

برنامج المسار الوظيفي للعاملين بقطاع مياه الشرب والصرف الصحي

دليل المتدرب

البرنامج التدريبي لوظيفة كيميائي مياه صرف صحي - الدرجة الثالثة

مراقبة وتوكيد الجودة



المحتويات

٢	١. الجودة (Quality)
٣	٢. مراقبة وضبط الجودة ((QC) quality control)
٣	التقنيات التشغيلية والأنشطة التي تستخدم لتلبية متطلبات الجودة
٣	٣. نظام الجودة بالمعامل
٤	٣. نظام الجودة بالمعامل
٤	متطلبات الجودة في معامل التحاليل طبقاً للأيزو ١٧٠٢٥
٥	٤. انواع مصادر الاخطاء في التحاليل الكيميائية
١٦	٥. ضبط ومراقبة الجودة للتحاليل الكيميائي وجمع العينات Quality Control
٢٠	٦. رسوم الضبط البيانية (Control Charts)
٣٣	٧. تأكيد جودة نتائج التحاليل Quality Assurance
٣٦	الطرق التحليلية Analytical Methods
٣٧	توثيق طرق التحاليل Method validation
٣٧	ماذا يعنى توثيق الطريقة؟
٣٧	طبقاً للأيزو:
٣٨	توثيق الطرق القياسية:

١. الجودة (Quality)**١,١. تعريف الجودة وفقاً للأيزو:**

الجودة هي مجموع السمات والخصائص لمنتج أو لخدمة حيث تلبي قدرتها على ضمان الاحتياجات.

١,٢. في العمل التحليلي:

الجودة هي تقديم معلومات موثوق بها ضمن فترة زمنية متفق عليها بموجب شروط متفق عليها (الدقة والتكرارية)، بالتكاليف المتفق عليها مع الرعاية الملاحقة الضرورية.

١,٣. إدارة الجودة ((Quality Management (QM))

أنشطة داخل وظيفة الإدارة تحدد السياسات والأهداف والمسؤوليات وتنفيذها وهي تشمل:

- نمط القيادة
- أخلاقيات العمل.
- الجوانب الاجتماعية.
- العلاقة مع المجتمع.
- الخ

١,٤. ضمان الجودة ((Quality Assurance (QA))

- جميع الإجراءات المخططة والمنهجية اللازمة لتوفير الثقة التي ترضي متطلبات الجودة لمنتج معين أو لعملية أو لخدمة معينة.
- النظام الذي يحكم ويساعد على ضبط الجودة.

وهي تشمل:

- معايرة (المعدات والمواد).
- التدريب.
- صيانة الآلات.
- التدقيق والمراجعة (التقييم الخارجي).
- استراتيجية أخذ العينات.
- استراتيجية تحليل العينات

٢. مراقبة وضبط الجودة ((quality control (QC)

التقنيات التشغيلية والأنشطة التي تستخدم لتلبية متطلبات الجودة.

هذه التقنيات تنقسم الى ثلاث خطوات للضبط:

- خط الضبط الاول: اداء الاجهزة (Instrument performance)
- خط الضبط الثاني: تستخدم فيه العينات الضابطة (Batch control)
- خط الضبط الثالث: الفحص الخارجي (External check)

٣. نظام الجودة بالمعامل



٣. نظام الجودة بالمعامل**متطلبات الجودة في معامل التحاليل طبقاً للأيزو ١٧٠٢٥****٣,١. متطلبات فنية**

الأفراد، ظروف وبيئة الإقامة، طرق الاختبارات والمعايرة، الأجهزة، تتبع القياسات، أخذ العينات، تداول مواد الاختبار والمعايرة، تأكيد جودة الاختبارات والمعايرة، تسجيل النتائج.

٣,٢. متطلبات إدارية

- التنظيم والإدارة.
- نظام الجودة.
- ضبط المستندات.
- مراجعة الطلبات والمناقصات والتعاقدات.
- التعاقدات الفرعية للاختبارات والمعايرة
- شراء المتطلبات.
- خدمة العملاء و الشكاوي.
- ضبط النتائج غير المتوافقة.

٣,٣. متطلبات الأفراد:

- أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوي الخبرة والدراية الفنية الملائمة للأعمال الموكلة لهم.
- الالتزام بتدريب العاملين.
- أن تحتفظ بسجلات للمؤهلات والتدريب والخبرات المهارية الخاصة بالعاملين.

٣,٤. متطلبات الإقامة والبيئة والأجهزة:

- أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التي لا تؤثر على نوعية النتائج.
- أن يكون لديه الصيانة الجيدة.
- أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات.

- يحتفظ ويسجل الصيانة التي تمت على أجهزة بعناية

٣,٥. متطلبات الطرق وأنواع الاختبارات:

- أن يكون لديه توجيهات موثقة عن طرق استخدام الأجهزة.
- أن يكون لديه طرق موثقة عن أخذ العينات والتحليل.
- أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام في حالة استخدام الكمبيوتر.

٣,٦. متطلبات نظم الجودة والتفتيش والمراجعة:

- أن ينشأ ويحافظ على نظام جودة مناسب لأنواع ومستويات وحجم النشاطات المختلفة.
- أن يقوم بإعداد كتيبات جودة وما يتعلق بها من وثائق جودة تحتوي على:
 - سياسة الجودة.
 - التسلسل الإداري وتوصيف الوظائف والمهام.
 - طرق العمل التي يؤديها بما في ذلك نشاطات الصيانة.
 - طرق ونشاطات ضبط الجودة الداخلي.
 - طرق التفتيش والمراجعة لنظام الجودة.
 - طرق تناول الشكاوي وحماية السرية.

٤. انواع مصادر الازطاء في التحاليل الكيميائية

عند تواجد الازطاء يجب الاجابة على خمس اسئلة (Five Ws)

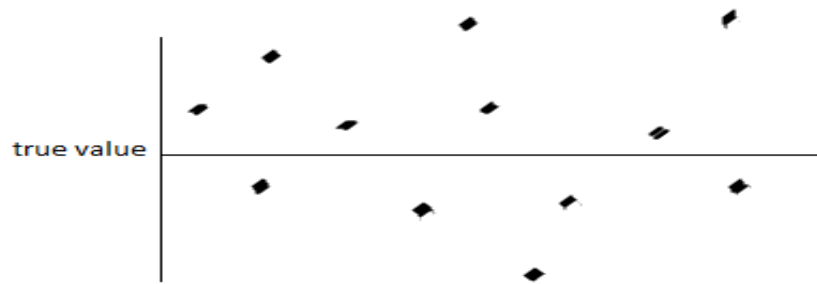
- ما هو الخطأ؟ What error was made?
- اين حدث؟ Where was it made?
- متى حدث؟ When was it made?
- من تسبب فيه؟ Who made it?
- لماذا حدث؟ Why was it made?

٢, ٤. أنواع الأخطاء Types of Errors

الخطأ العشوائي (Random Error)

يعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل:

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة إلى أخرى.
- تذبذب درجات الحرارة كاختلاف وقت ومكان التسخين.
- تذبذب ظروف تشغيل الأجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربائي وطول الموجة المستخدمة في القياس.
- التفاوت من تشغيله إلى أخرى.

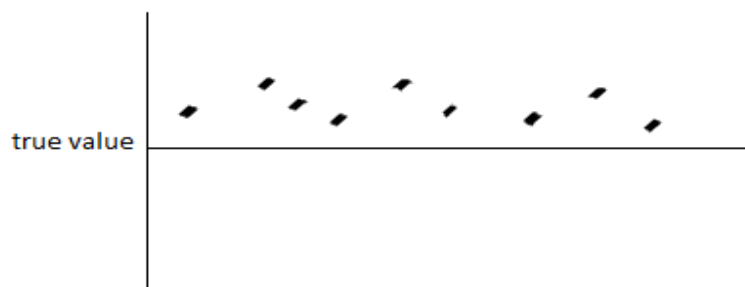


الخطأ المنتظم (Systematic Error)

وهذا الخطأ يأخذ مساراً محدداً وتكون كل القيم المقاسة إما أصغر أو أكبر من القيمة الحقيقية وقد يكون هذا الفرق كبيراً أو صغيراً.

يعزى هذا الخطأ الى:

- عدم ثبات العينة من وقت جمعها إلى وقت تحليلها.
- عدم القدرة على تحليل كل الأشكال الموجود عليها العامل المراد تحليله.
- التداخلات.
- انحراف قيم المعايرة زيادة أو نقصاناً.
- قيمة تجارب الغفل (Blank).



الخطأ الفادح (Gross Error)

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

يعزى هذا الخطأ إلى:

- أخطاء عند ترقيم العينات.
- تحليل العينة الخاطئة.
- استخدام طريقة غير مناسبة.
- القراءة الخاطئة لمقياس أو أرقام الأجهزة.
- استخدام وحدات للتعبير عن التركيز خاطئة.
- النقل الخاطئ للنتائج من كراسة النتائج الأصلية.
- نقل أرقام من مواقعها.
- إجراء الحسابات بطريقة خاطئة.

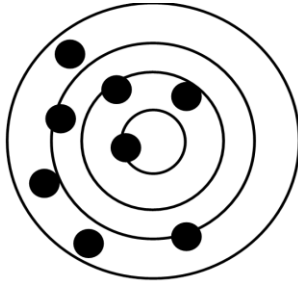
خطأ التقريب (Rounding Error)

عند تقريب قراءات أو أرقام في المراحل الأولية للحسابات تنشأ أخطاء حيث أنه في بعض الأحوال تضرب القيم في معاملات قد تزيد أو تقل كثيراً عن القيمة إذا بقيت دون تقريب. لذا وجب عدم تقريب الأرقام حتى المرحلة الأخيرة من الحسابات.

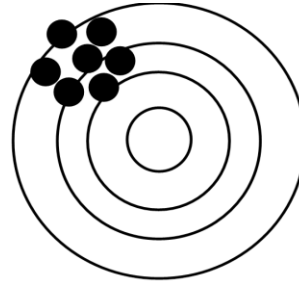
ويجب مراعاة الآتي:

١. زيادة الخطأ العشوائي يؤدي إلى انخفاض دقة التكرارية.
٢. زيادة الخطأ المنتظم يؤدي إلى انخفاض الحقيقة.
٣. انخفاض الخطأ العشوائي يؤدي إلى ارتفاع دقة التكرارية.
٤. انخفاض الخطأ المنتظم يؤدي إلى ارتفاع الحقيقة.

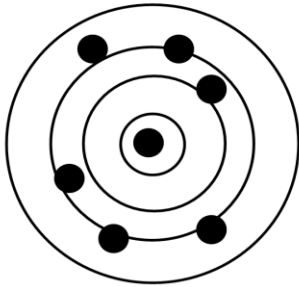
مثال:



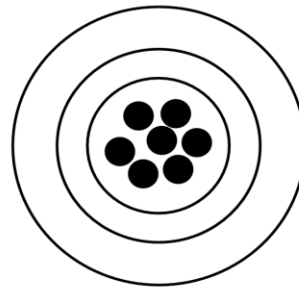
Low accuracy, low precision



Low accuracy, high precision



High accuracy, low precision



High accuracy, high precision

الحالة	الخطأ العشوائي	الخطأ المنتظم
التكرارية منخفضة والحقيقة منخفضة	كبير	كبير
التكرارية مرتفعة والحقيقة منخفضة	صغير	كبير
التكرارية منخفضة والحقيقة عالية	كبير	صغير
التكرارية مرتفعة والحقيقة مرتفعة	صغير	صغير

فيتضح لنا أن أفضل نتيجة يمكن الحصول عليها من الدقة والتكرارية هي أن يكون الخطأ العشوائي والخطأ المنتظم منخفض.

٣,٤. مصادر الأخطاء في التحاليل الكيميائية

أخطاء عند أخذ العينات:

- تلوث العينة من الوعاء أو الأنابيب.
- استخدام وعاء غير مناسب.
- استخدام عينة غير ممثلة من منطقة غير مناسبة - عدم المزج - الوقت غير ملائم
- عدم غلق إناء العينة.
- تلوث العينة من مصادر خارجية كالأبخرة العضوية في الهواء والأتربة من جو العمل.
- التخزين عند درجة حرارة غير مناسبة مما يؤدي إلى تكسير بعض المركبات العضوية.
- تحلل بعض المركبات الحساسة للضوء (PAH).
- عدم الأخذ في الاعتبار ثبات العينات (فيزيائياً - كيميائياً - بيولوجياً).
- عدم استخدام مواد حافظة مناسبة.
- التخزين الطويل للعينة قبل التحليل.
- استخدام إناء غير مناسب (نظافة - نوع - سدادات مطاطية)

أخطاء من التعرف على العينات:

- استبدال عينة بأخرى.
- وقت غير سليم أو غياب المعلومات.

أخطاء من تحضير العينات:

- قيم التجارب الغفل (أدوات طحن العينات).
- عدم التجانس.
- الفقد بالتبخّر لمواد متطايرة.
- ظروف هضم العينات وعدم تكراريتها بنفس الظروف كاختلاف وقت وحرارة الهضم

أخطاء من الكواشف المستخدمة:

- استخدام كواشف غير نقية.
- استخدام مذيبات غير نقية.
- سوء تخزين الكواشف.
- استخدام كواشف انتهت صلاحيتها.
- استخدام حجوم غير صحيحة من المذيبات.
- عدم ذوبانية الكواشف كاملة.
- تبخر الكواشف.

أخطاء من المواد المرجعية والقياسية المستخدمة:

- مواد مرجعية غير نقية.
- أخطاء من تداخل مواد غريبة في المواد المرجعية.
- اختلاف فيزيائي بين العينة والمادة المرجعية (مثل اللزوجة).
- استخدام قيم مرجعية خاطئة.
- تغيير المادة المرجعية نتيجة تخزين غير مناسب - تبخر - ادمصاص.
- استخدام مواد مرجعية انتهت فترة صلاحيتها.
- أخطاء في تحضير المواد المرجعية.

أخطاء من طريقة القياس المستخدمة:

- الحيود عن الطريقة وعدم إتباع الطريقة تماماً.
- أخطاء عند التحضير أو الخلط أو الإضافة.
- استخدام عمليات تحليلية خاطئة.
- عدم الالتزام بالمدى الذي يصلح.
- إهمال المدى الخطي للتجربة.
- إهمال حد التمييز.
- إهمال قيم تجارب الغفل (Blank).

- عدم ملاحظة وقت التفاعل بدقة.
- عدم ضبط درجة الحرارة بدقة.
- إهمال تراكب الخطوط وتداخلها في قياس طيف الانبعاث.

أخطاء من المعايرة:

- أخطاء في قياس الحجم.
- أخطاء في تحضير المحاليل القياسية.
- أخطاء في الحسابات.

أخطاء من الوزن

- عدم ضبط صفر الميزان.
- عدم معايرة الميزان.

أخطاء من استخدام الأجهزة:

- عدم نظافة الأجهزة المستخدمة وتلوثها.
- عدم تجفيف الأجهزة.
- استخدام أجهزة غير مناسبة وإهمال ضبطها.
- عدم مراجعة نوعية النتائج.
- إهمال صيانة الأجهزة.
- تأثير الحرارة والكهرباء والمجال المغناطيسي على الأجهزة.

أخطاء من استخدام الماصات الزجاجية:

- استبدال الماصات (ذات حجوم متفاوتة).
- استخدام الماصة غير المناسبة.
- استخدام الماصات مبللة.
- استخدام ماصات غير معايرة أو يصعب معايرتها.
- عدم الأخذ في الاعتبار وقت التفريغ وعدم الاستخدام في وضع رأسي.
- عدم ملاحظة علامات البدء والنهائية بدقة ووجود فقاعات هواء.
- عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحلول.
- عدم التنبه والدقة في الاستخدام.

أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية:

- استبدال الماصات ذات حجوم مختلفة.
- أخطاء في الحجم.
- عدم أحكام الطرف المتحرك.
- استخدام ماصة أطرافها تسرب المحاليل.
- التصاق المحاليل على السطح الخارجي.
- تفريغ الماصة بسرعة زائدة.
- سحب فقاعات هواء.

أخطاء من أوعية تفريغ الجرعات:

- انسداد إبرة سحب وتفريغ العينات.
- استخدام أجهزة غير معايرة.
- وجود أنابيب أو صمامات يتسرب منها المحاليل.
- انسداد الأنابيب أو الصمامات.
- عدم ضبط الحجم المحقونة.
- أخطاء من عدم دقة سرعة المضخات الناقلة للمحاليل.

أخطاء من الخلية المستخدمة في القياس:

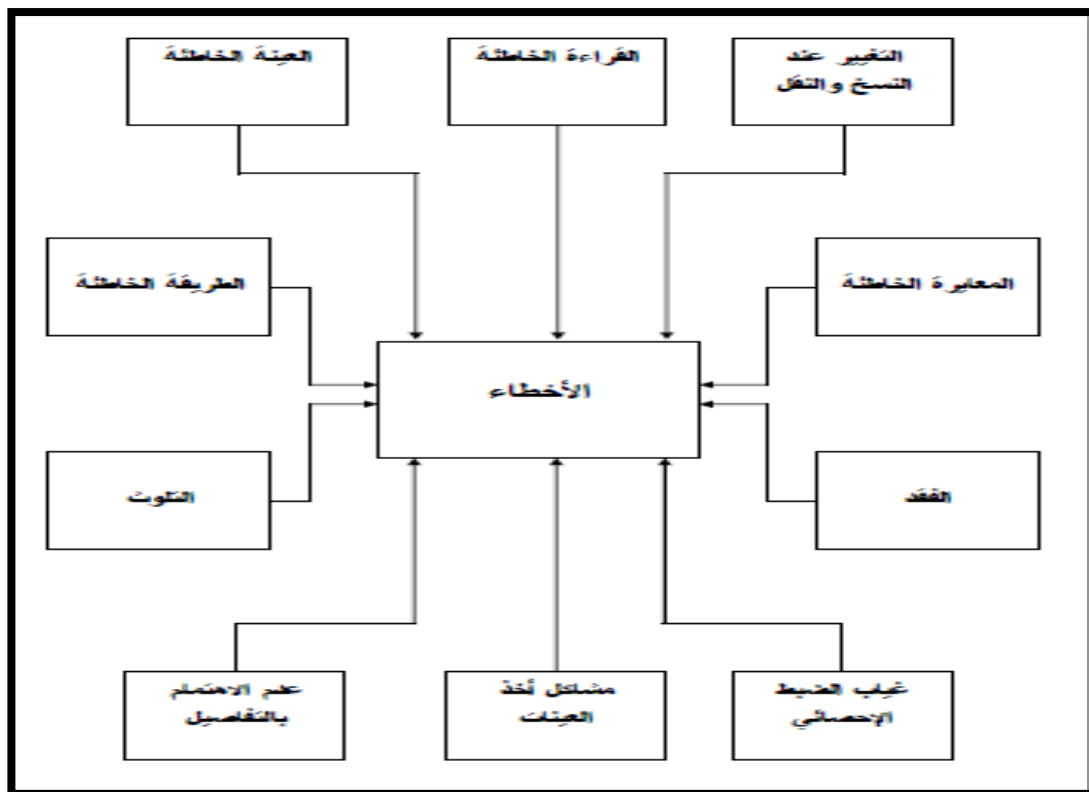
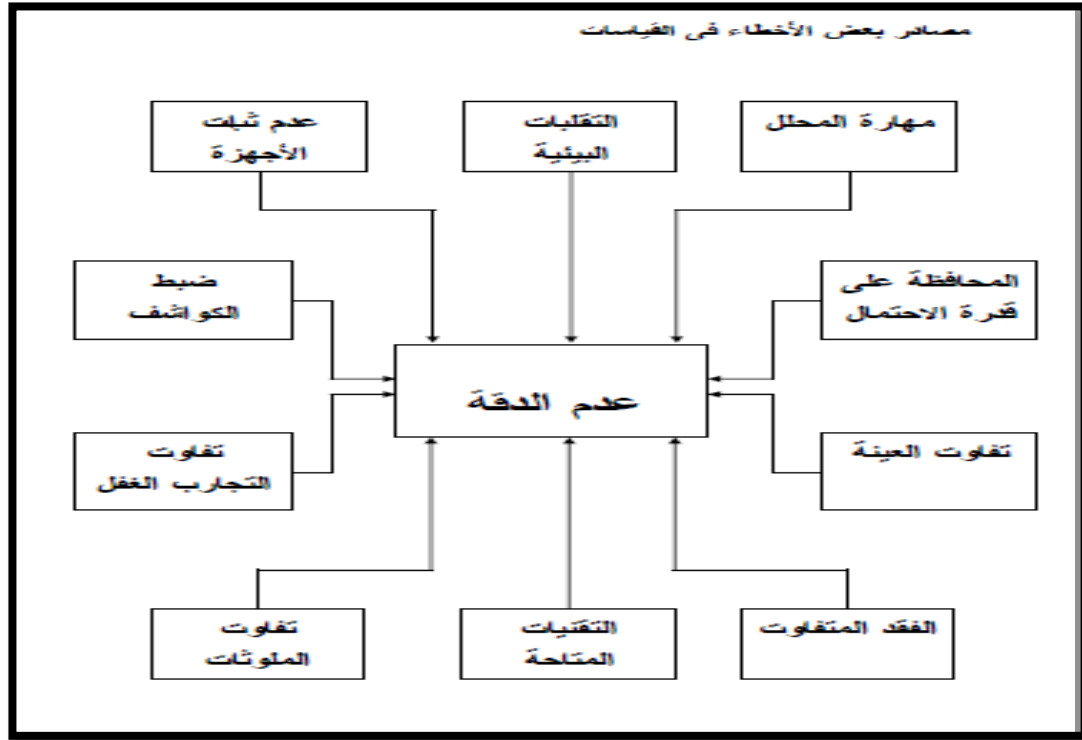
- عيوب بالخلية كاختلاف الشفافية أو استخدام خلايا مختلفة.
- استخدام خلايا غير مناسبة كنوع الزجاج أو الحجم.
- وضع الخلية بطريقة غير صحيحة.
- عدم ملء الخلية بحجم كاف.
- استخدام خلايا مبللة من الخارج.
- استخدام خلايا ذات سطوح مخدوشة أو خشنة.
- وجود فقاعات هواء داخل المحاليل المقاسة.
- استخدام خلايا غير نظيفة.

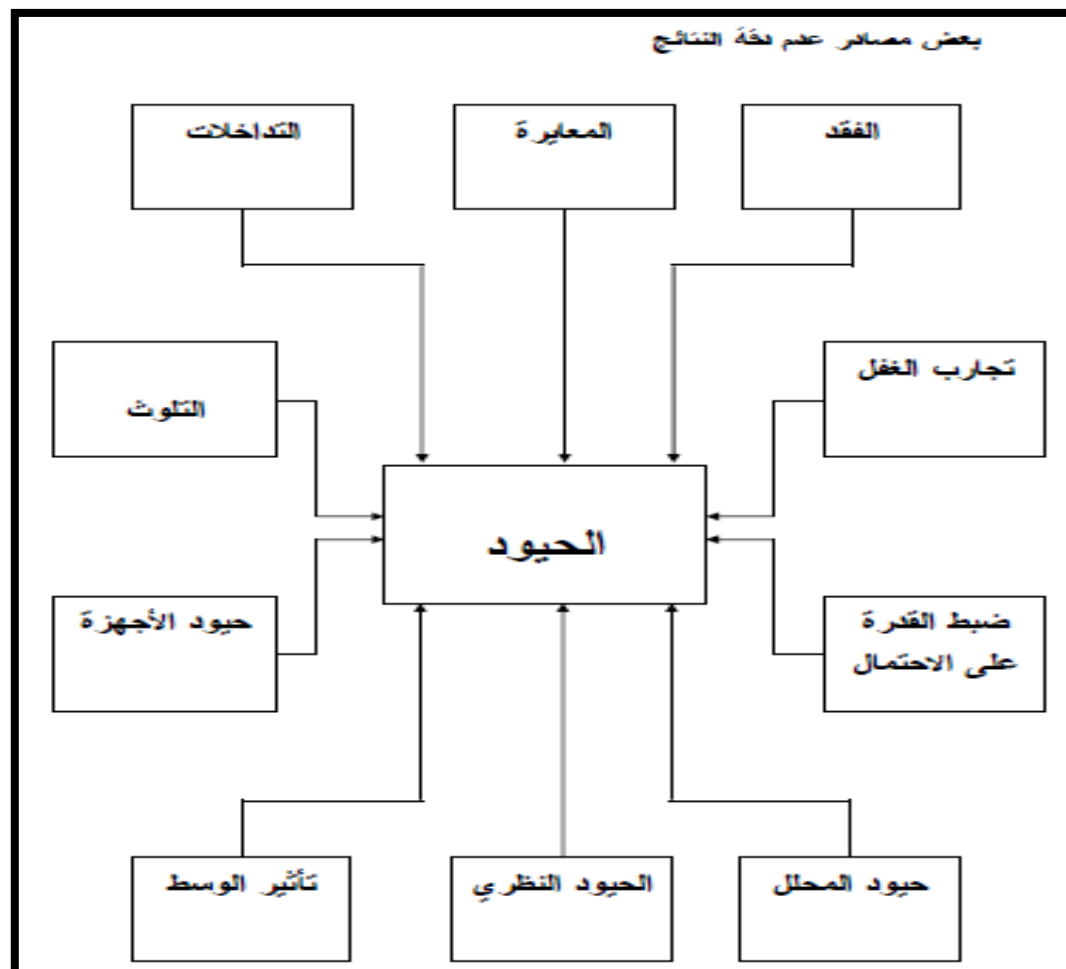
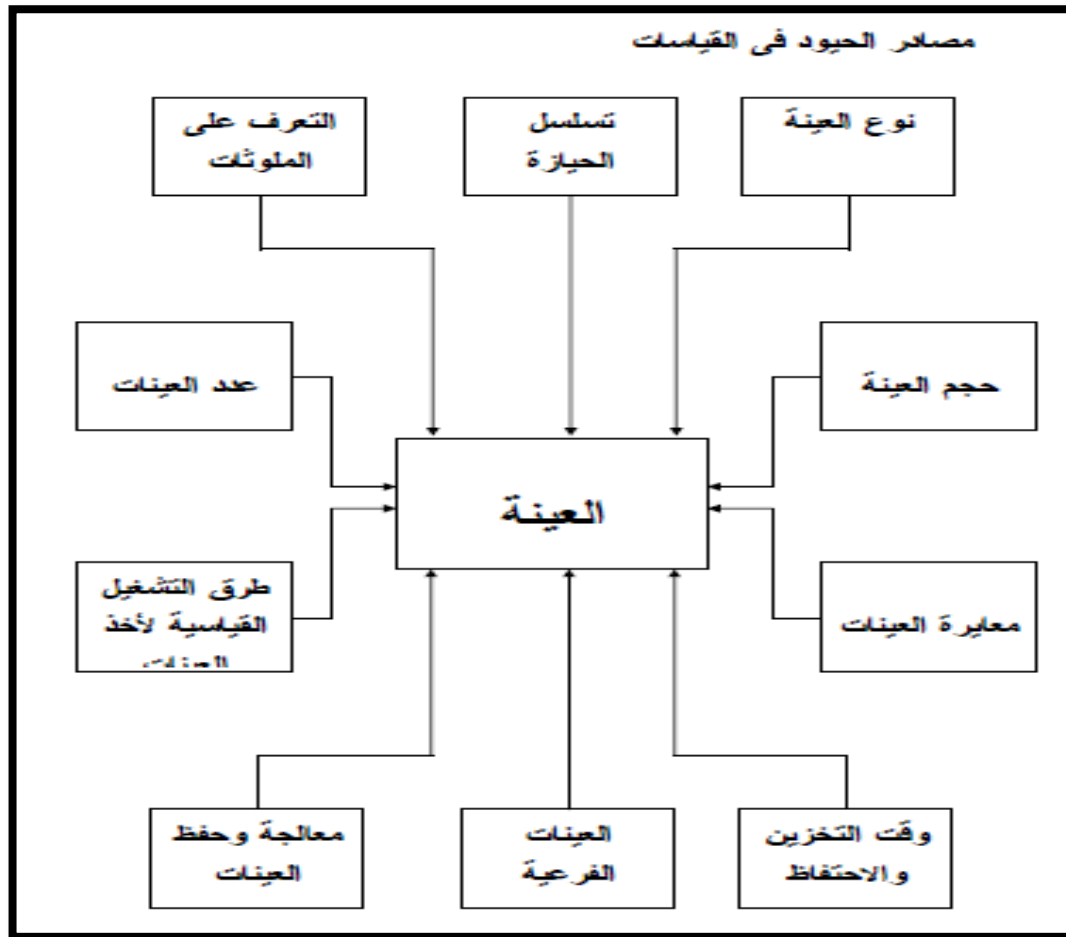
أخطاء جهاز الاسبكتروفوتوميتر:

- أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس.
- عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة.
- عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخرة عليها.
- عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآليه إعطاء ضوء وحيد الطول الموجي.
- عدم ضبط الجهاز.
- إهمال ايه حيود.
- عدم ضبط نقطة الصفر.
- دخول ضوء في غرفة العينة.
- عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء.
- استخدام مرشح خطأ.
- استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط.
- مدى غير ملائم للقياس.
- مسجل يعطى ذبذبات عالية.
- قراءات غير ثابتة لتذبذب التيار.

أخطاء من تسجيل الاستجابة:

- استخدام مدى غير مناسب.
- أخطاء في القراءة.
- استبدال النتائج.
- أخطاء في التسجيل





٥. ضبط ومراقبة الجودة للتحاليل الكيميائي وجمع العينات Quality Control**٥,١. المراقبة الداخلية للجودة (IQC) Internal quality control**

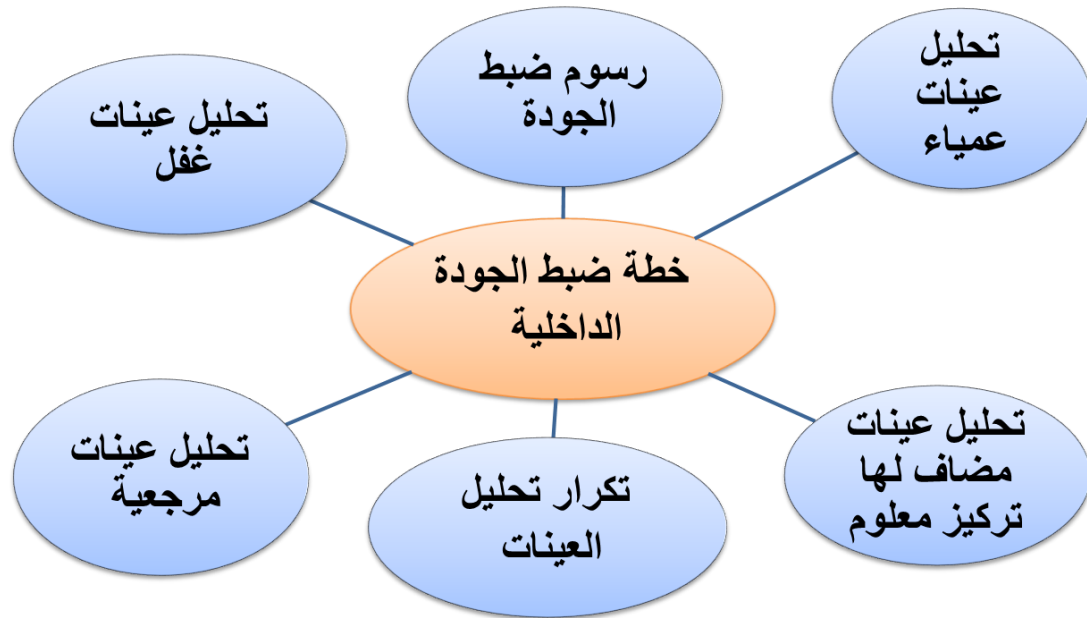
- رسومات ضبط الجودة البيانية (Control Charting).
- تحديد العينات الغفل (blank determination).
- تحديد العينات المضاف لها تركيز معلوم (spiked sample).
- تكرار تحليل العينات (Repeated Determination).
- العينات العمياء (blind samples)
- المواد المرجعية (Reference samples)

٥,٢. المراقبة الخارجية للجودة (IQC) External quality control

- فحص التحاليل بواسطة معمل اخر.
- برنامج تبادل العينات والبيانات بين المعامل (interlaboratory check)
- دراسات لأداء طرق التحاليل.
- دراسات لأداء المعمل.
- اختبارات الكفاءة (proficiency tests).
- دراسة للمواد وصلاحياتها والشهادات

٥,٣. خطة ضبط الجودة الداخلية بالمعمل:

- منحنيات ضبط الجودة من أهم الوسائل لمراقبة نوعية القياس واثبات أن الطريقة منضبطة إحصائيا وكذلك في إعادة عملية القياس ولتشخيص مشاكل القياس وهي تستخدم لإظهار الانحراف (أو غيابة) والدقة وحدود التمييز وهي منحنيات (X) و (r') و (D) و (R).
- استخدام حصيلة تجربة الإضافة (Spiked).
- استخدام عينات ضبط الجودة وهي محلول من المادة المراد تحليلها مع معلومة التركيز وتستخدم مع عينة غفل حقلية أو وسط العينة المراد تحليلها.
- كاشف مختبر غفل (Blank) وهي تعامل بنفس الطريقة التي تعامل بها العينات.
- استخدام عينتين مختبريتين وهما جزئيين في نفس العينة وتحللان منفردتين بنفس الطريقة.



العينات الضابطة الجودة

جدول (١)

نوع العينة	الاستفادة منها
النوع الأول (I) عينه تخليقيه أو مرجعية معلومة التركيز Synthetic or Reference sample (Known concentration)	• ويستفاد منها في تحديد المدى والحيود القياسي والدقة والمتوسط • عند استخدامها لتحديد المدى (R) فإنها تدل على مدى الخطأ العشوائي • عند استخدامها لتحديد المتوسط (X) فإنها تدل على مدى الخطأ المنتظم • تستخدم في إعداد رسم ضبط المتوسط (X - Chart) ورسم ضبط المدى (R- Chart)
النوع الثاني (II) عينة طبيعية غير معلومة ومتغيرة التركيز Natural Sample (Unknown concentration)	• ويستفاد منها في إعداد رسوم ضبط المدى النسبي (r - Chart)
النوع الثالث (III) عينات طبيعية يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل تقاس قبل وبعد إضافة تركيز معلوم من مادة قياسية لنفس العنصر المراد قياسه (Spike Sample)	• يستخدم في رسم الضبط للاسترجاع الضبطي (D - Chart)
النوع الرابع (IV) عينات غفل تستخدم عندما يكون العنصر المراد قياسه غير ثابت ويتغير تركيزه مع الوقت Blank Sample	• ويستفاد من هذه العينات في تحديد مدى التميز (Limit of detection) وتستخدم هذه العينات في إعداد رسم ضبط المدى (R- Chart) للتجارب الغفل
النوع الخامس (V) عينات طبيعية غير ثابتة كيميائياً وغير معلومة التركيز اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل	• ويستفاد منها في إعداد رسوم ضبط المدى النسبي (r - Chart)

المواد الكيميائية المستخدمة كعناصر الضبط :

نوع القياس	العنصر المقاس	المادة القياسية المستخدمة
النوعية العامة للمياه	الرقم الايدروجيني التوصيل الكهربى العكارة الجسيمات الصلبة العالقة الأكسجين المذاب	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ KCl فورمازين Formazine كاولين Kaolin هواء مضغوط
الملوثات غير العضوية	كل	مواد قياسية
الأملاح المذابة	كالمسيوم ماغنسيوم صوديوم بوتاسيوم كلوريد فلوريد كبريتات القلوية	$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ NaCl KCl NaCl NaF Na_2SO_4 Na_2CO_3
المغذيات	أمونيا نترات نيتريت نيتروجين كداهل ونيتروجين كلي فوسفور سليكات	NH_4Cl KNO_3 NaNO_2 Glycine β -Glycerophosphate disodium $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
مواد عضوية غير محددة	مركبات عضوية غير متطايرة الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين الحيوي الممتص (BOD)	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية جلوكوز / حمض جلوتاميك
ملوثات عضوية	كل	مواد قياسية

٦. رسوم الضبط البيانية (Control Charts)

What Is a Control Chart?

A statistical tool used to distinguish between process variation resulting from common causes and variation resulting from special causes.

Why Use Control Charts?

- Monitor process variation over time
- Differentiate between special cause and common cause variation
- Assess effectiveness of changes
- Communicate process performance
- عبارة عن تمثيل بياني للنتائج حيث يتم تمثيل القيم الضابطة ورقم التشغيل على المحورين (X,Y) حيث تحتوى رسومات الضبط البيانية على خط مركزي وعلى حد تحذيري أعلى وعلى حد تحذيري أسفل وكذلك على حد ضابط أعلى وعلى حد ضابط أسفل.
- في هذا الرسم البياني يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وعلى قيم تحذيرية وعلى قيم ضابطة ويعرف الخط المركزي على أنه أفضل تقييم.
- يتم الحصول على هذه الرسومات البيانية باستخدام مواد مرجعية أو قياسية وإجراء تحاليل منتظمة لها واستخدام الأشكال الناتجة في متابعة جودة النتائج.
- **القيم الضابطة (Control value):** هي قيم لتركيزات من مواد مرجعية توقع على رسومات الضبط البيانية.
- **قيم الاستجابة (Response value):** هي قيم عملية تنتج من القياس وقد تكون قيم امتصاص أو انبعاث أو جهد ناتجة من الاستجابة للمادة المرجعية.
- **خط الضبط (Control Line):** هي قيم للعينات الضابطة.
- **الحد التحذيري (Warning Limit)** هذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً حيث يكون 95 % من القيم الضابطة داخله وهذه القيم تكون $\pm$ ضعف الحيدود القياسي.
- **الحد الضابط (Limit Control)** هذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً حيث يكون 99.7 % من القيم الضابطة داخله وهذه القيم تكون $\pm$ ثلاثة أضعاف الحيدود القياسي.

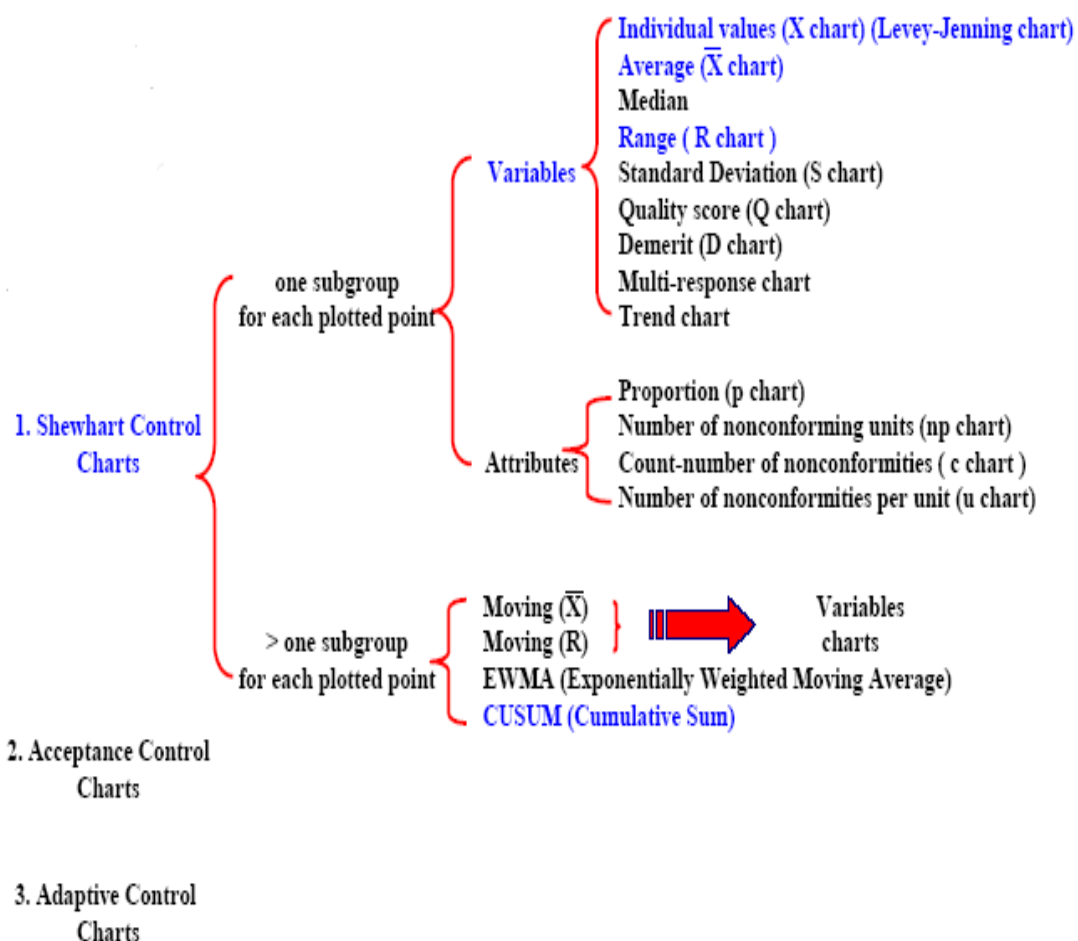
لماذا نستخدم رسومات الضبط البيانية؟

- متابعة ورصد التغير في الطريقة مع مرور الوقت.
- التفرقة بين الخطأ العشوائي والخطأ المنتظم.
- تقييم تأثيرات التغير في الطريقة.

استخدامات أخرى:

- قياس اللايقين uncertainty
- المقارنة بين طريقة وأخرى.
- تحديد حد التميز.
- المقارنة بين الأشخاص.
- تقييم اختيارات الكفاءة.

انواع رسوم الضبط البيانية:



Attribute Data:

This category of Control Chart displays data that result from counting the number of occurrences or items in a single category of similar items or occurrences. These “count” data may be expressed as pass/fail, Yes/No, or presence/absence of a defect.

Variables Data:

This category of Control Chart displays values resulting from the measurement of a continuous variable. Examples of variables data are elapsed time, temperature, and radiation dose.

To make control chart we can use:

Individual measurement

- Characteristic determined
- Characteristic not determined

Repeated measurement

- Characteristic determined
- Characteristic not determined

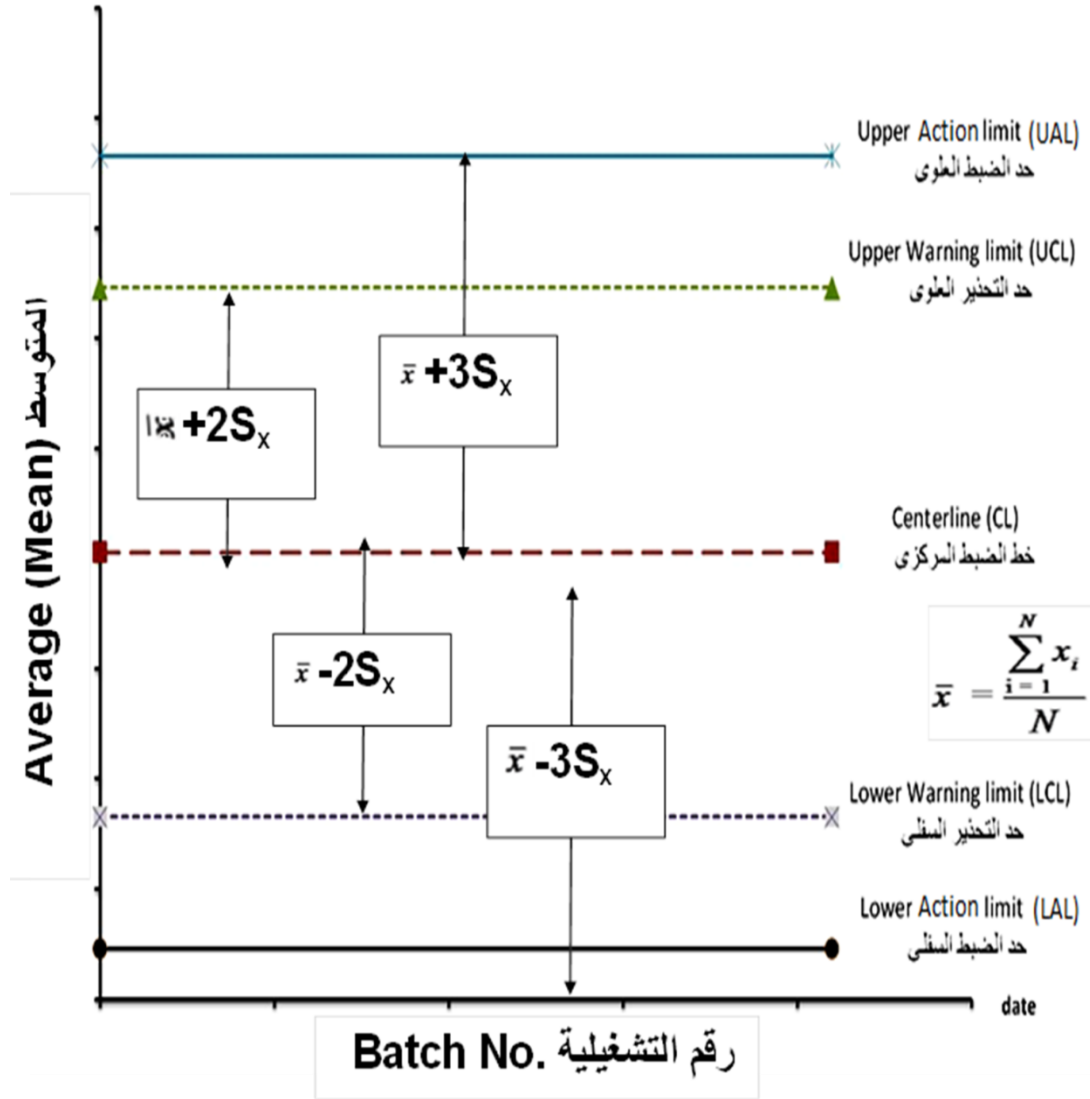
سنستعرض أنواع من رسوم الضبط البيانية وهي:

TYPE	الوصف	العينة المستخدمة
X-Chart	رسم الضبط للمتوسط	(I),(IV)
R-Chart	رسم الضبط للمدى	(I),(IV)
D-Chart	رسم الضبط للاسترجاع	(III)
r-Chart	رسم الضبط للمدى النسبي	(II),(V)

٦,١. الرسم الضبطي للمتوسط X-Chart

رسم بياني يمثل قيم المتوسطات الحسابية لعينات مرجعية (قياسية) ورقم أو زمن القياس (التشغيلية) ومن هذا الرسم يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وقيم تحذيرية وقيم ضابطة.

مكونات رسم الضبط للمتوسط تتضح في الرسم التالي:



كيفية انشاء رسم الضبط للمتوسط:

- يتم استخدام عينة مرجعية معلومة التركيز أو تحضير عينة قياسية للعنصر المراد عمل رسم الضبط باستخدامه.
- يتم قياس تلك العينة يومياً وبشكل متكرر لمدة ٢٠ يوماً وتسجل النتائج لمتابعة التغير في الطريقة مع مرور الزمن.
- يتم حساب بعض خصائص الأداء مع عمل الرسوم البيانية وذلك لمتابعة التغير فيها:
 - مقدار الدقة (Accuracy)
 - ويعرف مقدار الدقة بمدى نسبة قيم تركيزات العنصر المراد قياسه إلى القيمة الحقيقية للعنصر.

- يعبر عنه بقيمة الاسترداد الأدنى (Minimum Recovery) والأقصى (Maximum Recovery).

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

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

- المصدقية (Trueness): نسبة متوسط عدد كبير من القياسات إلى القيمة الحقيقية.

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

استخدام وتفسير رسوم الضبط البيانية:

١. استخدام يومي NORDTEST Interpretation

- يتم إما عن طريق المحلل نفسه أو عن طريق عضو الهيئة المكلف بالتحقيق من صحة النتائج.
- ويتم ذلك بتحليل عينة من نفس العينة القياسية أو المرجعية
- (LCS = Laboratory Control Sample) التي تم بها عمل الرسم البياني للضبط وإسقاط المتوسط على الرسم البياني.

تفسير النتائج: Interpretation of Control Charts

- النتيجة التي تسجل ما بين خط الإنذار وخط التحكم يتم قبولها ولكنها يجب أن تكون مدعاة للاهتمام، ولا يتحتم إعادة تحليل العينة ولكن على المحلل الكيميائي أن يهتم أكثر بإجراء التحاليل.
- النتيجة التي تسجل فوق خط التحكم هي نتيجة "خارج نطاق التحكم"، وفي هذه الحالة يتم إيقاف التحليل حتى تحدد المشكلة ويتم حلها. وبعد ذلك يجب زيادة التركيز على إجراءات جودة التحاليل. ثم يجب التعرف على المشكلة وحلها واتخاذ اللازم لتصحيحها وكتابة ذلك بدقة في السجلات. وفي حالة إعادة تحليل العينة يتم تسجيل النتيجة التي كانت فوق خط التحكم والنتيجة الجديدة.

- ومن المفضل أن يتم تحليل نسبة ١٠% من الاختبارات ونسبة ٥% من اختبارات الموقع (مثل جمع العينات، الأس الهيدروجيني pH) كعينات دقة. مما يعنى تحليل عينة متطابقة على الأقل (Duplicate) كل ١٠ عينات بالمعمل. ولكل اختبار خارج المعمل يتم تحليل عينة متطابقة كل ٢٠ عينة.

ويجب مراعاة ما يلي:

- في حالة استخدام وحدة القياس جزء في المليون ppm أو ملليجرام/لتر، يجب أن تقل نسبة الانحراف عن ١٠%.
- في حالة استخدام وحدة القياس جزء في البليون ppb أو ميكروجرام/لتر، يجب أن تقل نسبة الانحراف عن ٢٠%.
- في حالة ملاحظة خمس نتائج خارج نطاق التحذير لا يتم تسجيل القراءة الخامسة فقط.
- لا يتم تسجيل أي قراءة خارج نطاق التحكم.
- يتم إيقاف التحاليل لتحديد سبب خروج النتيجة عن النطاق.
- بعد تحديد السبب تستكمل التحاليل ويتم إعادة تحليل العينة في حالة إمكانية ذلك (في حالة عدم انتهاء صلاحيتها).
- في حالة عدم تحديد سبب المشكلة: يتم إيقاف التحاليل وتطلب مساعدة خارجية لتحديد وحل هذه المشكلة.
- لا يتم مواصلة التحاليل إلا بعد تحديد المشكلة والتعرف عليها وحلها.

٢. استخدام على فترات زمنية: Long-Term Evaluation

- ويتم بواسطة مدير الجودة وذلك للكشف عن التوزيع العشوائي ومقدار الخطأ العشوائي في النتائج. كذلك واكتشاف عما إذا كان هناك ميل أو تغير في اتجاه النتائج كما يتم اختيار خواص الأداء مثل حد القياس ومقياس الضبط ومقدار الدقة والحيود. وكذلك لابد من التأكد إن كان هناك أي تغير أو حيود في خواص الأداء.
- يتم مراجعة حدود نطاق التحكم والإنذار إذا كانت هذه الحدود ضيقة يتم تكوين حدود جديدة باستخدام نتائج تحاليل جديدة.

- حدود التحكم يجب تجديدها على الأقل كل ٣ شهور.
- يتم وضع حدود التحكم الجديدة باستخدام كل النتائج التي تم الحصول عليها خلال الثلاث شهور الأخيرة وتحديد خط المتوسط، خط إنذار، خط تحكم جدد بناء على هذه النتائج.

٦,٢. تقييم ضبط الجودة لرسم المتوسط الحسابي (X-Chart)

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هي الحالات الآتية Warning rules

- قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط.
- سبعة قيم متتابعة على جانب واحد من الخط المحوري.
- سبعة قيم متتابعة ومتزايدة.
- سبعة قيم متتابعة ومتناقصة.
- قيمتين من ثلاثة قيم متتابعة تقع خارج حدود التحذير.
- عشرة قيم من إحدى عشر قيمة متتابعة عن جانب واحد من الخط المحوري.

مثال: عند إجراء ضبط الجودة للعسر الكلى اجريت القياسات الآتية على عينة قياسية (Synthetic sample) تحتوى على 115 ppm كربونات الكالسيوم وتسمى هذه العينة (In House Material)

Batch NO (Date), (Number)	X ₁	X ₂	$\bar{X} (X_1+X_2)/2$	$\bar{\bar{X}} - \bar{X}$	$(\bar{\bar{X}} - \bar{X})^2$
1-Jan-09	116	116	116	1.625	2.640625
2-Jan-09	116	117	116.5	2.125	4.515625
3-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
4-Jan-09	112	112	112	-2.375	5.640625
5-Jan-09	114	115	114.5	0.125	0.015625
6-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
7-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
8-Jan-09	116	115	115.5	1.125	1.265625
9-Jan-09	113	113	113	-1.375	1.890625
10-Jan-09	116	115	115.5	1.125	1.265625
11-Jan-09	113	113	113	-1.375	1.890625
12-Jan-09	116	116	116	1.625	2.640625
13-Jan-09	116	117	116.5	2.125	4.515625
14-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
15-Jan-09	112	112	112	-2.375	5.640625
16-Jan-09	114	115	114.5	0.125	0.015625
17-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
18-Jan-09	114	114	114	-0.375	0.140625
19-Jan-09	116	115	115.5	1.125	1.265625
20-Jan-09	113	113	113	-1.375	1.890625

يتم حساب الانحراف المعياري من البيانات المدونة في الجدول وبعدها يتم رسم الضبط للمتوسط بين

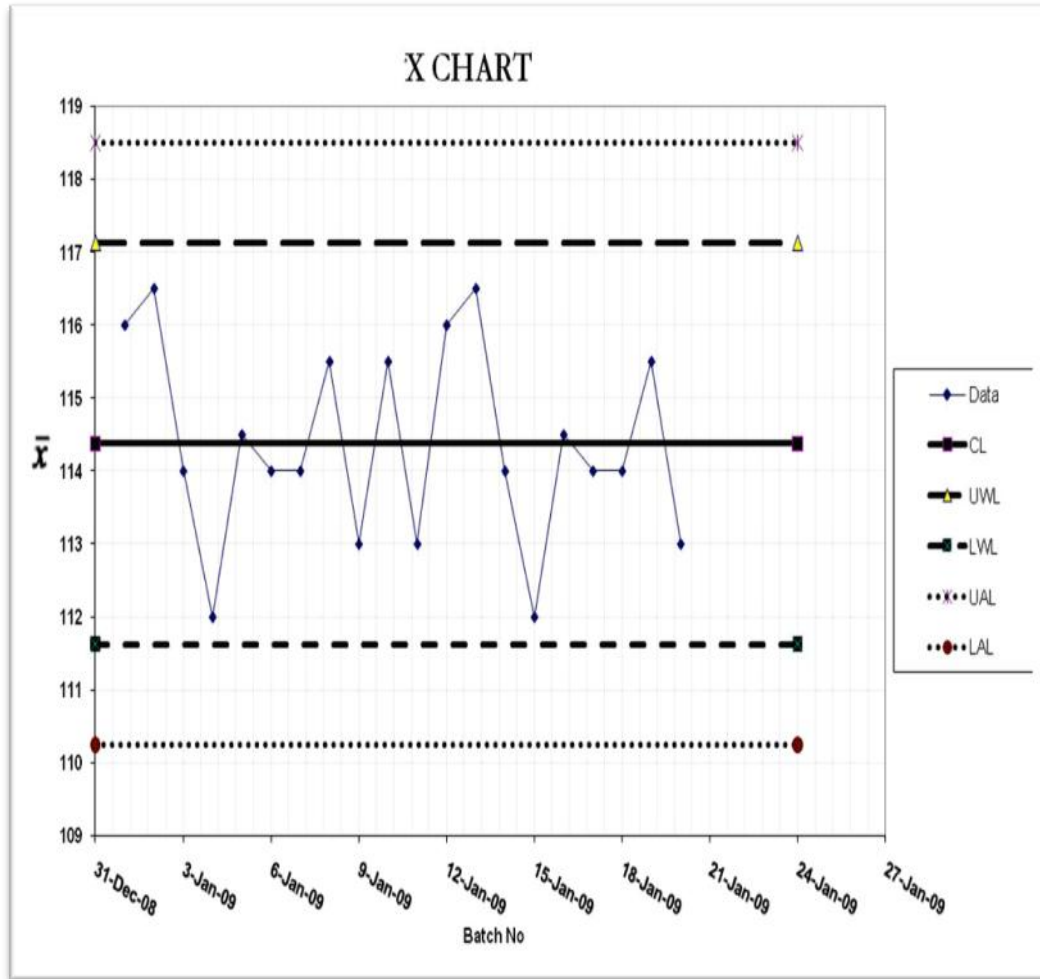
Batch No & $\bar{\bar{X}}$

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum_{i=1}^N \bar{X}}{N} = 114.375 \text{ ppm}$$

$$\sum_{i=1}^N (\bar{X} - \bar{\bar{X}})^2 = 35.9375 \text{ ppm}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\bar{X} - \bar{\bar{X}})^2}{N-1}} = \frac{35.9375}{19} = 1.375299 \text{ ppm}$$

- Centerline (CL) = Mean = Average = $\bar{\bar{X}} = 114.375 \text{ ppm}$
- Upper Warning limit (UWL) = $\bar{\bar{X}} + 2S_x = 117.1256 \text{ ppm}$
- Lower Warning limit (LWL) = $\bar{\bar{X}} - 2S_x = 111.6244 \text{ ppm}$
- Upper Action limit (UAL) = $\bar{\bar{X}} + 3S_x = 118.5009 \text{ ppm}$
- Lower Action limit (LAL) = $\bar{\bar{X}} - 3S_x = 110.2491 \text{ ppm}$



تفسير الرسم البياني:

- لا توجد قياسات خارج حدود التحذير ونلاحظ تواجد الخطأ العشوائي.
- بحساب مقدار الدقة والمصدقية لهذا المثال:

$$\bigcirc \text{ قيمة الاسترجاع الأدنى} = 100 \times (115112 / 115112) = 97,3\%$$

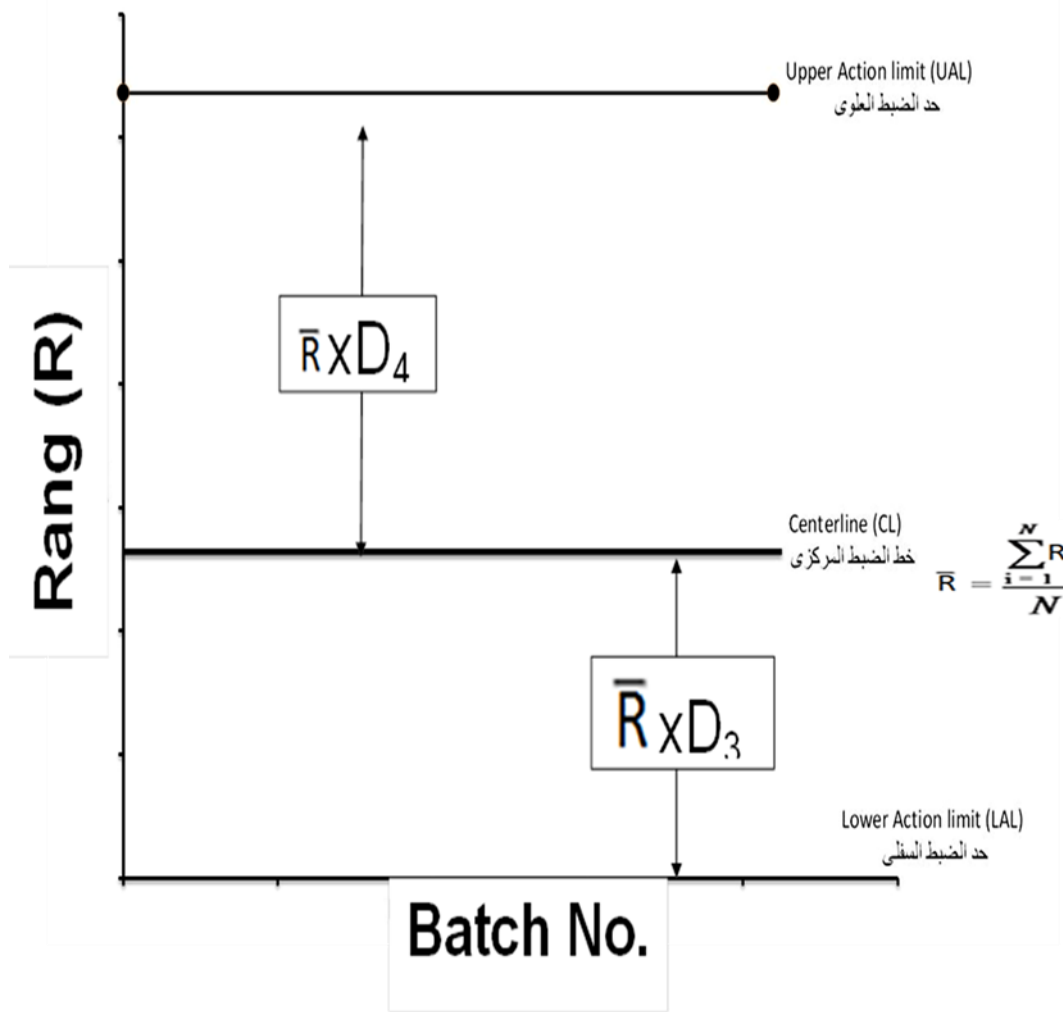
$$\bigcirc \text{ قيمة الاسترجاع القصوى} = 100 \times (115116,5 / 115116,5) = 101,3\%$$

$$\blacksquare \text{ مقدار الدقة (الاسترجاع)} = 101,3 - 97,3 = 4\%$$

$$\blacksquare \text{ المصدقية (الصحة)} = 100 \times (110 / 114,37) = 96,1\%$$

الرسم الضبطي للمدى R-Chart

رسم بياني يمثل الفرق بين القراءات (المدى) لعينات مرجعية (قياسية) أو عينة غفل ورقم أو زمن القياس (التشغيلية) ومن هذا الرسم يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وقيم ضابطة.



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

عناصر رسم الضبط للمدى:

خط الضبط (C L) هو الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة مرجعية مقاسه

في كل مجموعة $R = d_2 \times S_w$

حد الضبط العلوي (UAL) $D_4 \times R =$

▪ حد الضبط السفلي (LAL) $D_3 \times R =$

$$D_3 = 0, D_4 = 3.267$$

يتم حساب S_w من نتائج رسم الضبط للمدى:

$$\bar{R} = S_w \times d_2 S_w = / \bar{R}$$

Where, d_2 = factor of stander deviation

تقييم ضبط الجودة للرسم الضبطي للمدى (R - Chart)

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هي الحالات الآتية:

- قيمة واحدة تقع خارج حد الضبط وبذلك يجب إعادة حساب كل القيم.
- سبعة قراءات متتالية متزايدة أو متناقصة.
- سبعة قراءات متتالية تقع فوق متوسط المدى.
- الزيادة أو النقصان المنتظم للمدى يدل على خلل بنظام صيانة الأجهزة أو قدم الكواشف المستخدمة.

مثال: عند إجراء ضبط الجودة للعسر الكلى اجريت القياسات الآتية على عينة قياسية تحتوى على (115 ppm) كربونات كالسيوم وتسمى هذه العينة (In House Material)

Batch NO (Date), (Number)	X_1	X_2	$R X_1 - X_2 $
1-Jan-09	116	116	0
2-Jan-09	116	117	1
3-Jan-09	114	114	0
4-Jan-09	112	112	0
5-Jan-09	114	115	1
6-Jan-09	114	114	0
7-Jan-09	114	114	0
8-Jan-09	116	115	1
9-Jan-09	113	113	0
10-Jan-09	116	115	1
11-Jan-09	113	113	0
12-Jan-09	116	116	0
13-Jan-09	116	117	1
14-Jan-09	114	114	0
15-Jan-09	112	112	0
16-Jan-09	114	115	1
17-Jan-09	114	114	0
18-Jan-09	114	114	0
19-Jan-09	116	115	1
20-Jan-09	113	113	0

$$\bar{R} = 0.35 \text{ ppm}$$

$$D_3 = 0, D_4 = 2.367$$

$$\text{Centerline (CL)} = \bar{R} = 0.35 \text{ ppm}$$

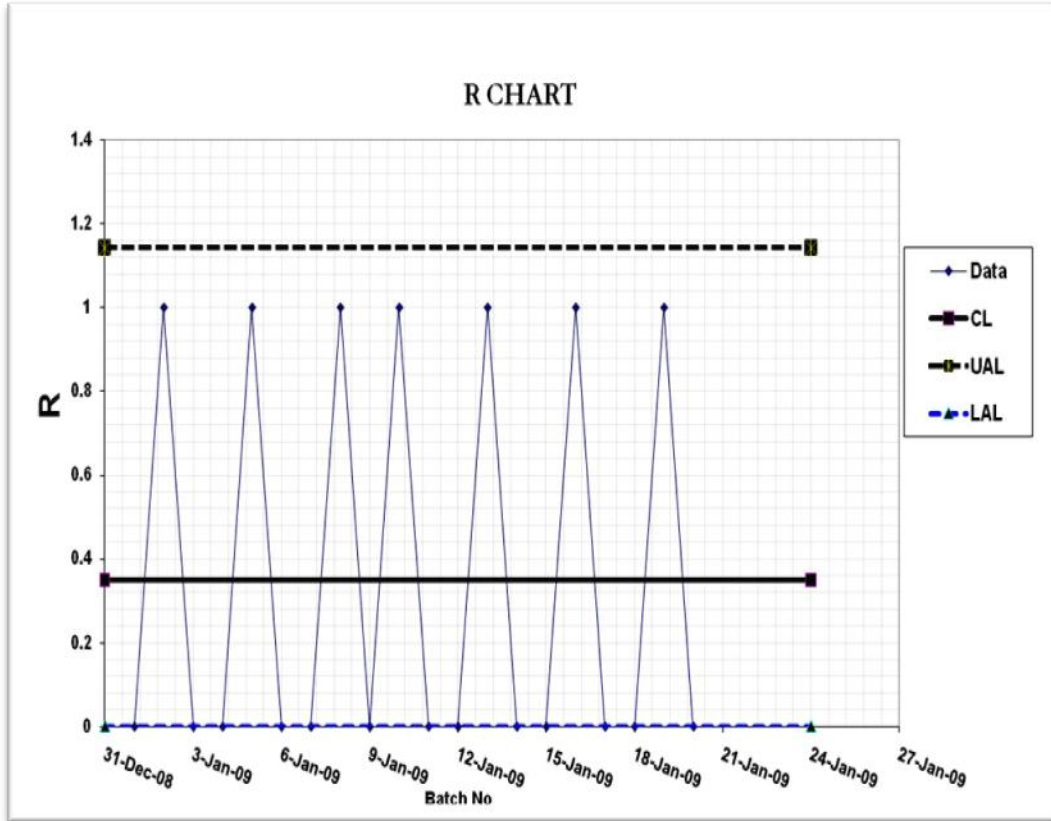
$$\text{Upper Action limit (UAL)} = \bar{R} \times D_4 = 1.134 \text{ ppm}$$

$$\text{Lower Action Limit (LAL)} = \bar{R} \times D_3 = \text{Zero ppm}$$

تفسير الرسم البياني:

- لا توجد قياسات خارج حدود التحكم.

- نلاحظ تواجد خطأ منتظم.



٧. تأكيد جودة نتائج التحاليل Quality Assurance

تأكيد الجودة (QA) هي كل الافعال المنتظمة والمخططة الضرورية التي يقوم بها المعمل لتأكيد مصداقية النتائج التي يصدرها ويؤكد الثقة في هذه النتائج.

٧,١. الفوائد التي يمكن الحصول عليها من تطبيق برنامج تأكيد الجودة:

- تعطى المحلل القدرة على اكتشاف اية مشكلة وارجاعها الى مصدرها بطريقة نظامية
- تعطى معامل التحاليل القدرة على الوصول الى نتائج مناسبة يمكن الاعتماد عليها
- تزيد من قدرة المحلل في نفسه وفي قدرته على التحليل
- تعمل على تحسين سمعة المعمل

٧,٢. الأفعال التي يعتمد عليها في تطبيق برنامج تأكيد الجودة هي:

- تواجد الأجهزة والمادة المناسبة لمعايرتها.

- صيانة الأجهزة.
- كفاءة المحللين والتدريب.
- وجود استراتيجية لجمع العينات.
- وجود استراتيجية لتحليل العينات.
- التفقيش والمراجعة.

٧,٣. تواجد الاجهزة والمادة المناسبة لمعايرتها:

١. يجب أن يزود المعمل بكل الأجهزة اللازمة للأداء الصحيح للاختبارات (اخذ العينات والتحضير والإعداد والتحليل).
٢. يجب أن تكون الأجهزة وبرامجها المستخدمة في اخذ العينات والتحليل قادرة على تحقيق الدقة المطلوبة وهي تقسم إلى:
 - أجهزة خدمة عامة لا تستخدم في اجراء القياسات مثل (قرص التسخين والقلاب والزجاجيات الغير مدرجة والمدرجة بحجوم تقريبية) وكذلك أنظمة التدفئة والتهوية.
 - أجهزة حجمية مثل القوارير والماصات والسحاحات.
 - أجهزة قياس مثل الترمومتر والميزان وساعة الإيقاف وأجهزة قياس الطيف ومقاييس فيزيائية مثل الأوزان المرجعية والترمومترات.
 - الحاسبات ومعالجة البيانات.
٣. يجب الاحتفاظ بسجلات (Logbook) لكل مادة رئيسة أو جهاز قياس.
٤. لابد من استخدام مواد معملية وزجاجيات وكماويات وكواشف ذات جودة معقولة.
٥. يجب معايرة أجهزة القياس المستخدمة في المعامل قبل استخدامها وبعده ووجود سجلات بذلك عليها التاريخ (تواجد برنامجا لمعايرة الأجهزة).
٦. إعداد برنامج لمعايرة الأجهزة الرئيسية للمعمل لكي يضمن أن القياسات التي تجرى بالمعمل متطابقة مع المعايير المحلية والدولية.
٧. يجب استخدام أجهزة القياس بطريقة صحيحة مع الخدمة الدورية والتنظيف والمعايرة.
٨. الأجهزة التي تتطلب معايرتها كجزء من التشغيل العادي يجب استخدام مواد كيميائية بدرجة نقاوة معلومة وكافية او باستخدام مواد مرجعية.

٧,٤. صيانة الأجهزة:

١. وجود خطة صيانة دورية للأجهزة المستخدمة وذلك عن طريق مهندسين أو مختصين بذلك.
٢. ضرورة تنظيف ومراجعة الأمان لأجهزة الخدمة العامة.
٣. صيانة ومعايرة أجهزة القياس الحجمة بطريقة مناسبة (غالبا تكون المعايرة وزنيا).
٤. تجنب أي تلوث للأجهزة من الاستخدامات السابقة (التخزين والتنظيف).
٥. توافر تعليمات التشغيل والاستخدام والصيانة للأجهزة وذلك للأجهزة المستخدمة في المعمل أو التي تستخدم للقياس الحقل.

٧,٥. كفاءة المحللين والتدريب:

١. يجب على إدارة المعمل أن تحدد مستويات العاملين من التعليم والتدريب والمهارات والخبرات الضرورية للقيادات داخل المعمل ويجب إجراء التحاليل بواسطة محللين أكفاء مؤهلين.
٢. يجب على إدارة المعمل أن تخول أشخاص معينين لأداء أنواع معينة من الاختبارات أو لأخذ عينات أو لتشغيل أنواع معينة من الأجهزة.
٣. يجب على المعمل الاحتفاظ بتوصيف لوظائف القيادات والكيميائيين المشاركين في الاختبارات والمعايرات وتوافر تعليمات مكتوبة مثل:
 - الاختبارات المؤداة.
 - الاختبارات المخططة ونتائج التقييم.
 - تطوير واستحداث الطرق ومدى قابليتها للتطبيق الخبرة والخبرات.
 - المؤهلات وبرامج التدريب.
 - الواجبات الادارية والقيادية.

٤. يجب على المعمل الاحتفاظ بسجلات لكل العاملين تشمل:

- القدرة في المجال
- المؤهلات التعليمية
- التدريب
- المهارات
- الخبرات

٥. يجب على المعمل ان تكون له سياسة واجراءات للتعرف على احتياجات التدريب
٦. يجب على المعمل ضمان تلقى العاملين فيه التدريب الكافي للأداء الجيد.
٧. يجب على المعمل الاحتفاظ بسجل عن التدريب الذى تلقاه العاملين وتحتوى على الآتي:
 - حضور الدورات الداخلية أو الخارجية.
 - التدريب على اداء العمل.
 - الاشتراك في برنامج اختبار الكفاءة.
 - البحوث العلمية المنشورة.

٧,٦. طرق التحاليل وتوثيقها

الطرق التحليلية Analytical Methods

انواع الطرق المعملية:

- Standard Methods [standard setting organization (AOAC, ASTM)].
(طرق قياسية بواسطة منظمة وضع المعايير)
- Official Methods [for use by government organization (EPA, NIOSH)].
(طرق رسمية للاستخدام من قبل منظمة حكومية)
- Literature Methods [Analytical Journals].
(طرق مطبوعة بالمجلات المعنية بالتحاليل)
- In-House Developed Methods [Laboratory procedures].
(طرق معملية (طرق قياسية تم التعديل فيها من قبل المعمل لتلائم ظروف المعمل من اجهزة وامكانيات اخرى))

طرق التشغيل القياسية Standard Operational Procedures

- (SOPs)Title
- Summary
- Materials
- Solutions & Reagents

- Interference
- Procedure
- Range
- Calculation
- Precautions
- Sample preservation
- Unit or result expression
- Number of result digits
- References

توثيق طرق التحاليل Method validation

1. What is method validation?
2. Why is method validation necessary?
3. When should methods be validated?
4. How should methods be validated?

ماذا يعنى توثيق الطريقة؟
طبقاً للأيزو:

١,٥,٤,٥. التحقق من صحة الطريقة هو التأكد بالفحص وتقديم الادلة الموضوعية على ان الاحتياجات المعنية لتحقيق غرض محدد قد تم توافرها.

هي قياسات تجرى على الطريقة لمعرفة ما إذا كانت هذه الطريقة تفي بالغرض المطلوب أم لا.

The process of verifying that a method is fit for purpose

وتعرف أيضا بأنها الطريقة التي يتم بها تحديد خصائص الأداء والحدود للطريقة ومعرفة التغير الذي يحدث في الطريقة مع وجود بعض المؤثرات.

وعند عمل التوثيق للطريقة نستطيع معرفة الاتي:



Which analytes / in which matrices / in presence of which interferences/ at which precision and accuracy

لماذا نوثق الطريقة؟

- دليل على إن الطريقة تفي بالمتطلبات والغرض.
- لاتخاذ قرارات مبنية على نتائج تحاليل موثوق منها.
- مطلوبة في مواصفات (ISO/IEC 17025:5.4)
- توفير خدمة مطلوبة للعملاء.

متى يجب توثيق الطريقة؟

- قبل البدء بها في العمل الروتيني.
- عند تغير الظروف (مثل تغير الجهاز، تغير كاشف،.....)
- عند تغير الطريقة.

توثيق الطرق القياسية:

- يتم توثيق الطريقة توثيق كامل إذا لوحظ تغير احد خصائص الاداء عن توثيق الهيئات ويسمى إعادة توثيق Revalidation.
- الطرق القياسية التي تم توثيقها بواسطة هيئات مثل (AOAC International) يجب تحديد بعض خصائص الاداء المطلوبة للمعمل في بيئته وظروفه.
- اما الطرق القياسية التي لا يوجد لا توثيق يجب عمل توثيق كامل لها.
- الاسلوب المتبع لتحديد وتقييم أداء الطريقة يجب ان يكون واحدا من احد الاساليب التالية أو خليط منها:
- المعايرة باستخدام مرجع قياس أو مادة مرجعية.
- المقارنة بنتائج تم الحصول عليها باستخدام طرق اخرى.
- المقارنة البين معملية.
- تقييم منهجي للعوامل المؤثرة على النتائج
- تقدير اللايقين في نتائج القياس مبنيا على الفهم العلمي للمبادئ النظرية للطريقة والخبرة العملية.

المراجع

- تم الإعداد بمشاركة المشروع الألماني GIZ
- و مشاركة السادة :-

الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ البير ميلاد السيد
شركة مياه الشرب والصرف الصحي بالبحيرة	➤ د/ عبد الرحمن الخولي
شركة صرف صحي الإسكندرية	➤ د/ حسام الشربيني
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ خالد محمد فهمي
شركة صرف صحي القاهرة	➤ د/ رمضان محمد
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ شريف سرور
شركة مياه الشرب والصرف الصحي بالدقهلية	➤ د/ محمد ابراهيم
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ محمد اسماعيل
شركة صرف صحي القاهرة	➤ د/ محمد صبري
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ محمود عبد الرحمن
شركة مياه الشرب والصرف الصحي ببني سويف	➤ د/ مرزوقة شعبان
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ مصطفى فراج
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ ممدوح محمد زريق
GIZ	➤ د/ مها خلاف
شركة مياه القاهرة	➤ د/ مي السيد حسين
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ نسرین عبد الرحمن
الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي	➤ د/ يحيى شريف