبرمجياته
- اسم المصنع وتعريف الطراز والرقم المسلسل أو تعريف مميز

- التحقق من مطابقة المعدة للمواصفات الفنية
- مكان المعدة الحالى كلما كان هذا ملائما
- تعليمات المصنع اذا ما توافرت او الاشارة الى مكان تواجدها
- تواريخ ونتائج ونسخ من تقارير وشهادات كل المعايرات وعمليات الضبط الدقيق ومعايير القبول وتاريخ المعايرة التالية.
- خطة الصيانة كلما كان هذا ملائما وآخر صيانة تمت تحت تاريخه.
- التلفيات أو القصور فى الاداء أو التعديلات أو الاصلاحات التى أجريت للمعدة.

يلزم ان يحوز المعمل طرقا لتناول معدات القياس بشكل آمن ونقلها وتخزينها واستخداماتها بالاضافة الى خطة صيانة للتأكد من حسن ادائها ولمنع تدهورها أو تلوثها.

ملاحظة: قد يكون من الضرورى توفر طرق اضافية عند استعمال معدات القياس او اختيار العينات فى اعمال القياس والمعايرة او اختيار العينات خارج المقر الدائم للمعمل.

يتحتم ان تخرج من الخدمة الاجهزة التى تعرضت للتحميل الزائد او سوء التداول أو التى تعطى نتائج مشكوك فيها او التى ظهر انها معيبة او خارج الحدود المسموح بها كما يلزم عزل هذه الاجهزة لمنع استخدامها او تمييزها بشكل واضح للدلالة على انها خارج الخدمة حتى يتم اصلاحها واثبات صحة ادائها بعد معايرتها او اختبارها.

يلزم أن يختبر المعمل تأثير العيب او الحيود عن الحدود المسموح بها على نتائج الاختبارات او المعايرات السابقة التى تمت باستخدام تلك الاجهزة وان يحدد طريقة لفحص وضبط الاعمال غير المتوافقة.

كلما كان عمليا ، يلزم التمييز بملصق او شفرة (تكويد) أو التعريف بشكل أو بأخر لكل الأجهزة التى بحوزة المعمل وتحت سيطرته والتى تحتاج للمعايرة وذلك لبيان موقفها من المعايرة بما فى ذلك بيان تاريخ معايرتها وتاريخ أو معيار انتهاء صلاحية المعايرة.

فى حالة خروج الاجهزة من المعمل لآى سبب من الاسباب يلزم ان يتاكد المعمل من الاداء المرضى وموقف الاجهزة من المعايرة قبل اعادتها للخدمة.

عند الحاجة للمراجعات فى الفترات البينية للحفاظ على الثقة فى موقف الاجهزة من المعايرة يجب ان تتم المراجعات طبقا لطريقة محددة.

اذا ما نتج عن عملية المعايرة مجموعة من معاملات التصحيح على المعمل ان يكون لديه الطرق التى تكفل تحديث نسخ شهادات المعايرة (فى برمجيات الحاسب الالى على سبيل المثال)

يلزم حماية اجهزة الاختبار والمعايرة بما فى ذلك البرمجيات الملحقة بها من الضبط أو التعديل المؤثر على صحة نتائج الاختبار و/او المعايرة.

اسناد القياسات

عام

يلزم معايرة كل الاجهزة المستخدمة فى الاختبارات و/او المعايرات قبل استخدامها بما فى ذلك الاجهزة المستخدمة فى القياسات الثانوية (مثل قياس الظروف البيئية المحيطة) والتى لها تأثير فعال على صحة مصداقية نتائج الاختبار او المعايرة او اختبار العينات وعلى المعمل ان يكون لديه برنامجا واجراءات لمعايرة اجهزته.

ملاحظة: يتضمن مثل هذا البرنامج نظاما لاختيار واستخدام ومعايرة ومراجعة وضبط وصيانة معايير القياس والمواد المرجعية والمعايير المرجعية المستخدمة كمعايير قياس وأجهزة القياس والاختبار المستخدمة لاداء الاختبارات والمعايرات.

متطلبات محددة

المعايرة

يلزم تصميم وتشغيل برنامج معايرة الاجهزة – فى معامل المعايرة – بحيث يكفل اسناد المعايرات والقياسات التى يؤديها المعمل للنظام الدولى لوحدات القياس.

يحقق معمل المعايرة مبدأ اسناد معايير القياس التى يستخدمها واجهزة قياسية على النظام الدولى بواسطة سلسلة متصلة لا تنفصل من المعايرات أو المقارنات التى تربطها بالمعيار المرجعى الممثل للكمية المقاسة فى النظام الدولى لوحدات القياس ، ويمكن تحقيق الربط بالنظام الدولى من خلال معايير القياس الوطنية التى قد تكون معايير أمامية اما بتحقيق وحدات النظام الدولى أو تمثيل متفق عليه للنظام الدولى للوحدات مبنيا على الثوابت الفيويقية الاساسية وقد تكون معايير ثانوية تمت معايرتها بواسطة معهد قياس قومى آخر ، وعند اللجوء الى خدمات معايرة خارجية يلزم تأكيد مبدا اسناد القياس استخدام خدمات المعامل التى تقدم ادلة الكفاءة الفنية وقدرات القياس والاسناد على ان تحتوى شهادات المعايرة الصادرة عن

هذه المعامل قيمة اللايقين فى نتائج القياس و/او نص يوضح التوافق مع مواصفة مترولوجية محددة.

ملاحظة 1: تعتبر كفاءة معامل المعايرة استيفاء متطلبات هذه المواصفة القياسية الدولية تعتبر شهادة المعايرة التى تحمل شعار هيئة اعتماده والصادرة عن معمل معتمد طبقا لهذه المواصفة القياسية الدولية فى مجال المعايرة المعتمد دليل كافى على تحقيق مبدأ الاسناد لبيانات المعايرة الواردة فى الشهادة.

ملاحظة 2: يجوز تحقيق الاسناد لوحدات القياس من خلال معيار مرجعى ملائم (انظر المعجم الدولى لمصطلحات القياس VIM:1993,64 – المعجم الدولى للمصطلحات الاساسية والعامة فى علم القياس وبعض افرع الفيزياء (النسخة العربية) او من خلال قيم معروفة لثابت طبيعى بدلالة وحدة القياس الدولية المعنية والموصى بها من المؤتمر العام للمقاييس والموازين (CGPM) واللجنة الدولية للمقاييس والموازين (CIPM).

ملاحظة 3: تستطيع معامل المعايرة التى تحافظ على أئمتها الأولية أو ممثلين للوحدات القياسية (SI) المعتمدة على ثوابت فيزيائية أساسية أن تعلن عن تحقيقها لمبدأ الاسناد للنظام الدولى (SI) فقط بعد مقارنة هذه المعايير بشكل مباشر أو غير مباشر بمثيلاتها من المعايير الآمامية فى معهد قياس قومى.

ملاحظة 4: يعنى مصطلح "مواصفة علم القياس المحدد" أن توضح شهادة المعايرة المواصفة التى اتبعت لمقارنة القياس بها وذلك إما يتضمن نص على المواصفة او الاشارة اليها بشكل لايقبل اللبس.

ملاحظة 5: عند استخدام مصطلح "مواصفة دولية" أو "مواصفة وطنية" فيما يختص باسناد القياس فانه مفترض ان تلك المواصفات تحقق خواص المعايير المرجعية لتحقيق النظام الدولى للوحدات.

ملاحظة 6: الاسناد لمعايير القياس الوطنية لايتطلب ضرورة استخدام المعهد القومى للقياس للبلد الذى ينتمى اليه المعمل.

ملاحظة 7: اذا رغب او احتاج معمل المعايرة للحصول على الاسناد من معهد قومى للقياس غير معهد البلد الذى ينتمى اليه فانه يجب ان يختار المعمل معهد قوميا للقياس يشارك بفاعلية فى انشطة المكتب الدولى للمقاييس والموازين (BIPM) إما مباشرة أو خلال مجموعات اقليمية.

ملاحظة 8: يمكن تحقيق صحة السلسلة المتصلة من المعايرات او المقارنات فى عدة خطوات تتم بواسطة معامل مختلفة يحقق كل منها مبدا الاسناد.

هناك معايرات معينة لايمكن اجراءها على نحو كامل طبقا للنظام الدولى للوحدات ، فى مثل هذه الحالات يلزم ان توفر عملية المعايرة الثقة فى القياسات عن طريق تحقيق الاسناد لمعايير قياس مناسبة مثل:

- استخدام المواد القياسية المرجعية الموثقة والموردة عن طريق مورد كفء لاعطاء توصيف فيزيائى أو كيميائى يعول عليه للمادة المرجعية.
- استخدام طرق محددة و/او معايير موصفة بوضوح ومتفق عليها من جميع الاطراف المعنية.

مطلوب الاشتراك فى برنامج للمقارنات بين المعامل كلما كان ذلك ممكنا

الاختبار:

تنطبق المتطلبات الواردة فى البنود السابق ذكرها على أجهزة القياس ومعدات الاختبار المستخدمة فى معامل الاختبار ما لم يثبت ان المساهمات المصاحبة لعملية المعايرة تؤثر تأثيرا طفيفا فى القيمة الكلية للايقين فى نتائج الاختبار ، فى مثل هذه الحالات يجب على المعمل التأكد من الأجهزة المستخدمة يمكن ان تحقق قيمة اللايقين المطلوبة.

ملاحظة: يتوقف مدى الالتزام بما جاء فى البند السابق على المساهمة النسبية لقيمة اللايقين ، فاذا ما كونت قيمة اللايقين فى معايرة الجهاز عاملا سائدا فانه يلزم اتباع ما جاء بالبند سالف الذكر اتباعا دقيقا.

فى الحالات التى يمكن تحقيق اسناد القياس للنظام الدولى للوحدات و/او أن يكون هذا الاسناد غير وثيق الصلة بعملية القياس يتم تطبيق نفس متطلبات الاسناد المطلوبة لمعامل المعايرة مثل استخدام المواد القياسية المرجعية واستخدام الطرق والمعايير الموصفة والمتفق عليها .

المعايير المرجعية والمواد المرجعية:

المعايير المرجعية:

يلزم ان يكون لدى المعمل برنامج وطريقة لمعايرة معاييره المرجعية على ان تعاير المعايير المرجعية بواسطة هيئة مبدأ الاسناد كما هو موصف بالبند 5-6-2-1 وتستخدم هذه المعايير المرجعية فى اجراء المعايرات فقط وليس لأى غرض أخر الا اذا امكن اثبات ان استخدامها فى غير غرض المعايرات لايؤثر على أدائها كمعايير مرجعية ، كما يخل بصحة نتائجها ويلزم معايرة المعايير المرجعية قبل وبعد اى عمليات ضبط.

المواد المرجعية

يلزم أن تكون المواد المرجعية المسندة كلما كان ذلك ممكنا للنظام الدولى لوحدات القياس او الى مواد مرجعية عيارية ، كما يلزم مراجعة المواد المرجعية الداخلية كلما كان ذلك ممكنا فنيا واقتصاديا.

المراجعات البينية

يلزم ان تتم المراجعات البينية للحفاظ على الثقة فى حالة المعيار الامامى او المعيار المرجع او معيار التحويل او المعيار المربط او المواد المرجعية طبقا لطرق وبرامج زمنية محددة.

النقل والتخزين

يلزم أن يكون لدى المعمل طرق لسلامة تداول ونقل وتخزين واستخدام المعايير المرجعية والمواد المرجعية لمنع تلوثها أو تدهور حالتها وايضا لحماية سلامتها.

ملاحظة : قد يلزم وجود طرق اضافية فى حالة استخدام المعايير المرجعية والمواد المرجعية خارج المقر الدائم للمعمل للاختبارات او المعايرات أو فى اختيار العينات.

أخذ العينات

يلزم أن يكون لدى المعمل خطة وطرق لاختيار العينات عندما يكون عليه ان يختار عينات من مواد او منتجات لاختبارها او معايرتها على ان تكون الخطة والطريقة متاحة فى موقع اجراء عملية اختبار العينات.

ويلزم ان توضع خطط اختبار العينات – كلما كان ذلك معقولا – على اساس طريقة طرق احصائية ملائمة وبحيث تأخذ عملية اختيار العينات العوامل الواجب حكمها بحيث تضمن صحة نتائج الاختبار والمعايرة.

ملاحظة 1: اختبار العينات هى طريقة محددة يتم بموجبها أخذ جزء من مادة أو منتج لاختباره او معايرته ممثلا لعينة من المادة أو المنتج ككل. ومن الممكن ان يكون اختيار العينات مطلوبا بنص المواصفة المتبعة فى اختبار او معايرة المادة او المنتج كما وانه فى بعض الحالات

(مثل حالات الطب الشرعى) قد لا تكون العينة ممثلة لمجموعة ما وانما يتم استخدام ما هو متاح منها.

ملاحظة 2: يجب أن تصف اجراءات اختيار العينات كيفية الاختبار وخطة الاختيار وسحب واعداد العينة أو مجموعة العينات من المواد او المنتج للحصول منها على المعلومات المطلوبة.

فى حالة احتياج العميل للحيود عن او الاضافة الى او الحذف من طريقة اختبار العينات الموثقة يلزم تسجيل هذه المتطلبات بالتفصيل مع البيانات الملائمة للاختبار كما يلزم تسجيلها فى كل الوثائق المحتوية على نتائج الاختبار و/او المعايرة كما يلزم ايصال هذه المتطلبات للافراد المعنيين بها.

يلزم على المعمل ان يكون لديه طرق لتسجيل البيانات والعمليات ذات الصلة باختيار العينات والتى تشكل جزءا من الاختبار والمعايرة التى تؤديها.

ويلزم ان تشمل هذه السجلات الطريقة المستخدمة فى اختبار العينات وهوية القائم بالاختبار والظروف البيئية (اذا كان لها تأثير) والرسومات التخطيطية أو ما يماثلها من وسائل لتعريف موقع الاختبار عند الضرورة وكذا الأسس الاحصائية التى تم على أساسها وضع طرق الاختبار اذا كان هذا مناسبا.

تداول عينات الاختبار

يلزم أن يحوز المعمل طرقا لنقل واستقبال وتداول وتخزين والاحتفاظ و/او التخلص من المواد المراد اختبارها و/او معايرتها بما فى ذلك كل الترتيبات اللازمة لحماية وسلامة تلك المواد وكذا مصالح المعمل والعميل.

يلزم ان يكون لدى المعمل نظاما لتعريف العينات المراد اختبارها و/او معايرتها على ان يلازم هذا التعريف الجهاز طوال فترة بقاؤه فى المعمل ، ويتم تصميم وتشغيل النظام بحيث يضمن عدم خلط العينات نفسها او عند الاشارة اليها فى السجلات أو أى وثائق أخرى ، كما يجب أن يتضمن النظام ، اذا كان هذا ملائما ، تقسيم مجموعات فرعية للعينات اذا تعددت وكذلك وسيلة لنقل العينات داخل المعمل وخارجه.

عند استلام العينات المراد اختبارها أو معايرتها يلزم تسجيل أى شذوذ أو حيود عن الحالة الطبيعية أو الموصفة فى طريقة الاختبار او المعايرة ، وفى حالة وجود شك فى ملائمة العينات المراد اختبارها او معايرتها لاجراء الاختبار او المعايرة أو عند عدم مطابقتها للتوصيف المعطى او عندما لا يتم اعطاء التفاصيل الكافية للاختبار او المعايرة المطلوبة يلزم على المعمل الرجوع للعميل للحصول على تعليمات اضافية قبل البدء فى عملية الاختبار او المعايرة مع تسجيل تفاصيل المناقشة ونتائجها.

يلزم ان يكون لدى المعمل الطرق والتسهيلات الملائمة لتفادى تدهور العينات المراد اختبارها أو معايرتها او فقدها أو تلفها اثناء تخزينها أو تداولها او اعدادها للاختبار او المعايرة ، كما يجب اتباع تعليمات تداول العينات الواردة معها اذا ما احتاجت العينات للتخزين او التكيف تحت ظروف بيئية محددة يلزم الحفاظ على هذه الظروف ومراقبتها وتسجيلها ، وفى الحالات التى يلزم فيها تأمين العينة المراد اختبارها أو معايرتها أو جزء منها ، على المعمل ان يوفر الترتيبات اللازمة للتخزين والتأمين لحماية وسلامة العينات المعنية أو أجزاءها.

ملاحظة 1: من المطلوب اتخاذ عمليات عناية خاصة للتأكد من عدم تعرض الأغراض المختبرة للتلف او الاصابة اثناء تداولها أو اختبارها او تخزينها واعادتها للاستخدام فى الأحوال التى تتطلب ذلك.

ملاحظة 2: يجب توفير اجراء لاختيار العينات ومعلومات عن كيفية تخزين ونقل العينات – بما فى ذلك المعلومات عن عوامل الاختبار المؤثرة على نتائج الاختبار او المعايرة للاسخاص المسئولين عن استلام ونقل العينات.

ملاحظة 3: من أسباب الاحتفاظ بالغرض المراد اختباره او معايرته فى مكان آمن ان يكون الجهاز ذو قيمة عالية أو لتحقيق سلامته أو تسجيله فى سجلات معينة او التمكن من اجراء اختبارات و/او معايرات تكميلية فى وقت لاحق.

تأكيد جودة نتائج الاختبار والمعايرة

يلزم أن يكون لدى المعمل طرق لضبط الجودة لمراقبة صحة الاختبارات والمعايرات بشكل يمكن معه تعيين النزعة العامة للنتائج مع استخدام الاساليب الاحصائية – كلما كان هذا عمليا – فى استعراض النتائج.

كما يلزم لتحقيق المراقبة التخطيط المسبوق والاستعراض فقد تتضمن ما يلى وان كانت لاتقتصر عليه:

أ. الاستخدام المنتظم للمواد المرجعية و/او الاجراءات الداخلية لضبط الجودة باستخدام مواد مرجعية ثانوية.

ب. الاشتراك فى المقارنات بين المعامل أو برامج اختبار الكفاءة.

ت. تكرار الاختبارات او المعايرات باستخدام نفس الطرق أو طرق مختلفة.

ث. اعادة الاختبار او اعادة المعايرة للعينات او الاجهزة المحتفظ بها.

ج. ايجاد علاقة متبادلة بين نتائج خواص مختلفة لغرض او جهاز واعد.

يجب ان تحلل بيانات مراقبة الجودة ، وعندما نجدها خارج المعايير المعروفة يجب اتخاذ اجراء مخطط لتصحيح المشكلة وعدم كتابة النتائج غير الصحيحة فى التقرير.

تقارير النتائج

5-10-1 عام

يلزم تحرير نتائج كل اختبار او معايرة او سلسلة من الاختبارات او المعايرات تجرى بواسطة المعمل فى تقرير صحيح وواضح وموضوعى ولا لبس فيه وطبقا للتعليمات الواردة فى طرق الاختبار والمعايرة.

وتعطى النتائج عادة فى تقرير اختبار او شهادة معايرة تحتوى على كل المعلومات المطلوبة من العميل واللازمة لتفسير نتائج الاختبار أو المعايرة بالاضافة الى كل المعلومات المنصوص عليها فى الطريقة المستخدمة لاجراء الاختبار أو المعايرة وهى المعلومات التى تتطلبها عادة البنود 5-10-2 و5-10-3 و 5-10-4.

فى الحالات التى يقوم فيها المعمل باجراء الاختبارات أو المعايرات لعميل داخلى أو فى حالة الانفاقيات المحررة بين المعمل والعميل يمكن ان تكتب النتائج بطريقة مبسطة على أن تكون البيانات الواردة فى البنود من 5-10-2 الى 5-10-4 وغير المنقولة للعميل متاحة بالمعمل الذى قام باجراء الاختبارات و/او المعايرات.

ملاحظة 1: يطلق على تقارير الاختبار وشهادات المعايرة فى بعض الأحيان شهادات الاختبار وتقارير المعايرات.

ملاحظة 2: يمكن اصدار تقارير الاختبار وشهادات المعايرة فى نسخة مطبوعة أو عن طريق نقل البيانات الكترونيا شريطة استيفاء متطلبات هذه المواصفة الدولية.

5-10-2 تقارير الاختبار وشهادات المعايرة

يلزم ان يحتوى كل تقرير اختبار او شهادة معايرة على المعلومات الاتية على الأقل ما لم يكون لدى المعمل الاسباب القانونية او الملزمة لمخالفة ذلك :

أ. عنوان (مثل "تقرير اختبار" أو "شهادة مميزة")

ب. اسم وعنوان المعمل والموقع الذى تم فيه اجراء الاختبار أو المعايرة اذا اختلف عن عنوان المعمل.

ت. تعريف مفرد لتقرير اختبار او شهادة معايرة (مثل الرقم المسلسل) مع تعريف على كل صفحة لتأكيد التعرف على الصفحة كجزء من تقرير اختبار او شهادة.

ث. معايرة وتعريف واضح لنهاية التقرير أو الشهادة.

ج. اسم وعنوان العميل

ح. تعريف الطريقة المستخدمة

خ. وصف حالة العينة (العينات) المختبرة او المعايرة وتعريف لا لبس فيه للجهاز.

د. تاريخ استلام العينات المختبرة أو المعايرة عندما يكون ذلك ضروريا بالنسبة لسريان صلاحية وتطبيق (استخدام) النتائج وتاريخ أداء الاختبار أو المعايرة.

ذ. الاشارة الى خطة اختيار العينات والطرق المتبعة بواسطة المعمل أو هيئات أخرى عندما يكون لذلك صلة بصحة أو تطبيق النتائج.

ر. نتائج الاختبار او المعايرة مع وحدات القياس كلما كان ذلك ملائما.

ز. الاسم والوظيفة والتوقيع أو تعريف مناظر للشخص المفوض باصدار تقرير اختبار أو شهادة معايرة.

س. نص يفيد – عندما يكون مناسبا – أن النتائج المعطاة تخص العينات المختبرة أو المعايرة.

ملاحظة 1: تتضمن النسخ المطبوعة من تقارير الاختبار وشهادات المعايرة رقم الصفحة والعدد الكلى للصفحات.

ملاحظة 2: ينصح بأن يتضمن تقارير الاختبار وشهادات المعايرة نص يوضح أن التقرير أو الشهادة لا يعاد اصداره مرة أخرى وموافقة كتابية من المعمل الا اذا اصدركاملا غير منقوص

5-10-3 تقارير الاختبار

5-10-3-1 بالاضافة الى ماورد من متطلبات فى البند 5-10-2 يلزم أن تتضمن تقارير الاختبار – كلما كان ذلك ضروريا لتفسير النتائج – على البنود التالية :

أ. الحيود عن والاضافة الى أو الحذف من طريقة الاختبار بالاضافة الى معلومات عن شروط محددة مثل شروط الظروف البيئية.

ب. حيثما يلزم يذكر نص يفيد التوافق / عدم التوافق مع المتطلبات و/أو المواصفات.

ت. كلما كان ملائما أو قابل للتطبيق ، يذكر نص عن قيمة اللايقين المقدرة فى القياس حيث تكون هناك حاجة للمعلومات عن اللايقين فى تقارير الاختبار عندما يكون هناك ارتباطا بين قيمة اللايقين وصحة أو تطبيق (استعمال) نتيجة الاختبار أو عندما يرغب العميل فى تقرير هذه القيمة أو اذا كانت قيمة اللايقين تؤثر على التوافق مع حدود معينة توضحها المواصفة.

ث. الآراء والتفسيرات كلما كان ذلك مناسبا ومطلوبا.

ج. معلومات اضافية قد تتطلبها طرق معينة أو العملاء.

5-10-3-2 بالاضافة الى ماورد من المتطلبات المنصوص عليها فى بندى (5-10-2) و (5-10-3-1) يلزم أن تتضمن تقارير الاختبار المحتوية على نتائج عينات مختارة على البنود التالية كلما كان ذلك ضروريا لتفسير نتائج الاختبار:

أ. تاريخ أخذ العينات

ب. تعريف لاغموض فيه للمادة أو المنتج الذى تم اختياره كعينة (بما فى ذلك اسم المصنع والطراز أو نوع العلامة المميزة والرقم المسلسل أيهما انسب)

ت. موقع اختيار العينات بما فى ذلك أى رسومات تخطيطية أو استشارات او صورة فوتوغرافية توضح الموقع.

ث. الاشارة الى خطة اخذ العينات والطرق المستخدمة.

ج. تفاصيل اى ظروف بيئية محيطة اثناء عملية أخذ العينات التى قد تؤثر على تفسير نتائج الاختبار.

ح. أى مواصفة قياسية أو مواصفة أخرى لطريقة أخذا العينات أو طريقة متبعة مع بيان الحيود او الاضافة او الحذف من المواصفة ذات الصلة بعملية أخذ العينات.

5-10-4 شهادات المعايرة:

5-10-4-1 بالاضافة الى ماورد من المتطلبات المنصوص عليها فى بند 5-10-2 يلزم أن تتضمن شهادات المعايرة البنود التالية كلما كان ذلك ضروريا لتفسير نتائج المعايرة:

أ. الظروف التى أجريت فى ظلها المعايرة والتى تؤثر على نتائج القياس (مثال: الظروف البيئية المحيطة).

ب. قيمة اللايقين فى القياس و/او ذكر نص يفيد التوافق مع مواصفة متروولوجية محددة او بنود محددة فيها.

ت. دليل يثبت اسناد القياس

5-10-4-2 تتناول شهادة المعايرة الكميات والنتائج الخاصة بالاختبارات المؤداة ويلزم تحديد أى من بنود المواصفة قد تم تحقيقه أو عدم تحقيقه فى حالة النص على توافق النتائج مع المواصفة

عند ذكر نص يفيد التوافق مع مواصفة مع حذف نتائج القياس وقيمة اللايقين يلزم أن يسجل المعمل النتائج وقيمة اللايقين ويحتفظ بالسجلات لاحتمالات الرجوع لتلك النتائج مستقبلا.

عند كتابة نص يفيد التوافق يجب أخذ قيمة اللايقين فى نتائج القياس فى الحسبان.

5-10-4-3 يجب كتابة تقرير بنتائج معايرة الجهاز المراد معايرته قبل وبعد ضبطه او اصلاحه اذا كانت هذه النتائج متاحة.

5-10-4-4 يلزم الا تحتوى شهادة المعايرة (أو ملحق المعايرة) أى توصية عن فترة المعايرة مالم يكون هذا بالاتفاق مع العميل الا ان هذا المتطلب قد يبطله التنظيمات القانونية.

5-10-5 الآراء والتفسيرات:

اذا ماتضمنت التقارير أو الشهادات الاراء والتفسيرات يلزم على المعمل توثيق الأسس التى بنى على أساسها تلك الاراء والتفسيرات مع ابرازها بشكل واضح على أنها آراء وتفسيرات.

ملاحظة 1: لايجب الخلط بين الآراء والتفسيرات والتفتيش على المنتج كما هو وارد فى مواصفة الايزو /اى اى سى 17020 ودليل الأيزو /اى اى سى 65.

ملاحظة 2: قد تتضمن الآراء والتفسيرات الواردة فى تقرير اختبار وان كانت لا تقتصر على الآتى:

- الرأى فى النص الذى يفيد /عدم توافق النتائج مع المتطلبات.
- تحقيق متطلبات التعاقد
- توصيات عن كيفية استخدام النتائج
- دليل ارشادى للتحسين

ملاحظة 3: قد يكون ملائما فى كثير من الأحيان الاتصال المباشر من خلال الحوار مع العميل للادلاء بالرأى والتفسير على أن يتم تدوين هذا الحوار كتابة.

5-10-6 نتائج الاختبار والمعايرة المحققة عن طريق التعاقد من الباطن:

عند احتواء تقرير الاختبار على نتائج تم أداؤها بواسطة متعاقد من الباطن فانه يتحتم تعريف تلك النتائج بوضوح ، على أن يلزم مقاول الباطن باعطاء النتائج كتابة أو بالوسائل الالكترونية.

عندما يتعاقد المعمل الاصلى من الباطن على عملية معايرة يلزم على المعمل القائم باجرائها (المتعاقد معه من الباطن) إصدار شهادة المعايرة موجهة للمعمل الأصلى.

5-10-7 النقل الالكترونى للنتائج:

فى حالة نقل نتائج الاختبار أو المعايرة بالتليفون او التلكس أو الفاكس أو اى وسيلة الكترونية أو الكترومغناطيسية يلزم تحقيق متطلبات هذه المواصفة الدولية (ايضا انظر بند 5-4-7)

5-10-8 الشكل العام للتقارير والشهادات

يلزم تصميم الشكل العام بحيث يلائم كل نوع من أنواع الاختبار أو المعايرة يقوم به المعمل ولتقليل سوء الفهم أو سوء الاستخدام.

ملاحظة 1: يجب الانتباه الى التخطيط العام لتقرير الاختبار أو شهادة المعايرة وبخاصة فيما يتعلق بتمثيل بيانات الاختبار أو المعايرة وتحقيق سهولة استيعابها بواسطة القارئ.

ملاحظة 2: يجب تنميط العناوين بقدر الامكان

5-10-9 التعديلات فى تقارير الاختبار وشهادات المعايرة:

يلزم عمل التعديلات الأساسية فى تقرير الاختبار أو شهادة المعايرة بعد الاصدار فقط فى شكل وثيقة اضافية أو نقل بيانات على أن تتضمن الوثيقة الملحقة أو البيانات المنقولة النص التالى: "ملحق لتقرير الاختبار (أو شهادة المعايرة) ، رقم مسلسل .... (او كما تم تعريف التقرير أو الشهادة بخلاف ذلك) أو ما يماثل هذا النص فى المعنى.

هذا ويلزم أن تحقق تلك التعديلات متطلبات هذه المواصفة الدولية.

عند الحاجة الى اصدار تقرير الاختبار أو شهادة معايرة جديدة بالكامل يلزم تعريفها تعريفا مميزا مع احتوائها على اشارة الى الوثيقة الأصلية التى حل محلها الاصدار الجديد.

الانشاء والتطبيق للمتطلبات العامة لكفاءة معامل الاختبارات

ارشادات الانشاء والتطبيق لمتطلبات المواصفة الدولية ايزو 17025

عام:

إن تبنى منشأة نظاما لتأكيد جودة الاختبارات بمعاملها هو مؤشر لمستوى فكر عال ومتطور للادارة العليا بها ودليلا قاطعا على توجه الادارة العليا نحو الدخول فى مرحلة جديدة من الاداء يجب ان تفعل وتحسن بصفة مستمرة.

ويعد هذا الكتاب كما ذكرنا مدخلا قويا لفهم متطلبات كفاءة معامل الاختبارات ويساهم بشكل فعال فى انشاء النظام بالمعمل ويعين على مراجعة النظام وتحسينه وتحديثه دون الحاجة الى مساعدات خارجية مكثفة ، لذا فنحن ندعوك للتمعن والتتبع فى السطور القادمة لتساعدك فى تأهيل المعمل لاقامة وتنفيذ النظام ومن ثم الحصول على شهادة الايزو 17025.

ان توافق اداء المعمل مع متطلبات المواصفة ايزو 17025 يعنى ان هذا المعمل يطبق نظام ادارة يتوافق مع متطلبات المواصفة ايزو 9001 بالاضافة الى متطلبات عديدة للكفاءة الفنية تغطيها المواصفة ايزو 17025 ولاتغطيها المواصفة ايزو 9001.

وسوف نسرد فى هذا الباب عشرة فصول لشرح كيفية انشاء وتطبيق المواصفة القياسية الدولية ايزو 17025 فى معامل مياه الشرب مع بعض الحالات الدراسية لأسلوب تطبيقها طبقا لما تم تطبيقه فى المعمل المركزى بشركة مياه الشرب والصرف الصحى بالبحيرة ويعتبر هذا الباب بمثابة المرشد المثالى للتطبيق بمعامل التحاليل والاختبارات وسنسرد فيه ما يجب على ادارة المعامل ان توفره من المتطلبات الضرورية من اجل الاعتماد.

الفصل الأول

التنظيم

ان التنظيم من بديهيات العمل الناجح ، وبداية التنظيم هو توفير الوضع القانونى للمعمل ومن هنا وجب على المعمل أن يوفر هذا الوضع القانونى بصورة مستقلة أو الاكتفاء بتوفير الكيان القانونى لانشاء الشركة كدليل على الوضع القانونى له.

ويعد توفير الموارد والتحديد الدقيق للمسئوليات والسلطات أحد الركائز الأساسية فى التنظيم ويجب على المعمل بالتنسيق مع اقسام الموارد البشرية تدقيق كروت التوصيف الوظيفى وتصحيحها بما يضمن وضوح المسئوليات وعدم تداخلها مع مسئوليات تقسيمات أخرى.

ويتحتم على العمل لضمان عدم تضارب القرارات أن يعين مديرا فنيا للمعمل له السلطة والموارد المطلوبة لتنفيذ مسئولياته الموضحة بكروت التوصيف الوظيفى متضمنة التنفيذ والصيانة والتحسين لنظام الادارة

ويناط بالمدير الفنى المسئوليات التالية:

- المسئولية الشاملة عن العمليات الفنية
- توفير الموارد اللازمة لتحقيق الجودة المطلوبة فى عمليات المعمل
- رسم الخطط والبرامج المتعلقة بتحقيق الأهداف
- تحديد احتياجات التدريب والتعليم لفريق العمل
- توجيه وحيث فريق العمل على تطبيق الممارسة الجيدة للمعمل
- التأكد من توفر الشروط البيئية المناسبة وشروط الأمان
- تقييم ومراقبة والاشراف على المرؤسيين

كما يجب على المعمل تحديد المدير الادارى (أو مدير الجودة او ممثل الادارة) أيا كان المسمى.

وتكون من مسئوليات مدير الجودة – بخلاف مسئولياته الوظيفية الأخرى – ما يلى:

- التأكد ان نظام الإدارة مطبق ومراقب فى كل الأوقات.
- التأكد من جودة نتائج الاختبارات
- مراقبة اداء المعمل
- يكون له صلاحية الاتصال مباشرة بالادارة العليا فى حالة اتخاذ القرارات لسياسة المعمل أو الموارد.
- متابعة تحديد الحيود عن نظام الادارة ومتابعة تنفيذ الاجراءات التصحيحية اللازمة لمنع هذا الحيود وكذلك متابعة الأفعال لمنع الحيود عن اجراءات اداء الاختبارات.
- صيانة وتحسين نظام الادارة
- ادارة وتنسيق أنشطة العمليات الداعمة
- ادارة الممارسة المهنية الجيدة للمعمل والفريق

كما يلزم لضمان استقرار وانسيابية العمل وعدم توقفه عن تغيب وظيفة ادارية حاكمة أن يتم تفويض نواب لشاغلى هذه الوظائف.

ويجب على المعمل توفير كوادر بشرية فنية مدربة وتوفير الاشراف الكافى لهم وتحديد مسئولية العمل على الأجهزة وتفويض نواب لهم لضمان استقرار وانسابية العمل عند تغير الظروف.

ومن أساسيات التنظيم الجيد ايضا استقلالية ونزاهة الحكم ونتائج المعمل.

أساسيات استقلالية ونزاهة حكم ونتائج المعمل:

- أن يوضح الهيكل التنظيمى للمنشأة استقلالية المعمل عن أقسام الانتاج والتسويق والادارات المالية حتى لا تتأثر نتائج المعمل عكسيا بنتيجة هذه التبعية.
- أن تحدد كروت التوصيف الوظيفى مسئوليات الوظائف الحاكمة بما يلغى احتمالات تعارض المصالح ، كما يجب أن تحدد فى كروت الوصيف الوظيفى المسئوليات

والصلاحيات والعلاقات التبادلية بين كل الأفراد الذين يديرون ويؤدون أو يحققون الأعمال المؤثرة على جودة الاختبارات .

- تبنى سياسة المحافظة على الثقة فى كفاءة المعمل واستقلالية تبعية افراده مما يستوجب اعداد اجراءات للمحافظة على الثقة فى كفاءة المعمل وحياده.
- وهذه الاجراءات تتضمن التوصيف الدقيق للمسئوليات والسلطات للعاملين فى المعمل وعدم اشتراكها فى اختصاصات ومسئوليات العاملين فى أى تقسيمات إدارية أخرى فى المنشأة ، وألا يختص المعمل بأى أعمال أخرى فى الشركة سوى أداء الاختبارات ومنع استخدام أجهزة المعمل فى أى أعمال أخرى بخلاف تحاليل المياه ومنع ازدواجية عمل العاملين بالمعمل فى أعمال أخرى قد تؤثر فى الحياد.
- تأكيد المعمل على أن أفراده متحررون من أى ضغوط داخلية غير مناسبة أو ضغوط خارجية تجارية أو مالية أو تأثيرات أخرى قد تؤثر بالضرر على جودة أعمالهم وذلك بتوفير مرتبات جيدة وحوافز ثابتة ومكافأت تشجيعية وظروف عمل اجتماعية وصحية ملائمة ، كما يتم تكويد العينات لضمان حيادية الأفراد.
- يمكن للمعمل أن يعمل كطرف ثالث محايد للحكم بين طرفين بشرط أن يظهر بوضوح أنه غير متجيز ، على أن يتم ذلك على الأقل بتوقيع العاملين بالمعمل والقائمين بالاختبارات المطلوبة على اقرار بعدم وجود علاقة بينهم وبين أحد الطرفين المطلوب الحكم بينهما وأنه فى حالة ثبوت عكس ذلك يتعرض للمسائلة القانونية.
- تعد حماية خصوصية بيانات ومعلومات وحقوق ملكية العملاء بما فى ذلك طرق تأمين التخزين الالكترونى للنتائج ونقلها أحد متطلبات التنظيم فى المواصفة الدولية القياسية أيزو 17025 لذا يجب أن يضع المعمل إجراءات بهذا الشأن متضمنة عدم نقل أى معلومات كتابة أوعلى وسائط الكترونية لأى جهة إلا بتصريح ، ومتضمنة كذلك إعداد نسخ احتياطية backup للنتائج لمنع فقدها هذا بالاضافة الى تنظيم

زيارات العملاء للمعمل وفقا لترتيبات مسبقة لمنع الزيارات المفاجئة حتى لا يطلعوا على نتائج عملاء آخرين.

- لضمان أن أفراد المعمل على وعى بمدى أهمية أنشطتهم وكيف يساهمون فى تحقيق أهداف نظام الادارة تقوم الادارة العليا بعقد اجتماعات شهرية.

كما يتم استبيان آرائهم وتحليل النتائج والتوصية بتدريب من يحيد عن ذلك.

- تتأكد الادارة العليا أن عمليات الاتصالات المناسبة منشأة داخل الشركة وأن الاتصالات تشمل فاعلية نظام ادارة الجودة من خلال (تحقيق الأهداف المخططة – الهيكل التنظيمى والعلاقات الرأسية والأفقية – الاجتماعات – اللجان – اللقاءات – الاتصالات التليفونية والفاكسات وشبكات الحاسب الآلى – المراجعات الداخلية – مراجعات الإدارة – المكاتبات – السجلات – التدريب والندوات والمؤتمرات – القرارات – قياس الآداء).

الفصل الثانى

نظام الادارة

تنص الموافقة الدولية أيزو 17025 على وجوب انشاء نظام إدارة المعمل ومن ثم تنفيذه والمحافظة عليه .. لذا فقد لزم على المعمل ما يلى:

- أن ينشئ نظام الادارة المناسب لحجم ومجال العمل
- التحكم فى حفظ وتداول الوثائق

أولا : إنشاء نظام الادارة

يجب على المعمل أن ينشئ نظام الادارة المناسب لحجم وطبيعة ومجال أنشطته محتويا على عناصر النظام والمتمثلة فى الهرم التخطيطى التالى

شكل رقم 3 عناصر النظام وهيكل التوثيق

وتستعرض الصفحات التالية تطبيقا استرشاديا لهذه العناصر:

1 -اعداد سياسة الجودة

إن سياسة الجودة تعنى بيان المنشأة بنواياها ومبادئها واتجاهاتها الكلية متضمنة اطار العمل بغرض ارساء الأهداف الكلية والمرحلية ، وهى اطار الالتزام الذى تحدده المنشأة ، او بمعنى آخر هى الاهتمامات الكلية للمنشأة وتوجهاتها بالنسبة للجودة.

وعلى هذا يجب على الادارة العليا أن تعد نصا مختصرا لسياسة المعمل تتضمن الالتزام على الأقل بالاتى:

- ممارسة مهنية جيدة وجودة خدمات الاختبارات للعملاء
- مستوى خدمة عال فى اختبارات مياه الشرب.
- المطابقة مع القوانين والقرارات الحكومية وتحقيق رضاء العملاء.
- تفهم العاملين فى أنشطة الاختبارات بالمعمل لوثائق نظام الجودة وتطبيق سياساته واجراءاته.

- المطابقة مع متطلبات المواصفة الدولية أيزو 17025.
- التحسين المستمر فى فاعلية نظام الادارة

ويتم توثيق واعتماد السياسة من الادارة العليا.

ويعتبر اعداد السياسة أحد الأدلة على تعهد الادارة العليا بتطوير وتنفيذ نظام الادارة والتحسين المستمر فى فاعليته.

2 -تحديد أهداف الجودة

إن أهداف الجودة هى الغاية الكلية التى تتمخض عن السياسة التى تضعها المنشأة بنفسها موصفة على مختلف الوظائف والمستويات من أجل تحقيقها.

وعلى هذا فإنه على المعمل أن يعد أهدافا منبثقة من سياسة المعمل.

مواصفات الهدف الذكى Smart:

توجد عدة طرق لوضع مواصفات الهدف أهمها طريقة الهدف الوحيد أو الذكى smart ، ويساعد الالتزام بمفهوم هذه المواصفات تحقيق أهداف واضحة قابلة للتطبيق ويسهل تتبعها وتساهم بشكل فعال فى تحقيق آلية التحسين المستمر ، والهدف الذكى هو الذى تتوفر فيه الشروط التالية:

- يكون محددا specific

يجب ان يكون الهدف محددا وواضحا ودقيقا فلا ينص هدف المعمل مثلا على (رفع كفاءة الأفراد) فقط دون تحديد أى الصفات المطلوب رفع كفاءة الأفراد فيها هل فى اللغة الانجليزية أم فى استخدام الكمبيوتر أم فى اداء اختبارات معينة وعلى هذا يجب أن يحدد الهدف بالنص التالى مثلا (تدريب الأفراد على أداء اختبارات المبيدات).

- يمكن قياسه measurable

من المعلوم أن مالايمكن قياسه لايمكن إدارته وعلى هذا يجب ألا يصاغ هدف المعمل (بزيادة عدد العينات) بل يجب أن تحدد الزيادة بقيمة يمكن قياسها ومن ثم يمكن متابعة

تنفيذها وادارتها مثل (زيادة عدد العينات من 500 عينة /شهريا الى 600 عينة/شهريا) مثلا.

- يمكن تحقيقه attainable

يجب أن تختار ادارة المعمل هدفا يمكن تحقيقه ولاينبغى أن تختار هدفا مستحيل تحقيقه، ومن المفيد استخدام أفعالا موجهة مثل (تسليم – تنفيذ – إنشاء – توصيل)

- يكون واقعيا realistic

يجب أن تعرف إدارة المعمل قدرتها على تحقيق الهدف الذى تختاره فى الوقت المحدد وتتأكد من وجود مؤشرات فعالة لتحقيقه ولايدفعها الحماس لكتابة شئ ليس فى مقدورها وفوق امكانياتها.

يجب أن تعرف إدارة المعمل نقاط الضعف لدى معملها ونقاط القوة وأن تعرف قدراتها جيدا.

- يكون محددا بوقت timely

يجب ان تضع ادارة المعمل نصب أعينها وقتا محددا لتحقيق الهدف الذى ارتضته ، وينبغى ان تأخذ فى اعتبارها توفير الوقت الكافى لاتمام الهدف دون احداث ضغط فى العمل أو إرباك للنشاط.

وبعد تحديد الأهداف يتم توثيقها ومتابعة تنفيذها ، كما يتم مراجعتها أثناء مراجعة الادارة.

ويعتبر اعداد الأهداف أحد الأدلة ايضا على تعهد الادارة العليا بالتطوير وتنفيذ نظام الادارة والتحسين المستمر فى فاعليته.

3 -دليل أو كتيب الجودة Quality Manual

إن دليل الجودة هى الوثيقة التى تصف نظام ادارة الجودة للمعمل ، ويجب على المعمل إعداد هذا الدليل على أن يتضمن:

- سياسة الجودة المتبعة متضمنة الأهداف والالتزامات.
- الترتيب والتنظيم وهيكل المعمل ومكانه والهيئة الأم التى يتبعها وكذلك أية مخططات تنظيمية معينة.
- العلاقات بين الادارة والعمليات التقنية والخدمات المساندة ونظام الجودة.
- توصيف للأعمال المسندة للعاملين الرئيسيين واشارة الى توصيف لوظائف الموظفين الآخرين ، ومسئوليات الادارة الفنية ومدير الجودة بما فى ذلك مسئولياتهم عن التأكد من توافق الآداء مع متطلبات المواصفة الدولية أيزو 17025.
- مجال نشاط المعمل
- الترتيبات التى تضمن أن يقوم المختبر بمراجعة كل الأعمال الجديدة لضمان وجود الوسائل والموارد الملائمة قبل تنفيذ العمل .
- طرق حماية السرية وحقوق الملكية للنتائج
- وصف مختصر عن تدقيق ومراجعة النظام المتبع.
- اشارة الى وثائق الجودة التى يقتنيها المعمل.

إن دليل الجودة غالبا ما يوزع على العملاء والجهة المانحة ولذا فمن الممكن أن يحتوى على توصيف قصير عن تاريخ وأهداف المعمل والمعلومات المتعلقة بنشاطه لتعطيهم المعلومات الكافية عن علاقة ما يجرى بنظام تأكيد الجودة ولايلزم أن يبين كيف يجرى ذلك تفصيلا ، إن توزيع هذا الدليل سوف يخلق حالة من الثقة وربما يساعد فى ايجاد علاقات عمل طيبة.

ملاحظة : يعتبر دليل الجودة شرطا مسبقا ضروريا لاجراءات الاعتماد.

4 وثائق الاجراءات

وثيقة الاجراءات هى أسلوب موصف لتنفيذ نشاط أو عملية وهى وثيقة يتم فيها توضيح كيفية وتسلسل التنفيذ لعملية معينة بشكل شامل ، ويجب على المعمل اعداد وثائق الاجراءات المحددة فى المواصفة القياسية 17025 مثل:

- اجراءات حماية سرية معلومات وحقوق ملكية العملاء.
- اجراءات المحافظة على الثقة فى كفاءة المعمل وحياده.
- اجراءات التحكم فى الوثائق.
- تعديلات الوثائق
- اجراءات مراجعة الطلبات والعطاءات والعقود.
- اجراءات التعامل مع شكاوى العملاء او الجهات الأخرى.
- اجراءات تنفيذ الأفعال التصحيحية.
- اجراءات تنفيذ الأفعال الوقائية
- اجراءات حفظ السجلات وكيفية التخلص منها.
- اجراءات الشراء والاستقبال والتخزين للمواد الكيميائية والكواشف.
- اجراءات المراجعة الداخلية.
- اجراءات مراجعة الادارة
- اجراءات حماية البيانات على الحاسب الالى
- اجراءات التدريب
- تقدير اللايقين فى نتائج القياس للمعايرات
- تقدير اللايقين فى نتائج الاختبارات
- التداول والنقل والتخزين والاستخدام الآمن لمعدات القياس والمواد المرجعية.
- اجراءات التحققات الوسيطة (البينية) intermediate
- اجراءات أخذ العينات

- اجراءات اداء الاختبارات
- التداول والنقل والتخزين والاستخدام الآمن لمعدات القياس والمواد المرجعية.
- إجراءات معايرة أجهزة المعمل.
- إجراءات معايرة الأئمة المرجعية.
- اجراءات نقل واستقبال وتناول وحماية وتخزين والاحتفاظ بعينات الاختبار وتسهيلات تلافى تدهورها.
- اجراءات ضبط الجودة لتأكيد جودة نتائج الاختبارات.
- اجراءات تسجيل البيانات والعمليات ذات الصلة بأخذ العينات.

5 -تعليمات العمل work instruction

إن تعليمات العمل تعنى الممارسات العامة التى تتعلق بالعديد إن لم يكن بكل الاختبارات التى يجريها المعمل ، وهى وثائق تشرح تفصيليا كيفية تنفيذ العمل ، ويجب على المعمل إعداد التعليمات اللازمة والتى يمكن أن يؤثر غيابها على أداء العمل مثل:

- تعليمات عمل تشغيل المعدات
- تعليمات عمل صيانة المعدات
- تعليمات عمل النظافة
- تعليمات عمل تعقيم الزجاجيات
- استخدام الكيماويات والكواشف والمواد المرجعية
- طرق الاختبارات
- معالجة البيانات
- ضبط النتائج والتقارير متضمنا مراجعة النتائج وتحديد مدى الدقة (استخدام التجربة الغفل والمواد المرجعية والاشتراك فى اختبارات الكفاءة)
- تصنيف أدوات المعمل

- التعامل مع مخلفات المعمل

6- النماذج والسجلات forms and records

يجب على المعمل إعداد النماذج المناسبة لتسهيل أسلوب الاتصال وتوحيد العمل مثل:

- ملصقات تمييز المعدات والعينات واللوحات الارشادية.
- نماذج المعايرة
- نماذج الصيانة
- تقارير النتائج

وبطريقة أخرى يمكن تقسيم عناصر نظام الادارة الى ثلاثة مستويات:

- مستوي استراتيجى

والمقصود به التنظيم organization متمثلا فى السياسة والأهداف والهيكل التنظيمى وبطاقات الوصف ودليل الجودة وما يتضمنه من معلومات كافية عن نظام تأكيد الجودة المطبق.

- مستوى تكتيكى

والمقصود به الوظيفة متمثلا فى وثائق الاجراءات وتعليمات العمل والممارسات العامة

- مستوى تشغيلى

والمقصود به التشغيل ويغطى بمجموعة من طرق التشغيل القياسية (SOP's) التى تصف العمليات المحددة والطرق التى سيجريها المعمل والنماذج المستخدمة)

ويجب مراجعة نظام الجودة بصورة دورية منتظمة بواسطة الادارة للتأكد من استمرار فاعلية الاجراءات وفاعلية أى اجراءات تصحيحية قد اتخذت.

ثانيا: التحكم فى حفظ وتداول الوثائق

يتم انشاء إجراءات للتحكم واخضاع جميع وثائق المعمل للرقابة فى تداولها وحفظها سواء كانت وثائق داخلية المصدر (والتى تناولناها انفا) ، او وثائق خارجية المصدر (مثل القوانين – المواصفات القياسية – كتيبات التشغيل (الكتالوجات) – دليل الصيانة والمعايرة – شهادات معايرة المعدات – شهادات المواد الكيماوية والمرجعية – مواصفات المواد الكيماوية والمحاليل – رسومات بيانية – برامج الحاسب) سواء كانت على وسائط مطبوعة او اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة او بطريقة رقمية أو فوتوغرافية او خطية.

وتتضمن اجراءات التحكم فى حفظ وتداول الوثائق كما يلى:

7 -إجراءات اعتماد واصدار الوثائق

وتتضمن اجراءات اعتماد واصدار الوثائق ما يلى:

- كيفية الاصدار والمراجعة قبل الاصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والاهداف ودليل الجودة ووثائق الاجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.
- تمييز الوثائق
- اعداد القوائم الرئيسية لاصدارات الوثائق المختلفة
- توزيع الوثائق فى مواقع الاستخدام
- المراجعة الدورية للوثائق

8 -اجراءات تعديلات الوثائق

وتتضمن اجراءات تعديلات الوثائق مايلى:

- مراجعة وموافقة المصدر
- كيفية ادخال التعديل فى الوثائق
- التعامل مع الوثائق الملغاة
- تمييز التغيير اذا كان باليد بالتوقيع والتاريخ
- كيفية اجراء التعديلات وحفظها على الحاسب الالى

9 -التحكم فى السجلات

إن السجلات كنوع خاص من الوثائق توفر الدليل على المطابقة مع المتطلبات وفاعلية التشغيل لنظام الادارة والنشاط الفنى للمعمل .

ويجب على المعمل اعداد اجراءات موثقة لتعريف وتجميع وفهرسة وحفظ وتخزين وصيانة والتخلص من السجلات كالاتى:

تعريف/تمييز السجلات:

حيث يتم تمييز السجلات بأرقام نماذج فريدة لكل سجل.

حصر السجلات:

حيث يتم حصر السجلات المستخدمة فى قائمة السجلات وذلك لضمان توزيع النماذج المعدلة على جميع مواقع الاستخدام المعنية وضمان التطبيق الصحيح لها طبقا نظام الادارة .

جمع وفهرسة السجلات:

يتم تجميع وفهرسة السجلات فى ملفات نظيف وسليمة باسلوب يضمن سهولة الوصول اليها

حفظ السجلات:

تحفظ ملفات السجلات بطريقة منظمة ومرتبة دون تكديس فى تجهيزات المعمل فى الفترة الى يتطلبها العمل من أجل سهولة الاستعمال والاستدعاء السهل عند الطلب ، وتعرف السجلات بالشكل الذى يسهل معرفتها ، ويتم حفظ سجلات المعمل اما ورقيا او بوسائل الكترونية.

حماية وصيانة السجلات:

مسئولية مدير المعمل توفير المكان والبيئة المناسبة لحماية وصيانة السجلات من التلف أو الفساد او الفقد او الضياع وكذلك تحديد المسئول عن كل سجل لضمان حمايتها والمحافظة عليها من التلف ويحفظ هذا المسئول السجلات بأمن وسرية ولايجوز نقل اى معلومات كتابة او على وسائط الكترونية لأى جهة الا بتصريح من الادارة العليا لضمان خصوصية وسرية معلومات العملاء.

يقوم المعمل باعداد اجراءات لحماية ونسخ السجلات المخزنة الكترونيا لمنع التداخل أو التعديل غير المسئول لهذه السجلات.

استدعاء السجلات:

يتم الاستدعاء السهل للسجل من خلال التنظيم والترتيب وتحديد المسئول والتمييز الفريد وعدم وضع السجلات فى غير أماكن تخزينها وعدم حفظ السجلات فى دواليب خاصة لمنع وجود عقبات تعرقل سرعة العمل وانسيابية استدعاء البيانات عند الطلب.

فترة الاحتفاظ بالسجلات

تحدد فترة الاحتفاظ بالسجلات بحيث يتم استدعاء وتتبع أى بيانات مطلوبة عن فترات سابقة.

التخلص من السجلات:

يتم تحديد كيفية التخلص من السجلات بعد انتهاء فترة الاحتفاظ المحدودة.

أنواع السجلات:

تنقسم السجلات الى نوعان رئيسيان هما:

ت) سجلات الجودة:

وتتضمن تقارير عمليات المراجعة الداخلية ومراجعات الادارة وسجلات الاجراءات التصحيحية والوقائية.

ث) السجلات الفنية:

وهى عبارة عن تجميع البيانات والمعلومات الناتجة من اجراء الاختبارات والمعايرات الداخلية التى تبين مستوى الجودة أو مكونات العملية المنجزة ، وقد تتضمن هذه السجلات النماذج والعقود والكتب واستمارات تسجيل النتائج وأوراق المراجعة والعمل ورسومات التحكم وتقارير الاختبار وشهادات المعايرة الخارجية و الداخلية ومذكرات العميل وأوراقه والردود الواردة منه.

ويحتفظ المعمل بدفاتر القراءات الأصلية والبيانات المشتقة منها ومنحنيات الجودة وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الاجهزة المعنية وتفاصيل العينات ومعلومات كافية لتتبع أثر المراجعة الداخلية وسجلات معايرة أجهزة المعمل والأفراد ونسخة من كل تقرير اختبار.

وتقوم ادارة المعمل بتحديد مدة الحفظ لهذه السجلات (وعادة يتم الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5 سنوات)

وسجلات كل اختبار بالمعمل تحتوى على المعلومات الكافية لتسهيل – كلما كان ممكنا – تحديد العوامل المؤثرة على مقدار اللايقين وكذلك امكانية اعادة الاختبار تحت ظروف أقرب ما يمكن من الظروف الأصلية ، كما تحتوى سجلات المعمل على اسماء الأفراد المسئولين عن أخذ العينات وأداء كل اختبار وفحص النتائج ويتم تسجيل القراءات والحسابات فى نفس وقت اجراء الاختبار تحت اشراف اعلى.

ويجب تسجيل النتائج فى دفاتر الملاحظات بالحبر ، وعند حدوث أخطاء فى السجلات لا يتم محوها ويتم شطب الخطأ بما يجعله مقروء وتسجل القيمة الصحيحة أعلاه مع التوقيع عليها من الفرد الذى أجرى التصحيح.

وفى حالة النتائج الى يحصل عليها بواسطة الحاسب الآلى فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنه فقد او تغيير النتائج الأصلية ويمكن ايجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب فى أى وقت ومنع غير المخولين بذلك من الاطلاع او التعديل فى البيانات المسجلة.

الفصل الثالث

الاهتمام بخدمة العميل

أولا: مراجعة طلبات وعقود العميل

يجب على المعمل إعداد إجراءات لمراجعة الطلبات والعطاءات والعقود مع العملاء والتى يتم اتباعها ومراجعة طلبات العميل فى أداء الاختبارات ويتم ذلك قبل التنفيذ الفعلى للاختبارات المطلوبة للتأكد من المعرفة الكاملة للمتطلبات.

كما يتم مراجعة امكانيات وموارد المعمل للتأكد من أن الموارد الطبيعية والبشرية والمعلوماتية ومهارات وخبرات الأفراد العاملين به تفى لتحقيق متطلبات العميل ، وكذلك اختيار طريقة الاختيار المناسبة لتحقيق هذه المتطلبات ، والتأكد من مناسبة توقيتات تسليم النتائج ، وحل أى خلافات بين الطلب والعطاء أو العقد قبل بدء العمل مع الأخذ فى الاعتبار تأثير الجوانب المالية والقانونية والجدول الزمنى.

وتتم نفس المراجعة على أى اختبارات يؤديها مقاول الباطن لحساب المعمل اذا دعت الضرورة للاحتياج له.

ويتم الاحتفاظ بسجل مراجعة الطلبات والعطاءات والعقود المحتوى على أى تغيرات جوهرية وكذلك سجلات المناقشات أو المكاتبات المتعلقة بمتطلبات العميل أو نتائج العمل أثناء فترة تنفيذ العقد وذلك مع تقرير نتائج اختبارات العميل. كما يتم ابلاغ العميل بأى حيود بالعقد.

ثانيا: خدمة العميل

يلتزم المعمل بالتعاون مع عملائه بان يوفر لهم او لممثليهم ما يضمن لهم التحقق من طلباتهم ورصد اداء المعمل فيما يخص اختباراتهم مع التأكيد على السرية وخصوصية معلومات العملاء الآخرين.

قد يحتوى هذا التعاون على السماح بتواجد العملاء أو ممثليهم لبعض أماكن المعمل لمشاهدة الاختبارات الخاصة بهم بشرط أن تتم وفقا للتوقيتات المناسبة للمعمل والا يشاهد نتائج تحليل عينات عميل آخر وبحيث لايؤثر وجوده على تعطيل العمل أو إحداث أى سلبيات تؤثر على نتائج الاختبارات.

يقوم المعمل بالحفاظ على الاتصالات الجيدة مع العملاء مع إسداء النصائح فى الأمور الفنية وإبداء الرأى والتفسير المعتمد على النتائج لما فى ذلك من تقدير للعملاء.

يراعى المعمل الحفاظ دوريا على الافادة من العملاء questionnairs سواء ايجابية أو سلبية وتحليل نتائجها واستخدام ذلك فى تحسين نظام الادارة ومستوى خدمة الاختبارات وخدمة العملاء.

ثالثا: الشكاوى

يجب أن ينتهج المعلم سياسة تحقيق رضاء العملاء وتوفير آلية للتعامل مع وحل الشكاوى وذلك من خلال اجراءات موثقة لتحقيق رضاء العملاء والجهات الرقابية.

وفى حالة ورود شكوى أو تشكيك فى نتائج الاختبارات من عميل يتم فورا للاستجابة لها والتعامل معها من خلال فحصها ودراستها وتتبع جميع مراحل الاختبار منذ أخذ أو استلام العينة حتى تحرير تقرير بالنتيجة ويتم اطلاع العميل على نتائج دراسة الشكوى ، وإذا استدعى يتم تحليل عينات جديدة ، واتخاذ الاجراءات التصحيحية المناسبة لمنع تكرارها وابلاغ الشاكى بالاجراءات التصحيحية وتسجيل الردود فى سجل الشكاوى.

Subcontracting of tests

مبدئيا يجب على المعمل توفير الأفراد والمعدات اللازمة لاستقبال وتحليل عينات العملاء الداخليين والخارجيين لتغطية متطلبات العملاء من الاختبارات ولو أدى الأمر الى العمل وقتا اضافيا ، ولكن عند التحميل الزائد أو الاحتياج لخبرات أكثر أو عند حدوث عجز موقت فعلى المعمل اسناد العمل لمعمل ذو كفاءة ومعتمد دوليا.

وقبل اسناد العمل لهذا المعمل يتم مشورة العميل وأخذ موافقته على هذه الترتيبات كتابيا على أن يكون المعمل مسئولا عن عمل هذا المقاول إلا فى حالة قيام العميل بتحديد المقاول المستخدم بنفسه ، ويراعى المدير الفنى للمعمل عند تحرير تقرير بالنتائج أن يشير بأى وسيلة أن المعمل غير معتمد فى هذه الاختبارات التى قد أداها هذا المعمل المتعاقد معه كمقاول.

فى حالة اسناد العمل كمقاول يتم حفظ سجل له فى المعمل يشار فيه لمدى مطابقته مع المواصفة الدولية أيزو 17025 للعمل موضع الطلب (أى استمرار سريان اعتماده) ، ويتم المحافظة على سجلات لكل المقاولين مع إعداد قائمة شاملة بهم .

الفصل الرابع

شراء الخدمات والتوريدات

يجب أن ينتهج المعمل سياسة انتقاء وشراء أفضل الخدمات والتوريدات بما ينعكس على جودة الاختبارات ، لذا على المعمل أن يقوم بإعداد إجراءات لتحقيق هذه السياسة تتضمن الشراء واستقبال وتخزين الكواشف والمواد الكيماوية طبقا لما يلى:

أولا: تحديد احتياجات الشراء

يجب على المعمل تحديد احتياجاته من المعدات والزجاجيات والمواد الكيماوية والمواد المرجعية والكواشف والمواد المستهلكة المشتراة التى تؤثر على جودة الاختبارات وتحديد المواصفات الفنية لها بدقة فى كراسة الشروط أو عروض الأسعار أو أوامر التوريد.

ثانيا: استقبال المواد

يجب أن يؤكد المعمل على التزام المورد بتوريد الأصناف المتعاقد عليها فى المواعيد المحددة وبالمواصفات المحددة ، ويتم التحقق من المواد المشتراة للتأكد من الوفاء بالمتطلبات الموصفة بواسطة لجان الفحص والاستلام ، ويتم تسجيل نتائج التحقق فى سجلات خاصة بذلك.

ثالثا: تخزين المواد

يراعى عند تخزين المواد الكيميائية التهوية الجيدة للمخزن وحماية المواد من أشعة الشمس المباشرة ، وترك مسافات مناسبة حول المواد تسمح بالتهوية وبالمرور ولاتعوق تداول المواد ، كما يراعى إحكام غلق العبوات وغلق المخزن ووضع لافتات إرشادية عن اماكن تخزين المواد الخطرة والمواد السامة والمواد القابلة للاشتعال ، كما يراعى إتباع أصول التخزين طبقا لنوعية المواد وتوصيات المصنع

ويراعى أيضا تخزين الكواشف والميديا فى مناطق منفصلة عن معمل الاختبار.

ويجب الاحتياط فى التعامل مع السوائل السامة والمشعة والقابلة للاشتعال.

رابعا: اختيار وتقييم الموردين

يقوم المعمل بإعداد سجل لقيد الموردين الذين تم اعتمادهم بواسطته ، ويتم تقييم الموردين للخدمات والمواد الحرجة التى تؤثر على جودة الاختيار طبقا لمعايير محددة تتضمن:

- الالتزام بمواعيد التوريد والكميات المتفق عليها والمواصفات المطلوبة
- وجود مرفوضات فى الواردات أثناء الفحص والتفيتش لها
- السمعة وسابق الخبرات وخدمة ما بعد البيع
- مدى الالتزام بتطبيق متطلبات الجودة

ويتم الاحتفاظ بسجلات التقييم ونقل اسم المورد غير الجيد الى سجل الممنوعين من التعامل.

Annex 2
الملحق الثـــانى

Quality Control / Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Introduction:

Quality Control and Quality Assurance (QC/QA) are two important, if not critical, parts of meeting Data Quality Standards (DQS). The EEAA laboratories must detail how QC/QA (DQS) standards will be set, data checked, standards maintained, and explain how failure of standards will classify the affected data. Both field and lab practices contribute in reaching these objects. The term quality assurance describes the system of activities intended to provide evidence to the producer or user of a product or service that it meets predefined standards of quality with a stated level of confidence. It consists of related but independent activities: quality control and quality assessment.

Quality control describes those activities and procedures used internally (within a lab or in the field) to produce consistent and reliable data. Quality assessment deals with activities to independently evaluate data quality, after a value is produced by the analysis method used. This section is a minimum outline of methods and procedures the EEAA must consider in developing the site-specific DQS for both field sample collection and lab analysis. Scientifically valid test data does not just happen ,it results from careful work and has a considerable cost, in both time and money.

Poor quality data could lead to placing the facility into assessment monitoring or corrective action when it isn't necessary. It is impossible to provide high quality analytical data on low quality samples. It should be your lab's policy to give higher priority to data quality over data quantity. However analytical data can only be as good as the samples analyzed. Sample shortcomings can include:

- That is not representative of the matrix (media) being assessed;
- Which is collected in insufficient amounts for the analytical method used; or,
- Where samples are contaminated by sampling or handling procedures.

Data of this type cannot be made representative, increased in quantity, or corrected for contamination by lab efforts. The lab must assume that everything in the sample container constitutes the sample, that the sample was collected and preserved properly, and that it does not contain extraneous contamination. Due to the sophistication of today's measurement techniques and their cost, considerable planning may be necessary to assure meaningful test data. The goal is to collect an appropriate number of high quality samples representing the environmental entity being tested. Reduced numbers of samples require even better planning to assure that any gaps in the data set, caused by omissions or post-analysis data rejection, don't weaken conclusions or preclude decision-making.

Field Activity:

QA/QC in the field requires attention to the following:

1) Meter checks and calibration;

2) Sample point assessment;

3) Assessment of sampling equipment;

4) Duplicate samples;

5) Split samples;

6) Blanks;

7) Field sample data sheets;

8) Request for analysis forms; and,

9) Chain-of-Custody forms.

Meters Calibration. Meters used in the field to measure such parameters as depth to water and depth to bottom, temperature, pH, specific conductance, oxidation-reduction potential, dissolved oxygen, and turbidity, must be checked and calibrated, according to each meter manufacturer's recommendations. All information pertinent to meter checks and calibration, such as date, time, field personnel name(s), weather, check/calibration standards, and meter problems, should be recorded in a logbook dedicated to the meter. Details for the sampling procedures are found in Annex (1).and in each meter manufacturer's operation manual. Project logbooks must contain all meter types used for each sample event. Specific meter logbooks are considered as part of the site operating record. The logbooks must remain with that record when not in use. Meter specific logbooks must remain with the meter. Copies of all meter logbook entries pertinent to the facility must be included in the site operating record.

Sampling Point Assessment. For water sampling, upon arrival to the location, certain observations should be recorded on a field data sheet or in a notebook dedicated to that site. These observations should include, but are not limited, to the following:

- Any odors or any unusual conditions at or around the sample site (such as standing water, nearby construction, etc.);
- Ease of access to the sampling location (the presence or absence of any intrusive vegetation, equipment, refuse, steep or slippery slopes, etc.);
- approximate flow rate of stream, if applicable;
- condition of the sample point or fixed sample device;
- level of water in reservoir, if applicable;
- tidal stage of estuary or coastal stream, if applicable; and,
- weather conditions.

All logbooks are part of the Site Operations Record.

Sampling Equipment. The type and condition of purging and sampling equipment should be recorded in the site logbook, including any decontamination information that may be pertinent. Any operational problems or peculiarities should be noted, along with any repairs made to the equipment. A typical check list should consider the following:

- make(s), model(s), and condition(s) of pump(s) used;
- brand and size of tubing used;
- make(s), model(s), and condition(s) of field parameter measurement equipment (meters,

flow-through cells, tubing, valve(s), transducer(s), generators, power cable(s), battery (ies),etc.);

- spare batteries or power backup for each piece of equipment, as needed;
- type and amount of liquid or powdered detergent, if used;
- type, source, and amount of rinse water used (non-potable, potable, commercial, lab,
distilled, demonized, etc.);
- type, source, and amount of other cleansing/rinsing agents, if used (alcohol, hexane, acid, etc.);
- cleaning tools used (brushes, sponges, towels, etc.);
- decontamination location (lab, office, field work site, motel parking lot, etc.);
- weather during decontamination, if performed outside;
- date, time, and field personnel present during decontamination procedure(s); and,
- any other information deemed important.

Duplicate Samples. The best single estimate of precision for the overall monitoring program is the comparison of blind duplicate samples (Annex 2) . The variability in the results obtained from duplicate samples is a sum of the sampling and analytical variability, and is the most meaningful measure of uncertainty in the individual samples obtained. Duplicate samples are collected as independent samples, blindly labeled, and should use the same sampling procedures (i.e. separate grab samples with a bailer or consecutive samples). A duplicate sample shall be collected once for every field day, or every ten samples, or once per sampling event, whichever is more frequent. Duplicate samples may not account for poor or improper decontamination.

Depending on the lab's QA procedure, and when the quantity of sample permits, a lab replicate is analyzed every tenth sample for each type of matrix in the analytical run (i.e. water, soil, etc.), and must fall within control limits. These limits are based on historical data from the previous year, if available. Replicates are used to determine the method's precision.

.

Split Samples . The same crew, or a separate crew, can collect split samples. One or two different labs independently perform the analysis of each sample set (Annex 1). Generally, when the lab requires a split sample it will send out a team of their samplers to collect one or several sample sets when the permittee's field crew is collecting theirs. The lab will then transport the samples to the lab, or other contract lab for analysis. There are several methods to split a sample. At this time the lab recommends split samples be taken from a pooled aliquot.

Field Blank Sample. A field blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the field. There are three types of field blanks collected for each sampling event: equipment; transfer; and, trip blanks (Annex 3).

- Field equipment blanks are pure water samples (RO/DI) transported to the site then exposed to equipment that has been decontaminated in the field and stored in the appropriate containers for analysis by the lab. Required only if non-dedicated purge and sample equipment is used. This blank will determine the effectiveness of decontamination procedures.

- A field transfer blank involves the transfer (pouring) of (RO/DI) water from a clean, lab supplied container, into a complete set of sample containers for analysis of all inorganic parameters required.. This transfer blank shall be performed at or near one of the site sampling locations. Contamination found in the field transfer blank indicates the presence of contaminants:

1. in the ambient air at the site;
2. in the blank water; or,
3. in the “clean” sample containers.

- A field trip blank (field or transfer blank) is for sites requiring sampling of organics and/or pesticide analysis. The field crew transfers organic-free RO/DI water from a clean, lab-supplied container, into the appropriate, clean sample container(s) while at the sample location.

Field Sample Data Sheets. All activity taking place shall be recorded on an approved field sample data sheets (FSDS). The FSDS shall be designed such that it can accommodate information from sampling activities at groundwater, surface water, wastewater , soil sample, and leachate treatment and collection sites. Information to be considered for recording on the FSDS includes, but is not limited to, the following:

- sampling location and source ;
- condition of sample site;
- meter(s) used for field parameter determination;
- depth to water and depth to bottom;
- well casing inside diameter and borehole diameter, if needed;
- purge volume calculations (casing or borehole volume method, as applicable);
- purge and/or sample equipment (e.g. dedicated/disposable bailer, bailer dimensions.

Chain of Custody and Request for Analysis Forms. The "Request for Analysis Form" is an important element for logging coded samples into the select laboratory. It serves as documentation linking analytical data in the lab’s information management system with the appropriate project or monitoring event. Certain information on the form is absolutely necessary. Such information as the Sampling Location/Site should be kept short but be as descriptive as possible. The Request for Analysis

form usually contains the only information the lab has about sample origin, possible contaminants and sources, conditions of collection, etc. It would be helpful, when the field sampler has kept a field notebook, if pertinent information was transcribed onto these forms. Information, such as "suspect cyanide in samples," "diesel spill," "samples contain elemental mercury," should be noted as a safety warning to any person that will subsequently be handling the samples. When a sampling event is only one of several, assure the same project name is used on each Request for Analysis for each sampling event. As each case is completed and reported, a database is updated, linking the project name with appropriate case numbers and reporting date. If several sampling events related to the same project are listed using different names, it may be impossible to connect them in the future. The following information is recommended to be included on the Request for Analysis form:

- sampling site description;
- date and time of sample collection;
- sample matrix (wastewater ,surface water, sea water , groundwater, drinking water, soil, sediment, etc.);
- volume and number of sample bottles
- analysis requested;
- preservative(s) and amount (if applicable);
- sampler's name;
- purpose for sampling;
- description for each discrete sampling location;
- blind coded container ID number(s) (in spaces provided); and
- request analysis for a specific analyte by name or test group

Flag on the Request for Analysis samples known or suspected to contain sewage, cyanide, toxic solvents or heavy metals, etc. This is safety information for any person who will subsequently handle the container and sample material. The holding time for a sample begins when the

sample is collected, not when it arrives at the laboratory. This could lead to problems for samples having extremely short holding times, such as nitrate, BOD5, orthophosphate, turbidity (48 hours), and chromium+6 (24 hours). Should a sample exceed the holding time, the test will be performed, but results will be reported as an “estimate”, and the data flagged. Continued failure to analyze within method holding time will require immediate re-sampling until a valid sample is analyzed.

Laboratory Activity:

Before, during, and after field sampling activity, the laboratory which will analyze the samples must have a QC/QA procedures. These include attention to the following:

1) QC/QA manual;

2) Standard operation procedures (SOP's);

3) Calibration ;

4) Method blank;

5) Matrix spike and matrix spike replicate;

6) Surrogate spikes ;

7) Anion/cation balances ;

8) Quality indicators and data quality objectives;

9) Corrective action;

10)Preventive maintenance;

11) Training requirements;

12) Documents and records;

13) Quality control requirements

14) Equipment testing, inspection and maintenance. :

QA/QC Manual. Prior to performing any laboratory analytical work, the laboratory should prepare , maintain and implement a QC/QA Manual. The laboratory QC/QA manual must document explicitly the approved methods used to meet or exceed the program's minimum analytical criteria.

Analytical Methods (SOP's). Annex (3), presents quality indicators of the analytical test methods. Further refined EPA methods can also be used (e.g. Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry for trace metals). Every contract laboratory used for analytical purposes must document in their QA/QC Manual the equivalent or improved methods for permit-required analytical tests. Monitoring will be conducted in accordance with EPA-approved or standard analytical procedures. For usual water parameters, approved analytical methods, method detection limits, minimum reporting limits, and accuracy and precision values applicable are given (Annex 3) . All equipment and sampling kits used by Water staff in the field should meet EPA- or similar standard approved methods. For safety and to avoid contamination, the storage will be in a lockable cabinet.

Calibration:

Though much attention is given to the generation and evaluation of known standards, reference samples, blind standards, and matrix spikes in ensuring analytical accuracy, perhaps the most overlooked aspect is calibration. Analysts are provided with a wide array of options, including instrument pre-programmed calibrations, hand-drawn calibration curves, the use of sophisticated scientific calculators, and even computer software. Field instruments will be calibrated according to the manufacturer's instructions prior to using the instruments. For example, pH meters will be calibrated according to the manufacturer's

specifications using pH buffers at 4.0, 10.0 and mid-range. If equipment and/or kits require calibration immediately prior to the sampling event, the calibration dates will be noted on the checklist. When field instruments require only periodic calibration, the record of this calibration will be kept with the specific instrument. Water staff in each lab will ensure that instruments are calibrated correctly. The laboratory will follow the calibration procedures found in the laboratory's Standard Operating Procedures (SOPs). The calibration process entails establishing a relationship between instrument response and concentration of analyte. The following "rules" should be applied to this process to ensure the generation of accurate data.

Use an Appropriate Number of Standards. Calibrations must be constructed using at least 3 standards and a blank. The majority of the instruments used in the environmental laboratory relate response to concentration linearly, or transform the primary signal to produce a linear output. Although deviations from linearity are encountered in the analytical range, they are more common at the extremes, where detector saturation or insensitivity are the culprits. The simplest means to generate a calibration curve is linear regression; the most defensible way to do this is to establish concentration as the **x**-axis and response to the **y**-axis.

Know When to Include a Zero. Unless you are using a calibration algorithm that fits points exactly, you will have to decide what to do about blank signals. A good rule of thumb to follow is: if you can adjust your instrument to read zero in the presence of a blank, then include a zero point in your calibration curve. Including a zero is generally appropriate for colorimetric procedures which use a spectrophotometer to measure response.

Do not Force Curves Through Zero. Doing this manipulates the data mathematically to obtain a y-intercept equal to zero. As a result, we lose valuable information about the lower limits of the analytical signal, and a good estimator of the limit of detection on the calibration day. Even when it is justified to include a zero point in the calibration curve, forcing the intercept to read zero is not.

Evaluate the Accuracy of the Calibration. Unfortunately, little advice beyond, essentially, "plot concentration vs. response" is offered by most analytical methods. Consequently, these types of curves are occasionally encountered. Take note that a line "of best fit" drawn through a set of calibration points is just that. Without a means of evaluating the resultant line, data quality can suffer. One measure of a particular curve's validity is the correlation coefficient. A correlation coefficient of at least 0.995 generally indicates acceptable characterization of the curve. If this degree of correlation is not obtained, the reason for the lack of linearity should be investigated, any necessary corrective action taken, and a new calibration curve must be constructed. Many inexpensive scientific calculators provide the correlation coefficient of a set of data with a single keystroke. Another way of evaluating a calibration curve is to utilize the calibration equation (e.g., slope and intercept) to convert the response obtained for the calibration standards into concentration. This "predicted" concentration should agree reasonably well with the known, or "true" concentration of the standards. Opinions differ as to what constitutes "reasonable" agreement, however, if the predicted concentration is generally within 5-10% of the "true" concentration, the calibration is acceptable.

Define the Calibration Range Properly. The calibration range should be appropriate for the samples being analyzed (i.e. don't calibrate from 1 to 5 mg/L when all the samples fall between 0.05 and 0.5 mg/L). For low level work, it is best to choose points above, but near detection limits. For

high level work, defining the upper limit of the calibration range is more important. The most accurate results are obtained when the signals of unknowns (i.e., samples) are close to those found in the knowns used to establish the calibration curve. A good calibration curve is like a well-maintained highway: it has legible signs and evenly spaced markers. All curves should be accompanied by the equations or coefficients that define them and should be generated using, as much as possible, evenly distributed points, the more (at least three), the better. Always use the full calibration curve to quantitate samples.

Pre-programmed Calibrations. A number of commercially available spectro-photometers and other equipment offer “pre-programmed” calibration curves for many of the routine wastewater tests, including chlorine residual, and phosphorus. The use of pre-programmed calibrations is unacceptable. The laboratory must generate its own standard curve. A manufacturer's claim that their method is approved or acceptable does not mean that the approval extends to pre-programmed calibrations. When the EPA extends “approval” to one of these manufacturers that their particular technique is “equivalent” to a referenced EPA method, the approval is granted on the basis of no significant difference in the stoichiometry or chemistry of the procedure.

Hand-drawn Calibration Curves. Many laboratories use a calibration curve constructed manually by plotting the concentration of on the x-axis and absorbance on the y-axis. A straight line which best fits the data points is then drawn, and sample concentrations are determined using the "best fit" line to convert absorbance into concentration. The laboratory certification and registration program discourages this practice because there is significant variability in both how the scale of the graph is constructed, and how any individual draws the "best fit" line through the calibration data points. This degree of variability makes it difficult to trace your results as they appear on the discharge monitoring report (DMR) back to the raw data. The best fit line becomes the one you drew,

and not necessarily the one that best represents the relationship between concentration and instrument response. One part of the audit process will be to verify that the absorbance for a particular sample indeed relates to the concentration reported on the DMR. Traceability of results is a critical requirement of laboratory record-keeping practices.

Instrument Calibration. The instruments should be calibrated each time they are used. The degree of calibration depends on the instrument. Commonly used is the calibration regression for spectrophotometers, auto-analyzers, and ion chromatographs, constructed using a reagent blank, and at least three upscale calibration standards, evenly dispersed throughout the calibration range. Correlation coefficients from regressions must be ≥ 0.9950. Calibration curves are verified for accuracy, using one or more QC standards, one of which is mid-range on the calibration curve, and must fall within control limits. This standard is often referred to as a Laboratory Control Standard (LCS). The origin of the LCS is different than calibration standards. A high to mid-range calibration standard is used for a calibration check standard (CCS), or continuing calibration verification (CCV) standard. The CCS is analyzed every 10 samples to assess initial calibration drift and sensitivity, and must fall within control limits. When an analytical test is proven stable, the calibration check standard frequency may be reduced, but one is always run at the end of a sample batch.

Not every instrument is calibrated every time it is used. In some cases, saved calibration routines are used, but verified by QC checks. Although it really is better laboratory practice to create a new calibration with every analysis, this is not always the case. Laboratories should use, at a minimum, a calibration blank and at least two calibration standards. The lowest calibration standard should be equal to the Method Reporting Limit. The laboratory should only report concentrations that fall between the lowest and highest calibration standards. The laboratory should also

be free to include more calibration standards that can fall anywhere within this range. A few analytical techniques may show non-linearity at high or low concentrations (within the calibration range), so labs may choose to cluster some standards. As a result, I would drop the statement that the calibration standards must be evenly distributed. All calibration (new or stored) should be checked with a LCS and CCV:

-A second source Laboratory Control Standard (LCS) should be analyzed following every initial calibration. The acceptance standards for the LCS should be at least ±10%.

-A Continuing Calibration Verification (CCV) should be analyzed at a minimum twice during an analytical run--once at the beginning and once at the end. Good laboratory practice is to analyze a CCV with every 10 samples. The concentrations of the CCVs analyzed during a single analytical run should varied within the calibration range of the instrument. Acceptance limits for CCVs should be ±10%.

Balances are routinely calibrated using NIST "Class S" weights, from 0.001 to 100.0 grams. Document results in a bound notebook. Thermometers used in incubators, ovens, and water baths, are referenced periodically to an NIST certified thermometer. Document the results. Calibrate pH meters with pH 4.0, pH 7.0, and pH 10.0 buffers. Document results in logbooks. Gas chromatographs are calibrated with each use, using instrument blank and calibration standards. The first calibration standard is used to check instrument response, based on the previous calibration, and to update the initial calibration. Mid-range calibration standards are run during, and at the end of the sequence, and must fall within control limits. The GC/MS system is tuned daily to meet specifications outlined in the method. Calibration standards are run to establish response factors, with respect to the internal standards, for each compound tested, during sample analysis. Each sample is spiked with one to three surrogate standards, which must fall within control limits, to verify the calibration throughout the analytical period.

Method Blank. A method blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the lab. There are three types of common lab blanks used for each sampling event: transport; transfer; and, method blanks (Annex 4).

• A lab transport blank (trip blank) is required for all sites that collect samples. This involves containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate presence of ambient contaminants:

(1) in the lab during the time of analysis; or,

(2) in the blank water.

The validity of this latter possibility could be determined through the analysis of a method blank.

• A lab transfer blank may be required for other non-volatile organic compounds (VOC), or other pesticides parameters to be analyzed. The corresponding sample type containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate a presence of ambient contaminants:

1. in the lab during the time of analysis; or,

2. in the blank water.

• A lab method blank is composed, most often, of RO/DI water, to which all reagents are added and analytical procedures performed. This blank does not leave the lab. Method blanks are analyzed daily, or at a

minimum frequency of 1 per 10 samples, to assess possible contamination from the laboratory, so that corrective measures may be taken, as necessary.

A method blank is required at a frequency of 1 per sample batch per matrix type per sample extraction/preparation method. If an analyte is identified in the method blank, the concentration should be less than 10% of the lowest concentration identified in the samples.

Matrix Spike and Matrix Spike Replicate . A matrix spike is included to identify any possible analytical interference (Annex 2). Generally, matrix spike/matrix spike replicates are used on analyses where contaminants are not routinely detected. Matrix spikes should be included at a frequency of every 1 in 20 samples . Spike recoveries are used to determine test method analytical accuracy. Every sample observed to exhibit matrix interference is analyzed using "Standard Additions" method. Sample dilution is sometimes used to minimize interference. Some methods require the use of an interference check standard to ensure that interferences are being corrected for. Matrix spikes should have a recovery of ± 20%. A matrix spike replicate or an analytical replicate is done as above, but a replicate from a single sample is carried through the entire analytical sequence. Matrix spike replicates should be analyzed with every 20 samples. The acceptance limit for duplicates should be ±10%.

Surrogate Spikes. Surrogate spikes (Annex 2) should be included with all organic chromatography methods. Spikes are added to each sample, standard or blank analyzed, as a quality control measure. Percent recovery of these surrogates must fall within a specific range for the analysis to be considered "acceptable." Anywhere from one to three surrogate compounds per method, depending on the method. Problems

can occur with surrogate recoveries on samples containing elevated concentrations of one or more analytes. Surrogate spikes are prepared at a concentration to function within the normal calibration range of the analytical instrument. Observation of very high concentrations of one or more analytes requires sample dilution to bring these elevated concentrations within the valid concentration range. Substantial sample dilution often results in surrogate concentration dilution to a level below their detection limit.

Anion/Cation Balances. Anion-cation balances provide a means of evaluating overall laboratory performance. Theoretically, samples with a neutral charge should be composed of an equal number of positively charged ions (cations) and negatively charged ions (anions). The concentrations of common cations and anions in a sample (reported in mg/L), are converted to milliequivalents per liter (meq/L), based on atomic weight and the valence of each constituent. The relative percent difference (RPD) between the cation and anion sums is then evaluated. Theoretically, the cation and anion sums in a sample with a neutral ionic charge, should be the same. Any imbalance in the charge exceeding acceptable standards indicates the cation and/or anion concentrations may be over or under reported. Ion balance should be within ± 10% for samples with a total dissolved solids concentration of more than 100 ppm. If there is no balance, a corrective action process should be initiated.

- In highly turbid groundwater samples, the concentration of a given metal, expressed as total recoverable, can be significantly different than the concentration of the same metal, expressed as the dissolved portion of that metal in the water sample. This situation is common at many solid waste facilities, and often leads to cation-anion balances with relative percent differences (RPDs) exceeding 20%.

- In relatively clean water samples, in which the inherent total cation and anion milli-equivalents are low, a relatively small difference in values,

when viewed in terms of absolute magnitude, can significantly affect the RPD. In such situations, it may be more prudent to evaluate cation-anion balances in terms of absolute variances, rather than RPD. Using an acceptance criteria of ± 0.2 meq/L, rather than a percent difference, in samples where the total anion milliequivalents are low (e.g., 0.0 – 2.0 meq/L), recognizes the fact that an absolute difference of 0.2 meq/L between total cations and total anions can generate a large RPD.

Quality Indicators and Data Quality Objectives:

Quality Indicators. Data Quality Objectives (DQOs) are the quantitative and qualitative terms that water staff members use to describe how good the data need to be in order to meet the project's objectives. DQOs for measurement data (also known as data quality indicators) are precision, accuracy, representativeness, completeness, and comparability, etc. The overall QA objective for analytical data is to ensure that data of known and acceptable quality are provided. To achieve this goal, the water staff must review the data obtained for quality indicators (Annex 3). These are necessary attributes to ensure that analytical data are reliable, scientifically sound, and defensible.

Lower Limit of Detection (LLD). Lower limit of detection (LLD) or limit of detection (LOD) or minimum detection limit (MDL) is the concentration of the analyte giving a signal equal to the blank plus 3 × the standard deviation of the blank. Because in the calculation of analytical results the value of the blank is subtracted (or the blank is forced to zero) the detection limit can be written as:

LLD, MDL, LOD = 3 × s_{bl}

At this limit it is 93% certain that the signal is not due to the blank but that the method has detected the presence of the analyte (this does not mean that below this limit the analyte is absent). The calculated LLD, MDL or LOD should be evaluated using several checks to determine if it will meet all of the necessary criteria. The following five actions, which will be collectively referred to as the "Five Point Check", are simple ways to evaluate a calculated LOD :

1. Does the spike level exceed 10 times the LOD? If so, the spike level is high.
2. Is the calculated LOD higher than the spike level? If so, the spike level is too low.
3. Does the calculated LOD meet regulatory requirement (i.e., permit limits)?
4. Is the signal/noise (S/N) in the appropriate range?
5. Are the replicate recoveries reasonable?

Items 1, 2, and 3 are requirements for all LODs. Because even the lowest permit limits are substantially greater than the LODs which can be reasonably achieved for BOD, TSS, ammonia, and phosphorus, item 3 can be ignored for wastewater laboratories whose testing is limited to these parameters. Items 4 and 5 are not required, but are useful for evaluating the LOD data. Due to the dependence of precision on concentration, the calculated LOD must be greater than one-tenth of the spike level. This is the maximum concentration for an LOD study, and concentrations below this maximum are preferable. At the other extreme, the calculated LOD must not be higher than the spike level. Logically, if the calculated LOD exceeds the spike level it is not statistically possible to differentiate the spiked samples from a blank (and the precision of the determination was very poor!). The following inequalities are useful for evaluating a calculated LOD:

Accuracy (Recovery). Laboratory accuracy is evaluated by the percent recovery (%R) of the target analyte in spiked samples and also by the

recoveries of the surrogates in all samples and QC samples. Recovery is defined as the 'fraction of the analyte determined after addition of a known amount of the standard analyte to a wastewater sample'. In practice, control samples are most commonly used for spiking. The sample as well as the spikes are analyzed at least 10 times, the results averaged and the relative standard deviation (RSD) calculated. The recovery is calculated with:

Recovery, % = [(X_s – X)/ X_{add}] x 100

Where

X_s = mean result of spiked wastewater samples
X = mean result of unspiked wastewater samples
A_{dd} = amount of added standard analyze

Trueness. This is expressed by the equation:

Trueness, % = (X / μ) x 100

Where

X = mean of test results obtained for reference sample
μ = "true" value given for reference sample

Bias. It is more commonly used than trueness, and expressed by the equation:

Bias, % = [(X – μ) / μ] x 100

Precision. Precision is a measure of the degree to which data generated from replicate or repetitive measurements differ from one another. If calculated from duplicate measurements, relative percent difference is the normal measure of precision.

RPD = [(C_1 x C_2)/ (C_1 + C_2)/2] x 100

Where

RPD = relative percent difference

C_1 = larger of the two observed values

C_2 = smaller of the two observed values

Better results are obtained from replicate analyses performed on a reference sample. Numerically, precision is expressed by the relative standard deviation *(RSD)* or coefficient of variation *(CV)*

Precision, % = (S/X) x 100

Where

X = mean of test results obtained for the reference standard sample

S = standard deviation of x ,[$\mathbf{S^2 = \sum (X_1 - X)^2 / n-1}$]

n = degree of freedom

Range is often used as an index of precision. For measurements such as pH, where the absolute variation is more appropriate, precision is usually reported as the absolute range of duplicate measurements:

$D = m_1 - m_2$

Where

D = absolute range

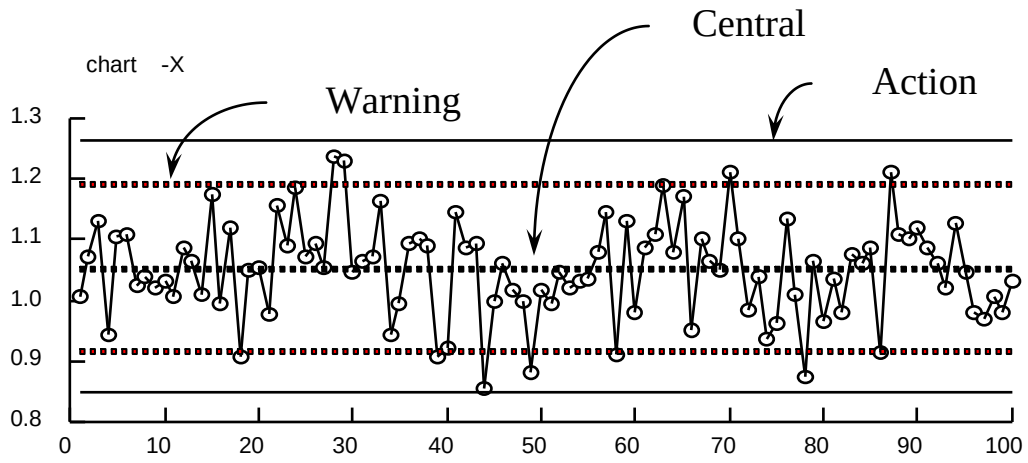
m_1 = first measurement

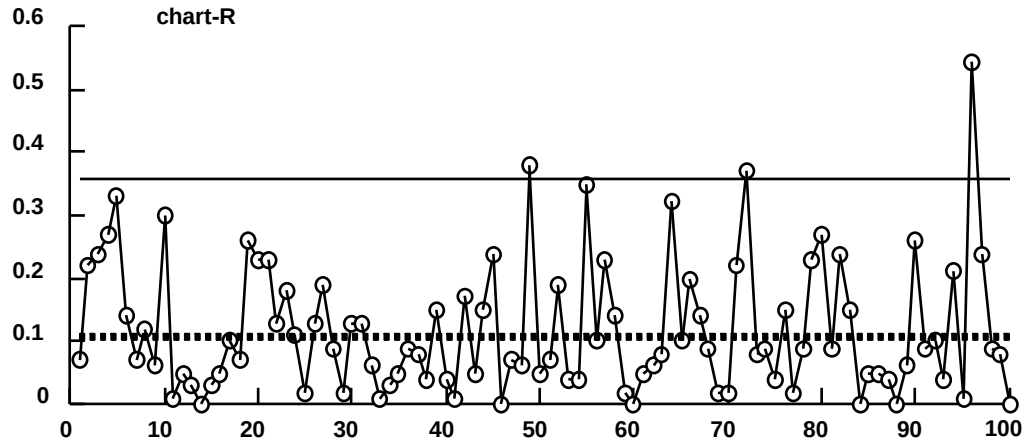
m_2 = second measurement

Control Charts. Control charts are used for recording internal quality control data .The principle of control charts is that internal quality control (IQC) data can be graphically plotted so that they can be readily compared and interpreted. Various types of control charts can be used

such as X-chart and R-chart. X-chart is a graph with time (or assay batch) on the x-axis and the concentration of the variable in the reference material on the y axis. The mean of a number of control values obtained over a suitably long period of time is used as the central line in the chart. Two other lines above and two below the central line are also drawn. These are the upper and lower warning limits and the upper and lower action limits. The limits are based on two and three times the standard deviation of the batch means, respectively. Provided the distribution is normal, 95 per cent of results from assays in control will fall between the two warning lines. Action lines are normally placed at three standard deviations to either side of the target line and 99 per cent of normally distributed results should be between the action lines. Examples of typical X- charts are shown below.

An R-chart is a similar control chart in which the mean range of repeated measurement is used as the central line, the control values being the difference between highest and lowest response value for a control sample in one batch. R-charts are normally used only with action limits. In the regular day-to-day use of the control charts, an aliquot from an appropriate reference material is analyzed with every batch of samples and the measured concentration of the variable in the aliquot is plotted on the chart.





Typical X-chart and R-chart

Out-of control situation exists according to ISO 13530 when:

(1) One control value lies outside the action limit,

(2) Two consecutive control values lie outside the warning limits,

(3) Seven consecutive values appear with raising or failing tendency,

(4) Ten out of 11 consecutive control values lie on one side of the central line in case of X-chart,

(5) Seven consecutive values lie above the central line in R-charts.

Out-of control situation requires prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data. Results outside the action limits should prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data.

Reproducibility. This is a measure of the spread of results when a sample is analyzed by different laboratories .This is a measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference material under different conditions (execution by different persons, in different laboratories, with different equipment and at different times). The measure of reproducibility R is the standard deviation of these results s_R, and for a not too small number of data ($n < 8$) R is defined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{R = 2.8 \times s_R}$$

(Where $2.8 = 2\sqrt{2}$ and is derived from the normal or Gaussian distribution; ISO 5725).

Repeatability. The measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference standard sample under the same conditions (job done by one person, in the same laboratory, with the same equipment, at the same time or with only a short time interval). Thus, this is the best precision a laboratory can obtain: the within-batch precision. The measure for the repeatability r is the standard deviation of these results s_r, and for a not too small number of data ($n > 10$) r is defined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{r = 2.8 \times s_r}$$

Representativeness. Representativeness is the degree to which data from the project accurately represent a particular characteristic of the environmental matrix that is being tested. The Water staff designs the sampling scheme, including sampling locations and the number of samples to ensure representativeness of samples of each matrix or product of chemical processes being sampled. The Water staff also

ensures representativeness of samples by adherence to standard field sampling and analysis protocols and by using standard laboratory protocols.

Completeness. Completeness is the percentage of valid results obtained compared to the total number of samples taken for a parameter. Since sampling during inspections, complaint response and technical assists are usually grab samples and limited in number of samples, the lab expects the number of valid results from the analyses to be equal to or better than 85%. A simple equation for completeness is defined as:

% C = (V/T) x 100

Where % C = percent completeness

V = number of measurements judged valid

T = total number of measurements

Comparability. Comparability is a qualitative term that expresses the measure of confidence that one data set can be compared to another and can be combined for the decision(s) to be made. The Water staff ensures Comparability by using standard sample collection, preparation and handling procedures, EPA-approved analytical methods and holding times, and by following the QA/QC protocols set by the lab.

Corrective Action:

An appropriate series of corrective actions can be taken to keep the Quality control, these are:

- Review quality control limit calculations for obvious errors.
- Rest the data for outliers, exclude any that are identified as such, and re-calculate control limits.
- Review matrix spike preparation procedures to determine if any errors were made.

The laboratory continually monitors their results for quality control sample determinations and takes appropriate action to correct problems. Frequently, samples may be re-analyzed after an analytical problem is corrected. This is also the case for location measurements with respect to check standard results. Due to sample holding time limitations, re-analysis is usually not possible if problems are discovered in field QC data. Corrective courses applying to subsequent data collection are possible . However, if data are compromised due to poor precision, the source of the variability will determine the course of action that is required. Possible actions include:

1) Changing the standard operating procedures or instrumentation.

2) Informing the laboratory when lab error appears to be the source (and possibly changing analytical methods);

3) Re-evaluating the required precision, when it appears that the required error is unattainable.

A persistent, consistent bias in the data may warrant adjusting the values, otherwise the corrective action for bias will be to inform the lab, which will be expected to address the problem. Significant changes in methods, instrumentation, or methodology will be made only after it has been documented that these changes will not bias the data. Summary of an internal quality control program f or each parameter is:

- Analyze five standard solutions at six different known concentrations covering the working range to develop a calibration curve or, when a calibration curve already exists,

analyze two standard solutions at different known concentrations covering the working range to validate the existing calibration curve.

- Analyze one method blank per set of 20 wastewater samples.
- Analyze one field blank per set of wastewater samples.
- Analyze one duplicate of a wastewater sample chosen at random from each set of up to 20 samples.
- Analyze one wastewater sample that has been spiked with a known amount of the variable as a recovery check. This sample should have a matrix similar to those of the wastewater samples being processed.

When data quality criteria are not met, corrective action procedures must be put into effect. As a general guideline, if ion balances do not agree within ± 10%, then a corrective action process should be initiated. For duplicate samples, the routine precision criterion is ± 20% Relative Percent Difference (RPD), unless the value is less than 2.0 meq/L. If so, then use ± 0.4 meq/L. These criteria may not be achievable at very low concentrations, and in this case precision is determined by absolute range of duplicate analyses. Field duplicates are collected at a ten percent frequency, and are used as a quality control check on the overall monitoring system. The QA chemist reviews field duplicate precision, and corrective action is initiated when poor precision is obtained. This corrective action process may include reanalysis, when holding time and sample quantity permit.

When an “out of control” condition is identified (e.g. either control limits or holding time has been exceeded), the analyst is responsible for initiating corrective action, which may consist of:

• The analytical system is recalibrated or verified, and the analysis is repeated, if holding time and remaining sample volume permits.

• The “out of control” condition is documented, corrective action is taken, and the results are documented on an Incident Report Form and should be investigated .and corrected. If time for reanalysis exceeds the allowable holding time for the analyte, then the following procedure is suggested:

1. The sampler is notified, and re-sampling is requested, or
2. If re-sampling is not feasible, and the particular analytical results are not critical, then the initial analytical results are flagged and reported as an "estimate", indicating that all of the QC criteria have not been met.

Preventive Maintenance:

Preventive maintenance is performed, according to the procedures and the frequencies outlined in instrument manufacturers’ manuals. Control charts indicating trends, or exceedance of control limits, are employed to help identify equipment possibly requiring servicing or maintenance. Instrument maintenance logs are kept. This log documents repair and/or maintenance. Maintenance contracts are obtained for analytical balances, autoclaves, and analytical instruments, to assure their performance remains accurate and dependable.

Training Requirements:

Water staff are required to have training in analysis, instrumentation, applied statistics, quality, sampling, sampling handling and transport, sample documentation. Training should also includes filling out the "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms", field analysis, and filling

out the "Sampling Checklist". However, training may also be obtained by "mentoring" provided by senior staff, and by coordination with the subcontracted laboratory or universities and institutions. Laboratories performing analytical work for EEAA should have extensive knowledge and skill in execution of the analytical methods being requested. Information on laboratory staff competence is usually provided in the Quality Management record.

Documents and Records:

The water staff fills out the "Sampling Checklist", and a field logbook or field data sheets with "write in the rain" ink or pencil, as appropriate. Changes are made by crossing out errors and adding correct information. The checklist, logbook or data sheet should not be erased. Logbooks should be bound with numbered pages shall include:

In addition to the checklist, field logbooks, field data sheets, "Chain-of-Custody" , "Transmission Forms" , laboratory analysis and laboratory QC reports , documentation may include:

- Investigation summary
- Inspection checklist
- Record of sampling
- Inspection report
- Laboratory raw data,
- Discharge monitoring reports (DMRs)
- MSDS sheets, chemical labels, photographs, drawings
- Permits, certifications, authorizations,
- Workplans, monitoring plans
- Correspondence with affected/involved parties, agencies, or others.

All documents, records, data collected, final "Sampling Checklists", and final reports shall be be stored. Pertinent data, which has been verified

and validated, must be entered into the STORET database system, when available. This information may be requested by the water staff. The laboratory is responsible for verification and validation of its laboratory analysis results prior to release. The Chain-of-Custody or Transmission form and laboratory QC sheets will accompany all laboratory data results back to the water staff and the laboratory will provide information to the water staff on any qualified data results.

Data Reporting. Only data that have been validated and qualified, as necessary, shall be entered into water analysis databases. If, for any reason, the inspection schedules, sampling and analytical procedures specified cannot be followed, the water staff will describe these departures along with any QC/QA corrective actions in the "Sampling Checklist" and relay this information to the quality manager. for resolution. Database entries will be flagged as appropriate if they are outside QC/QA acceptable ranges. If necessary, the final report will discuss any QC/QA issued raised during the monitoring, as well as QC/QA resolution of these issues.

Data Acquisition. Non-direct measurements include data from previous studies, information gathered about the facility, maps and GPS to determine sampling locations, etc. The water staff will determine when and how previously collected data will be used, and will document the data quality objectives for their use.

Data Management. For each sampling event, the "Sampling Checklist" must be completely filled out. Field logbooks and data sheets, photos, maps, and GPS location data as well as field sample labels and "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will be used as required to document sampling and inspection activities. Field duplicates will be identified as such only in the checklist, field logbook or in field data

sheets. For laboratory analyses, field duplicates will be assigned separate unique sample identifier numbers and will be submitted “blind” to the analytical laboratory. If possible, laboratory data will be transferred electronically to the lab quality manager to reduce transcription errors, to allow for graphing information, and to allow data to be stored in the data base. Final reports will be developed according to lab guidance documents. All reports, including those for potential enforcement cases, will be completed within 10 days of the sampling event date, if possible. Validated laboratory results and interpretation (as applicable) will be appended. Photographs and other supporting data along with the final report will be used to determine permit, certification, authorization or other water quality compliance. All data generated during this project will be processed, stored, and distributed according to the lab guidance documents.

Data Verification. The primary goal of verification is to document that applicable method and procedural requirements were met in the field sampling and laboratory analysis. Verification checks to see if the data were complete, if sampling and analysis matched the requirements, and if the "Standard Operating Procedures (SOPs)" were followed. Verification of data compiled for a sampling event is the responsibility of the water staff. Verification should cover at least 5% of the data generated within the water monitoring activities each year.

Data Validation. Data validation determines whether the data sets meet the requirements of the Quality Assurance Guidelines. That is, were the data results of the right type, quality, and quantity to support their intended use? Data validation also attempts to give reasons for sampling and analysis anomalies, and the effect that these anomalies have on the overall value of the data. All data generated will be validated in accordance with the QC/QA requirements specified in the methods and the technical specifications outlined in the lab manual. Raw field data

will be maintained by the water staff who collected it. Raw laboratory data will be maintained by the laboratory. The laboratory may archive the analytical data into the laboratory data management system. All data will be kept a minimum of 3 years.

The summary of all laboratory analytical results will be reported to the water Quality manager. Data validation will be performed by the laboratory for all analyses prior to the release of data. All data will be validated according to the laboratory's SOPs. The rationale for any anomalies in the QC/QA of the laboratory data will be provided to the water staff with the data results. Completed "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms "will be sent back from the laboratory to the water quality manager. Data will be qualified as necessary. Sampling may need to be repeated. Unacceptable data (i.e., data that do not meet the QA measurement criteria of precision, accuracy, representativeness, comparability and completeness, etc.) will not be used or if used, the problems with the data will be clearly noted in the final report. Any actions taken to correct QC/QA problems in sampling, sample handling, and analysis will be noted. The water staff will keep the record of any QC/QA issues and QC/QA corrective actions taken in the space provided in the "Sampling Checklist". The water Quality manager is responsible for reviewing field log notebooks and field data sheets for accuracy and completeness within 48 hours of each inspection, if possible. Water staff will calculate the Relative Percent Difference (RPD) between field duplicate samples to determine if QC/QA objectives for field precision have been met.

Sample results provided to the water staff by the laboratory, after these data have been verified and validated by the laboratory Quality manager, will become part of the permanent file for each facility or project. Water staff will compare the sample information in the field log notebooks and/or data field sheets with the laboratory analytical results to ensure

that no transcription errors have occurred, and to check the Relative Percent Difference (RFD) between duplicate samples sent "blind" to the laboratory. Laboratories calculate and report the RPD of analytical duplicate samples and report this information in the QC data sheets which accompany the data results. RPD's greater than the assigned limit will be noted. Water staff, along with Water quality manager will decide if any QC/QA corrective action will be taken if the RPDs exceed the criteria. If evidence of QC/QA non-compliance is observed with the data, additional sampling and analysis may be required.

Data Reconciliation. All data and related information obtained during the monitoring services, such as the final report, data report package or inspection report, will be filed. Water staff will check the original against the information obtained and determine if the data meet the original intent. If there are discrepancies, these will be addressed before the next sampling event.

Data Assessment/Oversight. An internal assessment of water monitoring activities will be performed annually. An audits of field activities and/or laboratory activities on at least 5% of the water monitoring activities. Results of such assessments or audits will be reported to water Quality Manager with recommendations for QC/QA improvements.

Quality Control Requirements:

Quality Control measures in the field include but are not limited to:

• Proper cleaning of sample containers and sampling equipment,

• Maintenance, cleaning and calibration of field equipment/ kits per the manufacturer's

and/or laboratory's specifications,

• Use of chemical reagents and standard reference materials prior to expiration dates,

• Proper field sample collection and analysis techniques,

• Correct sample labeling and data entry,

• Proper sample handling and shipping or transport techniques,

• One field duplicate per set of 10 samples (minimum of 1).

Quality Control in laboratories includes the following:

• Laboratory instrumentation calibrated with the analytical procedure,

• Laboratory instrumentation maintained in accordance with the instrument manufacturer's specifications.

• Method Blanks, Matrix spike/matrix spike duplicates, sample duplicates, etc.

• Laboratory data verification and validation prior to sending data results.

.

A water staff member shall perform the field data verification and validation, and reviews the laboratory reports. The water staff reviews these data to ensure that the required QC/QA measurement criteria have been met.

Equipment Testing, Inspection and Maintenance:

Water staff in each lab will ensure that instruments and kits are in good working order. Prior to a sampling event, all sampling instruments and equipment will be tested and inspected in accordance with manufacturers' specifications. All standard reference materials and kit chemicals will be inspected to ensure that expiration dates have not been exceeded. For each sampling event, a water staff will document on the Checklist that required testing, inspection and maintenance have been performed.

Water Sampling

Sampling Plan Checklist:

Sampling Plan Checklist is a summary of site-specific sampling and analysis requirements of a sampling event. The QC/QA information includes sampling methods, sample containers, holding times, and approved analytical methods. The site-specific Sampling Plan Checklist contains:

- Site information such as facility or project name, address, water body, latitude/longitude, file number, permit number (if applicable), contact person, contact person's phone number and/or email address,
- Sampling date/s and sampling location/s such as the effluent or river reach,
- Name/s of the EEAA staff setting up and conducting the monitoring activities, reviewing data and preparing reports,
- The list of parameters that will be sampled for and analyzed in the field and those that the laboratory will perform,
- List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
- QC/QA problems encountered in the field and/or laboratory and any QC/QA corrective actions taken,
- Water staff member responsible for the sampling event - signature and date. Whenever samples are collected and/or analyzed in the field, the water staff member fills out the site-specific 'Sampling Checklist" for each sampling event. As much of the Checklist as possible is filled out prior to the event. Items that may be known prior to sampling are the facility name, sampling dates and locations, parameters, subcontracted

laboratory, etc. Because a sampling event involves unknowns, the Sampling Plan Checklist is taken into the field and filled out as necessary.

Items which are required to be completed in the field include:

- Any new sampling locations
- Any new parameters
- QC/QA problems identified in the field such as malfunctioning equipment, broken vials, etc., as well as QC/QA corrective actions taken,
- Any changes or departures from the QC/QA protocols described in this manual, such as using non EPA-approved methods as well as the rationale for these changes or departures.

In summary, the site-specific Sampling Plan Checklist must include:

- Name of the facility, project or event,
- Physical location (GPS) and address if applicable,
- Folder names, if applicable,
- Site contact person, phone number, email address, if applicable,
- Name of water staff person(s),
- Sampling date/s and sampling locations,
- Parameters to be sampled or analyzed,
- List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
- Field or lab QC/QA problems identified and QC/QAC corrective actions taken,
- Name of data reviewer/s
- Dated signature of water staff member responsible for sampling event.

Representativeness of Samples . When water samples are taken in response to water pollution complaints, care should be taken to ensure the sampling sites are representative of the pollution event; e.g., at the pollution site,

and above and below it. When a sample is taken at a wastewater facility discharge line, a volume of water equal to at least ten times the volume of the sample discharge line will first be discharged into a bucket or similar container, to clear the line of standing water and possible contamination. Since many wastewater treatment facilities do not have a discharge line faucet, it is acceptable to take the sample from the last effluent chamber, while taking precautions to avoid sample contamination.

Grab Sample. Grab samples consist of either a single sample or individual samples collected over a period of fifteen minutes or less. The quantity collected is determined by the type and number of analytical parameters. Grab sampling is useful when the waste stream is not continuous, such as the cases of batch discharges and intermittent flows. Grab sampling may also be appropriate when the characteristics of the waste stream are known to be constant through time. Samples for certain parameters are required to be collected as grab samples .Grab samples are most often collected manually. Grab samples are generally authoritative in nature. Sample bottles will be filled sequentially, normally being filled to the shoulder of the bottle, leaving a small space for expansion and mixing.

Composite Sample. Samples will be composited directly into the sample bottles and collected sequentially. Between composite aliquots, bottles will be kept in a cooler with ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. The time of the initial portion of the composite, composite intervals, and the final compositing time will be noted in the field logbook or data sheets. The sample time listed on the "Chain-of-Custody" or "Transmission Form" and the sample bottle will be the time of the final sample composite portion. . Four types of composite samples are listed below:

1. **Time Composite (TC).** A sample comprised of a varying number of discrete samples (aliquots) collected at equal time intervals during the

compositing period. The TC sample is typically used to sample wastewater or streams.

2. **Flow Proportioned Composite (FPC).** A sample collected proportional to the flow during the compositing period by either a time-varying/constant volume (TVCV) or time constant/varying volume (TCVV) method. The TVCV methods typically used with automatic samplers that are paced by a flow meter. The TCVV method is a manual method that individually proportions a series of discretely collected aliquots. The FPC is typically used when sampling wastewater.

3. **Areal Composite**. This is a sample composited from individual, equal aliquots collected on an areal or horizontal cross-sectional basis. Each aliquot is collected in an identical manner. An example is a sediment sample composited from quarter-points of a stream.

4. **Vertical Composite**. It is a sample composited from individual, equal aliquots collected from a vertical cross section. Each aliquot is collected in an identical manner. Examples include vertical profiles in lakes and estuaries.

Quality Control Sample. This is a collected sample during field studies for various purposes which include the isolation of side effects (control samples), define background conditions (background sample), or evaluate field/laboratory variability (spikes and blanks, trip blanks, duplicate, split samples). The definitions for specific quality control samples are listed below.

Control Sample. It is a discrete grab sample collected to isolate a source of contamination. Isolation of a source may require the collection of both an upstream sample at a location where the medium being studied is unaffected by the site being studied, and a downstream control which could be affected by contaminants contributed from the site under study.

Background Sample. It is a sample (usually a grab sample) collected from an area, water body, or site similar to the one being studied, but located in an area known or thought to be free from pollutants of concern.

Duplicate Sample. It is two or more samples collected from a common source. The purpose of a duplicate sample is to estimate the variability of a given characteristic or contaminant associated with a population.

Trip Blank. It is a sample which is prepared prior to the sampling event in the actual container and is stored with the investigative samples throughout the sampling event. They are then packaged for shipment with the other samples and submitted for analysis. At no time after their preparation are trip blanks to be opened before they reach the laboratory. Trip blanks are used to determine if samples were contaminated during storage and/or transportation back to the laboratory (a measure of sample handling variability resulting in positive bias in contaminant concentration). If samples are to be shipped, trip blanks are to be provided with each shipment but not for each cooler.

Equipment Field Blank. It is a sample collected using analyte-free water which has been run over/through sample collection equipment. These samples are used to determine if contaminants have been introduced by contact of the sample medium with sampling equipment. Equipment field blanks are often associated with collecting rinse blanks of equipment that has been field cleaned. An example is a purified water chlorophyll a blank which is subjected to the chlorophyll filtering process.

Field Blank. It is a sample that is prepared in the field to evaluate the potential for contamination of a sample by site contaminants from a source not associated with the sample collected (for example air-borne

dust or vapors which could contaminate an organics and/or metals sample). Purified organic-free water is taken to the field in sealed containers or generated on-site. The water is poured into the appropriate sample containers at pre-designated locations at the site. Field blanks should be collected in dusty environments and/or from areas where volatile organic contamination is present in the atmosphere and originating from a source other than the source being sampled. Samples will be listed as “composite” or “grab” on the "Chain-of- Custody" or "Transmission Form" and in field logbook or field data sheets.

Sample Containers and Equipment:

All sampling equipment and sampling containers must be certified clean by the laboratory providing them, or cleaned according to the manufacturer's equipment specifications or the analytical laboratory. Bottles supplied by a laboratory are pre-cleaned and must never be rinsed, and will be filled only once with sample. All previously used sampling equipment must be properly decontaminated before sampling and between sampling locations to prevent introduction of cross-contamination. Washwater and rinsate solutions must be collected in appropriate containers and disposed of properly in accordance with federal, state, and local regulations. Individual sample containers will be placed immediately into a cooler containing ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. All samples will be collected and transported to the analytical laboratory with proper sample custody and/or transmission documentation.

Sampling of Water:

Because stream waters are usually well mixed vertically, subsurface sampling at a convenient depth is adequate for collection of representative samples at a given point. Subsurface samples are taken within the upper meter or may be a composite of two or more strata. The sampler should take into account thermal stratification due to discharges or tributaries when the sampling plan is being developed.

Lakes, Ponds, Reservoirs. In shallow waters (2 to 3 m), samples shall be collected at 0.5 to 1 m. In deeper water, samples should be collected at regular depth intervals.

Ground Water Wells. Only grab samples may be obtained. The well should be purged of at least three casing volumes of water before sample collection, and the purged well should be allowed sufficient time to equilibrate and fines to settle. If a bailer is used, it should be slowly lowered and raised to minimize disturbances. Samples should be taken as close as possible to the water level, unless analysis indicates that contamination is at a different depth. An equipment blank, a portion of rinsate, should be collected into a separate container and analyzed along with the other groundwater samples. Bailing strings and wires and other disposable sampling tools must be properly disposed of after use at each well.

Wastewater Discharge. A "representative sample" is often defined as a sample that reflects one or more characteristics of the population being sampled. For example, the characteristic which is desired to be reflected by the sample may be the average, minimum, or maximum concentration of a constituent of concern. Ultimately a representative sample is defined by the study objectives. Stratification and Heterogeneous Wastes

Environmental media, as well as waste matrices, may be stratified, i.e., different portions of the population, which may be separated temporally or spatially, may have similar characteristics or properties which are different from adjacent portions of the population.

Sampling Procedures:

The water staff collecting samples should wear disposable gloves and safety eyewear if needed, and observe precautions while collecting samples, remaining aware of the potential chemical and biological hazards present. The water staff collecting samples will take care not to touch the insides of bottles or lids/caps during sampling.

Sample Custody Procedures:

Samples will be kept in the custody of the water staff. "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will accompany all samples to subcontracted laboratories. Custody seals will be placed on shipping containers if the water staff decides seals are necessary.

Shipping Requirements:

Packaging, marking, labeling, and shipping of samples will be carried out. Staff should receive the necessary training for shipping samples. Holding time limitations will be considered when decisions are made regarding sampling and shipping time.

Common Types of Quality Control Samples Used in Water-Quality Monitoring

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Replicate samples	Multiple samples are collected from the environment at the same time and place, using the same method.	Evaluate the variability in sampling and analysis processes.	No other good way to estimate the reproducibility of environmental sampling.	Estimate sampling process variability, by using in conjunction with split samples
Split samples	One sample collected from the environment is divided into two or more equivalent parts. May be done in field or at lab.	Evaluate analysis variability, if sent to the same lab. Evaluate interlaboratory bias if sent to different laboratories.	Many other ways of determining laboratory variability or interlab bias are possible. This method has the advantage of being matrix-specific.	Sample-splitting process may not produce exact replicates. Also, splitting procedure may introduce contamination, or allow loss of analyte through volatilization or sorption.
Spiked samples	Measured amounts of analytes are added to known volumes of sample. Analyses are compared to those of unspiked sample, identically treated.	Evaluate recovery of the analyte(s) from the specific sample matrix by the analytical method.	Laboratories usually have recovery data for normal sample matrices. Spikes are useful for unusual matrices.	Recovery of spikes may not accurately represent recovery of native materials.

Surrogate-spiked samples	Measured amounts of surrogate compounds are added to known volume of sample.	Evaluate the recovery of analytes by monitoring recovery of a chemically similar compound.	Analyte spike provides similar data, but requires to analyses.	Typically used with multi-analyte organic methods.
Synthetic samples	A known concentration of analyte(s) is added to a matrix (commonly source water; occasionally a synthetic matrix such as seawater).	Document the bias of a laboratory's analyses.	Reference samples, spiked samples may also be used to test bias.	Unless a synthetic matrix is created, results do not take matrix effects on bias into account and therefore tend to give optimistic results.
Reference samples	An actual environmental sample in which the "true" concentration of analytes is known, through multiple analyses by multiple laboratories, using multiple methods.	Document the bias of a laboratory's analysis.	Synthetic samples, spiked samples may also be used to test bias. Reference samples provide an absolute standard, not prepared by the user.	Matrix-specific reference materials may be difficult or impossible to obtain. Non-matrix specific reference samples may provide misleading results. Reference samples are used sparingly because they are expensive.

Data Quality Objectives (Quality Indicators)

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Bacteria, (total fecal coliform)	SM9221 or 9222	1 FC/100 ml	1 FC/100 ml	NA	NA	85-100%	$Na_2S_2O_3$[a]	100 ml	Sterile plastic	6 Hours
Biological Oxygen Demand (BOD_5)	EPA405.1 or SM5210B	2 mg/L	2 mg/L	80-120	<30%	85-100%	4ºC	1L	Plastic	48 Hours
Chemical Oxygen Demand (COD)	EPA 410 or SM5220	Lab Control Chart	5 mg/L	85-115	<20%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2	125 ml	Plastic	28 days
Chlorine, Total residual	EPA330.1-330.5 or SM4500	0.1 mg/L	0.1 mg/L	NA	<30%	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the field

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Dissolved Oxygen	EPA 360.2 or SM4500	0.05 mg/L	0.05 mg/L	85-115	<30%	85-100%	N/A	300 ml	Plastic	Do in the field
Total Nitrogen (ammonia, nitrate, nitrite, TKN)	SM 4500 or EPA350 series	0.06 mg/L	0.06 mg/L	70-130	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	500 ml	Plastic or Glass	28 days
pH	EPA150.1	0.1 standard units	0.1 standard units	0.1 pH units	0.1 pH units	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the field
Total Phosphate or o-Phosphate	EPA 365 series or SM4500	0.01 mg/L	0.01 mg/L	70-130%	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 hours
Specific	EPA120.1 or	0.07	0.07 uS/cm	85-115%	10%	85-100%	NA	N/A	Plastic,	Do in the

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Conductance	SM2510B	uS/cm							glass	field
Total Organic Carbon	EPA 415.1 or SM5310	1 mg/L	1 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC, add HCl, H_2SO_4 or H_3PO_4 to <pH2	125 ml	Amber Glass	28 days
Turbidity	EPA180.1 or SM2130B	01. NTUs	01. NTUs	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 h. or do in the field
Temperature ºC	EPA170.1 or SM2550B	0.1 ºC	0.1 ºC	90-110%	<10%	85-100%	N/A	N/A	N/A	Analyze in field
Total Suspended Solids	EPA 160 series or SM2540	0.2 mg/L	4 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Plastic or glass	7 days
Total Settleable	EPA 160.5 or SM2540	0.2 ml/L/hr	0.2 ml/L/hr	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Imhoff cone	Analyze as soon

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Solids										as possible
Total Recoverable Metals	EPA 200 series or SM 3100 series	See specific metal	See specific metal	See specific metal	<20%	85-100%	Add HNO_3 to <pH 2 except for Hg and Cr VI	100 ml	Plastic	28 days
Volatile Organic Compounds (VOCs)	SM 8260B or 6400	See specific VOC	See specific VOC	See specific VOC	<20%	85-100%	$Na_2S_2O_3$ to pH<2	40 ml	Special 40 ml glass vial	14 days

Common Types of Quality Control Blank Samples Used in Water-Quality Monitoring

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Source water blank	A portion of the water that is used as the source of all blanks, and as the matrix for all QC samples, is analyzed.	Document that the source water is free of contamination.	Buy certified source water from the laboratory or a commercial supplier, and accept their analysis. Use water from a deionizer in the field laboratory	Field-lab deionizers may be a significant source of contamination, and should be monitored with conductance meters, using a safe cutoff value. The value chosen will depend on the detection limit of the analyses being performed.
Field blank	Source water in taken to the sampling site and, as nearly as possible sampled, preserved, and bottled in the same way as the environmental samples.	Document that the field sample handling process is not introducing contamination.	No reasonable alternative. Necessary for all but the roughest reconnaissance studies.	If contamination is found in the analysis of the field blank, it gives no indication of the source, only that it has occurred. Also, it is often not possible to sample the source water exactly the same way as the environmental.
Ambient atmosphere	A sample container of	Document that the atmosphere	Test the atmosphere for	Especially important for relatively “clean”

blank	source water is exposed to the atmosphere at the sampling site for the same amount of time required to handle a sample.	of the sampling site is not introducing contamination.	analytes to be determined in the samples.	ground water samples collected in surface environments that are highly contaminated, either by volatile constituents or air borne particulates.
Equipment blank	A source water sample is passed through the sampling, splitting, or filtration equipment, then bottled and preserved like a sample and sent to the lab.	Document that the sampling equipment is not introducing contamination.	Super-clean the equipment before coming to the field, seal it in a protective container, and use it only once per trip, to ensure that no contamination is introduced.	Separate blanks for sampler, splitter, pump, filter, etc., may be used to identify individual sources of contamination. Analyze total equipment blank first. If it is blank, no further tests needed.
Preservation blank	A source water sample that has been preserved exactly as the environmental samples, is analyzed.	Document that the preservative, and the act of adding it to the sample, is not introducing contamination.	Use pretested preservative supplied by the lab, and assume that the operation of introducing preservative in the field isn't causing contamination.	If preservation blanks show no contamination, there is no need to analyze separate source blanks.

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Trip blank	A sample of source water, preserved and contained identically to the samples, is shipped with environmental samples.	Document that contaminants are not introduced during shipping.	Detect contamination during shipping, from atmospheric or container/closure sources, or from other samples.	Most necessary when volatile analytes will be determined. Cross contamination may occur between “clean” and “loaded” samples shipped together.
Laboratory blank	A source of water sample is prepared at the laboratory, and analyzed along with the environmental samples.	Document that contamination has not occurred during lab storage, subsampling, and analysis	If the blank shows no contamination throughout the entire sampling and analysis process, the absence of contamination in both field and lab is documented, and separate lab blanks are unnecessary.	If the field blank shows contamination, the laboratory blank helps identify its source as being in the field or in the laboratory.

Control charts

• **Control chart**: Is one of the most important tools for routine surveillance of the quality of measurement in a laboratory Control charts are visual tool for checking that the process is in statistical control

.

• **Various types of control charts** :Have been developed but those in general use in measurement laboratories are called X-charts, R-charts and the special cases the D- and r-charts.

• **Control value:** The value entered on the control chart of the control sample which may be reference material or …… (Table 1)

• **Response value:** Experimental value obtained by the measurement process

• **Control line:** values of the control samples as they are produced.

• **Warning limit:** upper and lower limits there are 95% probability for finding all control values. Control value $\pm 2\sigma$ or ± 2 standard deviation.

• **Action limit or control limit:** Upper and lower limit within which 99.7% of control values are expected. Control value $\pm 3\sigma$.

X-chart	Control line (CL)	Value of Reference material or control sample with known concentration Or X`(mean of known value
	Warning limit (WL)	CL ± $2s_x$
	Action limit (AL)	CL ± $3s_x$
	Response value	Values of X for each batch
	(AL) (WL) (CL) (WL) (AL)	
R-Chart	Central line (CL)	Difference between the highest and the lowest result for a synthetic control sample or reference material measured within a batch $R = d_2S_W$ or average of the range for different control samples or blank samples ($\bar{R}$)
	Upper action limit (UAL)	D_4*$\bar{R}$ (D_4 = 3.267)
	Lower action limit (LAL)	D_3 = zero
	Response value	Values of R for each batch
	(UAL) CL (LAL)0.0	

Table 1 schematic presentation of types of control charts		
Control chart	**Control sample**	**Control value**
—X-chart	Control sample with known concentration	Mean of results from analysis of a synthetic sample, a reference material or another control sample with known concentration measured within a batch.
– D-chart	Standard added to natural sample	Mean of the standard added to a natural sample measured within a batch.
R-chart	Control sample with known concentration	Mean of results obtained from the difference between the highest and the lowest result for a synthetic control sample, reference material or another stable control sample measured within a batch.
r-chart	Stable natural sample	Mean of recovery for a stable natural sample measured within a batch.

D-Chart	Central line (CL)	Mean value of standard added to a natural sample or spiked value added to natural sample
	Warning limit (WL)	$CL \pm 2\sqrt{2}\ S_x$
	Action limit	$CL \pm 3\sqrt{2}\ S_x$
	Response value	Difference between spiked & natural sample for each batch
r chart	Central line (CL)	Mean of the % of relative range (r) result for a stable natural sample measured within a batch $r = \frac{R*100}{\bar{X}}$
	Upper action limit	D_4*r
	Lower action limit	$D_3 = 0$
	Response value	r of natural sample for each batch

The value of d_2, D_3, and D_4 are found in [Annex A.P.76 (Analytical Quality assurance And Control)]

Exercise

Internal quality control for COD_{Cr} in a synthetic control sample has run for some time giving the following 20 sets of quality control data:

Batch	Replicate		R	x
	x1	x2		
1	491	493	2	492.0
2	497	497	0	497.0
3	498	501	3	499.5
4	492	485	7	488.5
5	498	493	5	495.5
6	510	508	2	509.0
7	506	512	6	509.0
8	492	487	5	489.5
9	491	488	3	489.5
10	497	503	6	500.0
11	500	494	6	497.0
12	506	511	5	508.5
13	506	501	5	503.5
14	487	497	10	492.0
15	491	491	0	491.0
16	500	499	1	499.5
17	491	507	16	499.0
18	495	498	3	496.5
19	502	500	2	501.0
20	495	492	3	493.5

Produce a R-chart and a X-chart with calculation of control limits based on the data.

Answer

Standard deviation S_x can be calculated from the following equation:

$S_x^2 = \sum (X - X`)^2 / (n-1)$

Where (n-1) is degree of freedom = (20-1) = 19

$S_x^2 = 41.234$

$S_x = 6.42$ mg/LO_2

$X` = 497.5$ mg/LO_2

Upper warming limit = $X` + 2S_x = 497.5 + 2*6.42 = 510.39$ mg/LO_2

Lower warming limit = $X` - 2S_x = 497.5 - 2*6.42 = 484.71$ mg/LO_2

Upper action limit = $X` + 3S_x = 497.5 + 3*6.42 = 516.81$ mg/LO_2

Lower action limit = $X` - 3S_x = 497.5 - 3*6.42 = 478.29$ mg/LO_2

References:

[1] APHA, (1998). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20th edition. American Public Health Association, Washington.

[2] M.P.Berndt, B.G.Katz (2000) *Quality Assurance Plan for Water Quality Activities in the orth lorida*, Progrm Office, Florida District, US Geological Survey, Report 00-426, Florida.

[3] F.M.Garfield (1997) *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratory*, AOAC International USA.

[4] G.Katerman, L.Buydens (1993) *Quality Control in Analytical Chemistry*, 2ne edition, Wiley-Intersciece, New york .

[5] J.P. Dux, (1990) *Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory*. 2nd edition, Van Nostrand Reinhold, New York.

[6] F.M. Garfield, (1991) *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories*. 2nd edition, AOAC International, Arlington, VA.

[7] R. Caulcutt, and R. Boddy, (1983) *Statistics for Analytical Chemists*. Chapman & Hall, London.

[8] ISO/IEC 17025 (1999) *"General requirements for the competence of testing and calibration laboratories"*

[9] *Water Quality Monitoring- A How to Guide* (2007) Chehalis iver Council, Washington USA, http://www.crcwater.org/index.html.

[10] H.Gunzler (1994) *Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry*, Springer, Berlin .

[11] W.A. Shewhart, (1986) *Statistical Method from the Viewpoint of Quality Control*. Dover Publications, New York.

[12] A.J. Duncan, (1986) *Quality Control and Industrial Statistics*. 5th edition, Irwin, Burr Ridge, IL.

[13] D.Hallock, W.Ehlnger (2003) *Quality Assurance monitorig Plan, Stream Ambient Water Quality Monitoring,* Pub.No. 03-03-200 , Washington State Department of Ecology.

[14] US Environmental Protection Agency (1983). *Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes*, EPA-600/ 4-79-020. U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, USA.

[15] J.C. Miller, and J.N. Miller, (1992) *Statistics for Analytical Chemistry*. 3rd edition, Prentice-Hall, Inglewood Cliffs, NJ.

[16] R.J. Mesley, W.D. Pockington, and R.F. Walker, (1991) *Analytical Quality Assurance-a Review*. The Analyst, **116**, 975-990.

z

Annex 3
الملحق الثـــالث

z

Quality Control / Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Prof. Saad Hassan (Ph.D., D.Sc.)

Head of the Reference Laboratory
Faculty of Science, Ain Shams University

May 2008

z

Contents

	Page
Introduction:	3
Field Activity:	4
Laboratory Activity:	7
Calibration :	8
Quality Indicators and Data Quality Objectives:	13
Corrective Action:	17
Preventive Maintenance :	19
Training Requirements:	19
Documents and Records:	19
Quality Control Requirements:	22
Equipment Testing, Inspection and Maintenance :	22
Annexes:	23
References :	34

z

Quality Control / Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Introduction:

Quality Control and Quality Assurance (QC/QA) are two important, if not critical, parts of meeting Data Quality Standards (DQS). The EEAA laboratories must detail how QC/QA (DQS) standards will be set, data checked, standards maintained, and explain how failure of standards will classify the affected data. Both field and lab practices contribute in reaching these objects . The term quality assurance describes the system of activities intended to provide evidence to the producer or user of a product or service that it meets predefined standards of quality with a stated level of confidence. It consists of related but independent activities: quality control and quality assessment. Quality control describes those activities and procedures used internally (within a lab or in the field) to produce consistent and reliable data. Quality assessment deals with activities to independently evaluate data quality, after a value is produced by the analysis method used. This section is a minimum outline of methods and procedures the EEAA must consider in developing the site-specific DQS for both field sample collection and lab analysis. Scientifically valid test data does not just happen ,it results from careful work and has a considerable cost, in both time and money. Poor quality data could lead to placing the facility into assessment monitoring or corrective action when it isn't necessary. It is impossible to provide high quality analytical data on low quality samples. It should be your lab's policy to give higher priority to data quality over data quantity. However analytical data can only be as good as the samples analyzed. Sample shortcomings can include:

- That is not representative of the matrix (media) being assessed;
- Which is collected in insufficient amounts for the analytical method used; or,
- Where samples are contaminated by sampling or handling procedures.

Data of this type cannot be made representative, increased in quantity, or corrected for contamination by lab efforts. The lab must assume that everything in the sample container constitutes the sample, that the sample was collected and preserved properly, and that it does not contain extraneous contamination. Due to the sophistication of today's measurement techniques and their cost, considerable planning may be necessary to assure meaningful test data. The goal is to collect an appropriate number of high quality samples representing the environmental entity being tested. Reduced numbers of samples require even better planning to assure that any gaps in the data set, caused by omissions or post-analysis data rejection, don't weaken conclusions or preclude decision-making.

z

Field Activity:

QA/QC in the field requires attention to the following:
1) Meter checks and calibration;
2) Sample point assessment;
3) Assessment of sampling equipment ;
4) Duplicate samples;
5) Split samples;
6) Blanks;
7) Field sample data sheets;
8) Request for analysis forms; and,
9) Chain-of-Custody forms.

Meters Calibration. Meters used in the field to measure such parameters as depth to water and depth to bottom, temperature, pH, specific conductance, oxidation-reduction potential, dissolved oxygen, and turbidity, must be checked and calibrated, according to each meter manufacturer's recommendations. All information pertinent to meter checks and calibration, such as date, time, field personnel name(s), weather, check/calibration standards, and meter problems, should be recorded in a logbook dedicated to the meter. Details for the sampling procedures are found in Annex (1).and in each meter manufacturer's operation manual. Project logbooks must contain all meter types used for each sample event. Specific meter logbooks are considered as part of the site operating record. The logbooks must remain with that record when not in use. Meter specific logbooks must remain with the meter. Copies of all meter logbook entries pertinent to the facility must be included in the site operating record.

Sampling Point Assessment. For water sampling, upon arrival to the location, certain observations should be recorded on a field data sheet or in a notebook dedicated to that site. These observations should include, but are not limited, to the following:

- any odors or any unusual conditions at or around the sample site (such as standing water, nearby construction, etc.);
- ease of access to the sampling location (the presence or absence of any intrusive vegetation, equipment, refuse, steep or slippery slopes, etc.);
- approximate flow rate of stream, if applicable;
- condition of the sample point or fixed sample device;
- level of water in reservoir, if applicable;
- tidal stage of estuary or coastal stream, if applicable; and,
- weather conditions.

All logbooks are part of the Site Operations Record.

Sampling Equipment. The type and condition of purging and sampling equipment should be recorded in the site logbook, including any decontamination information that may be pertinent. Any operational problems or peculiarities should be noted, along with any repairs made to the equipment. A typical check list should consider the following:

z

- make(s), model(s), and condition(s) of pump(s) used;
- brand and size of tubing used;
- make(s), model(s), and condition(s) of field parameter measurement equipment (meters, flow-through cells, tubing, valve(s), transducer(s), generators, power cable(s), battery (ies),etc.);
- spare batteries or power backup for each piece of equipment, as needed;
- type and amount of liquid or powdered detergent, if used;
- type, source, and amount of rinse water used (non-potable, potable, commercial, lab, distilled, deionized, etc.);
- type, source, and amount of other cleansing/rinsing agents, if used (alcohol, hexane, acid, etc.);
- cleaning tools used (brushes, sponges, towels, etc.);
- decontamination location (lab, office, field work site, motel parking lot, etc.);
- weather during decontamination, if performed outside;
- date, time, and field personnel present during decontamination procedure(s); and,
- any other information deemed important.

Duplicate Samples. The best single estimate of precision for the overall monitoring program is the comparison of blind duplicate samples (Annex 2) . The variability in the results obtained from duplicate samples is a sum of the sampling and analytical variability, and is the most meaningful measure of uncertainty in the individual samples obtained. Duplicate samples are collected as independent samples, blindly labeled, and should use the same sampling procedures (i.e. separate grab samples with a bailer or consecutive samples). A duplicate sample shall be collected once for every field day, or every ten samples, or once per sampling event, whichever is more frequent. Duplicate samples may not account for poor or improper decontamination.

Depending on the lab's QA procedure, and when the quantity of sample permits, a lab replicate is analyzed every tenth sample for each type of matrix in the analytical run (i.e. water, soil, etc.), and must fall within control limits. These limits are based on historical data from the previous year, if available. Replicates are used to determine the method's precision.
.

Split Samples . The same crew, or a separate crew, can collect split samples. One or two different labs independently perform the analysis of each sample set (Annex 1). Generally, when the lab requires a split sample it will send out a team of their samplers to collect one or several sample sets when the permittee's field crew is collecting theirs. The lab will then transport the samples to the lab, or other contract lab for analysis. There are several methods to split a sample. At this time the lab recommends split samples be taken from a pooled aliquot.

Field Blank Sample. A field blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the field. There are three types of field blanks collected for each sampling event: equipment; transfer; and, trip blanks (Annex 3).

- Field equipment blanks are pure water samples (RO/DI) transported to the site then exposed to equipment that has been decontaminated in the field and stored in the appropriate

containers for analysis by the lab. Required only if non-dedicated purge and sample equipment is used. This blank will determine the effectiveness of decontamination procedures.

- A field transfer blank involves the transfer (pouring) of (RO/DI) water from a clean, lab supplied container, into a complete set of sample containers for analysis of all inorganic parameters required.. This transfer blank shall be performed at or near one of the site sampling locations. Contamination found in the field transfer blank indicates the presence of contaminants:

1. in the ambient air at the site;
2. in the blank water; or,
3. in the "clean" sample containers.

- A field trip blank (field or transfer blank) is for sites requiring sampling of organics and/or pesticide analysis. The field crew transfers organic-free RO/DI water from a clean, lab-supplied container, into the appropriate, clean sample container(s) while at the sample location.

Field Sample Data Sheets. All activity taking place shall be recorded on an approved field sample data sheets (FSDS). The FSDS shall be designed such that it can accommodate information from sampling activities at groundwater, surface water, wastewater , soil sample, and leachate treatment and collection sites. Information to be considered for recording on the FSDS includes, but is not limited to, the following:

- sampling location and source ;
- condition of sample site;
- meter(s) used for field parameter determination;
- depth to water and depth to bottom;
- well casing inside diameter and borehole diameter, if needed;
- purge volume calculations (casing or borehole volume method, as applicable);
- purge and/or sample equipment (e.g. dedicated/disposable bailer, bailer dimensions.

Chain of Custody and Request for Analysis Forms. The "Request for Analysis Form" is an important element for logging coded samples into the select laboratory. It serves as documentation linking analytical data in the lab's information management system with the appropriate project or monitoring event. Certain information on the form is absolutely necessary. Such information as the Sampling Location/Site should be kept short but be as descriptive as possible. The Request for Analysis form usually contains the only information the lab has about sample origin, possible contaminants and sources, conditions of collection, etc. It would be helpful, when the field sampler has kept a field notebook, if pertinent information was transcribed onto these forms. Information, such as "suspect cyanide in samples," "diesel spill," "samples contain elemental mercury," should be noted as a safety warning to any person that will subsequently be handling the samples. When a sampling event is only one of several, assure the same project name is used on each Request for Analysis for each sampling event. As each case is completed and reported, a database is updated, linking the project name with appropriate case numbers and reporting date. If several sampling events related to the same project are listed using different names, it may be

impossible to connect them in the future. The following information is recommended to be included on the Request for Analysis form:

.

- sampling site description;
- date and time of sample collection;
- sample matrix (wastewater ,surface water, sea water , groundwater, drinking water, soil, sediment, etc.);
- volume and number of sample bottles
- analysis requested;
- preservative(s) and amount (if applicable);
- sampler's name;
- purpose for sampling;
- description for each discrete sampling location;
- blind coded container ID number(s) (in spaces provided); and
- request analysis for a specific analyte by name or test group

Flag on the Request for Analysis samples known or suspected to contain sewage, cyanide, toxic solvents or heavy metals, etc. This is safety information for any person who will subsequently handle the container and sample material. The holding time for a sample begins when the sample is collected, not when it arrives at the laboratory. This could lead to problems for samples having extremely short holding times, such as nitrate, BOD_5, orthophosphate, turbidity (48 hours), and $chromium^{+6}$ (24 hours). Should a sample exceed the holding time, the test will be performed, but results will be reported as an "estimate", and the data flagged. Continued failure to analyze within method holding time will require immediate re-sampling until a valid sample is analyzed.

Laboratory Activity:

Before, during, and after field sampling activity, the laboratory which will analyze the samples must have a QC/QA procedures. These include attention to the following:

1) QC/QA manual;
2) Standard operation procedures (SOP's);
3) Calibration ;
4) Method blank;
5) Matrix spike and matrix spike replicate;
6) Surrogate spikes ;
7) Anion/cation balances ;
8) Quality indicators and data quality objectives;
9) Corrective action;
10)Preventive maintenance;
11) Training requirements;
12) Documents and records;
13) Quality control requirements
14) Equipment testing, inspection and maintenance. :

z

QA/QC Manual. Prior to performing any laboratory analytical work, the laboratory should prepare , maintain and implement a QC/QA Manual. The laboratory QC/QA manual must document explicitly the approved methods used to meet or exceed the program's minimum analytical criteria.

Analytical Methods (SOP's). Annex (3), presents quality indicators of the analytical test methods. Further refined EPA methods can also be used (e.g. Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry for trace metals). Every contract laboratory used for analytical purposes must document in their QA/QC Manual the equivalent or improved methods for permit-required analytical tests. Monitoring will be conducted in accordance with EPA-approved or standard analytical procedures. For usual water parameters, approved analytical methods, method detection limits, minimum reporting limits, and accuracy and precision values applicable are given (Annex 3) . All equipment and sampling kits used by Water staff in the field should meet EPA- or similar standard approved methods. For safety and to avoid contamination, the storage will be in a lockable cabinet.

Calibration:

Though much attention is given to the generation and evaluation of known standards, reference samples, blind standards, and matrix spikes in ensuring analytical accuracy, perhaps the most overlooked aspect is calibration. Analysts are provided with a wide array of options, including instrument pre-programmed calibrations, hand-drawn calibration curves, the use of sophisticated scientific calculators, and even computer software. Field instruments will be calibrated according to the manufacturer's instructions prior to using the instruments. For example, pH meters will be calibrated according to the manufacturer's specifications using pH buffers at 4.0, 10.0 and mid-range. If equipment and/or kits require calibration immediately prior to the sampling event, the calibration dates will be noted on the checklist. When field instruments require only periodic calibration, the record of this calibration will be kept with the specific instrument. Water staff in each lab will ensure that instruments are calibrated correctly. The laboratory will follow the calibration procedures found in the laboratory's Standard Operating Procedures (SOPs). The calibration process entails establishing a relationship between instrument response and concentration of analyte. The following "rules" should be applied to this process to ensure the generation of accurate data.

Use an Appropriate Number of Standards. Calibrations must be constructed using at least 3 standards and a blank. The majority of the instruments used in the environmental laboratory relate response to concentration linearly, or transform the primary signal to produce a linear output. Although deviations from linearity are encountered in the analytical range, they are more common at the extremes, where detector saturation or insensitivity are the culprits. The simplest means to generate a calibration curve is linear regression; the most defensible way to do this is to establish concentration as the **x**-axis and response to the **y**-axis.

Know When to Include a Zero. Unless you are using a calibration algorithm that fits points exactly, you will have to decide what to do about blank signals. A good rule of thumb to follow is: if you can adjust your instrument to read zero in the presence of a blank, then

include a zero point in your calibration curve. Including a zero is generally appropriate for colorimetric procedures which use a spectrophotometer to measure response.

Do not Force Curves Through Zero. Doing this manipulates the data mathematically to obtain a y-intercept equal to zero. As a result, we lose valuable information about the lower limits of the analytical signal, and a good estimator of the limit of detection on the calibration day. Even when it is justified to include a zero point in the calibration curve, forcing the intercept to read zero is not.

Evaluate the Accuracy of the Calibration. Unfortunately, little advice beyond, essentially, "plot concentration vs. response" is offered by most analytical methods. Consequently, these types of curves are occasionally encountered. Take note that a line "of best fit" drawn through a set of calibration points is just that. Without a means of evaluating the resultant line, data quality can suffer. One measure of a particular curve's validity is the correlation coefficient. A correlation coefficient of at least 0.995 generally indicates acceptable characterization of the curve. If this degree of correlation is not obtained, the reason for the lack of linearity should be investigated, any necessary corrective action taken, and a new calibration curve must be constructed. Many inexpensive scientific calculators provide the correlation coefficient of a set of data with a single keystroke. Another way of evaluating a calibration curve is to utilize the calibration equation (e.g., slope and intercept) to convert the response obtained for the calibration standards into concentration. This "predicted" concentration should agree reasonably well with the known, or "true" concentration of the standards. Opinions differ as to what constitutes "reasonable" agreement, however, if the predicted concentration is generally within 5-10% of the "true" concentration, the calibration is acceptable.

Define the Calibration Range Properly. The calibration range should be appropriate for the samples being analyzed (i.e. don't calibrate from 1 to 5 mg/L when all the samples fall between 0.05 and 0.5 mg/L). For low level work, it is best to choose points above, but near detection limits. For high level work, defining the upper limit of the calibration range is more important. The most accurate results are obtained when the signals of unknowns (i.e., samples) are close to those found in the knowns used to establish the calibration curve. A good calibration curve is like a well-maintained highway: it has legible signs and evenly spaced markers. All curves should be accompanied by the equations or coefficients that define them and should be generated using, as much as possible, evenly distributed points, the more (at least three), the better. Always use the full calibration curve to quantitate samples.

Pre-programmed Calibrations. A number of commercially available spectro-photometers and other equipment offer "pre-programmed" calibration curves for many of the routine wastewater tests, including chlorine residual, and phosphorus. The use of pre-programmed calibrations is unacceptable. The laboratory must generate its own standard curve. A manufacturer's claim that their method is approved or acceptable does not mean that the approval extends to pre-programmed calibrations. When the EPA extends "approval" to one of these manufacturers that their particular technique is "equivalent" to a referenced EPA method, the approval is granted on the basis of no significant difference in the stoichiometry or chemistry of the procedure.

z

Hand-drawn Calibration Curves. Many laboratories use a calibration curve constructed manually by plotting the concentration of on the x-axis and absorbance on the y-axis. A straight line which best fits the data points is then drawn, and sample concentrations are determined using the "best fit" line to convert absorbance into concentration. The laboratory certification and registration program discourages this practice because there is significant variability in both how the scale of the graph is constructed, and how any individual draws the "best fit" line through the calibration data points. This degree of variability makes it difficult to trace your results as they appear on the discharge monitoring report (DMR) back to the raw data. The best fit line becomes the one you drew, and not necessarily the one that best represents the relationship between concentration and instrument response. One part of the audit process will be to verify that the absorbance for a particular sample indeed relates to the concentration reported on the DMR. Traceability of results is a critical requirement of laboratory record-keeping practices.

Instrument Calibration. The instruments should be calibrated each time they are used. The degree of calibration depends on the instrument. Commonly used is the calibration regression for spectrophotometers, auto-analyzers, and ion chromatographs, constructed using a reagent blank, and at least three upscale calibration standards, evenly dispersed throughout the calibration range. Correlation coefficients from regressions must be ≥ 0.9950. Calibration curves are verified for accuracy, using one or more QC standards, one of which is mid-range on the calibration curve, and must fall within control limits. This standard is often referred to as a Laboratory Control Standard (LCS). The origin of the LCS is different than calibration standards. A high to mid-range calibration standard is used for a calibration check standard (CCS), or continuing calibration verification (CCV) standard. The CCS is analyzed every 10 samples to assess initial calibration drift and sensitivity, and must fall within control limits. When an analytical test is proven stable, the calibration check standard frequency may be reduced, but one is always run at the end of a sample batch.

Not every instrument is calibrated every time it is used. In some cases, saved calibration routines are used, but verified by QC checks. Although it really is better laboratory practice to create a new calibration with every analysis, this is not always the case. Laboratories should use, at a minimum, a calibration blank and at least two calibration standards. The lowest calibration standard should be equal to the Method Reporting Limit. The laboratory should only report concentrations that fall between the lowest and highest calibration standards. The laboratory should also be free to include more calibration standards that can fall anywhere within this range. A few analytical techniques may show non-linearity at high or low concentrations (within the calibration range), so labs may choose to cluster some standards. As a result, I would drop the statement that the calibration standards must be evenly distributed. All calibration (new or stored) should be checked with a LCS and CCV:
-A second source Laboratory Control Standard (LCS) should be analyzed following every initial calibration. The acceptance standards for the LCS should be at least ±10%.
-A Continuing Calibration Verification (CCV) should be analyzed at a minimum twice during an analytical run--once at the beginning and once at the end. Good laboratory practice is to analyze a CCV with every 10 samples. The concentrations of the CCVs analyzed during a single analytical run should varied within the calibration range of the instrument. Acceptance limits for CCVs should be ±10%.

z

Balances are routinely calibrated using NIST "Class S" weights, from 0.001 to 100.0 grams. Document results in a bound notebook. Thermometers used in incubators, ovens, and water baths, are referenced periodically to an NIST certified thermometer. Document the results. Calibrate pH meters with pH 4.0, pH 7.0, and pH 10.0 buffers. Document results in logbooks. Gas chromatographs are calibrated with each use, using instrument blank and calibration standards. The first calibration standard is used to check instrument response, based on the previous calibration, and to update the initial calibration. Mid-range calibration standards are run during, and at the end of the sequence, and must fall within control limits. The GC/MS system is tuned daily to meet specifications outlined in the method. Calibration standards are run to establish response factors, with respect to the internal standards, for each compound tested, during sample analysis. Each sample is spiked with one to three surrogate standards, which must fall within control limits, to verify the calibration throughout the analytical period.

Method Blank. A method blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the lab. There are three types of common lab blanks used for each sampling event: transport; transfer; and, method blanks (Annex 4).

- A lab transport blank (trip blank) is required for all sites that collect samples. This involves containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate presence of ambient contaminants:

(1) in the lab during the time of analysis; or,
(2) in the blank water.

The validity of this latter possibility could be determined through the analysis of a method blank.

- A lab transfer blank may be required for other non-volatile organic compounds (VOC), or other pesticides parameters to be analyzed. The corresponding sample type containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate a presence of ambient contaminants:

1. in the lab during the time of analysis; or,
2. in the blank water.

- A lab method blank is composed, most often, of RO/DI water, to which all reagents are added and analytical procedures performed. This blank does not leave the lab. Method blanks are analyzed daily, or at a minimum frequency of 1 per 10 samples, to assess possible contamination from the laboratory, so that corrective measures may be taken, as necessary.

A method blank is required at a frequency of 1 per sample batch per matrix type per sample extraction/preparation method. If an analyte is identified in the method blank, the concentration should be less than 10% of the lowest concentration identified in the samples.

Matrix Spike and Matrix Spike Replicate . A matrix spike is included to identify any possible analytical interference (Annex 2). Generally, matrix spike/matrix spike

replicates are used on analyses where contaminants are not routinely detected. Matrix spikes should be included at a frequency of every 1 in 20 samples . Spike recoveries are used to determine test method analytical accuracy. Every sample observed to exhibit matrix interference is analyzed using "Standard Additions" method. Sample dilution is sometimes used to minimize interference. Some methods require the use of an interference check standard to ensure that interferences are being corrected for. Matrix spikes should have a recovery of ± 20%. A matrix spike replicate or an analytical replicate is done as above, but a replicate from a single sample is carried through the entire analytical sequence. Matrix spike replicates should be analyzed with every 20 samples. The acceptance limit for duplicates should be ±10%.

Surrogate Spikes. Surrogate spikes (Annex 2) should be included with all organic chromatography methods. Spikes are added to each sample, standard or blank analyzed, as a quality control measure. Percent recovery of these surrogates must fall within a specific range for the analysis to be considered "acceptable." Anywhere from one to three surrogate compounds per method, depending on the method. Problems can occur with surrogate recoveries on samples containing elevated concentrations of one or more analytes. Surrogate spikes are prepared at a concentration to function within the normal calibration range of the analytical instrument. Observation of very high concentrations of one or more analytes requires sample dilution to bring these elevated concentrations within the valid concentration range. Substantial sample dilution often results in surrogate concentration dilution to a level below their detection limit.

Anion/Cation Balances. Anion-cation balances provide a means of evaluating overall laboratory performance. Theoretically, samples with a neutral charge should be composed of an equal number of positively charged ions (cations) and negatively charged ions (anions). The concentrations of common cations and anions in a sample (reported in mg/L), are converted to milliequivalents per liter (meq/L), based on atomic weight and the valence of each constituent. The relative percent difference (RPD) between the cation and anion sums is then evaluated. Theoretically, the cation and anion sums in a sample with a neutral ionic charge, should be the same. Any imbalance in the charge exceeding acceptable standards indicates the cation and/or anion concentrations may be over or under reported. Ion balance should be within ± 10% for samples with a total dissolved solids concentration of more than 100 ppm. If there is no balance, a corrective action process should be initiated.

- In highly turbid groundwater samples, the concentration of a given metal, expressed as total recoverable, can be significantly different than the concentration of the same metal, expressed as the dissolved portion of that metal in the water sample. This situation is common at many solid waste facilities, and often leads to cation-anion balances with relative percent differences (RPDs) exceeding 20%.
- In relatively clean water samples, in which the inherent total cation and anion milli-equivalents are low, a relatively small difference in values, when viewed in terms of absolute magnitude, can significantly affect the RPD. In such situations, it may be more prudent to evaluate cation-anion balances in terms of absolute variances, rather than RPD. Using an acceptance criteria of ± 0.2 meq/L, rather than a percent difference, in samples where the total anion milliequivalents are low (e.g., 0.0 – 2.0 meq/L), recognizes the fact that an absolute difference of 0.2 meq/L between total cations and total anions can generate a large RPD.

z

Quality Indicators and Data Quality Objectives:

Quality Indicators. Data Quality Objectives (DQOs) are the quantitative and qualitative terms that water staff members use to describe how good the data need to be in order to meet the project's objectives. DQOs for measurement data (also known as data quality indicators) are precision, accuracy, representativeness, completeness, and comparability, etc. The overall QA objective for analytical data is to ensure that data of known and acceptable quality are provided. To achieve this goal, the water staff must review the data obtained for quality indicators (Annex 3). These are necessary attributes to ensure that analytical data are reliable, scientifically sound, and defensible.

Lower Limit of Detection (LLD). Lower limit of detection (LLD) or limit of detection (LOD) or minimum detection limit (MDL) is the concentration of the analyte giving a signal equal to the blank plus 3 × the standard deviation of the blank. Because in the calculation of analytical results the value of the blank is subtracted (or the blank is forced to zero) the detection limit can be written as:

$$\mathbf{LLD, MDL, LOD = 3 \times s_{bl}}$$

At this limit it is 93% certain that the signal is not due to the blank but that the method has detected the presence of the analyte (this does not mean that below this limit the analyte is absent). The calculated LLD, MDL or LOD should be evaluated using several checks to determine if it will meet all of the necessary criteria. The following five actions, which will be collectively referred to as the "Five Point Check", are simple ways to evaluate a calculated LOD :

1. Does the spike level exceed 10 times the LOD? If so, the spike level is high.
2. Is the calculated LOD higher than the spike level? If so, the spike level is too low.
3. Does the calculated LOD meet regulatory requirement (i.e., permit limits)?
4. Is the signal/noise (S/N) in the appropriate range?
5. Are the replicate recoveries reasonable?

Items 1, 2, and 3 are requirements for all LODs. Because even the lowest permit limits are substantially greater than the LODs which can be reasonably achieved for BOD, TSS, ammonia, and phosphorus, item 3 can be ignored for wastewater laboratories whose testing is limited to these parameters. Items 4 and 5 are not required, but are useful for evaluating the LOD data. Due to the dependence of precision on concentration, the calculated LOD must be greater than one-tenth of the spike level. This is the maximum concentration for an LOD study, and concentrations below this maximum are preferable. At the other extreme, the calculated LOD must not be higher than the spike level. Logically, if the calculated LOD exceeds the spike level it is not statistically possible to differentiate the spiked samples from a blank (and the precision of the determination was very poor!). The following inequalities are useful for evaluating a calculated LOD:

Accuracy (Recovery). Laboratory accuracy is evaluated by the percent recovery (%R) of the target analyte in spiked samples and also by the recoveries of the surrogates in all samples and QC samples. Recovery is defined as the 'fraction of the analyte determined after addition

of a known amount of the standard analyte to a wastewater sample'. In practice, control samples are most commonly used for spiking. The sample as well as the spikes are analyzed at least 10 times, the results averaged and the relative standard deviation (RSD) calculated. The recovery is calculated with:

$$\textbf{Recovery, \% = [(} X_s - X \textbf{)/ } X_{add} \textbf{] x 100}$$

where
X_s = mean result of spiked wastewater samples
X = mean result of unspiked wastewater samples
X_{add} = amount of added standard analyte

Trueness. This is expressed by the equation:

$$\textbf{Trueness ,\% = } (X / \mu) \textbf{ x 100}$$

where
X = mean of test results obtained for reference sample
μ = "true" value given for reference sample

Bias. It is more commonly used than trueness, and expressed by the equation:

$$\textbf{Bias, \% = [(X – μ) / μ] x 100}$$

Precision. Precision is a measure of the degree to which data generated from replicate or repetitive measurements differ from one another. If calculated from duplicate measurements, relative percent difference is the normal measure of precision.

$$\textbf{RPD = [(}C_1 \textbf{ x } C_2\textbf{)/ (}C_1 + C_2\textbf{)/2] x 100}$$

Where RPD = relative percent difference
C_1 = larger of the two observed values
C_2 = smaller of the two observed values
Better results are obtained from replicate analyses performed on a reference sample. Numerically, precision is expressed by the relative standard deviation *(RSD)* or coefficient of variation *(CV)*

$$\textbf{Precision, \% = (S/X) x 100}$$

where
X = mean of test results obtained for the reference standard sample
S = standard deviation of x ,$[S^2 = \sum (X_1 - X)^2 / n-1]$
n = degree of freedom

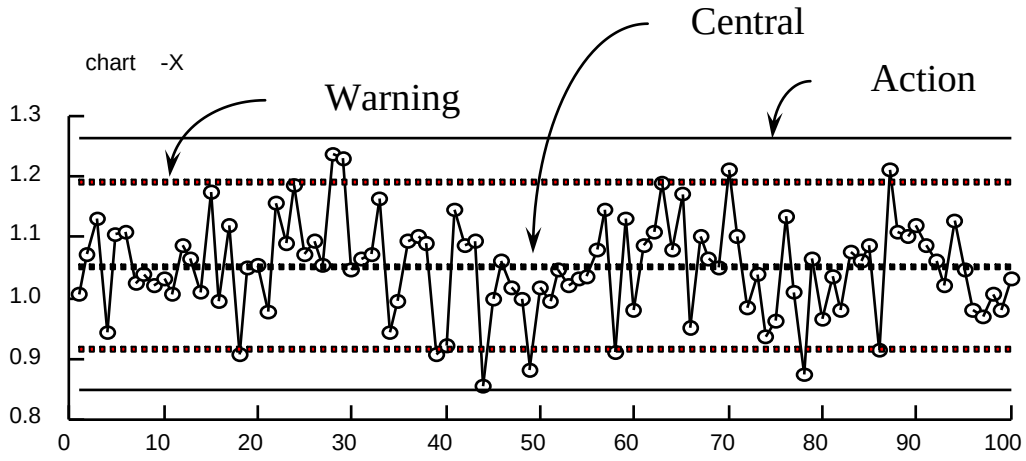
Range is often used as an index of precision. For measurements such as pH, where the absolute variation is more appropriate, precision is usually reported as the absolute range of duplicate measurements:

$$D = m_1 - m_2$$

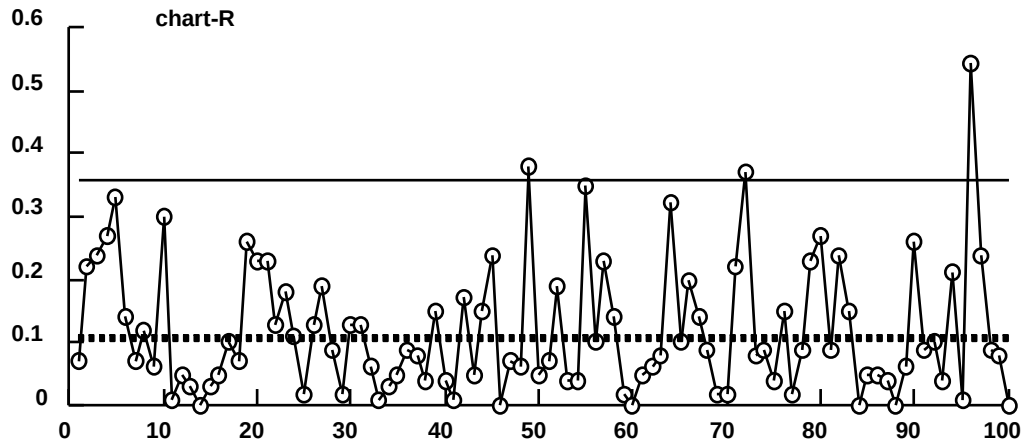
Where D = absolute range
m_1 = first measurement
m_2 = second measurement

Control Charts. Control charts are used for recording internal quality control data .The principle of control charts is that internal quality control (IQC) data can be graphically plotted so that they can be readily compared and interpreted. Various types of control charts can be used such as X-chart and R-chart. X-chart is a graph with time (or assay batch) on the x-axis and the concentration of the variable in the reference material on the y axis. The mean of a number of control values obtained over a suitably long period of time is used as the central line in the chart. Two other lines above and two below the central line are also drawn. These are the upper and lower warning limits and the upper and lower action limits. The limits are based on two and three times the standard deviation of the batch means, respectively. Provided the distribution is normal, 95 per cent of results from assays in control will fall between the two warning lines. Action lines are normally placed at three standard deviations to either side of the target line and 99 per cent of normally distributed results should be between the action lines. Examples of typical X- charts are shown below.

An R-chart is a similar control chart in which the mean range of repeated measurement is used as the central line, the control values being the difference between highest and lowest response value for a control sample in one batch. R-charts are normally used only with action limits. In the regular day-to-day use of the control charts, an aliquot from an appropriate reference material is analyzed with every batch of samples and the measured concentration of the variable in the aliquot is plotted on the chart.



z



Typical X-chart and R-chart

Out-of control situation exists according to ISO 13530 when:
(1) One control value lies outside the action limit,
(2) Two consecutive control values lie outside the warning limits,
(3) Seven consecutive values appear with raising or failing tendency,
(4) Ten out of 11 consecutive control values lie on one side of the central line in case of X-chart ,
(5) Seven consecutive values lie above the central line in R-charts.

Out-of control situation requires prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data. Results outside the action limits should prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data.

Reproducibility. *This is a measure of the spread of results when a sample is analyzed by different laboratories .This is a measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference material under different conditions (execution by different persons, in different laboratories, with different equipment and at different times). The measure of reproducibility R is the standard deviation of these results* s_R, *and for a not too small number of data (n < 8) R is defined by (with 95% confidence):*

$$R = 2.8 \times s_R$$

(where $2.8 = 2\sqrt{2}$ and is derived from the normal or Gaussian distribution; ISO 5725).

z

Repeatability. *The measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference standard sample under the same conditions (job done by one person, in the same laboratory, with the same equipment, at the same time or with only a short time interval). Thus, this is the best precision a laboratory can obtain: the within-batch precision. The measure for the repeatability r is the standard deviation of these results* s_r*, and for a not too small number of data (n> 10) r is defined by (with 95% confidence):*

$$\mathbf{r = 2.8 \times s_r}$$

Representativeness. Representativeness is the degree to which data from the project accurately represent a particular characteristic of the environmental matrix that is being tested. The Water staff designs the sampling scheme, including sampling locations and the number of samples to ensure representativeness of samples of each matrix or product of chemical processes being sampled. The Water staff also ensures representativeness of samples by adherence to standard field sampling and analysis protocols and by using standard laboratory protocols.

Completeness. Completeness is the percentage of valid results obtained compared to the total number of samples taken for a parameter. Since sampling during inspections, complaint response and technical assists are usually grab samples and limited in number of samples, the lab expects the number of valid results from the analyses to be equal to or better than 85%. A simple equation for completeness is defined as:

$$\mathbf{\%\ C\ = (\ V/T\ )\ x\ 100}$$

Where % C = percent completeness
V = number of measurements judged valid
T = total number of measurements

Comparability. Comparability is a qualitative term that expresses the measure of confidence that one data set can be compared to another and can be combined for the decision(s) to be made. The Water staff ensures Comparability by using standard sample collection, preparation and handling procedures, EPA-approved analytical methods and holding times, and by following the QA/QC protocols set by the lab.

Corrective Action:

An appropriate series of corrective actions can be taken to keep the quality control, these are :

- Review quality control limit calculations for obvious errors.
- Rest the data for outliers, exclude any that are identified as such, and re-calculate control limits.
- Review matrix spike preparation procedures to determine if any errors were made.

z

The laboratory continually monitors their results for quality control sample determinations and takes appropriate action to correct problems. Frequently, samples may be re-analyzed after an analytical problem is corrected. This is also the case for location measurements with respect to check standard results. Due to sample holding time limitations, re-analysis is usually not possible if problems are discovered in field QC data. Corrective courses applying to subsequent data collection are possible . However, if data are compromised due to poor precision, the source of the variability will determine the course of action that is required. Possible actions include:
1) Changing the standard operating procedures or instrumentation.
2) Informing the laboratory when lab error appears to be the source (and possibly changing analytical methods);
3) Re-evaluating the required precision, when it appears that the required error is unattainable.

A persistent, consistent bias in the data may warrant adjusting the values, otherwise the corrective action for bias will be to inform the lab, which will be expected to address the problem. Significant changes in methods, instrumentation, or methodology will be made only after it has been documented that these changes will not bias the data. Summary of an internal quality control program f or each parameter is:

- Analyze five standard solutions at six different known concentrations covering the working range to develop a calibration curve or, when a calibration curve already exists, analyze two standard solutions at different known concentrations covering the working range to validate the existing calibration curve.
- Analyze one method blank per set of 20 wastewater samples.
- Analyze one field blank per set of wastewater samples.
- Analyze one duplicate of a wastewater sample chosen at random from each set of up to 20 samples.
- Analyze one wastewater sample that has been spiked with a known amount of the variable as a recovery check. This sample should have a matrix similar to those of the wastewater samples being processed.

When data quality criteria are not met, corrective action procedures must be put into effect. As a general guideline, if ion balances do not agree within ± 10%, then a corrective action process should be initiated. For duplicate samples, the routine precision criterion is ± 20% Relative Percent Difference (RPD), unless the value is less than 2.0 meq/L. If so, then use ± 0.4 meq/L. These criteria may not be achievable at very low concentrations, and in this case precision is determined by absolute range of duplicate analyses. Field duplicates are collected at a ten percent frequency, and are used as a quality control check on the overall monitoring system. The QA chemist reviews field duplicate precision, and corrective action is initiated when poor precision is obtained. This corrective action process may include reanalysis, when holding time and sample quantity permit.

When an “out of control” condition is identified (e.g. either control limits or holding time has been exceeded), the analyst is responsible for initiating corrective action, which may consist of:

z

• The analytical system is recalibrated or verified, and the analysis is repeated, if holding time and remaining sample volume permits.
• The "out of control" condition is documented, corrective action is taken, and the results are documented on an Incident Report Form and should be investigated .and corrected. If time for reanalysis exceeds the allowable holding time for the analyte, then the following procedure is suggested:

- The sampler is notified, and re-sampling is requested, or
- If re-sampling is not feasible, and the particular analytical results are not critical, then the initial analytical results are flagged and reported as an "estimate", indicating that all of the QC criteria have not been met.

Preventive Maintenance:

Preventive maintenance is performed, according to the procedures and the frequencies outlined in instrument manufacturers' manuals. Control charts indicating trends, or exceedance of control limits, are employed to help identify equipment possibly requiring servicing or maintenance. Instrument maintenance logs are kept. This log documents repair and/or maintenance. Maintenance contracts are obtained for analytical balances, autoclaves, and analytical instruments, to assure their performance remains accurate and dependable.

Training Requirements:

Water staff are required to have training in analysis, instrumentation, applied statistics, quality, sampling, sampling handling and transport, sample documentation. Training should also includes filling out the "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms", field analysis, and filling out the "Sampling Checklist". However, training may also be obtained by "mentoring" provided by senior staff, and by coordination with the subcontracted laboratory or universities and institutions. Laboratories performing analytical work for EEAA should have extensive knowledge and skill in execution of the analytical methods being requested. Information on laboratory staff competence is usually provided in the Quality Management record.

Documents and Records:

The water staff fills out the "Sampling Checklist", and a field logbook or field data sheets with "write in the rain" ink or pencil, as appropriate. Changes are made by crossing out errors and adding correct information. The checklist, logbook or data sheet should not be erased. Logbooks should be bound with numbered pages shall include:

.

In addition to the checklist, field logbooks, field data sheets, "Chain-of-Custody" , "Transmission Forms" , laboratory analysis and laboratory QC reports , documentation may include:

• Investigation summary
• Inspection checklist
• Record of sampling
• Inspection report

z

- Laboratory raw data,
- Discharge monitoring reports (DMRs)
- MSDS sheets, chemical labels, photographs, drawings
- Permits, certifications, authorizations,
- Workplans, monitoring plans
- Correspondence with affected/involved parties, agencies, or others.

All documents, records, data collected, final "Sampling Checklists", and final reports shall be be stored. Pertinent data, which has been verified and validated, must be entered into the STORET database system, when available. This information may be requested by the water staff. The laboratory is responsible for verification and validation of its laboratory analysis results prior to release. The Chain-of-Custody or Transmission form and laboratory QC sheets will accompany all laboratory data results back to the water staff and the laboratory will provide information to the water staff on any qualified data results.

Data Reporting. Only data that have been validated and qualified, as necessary, shall be entered into water analysis databases. If, for any reason, the inspection schedules, sampling and analytical procedures specified cannot be followed, the water staff will describe these departures along with any QC/QA corrective actions in the "Sampling Checklist" and relay this information to the quality manager. for resolution. Database entries will be flagged as appropriate if they are outside QC/QA acceptable ranges. If necessary, the final report will discuss any QC/QA issued raised during the monitoring, as well as QC/QA resolution of these issues.

Data Acquisition. Non-direct measurements include data from previous studies, information gathered about the facility, maps and GPS to determine sampling locations, etc. The water staff will determine when and how previously collected data will be used, and will document the data quality objectives for their use.

Data Management. For each sampling event, the "Sampling Checklist" must be completely filled out. Field logbooks and data sheets, photos, maps, and GPS location data as well as field sample labels and "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will be used as required to document sampling and inspection activities. Field duplicates will be identified as such only in the checklist, field logbook or in field data sheets. For laboratory analyses, field duplicates will be assigned separate unique sample identifier numbers and will be submitted “blind” to the analytical laboratory. If possible, laboratory data will be transferred electronically to the lab quality manager to reduce transcription errors, to allow for graphing information, and to allow data to be stored in the data base. Final reports will be developed according to lab guidance documents. All reports, including those for potential enforcement cases, will be completed within 10 days of the sampling event date, if possible. Validated laboratory results and interpretation (as applicable) will be appended. Photographs and other supporting data along with the final report will be used to determine permit, certification, authorization or other water quality compliance. All data generated during this project will be processed, stored, and distributed according to the lab guidance documents.

z

Data Verification. The primary goal of verification is to document that applicable method and procedural requirements were met in the field sampling and laboratory analysis. Verification checks to see if the data were complete, if sampling and analysis matched the requirements, and if the "Standard Operating Procedures (SOPs)" were followed. Verification of data compiled for a sampling event is the responsibility of the water staff. Verification should cover at least 5% of the data generated within the water monitoring activities each year.

Data Validation. Data validation determines whether the data sets meet the requirements of the Quality Assurance Guidelines. That is, were the data results of the right type, quality, and quantity to support their intended use? Data validation also attempts to give reasons for sampling and analysis anomalies, and the effect that these anomalies have on the overall value of the data. All data generated will be validated in accordance with the QC/QA requirements specified in the methods and the technical specifications outlined in the lab manual. Raw field data will be maintained by the water staff who collected it. Raw laboratory data will be maintained by the laboratory. The laboratory may archive the analytical data into the laboratory data management system. All data will be kept a minimum of 3 years.

The summary of all laboratory analytical results will be reported to the water Quality manager. Data validation will be performed by the laboratory for all analyses prior to the release of data. All data will be validated according to the laboratory's SOPs. The rationale for any anomalies in the QC/QA of the laboratory data will be provided to the water staff with the data results. Completed "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms "will be sent back from the laboratory to the water quality manager. Data will be qualified as necessary. Sampling may need to be repeated. Unacceptable data (i.e., data that do not meet the QA measurement criteria of precision, accuracy, representativeness, comparability and completeness, etc.) will not be used or if used, the problems with the data will be clearly noted in the final report. Any actions taken to correct QC/QA problems in sampling, sample handling, and analysis will be noted. The water staff will keep the record of any QC/QA issues and QC/QA corrective actions taken in the space provided in the "Sampling Checklist". The water Quality manager is responsible for reviewing field log notebooks and field data sheets for accuracy and completeness within 48 hours of each inspection, if possible. Water staff will calculate the Relative Percent Difference (RPD) between field duplicate samples to determine if QC/QA objectives for field precision have been met.

Sample results provided to the water staff by the laboratory, after these data have been verified and validated by the laboratory Quality manager, will become part of the permanent file for each facility or project. Water staff will compare the sample information in the field log notebooks and/or data field sheets with the laboratory analytical results to ensure that no transcription errors have occurred, and to check the Relative Percent Difference (RFD) between duplicate samples sent "blind" to the laboratory. Laboratories calculate and report the RPD of analytical duplicate samples and report this information in the QC data sheets which accompany the data results. RPD's greater than the assigned limit will be noted. Water staff, along with Water quality manager will decide if any QC/QA corrective action will be taken if the RPDs exceed the criteria. If evidence of QC/QA non-compliance is observed with the data, additional sampling and analysis may be required.

z

Data Reconciliation. All data and related information obtained during the monitoring services, such as the final report, data report package or inspection report, will be filed. Water staff will check the original against the information obtained and determine if the data meet the original intent. If there are discrepancies, these will be addressed before the next sampling event.

Data Assessment/Oversight. An internal assessment of water monitoring activities will be performed annually. An audits of field activities and/or laboratory activities on at least 5% of the water monitoring activities. Results of such assessments or audits will be reported to water Quality Manager with recommendations for QC/QA improvements.

Quality Control Requirements:

Quality Control measures in the field include but are not limited to:
• Proper cleaning of sample containers and sampling equipment,
• Maintenance, cleaning and calibration of field equipment/ kits per the manufacturer's and/or laboratory's specifications,
• Use of chemical reagents and standard reference materials prior to expiration dates,
• Proper field sample collection and analysis techniques,
• Correct sample labeling and data entry,
• Proper sample handling and shipping or transport techniques,
• One field duplicate per set of 10 samples (minimum of 1).

Quality Control in laboratories includes the following:
• Laboratory instrumentation calibrated with the analytical procedure,
• Laboratory instrumentation maintained in accordance with the instrument manufacturer's specifications.
• Method Blanks, Matrix spike/matrix spike duplicates, sample duplicates, etc.
• Laboratory data verification and validation prior to sending data results.
.
A water staff member shall perform the field data verification and validation, and reviews the laboratory reports. The water staff reviews these data to ensure that the required QC/QA measurement criteria have been met.

Equipment Testing, Inspection and Maintenance:

Water staff in each lab will ensure that instruments and kits are in good working order. Prior to a sampling event, all sampling instruments and equipment will be tested and inspected in accordance with manufacturers' specifications. All standard reference materials and kit chemicals will be inspected to ensure that expiration dates have not been exceeded. For each sampling event, a water staff will document on the Checklist that required testing, inspection and maintenance have been performed.

z

Annex (1)
Water Sampling

Sampling Plan Checklist:

Sampling Plan Checklist is a summary of site-specific sampling and analysis requirements of a sampling event. The QC/QA information includes sampling methods, sample containers, holding times, and approved analytical methods. The site-specific Sampling Plan Checklist contains:

• Site information such as facility or project name, address, water body, latitude/longitude, file number, permit number (if applicable), contact person, contact person's phone number and/or email address,
• Sampling date/s and sampling location/s such as the effluent or river reach,
• Name/s of the EEAA staff setting up and conducting the monitoring activities, reviewing data and preparing reports,
• The list of parameters that will be sampled for and analyzed in the field and those that the laboratory will perform,
• List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
• QC/QA problems encountered in the field and/or laboratory and any QC/QA corrective actions taken,
• Water staff member responsible for the sampling event - signature and date. Whenever samples are collected and/or analyzed in the field, the water staff member fills out the site-specific 'Sampling Checklist" for each sampling event. As much of the Checklist as possible is filled out prior to the event. Items that may be known prior to sampling are the facility name, sampling dates and locations, parameters, subcontracted laboratory, etc. Because a sampling event involves unknowns, the Sampling Plan Checklist is taken into the field and filled out as necessary. Items which are required to be completed in the field include:
• Any new sampling locations
• Any new parameters
• QC/QA problems identified in the field such as malfunctioning equipment, broken vials, etc., as well as QC/QA corrective actions taken,
• Any changes or departures from the QC/QA protocols described in this manual, such as using non EPA-approved methods as well as the rationale for these changes or departures.

In summary, the site-specific Sampling Plan Checklist must include:
• Name of the facility, project or event,
• Physical location (GPS) and address if applicable,
• Folder names, if applicable,
• Site contact person, phone number, email address, if applicable,
• Name of water staff person(s),
• Sampling date/s and sampling locations,
• Parameters to be sampled or analyzed,
• List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
• Field or lab QC/QA problems identified and QC/QAC corrective actions taken,
• Name of data reviewer/s

z

• Dated signature of water staff member responsible for sampling event.

Representativeness of Samples . When water samples are taken in response to water pollution complaints, care should be taken to ensure the sampling sites are representative of the pollution event; e.g., at the pollution site, and above and below it. When a sample is taken at a wastewater facility discharge line, a volume of water equal to at least ten times the volume of the sample discharge line will first be discharged into a bucket or similar container, to clear the line of standing water and possible contamination. Since many wastewater treatment facilities do not have a discharge line faucet, it is acceptable to take the sample from the last effluent chamber, while taking precautions to avoid sample contamination.

Grab Sample. Grab samples consist of either a single sample or individual samples collected over a period of fifteen minutes or less. The quantity collected is determined by the type and number of analytical parameters. Grab sampling is useful when the waste stream is not continuous, such as the cases of batch discharges and intermittent flows. Grab sampling may also be appropriate when the characteristics of the waste stream are known to be constant through time. Samples for certain parameters are required to be collected as grab samples .Grab samples are most often collected manually. Grab samples are generally authoritative in nature. Sample bottles will be filled sequentially, normally being filled to the shoulder of the bottle, leaving a small space for expansion and mixing.

Composite Sample. Samples will be composited directly into the sample bottles and collected sequentially. Between composite aliquots, bottles will be kept in a cooler with ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. The time of the initial portion of the composite, composite intervals, and the final compositing time will be noted in the field logbook or data sheets. The sample time listed on the "Chain-of- Custody" or "Transmission Form" and the sample bottle will be the time of the final sample composite portion. . Four types of composite samples are listed below:

1. **Time Composite (TC).** A sample comprised of a varying number of discrete samples (aliquots) collected at equal time intervals during the compositing period. The TC sample is typically used to sample wastewater or streams.
2. **Flow Proportioned Composite (FPC).** A sample collected proportional to the flow during the compositing period by either a time-varying/constant volume (TVCV) or time constant/varying volume (TCVV) method. The TVCV method is typically used with automatic samplers that are paced by a flow meter. The TCVV method is a manual method that individually proportions a series of discretely collected aliquots. The FPC is typically used when sampling wastewater.
3. **Areal Composite**. This is a sample composited from individual, equal aliquots collected on an areal or horizontal cross-sectional basis. Each aliquot is collected in an identical manner. An example is a sediment sample composited from quarter-points of a stream.
4. **Vertical Composite**. It is a sample composited from individual, equal aliquots collected from a vertical cross section. Each aliquot is collected in an identical manner. Examples include vertical profiles in lakes and estuaries.

z

Quality Control Sample. This is a collected sample during field studies for various purposes which include the isolation of site effects (control samples), define background conditions (background sample), or evaluate field/laboratory variability (spikes and blanks, trip blanks, duplicate, split samples). The definitions for specific quality control samples are listed below.

Control Sample. It is a discrete grab sample collected to isolate a source of contamination. Isolation of a source may require the collection of both an upstream sample at a location where the medium being studied is unaffected by the site being studied, and a downstream control which could be affected by contaminants contributed from the site under study.

Background Sample. It is a sample (usually a grab sample) collected from an area, water body, or site similar to the one being studied, but located in an area known or thought to be free from pollutants of concern.

Duplicate Sample. It is two or more samples collected from a common source. The purpose of a duplicate sample is to estimate the variability of a given characteristic or contaminant associated with a population.

Trip Blank. It is a sample which is prepared prior to the sampling event in the actual container and is stored with the investigative samples throughout the sampling event. They are then packaged for shipment with the other samples and submitted for analysis. At no time after their preparation are trip blanks to be opened before they reach the laboratory. Trip blanks are used to determine if samples were contaminated during storage and/or transportation back to the laboratory (a measure of sample handling variability resulting in positive bias in contaminant concentration). If samples are to be shipped, trip blanks are to be provided with each shipment but not for each cooler.

Equipment Field Blank. It is a sample collected using analyte-free water which has been run over/through sample collection equipment. These samples are used to determine if contaminants have been introduced by contact of the sample medium with sampling equipment. Equipment field blanks are often associated with collecting rinse blanks of equipment that has been field cleaned. An example is a purified water chlorophyll a blank which is subjected to the chlorophyll filtering process.

Field Blank. It is a sample that is prepared in the field to evaluate the potential for contamination of a sample by site contaminants from a source not associated with the sample collected (for example air-borne dust or vapors which could contaminate an organics and/or metals sample). Purified organic-free water is taken to the field in sealed containers or generated on-site. The water is poured into the appropriate sample containers at pre-designated locations at the site. Field blanks should be collected in dusty environments and/or from areas where volatile organic contamination is present in the atmosphere and originating from a source other than the source being sampled. Samples will be listed as “composite” or “grab” on the "Chain-of- Custody" or "Transmission Form" and in field logbook or field data sheets.

z

Sample Containers and Equipment:

All sampling equipment and sampling containers must be certified clean by the laboratory providing them, or cleaned according to the manufacturer's equipment specifications or the analytical laboratory. Bottles supplied by a laboratory are pre-cleaned and must never be rinsed, and will be filled only once with sample. All previously used sampling equipment must be properly decontaminated before sampling and between sampling locations to prevent introduction of cross-contamination. Washwater and rinsate solutions must be collected in appropriate containers and disposed of properly in accordance with federal, state, and local regulations. Individual sample containers will be placed immediately into a cooler containing ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. All samples will be collected and transported to the analytical laboratory with proper sample custody and/or transmission documentation.

Sampling of Water:

Because stream waters are usually well mixed vertically, subsurface sampling at a convenient depth is adequate for collection of representative samples at a given point. Subsurface samples are taken within the upper meter or may be a composite of two or more strata. The sampler should take into account thermal stratification due to discharges or tributaries when the sampling plan is being developed.

Lakes, Ponds, Reservoirs. In shallow waters (2 to 3 m), samples shall be collected at 0.5 to 1 m. In deeper water, samples should be collected at regular depth intervals.

Ground Water Wells. Only grab samples may be obtained. The well should be purged of at least three casing volumes of water before sample collection, and the purged well should be allowed sufficient time to equilibrate and fines to settle. If a bailer is used, it should be slowly lowered and raised to minimize disturbances. Samples should be taken as close as possible to the water level, unless analysis indicates that contamination is at a different depth. An equipment blank, a portion of rinsate, should be collected into a separate container and analyzed along with the other groundwater samples. Bailing strings and wires and other disposable sampling tools must be properly disposed of after use at each well.

Wastewater Discharge. A "representative sample" is often defined as a sample that reflects one or more characteristics of the population being sampled. For example, the characteristic which is desired to be reflected by the sample may be the average, minimum, or maximum concentration of a constituent of concern. Ultimately a representative sample is defined by the study objectives. Stratification and Heterogeneous Wastes Environmental media, as well as waste matrices, may be stratified, i.e., different portions of the population, which may be separated temporally or spatially, may have similar characteristics or properties which are different from adjacent portions of the population.

z

Sampling Procedures:

The water staff collecting samples should wear disposable gloves and safety eyewear if needed, and observe precautions while collecting samples, remaining aware of the potential chemical and biological hazards present. The water staff collecting samples will take care not to touch the insides of bottles or lids/caps during sampling.

Sample Custody Procedures:

Samples will be kept in the custody of the water staff. "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will accompany all samples to subcontracted laboratories. Custody seals will be placed on shipping containers if the water staff decides seals are necessary.

Shipping Requirements:

Packaging, marking, labeling, and shipping of samples will be carried out. Staff should receive the necessary training for shipping samples. Holding time limitations will be considered when decisions are made regarding sampling and shipping time.

z

Annex (2)

Common Types of Quality Control Samples Used in Water-Quality Monitoring

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Replicate samples	Multiple samples are collected from the environment at the same time and place, using the same method.	Evaluate the variability in sampling and analysis processes.	No other good way to estimate the reproducibility of environmental sampling.	Estimate sampling process variability, by using in conjunction with split samples
Split samples	One sample collected from the environment is divided into two or more equivalent parts. May be done in field or at lab.	Evaluate analysis variability, if sent to the same lab. Evaluate interlaboratory bias if sent to different laboratories.	Many other ways of determining laboratory variability or interlab bias are possible. This method has the advantage of being matrix-specific.	Sample-splitting process may not produce exact replicates. Also, splitting procedure may introduce contamination, or allow loss of analyte through volatilization or sorption.
Spiked samples	Measured amounts of analytes are added to known volumes of sample. Analyses are compared to those of unspiked sample, identically treated.	Evaluate recovery of the analyte(s) from the specific sample matrix by the analytical method.	Laboratories usually have recovery data for normal sample matrices. Spikes are useful for unusual matrices.	Recovery of spikes may not accurately represent recovery of native materials.
Surrogate-spiked samples	Measured amounts of surrogate compounds are added to known volume of sample.	Evaluate the recovery of analytes by monitoring recovery of a chemically similar compound.	Analyte spike provides similar data, but requires to analyses.	Typically used with multi-analyte organic methods.
Synthetic samples	A known concentration of analyte(s) is added to a matrix (commonly source water; occasionally a synthetic matrix such as seawater).	Document the bias of a laboratory's analyses.	Reference samples, spiked samples may also be used to test bias.	Unless a synthetic matrix is created, results do not take matrix effects on bias into account and therefore tend to give optimistic results.
Reference samples	An actual environmental sample in which the "true" concentration of analytes is known, through multiple analyses by multiple laboratories, using multiple methods.	Document the bias of a laboratory's analysis.	Synthetic samples, spiked samples may also be used to test bias. Reference samples provide an absolute standard, not prepared by the user.	Matrix-specific reference materials may be difficult or impossible to obtain. Non-matrix specific reference samples may provide misleading results. Reference samples are used sparingly because they are expensive.

z

Annex (3)
Data Quality Objectives (Quality Indicators)

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Bacteria, (total fecal coliform)	SM9221 or 9222	1 FC/100 ml	1 FC/100 ml	NA	NA	85-100%	$Na_2S_2O_3$[a]	100 ml	Sterile plastic	6 Hours
Biological Oxygen Demand (BOD_5)	EPA405.1 or SM5210B	2 mg/L	2 mg/L	80-120	<30%	85-100%	4ºC	1L	Plastic	48 Hours
Chemical Oxygen Demand (COD)	EPA 410 or SM5220	Lab Control Chart	5 mg/L	85-115	<20%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2	125 ml	Plastic	28 days
Chlorine, Total residual	EPA330.1-330.5 or SM4500	0.1 mg/L	0.1 mg/L	NA	<30%	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the field
Dissolved Oxygen	EPA 360.2 or SM4500	0.05 mg/L	0.05 mg/L	85-115	<30%	85-100%	N/A	300 ml	Plastic	Do in the field
Total Nitrogen (ammonia, nitrate, nitrite, TKN)	SM 4500 or EPA350 series	0.06 mg/L	0.06 mg/L	70-130	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	500 ml	Plastic or Glass	28 days
pH	EPA150.1	0.1	0.1	0.1 pH	0.1 pH	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the

z

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
		standard units	standard units	units	units					field
Total Phosphate or o-Phosphate	EPA 365 series or SM4500	0.01 mg/L	0.01 mg/L	70-130%	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 hours
Specific Conductance	EPA120.1 or SM2510B	0.07 uS/cm	0.07 uS/cm	85-115%	10%	85-100%	NA	N/A	Plastic, glass	Do in the field
Total Organic Carbon	EPA 415.1 or SM5310	1 mg/L	1 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC, add HCl, H_2SO_4 or H_3PO_4 to <pH2	125 ml	Amber Glass	28 days
Turbidity	EPA180.1 or SM2130B	01. NTUs	01. NTUs	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 h. or do in the field
Temperature ºC	EPA170.1 or SM2550B	0.1 ºC	0.1 ºC	90-110%	<10%	85-100%	N/A	N/A	N/A	Analyze in field
Total Suspended Solids	EPA 160 series or SM2540	0.2 mg/L	4 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Plastic or glass	7 days
Total Settleable	EPA 160.5 or SM2540	0.2 ml/L/hr	0.2 ml/L/hr	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Imhoff cone	Analyze as soon

z

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Solids										as possible
Total Recoverable Metals	EPA 200 series or SM 3100 series	See specific metal	See specific metal	See specific metal	<20%	85-100%	Add HNO_3 to <pH 2 except for Hg and Cr VI	100 ml	Plastic	28 days
Volatile Organic Compounds (VOCs)	SM 8260B or 6400	See specific VOC	See specific VOC	See specific VOC	<20%	85-100%	$Na_2S_2O_3$ to pH<2	40 ml	Special 40 ml glass vial	14 days

z

Annex (4)

Common Types of Quality Control Blank Samples Used in Water-Quality {Monitoring

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Source water blank	A portion of the water that is used as the source of all blanks, and as the matrix for all QC samples, is analyzed.	Document that the source water is free of contamination.	Buy certified source water from the laboratory or a commercial supplier, and accept their analysis. Use water from a deionizer in the field laboratory	Field-lab deionizers may be a significant source of contamination, and should be monitored with conductance meters, using a safe cutoff value. The value chosen will depend on the detection limit of the analyses being performed.
Field blank	Source water in taken to the sampling site and, as nearly as possible sampled, preserved, and bottled in the same way as the environmental samples.	Document that the field sample handling process is not introducing contamination.	No reasonable alternative. Necessary for all but the roughest reconnaissance studies.	If contamination is found in the analysis of the field blank, it gives no indication of the source, only that it has occurred. Also, it is often not possible to sample the source water exactly the same way as the environmental.
Ambient atmosphere blank	A sample container of source water is exposed to the atmosphere at the sampling site for the same amount of time required to handle a sample.	Document that the atmosphere of the sampling site is not introducing contamination.	Test the atmosphere for analytes to be determined in the samples.	Especially important for relatively “clean” ground water samples collected in surface environments that are highly contaminated, either by volatile constituents or air borne particulates.
Equipment blank	A source water sample is passed through the sampling, splitting, or filtration equipment, then bottled and preserved like a sample and sent to the lab.	Document that the sampling equipment is not introducing contamination.	Super-clean the equipment before coming to the field, seal it in a protective container, and use it only once per trip, to ensure that no contamination is introduced.	Separate blanks for sampler, splitter, pump, filter, etc., may be used to identify individual sources of contamination. Analyze total equipment blank first. If it is blank, no further tests needed.
Preservation blank	A source water sample that has been preserved exactly as the environmental samples, is analyzed.	Document that the preservative, and the act of adding it to the sample, is not introducing contamination.	Use pretested preservative supplied by the lab, and assume that the operation of introducing preservative in the field isn’t causing contamination.	If preservation blanks show no contamination, there is no need to analyze separate source blanks.

z

Annex (4)
Common Types of Quality Control Blank Samples Used in Water-Quality Monitoring (Continued)

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Trip blank	A sample of source water, preserved and contained identically to the samples, is shipped with environmental samples.	Document that contaminants are not introduced during shipping.	Detect contamination during shipping, from atmospheric or container/closure sources, or from other samples.	Most necessary when volatile analytes will be determined. Cross contamination may occur between “clean” and “loaded” samples shipped together.
Laboratory blank	A source of water sample is prepared at the laboratory, and analyzed along with the environmental samples.	Document that contamination has not occurred during lab storage, subsampling, and analysis	If the blank shows no contamination throughout the entire sampling and analysis process, the absence of contamination in both field and lab is documented, and separate lab blanks are unnecessary.	If the field blank shows contamination, the laboratory blank helps identify its source as being in the field or in the laboratory.

z

References:

[1] APHA, (1998). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20th edition. American Public Health Association, Washington.

[2] M.P.Berndt, B.G.Katz (2000) *Quality Assurance Plan for Water Quality Activities in the orth lorida*, Progrm Office, Florida District, US Geological Survey, Report 00-426, Florida.

[3] F.M.Garfield (1997) *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratory*, AOAC International USA.

[4] G.Katerman, L.Buydens (1993) *Quality Control in Analytical Chemistry*, 2ne edition, Wiley-Intersciece, New york .

[5] J.P. Dux, (1990) *Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory*. 2nd edition, Van Nostrand Reinhold, New York.

[6] F.M. Garfield, (1991) *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories*. 2nd edition, AOAC International, Arlington, VA.

[7] R. Caulcutt, and R. Boddy, (1983) *Statistics for Analytical Chemists*. Chapman & Hall, London.

[8] ISO/IEC 17025 (1999) *"General requirements for the competence of testing and calibration laboratories"*

[9] *Water Quality Monitoring- A How to Guide* (2007) Chehalis iver Council, Washington USA, http://www.crcwater.org/index.html.

[10] H.Gunzler (1994) *Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry*, Springer, Berlin .

[11] W.A. Shewhart, (1986) *Statistical Method from the Viewpoint of Quality Control*. Dover Publications, New York.

[12] A.J. Duncan, (1986) *Quality Control and Industrial Statistics*. 5th edition, Irwin, Burr Ridge, IL.

[13] D.Hallock, W.Ehlnger (2003) *Quality Assurance monitorig Plan, Stream Ambient Water Quality Monitoring*, Pub.No. 03-03-200 , Washington State Department of Ecology.

[14] US Environmental Protection Agency (1983). *Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes*, EPA-600/ 4-79-020. U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, USA.

[15] J.C. Miller, and J.N. Miller, (1992) *Statistics for Analytical Chemistry*. 3rd edition, Prentice-Hall, Inglewood Cliffs, NJ.

[16] R.J. Mesley, W.D. Pockington, and R.F. Walker, (1991) *Analytical Quality Assurance-a Review*. The Analyst, **116**, 975-990.

z

z

Annex 4
الملحق الرابع

z

Evaluation of performance

1 – Limit of detection.

2 – Precision (repeatability and between batch).

3 – Trueness.

Limit of detection.

1 – Use – R – chart for blank or sample of very low concentration.

2 – Calculate S_w for blank sample.

3 – Calculate criteration (CD) and limit of detection (LOD).

Calculate S_w from R - chart using blank sample

Batch	X1	X2	R
1	3.5	0.0	3.5
2	4.3	2.4	1.9
3	9.5	10.9	1.4
4	4.9	1.6	1.6

Average **R` = 2.1**

$R` = d_2 . S_w$

d_2 for duplicate reading n = 2 from the table $d_2 = 1.128$

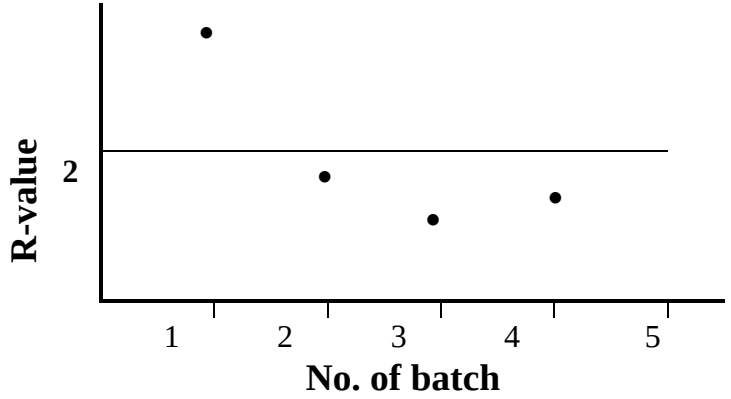
$S_w = R`/d_2 = 2.1/1.128 = 1.86$

Calculate S_w from r – chart using stable natural sample (type II)

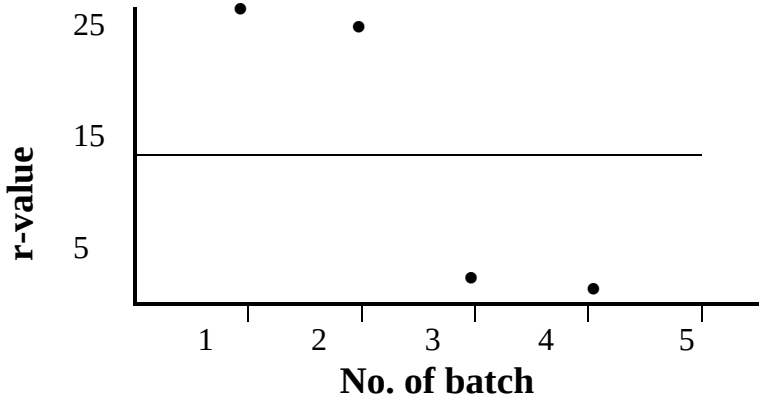
Batch	X_1	X_2	R	$\bar{X}$	r %
1	3.46	4.46	1.00	3.96	25.3
2	3.99	5.10	1.11	4.545	24.4
3	5.32	5.47	0.15	5.395	2.8
4	15.0	14.8	0.2	14.9	1.3
Average			r`= 13.45		

$S_w = r`/d_2 = 13.45/1.128 = 11.92 \approx 12$

R – chart for blank



r – chart for stable natural sample



Calculate CD and LOD

CD = $t_{0.95}$. (df) . S_w . $\sqrt{(1 + 1/n)}$

df : the number of degree of freedom

df = no. of batches -1

df = 4 – 1 = 3

n : number of replicate =2

$t_{0.95}$ (3) from the table (one sided case), df = 3

$t_{0.95}$ = 2.353

$\therefore$ CD = 2.353 x 1.86 $\sqrt{(1 + ½)}$ = 5.36 ≈5

LOD = 2 CD = 2 x 5= 10

Precision, repeatability (S_w)

S_w can be calculated as was discussed before with blank sample by using either R – chart for sample type I (synthetic sample or reference material)

or

r – chart with sample type II (stable natural sample)

$r = (R * 100) / X$

Precision between batch variation S_b

1 – Use combination of X - chart and R – chart for sample type I

2 – Calculate S_w from R – chart as was discussed before.

3 – Calculate standard deviation S_x from X - chart.

4 – Calculate S_b

as

$$S_b^2 = S_x^2 - S_w^2/n$$

n : no. of replicate = 2

Calculate S_x

Batch	X_1	X_2	R	X
1	505.0	504.7	0.3	5 04.85
2	497.4	496.0	1.4	496.7
3	495.6	496.9	1.3	496.25
Average			R` = 1.0	$\bar{X}$ = 499.27
Standard deviation			S_x = 4.84	

True value = 500

Calculate S_b

$S_w = R`/d_2 = 1.0/1.128 = 0.887$

$S_b^2 = S_x^2 – S_w^2 / n$

$= (4.84)^2 - (0.887)^2 / 2$

$= 23.426 - 0.7868 / 2$

$= 23.426 - 0.393 = 23.03$

$S_b = 4.799 \approx 4.8$

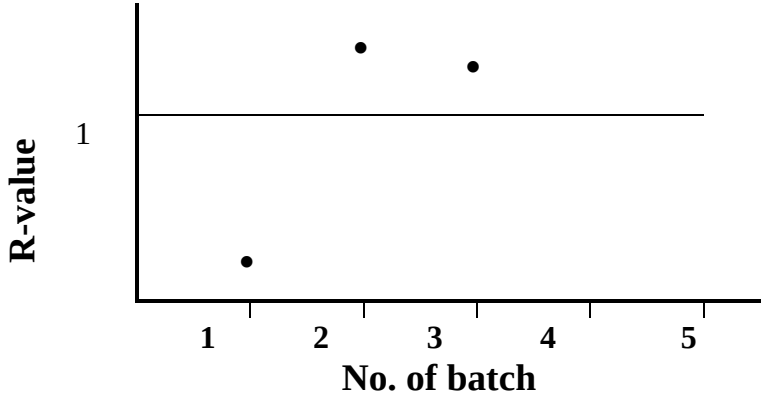
Total variance $S_T^2 = S_w^2 + S_b^2 = (0.887)^2 + (4.799)^2$

$S_T = 4.88$

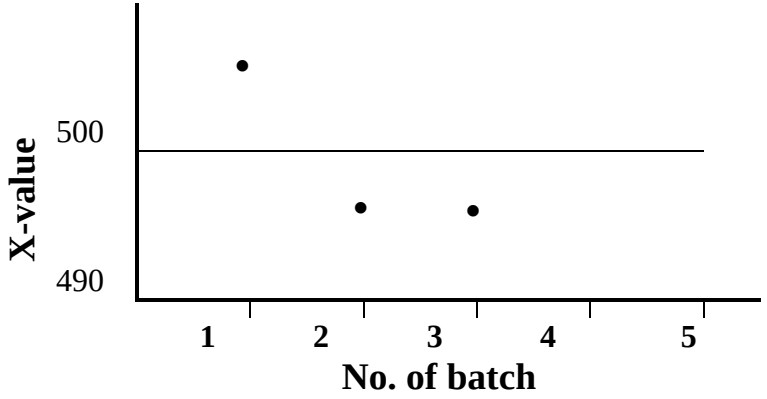
The number of degree of freedom for S_b = no. of batches – 1

The number of degree of freedom for S_T = n *(number of batches - 1)

R – chart for Sample (I)



X – chart for Synthetic sample (I)



Calculation of truness

To calculate truness from X – chart

Synthetic sample I or D – chart for sample type III (recovery of spike from a natural sample).

Recovery from X – chart = $\overline{X}$ * 100 / true value

Truness = 499.27 * 100 / 500 = 99.9 % ≈ 100 %

Is truness different from 100 %?

1 – Calculate S_x for (X – chart) or S_D(D – chart)

2 – Compare the average concentration (or average difference for sample type III) to true value (or true spike) using confidence interval.

Compare true value and average using the confidence interval

Confidence interval = average ± $t_{.(1-\alpha)/2}$, (df)*S_x / $\sqrt{m}$

df = no. of batches – 1 = 2

m : no. of measurements = 6 reading

S_x = 4.84

Average $\overline{X}$ = 499.27

$t_{0.975}$(df) = from the table when (df = 2) = 4.303

$\therefore$ confidence interval = 499.27 ± 4.303 * 4.84/$\sqrt{6}$

= 499.27 ± 8.50 from 490.77 to 507.77

True value = 500 is found within the confidence interval and the average is not significantly different from the true value.

Are performance characteristic changing?

1 – Compare standard deviation S_T of two measurements for the same sample (F-test)

2 – Compare average of two measurements for the same sample

if the answer is yes.

a : The change is acceptable or relevant.

b : Decide what you want to do to improve your results

Compare standard deviations

The calculation for new measurements of the same sample is

$\overline{X}_2 = 497.39$, $S_{T2} = 6.45$, no. of measurements ($m_2 = 10$)

The number of degree of freedom $df_2 = 10 - 1 = 9$

The data which was just calculated before is

$\overline{X}_1 = 499.27$, $S_{T1} = 4.88$, no. of measurements ($m_1 = 6$)

The number of degree of freedom $df_1 = 6 - 1 = 5$

F – test = $S_{T2}^2/S_{T1}^2 = 6.45^2/4.88^2 = 1.74$

F value from excell F_{inv} (0.025, df_2, df_1) = F_{inv} (0.025, 9, 5)

F value = 6.69

F test is smaller than F value so standard deviation is not significantly different.

Compare the averages

Calculate uncertainty of the difference

$$U = t_{1-\alpha/2}\,(df)\,S_{pooled}\,\sqrt{(m_1 + m_2)/(m_1 * m_2)}$$

$$df \text{ for } S_{pooled} = df_1 + df_2 = 5 + 9 = 14$$

$$S_{pooled} = \sqrt{df_1 * S_{T1}^2 + df_2 * S_{T2}^2) / (df_1 + df_2)}$$

$$S_{pooled} = \sqrt{5 * 4.88^2 + 9 * 6.45^2) / (5 + 9)} = 5.94$$

Compare the averages

$t_{0.975}(14) = 2.145$

$U = 2.145 * 5.94 \sqrt{(6 + 10)/(6 * 10)} = 6.58$

The difference between the two averages (d)

d = 499.27 – 497.39 = 1.88

The uncertainty is larger than the difference and therefore the difference is not significant

∴ The change of performance characteristic is not significant

If the two standard deviations are different, for example if two significantly different methods are employed, the following procedure is used:

The variances V1 and V2 of each of the two means are compacted

$$V_1 = S_1^2/m1 \qquad V_2 = S_2^2/m_2$$

The effective number of degrees of freedom df* is then calculated:

$$df^* = \frac{(V_1 + V_2)^2}{V_1^2/(m_1+1) + V_2^2/(m_2+1)} - 2$$

Calculate the uncertainty U of the difference

$$U = t_{1-\alpha/2}\, df^* \sqrt{(V_1 + V_2)}$$

Calculate the difference of the two means and compare with U

Example :

An improvement of the method for determination of COD_{cr} (mg/L O_2) has been attempted. The original and modified methods are compared by repeated analysis of several samples.

Results of the statistical analysis for one sample is given below

	X`	S_T	m
Old method	**21.3**	**5.34**	**17**
Modified method	**19.2**	**3.20**	**19**

F – test = S_T^2 (highest) / S_T^2 (lowest) = $5.34^2/3.20^2$

= 2.78

$F_{0.95}(df_1, df_2)$

$F_{0.95}(16, 18) = 2.25$

F-test is larger than critical value or F-value so the two standards deviation are differ at 95%.

So the following procedure is used:

Variance of old V_{old} & modified $V_{mod.}$ Methods are

$V_{old} = (5.34)^2/17 = 1.677$

$V_{mod.} = (3.20)^2/19 = 0.539$

The effective number of degree of freedom df* is

$$df^* = \left(\frac{(1.677 + 0.539)^2 + (0.539)^2/(19+1)}{(1.677)^2/(17+1)} \right) - 2$$

$$= 26.8 \approx 27$$

The uncertainty U is

$$U = t_{0.975}(27) \times \sqrt{(1.677 + 0.539)}$$

$$= 2.052 \times 1.489$$

$$= 3.055 \text{ mg/L } O_2$$

The difference of the means d is

$$d = 21.3 - 19.2 = 2.1 \text{ mg/L } O_2$$

The difference of the means is smaller than the uncertainty so the means are not differ.

Annex 5
الملحق الخامس

Generic Quality Assurance Plan for Drinking Water Program Staff Sampling & Analysis Activities

Distribution List
Copies of this approved Quality Assurance Plan (QAP) and subsequent QAP revisions will be distributed to all Water Program staff.

Organization Task
All Water Program staff members who perform field tests, collect samples, and transport or ship samples to analytical laboratories are responsible for Quality Assurance and Quality Control. Water Program staff members who perform these duties include:
• Those who respond to water pollution complaints or investigate potential water
pollution problems using a suite of basic water quality parameters,
• Those who set up or perform baseline water quality monitoring,
• Those who develop discharge permits, review data reports, provide technical assistance to facilities, and perform routine inspections and water quality monitoring,
•Water Program staff members, under the requirements of this generic plan, are responsible for planning the sampling event, developing the sample design, collecting physical and documentary samples, coordinating with the subcontracted laboratory, reviewing data results, and preparing reports.

QAP requirements also apply to sampling activities undertaken on behalf of the department by contractors. Whenever Water Program staff members perform field tests, collect samples and transport or ship samples to analytical laboratories, they will follow the requirements of this generic QAP for sample collection, sample handling and analysis. Departures from the requirements of this generic QAP must be documented in the site-specific QAP Sampling Plan Checklist and approved by the Water Quality Assurance Officer (WQAO). Water Program staff members using this generic QAP prepare the site-specific QAP Sampling Plan Checklist (QAP Checklist) for each sampling event. The WQAO is available to assist Water Program staff members fill out this QAP Checklist. The WQAO randomly selects and reviews approximately 5% of the QAP Checklists annually to ensure that they are complete and that QA/QC processes are followed. Generic QAP

Problem Definition/Background and Project Objectives
Background
The Water Program is committed to developing and integrating Quality Assurance (QA) and Quality Control (QC) practices into data collection and measurement activities within its purview in order to generate and process data of known and appropriate quality in a cost-effective manner. This QAP is prepared with the intent to provide all Water Program staff members with basic guidelines for the collection of samples, proper sample documentation, sample

handling and transport, and the use of correct sampling and analytical methodologies. As required by the Water Program, This generic QAP is prepared in compliance with the EPA QA/R-5, EPA Requirements for Quality Assurance Project Plans, Final Version, March 2001. EPA QA/R-5 is available at: http://www.epa.gov/r10earth/offices/oea/epaqar5.pdf. When approved, this generic QAP becomes a part of the Water Program Quality Management Plan.

Objectives

This generic QAP is developed for the purpose of supporting all sampling and analysis activities by Water Program staff. By following the requirements of this generic QAP and completing the QAP Sampling Plan Checklist, the Water Program ensures the quality of its data. This also ensures that data generated or processed are appropriate for their intended use, scientifically valid, are of known precision, and accuracy, of acceptable completeness, representativeness, comparability, and where appropriate, legally defensible. The intent of this generic QAP is to provide consistency in the application of QA and QC practices whenever Water Program staff members collect and test water samples in the field, and/or handle, transport or ship water samples to subcontracted laboratories for analysis.

Task Description and Schedule

Project

The Water Program staff members follow the requirements of this generic QAP and fill in the information required in the QAP Sampling Plan Checklist for each sampling event. A sampling event is defined as the suite of samples taken at the same time and place for the same purpose. Similarly, the suite of samples taken in response to one water quality complaint is considered a sampling event. Samples may be analyzed in the field or in an approved laboratory. .

QAP Sampling Plan Checklist

The QAP Sampling Plan Checklist is a summary of site-specific sampling and analysis requirements of a sampling event. The QAP Checklist is designed to be used in conjunction with this generic QAP. The generic QAP describes QA/QC information such as sampling methods, sample containers, holding times, and EPA- approved analytical methods. The site-specific Sampling Plan Checklist contains:

- Sampling date/s and sampling location/s such as the effluent or river reach,
- Name/s of the staff setting up and conducting the monitoring activities, reviewing data and preparing reports,
- The list of parameters that will be sampled for and analyzed in the field and those that the laboratory will perform,
- List of QA/QC measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
- Description and rationale for any departures from the generic QAPP,
- QA/QC problems encountered in the field and/or laboratory and any QA/QC corrective actions taken,

• Water Program staff member responsible for the sampling event - signature and date. Whenever samples are collected and/or analyzed in the field, the Water Program staff member fills out the site-specific QAP Sampling Plan Checklist for each sampling event. As much of the Checklist as possible is filled out prior to the event. Items that may be known prior to sampling are the facility name, sampling dates and locations, parameters, subcontracted laboratory, etc. Because a sampling event involves unknowns, the QAP Sampling Plan Checklist is taken into the field and filled out as necessary. Items which are required to be completed in the field include:
• Any new sampling locations
• Any new parameters
• QA/QC problems identified in the field such as malfunctioning equipment, broken vials, etc., as well as QA/QC corrective actions taken,
• Any changes or departures from the QAQC protocols described in this generic QAP, such as using non EPA-approved methods as well as the rationale for these changes or departures. Back in the office, the QAP Checklist can be completed only after receiving all laboratory data results and reviews these data for QA/QC. When all verified and validated data are available and a Water Program staff member has checked the data and completed any required reports, the QAP Checklist is reviewed for completeness, and signed and dated by the Water Program staff member responsible for the sampling event. The completed, signed and dated QAP Checklist then becomes a part of the permanent record of the facility.

In summary, the site-specific QAP Sampling Plan Checklist must include:
• Name of the facility, project or event,
• Physical location (GPS) and address if applicable,
• Permit Number, Folder names, if applicable,
• Site contact person, phone number, email address, if applicable,
• Name of Water Program staff person(s),
• Sampling date/s and sampling locations,
• Parameters to be sampled or analyzed,
• List of QA/QC measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
• Field or lab QA/QC problems identified and QA/QC corrective actions taken,
• Departures taken from the generic QAPP and rationale,
• Name of Data Reviewer/s
• Dated Signature of Water Program staff member responsible for sampling event.

Data Quality Objectives and Criteria for Measurement Data
Data Quality Objectives (DQOs) are the quantitative and qualitative terms that Water Program staff members use to describe how good the data need to be in order to meet the project's objectives. DQOs for measurement data (also known as data quality indicators)are precision, accuracy, representativeness, completeness, and comparability. The overall QA objective for analytical data is to ensure that data of known and acceptable quality are provided. To achieve this goal, the Water Program staff must review the data for representativeness, comparability, precision, accuracy and completeness. These are necessary

attributes to ensure that analytical data are reliable, scientifically sound, and defensible.

Precision: Precision is the degree of mutual agreement among independent measurements as a result of repeated application of the process under specified conditions. Field precision is measured by collecting field duplicate samples for each matrix collected and measured, and/or for each sampling event. Field precision is evaluated by the relative percent difference (RPD) between field duplicate samples. RPD should be <20% or better. Although the purpose of duplicate sampling is to check the precision of the sample collection, it also checks laboratory precision if the duplicate samples are "blind" to the laboratory and are given distinct identification numbers. RPD is defined as the absolute value of the difference (range) of each duplicate set times 100, divided by the mean value (average of the duplicate set). The equation to calculate RPD is as follows:

$$RPD = \frac{/S1 - S2/ \times 100}{(S1 + S2)/2}$$

The Water Program ensures field precision by collecting and analyzing one field duplicate for every 10 samples collected. For example, if 1-10 samples are collected per sampling event, 1 field duplicate is required. If 10-20 samples are collected per sampling event, 2 field duplicates are required.

A sample is defined as the portion of a population taken from one place at one time even if collected for several analyses. For example, samples taken for pH, total suspended solids, total residual chlorine and fecal coliform bacteria at three locations (influent, effluent and edge of mixing zone) at a wastewater treatment facility would be considered 3 samples. Samples taken in response to a possible pollution event (upstream, downstream and at a discharge) would also be considered 3 samples.

Laboratories measure precision by analyzing Method Blanks, Matrix Spike/Matrix Spike Duplicate (MS/MSD) samples and by the analysis of laboratory duplicate samples. Laboratories usually perform the analysis of one set of MS/MSD and duplicate samples per matrix measured. Laboratory precision is evaluated by the relative percent difference (RPD) between MS/MSD or between duplicate laboratory samples. RPD is usually <20% but can vary widely depending on the analytical method. Laboratory precision requirements are method-specific and are available in laboratory Quality Management Plans, (QMPs), which are kept on file at the Water Quality Assurance Officer's office.

Accuracy: Accuracy is the degree of agreement of a measured value with the true or expected value of the quantity of concern. The Water Program ensures field accuracy by field instrument calibration according to the manufacturers' instructions and by using standards and chemicals that are current (prior to expiration dates), and by following proper sampling, sample handling and field analysis protocols. Laboratory accuracy is evaluated by the percent recovery (%R) of the target analyte in spiked samples and also by the recoveries of the

surrogates in all samples and QC samples. The laboratory accuracy ranges are specified in the laboratory QMP and depend upon the parameter being measured.

Representativeness: Representativeness is the degree to which data from the project accurately represent a particular characteristic of the environmental matrix that is being tested. The Water Program staff member designs the sampling scheme, including sampling locations and the number of samples to ensure representativeness of samples of each matrix or product of chemical processes being sampled. The Water Program staff also ensures representativeness of samples by adherence to standard field sampling and analysis protocols and by using standard laboratory protocols**.**

Completeness: Completeness is the percentage of valid results obtained compared to the total number of samples taken for a parameter. Since sampling during inspections, complaint response and technical assists are usually grab samples and limited in number of samples, the Water Program expects the number of valid results from the analyses to be equal to or better than 85%.
Comparability: Comparability is a qualitative term that expresses the measure of confidence that one data set can be compared to another and can be combined for the decision(s) to be made. The Water Program ensures Comparability by using standard sample collection, preparation and handling procedures, EPA-approved analytical methods and holding times, and by following the QA/QC protocols described in this generic QAPP.

Special Training Requirements/Certification
Water Program staff are required to have training in sampling, sampling handling and transport, sample documentation, filling out the Chain-of-Custody or Transmission forms, field analysis, and filling out the QAP Sampling Plan Checklist. It is recommended that this be formal training. However, training may also be obtained by "mentoring" provided by senior staff, and by coordination with the subcontracted laboratory. Training records are kept on file .

Documents and Records
The Water Program staff member fills out the QAP Sampling Plan Checklist, and a field logbook or field data sheets with "write in the rain" ink or pencil, as appropriate. Changes are made by crossing out errors and adding correct information. The QAP Checklist, logbook or data sheet should not be erased. Logbooks should be bound with numbered pages. The completed QAP Checklist is required for each sampling event.
A Chain-of-Custody or Transmission form must be filled out if a subcontracted laboratory performs sample analysis. This completed form will accompany all data sheets and summaries from the subcontracted laboratory back to the Water Program staff. In addition to the Checklist, field logbooks, field data sheets, and Chain-of-Custody or Transmission Forms, Laboratory Analysis and Laboratory QC reports, the project documents may include:

- Investigation Summary (CATS)
- Inspection Checklist

• Record of Sampling
• Inspection Report
• Laboratory raw data,
• Discharge Monitoring Reports (DMRs)
• MSDS sheets, chemical labels, photographs, drawings
• Permits, certifications, authorizations,
• Work plans, monitoring plans
• Correspondence with affected/involved parties, agencies, or others.

All documents, records, data collected, final QAP Sampling Plan Checklist, and final report will be kept in a facility or project file. Pertinent data, which has been verified and validated, must be STORET compatible, and entered into the STORET database system, when available. The subcontracted laboratory will store all sample receipt, sample log-in, extraction documentation and laboratory instrument documentation according to its own QMP and SOP documents. This information may be requested by the Water Program staff. The laboratory is responsible for verification and validation of its laboratory analysis results prior to release. The Chain-of-Custody or Transmission form and laboratory QC sheets will accompany all laboratory data results back to the Water Program staff and the laboratory will provide information to the Water Program staff on any qualified data results.

DATA GENERATION AND ACQUISITION

Sampling Process Design (Experimental Design)

Prior to the inspection or sampling event, the Water Program staff member should review available files to determine such things as:

• Facility/project or water body background information,
• Historical ownership and use of the facility/project for waste and wastewater generation,
• Maps depicting general geographic location, property lines, surrounding land uses,
• Groundwater monitoring wells,
• A summary of all possible sources of contamination and of the wastewater stream flow,
• A summary of past permits, certifications or authorizations requested and/or received,
• Any enforcement actions and subsequent responses,
• A list of documents and studies prepared for the facility/project,
• Monitoring records, such as Discharge Monitoring Reports (DMRs),
• Inspection reports from previous site inspection or sampling events,
• Safety issues.

Based on the information on hand, and the visual inspection of the facility , the Water Program staff will collect samples and analyze samples on an “as needed” basis to characterize or verify possible water quality pollutants. When Water Program staff respond to water pollution complaints or set up baseline monitoring projects, sampling locations and sampling frequency should be representative of the objectives of the sampling event or monitoring project. The

Water Program staff follows the requirements of this generic QAPP in setting up the sampling plan for any of the above scenarios.

Sampling Method Requirements
Representativeness of Samples
When water samples are taken in response to water pollution complaints, care should be taken to ensure the sampling sites are representative of the pollution event; e.g., at the pollution site, and above and below it. In baseline monitoring, sample site locations should be determined to ensure both temporal and spatial representativeness. If possible, samples should be taken directly from the water body, rather than from a container filled from the water body.

Samples types
Samples will be listed as "composite" or "grab" on the Chain-of- Custody or Transmission Form and in field logbook or field data sheets.
Grab Samples – Sample bottles will be filled sequentially, normally being filled to the
shoulder of the bottle, leaving a small space for expansion and mixing. Note that some
sample types such as volatile organic compounds and fecal coliform bacteria have specific bottle filling requirements. The laboratory will provide sampling instructions with the sample bottles. If necessary, the Water Program staff will consult with the laboratory regarding sampling procedures.
Composite Samples – Samples will be composited directly into the sample bottles and collected sequentially. Between composite aliquots, bottles will be kept in a cooler with ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 °C ± 2 °C. The time of the initial portion of the composite, composite intervals, and the final compositing time will be noted in the field logbook or data sheets. The sample time listed on the Chain-of- Custody or Transmission Form and the sample bottle will be the time of the final sample composite portion.

Sample containers and equipment
All sampling equipment and sampling containers must be certified clean by the laboratory providing them, or cleaned according to the manufacturer's equipment specifications or the analytical laboratory. Bottles supplied by a laboratory are pre-cleaned and must never be rinsed, and will be filled only once with sample. All previously used sampling equipment must be properly decontaminated before sampling and between sampling locations to prevent introduction of cross-contamination. Washwater and rinsate solutions must be collected in appropriate containers and disposed of properly in accordance with federal, state, and local regulations. Individual sample containers will be placed immediately into a cooler containing ice, to reach and maintain a sample temperature of 4°C ± 2°C. All samples will be collected and transported to the analytical laboratory with proper sample custody and/or transmission documentation.
.

Sampling techniques

Surface Water Samples, Streams -

Because stream waters are usually well mixed vertically, subsurface sampling at a convenient depth is adequate for collection of representative samples at a given point.

Subsurface samples are taken within the upper meter or may be a composite of two or

more strata. The sampler should take into account thermal stratification due to discharges or tributaries when the sampling plan is being developed.

Lakes, Ponds, Reservoirs- A sufficient number of stations should be established in random locations to define adequately the parameters of concern. For baseline studies, the deepest part of the lake should be included as one of the stations. Where concentrations of chemical or physical parameters can vary with depth, samples should be collected from all major depth zones, or water masses. In shallow waters (2 to 3 m), samples shall be collected at 0.5 to 1 m. In deeper water, samples should be collected at regular depth intervals.

Ground Water Wells- Only grab samples may be obtained. The well should be purged of at least three casing volumes of water before sample collection, and the purged well should be allowed sufficient time to equilibrate and fines to settle. If a bailer is used, it should be slowly lowered and raised to minimize disturbances. Samples should be taken as close as possible to the water level, unless analysis indicates that contamination is at a different depth. An equipment blank, a portion of rinsate, should be collected into a separate container and analyzed along with the other groundwater samples. Bailing strings and wires and other disposable sampling tools must be properly disposed of after use at each well.

Sample Handling Requirements

Sampling Procedures

The Water Program staff member collecting samples should wear disposable gloves and safety eyewear if needed, and observe precautions while collecting samples, remaining aware of the potential chemical and biological hazards present. The Water Program staff member collecting samples will take care not to touch the insides of bottles or lids/caps during sampling.

Sample Custody Procedures

Samples will be kept in the custody of the Water Program staff. Chain-of- Custody or

Laboratories. Custody seals will be placed on shipping containers if the Water program staff decides seals are necessary.

Shipping Requirements

Packaging, marking, labeling, and shipping of samples will comply with all regulations Staff should receive the necessary training for shipping samples or consult with the sub-contracted laboratory for shipping instructions. Holding time limitations will be considered when decisions are made regarding sampling and shipping times.

Analytical Methods Requirements

Monitoring will be conducted in accordance with Standard Methods of Water and Wastewater Analysis or the EPA-approved analytical procedures .The Water Program will ensure that all equipment and sampling kits used by Water Program staff in the field meet EPA-approved methods. Water Program staff members involved with collecting, analyzing and transporting or shipping samples, will designate a storage location for sampling equipment and kits used during sampling events. For safety and to avoid contamination, the storage will be in a lockable cabinet.

Quality Control Requirements

Quality Control measures in the field include but are not limited to:

• Proper cleaning of sample containers and sampling equipment,
• Maintenance, cleaning and calibration of field equipment/ kits per the manufacturer's and/or laboratory's specifications,
• Use of chemical reagents and standard reference materials prior to expiration dates,
• Proper field sample collection and analysis techniques,
• Correct sample labeling and data entry,
• Proper sample handling and shipping or transport techniques,
• One field duplicate per set of 10 samples (minimum of 1). Quality Control in laboratories includes the following:
• Laboratory instrumentation calibrated with the analytical procedure,
• Laboratory instrumentation maintained in accordance with the instrument manufacturer's specifications, the laboratory's (QMP) and Standard Operating Procedures (SOPs),
• Method Blanks, Matrix spike/matrix spike duplicates, sample duplicates, etc. per the
laboratories QMP.

• Laboratory data verification and validation prior to sending data results to Subcontracted laboratories should provide analytical results to the Water Program staff only after verification and validation by the laboratory QA Officer. The laboratory will provide QC information with its summary of data results. If a value is reported and flagged as outside the acceptable laboratory QA/QC range for precision and/or accuracy, the laboratory will explain this anomaly.

A Water Program staff member performs the field data verification and validation, and reviews the laboratory reports. The Water Program staff member reviews these data to ensure that the required QA/QC measurement criteria have been met. If a QA or QC concern is identified in the review process, the Water Program staff member may seek additional information from the subcontracted laboratory. If relevant to their analyses, subcontracted laboratories will be provided with information about QA/QC problems in the field. Space is usually provided on the Chain-of-Custody or Transmission form for this information.

Instrument/Equipment Testing, Inspection and Maintenance Requirements

Water Program staff in each office will ensure that instruments and kits are in good working order. Prior to a sampling event, all sampling instruments and equipment will be tested and inspected in accordance with manufacturers' specifications. All standard reference materials and kit chemicals will be inspected to ensure that expiration dates have not been exceeded. For each sampling event, a Water Program staff member will document on the QAP Checklist that required testing, inspection and maintenance have been performed. Subcontracted laboratories will follow the testing, inspection and maintenance procedures required by the Standard or EPA-approved methods and as stated in the laboratory's QMP and SOPs.

Instrument Calibration and Frequency

Field instruments will be calibrated according to the manufacturer's instructions prior to using the instruments. For example, pH meters will be calibrated according to the manufacturer's specifications using pH buffers at 4.0, 10.0 and mid-range. If equipment and/or kits require calibration immediately prior to the sampling event, the calibration dates will be noted on the Checklist. When field instruments require only periodic calibration, the record of this calibration will be kept with the specific instrument. Water Program staff in each office will ensure that instruments are calibrated correctly. The laboratory will follow the calibration procedures found in its Standard Operating Procedures (SOPs).

Inspection/Acceptance of Supplies and Consumables

All sample containers, provided by a laboratory will be certified clean. The Water Program staff will ensure that containers they use to sample are contaminant-free. No standard solutions, buffers, or other chemical additives will be used if the expiration date has passed. A space is provided on the QAP Checklist for this documentation. Water Program staff will keep appropriate records, such as logbook entries or checklists, to verify the inspection/acceptance of supplies and consumables, and restock these supplies and consumables when necessary.

Data Acquisition Requirements (non-Direct Measurements)

Non-direct measurements include data from previous studies, information gathered about the facility, maps and GPS to determine sampling locations, etc. The Water Program staff will determine when and how previously collected data will be used, and will document the data quality objectives for their use.

Data Management

For each sampling event, the QAP Sampling Plan Checklist must be completely filled out Field logbooks and data sheets, photos, maps, and GPS location data as well as field sample labels and Chain-of-Custody or Transmission forms will be used as required to document sampling and inspection activities. Field duplicates will be identified as such only in the QAP Checklist, field logbook or in field data sheets. For laboratory analyses, field duplicates will be assigned separate unique sample identifier numbers and will be submitted "blind" to the analytical laboratory. If possible, laboratory data will be transferred electronically to the

Water Program staff to reduce transcription errors, to allow for graphing information, and to allow data to be imported into the statewide STORET database system. Final reports will be developed according to Water Program procedural guidance documents. All reports, including those for potential enforcement cases, will be completed within 2 months of the sampling event date, if possible. Validated laboratory results and interpretation (as applicable) will be appended. Photographs and other supporting data along with the final report will be used to determine permit, certification, authorization or other water quality compliance. All data generated during this project will be processed, stored, and distributed according to Water Program guidance documents and the laboratory's QMP and SOP documents.

ASSESSMENT/OVERSIGHT

Assessment/Oversight

Project assessments and audits may include performance checks using specific blind check standards. Results of such assessments or audits will be reported to Water Program Managers with recommendations for QA/QC improvements. This information will be included in the Annual QA Report.

Reports to Management

Only data that have been validated and qualified, as necessary, shall be entered into Water Program databases. If, for any reason, the inspection schedules, sampling and analytical procedures specified in this generic QAP cannot be followed, the Water Program staff will describe these departures along with any QA/QC corrective actions in the QAP Sampling Plan Checklist . Database entries will be flagged as appropriate if they are outside QA/QC acceptable ranges. If necessary, the final report will discuss any QA/QC issued raised during the project, as well as QA/QC resolution of these issues.

DATA VALIDATION AND USABILITY

Data Review, Verification and Validation Requirements

The criteria for data validation will follow those specified in this QAP or as specified in the Standard or EPA-approved methods. An in-depth data review audit may be performed using the EPA QA/G-8, Guidance on Environmental Data Verification and Data Validation, June 2001. See http://www.epa.gov/quality. This data review and audit may be internal or external to the Water Program.

Verification and Validation Methods

Verification

The primary goal of verification is to document that applicable method, procedural and contractual requirements were met in field sampling and laboratory analysis. Verification checks to see if the data were complete, if sampling and analysis matched QAP requirements, and if Standard Operating Procedures (SOPs) were followed. Verification of data compiled for a sampling event is the responsibility of the Water Program staff. At least 5% of the data generated within the Water Program each year.

Validation

Data validation determines whether the data sets meet the requirements of the project specific intended use as described in the QAP. That is, were the data results of the right type, quality, and quantity to support their intended use? Data validation also attempts to give reasons for sampling and analysis anomalies, and the effect that these anomalies have on the overall value of the data. All data generated will be validated in accordance with the QA/QC requirements specified in the methods and the technical specifications outlined in this QAP. Raw field data will be maintained by the Water Program staff who collected it. Raw laboratory data will be maintained by the laboratory. The laboratory may archive the analytical data into their laboratory data management system. All data will be kept a minimum of 3 years .The summary of all laboratory analytical results will be reported to the Water Program staff. Data validation will be performed by the laboratory for all analyses prior to the release of data. All data will be validated according to the laboratory's QMP and SOPs. The rationale for any anomalies in the QA/QC of the laboratory data will be provided to the Water Program staff with the data results. Completed Chain-of-Custody or Transmission forms will be sent back from the laboratory to the Water Program staff.Data will be qualified as necessary. Sampling may need to be repeated. Unacceptable data (i.e., data that do not meet the QA measurement criteria of precision, accuracy, representativeness, comparability and completeness) will not be used or if used, the problems with the data will be clearly noted in the final report. Any actions taken to correct QA/QC problems in sampling, sample handling, and analysis will be noted. The Water Program staff will keep the record of any QA/QC issues and QA/QC corrective actions taken in the space provided in the QAP Sampling Plan Checklist.

The Water Program staff is responsible for reviewing field log notebooks and field data sheets for accuracy and completeness within 48 hours of each inspection, if possible. Water Program staff will calculate the Relative Percent Difference (RPD) between field duplicate samples to determine if QA/QC objectives for field precision have been met. Sample results provided to the Water Program staff by the laboratory, after these data have been verified and validated by the laboratory QA Officer, will become part of the permanent file for each facility or project. Water Program staff will compare the sample information in the field log notebooks and/or data field sheets with the laboratory analytical results to ensure that no transcription errors have occurred, and to check the Relative Percent Difference (RFD) between duplicate samples sent "blind" to the laboratory. Laboratories calculate and report the RPD of analytical duplicate samples and MS/MSD samples and report this information to ADEC in the QC data sheets which accompany the data results. RPD's greater than the project requirements will be noted. Water Program staff, along with Water Program Managers and/or the WQAO if necessary, will decide if any QA/QC corrective action will be taken if the RPDs exceed project's goals. If evidence of QA/QC non-compliance is observed with the data, additional sampling and analysis may be required.

Reconciliation and User Requirements

All data and related information obtained during the course of a project, such as the final report, data report package or inspection report, will be filed in the permanent facility or project file. The Water Program staff will check the original DQOs against the information obtained and determine if the DQOs meet the original intent. If there are discrepancies, these will be addressed before the next sampling event.

Glossary of Terms

Blind Sample – A sample submitted for analysis whose composition is known to the submitter but unknown to the analyst. A blind sample is one way to test proficiency of a measurement process.
Detection Limit - The smallest concentration/amount of some component of interest that can be measured by a single measurement with a stated level of confidence.

Duplicate Samples - Two samples taken at the same time from one location. Field duplicates are a measure of the precision of field sampling.
Equipment Blank – This blank is a sample of the contaminant-free media used to rinse sampling equipment. It must be completed after the completion of decontamination procedures and before sampling. Equipment blanks are not needed if disposable bailers are used for each sample taken. An equipment blank is used to determine if contamination occurred from sampling equipment such as pumps and bailers and checks to make sure equipment decontamination procedures have been effective.

Quality Assurance - a system of management activities to ensure that a process, item or service is of the type and quality needed by the user.

Quality Assurance Plan (QAP) – a plan which integrates all technical and quality aspects of a project, including planning, implementation and assessment. The QAP document show quality assurance and quality control are applied to an environmental data operation to assure that the results obtained are of the type and quality needed and expected.

Quality Control –all the scientific precautions, such as calibrations and duplications, that are needed to acquire data of known and adequate quality.

Quality Management Plan - A plan which documents how an organization structures its quality system and describes its quality policies and procedures, criteria for and areas of application, and roles, responsibilities. It also describes an organization's policies and procedures for implementing
and assessing the effectiveness of the quality system.
Sample – A sample is a portion of a population taken from one place at one time even if collected for several analyses.

Sampling Event - A sampling event is defined as the suite of samples taken at the same time and place for the same purpose.
Standard – A substance or material with properties believed to be known with sufficient accuracy to permit its use to evaluate the same property of another. In chemical measurements, it often describes a solution or substance commonly prepared by the analyst to establish a calibration curve or the analytical response function of an instrument.

Standard Operating Procedure (SOP) – A detailed written description of a procedure designed to systematize the performance of the procedure.

Laboratory Quality Control Samples –Laboratory Quality Control (QC) samples typically accompany the field samples during laboratory preparation and analysis. The number of laboratory QC samples is dependent of the Standard Operating Procedures of the method used.

• **Method Blank - A** sample of clean water that is spiked with surrogate compounds, extracted and fractionated along with the analytical batch of samples.

• **Matrix Spike or Matrix Spike Duplicate –** An actual sample that is spiked with a known amount of analyte. This sample can give valuable information about the behavior of analytes in this sample and may be extrapolated to other samples from the same area.

• **Laboratory Control or Laboratory Control Duplicate (LCS/LCSD) samples** are used to determine precision and accuracy of the analytical results through the percent recovery and relative percent difference. Quantities of stock solutions of the target contaminant(s) are added to laboratory matrix before it is extracted/digested and analyzed.

Quality Control/ Quality Assurance Program For Drinking Water Analysis

Quality assurance plan

Quality assurance (QA) refers to the full range of practices employed to ensure that laboratory results are reliable. The term encompasses internal and external quality control. A sound water quality sampling and analysis program is commonly include a detailed Quality Assurance/Quality Control Plan that describes:

- Data quality objectives.
- Equipment maintenance and calibration.
- Chain of custody for samples.
- Quality control checks.
- Data reduction, validation, and reporting.

Objectives

Monitoring data of drinking water are used to support a number of activities including compliance with the law; water management; reporting the quality and quantity of various pollutants in the drinking water. Sampling ranging from daily to quarterly at fixed locations for various durations of time (weeks, months, years) are collected and analyzed for some parameters.

The monitoring program is focused primarily on conventional parameters such as pH, dissolved and suspended solids, residual chlorine , bactereology. Other parameters susceptible to change due to anthropogenic sources are also measured such as nutrients (total phosphorus and oil and grease. Phosphate-phosphorus, nitrates, nitrites and ammonia as well as chemical and biochemical oxygen demand .The role of the drinking water monitoring program is to provide timely water quality data and periodic data analysis reports, and to make these data and reports available to other potential users (governmental agencies).

Sampling design

Grab and/or composite samples are collected at the selected locations and frequency as indicated in this manual. This sampling frequency was chosen in order to optimize the probability of statistically detecting trends. Sample collection generally occurs at a set time each month.

All samples requiring laboratory analyses are placed in the containers provided by the lab and labeled with the date, sample site, sample identification number (previously assigned by the lab for each sample), sampler's initials, and the chemical analyses requested. Preservatives, if required, are typically added to the bottle by the lab prior to sampling. Samples are then placed on ice and delivered to the lab according to procedures prearranged with the lab. Sampling equipment is rinsed thoroughly with de-ionized water after processing samples.

Laboratory procedures

Laboratory analyses and laboratory procedures are following Standard Operating Procedures and other guidance documents.

Quality control program

Standard Operating Procedures (SOP's) for the analysis of each parameter and their Quality Assurance Manual and QC program includes the analysis of reference materials, check standards, duplicates, matrix spikes, control chart and blanks.

Check standards

Precision is addressed by the analysis of check standards (water with a known concentration of analyte) equal to about 10% of the total number of analyses. The mean value for a statistically significant number of check standard results may be used to judge whether there is any bias due to calibration. If the 95% confidence limit on the mean value does not include the true or reference value then bias due to calibration may be present. Generally, calibration standards are set by MEL as needed to bracket the concentration in particular samples. The check standards should equitably span the range of the expected results, ideally approximately 0.2 and 0.9 of the upper value for the range of calibration..

Duplicate samples

These are simply two identical samples collected and handled in the same way. They measure the precision of your methods.

- **Location duplicates** are two samples collected from the same location at the same time; these measure the precision of your entire procedure (sampling, storage and handling, and laboratory analysis).
- **Laboratory duplicates** are two samples split from a single sample once it has arrived at the laboratory. These test the precision of the laboratory methods only.

Matrix spikes

Matrix interference leading to bias is assessed by analyzing a wastewater sample that has been spiked with a known quantity of the analyte. The quantity of analyte added should not produce a final concentration that is excessively high when compared to the highest range of data. Spike amounts should approximately double the concentration in the sample prior to spiking.

Recovery (accuracy)

Recovery is defined as the 'fraction of the analyte determined after addition of a known amount of the standard analyte to a drinking water sample'. In practice, control samples are most commonly used for spiking. The sample as well as the spikes are analyzed at least 10 times, the results averaged and the relative standard deviation (RSD) calculated.

The recovery is calculated with:

Recovery, % = [(X_s – X)/ X_{add}] x 100

where
X_s = mean result of spiked drinking water samples
X = mean result of unspiked drinking water samples
X_{add} = amount of added standard analyte

Blanks

Blanks are samples containing pure, uncontaminated water. Blanks contain none of the measured parameters and are used to identify contamination that might occur during sampling or in the laboratory.

- **Location blank** is a blank sample that is placed in a sample bottle at the sampling site, and is handled the same as a normal sample. It identifies contamination that might occur in the entire procedure (from field sampling to laboratory analysis).
- **Laboratory blank** is prepared at the laboratory, and tests for laboratory contamination only.

Trueness

This is expressed by the equation:

Trueness, % = (X / μ) x 100
Where:
X = mean of test results obtained for reference sample
μ = "true" value given for reference sample

Bias

It is more commonly used than trueness, and expressed by the equation:
Bias, % = [(X – μ) / μ} x 100

Precision

Replicate analyses performed on a reference sample can be used to determine trueness or bias, as described above, as well as a standard deviation of the mean as a measure for precision. However, for precision alone also control samples and even test wastewater samples can be used. Numerically, precision is expressed by the relative standard deviation (RSD) or coefficient of variation (CV)

Precision, % = (S/X) x 100

Where:
X = mean of test results obtained for the reference standard sample
S = standard deviation of x.
$S^2 = \sum (X_1 - X)^2 / n-1$
n = degree of freedom

Reproducibility

This is a measure of the spread of results when a sample is analyzed by different laboratories .This is a measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference material under different conditions (execution by different persons, in different laboratories, with different equipment and at different times). The measure of reproducibility R is the standard deviation of these results s_R, and for a not too small number of data (n < 8) R is defined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{R = 2.8 \times s_R}$$

(where 2.8 = 2 $\sqrt{2}$ and is derived from the normal or Gaussian distribution; ISO 5725).

Repeatability

The measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference standard sample under the same conditions (job done by one person, in the same laboratory, with the same equipment, at the same time or with only a short time interval). Thus, this is the best precision a laboratory can obtain: the within-batch precision. The measure for the repeatability r is the standard deviation of these results s_r, and for a not too small number of data (> 10) r isdefined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{r = 2.8 \times s_r}$$

Control charts

Control charts are used for recording internal quality control data .The principle of control charts is that IQC data can be graphically plotted so that they can be readily compared and interpreted. Various types of control charts can be used such as X-chart and R-chart. X-chart is a graph with time (or assay batch) on the x-axis and the concentration of the variable in the reference material on the y axis. The mean of a number of control values obtained over a suitably long period of time is used as the central line in the chart. Two other lines above and two below the central line are also drawn. These are the upper and lower warning limits and the upper and lower action limits. The limits are based on two and three times the standard deviation of the batch means, respectively. Provided the distribution is normal, 95 per cent of results from assays in control will fall between the two warning lines. Action lines are normally placed at three standard deviations to either side of the target line and 99 per cent of normally distributed results should be between the action lines. Examples of typical X-charts are shown below.

An R-chart is a similar control chart in which the mean range of repeated measurement is used as the central line, the control values being the difference between highest and lowest response value for a control sample in one batch. R-charts are normally used only with action limits. In the regular day-to-day use of the control charts, an aliquot from an appropriate reference material is analyzed with every batch of samples and the measured concentration of the variable in the aliquot is plotted on the chart.

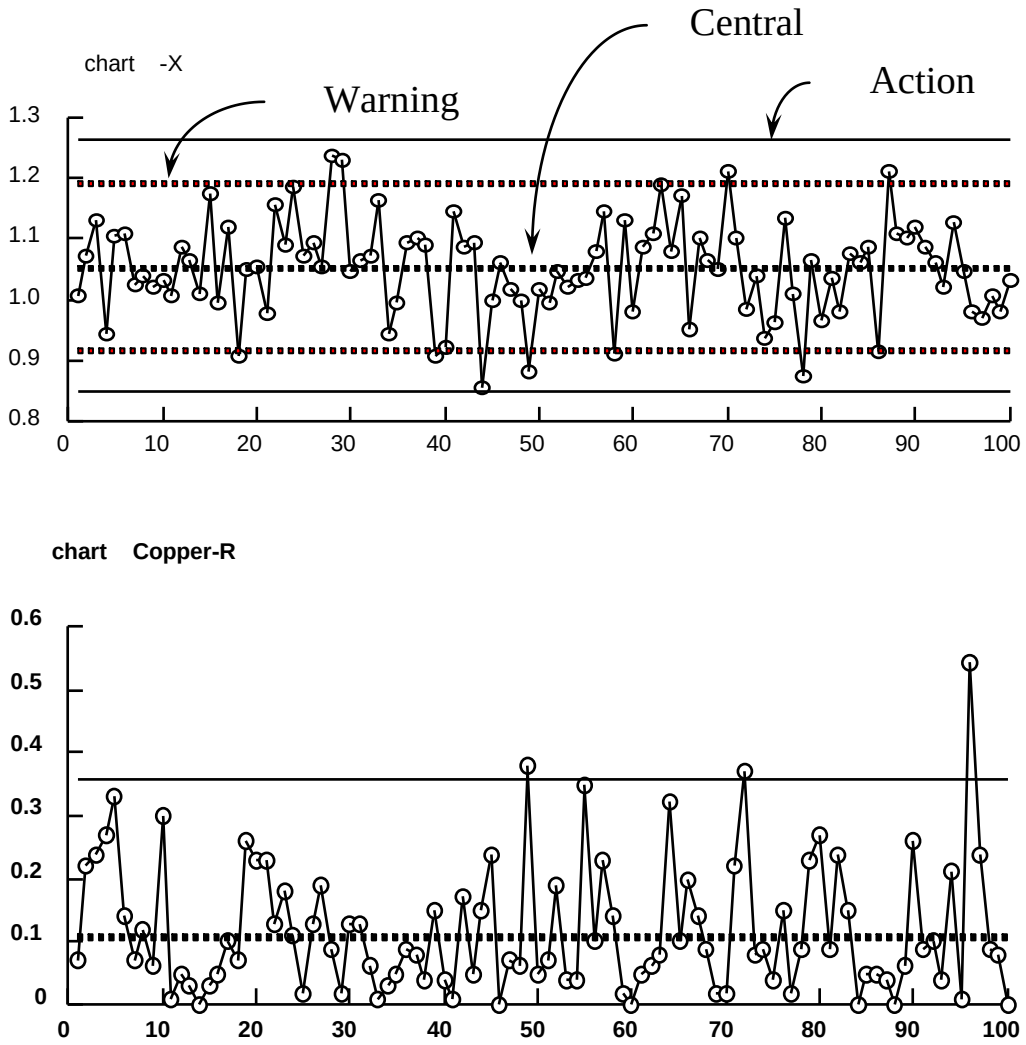


Fig. (5) Typical X-chart and R-charts.

Out-of control situation exists when; 1 control value outside the action limit, 2 consecutive control values outside the warning limits, 7 consecutive values with raising or failing tendency. In addition, 10 out 11 consecutive control values on one side of the central line in case of X-chart and 7 consecutive values above the central line in R-charts are also considered as out- of –control (ISO 13530).

Out-of control situation requires prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data. Results outside the action limits should prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data.

Lower limit of detection

It is the concentration of the analyte giving a signal equal to the blank plus 3 × the standard deviation of the blank. Because in the calculation of analytical results the value of the blank is subtracted (or the blank is forced to zero) the detection limit can be written as:

$$\text{LLD, MDL} = 3 \times s_{bl}$$

At this limit it is 93% certain that the signal is not due to the blank but that the method has detected the presence of the analyte (this does not mean that below this limit the analyte is absent).

Instrumentation

The pH meter, and spectrophotometer are calibrated according to the manufacturer's directions. The pH meter is checked immediately after calibration, at midday, and at the end of the day by recording the measurement of a low ionic strength pH 7 buffer. It is also checked whenever a measurement exceeds the quality standards criteria. If the difference between the meter measurement and the expected pH exceeds 0.10, the instrument is recalibrated and the sample re-measured .The spectrophotometer is relatively stable; the calibration is generally checked at the beginning of wastewater sample measurements.

Corrective action

An appropriate series of corrective actions can be taken to keep the quality control, these are:

- Review quality control limit calculations for obvious errors.
- Rest the data for outliers, exclude any that are identified as such, and re-calculate control limits.
- Review matrix spike preparation procedures to determine if any errors were made.

The laboratory continually monitors their results for quality control sample determinations and takes appropriate action to correct problems. Frequently, samples may be re-analyzed after an analytical problem is corrected. This is also the case for location measurements with respect to check standard results. Due to sample holding time limitations, re-analysis is usually not possible if problems are discovered in field QC data. Corrective courses applying to subsequent data collection are possible, however.

If data are compromised due to poor precision, the source of the variability will determine the course of action that is required. Possible actions include:

1) Changing the standard operating procedures or instrumentation.
2) Informing the laboratory when lab error appears to be the source (and possibly changing analytical methods);
3) Re-evaluating the required precision, when it appears that the required error is unattainable.

A persistent, consistent bias in the data may warrant adjusting the values, otherwise the corrective action for bias will be to inform the lab, which will be expected to address the problem. Significant changes in methods, instrumentation, or protocols will be made only after it has been documented that these changes will not bias the data.

Summary of an internal quality control program

For each parameter

- Analyse five standard solutions at six different known concentrations covering the working range to develop a calibration curve or, when a calibration curve already exists, analyze two standard solutions at different known concentrations covering the working range to validate the existing calibration curve.
- Analyze one method blank per set of 20 drinking water samples.
- Analyze one field blank per set of drinking water samples.
- Analyze one duplicate of a drinking water sample chosen at random from each set of up to 20 samples.
- Analyze one drinking water sample that has been spiked with a known amount of the variable as a recovery check. This sample should have a matrix similar to those of the drinking water samples being processed.

Data management procedures

The data are managed first by recording data for parameters measured in the field manually on a standard form and entered by the sampler into a temporary computer access table upon return to the laboratory. Rough validation rules prohibit obviously incorrect data from being entered. A hardcopy of the temporary table is printed and the sampler reviews the data prior to moving it into the final results table. After field and laboratory data are entered, an evaluation of results is performed .

Reports

These reports are identified as being based on preliminary data. After a full month's data are available, all results are reported and all results exceeding water quality criteria or the usual range of results from a particular location are identified. Upon completion of the data collection activities, the previous year's program is summarized in an annual report .This report includes an analysis of field and some lab QC data collected during the year as well as an appendix listing known changes to the monitoring program that could potentially affect the data.

Data review, verification, and validation

Data verification prior to reporting includes an on-going evaluation of their QC results (using control charts, etc consists of a computer assessment of the data and associated field QC data):

- Each result is compared to historic data from that collection location during the same season. The datum is 'flagged' if it lies more than 2.5 standard deviations from the mean.
- The values of replicated samples are flagged if the coefficient of variation of the replicates or split samples exceeds 20%.
- The datum is flagged if the holding time was exceeded.
- If internal logic checks (total phosphorus greater than soluble reactive phosphorus or total nitrogen greater than nitrate/nitrite plus ammonia) are violated, then all data values involved are flagged.

Data quality assessment

Result-level data validation procedures are conducted monthly as described. QA assessments is made by comparing calculated percent of relative standard deviations (% RSD) to those specified in MQOs

$$\% \text{ RSD} = 100 \times (S/X) = 100 \times \sqrt{[(r_1 - r_2)^2 /2 \ / \ (r_1 - r_2)/2]}$$

Where S is the standard deviation, X is the mean, and r_1 and r_2 are paired results, typically a known value (e.g., of a check standard) and the analytical result or measurement of the known value.

The results of the analysis of blank samples and known standards will be used to determine overall bias of the results.

References

[1] F.M.Garfield (1997) Quality Assurance Principles for Analytical Laboratory, AOAC International USA.

[2] G.Katerman, L.Buydens (1993) Quality Control in Analytical Chemistry, 2ne edition, Wiley-Intersciece, New york .

[3] J.P. Dux, (1990) Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory. 2nd edition, Van Nostrand Reinhold, New York.

[4] F.M. Garfield, (1991) Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories. 2nd edition, AOAC International, Arlington, VA.

[5] R. Caulcutt, and R. Boddy, (1983) Statistics for Analytical Chemists. Chapman & Hall, London.

[6] Analytical Methods Committee, Royal Society of Chemistry (1992) Proficiency testing of analytical laboratories. The Analyst, 117, 97-104.

[7] D. Wrye, (1993). Basin Approach to Water Quality Management: Program Description. Washington State Department of Ecology, Olympia, WA.

[8] ISO/IEC 17025 (1999) "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories"

[9] M.Parkany (1993) Quality Assurance for analytical Laboratories, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK.

[10] T.A.Ratliff,jr (1993) The laboratory Quality Assurance System, 2nd edition, Manual of Quality Procedures with related Forms, Van Nostrand Reinhold, New York.

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

خطه الدرس- الماده المقدمه

Quality Control/Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Lesson Plan -Presentation

Prof. Saad Hassan(Ph.D.,D.Sc.)
Head of the Reference Laboratory
Faculty of Science, Ain Shams University

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

المحتويات

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. الهدف العام للدورة التدريبية
2. المجموعة المستهدفة
3. عدد المتدربين
4. منهجية التدريب
5. مساعدات التدريب
6. قائمة الموضوعات
7. مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. أهداف الدورة
2. موضوعات الدورة
3. مدة الدورة
4. البرنامج الزمنى للدورة

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. الهدف العام للدورة التدريبية

تجري في معامل التحاليل المختلفة ا ختبارات لتقدير مكونات وتركيزات المواد ومن ضمن تلك المعامل معامل مياه الشرب التى تجرى بها اختبارات فحص جودة المياة وصلاحيتها للاستخدام . لمعرفة مكوناتها وطبيعتها قبل الدخول الى محطات المعالجة وكذلك بعد معالجتها للتحقق من صلاحية عملية المعالجة وتطابق نوعية المياة مع المعايير المحلية والدولية.

وتهدف الدورة الى رفع كفاءة العاملين بالمعمل المركزى بقنا وتزويدهم بما يتعلق ببرامج الجودة وتطبيقاتها فى مجال تحاليل المياه و اتباع الطرق القياسية فى ضبط وتأكيد وتتبع جودة المياة وسوف تهتم الدورة بالتركيز على توضيح الطرق القياسية العالمية طبقا لمواصفة الأيزو 17025 واتباع الاحتياطات اللازمة للحصول على نتائج صحيحة موثوق بها . وسيتم استعراض الطرق المختلفة الممكن اتباعها وسنصل فى النهاية الى أنسب الطرق الممكن اتباعها لتوحيد طرق اختبار المياه على مستوى المعامل المركزية والتى لها دور اساسى فى عمليات تقييم اداء محطات المعالجة.

2. المجموعة المستهدفة

العاملين بالمعامل المركزية لشركة مياه قنا التابعة للشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحى.

3. عدد المتدربين

يبلغ عدد المتدربين المقدر لحضور دورة ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية ما بين 20 – 22 متدرب من المعمل المركزى.

4. منهجية التدريب

تعتمد منهجية التدريب بالدورة على عدة اسس يكون الهدف الرئيسى منها توصيل المعلومة بسهولة ويسر للمتدرب وكذلك ضمان المشاركة الفعالة من المتدربين أثناء جلسات التدريب والتأكد من الفهم الكامل لمحتويات وموضوعات الدورة والتدريب العملى والشخصى على الموضوعات التى ستتناولها الدورة.

هذا ويمكن تلخيص المنهجية المتبعة فيما يلى:

- **المحاضرات:** التى يلقيها المدرب ذا الخبرة بهدف توصيل أحدث المعلومات على صورة نظرية وعملية والتأكد من التطبيق العملى بطريقة صحيحة وعلى أساس من الفهم مما يمكنه من تلاشى الأخطاء التى من الممكن أن تلعب دورا فى صحة النتائج التى يتحصل عليها والتى تهتم بنوعية مياه الشرب.
- **الشرائح Power point:** التى تعرض أثناء الشرح لإبراز النقاط الرئيسية لكل موضوع فى تسلسل منطقى ولضمان وتثبيت المعلومة لدى المتدرب.
- **المناقشات المفتوحة:** ويديرها المدرب أو المحاضر وتتيح هذة المناقشات الفرصة لتبادل الأراء وتوجبه الأسئلة و الحصول على معلومات جديدة كما إنه يتم من خلالها نقل المعارف والخبرة العملية والنظرية من المدرب إلى المتدربين واصلاح لمفاهيم الغير صحيحة أو غير حديثة لدى المتدربين.
- **دراسة الحالات الواقعية:** وهى تفيد فى عرض المشاكل العملية التى يواجهها المتدربون أو التى سوف يواجهونها فى عملهم و أساليب التغلب عليها بالاسلوب العلمى الصحيح.

- **التدريب العملى:** والذى سيتاح بصورة فردية لكل متدرب باستخدام الطرق القياسية الحديثة لضمان الفهم التام والتطبيق الصحيح من المتدرب للمعلومات والطرق العملية التى تم تدريسها.
- **المراجع العلمية و الكودات و المواصفات:** يتم إعطاء المتدرب المراجع العلمية التى أعتمد عليها والتى يمكن الرجوع إليها لزيادة التعمق فى المجال
- **فى نهاية الدورة يتم تقييم الحاضرين من خلال اختبار تحريرى فى مواد الدورة.**

5. **مساعدات التدريب**

- جهاز عرض الشرائح (Power Point Projector)
- سبورة بيضاء أو سبورة ورقية
- شاشات عرض.

6. **مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب**

يجلس المتدربون وفى مواجهتهم المحاضر فى المنتصف وعلى يمينه جهاز الكمبيوتر لعرض الشرائح Power Point وشاشة العرض وعلى يساره السبورة البيضاء أو السبورة الورقية ويكون وضع كل من شاشة العرض والسبورة بحيث يسمح بسهولة الرؤية لجميع المتدربين.

وتقدر المساحة المطلوبة لقاعة التدريب بما لا يقل عن 5 × 7 مترا لتستوعب المتدربين والمدرب لتسمح بسهولة حركة المدرب وإمكانية وصولة لأماكن جلوس المتدربين. ويلزم أن تتوفر بالقاعة الإضاءة اللازمة والتهوية الكافية والأجهزة الصوتية المناسبة.

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية

دورة ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

المحاضر: أ.د. سعد حسن

1) أهداف الدورة

بنهاية الدورة فإن المشاركين سوف :

- اعداد دليل الجودة للمعمل
- اتخاد الاجراءات التصحيحية والوقائية الضرورية للاخطاء
- اعداد برنامج ضبط وتأكيد جودة نتائج التحاليل
- اعداد رسومات الضبط البيانية المختلفة وتفسيرها
- اعداد كتيبات الأجهزة وطرق التحاليل المستخدمة
- معرفة الطرق القياسية لمعايرة الاجهزة
- معرفة طرق حسابات اللايقين والدقة والخطية والتكرارية والحساسية والمصداقية لنتائج التحاليل
- معرفة الطرق القياسية لإعداد وضبط التقارير والمستندات والوثائق الخاصة بنشاطات المعمل
- معرفة قواعد التفتيش الداخلى للمعمل واعداد تقرير مراجعة الإدارة
- معرفة ضرورة وقواعد المشاركة فى اختبارات الكفاءة
- مصادر وانواع الأخطاء فى التحاليل

2) موضوعات الدورة

- المقدمة وشرح الهدف من الدورة.
- متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل

- متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل
- متطلبات المعامل من الموارد البشرية
- ضبط وتاكيد جوده التحاليل فى معامل مياة االشرب
- نظام ضبط الجودة فى تجميع واعداد العينات للتحاليل
- إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها
- نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية
- المصطلحات والتعاريف فى مواصفة الأيزو 17025

3) مدة الدورة

تستغرق الدورة مدة خمسة أيام متواصلة و يبدأ العمل يوميا من الساعة التاسعة صباحا حتى الساعة الرابعة بعد الظهر، أى مدة سبعة ساعات يوميا يتخللها نصف ساعة لتناول المشروبات والغداء.

4. البرنامج الزمنى للدورة

اليوم	الجلسة	التوقيت	الموضوع	المحتوى
اليوم الأول	جلسة الإفتتاح	9.30 – 9	إستقبال و تسجيل المشاركين فى الدورة	
	الجلسة الأولى	11.30-9.30	متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل	• عناصر الجودة والجودة الشاملة
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثانية	2.30-12.00	اعداد دليل نظام الجودة للمعامل	• قواعد اعداد المستوي الاستراتيجى والتكتيكى والتشغيلى
	الجلسة الثالثة	4.00-2.30	الإجراءات التصحيحية و الوقائية	• الاجرآء ات المتبعة للوقاية وتصحيح الاخطاء
اليوم الثانى	الجلسة الرابعة	11.30-9.00	متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل	صلاحية طرق التحليل (قابلية التطبيق) (Validation) : • خصائص الاداء لطرق القياس • الاجهزة المستخدمة و معايرتها
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الخامسة	2.30-12.00	متطلبات المعامل من الموارد البشرية	• النوعية والتقييم والسجلات
	الجلسة السادسة	4.00-2.30	نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية	• عناصر ضبط وتأكيد الجودة • اعداد خطة ضبط وتأكيد جودة النتائج

اليوم الثالث	الجلسة السابعة	11.30-9.00	رسومات الضبط البيانية	رسومات R, X,
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثامنة	2.30-12.00	رسومات الضبط البيانية	• رسومات R,D
	الجلسة التاسعة	4.00-2.30	نظام ضبط الجودة والتفتيش الداخلى	• محاور الضبط وعناصر التفتيش
اليوم الرابع	الجلسة العاشرة	11.30-9.00	إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها	• سجلات تسلسل الحيازة وجمع العينات وطلب التحاليل ونتائج التحاليل والتقارير
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الحادية عشر	2.30-12.00	أنواع ومصادر الخطأ فى التحاليل	• الخطأ المنتظم والعشوائى والتقريب والفادح
	الجلسة الثانية عشر	4.00-2.30	اختبارات الكفاءة والمقارنة البينية للمعامل	• تفسير النتائج
اليوم الخامس	الجلسةالثالثة عشر	11.30-9.00	متطلبات مواصفة الايزو 17025	• المتطلبات الفنية والادارية
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الرابعة عشر	1.00 – 11.00	اختبار تحريرى	
	الجلسة الخامسة عشر	4.00-1.00	مناقشات عامة عن تطبيقات الجودة	

ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

خطه الدرس- الماده المقدمه

Quality Control/Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Lesson Plan -Presentation

Prof. Saad Hassan(Ph.D.,D.Sc.)
Head of the Reference Laboratory
Faculty of Science, Ain Shams University

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

المحتويات

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. الهدف العام للدورة التدريبية
2. المجموعة المستهدفة
3. عدد المتدربين
4. منهجية التدريب
5. مساعدات التدريب
6. قائمة الموضوعات
7. مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. أهداف الدورة
2. موضوعات الدورة
3. مدة الدورة
4. البرنامج الزمنى للدورة

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى (ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية)

1. الهدف العام للدورة التدريبية

تجري في معامل التحاليل المختلفة ا ختبارات لتقدير مكونات وتركيزات المواد ومن ضمن تلك المعامل معامل مياه الشرب التى تجرى بها اختبارات فحص جودة المياة وصلاحيتها للاستخدام . لمعرفة مكوناتها وطبيعتها قبل الدخول الى محطات المعالجة وكذلك بعد معالجتها للتحقق من صلاحية عملية المعالجة وتطابق نوعية المياة مع المعايير المحلية والدولية.

وتهدف الدورة الى رفع كفاءة العاملين بالمعمل المركزى بقنا وتزويدهم بما يتعلق ببرامج الجودة وتطبيقاتها فى مجال تحاليل المياه و اتباع الطرق القياسية فى ضبط وتأكيد وتتبع جودة المياة وسوف تهتم الدورة بالتركيز على توضيح الطرق القياسية العالمية طبقا لمواصفة الأيزو 17025 واتباع الاحتياطات اللازمة للحصول على نتائج صحيحة موثوق بها . وسيتم استعراض الطرق المختلفة الممكن اتباعها وسنصل فى النهاية الى أنسب الطرق الممكن اتباعها لتوحيد طرق اختبار المياه على مستوى المعامل المركزية والتى لها دور اساسى فى عمليات تقييم اداء محطات المعالجة.

2. المجموعة المستهدفة

العاملين بالمعامل المركزية لشركة مياه قنا التابعة للشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحى.

3. عدد المتدربين

يبلغ عدد المتدربين المقدر لحضور دورة ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية ما بين 20 – 22 متدرب من المعمل المركزى.

4. منهجية التدريب

تعتمد منهجية التدريب بالدورة على عدة اسس يكون الهدف الرئيسى منها توصيل المعلومة بسهولة ويسر للمتدرب وكذلك ضمان المشاركة الفعالة من المتدربين أثناء جلسات التدريب والتأكد من الفهم الكامل لمحتويات وموضوعات الدورة والتدريب العملى والشخصى على الموضوعات التى ستتناولها الدورة.

هذا ويمكن تلخيص المنهجية المتبعة فيما يلى:

- **المحاضرات:** التى يلقيها المدرب ذا الخبرة بهدف توصيل أحدث المعلومات على صورة نظرية وعملية والتأكد من التطبيق العملى بطريقة صحيحة وعلى أساس من الفهم مما يمكنه من تلاشى الأخطاء التى من الممكن أن تلعب دورا فى صحة النتائج التى يتحصل عليها والتى تهتم بنوعية مياه الشرب.
- **الشرائح Power point:** التى تعرض أثناء الشرح لإبراز النقاط الرئيسية لكل موضوع فى تسلسل منطقى ولضمان وتثبيت المعلومة لدى المتدرب.
- **المناقشات المفتوحة:** ويديرها المدرب أو المحاضر وتتيح هذة المناقشات الفرصة لتبادل الأراء وتوجبه الأسئلة و الحصول على معلومات جديدة كما إنه يتم من خلالها نقل المعارف والخبرة العملية والنظرية من المدرب إلى المتدربين واصلاح لمفاهيم الغير صحيحة أو غير حديثة لدى المتدربين.
- **دراسة الحالات الواقعية:** وهى تفيد فى عرض المشاكل العملية التى يواجهها المتدربون أو التى سوف يواجهونها فى عملهم و أساليب التغلب عليها بالاسلوب العلمى الصحيح.

- **التدريب العملى:** والذى سيتاح بصورة فردية لكل متدرب باستخدام الطرق القياسية الحديثة لضمان الفهم التام والتطبيق الصحيح من المتدرب للمعلومات والطرق العملية التى تم تدريسها.
- **المراجع العلمية و الكودات و المواصفات:** يتم إعطاء المتدرب المراجع العلمية التى أعتمد عليها والتى يمكن الرجوع إليها لزيادة التعمق فى المجال
- **فى نهاية الدورة يتم تقييم الحاضرين من خلال اختبار تحريرى فى مواد الدورة.**

5. **مساعدات التدريب**

- جهاز عرض الشرائح (Power Point Projector)
- سبورة بيضاء أو سبورة ورقية
- شاشات عرض.

6. **مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب**

يجلس المتدربون وفى مواجهتهم المحاضر فى المنتصف وعلى يمينه جهاز الكمبيوتر لعرض الشرائح Power Point وشاشة العرض وعلى يساره السبورة البيضاء أو السبورة الورقية ويكون وضع كل من شاشة العرض والسبورة بحيث يسمح بسهولة الرؤية لجميع المتدربين.

وتقدر المساحة المطلوبة لقاعة التدريب بما لا يقل عن 5 × 7 مترا لتستوعب المتدربين والمدرب لتسمح بسهولة حركة المدرب وإمكانية وصولة لأماكن جلوس المتدربين. ويلزم أن تتوفر بالقاعة الإضاءة اللازمة والتهوية الكافية والأجهزة الصوتية المناسبة.

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية

دورة ضبط وتأكيد جودة التحاليل المعملية

المحاضر: أ.د. سعد حسن

1) أهداف الدورة

بنهاية الدورة فإن المشاركين سوف :

- اعداد دليل الجودة للمعمل
- اتخاد الاجراءات التصحيحية والوقائية الضرورية للاخطاء
- اعداد برنامج ضبط وتأكيد جودة نتائج التحاليل
- اعداد رسومات الضبط البيانية المختلفة وتفسيرها
- اعداد كتيبات الأجهزة وطرق التحاليل المستخدمة
- معرفة الطرق القياسية لمعايرة الاجهزة
- معرفة طرق حسابات اللايقين والدقة والخطية والتكرارية والحساسية والمصداقية لنتائج التحاليل
- معرفة الطرق القياسية لإعداد وضبط التقارير والمستندات والوثائق الخاصة بنشاطات المعمل
- معرفة قواعد التفتيش الداخلى للمعمل واعداد تقرير مراجعة الإدارة
- معرفة ضرورة وقواعد المشاركة فى اختبارات الكفاءة
- مصادر وانواع الأخطاء فى التحاليل

2) موضوعات الدورة

- المقدمة وشرح الهدف من الدورة.
- متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل

- متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل
- متطلبات المعامل من الموارد البشرية
- ضبط وتاكيد جوده التحاليل فى معامل مياة االشرب
- نظام ضبط الجودة فى تجميع واعداد العينات للتحاليل
- إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها
- نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية
- المصطلحات والتعاريف فى مواصفة الأيزو 17025

3) مدة الدورة

تستغرق الدورة مدة خمسة أيام متواصلة و يبدأ العمل يوميا من الساعة التاسعة صباحا حتى الساعة الرابعة بعد الظهر، أى مدة سبعة ساعات يوميا يتخللها نصف ساعة لتناول المشروبات والغداء.

4. البرنامج الزمنى للدورة

اليوم	الجلسة	التوقيت	الموضوع	المحتوى
اليوم الأول	جلسة الإفتتاح	9.30 – 9	إستقبال و تسجيل المشاركين فى الدورة	
	الجلسة الأولى	11.30-9.30	متطلبات الجودة في إدارة معامل التحاليل	• عناصر الجودة والجودة الشاملة
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثانية	2.30-12.00	اعداد دليل نظام الجودة للمعامل	• قواعد اعداد المستوي الاستراتيجى والتكتيكى والتشغيلى
	الجلسة الثالثة	4.00-2.30	الإجراءات التصحيحية و الوقائية	• الاجرآء ات المتبعة للوقاية وتصحيح الاخطاء
اليوم الثانى	الجلسة الرابعة	11.30-9.00	متطلبات الجودة في تشغيل معامل التحاليل	صلاحية طرق التحليل (قابلية التطبيق) (Validation) : • خصائص الاداء لطرق القياس • الاجهزة المستخدمة و معايرتها
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الخامسة	2.30-12.00	متطلبات المعامل من الموارد البشرية	• النوعية والتقييم والسجلات
	الجلسة السادسة	4.00-2.30	نظام تقييم جودة نتائج التحاليل المعملية	• عناصر ضبط وتأكيد الجودة • اعداد خطة ضبط وتأكيد جودة النتائج

اليوم الثالث	الجلسة السابعة	11.30-9.00	رسومات الضبط البيانية	رسومات R, X,
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثامنة	2.30-12.00	رسومات الضبط البيانية	• رسومات R,D
	الجلسة التاسعة	4.00-2.30	نظام ضبط الجودة والتفتيش الداخلى	• محاور الضبط وعناصر التفتيش
اليوم الرابع	الجلسة العاشرة	11.30-9.00	إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها	• سجلات تسلسل الحيازة وجمع العينات وطلب التحاليل ونتائج التحاليل والتقارير
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الحادية عشر	2.30-12.00	أنواع ومصادر الخطأ فى التحاليل	• الخطأ المنتظم والعشوائى والتقريب والفادح
	الجلسة الثانية عشر	4.00-2.30	اختبارات الكفاءة والمقارنة البينية للمعامل	• تفسير النتائج
اليوم الخامس	الجلسةالثالثة عشر	11.30-9.00	متطلبات مواصفة الايزو 17025	• المتطلبات الفنية والادارية
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الرابعة عشر	1.00 – 11.00	اختبار تحريرى	
	الجلسة الخامسة عشر	4.00-1.00	مناقشات عامة عن تطبيقات الجودة	

Quality Control / Quality Assurance in Analytical Laboratories

Prof. Saad S. M. Hassan (Ph.D., D.Sc.)

Faculty of Science – Ain Shams University

Quality

gtz Partner for the Future. Worldwide.

What is Quality?

According to "ISO":

"Quality is the totality of features and characteristics of a product or service that beer on its ability to satisfy stated or implied needs".

[A product has a Good Quality: Complies with the requirements].

gtz Partner for the Future. Worldwide.

In Analytical Work

"Quality is "Delivery of reliable information within an agreed span of time under agreed conditions (Precision, Accuracy), at agreed costs and with necessary aftercare".

Activities for Maintaining Quality

- Quality Management (QM).
- Quality Assurance (QA).
- Quality Control (QC).

Quality Management

- Introduction and proper running of a quality system in laboratories.
- Activities within the management function that determine the quality, policy, objectives and responsibilities and implement them.
- Wider interpretation of the concept of "Good Laboratory Practice (GLP).

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Total Quality Management

It includes additional aspects:

- Leadership style.
- Ethics of the work.
- Social aspects.
- Relation to society.
- etc.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Quality Assurance (QA)

According to ISO:

QA is "The assembly of *all planned and systematic actions* necessary to provide adequate confidence that a product, process, or service will satisfy given quality requirements"

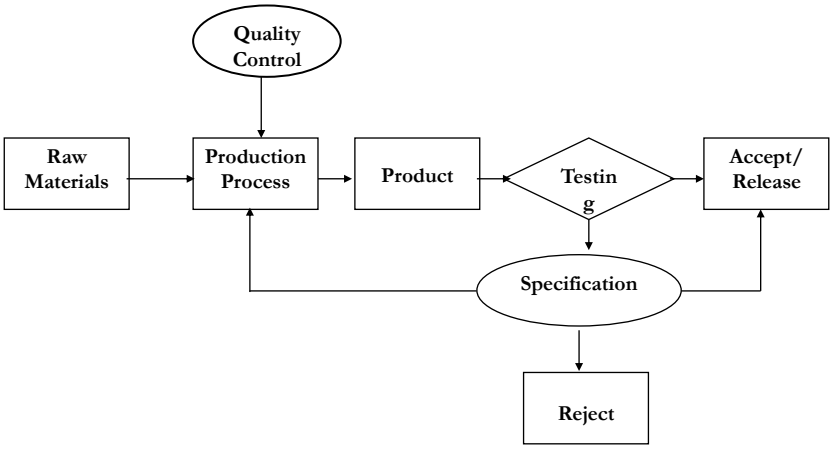
[Checked by someone independent of the work]

Key Elements of
Quality Assurance (QA)

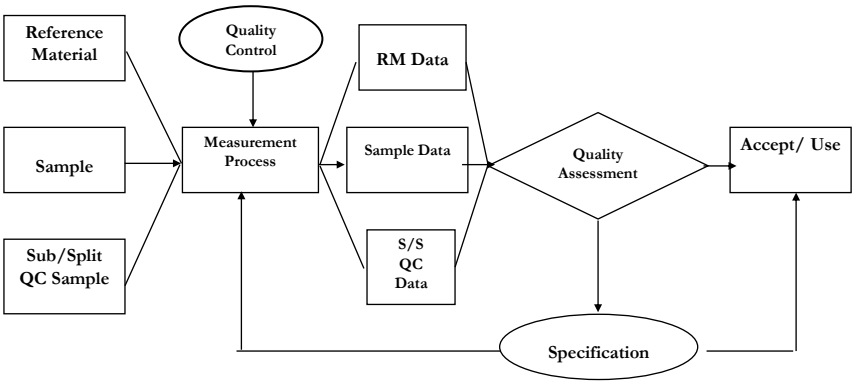
Planned & Systematic Actions

Aiming at providing adequate confidence of quality:

* **Calibration (Equipment, materials).**
* **Training (Staff).**
* **Instrument Maintenance.**
* **Audit and Review (External assessment).**
* **Sampling strategy.**
* **Analysis strategy.**



Production process quality assurance



Measurement Process Quality Assurance

Benefits of QA

- Analysts are able to trace a problem back to its source in a systemic way.
- Laboratories are able to provide reliable data.
- The confidence of analysts increases.
- The laboratory's reputation will be enhanced.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Quality Control

According to ISO:

"The operational techniques and activities that are used to satisfy quality requirements"

[Aimed at prevention of errors]

gtz Partner for the Future. Worldwide.

QC Techniques and Activities

1. **First line control: Instrument performance.**
2. **Second-line control: Batch control (control sample, identity check).**
3. **Third-line control: External checks.**

Internal Quality Control (IQC)

Operational Techniques & Activities

Aiming at providing adequate confidence of quality:

- **Control Charting.**
- **Blank Determination.**
- **Spiked Samples.**
- **Repeated Determination.**
- **Blind Samples.**
- **Reference Materials.**

External Quality Control (EQC)

Check analysis by another laboratory:

Single value - single value check.

(A) Replicate data - single value check.

(B) Replicate data – replicate data check.

Interlaboratory Sample and Data Exchange Programmes

(A) Method performance studies:

- Collaborative study.
- Comparative study.

(B) Laboratory performance studies:

- Proficiency test (one method).
- Proficiency test (different methods).

(C) Material – certification studies:

- Certification study.
- Consensus study.

Proficiency Testing

Rating with Z-Score:

$$Z = \frac{x - \bar{x}}{s}$$

x = individual results

$\bar{x}$ = mean of all results.

S = standard deviation of $\bar{x}$

$Z \leq 2$ = satisfactory.

$2 < Z < 3$ = questionable.

$Z \geq 3$ = unsatisfactory.

History of Assessing the Quality of Laboratory Activities

OECDs Principle for Good Laboratory Practice

- Food & Drug Administration discovered (two decades ago) the need for a uniform standard for assessing the quality of Lab Activities
- Establishment of the Principles of Good Laboratory Practice (GLP). Applications for toxicological and eco toxicological testing of Pharmaceuticals and Chemicals

* Organization for Economic Cooperation and Development

- In 1979 The Organization for Economic Cooperation and Development (OECD) internationalized the GLP Principles.
- In 1981 the "OECDs Principles was published and recognized by European Community (EC).
- In 1987, the GLP principles were adopted as an EU Directive.
- In 1990, Guidelines for GLP study audits and Lab inspections were enacted in Europe

GLP

"It concerned with the organizational process and the conditions under which laboratory studies are planned, performed, monitored, recorded and reported".

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Advantages of GLP

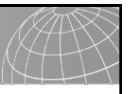
- Allow better laboratory management.
- Improve efficiency.
- Minimize errors.
- Allow QC.
- Stimulate and motivate all personnel.
- Improve safety.
- Improve communication.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Accreditation

- In 1957 (Rome), Some European Countries signed the Treaty of establishing the Economic Community (EEC)
- The creation of the common market required establishment of confidence to results of Lab activities in EC.
- In 1989, a global approach was adopted and involved testing, certification and inspection

gtz Partner for the Future. Worldwide.

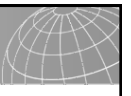


Testing and certification requires confidence on competence and quality

Bodies for building this confidence should be responsible for:

- **Certification of testing products**
- **Inspection of Quality system**
- **Evaluation of the competence**

gtz Partner for the Future. Worldwide.



EN 45001 Operation of Testing Lab

EN 45002 Assessment of Testing Lab

EN 45003 Lab Accreditation Bodies

EN 45004 Operation of Bodies Performing Inspection

EN 45011 Certification Bodies Operating Product Certification

EN 45012 Certification Bodies Operating Quality System Certification

EN 45013 Certification Bodies Operating Certification of Personnel

gtz Partner for the Future. Worldwide.

- ISO 9000 Quality Management and Quality Standards
- ISO 9001 Quality Systems (model for QA in design/development, production, installation and servicing)
- ISO 9002 Quality Systems (model for QA in production and installation)
- ISO 9003 Quality Systems (model for QA in final inspection and test)
- ISO 9004 Quality Management and Quality System Elements Guidelines

gtz Partner for the Future. Worldwide.

ISO 8402 Vocabulary

ISO 10011 Auditing of Quality Systems

ISO 10012 QA Requirements for Measuring Equipment

ISO 10013 Preparation of Quality Manuals

ISO Guide 25	(1990)
ISO Guide 17025	(1998)
ISO /IEC 17025	(1999)
ISO/IEC 17025	(2005)

General requirements for the competence of calibration and testing laboratories.

More restrictive than EN 45001.

Includes relevant requirements of the ISO 9002 and OECD's GLP Principles.

ISO Guide 58

"Calibration and testing laboratory accreditation systems-General requirements for operation and recognition".

Corresponds to EN 45002 and EN 45003.

General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories ISO /IEC 17025

Management Requirements

- Organization (4.1)
- Management system (4.2)
- Document control (4.3)
- Review of requests, tenders and contracts (4.4)
- Sub-contracting of tests and calibrations (4.5)
- Purchasing services and supplies (4.6)
- Service to the customer (4.7)
- Complaints (4.8)

- Control of nonconforming testing and/or calibration work (4.9)
- Improvement (4.10)
- Corrective action (4.11)
- Preventive action (4.12)
- Control of records (4.13)
- Internal audits (4.14)
- Management reviews (4.15)

Technical Requirements

- General (5.1)
- Personnel (5.2)
- Accommodation and environmental conditions (5.3)
- Test and calibration methods and method validation (5.4)
- Equipments (5.5)

- Measurement traceability (5.6)
- Sampling (5.7)
- Handling of test and calibration items (5.8)
- Assuring the quality of test and calibration results (5.9)
- Reporting the results (5.10)

Requirement for Organization and Management

The Laboratory shall :

- Be legally identifiable and ensure that its personnel are free from any pressures, which might adversely affect the quality of their work;
- Be organized in such a way that confidence in its independence and integrity is maintained;

- Have a manager, who has the overall responsibility for the technical operation of the laboratory;
- Have a quality manager, who has responsibility for the quality system and its implementation;
- Participate in interlaboratory comparison studies and proficiency testing programmers.

Requirements for Personnel

The laboratory shall

- Have sufficient personnel having the technical knowledge and experiences for assigned functions (job description).
- Ensure training of its personnel.
- Maintain records of relevant qualifications. training skills and experiences of the personnel.

Requirements for Accommodation, Environment and Equipment

The laboratory shall

- Have accommodation and environment that do not invalidate the results or affect the required quality of the work.
- Have good housekeeping.
- Be furnished with equipment required for the performance of the tests.
- Maintain and record the maintenance of equipment properly.

Requirements for Methods and Test Items

The laboratory shall

- Have documented instructions of the use of equipment
- Have documented methods including methods for sampling, if sampling is carried out
- Ensure that computer software is documented and adequate for use, in case computers are used.
- Have documented system for identification of test items.

Requirements for Quality Systems, Audit and Review

The laboratory shall

I. establish and maintain a quality system appropriate to the type, range and volume of the activities

II. establish a quality manual and related quality documentation containing among other things.

A. quality policy statement. Management structures job descriptions of the staff.

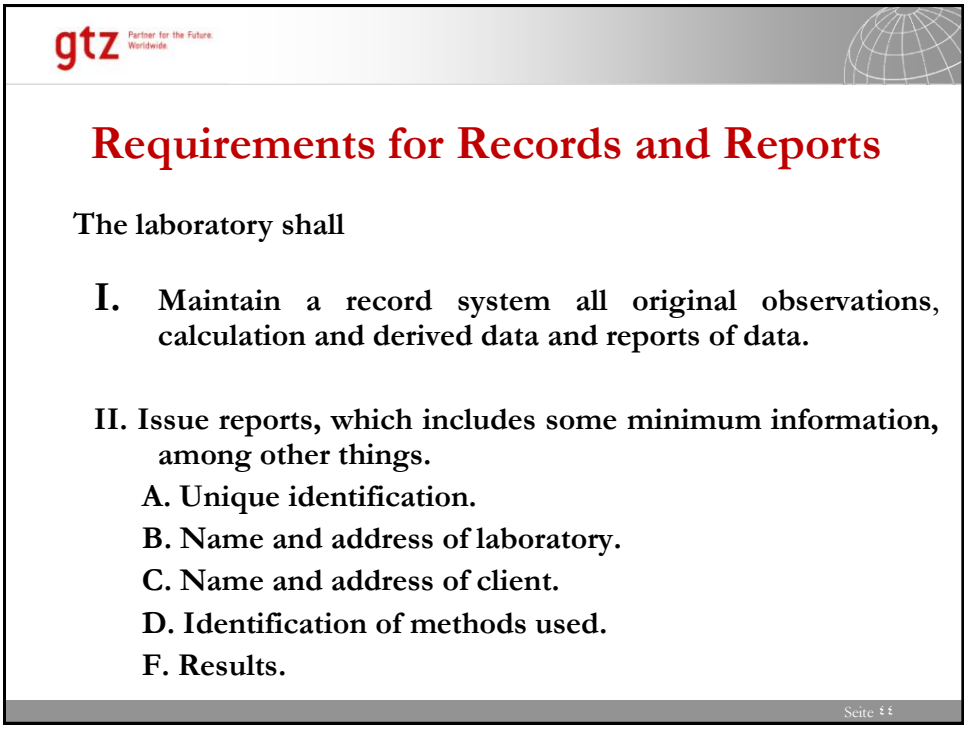
B. procedures for the work to be conducted including maintenance activities.

C. procedures for internal quality control activities.

D. procedures for audits and review of the quality system.

F. procedures dealing with complaints and protection of confidentiality.

•Who
•What
(the organization)
•Who
•What
•How
(Function)
•Who
•What
•How
•When
(Operations)
Strategic
Tactical
Operational
•Quality Policy
•Objectives and
Comments
•Organization and
Management
•General Practices
•SOPs
•Check Lists
•Forms, etc.
Seite ٤٣


Requirements for Records and Reports
The laboratory shall
I. Maintain a record system all original observations, calculation and derived data and reports of data.
II. Issue reports, which includes some minimum information, among other things.
A. Unique identification.
B. Name and address of laboratory.
C. Name and address of client.
D. Identification of methods used.
F. Results.
Seite ٤٤

Errors in Quantitative Measurements

Errors

When errors or mistakes are suspected or discovered, it is essential that the "Five Ws" are trailed:

- **What error was made?**
- **Where was it made?**
- **When was it made?**
- **Who made it?**
- **Why was it made?**

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Types of Errors

- Random error
- Systematic error
- Gross error
- Error of rounding

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Causes of Random Error

Uncontrolled variations in the conditions of the measurement system during different measurements, e.g.:

- Differences in volume
- Fluctuations in temperature or electrical current.
- Reading of scales
- Differences in calibration between batches

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Causes of Systematic Error

- Instability between sampling and measurement
- Inability to determine all relevant forms of the analyte
- Interference
- Biased calibration
- Biased blank

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Causes of Gross Error

Personnel mistakes or carelessness:

- Using wrong method.
- Misreading a scale or signal display.
- Analysis of wrong sample.

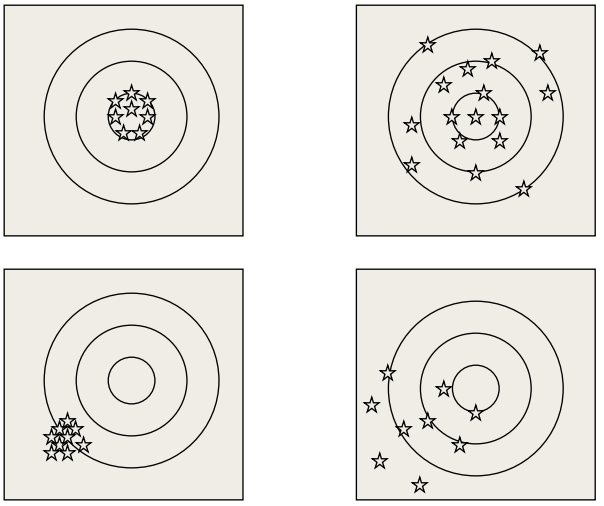
- Erroneous marking of sample.
- Results in wrong unit.
- Calculation error.
- Transposition of data.
- Transcription error.

Errors of Rounding

- Either: rounding off data so much that the natural variability is obscured

- Or: keeping so many of the digits produced by a calculator or an instrument that a false impression of accuracy is produced

"The archers" - illustration of random and systematic error



Analytical Errors and Undesirable Performance?

- Laboratory's own quality assessment efforts.
- Participation in collaborative test programs.
- External performance audits.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Identification of Problems

(A) Identify the problem; whether due to:
Imprecision.
Bias.

(B) Decide whether the problem is:
Persistent .
Transitory.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Determination of the Kind of Causes:

Chance causes (common causes):

Occur randomly and affect precision.

reduced to acceptable levels by using suitable

quality control measures.

Assignable causes (special causes) :

produce bias or unacceptable imprecision due to:

malfunction of the quality control procedures,

Changes in some part of the system,

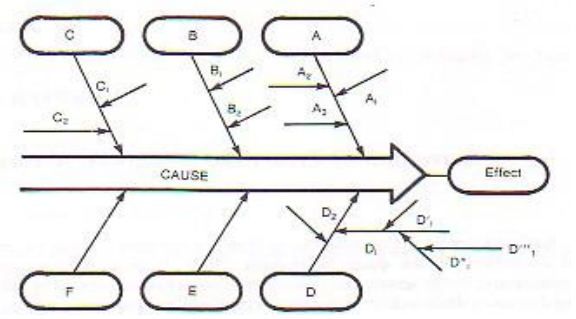
Defects in the system not previously recognized.

- **Eliminating of common and not assignable causes will improve the stable operational performance characteristics of a measurement system.**

- **Assignable causes happen only on occasion, while common causes are present all the time until removed.**

Identification of Measurement Problems

(1) The cause-effect diagram (fish bone diagram). Every effect has a cause could be multifaceted.



Ishikawa's cause-effect diagram

- **Development of a deficiency correction check list as:**

When Measurement Process is: A.In control. B.Out of control.		
Possible Problems	**A**	**B**
Procedural changes	*	*
Sampling	*	
Sample handling	*	
Analytical procedure		
Calculations	*	*
Data	*	*
Reagents		*
Equipment		*
Calibration		*
Maintenance		*
Methodology	*	*
Blunder	*	*

Improvement of Performance

(1) Increase the accuracy.

(2) Increase the precision.

(3) Decrease bias.

(4) Decrease uncertainty.

Bias Due to the Sample

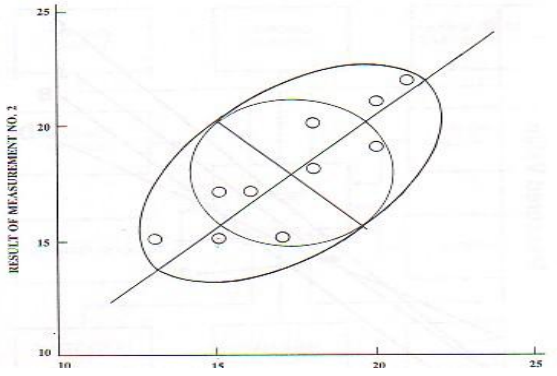
Two samples be analyzed.

Results of measurements for one sample are plotted with respect to those obtained for the other, the nature of an analytical discrepancy (Youden Plot).

On the basis of random error alone, the results are expected to be distributed in a circular pattern around the expected result (coincidence of the known values for the samples).

•When bias is the predominant source of error, the data will be distributed along the 45 line and enclosed in an ellipse.

•The major axis of which is related to bias while the minor axis is related to precision of measurement.



Result of Measurement No. 1

Figure (2) Youden plot to identify measurement problems

(1) s on Samples A and B for each laboratory

(2)calculate (A-B) for each laboratory and the average (A-B).

(3) Calculate R = [(A-B) - (A-B)] for each laboratory.

(4) Calculate R' =average of absolute value of R

(5)Calculate x = 0.886 R'

(6) Calculate the 95% confidence circle radius, r + 2.448 s.

•Biases may be constant, level-related, or a combination as shown inFigure (3).

• It is not possible to determine which line, such as A, B, and C, represents points 1 and 2;

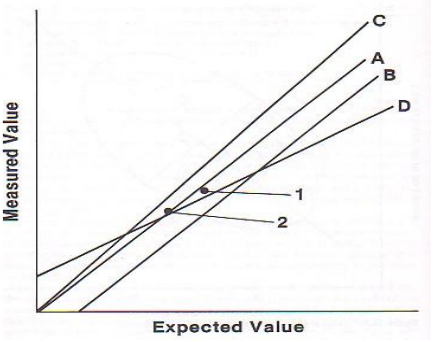


Figure (3) Types of analytical bias

• Measurement at only one level of analyze is not informative on the nature of analytical error.

• A minimum of two points will define a linear line and identify the type of bias.

• Three points are better, using samples in the low, middle, and high range of measurement.

• Performance tests are best carried out periodically in connection with an appropriate control chart.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

(3) Analyze measurement problems by the use of templates.

A laboratory should continually examine its measurement processes for improvement, based on a full understanding of all sources of variance and bias.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

❖ **Some analysts retain data values that lie close to the majority (e.g., best two out of three rule for reporting data). such a practice improves the data, but actually increases the variance of data sets.**

❖ **Analysts shall retain all data unless there is clear indication that the system is not in control or there is an assignable cause for faulty data.**

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Control Charts

gtz Partner for the Future. Worldwide.

What is a Control Chart?

- A control chart is a presentation of data in which the control values are potted against batch number (or time)
- Control charts have a central line, upper and lower warning limits and upper and lower action limits

- **Central Line: Defines the best estimate of the level of the control variable plotted.**

- **Warning Limit: Defines an interval in which there is 95% probability of finding all control values.**

- **Action Limit: defines an interval within which the majority (99.7%) of control values are expected to be**

Types of Control Charts

- **X-bar chart.**
- **R-chart.**
- **D-chart.**
- **r-chart**

X-bar Chart

- Average control chart:

  Analysis of the same sample with each batch and plotting the result or the average of results against time

  The control value is therefore the average response value (X-bar chart) or the response value (X-chart)

- Blank control chart:
- Special application of the X-bar chart for blank samples

Batch	Replicate		R	x
	x1	x2		
1	491	493	2	492.0
2	497	497	0	497.0
3	498	501	3	499.5
4	492	485	7	488.5
5	498	493	5	495.5
6	510	508	2	509.0
7	506	512	6	509.0
8	492	487	5	489.5
9	491	488	3	489.5
10	497	503	6	500.0
11	500	494	6	497.0
12	506	511	5	508.5
13	506	501	5	503.5
14	487	497	10	492.0
15	491	491	0	491.0
16	500	499	1	499.5
17	491	507	16	499.0
18	495	498	3	496.5
19	502	500	2	501.0
20	495	492	3	493.5

X’ = 497.5

Standard deviation Sx :

$\sqrt{(X - X`)^2 / (n-1)}$ n = 20

Sx = 6.42 mg/L O_2

X` = 497.5 mg/L O2

Upper warming limit = X` + 2Sx = 497.5 + 2*6.42 = 510.39 mg/L O2

Lower warming limit = X` - 2Sx = 497.5 - 2*6.42 = 484.71 mg/L O2

Upper action limit = X` + 3Sx = 497.5 + 3*6.42 = 516.81 mg/L O2

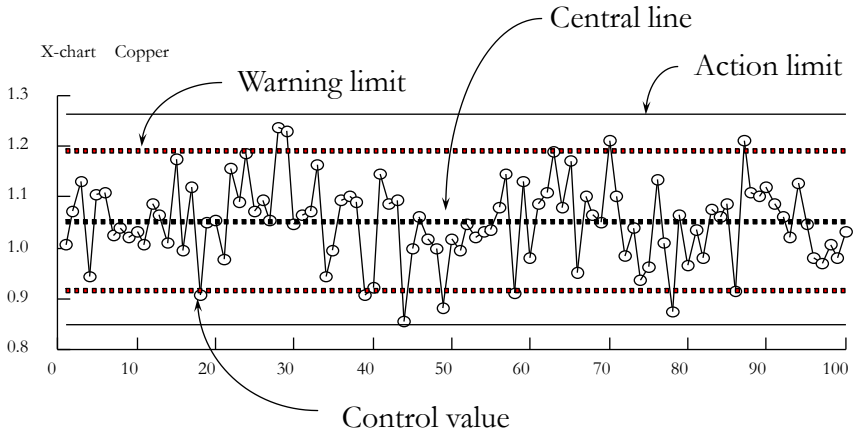
Lower action limit = X` - 3Sx = 497.5 - 3*6.42 = 478.29 mg/L O2

Data for an X-bar Chart

Batch	x1	x2	x-bar
1	491	493	492
2	497	497	497
3	498	501	499.5
4	492	485	488.5
5	498	493	495.5
6	510	505	507.5
7	506	512	509
8	492	487	489.5
9	491	488	489.5
10	497	503	500

x-doublebar = 496.8

Control Chart
-Illustration of Construction



R-Chart

- **Range control chart:**

  Analysis of the same sample with each batch (repeatability conditions) and plotting the range against time

  The control value is therefore the range of the response values of the control sample.

Data for an R-Chart

Batch	x1	x2	R
1	491	493	2
2	497	497	0
3	498	501	3
4	492	485	7
5	498	493	5
6	510	505	2
7	506	512	6
8	492	487	5
9	491	488	3
10	497	503	6

$\overline{R}$ = 3.9

STATISTICAL TABLE

Factors for calculation of standard deviation from range and construction of R-charts			
Number of replicates per batch	Central line / standard deviation	Lower action limit	upper action limit
	d_2	D_3	D_4
2	1.128	0	3.267
3	1.693	0	2.575
4	2.059	0	2.282
5	2.326	0	2.115

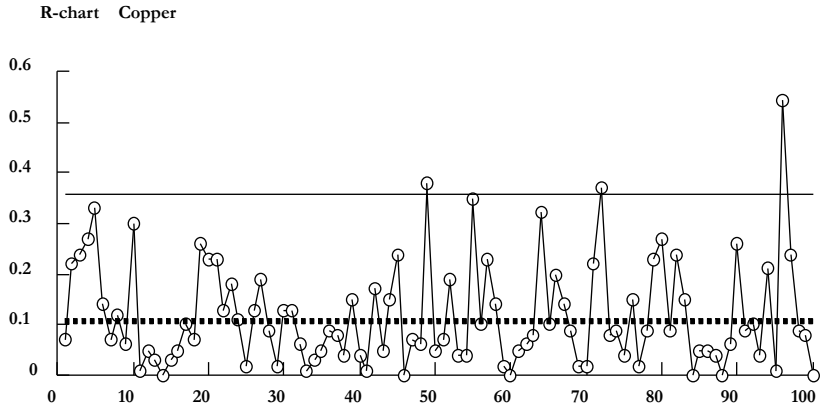
Calculations for control chart R

Upper action limit $D_4 \times R'$

Lower action limit $D_3 \times R'$ $[D_3 = 0]$

R-chart central line R' or $R' = d_2 . S_w$ $[d_2 = 1.128]$

R-Chart – Illustration



Data for D-chart

Batch no	x	X spiked	D
1	3.856	4.352	0.496
2	7.746	8.240	0.494
3	10.968	11.471	0.503
4	0.872	1.365	0.493
5	5.634	6.121	0.487
6	3.085	3.588	0.503
7	1.563	2.058	0.495
8	20.851	21.343	0.492
9	15.963	16.471	0.508
10	8.663	9.145	0.482 D` = 0.495

Calculations for control charts D

Central line D'

Warning limit CL ± 2 √Sx

Action limit CL ± 3 √Sx

Data for an r-chart

Batch no.	x1	x2	R	X'	r,%
1	3.46	4.46	1.00	3.96	25.3
2	3.99	5.1	1.11	4.545	24.4
3	5.32	5.47	0.15	5.395	2.8
4	15.0	14.8	0.2	14.9	1.3
5	321	392	71	356.5	19.9
6	251	247	4	249	1.6
7	51.9	51.1	0.8	51.5	1.6
8	10.4	11.1	0.7	10.75	6.5
9	1.90	2.40	0.50	2.15	22.7
10	27.4	29.9	2.5	28.65	8.7

r , % = [R/X'] x 100 **Central line = r' = d_2. S_w.100/X'**

r' ,% = 11.48 % **Upper action limit = D_4 . r'**

Lower action limit = D_3

Out-of-Control Situations

- 1 value outside action limits
- 2 consecutive values outside warning limits
- 7 consecutive values with increasing or decreasing tendency
- X-chart: 10 out of 11 values on one side of the central line
- R-chart: 7 consecutive values above the central line

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Quality Control Samples

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Control Samples

I	Synthetic sample or reference material
II	Stable natural sample
III	Recovery of spike from a natural sample
IV	Blank sample
V	Natural sample with limited stability

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Control Sample Type I

- Synthetic (artificial) sample or
- Laboratory reference material or
- Reference material or
- Certified reference material
- Same sample in every batch
- Generally known concentration
- Used with X-bar- and R-charts

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Control Sample Type II

- Natural sample chosen at random from samples received for analysis

- Different sample in every batch
- Concentration not known
- Used with r-chart

Control Sample Type III

- Natural sample chosen at random from samples received for analysis and the same sample spiked
- Different sample in every batch
- Spiked concentration known
- Used with D-chart

Control Sample Type IV

- Blank sample
- "Same" sample in each batch
- Concentration not known
- Used with X-bar- and R-charts

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Control Sample Type V

- Natural sample chosen at random from samples received for analysis for a very unstable parameter
- Different sample in every batch
- Concentration not known and may change during the time it takes to analyse one batch
- Used with r-chart

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Analytical Methods

Analytical Methods

- Standard Methods. **[Standard setting organization (AOAC, ASTM)].**

- Official Methods. **[For use by government organization (EPA, NIOSH].**

- Literature Methods. **[Analytical Journals].**

- In –House Developed Methods. **[Laboratory Procedures].**

Standard Operational Procedures (SOPs)Title

Summary
Materials
Solutions & Reagents
Procedure
Calculation
Precautions
Sample preservation
Unit or result expression
Number of result digits
References

Validation

"Validation is the procedure used to prove that a test method consistently yields what it is expected and required to do with adequate accuracy and precision".

"Validation of a method establishes, by systematic laboratory studies, that the performance characteristics of the method meets the specifications related to the intended use of the analytical results".

Performance Characteristics

- Calibration function / linearity
- Sensitivity
- Limit of detection
- Precision
- Accuracy
- Trueness
- Range of application
- Selectivity / Interferences
- Ruggedness

Bias

Bias % $= \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \times 100$

$\bar{x}$ = mean of test results obtained for reference sample.

μ = true value given for reference sample.

Trueness

Trueness % $= \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100$

$\bar{x}$ = mean of test results obtained for reference sample.

μ = true value given for reference sample.

Precision

Precision % $= \frac{s}{\bar{x}} \times 100$

- $\bar{x}$ = mean of test results obtained for reference sample.
- s = standard deviation for x.

Reproducibility

$$R = 2.8 \times S_R$$

S_R = standard deviation ($n \geq 8$) with 95% confidence.

$2.8 = 2\sqrt{2}$ and is derived from the normal or Gaussian distribution [ISO 5725].

Reproducibility measures the spread of results when the sample is analyzed by different laboratory.

Repeatability

$$\gamma = 2.8 \times S_r$$

at 95% confidence level.

S_r = standard deviation ($n \geq 10$).

Repeatability and Reproducibility

Parameter	Repeatability	Reproducibility
Sample	Same	Same
Procedure	Same	Same
Instrument	Same	Different
Laboratory	Same	Different
Analyst	Same	Different
Time	Short interval	Different

Accuracy

Recovery %

$$= \frac{\overline{X}_s - \overline{X}}{X_{add}} \times 100$$

$\overline{X}_s$ = mean results of spiked sample.

$\overline{X}$ = mean results of unspiked sample.

X_{add} = amount added, (spiked).

Standard Deviation

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (x_1 - \overline{x})^2}{(n-1)}}$$

x	(x-x')	$(x-x')^2$
3.698	0.355	0.1260
2.725	-0.618	0.3819
3.226	-0.117	0.0137
3.273	-0.070	0.0049
3.284	-0.059	0.0035
3.429	0.086	0.0074
3.233	-0.110	0.0121
3.099	-0.244	0.0595
3.361	0.018	0.0003
4.102	0.759	0.5761
X = 3.343		$\sum$= 1.1855 N = 10

$$S^2 = (1.1855)/(10 - 1) = 0.1317$$

$S_x = 0.363$

Within Batch Standard Deviation

$$S_w = \overline{R}/d_2$$

Batch	X1	X2	R
1	85.6	86.3	0.7
2	84.6	85.1	0.5
3	86.8	86.3	0.5
4	87.2	86.3	0.9
5	83.4	82.5	0.9
6	88.5	88.0	0.5
			R'=6.667

$S_W = R'/d_2$

$= 6.667/1.128$

No of batch	d_2
2	1.128
3	1.693
4	2.059
5	2.326

Between Batch Standard Deviation

$$S_b = \sqrt{S_x^2 - \frac{S_w^2}{n}}$$

Pooled Standard Deviation

$$S_{pooled} = \sqrt{\frac{\sum (n_i - 1).S_i^2}{\sum (n_i - 1)}}$$

X1	X2	X3
3.698	2.808	3.670
2.725	3.189	2.617
3.226	3.400	3.119
3.273	3.729	3.227
3.284	3.467	3.370
3.429	3.483	3.389
3.233	3.439	3.237
3.099	3.007	2.993
3.361		3.376
4.102		4.248
N = 10	N = 8	N = 10
X' = 3.343	x' =3.315	x' = 3.325
S = 0.363	s = 0.296	s = 0.428

Grand mean =(10 x 3.343 + 8 x 3.315 + 10 x 3.325)/(10 + 8 + 10)=3.329 mg/l

S^2_{pooled} = [(10-1)x(0.363)^2 + (8-1)x(0.296)^2+(10-1)x(0.428)^2/(10 + 8 + 10) = 0.1379

S_{pooled} 0.371 mg/l

Uncertainty

$$U = t(df)S_{pooled}\sqrt{\left[\frac{n_1 + n_2}{n_1 \times n_2}\right]}$$

	X'	S	n	df
1	3.343	0.363	10	9
2	3.315	0.296	8	7

$S^2_{pooled} = [9 \text{ x}(0.363)^2 + 7 \text{ x } (0.296)^2 = 0.1125$

$S_{pooled} = 0.335$

$df = 9 + 7 = 16$

$U = t_{0.95}(16) \text{ x } 0.335 \text{ x } \sqrt{[(10+8)/(10x8)}$

$= 2.120 \text{ x } 0.335 \text{ x } 0.474 = 0.337 mg/l$

Limit of Detection

$$LOD = 2\,CD = 2\,t\,(df)\,S_{w,\,blank}\sqrt{1+\frac{1}{n}}$$

- S_w blank = 0.0122 µg/l n= 6 , df =5

$$LOD = 2 \times t_{0.95}(5) \times 0.0122 \sqrt{(1 + 1/2)}$$

$$= 0.06\ \mu g/l$$

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Improvement of Performance

Increase	Decrease
• Trueness . • Precision. • Reproducibility • Repeatability. • Accuracy. • Sensitivity.	• Bias. • Uncertainty. • Standard deviation. • Limit of detection.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Method Validation

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Performance Characteristics Measurement Methods

- Parameters used to indicate quality of measurements

Performance Characteristics:

- Calibration function/linearity.
- Sensitivity.
- Limit of detection.
- Precision.
- Accuracy.
- Range of application.
- Selectivity/Interferences.

١١٩

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Validation

- Validation is the procedure used to prove that a test method consistently yields what it is expected and required to do with adequate accuracy and precision.

F. Erni, W. Steuer, H. Bosshardt, Chromatographia 1987, 24, 201.

١٢٠

Phases of Initial Validation

- Planning of the tests.
- Realization of tests.
- Evaluation of results (statistical and chemical).
- Documentation, throughout all phases.
- Application of information gained during original validation.

١٢١

A Good Reason for Method Validation

ISO Guide 25, draft Fourth Edition 1997:

5.4.4 Validation of test methods

5.4.4.2 The laboratory shall validate standard, non-standard and new test and/or calibration methods to confirm that the methods are suitable for the intended use.

١٢٢

Samples for Method Validation

- Natural samples whenever possible.
- Spiked sample.
- Standard samples of a known concentration.
- Not less than 6 different samples.

Which Experiments are Needed?

- Calibration – one thorough check with possible follow-up.
- Limit of detection-one or a few samples, multiple measurements in one batch.
- Accuracy and precision-experimental plan.

Linearity

Quantitation requires that one knows how the response measured depends on the analyte concentration.

This is obtained by using external or internal standardization and formulated into a mathematical expression used for calculating the unknown analyte concentration in real samples.

١٢٥

Analysis of 10 calibration solutions of Zn in the range 0.025-2.0 mg/l yielded the following results:

Concentration, mg/l, Zn x	Absorbance y	Average Y
0.025	0.007 0.008	0.0075
0.050	0.013 0.014	0.0135
0.100	0.028 0.027	0.0265
0.250	0.071 0.069	0.0070
0.500	0.137 0.134	0.1360
0.750	0.199 0.203	0.2010
1.00	0.264 0.263	0.2640
1.20	0.309 0.308	0.3090
1.50	0.382 0.382	0.3820
2.00	0.504 0.501	0.5030

١٢٦

Linearity Calculations

$$S_x^2 = \sum (X - \bar{X})^2 / (k-1)$$

Concentration	Concentration
0.025	0.075
0.05	1.00
0.1	1.20
0.25	1.50
0.5	2.00

$$\bar{X} = 0.7375$$

$$S_x^2 = \sum \frac{(0.025-0.7375)^2 + (0.05-0.7375)^2 + (0.1-0.7375)^2 + \ldots.}{9}$$

$$S_x^2 = 0.43569$$

$$SS_X = (N-1) * S_X^2$$

$$N = 20, k = 10$$

$$SS_x = (20-1) \times 0.43569$$

$$k : \text{no. of samples}$$

$$N : \text{no. of measurements}$$

Linearity Calculation

Y = intercept + slope X

Slop (b) and Y-intercept (a) may be calculated from least square method.

a = 0.005561. b = 0.25165

Linearity Calculations

Y = intercept + Slope * X

Y = a + b X

Y^= 0.005561 + 0.25165 * 0.025 = 0.01185

= 0.005561 + 0.25165 * 0.050 = 0.01814

= 0.005561 + 0.25165 * 0.100 = 0.03073

= 0.005561 + 0.25165 * 0.250 = 0.06847

Linearity Calculations

$$S_{y/x} = \Sigma\left\{\frac{[(y - Y\wedge)^2]}{(N-2)}\right\}^{1/2}$$

$$= \left\{\frac{[(0.007-0.012)^2 + (0.008-0.012)^2] + [(0.013-0.018)^2 + (0.014-0.018)^2] + [(0.028-0.031)^2 + (0.027-0.031)^2] + [(0.071-0.068)^2 + (0.069-0.068)^2] + \ldots}{18}\right\}^{1/2}$$

$S_{y/x} = 0.004805$

١٣١

Seite ١٣١

Linearity

$SS_1 = S^2_{y/x} * (N - 2)$

$= (0.004805)^2 \times (20-2)$

$= 0.0004156$

$SS_2 = \Sigma(y - Y)^2$ for double reading

$SS_2 = \Sigma[(0.007-0.0075)^2 + (0.008-0.0075)^2]$

$+ [(0.013-0.0135)^2 + (0.014-0.0135)^2] + \ldots$

١٣٢

Seite ١٣٢

SS_2 = 0.0000215

y : one measurement

Y : Average of measurements for same concentration.

Linearity Calculations

$$Z_L = \frac{(SS_1 - SS_2)/(k-2)}{SS_2/(N-k)}$$

$$= \frac{(0.0004156 - 0.0000215)/(10-2)}{0.0000215/(20-10)}$$

$$= \frac{0.0004129}{0.00000215}$$

$$= 22.9$$

$$F_{0.95}(8,10) = 3.07$$

$$Z_L > 3.07 \quad \therefore \text{no linearity}$$

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Upper percentage points of F (from ISO 2854:1976)

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Linearity Calculations

$$S_a = S_{y/x} * \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{\overline{X}^2}{SS_X}}$$

$$= 0.004805 * \sqrt{\frac{1}{20} + \frac{(0.7375)^2}{8.2781}}$$

$$= 0.00176$$

Linearity Calculations

Confidence Interval

$a \pm t_{0.975} (N - 2) \cdot S_a$

$a \pm 2.101 \times 0.00201$

$a \pm 0.004223$

Lower limit = 0.005561 – 0.004223 = 0.002126

Upper limit = 0.005561 + 0.004223 = 0.008995

Thus, intercept (a) does not include zero.

t-Distribution (from ISO 2854:1976)

Test of Linearity-Zn

Range	0-2.0 ppm	0-1.5 ppm	0-1.2 ppm	0-1.0 ppm
Y-intercept (a)	0.005561	0.004019	0.00292	0.00178
Slope (b)	0.25165	0.25541	0.25900	0.26394
S_x^2	0.43569	0.27860	0.19349	0.13321
X.	0.7375	0.59722	0.48438	0.38214
$S_{y/s}$	0.004805	0.003987	0.003355	0.002091
N	20	18	16	14
k	10	9	8	7
SS_x	8.2781	4.7361	2.9023	1.7318
$t_{0.975}$ (N-2)	2.101	2.210	2.145	2.179
S_a	0.001635	0.001442	0.00127	0.000825

١٣٩

Seite ١٣٩

Range	0-2.0 ppm	0-1.5 ppm	0-1.2 ppm	0-1.0 ppm
S_a	0.001635	0.001442	0.00127	0.000825
Lower limit	0.002126	0.00961	0.000196	- 0.000018
Upper limit	0.008995	0.00708	0.00564	0.00358
Zero included	NO	NO	NO	YES
SS_1	0.0004157	0.0002543	0.0001576	0.0000525
SS_2	0.0000215	0.0000170	0.0000170	0.0000165
Z_L	22.9	18.0	11.0	3.05
$F_{0.95}$	3.07	3.14<F<3.50	3.58	3.97
Linearity	NO	NO	NO	YES

02-Mar-11 Seite ١٤٠

Limit of Detection (LOD)

- The concentration level that can be determined statistically different from a blank at a specified level of confidence. This correspond to the "Critical level" [Currie 1988].
- It should be less than 1/10 the conentration measured.

Limit of Detection Laboratory Work

- Multiple (more than 6) measurements in one batch, or other data under repeatability conditions.
- Blank sample.
- Natural or synthetic sample with extremely low content.

Limit of Detection (LOD)

From a blank or natural sample or very small synthetic sample (6 samples in one batch).

Batch no.	Reading		Range
1	b_1	$b_1`$	$r_1`$
	b_2	$b_2`$	$r_2`$
	b_3	$b_3`$	$r_3`$
	b_4	$b_4`$	$r_4`$
	b_5	$b_5`$	$r_5`$
	b_6	$b_6`$	$r_6`$
Average			R`

$$LOD = 2 * t_{0.95}(df)\, S_w \sqrt{1+1/n}$$

df (degree of freedom) = 6 – 1 = 5

$t_{0.95}$ (df) in case of 6 batches = 2.015

S_w : Standard deviation of blank (natural matrix sea, waste or deionized water).

n = 2 (duplicate)

Sw = R`/d2

Sw : Standard deviation within batches.

d2 = 1.128 in case of duplicate reading.

Range of Application

- The concentration range for which acceptable accuracy and precision can be achieved.

Statistical Table

Factors for calculation of standard deviation from range and construction of R-charts			
Number of replicates per batch	Central line/standard deviation	Lower action limit	Upper action limit
	d_2	D_3	D_4
2	1.128	0	3.267
3	1.693	0	2.575
4	2.059	0	2.282
5	2.326	0	2.115

Range

- The linear range is defined as the concentration range where the sensitivity of method can be regarded as a constant.
- Concentration range for which acceptable accuracy and precision can be achieved.
- The working range may be more extensive than the linear range.

Precision

- The closeness of agreement between mutually independent test results.
- Precision is usually stated in terms of standard deviation.

Precision Laboratory Work

- At least 12 measurements, preferably 20 or more, per sample.
- Natural sample (at least some).
- Measurements over several days, with duplicates or more each day.
- Preferably more than one analyst.

Variability

- Repeatability.
- Reproducibility.
- Intra-laboratory variability.
- Inter-laboratory variability.

١٥١

Repeatability and Reproducibility

Parameter	Repeatability	Reproducibility
Sample	Same	Same
Procedure	Same	Same
Instrument	Same	Different
Laboratory	Same	Different
Analyst	Same	Different
Time	Short interval	Different

Method precision (confidence 95%, risk level α=0.05).

١٥٢

Interlaboratory variability	Intralaboratory variability
Difference of results obtained by different laboratories when measuring portions of a common sample.	Difference of results obtained when a single laboratory measures portions of a common sample repeatedly.

Trueness

- The closeness of the mean of a large number of determinations of the analyte to the true value.

Precision

Batch no.	Reading		Range	Average
1	x_1	$x_1`$	$r_1`$	X_1
2	x_2	$x_2`$	$r_2`$	X_2
3	x_3	$x_3`$	$r_3`$	X_3
4	x_4	$x_4`$	$r_4`$	X_4
5	x_5	$x_5`$	$r_5`$	X_5
6	x_6	$x_6`$	$r_6`$	X_6
Average			R`	X``
Standard deviation				S_X

$S_w = R`/d_2 = R`/1.128$

CV : Coefficient of Variation

$$CV_w = \frac{S_w \times 100}{Average(X``)}$$ (it must be not more than 5)

$S_b^2 = S_{x`}^2 - S_w^2/n$ $\quad S_b = \sqrt{S_x^2 - S_w^2/n}$

S_b : standard deviation between batches.

n : no. of replicate = 2 in case of duplicate.

$$CV_b = \frac{S_b \times 100}{Average(X``)}$$

$$Truness = \frac{X`` \times 100}{True\ value\ (added)}$$ (it must be not more than 5)

Accuracy

- The closeness of the obtained analyte to the true value.
- Accuracy is usually stated in terms of recovery.

Accuracy

Date	Batch no.	Natural Sample N_3		Spiked Sample N_4	
		Duplicate		Duplicate	
1/5/2000	1	x_1	x_1`	X_1	X_1`
2/5/2000	2	x_2	x_2`	X_2	X_2`
3/5/2000	3	x_3	x_3`	X_3	X_3`
5/5/2000	4	x_4	x_4`	X_4	X_4`
7/5/2000	5	x_5	x_5`	X_5	X_5`
9/5/2000	6	x_6	x_6`	X_6	X_6`

- **Max. reading =** Spiked (max reading) – Natural (min reading) [in the same batch]
- **Min. reading =** Spiked (min reading) – Natural (max reading) [in the same batch]

Max recovery = $\frac{\text{Max reading}}{\text{True value}} * 100$ or $\frac{\text{Max reading}}{\text{(value of) Spiked}_{\text{(add to natural N3)}}} * 100$

Min recovery = $\frac{\text{Min reading}}{\text{True value}} * 100$ or $\frac{\text{Min reading}}{\text{(value of) Spiked}_{\text{(add to natural N3)}}} * 100$

Accuracy ± 20%

Truness in case of N4 = $\frac{\text{Max accuracy} + \text{Min accuracy}}{2}$

Sensitivity

- Calculated from linearity data.
- Calculated from the slope of the line.
- Concentration giving a certain response (Characteristic mass in AAS is the concentration that give absorbance response of 0.0044).

Sensitivity

- Sensitivity is a parameter describing how much the response changes as the analyte concentration changes.

$$S = \frac{dx}{dc}$$

where dx = change of the response, dc = change of concentration.

١٦١

Documentation

- Documentation of the exact method saves money, time and need for additional validation test.
- A suitable slogan is "What has not been documented has not been done".
- Method documentation should be available for all the analysts working with the method, so that the knowledge obtained could be implemented in practice.

١٦٢

Method Validation Report

- Description of validation.
- Planning.
  - Types of samples used.
  - Background for choice of experimental plan.
- Results.
- Results of the statistical analyses made.
- Data quality objectives.
- Conclusions of the validation.

١٦٣

The Validation Results Apply For:

- The matrix.
- Analyte concentration range.
- Equipment.

Any change in the method should be evaluated by revalidation.

١٦٤

Revalidation

When:

- Changes the purpose, or the desired quality level of the method.
- Changing or modification of the procedure.
- Use of the method in the same laboratory after a certain period of time.

١٦٥

Course Objectives

The participants will be able to:

- Identify measurement errors.
- Identify performance characteristics.
- Calculate estimates for performance characteristics.
- Check linearity of calibration curve.
- Plan a method validation study.
- Conclude on a method validation study.

١٦٦

Application of Validation Results

Quality Control Chart

- The day-to-day precision test sample selected and test results may produce a good basis for a quality control chart.
- The chart can be constructed once the type, the elements composing it, the goal and the usage intervals are decided.

- For practical purposes a control chart ensuring that the mean of results is kept within the warning (2 x S) and action limits (3 x S) during the period of use of the method is often feasible. S: standard deviation.

Method Validation Report

- **Description of the validation**

The aim of this method validation study is to document successful implementation of the method for measurement of NH_3 - N in sea water using spectrophotomtric method No SM 4500 F – NH_3 - N in " Standard Method for the Examination of Water and Wastewater ", 19th Edition, 1995.

Data quality objectives

The method is expected to fulfil the specification supplemented by laboratory default values (Manual of Internal Quality Control) in case no specifications are given in the standard method.

Range: 0. 05- 40 µM

Linearity: 0.05-40 µM

Limit of detection: 0.0 1 µM

Accuracy: ± 20 % (default)

Precision: 5 % repeatability standard deviation (default)

5 % standard deviation between days (default)

Validation programme

- Samples

- The limit of detection is determined (sex measurements in one batch) using a blank sample.
- The remaining measurement are made using the following samples:
- A stock ammonia solution (100 µM) was prepared by dissolving 53.3 mg NH_4 Cl in 1L saline water to give 1000 µM. Saline water was prepared by dissolving in 1L distilled water 32.12 g NaCl + 7.125 g $MgSO_4$.

Sample	Matrix	Concentration
N1	Natural sample	
N2	Spiked sample	50 µM was prepared by using 50 ml of 1000µM solution then diluted to1L with N1
N3	Natural sample	
N4	Spiked sample	50 µM was prepared by using 50 ml of 1000µM solution then diluted to 1L with N3.
N5	Synthetic sample	200 µM was prepared by using 200 ml of 1000 µM solution then diluted to1L with saline water
N6	Synthetic sample	350 µM was prepared by using 350 ml of 1000 µM solution then diluted to1L with saline water

Measurements

- The limit of detection is determined by 6 determinations in one batch of a blank sample.
- The range is examined from approximately 10 times the limit of detection. The range is examined using 6 samples of which 2 are synthetic (N5, and N6), 2 are natural (N1 and N3) and 2 are spiked natural samples (N2 and N4).
- The initial assumption was that the method was linear over the whole range of application. The plan included 6 calibrants.

- The validation showed that linearity could be obtained over the whole range of application. The total list of calibrants is the following concentrations (µM: 13, 48, 71, 100, 146 and 351).
- The accuracy is determined from 2 synthetic samples (N5 and N6) and 2 spiked natural samples (N2 and N4).
- Precision is determined from duplicate measurement in 6 batches of 2 synthetic samples (N5 and N6), 2 natural samples (N1andN3) and 2 spiked natural samples (N2 and N4).

Study Plan

The study plan is as follows:

- Day 1: Determination of linearity
- Day 2: Determination of the limit of detection. First batch for determination of range, accuracy and precision.
- Day 3: Second batch for determination of range, accuracy and precision.

- Day 4: Third and fourth batch for determination of range, accuracy and precision.
- Day 5: Fifth and sixth batch for determination of range, accuracy and precision and verification of limit of detection.
- On day 4 and day 5 where two batches are measured, the instrument was completely shut down between the two batches and a fresh batch of calibrants prepared.

Results

All data from the method validation study are shown in the Annex. Results of the statistical analyses are shown below.

Limit of detection				
Sample	**Average**	**Standard deviation**	**Number of samples**	**Limit of detection**
	mM	mM		mM
Blank	0.0760	0.0674	6	0.3330

١٧٧

Precision and accuracy

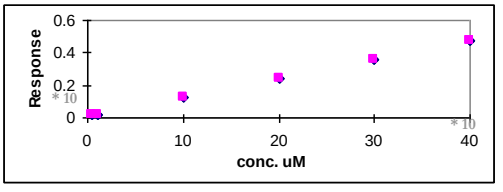
Sample	Level				Number of Samples	Precision			
						Repeatability		Between day Variability	
	Add mM	Found mM	Accuracy %	Trueness %		S_w mM	CV_w %	S_b mM	CV_b %
N1 Natural		**10.18**			**6**	**0.0294**	**0.29**	**0.3834**	**3.77**
N2 Spiked	**50.0**	**61.86**	**92-96**	**94**	**6**	**0.0808**	**0.17**	**0.6256**	**1.33**
N3 Natural		**99.06**			**6**	**0.4089**	**0.41**	**1.0167**	**1.03**
N4 Spiked	**50.0**	**151.71**	**98-114**	**103**	**6**	**0.4688**	**0.31**	**3.6777**	**2.42**
N5 Synthetic	**200**	**208.11**	**102-120**	**110**	**6**	**0.2404**	**0.12**	**0.4290**	**0.21**
N6 Synthetic	**350**	**343.47**	**96-100**	**98**	**6**	**1.2467**	**0.36**	**5.4011**	**1.57**

١٧٨

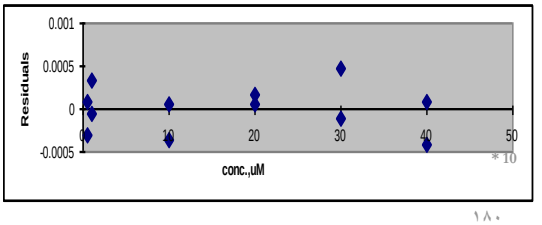
Linearity of the calibration			
Calibration range		13-351 mM NH_3	
Regression line		y = 0.014353X-0.00822	
Any weight function used		None	
Number of concentrations	6	Number of samples	12
$S_{y\|x}$	0.0206	Coefficient of correlation	0.9998
Z_L	1.211		
Parameter	Estimate	$F_{0.95}$	Confidence interval
Slope	0.014353		
y-Intercept	-0.00822	3.97	From -0.0108 To – 0.00849
(Z_L insignificant) Can the line be regarded as linear			Yes
Is 0 (zero) included in the confidence interval for intercept			No

The above table shows that the calibration curve is linear when using NH_3 range up to 351 µM

١٧٩



The residual plot shown below shows a tendency towards high and low values out the central line but the tendency is too slight that linearity can still be assumed.



١٨٠

Conclusions

- The limit of detection is measured as 0.3330 µM for blank sample.
- The calibration curve is linear up to 351 µM. This is in a good agreement with the standard method. Thus, it is possible to achieve acceptable results using a separate linear calibration curve in the range from 13 to 351 µM.

- The recovery (accuracy) is in the range from 92% to 120%.
- This is satisfactory compared to the requirement of ±20%.
- The average recovery (trueness) ranged from 94% to 110%.
- This is satisfactory since the requirement is ±10%.

- The method has satisfactory precision in the whole working range.
- Repeatability CV_w is from 0.12% to 0.36%. Between day variability CV_b is from 0.21% to 3.77%.
- The method is accepted for routine use in the laboratory in accordance with the method authorization from shown on the following page.

Annex 1

LOD

Limit of Detection

Date	µM	
15/10/2000	0.027099	0.015532
	0.099576	0.093099
	0.082811	0.058896
	0.005464	0.022759
	0.024565	0.099154
	0.057903	0.064137

١٨٤

Annex 2

Linearity Measurements

Date	Concentration µM	Response	
13/10/2000	13	0.177	0.177
	48	0.677	0.677
	71	1.006	1.006
	100	1.420	1.420
	149	2.121	2.121
	351	5.010	5.010

Annex 3

Raw Data

Date	µM		
15/10/2000	10.20091	10.21249	N1
16/10/2000	10.30908	10.35825	
17/10/2000	10.45236	10.53458	
17/10/2000	9.446599	9.447254	
18/10/2000	10.44228	10.46994	
18/10/2000	10.13858	10.16643	

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Date	µM		
15/10/2000	47.90435	47.99659	N2
16/10/2000	47.00797	47.03770	
17/10/2000	46.92053	46.97146	
17/10/2000	46.12805	46.39310	
18/10/2000	46.72982	46.76225	
18/10/2000	46.20726	46.28378	

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Date	µM		
15/10/2000	99.90854	100.7937	N3
16/10/2000	98.49191	98.70287	
17/10/2000	97.42339	97.72932	
17/10/2000	98.44070	98.98158	
18/10/2000	99.83534	100.6149	
18/10/2000	98.87998	98.92490	

Date	µM		
15/10/2000	149.9890	151.3862	N4
16/10/2000	147.3157	147.6452	
17/10/2000	147.4289	147.4915	
17/10/2000	155.6311	155.8372	
18/10/2000	154.2076	154.3418	
18/10/2000	154.0886	155.1318	

Date	µM		
15/10/2000	208.4754	208.793	N5
16/10/2000	208.1108	208.2286	
17/10/2000	208.0654	208.5052	
17/10/2000	207.5094	207.5657	
18/10/2000	207.2231	207.9004	
18/10/2000	208.4577	208.4762	

Date	µM		
15/10/2000	350.5705	350.6458	N6
16/10/2000	346.7098	347.1484	
17/10/2000	336.8921	337.4347	
17/10/2000	346.8498	347.4627	
18/10/2000	340.2387	340.3960	
18/10/2000	335.3141	341.6250	

Method Authorization Form

Technique:	Autoanalyzer	Date:	5/11/2000
Analyte:	NH_3	Submitted by:	Dr. Hesham, Ayman
Matrix:	Sea water	Checked by:	Prof. Dr. Ebtissam A. Saad

Brief description of scientific basis of method:

Direct Measurement of NH_3 in sea water.

Brief description of validation study:

The method is validated by estimation of linear range (6 calibrants).
Limit of detection (6 duplicate measurements of blank);
Accuracy (2 synthetic samples and 2 spiked samples, duplicate measurements in 6 batches);
Trueness (2 synthetic samples and 2 spiked samples, duplicate measurements in 6 batches).
Precision (2 synthetic samples, 2 spiked samples and 2 natural samples, duplicate measurement in 6 batches).

Results of Validation Study:

Limit of detection:	0.3330 µM
Trueness	94 - 110%
Accuracy:	92 - 120%
Repeatability:	From 0.12% to 0.36%
Between batch standard deviation:	From 0.21% to 3.77%
Range:	10 - 350 µM
Linear range:	13 - 351 µM
Validation study performed by:	Ibrahim, Ahmed, Fatma
Approved:	Prof. Saad Hassan
Date:	5/11/2000

OUTLIERS

[1] Q-Value:

$$Q = \frac{[\text{suspect value} - \text{nearest value}]}{[\text{largest value} - \text{smallest value}]}$$

Values of Q-Values > Table Q-value should be rejected.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

Critical values of Q (P = 0.05)

Sample size (n)	Critical value (Q)
4	0.831
5	0.717
6	0.621
7	0.570
8	0.524
9	0.492
10	0.464

gtz Partner for the Future. Worldwide.

[2] D-value:

$$D = \frac{X_n - \overline{X}}{S} \quad \text{or} \quad \frac{\overline{X} - X_n}{S}$$

Values with D-values > Table D values should be rejected.

Critical D values (P = 0.05)

Number of observations (n)	D	Number of observations (n)	D
3	1.15	20	2.56
4	1.46	21	2.58
5	1.67	22	2.60
6	1.82	23	2.62
7	1.94	24	2.64
8	2.03	25	2.66
9	2.11	30	2.75
10	2.18	35	2.82
11	2.23	40	2.87
12	2.29	45	2.92
13	2.33	50	2.96
14	2.37	60	3.03
15	2.41	70	3.09
16	2.44	80	3.14
18	2.50	90	3.18
19	2.53	100	3.21

[3] Dσ-value

Values outside this range should be rejected

$$\text{Max} = \overline{X} + D\sigma$$

$$\text{Min} = \overline{X} - D\sigma$$

(D from the table)

Values outside the max. or min. values obtained by the above relations should be rejected.

Example:

Measurements of total dust were made and the following results were obtained:

10.1	8.1	9.7	9.5	8.4
11.5	10.0	9.8	4.4	7.9

Determine whether the high or low value should be rejected.

Solution:

$$n = 10 \qquad \overline{X} = 8.94 \qquad S(\sigma) = 1.92$$

[1] Q-value:

$$\frac{(7.9 - 4.4)}{(11.5 - 4.4)} = 0.49$$

$$\frac{(11.5 - 10.1)}{(11.5 - 4.4)} = 0.197$$

From the Table Q at n = 10 = 0.469
So, 4.4 should be rejected.
and, 11.5 should retained.

[2] D value:

$$\frac{8.94-4.4}{1.92}=2.36$$

$$\frac{11.5-8.94}{1.92}=1.33$$

From the Table D at n = 10 = 2.18

D for 4.4 > D Critical value and should be rejected.

D for 11.5 < D critical value and should be retained.

[3] Dσ values

D from table for n = 10 = 2.18

σD = 1.92 x 2.180 = 4.19

Max = 8.94 + 4.19 = 13.13

Min = 8.94 – 4.19 = 4.75

- Values outside the range 4.75-13.13 should be rejected.
- The value 4.4 is outside the acceptable limit and should be rejected.