

Aleksandra Maciejewska

ANALIZA KOMPETENCJI LABORATORIÓW BADAŃ ŚRODOWISKA PRACY DO PROWADZENIA OZNACZEŃ WOLNEJ KRZEMIONKI (WKK), NA PODSTAWIE WYNIKÓW BADANIA BIEGŁOŚCI*

ANALYSIS OF THE COMPETENCES OF WORKPLACE INSPECTING LABORATORIES FOR THE DETERMINATION OF FREE CRYSTALLINE SILICA (FCS), BASED ON PROFICIENCY TESTING RESULTS

Z Zakładu Środowiskowych Zagrożeń Zdrowia

Instytutu Medycyny Pracy im. prof. dra med. J. Nofera w Łodzi

STRESZCZENIE

Wstęp. Celem pracy była ocena i analiza kompetencji technicznych laboratoriów badań środowiska pracy do prowadzenia oznaczeń WKK. **Materiał i metody.** Pracę wykonano opierając się na wynikach dwóch serii oznaczeń kontrolnych, przeprowadzonych w 2005 r. w ramach badania biegłości i wyników ankiety dotyczącej szczegółów analitycznych i systemu jakości w laboratoriach. Za podstawę porównań kompetencji laboratoriów przyjęto wartości średnie wskaźników biegłości i częstości otrzymania ocen zadowolających. **Wyniki i wnioski.** W badaniu wzięło udział 138 laboratoriów, przy czym 104 uczestniczyły w jednej serii oznaczeń kontrolnych, a 34 w obu seriach. Kompetencje techniczne 77% uczestników badania biegłości były zadowolające i nie zależały od rodzaju laboratorium ani metody wykonywania analiz. Stwierdzono, że pozytywna ocena biegłości wiąże się z regularnym stosowaniem metod sterowania jakością badań, tj. prowadzeniem wewnętrznej kontroli jakości oznaczeń WKK i uczestnictwem laboratorium w badaniu biegłości, a także z jego akredytacją. Wyposażenie pomiarowo-badawcze i sposób prowadzenia oznaczeń krystalicznej krzemionki metodą chemiczną miały mniejszy wpływ na jakość analiz. Med. Pr., 2006;57(2):115–122

Słowa kluczowe: wolna krystaliczna krzemionka, badanie biegłości, jakość analiz

ABSTRACT

Background: The aim of the study was to evaluate and analyze the technical competences of workplace inspection laboratories for the determination of free crystalline silica (FCS). **Material and Methods:** The study was based on the results of two series of control determinations carried out under the proficiency testing scheme in 2005 and the outcome of the questionnaire on analytical details and the quality system of laboratories. The mean values of proficiency indices and the frequency of the obtained satisfactory performances were adopted as the basis of laboratory competences comparisons. **Results and Conclusions:** In total, 138 laboratories participated in the study, including 104 laboratories covered by one series and 34 by both series of determinations. Satisfactory technical competences were found in 77% of laboratories, regardless of their type and analytical methods applied. It was shown that the positive proficiency appraisal was linked with the regular application of quality control methods, i.e. internal control of FCS determination quality, the participation in laboratory proficiency testing and laboratory accreditation. The analytical equipment and mode of determining crystalline silica with use of the chemical method had no significant effect on the analytical performance. Med Pr 2006;57(2):115–22

Key words: free crystalline silica, proficiency testing, analytical performance

Adres autorki: św. Teresy 8, 91-348 Łódź, e-mail: altema@imp.lodz.pl

Nadesłano: 1.03.2006

Zatwierdzono: 13.03.2006

WSTĘP

Wolna krystaliczna krzemionka (WKK) jest czynnikiem szkodliwym dla zdrowia, występującym powszechnie i niemożliwym do całkowitego wyeliminowania ze środowiska pracy. W ostatnich latach w Polsce, liczba osób zawodowo narażonych na krystaliczną krzemionkę w stężeniach wyższych od dopuszczalnych przekracza 50 tysięcy (1). O skali występowania i długotrwałym narażeniu na WKK świadczy liczba stwierdzanych rocznie pylic płuc – w 2004 r. rozpoznano 754 nowe przypadki,

co stanowiło około 20% wszystkich chorób zawodowych stwierdzonych w podanym roku (2). Skuteczna ochrona zdrowia narażonych na krystaliczną krzemionkę w środowisku pracy wymaga podjęcia wszystkich możliwych, spośród wymienionych, działań: wprowadzania technologii redukujących emisje pyłów, stosowania skutecznych środków ochrony układu oddechowego narażonych pracowników, obniżania wartości najwyższych dopuszczalnych stężeń do poziomu uznanego za bezpieczny oraz właściwej oceny ekspozycji, opartej na wiarygodnych i rzetelnych wynikach analiz krzemionki.

Uzyskiwanie wiarygodnych wyników oznaczeń czynników szkodliwych dla zdrowia zależy głównie od

* Praca wykonana w ramach usługi badawczej nr PN/1/2005 pt. „Ocena kompetencji technicznych laboratoriów higieny pracy do prowadzenia oznaczeń wolnej krystalizacji krzemionki, na podstawie badania biegłości”. Kierownik zadania: dr A. Maciejewska.

merytorycznych kompetencji laboratoriów, badających i monitorujących środowisko pracy, a więc kwalifikacji i doświadczenia personelu, właściwego wyposażenia i metod badań (3). Obiektywnym sprawdzianem kompetencji laboratoriów do wykonywania określonych analiz są wyniki otrzymywane w badaniach biegłości lub innych porównaniach międzylaboratoryjnych.

Od kilkunastu lat Pracownia Aeroszli Instytutu Medycyny Pracy w Łodzi organizuje badanie biegłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w pyłach przemysłowych. Badanie to jest prowadzone na zasadach zgodnych z przyjętymi przez organizacje tworzące światowy system normalizacji – Międzynarodową Organizację Normalizacyjną (ISO) i Międzynarodową Komisję Elektrotechniczną (IEC) (4).

Zakład Środowiskowych Zagrożeń Zdrowia, do którego należy Pracownia Aeroszli, jest akredytowany przez Polskie Centrum Akredytacji w zakresie prowadzenia oznaczeń WKK (nr certyfikatu: AB 497); poza tym uczestniczy w międzynarodowym programie badania biegłości Workplace Analysis Scheme for Proficiency (WASP), organizowanym przez Health and Safety Laboratory (HSL) w imieniu Health and Safety Executive (HSE) w Wielkiej Brytanii.

Celem niniejszej pracy była ocena i analiza kompetencji technicznych laboratoriów badań środowiska pracy do prowadzenia oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki. Pracę wykonano w oparciu o wyniki badania biegłości analiz WKK w 2005 r.

MATERIAŁ I METODY

Badanie biegłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w pyłach

W badaniu biegłości oznaczeń krystalicznej krzemionki biorą udział, na zasadzie dobrowolności, laboratoria wykonujące analizy WKK w pyłach pobranych na stanowiskach pracy. W roku 2005 przeprowadzono dwie serie oznaczeń kontrolnych – nr 23 i 24. W obu seriach uczestnicy otrzymali po 5 próbek losowo wybranych spośród 10 różnych pyłów kontrolnych oraz materiał odniesienia – kwarc wzorcowy. próbki kontrolne stanowiły odpowiednio przygotowane pyły surowców, materiałów bądź odpadów przemysłowych, zawierające od około 2% do 40% krystalicznej krzemionki i maksymalnie zbliżone pod względem składu mineralnego i wielkości cząstek do pyłów całkowitych, występujących w środowisku pracy. Pyły kontrolne były sprawdzane pod względem jednorodności w laboratorium organizatora programu.

Zadaniem laboratoriów, biorących udział w poszczególnych seriach badania biegłości, było oznaczenie w tym samym czasie – około 6 tygodni – średniej zawartości WKK w próbkach kontrolnych. Uczestnicy mogli wykonywać analizy dowolną metodą, choć preferowane były następujące metody: spektrofotometrii w świetle widzialnym wg PN-91/Z-04018/04 (5) – zwyczajowo nazywana metodą chemiczną, spektrometrii w podczerwieni (IR lub FT-IR) wg procedur własnych, opartych na polskich normach (6,7), metodzie opracowanej przez NIOSH (8) lub HSL (9). Poza wymienionymi metodami, jedno laboratorium wykonało oznaczenia WKK stosując metodę dyfraktometrii rentgenowskiej.

W analizie osiągnięć laboratoriów uwzględniano dane pochodzące z ankiety przesłanej uczestnikom badania wraz z kartą wyników obu serii kontrolnych. Pytania ankiety dotyczyły systemu jakości, tj. akredytacji laboratorium w zakresie oznaczeń WKK i stosowanych metod sterowania jakością analiz oraz liczby analityków wykonujących oznaczenia krzemionki. Do laboratoriów prowadzących analizy metodą chemiczną skierowano również pytania dotyczące wyposażenia pomiarowego i badawczego (wag analitycznych), sposobów wykonywania niektórych ważnych etapów oznaczeń (spopielenia próbek) i kalibracji. Ponadto korzystano z danych o częstotliwości uczestnictwa laboratoriów w badaniu biegłości w ostatnich 6 seriach kontrolnych, a także o szkoleniach w zakresie metod oznaczania krzemionki, przeprowadzonych w Instytucie Medycyny Pracy w latach 2000–2004.

Statystyczne opracowanie wyników oznaczeń kontrolnych i ocena biegłości laboratoriów

Zbiory wyników kontrolnych oznaczeń WKK, uzyskane dla 10 pyłów przesłanych uczestnikom w każdej serii, poddano analizie statystycznej w celu: obliczenia wartości przypisanych stanowiących podstawę ich odniesienia, wyznaczenia zakresów wyników uznawanych za prawidłowe, dopuszczalne i błędne, a także wymiernego określenia jakości poszczególnych wyników. Schemat statystycznego opracowania danych, zasady oceny wyników kontrolnych oznaczeń krzemionki oraz kryteria oceny biegłości laboratoriów przedstawiono w tabeli 1.

Za podstawę porównań biegłości określonych grup laboratoriów w zakresie oznaczeń WKK, przyjęto wartości średnie sumarycznych wskaźników BD, uzyskanych w seriach 23, 24 i połączonych danych z obu serii kontrolnych, a także częstotliwości otrzymywania ocen zadowolających. Statystyczną istotność różnic między średnimi wartościami sumarycznych wskaźników BD sprawdzano za pomocą testu *t* dla dwóch średnich, na-

Tabela 1. Schemat statystycznego opracowania wyników kontrolnych analiz wolnej krystalicznej krzemionki oraz oceny biegłości laboratoriów

Table 1. The scheme of statistical analysis of the control results of free crystalline silica determinations and evaluation of laboratory proficiency testing

Statystyczna analiza wyników oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w pyłach kontrolnych: Statistical analysis of the results of free crystalline silica determination in control dust sample:				
M_g/F	$M_g - \frac{1}{2} SR$	M_g	$M_g + \frac{1}{2} SR$	$M_g + 2SR$
GZ ₁	GW ₁		GW ₂	GZ ₂
BD = 1	$1 > BD > 0$	BD = 0	$0 < BD < 1$	BD = 1
	$BD = \frac{GW_1 - X}{GW_1 - GZ_1}$		$BD = \frac{X - GW_2}{GZ_2 - GW_2}$	
wyniki błędne Poor results	wyniki dopuszczalne Sufficient results	wyniki prawidłowe Correct results	wyniki dopuszczalne Sufficient results	wyniki błędne Poor results
Kryteria oceny biegłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki: Performance criteria for free crystalline silica determinations:				
sumaryczny wskaźnik BD dla 5 próbek pyłów kontrolnych Total BD index for 5 control dust samples		$\sum_{i=1}^5 BD_i \leq 2,5$	zadawalająca biegłość oznaczeń WKK Satisfactory performance in FCS determinations	
		$\sum_{i=1}^5 BD_i > 2,5$	niezadawalająca biegłość oznaczeń WKK Unsatisfactory performance in FCS determinations	

M_g – średnia geometryczna wyników oznaczeń kontrolnych w danym pyłe (wartość przypisana);
geometric mean of the test results for a given dust (assigned value);

SR – średnie odchylenie wyników oznaczeń kontrolnych w danym pyłe;
mean deviation of the test results for a given dust;

WKK – wolna krystaliczna krzemionka;

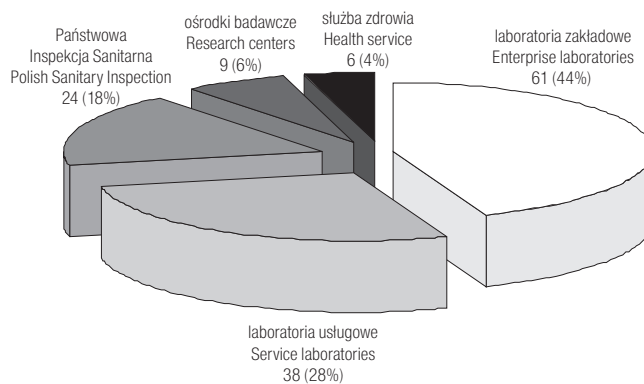
BD – wskaźnik przypisany lub obliczony dla wyniku X;
ascribed or calculated index for X result;

FCS – free crystalline silica.

tomiast częstości ocen porównywano testem u dla frakcji, wg Czermińskiego i wsp. (10).

WYNIKI

W dwóch seriach kontrolnych, przeprowadzonych w ramach badania biegłości wolnej krystalicznej krzemionki w 2005 r., wzięły udział odpowiednio 90 i 82 laboratoria. Łącznie uczestniczyło 138 laboratoriów, przy czym 34 wykonywały oznaczenia WKK w obu sprawdzianach. Laboratoria uczestniczące w programie zaklasyfikowano do 6 grup: laboratoriów zakładowych, wykonujących pomiary i analizy czynników szkodliwych w macierzystych zakładach, laboratoriów świadczących usługi w zakresie badań środowiska pracy, laboratoriów wojewódzkich i powiatowych stacji sanitarno-epidemiologicznych, laboratoriów ośrodków naukowych i badawczo-rozwojowych oraz laboratoriów służby zdrowia. Na rycinie 1 przedstawiono graficznie podział laboratoriów na ww. grupy. I tak najliczniej reprezentowane były laboratoria zakładowe – około 45% uczestników, następnie usługowe – około 30% i Państwowej Inspekcji Sanitarnej – około 20%.



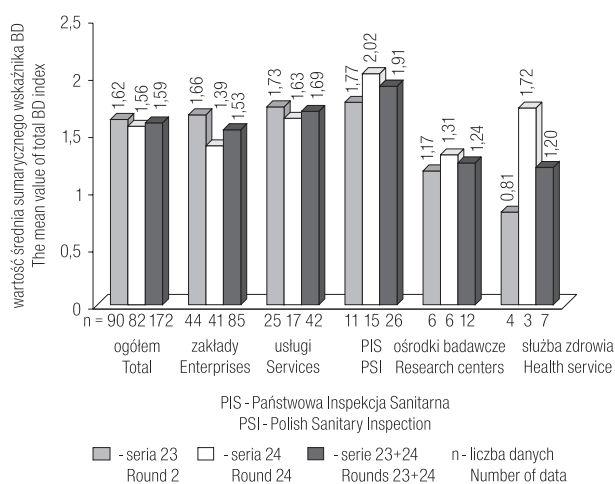
Ryc. 1. Uczestnicy badania biegłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w 2005 r.

Fig. 1. Participants of the proficiency testing for free crystalline silica in 2005.

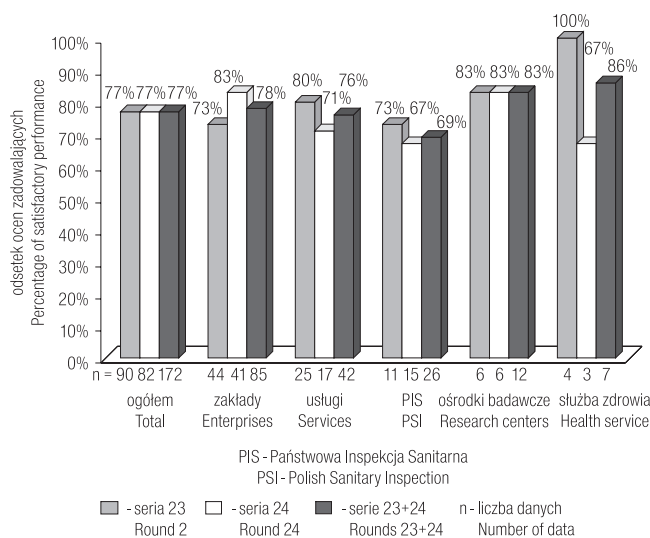
Ogółem, w obu seriach kontrolnych 77% laboratoriów uzyskało zadowalającą jakość oznaczeń krzemionki, a wartość średnia sumarycznego wskaźnika BD wynosiła około 1,6 (ryc. 2 i 3). Wyniki badania biegłości, uzyskane przez wszystkich uczestników i przez wyszczególnione powyżej rodzaje laboratoriów, były zbliżone. Względnie najwyższy procent pozytywnych

ocen i najlepsze wskaźniki jakości zanotowano w grupie laboratoriów ośrodków badawczych, nieco gorsze w grupie laboratoriów Państwowej Inspekcji Sanitarnej; jednakże, statystyczna analiza danych nie wykazała istotności różnic na poziomie $\alpha = 0,05$.

Przeważająca część laboratoriów – 94%, wykonała analizy kontrolne metodą chemiczną, inne metody – spektrometrię w podczerwieni i dyfraktometrię rentgenowską – zastosowało tylko 5 laboratoriów w każdej serii (ryc. 4). Poziom średnich ocen wyników uzyskanych obiema metodami: chemiczną i spektrometrii IR, statystycznie nie różnił się ($\alpha > 0,05$) (ryc. 5).

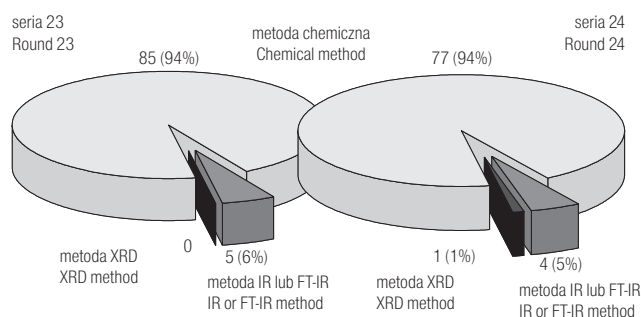


Ryc. 2. Wyniki badania biegłości uzyskane przez uczestników programu w 2005 r. – wartości średnie wskaźników biegłości.
Fig. 2. Proficiency testing results obtained by the scheme participants in 2005 – Mean values of proficiency indexes.

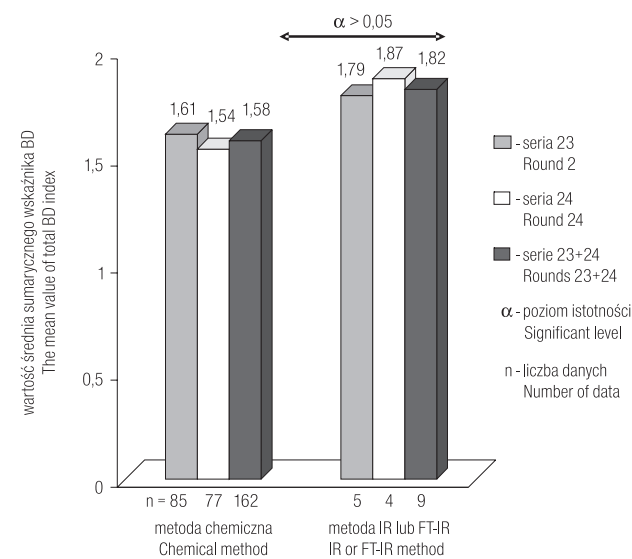


Ryc. 3. Wyniki badania biegłości uzyskane przez uczestników programu w 2005 r. – odsetki ocen zadowolających.
Fig. 3. Proficiency testing results obtained by the scheme participants in 2005 – Percentages of satisfactory performances.

Analiza zależności kompetencji laboratoriów, w zakresie oznaczeń WKK od częstości uczestnictwa w badaniu biegłości i od prowadzenia wewnętrznej kontroli jakości oznaczeń, ujawniła silny związek między stosowaniem tych form sterowania jakością badań a poziomem wyników analiz. Podstawę pierwszego z ww. porównań stanowiła częstość uczestnictwa w ostatnich 6 seriach kontrolnych, obliczona dla laboratoriów ocenianych w 2005 r. (ryc. 6). Zależność między jakością wyników, oszacowaną za pomocą średniego sumarycznego wskaźnika BD i częstością uczestnictwa w sprawdzianach kontrolnych była niemal wprost proporcjonalna, a różnice charakteryzował poziom istotności $\alpha < 0,05$ i $\alpha < 0,01$ (ryc. 7). Aż 83% laboratoriów, biorących udział w badaniu biegłości, stale lub w co naj-

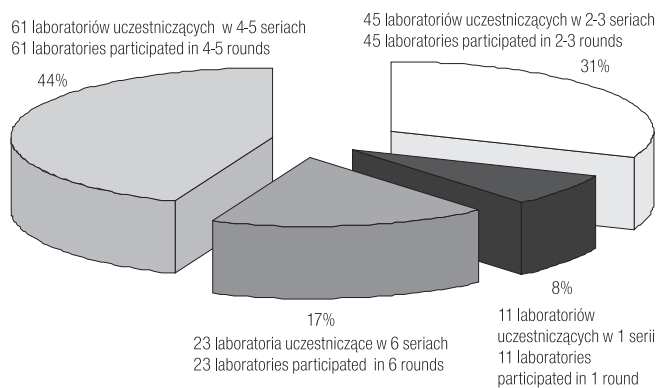


Ryc. 4. Metody oznaczania krystalicznej krzemionki, stosowane przez laboratoria uczestniczące w seriach 23 i 24.
Fig. 4. Crystalline silica determination methods used by participating laboratories in rounds 23 and 24.



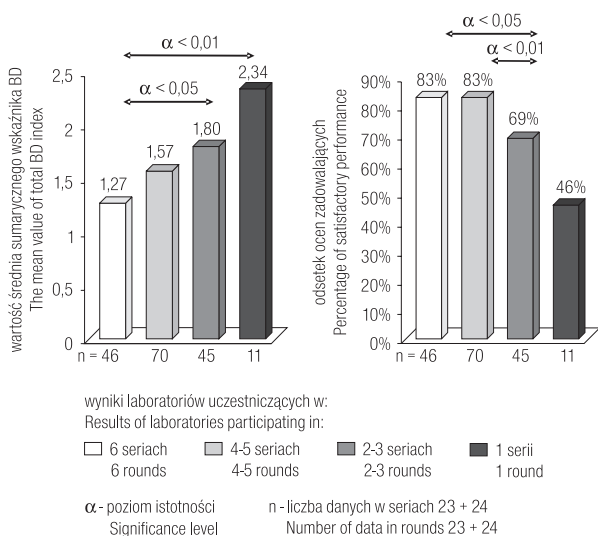
Ryc. 5. Wyniki badania biegłości laboratoriów stosujących różne metody oznaczania krystalicznej krzemionki.
Fig. 5. Proficiency testing results for the laboratories using a different methods for the crystalline silica determination.

mniej 4 spośród 6 serii, otrzymało oceny zadowalające, podczas gdy 69% laboratoriów uczestniczących w 2–3 seriach otrzymało takie oceny i tylko 46% laboratoriów uczestniczących jednorazowo. Zdecydowanie największy wpływ na osiągnięcia laboratoriów w zakresie analiz wolnej krystalicznej krzemionki ma prowadzenie wewnętrznej kontroli jakości oznaczeń. Wskaźniki jakości analiz WKK wykonanych przez laboratoria, prowadzące kontrolę wewnętrzną, były niemal 2-krotnie lepsze od wskaźników uzyskanych przez laboratoria nieprowadzące takich analiz, a różnice między odpowiednimi wartościami osiągnęły wysoki poziom istotności – $\alpha < 0,0001$ i $\alpha < 0,01$ (ryc. 8).



Ryc. 6. Częstość uczestnictwa laboratoriów biorących udział w badaniu biegłości w 2005 r., obliczona dla 6 ostatnich serii kontrolnych.

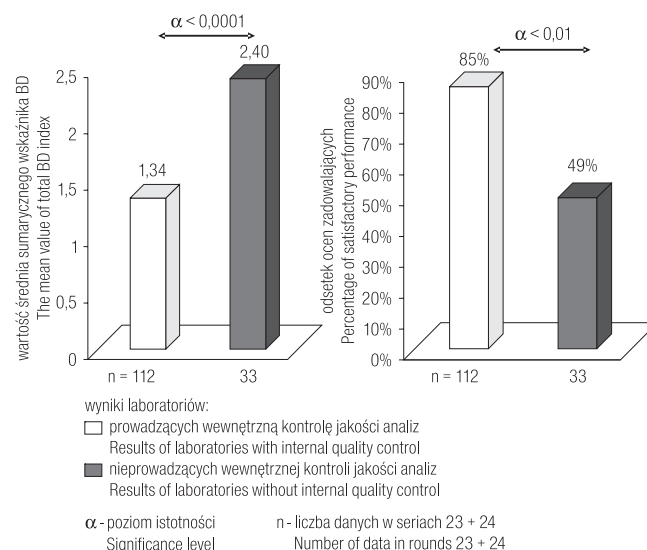
Fig. 6. Participation frequency among laboratories taking part in proficiency testing in 2005, calculated for the past 6 rounds.



Ryc. 7. Wyniki badania biegłości laboratoriów uczestniczących w programie z różną częstością.

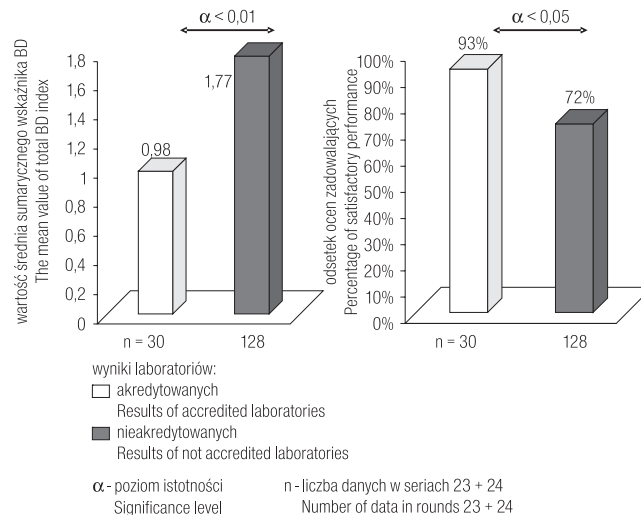
Fig. 7. Proficiency testing results for laboratories participated in the scheme with different frequency.

W przeprowadzonej analizie zauważalny jest także wpływ uzyskania przez laboratorium akredytacji w zakresie oznaczeń WKK na jakość ich wykonywania. Laboratoria akredytowane otrzymały zdecydowanie niższą wartość średnią sumarycznego wskaźnika BD – 0,98 i wyższy odsetek ocen zadowalających – 93%, w porównaniu z wartościami obliczonymi dla wyników laboratoriów nieakredytowanych – odpowiednio – 1,77 i 72%, a obserwowane różnice były znamienne statystycznie na poziomie $\alpha = 0,01$ i $\alpha = 0,05$ (ryc. 9).



Ryc. 8. Wyniki badania biegłości laboratoriów prowadzących wewnętrzną kontrolę jakości analiz i nieprowadzących wewnętrznej kontroli analiz.

Fig. 8. Proficiency testing results for the laboratories operated internal quality control and not operated internal quality control



Ryc. 9. Wyniki badania biegłości laboratoriów akredytowanych i nieakredytowanych.

Fig. 9. Proficiency testing results for accredited and not accredited laboratories.

Tabela 2. Wyniki badania biegłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w zależności od warunków analitycznych w laboratoriach oraz liczby analityków i ich szkoleń.**Table 2.** Proficiency testing results according to the analytical conditions in laboratories, number and training of analysts

Kryteria podziału laboratoriów wykonujących kontrolne analizy WKK Division criteria for laboratories performing control crystalline silica analysis	Grupa Group	Wyniki badania biegłości Proficiency testing results				
		Liczba ocen biegłości ogółem Total number of proficiency testing results	Odsetek ocen zadowalających Percentage of satisfactory results %	Poziom istotności Significance level	Wartość średnia sumarycznego wskaźnika BD Mean value of the total of BD index	Poziom istotności Significance level
Wyposażenie laboratoriów i sposób prowadzenia analiz WKK metodą chemiczną: Laboratories equipment and the mode of determining crystalline silica with used of the chemical method:						
Wagi elektroniczne Electronic analytical balances	A	54	83		0,98	
Wagi mechaniczne Mechanic analytical balances	B	33	70	A:B $\alpha < 0,05$	1,77	A:B ns
Wagi elektroniczne o dokładności odważania 0,01 mg Electronic analytical balances with weight-accuracy to 0.01 mg	C	46	85		1,34	
Wagi mechaniczne o dokładności odważania 0,01 mg Mechanic analytical balances with weight-accuracy to 0.01 mg	D	25	64	C:D $\alpha < 0,01$	2,40	C:D ns
Spielanie i prażanie próbek za pomocą palnika Ashing and calcination of samples using a gas burner	E	71	83	E:F $\alpha < 0,01$	1,46	E:F ns
Spielanie i prażanie próbek za pomocą palnika i pieca Ashing and calcination of samples using a gas burner and muffle furnace	F	50	70	E:G $\alpha < 0,05$ F:G ns	1,67	E:G ns F:G ns
Spielanie i prażanie próbek za pomocą pieca Ashing and calcination of samples using a muffle furnace	G	28	71		1,73	
Wartość współczynnika kalibracji w metodzie chemicznej: The slope value of the calibration graph in the chemical method:						
$b < 3,8; \lambda = 650 \text{ nm}$	H	11	55	I:J $\alpha < 0,05$ H:J nc	2,27	I:J ns H:I ns
$b = 3,9 - 4,2; \lambda = 650 \text{ nm}$	I	78	73	H:I nc H:K nc	1,59	H:J ns H:K ns
$b > 4,2; \lambda = 650 \text{ nm}$	J	60	83	I:K nc J:K nc	1,47	I:K ns J:K ns
Pomiar absorbancji w maksimum absorpcji Measurement of absorbance at maximum absorption	K	6	83		0,91	
Liczba analityków wykonujących oznaczenia WKK: No. of analysts performing crystalline silica analyses:						
1	L	52	75	L:M ns	1,61	L:M ns
2–3	M	87	76	L:N ns	1,62	L:N ns
4 i więcej 4 and more	N	16	88	M:N ns	1,18	M:N ns
Analitycy szkoleni w latach 2001–2004 Analysts trained in 2001–2004	O	93	81		1,50	
Analitycy nie szkoleni w latach 2001–2004 Analysts not trained in 2001–2004	P	79	72	O:P ns	1,70	O:P ns

ns – nieistotne statystycznie;
not significant;nc – nie porównywano;
not compared.

Podstawę kolejnych analiz stanowiły dane pochodzące z ankiety, na pytania której odpowiedziało od 92 do 96% laboratoriów. Pytania dotyczyły wyposażenia laboratoriów i sposobu prowadzenia badań metodą chemiczną. Jak wynika z danych zamieszczonych w tabeli 2, stwierdzono zależność między wynikami oznaczeń kontrolnych a rodzajem i dokładnością wag analitycznych stosowanych w analizach WKK. Znamienne różnice – $\alpha < 0,01$ – wykazano w częstości otrzymywania ocen pozytywnych wśród laboratoriów używających wag elektronicznych, w porównaniu z używającymi wag mechanicznych – także w przypadku wag o takiej samej dokładności tj. 0,01 mg. Przyczynę zanotowanych różnic należy prawdopodobnie wiązać z większą wrażliwością wag mechanicznych na drgania i zmiany parametrów środowiska oraz z faktem, że duża część wag mechanicznych o dokładności 0,01 mg to zmodernizowane wagi o pierwotnej dokładności 0,1 mg.

Różnice w poziomie wykonywania analiz WKK stwierdzono również wśród laboratoriów realizujących w różny sposób spopielenie i wyprażanie próbek (tabela 2). Najlepsze wyniki uzyskały laboratoria prowadzące ten etap analizy tylko z użyciem palnika; stosowanie pieca – obiektywnie trudniejsze i wymagające od analityka większego doświadczenia – jest przyczyną nieco gorszych wyników analiz.

Wartość współczynnika kalibracji chemicznej metody oznaczeń WKK, zależna od parametrów spektrofotometru i umiejętności analitycznych wykonawcy badania, ma wyraźnie zauważalny, lecz statystycznie nieistotny ($\alpha > 0,05$) wpływ na wartość średnią sumarycznego wskaźnika BD (tab. 2). Wartość ta zmniejszała się wraz ze wzrostem współczynnika kalibracji; najwyższa była jednak w przypadku pomiarów absorbancji w zmienionych warunkach: w wyznaczonym dla danych warunków analitycznych maksimum absorpcji, zamiast przy zwykle stosowanej, zalecanej przez normę (5), długości fali 650 nm. Pomiar w maksimum absorpcji są możliwe za pomocą co najmniej średniej klasy przyrządu i przy ponadprzeciętnych umiejętnościach wykonawcy oznaczeń, co prawdopodobnie tłumaczy uzyskanie najlepszych wyników w tej grupie.

Ostatnie z przeprowadzonych analiz porównawczych dotyczą liczby analityków w laboratoriach, a pośrednio liczby wykonywanych badań i szkoleń pracowników w zakresie metod oznaczania WKK w ostatnich 5 latach. Z danych zamieszczonych w tabeli 2 wynika, że żaden z wymienionych czynników zasadniczo nie miał wpływu na ocenę biegłości, mimo że w wśród laboratoriów, w których krystaliczną krzemionkę oznaczają

przynajmniej 4 osoby, bądź pracownicy są przeszkoleni, zanotowano wyższy odsetek ocen zadowolających.

OMÓWIENIE

Realizacja programów badań biegłości powinna pomagać uczestniczącym laboratoriom w wypracowaniu i utrzymaniu właściwego poziomu prowadzonych analiz. W sposób szczególny dotyczy to oznaczeń czynników szkodliwych w środowisku pracy, gdyż niedostateczna jakość analiz może być przyczyną narażenia zdrowia pracowników, bądź ponoszenia nieuzasadnionych kosztów na jego ochronę. Wobec licznych czynników warunkujących wysoką jakość oznaczeń krystalicznej krzemionki, analiza możliwych przyczyn powstawania błędnych wyników i wskazanie sposobów osiągania odpowiedniej jakości może być przydatna w pracy wielu laboratoriów.

Wyniki przedstawionej pracy zwracają uwagę na szczególną rolę podstawowych metod sterowania jakością badań – wewnętrznej kontroli jakości oznaczeń WKK z użyciem odpowiedniego (referencyjnego) materiału odniesienia i regularnego udziału w badaniu biegłości. Zależność jakości badań laboratoryjnych od systematycznego uczestnictwa w badaniu biegłości notowano również w programie Workplace Analysis Scheme for Proficiency (11).

Różnice w wyposażeniu pomiarowo-badawczym laboratoriów, a także w procedurach analitycznych, okazały się mniej znaczące, bądź nawet nieistotne dla poziomu oznaczeń krystalicznej krzemionki. Podobnie rodzaj laboratorium, liczba analityków, a tym samym wykonywanych analiz oraz fakt odbycia przez pracowników laboratorium szkolenia w zakresie metod oznaczania WKK, praktycznie nie wywierają wpływu na kompetencje do przeprowadzania analiz krzemionki.

W poprzednich latach realizacji programu badania biegłości oznaczeń krzemionki, notowano zbliżoną do obecnie stwierdzonej jakość oznaczeń kontrolnych WKK, ocenę biegłości wyróżnionych grup laboratoriów oraz niezależność ocen od stosowanych metod analitycznych (12). W innych badaniach, porównujących wyniki oznaczeń krzemionki różnymi metodami, wykazano niewielkie różnice między otrzymanymi wartościami (13). Można więc przyjąć, że przedstawione zależności lub ich brak, mają charakter ogólnych prawidłowości.

WNIOSKI

1. Kompetencje techniczne około 80% laboratoriów uczestniczących w badaniu biegiłości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki (WKK), można uznać za zadowalające.

2. Zbliżoną biegiłość w zakresie analiz WKK wykazują wszystkie rodzaje laboratoriów objętych badaniami: zakładowe, usługowe, Państwowej Inspekcji Sanitarnej, ośrodków badawczych i służby zdrowia.

3. Poziom wykonywania oznaczeń krystalicznej krzemionki metodą chemiczną i metodą spektrometrii w podczerwieni jest porównywalny.

4. Regularne stosowanie metod sterowania jakością badań, tj. udział w badaniu biegiłości i prowadzenie wewnętrznej kontroli jakości analiz, a także wdrożenie w laboratorium systemu zarządzania jakością, potwierdzone uzyskaniem akredytacji, zdecydowanie zwiększają kompetencje laboratorium do wykonywania oznaczeń WKK.

5. Wyposażenie pomiarowo-badawcze laboratorium i sposób prowadzenia oznaczeń krystalicznej krzemionki metodą chemiczną, mają mniej znaczący wpływ na jakość analiz.

PIŚMIENNICTWO

1. Rocznik Statystyczny Przemysłu 2003. Główny Urząd Statystyczny, Warszawa 2003
2. Szeszenia-Dąbrowska N., Wilczyńska U., Szymczak W.: Choroby zawodowe stwierdzone w Polsce w 2004 roku. *Med. Pr.*, 2005;56(4):275–284
3. PN-EN ISO/IEC 17025:2001: Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących. Polski Komitet Normalizacyjny, Warszawa 2001
4. Przewodnik ISO/IEC nr 43-1: 1997. Badanie biegiłości poprzez porównania międzylaboratoryjne. Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegiłości. *Biuletyn Informacyjny POLLAB* 1999;2(26)
5. PN-91/Z-04018/04: Oznaczanie wolnej krystalicznej krzemionki w pyłe całkowitym i respirabilnym w obecności krzemianów, na stanowisku pracy, metodą kolorymetryczną. Polski Komitet Normalizacji, Miar i Jakości, Warszawa 1991
6. PN-91/Z-04018/02: Oznaczanie wolnej krystalicznej krzemionki w pyłe całkowitym na stanowisku pracy metodą spektrofotometrii absorpcyjnej w podczerwieni. Polski Komitet Normalizacji, Miar i Jakości, Warszawa 1991
7. PN-91/Z-04018/03: Oznaczanie wolnej krystalicznej krzemionki w pyłe respirabilnym na stanowisku pracy metodą spektrofotometrii absorpcyjnej w podczerwieni. Polski Komitet Normalizacji, Miar i Jakości, Warszawa 1991
8. NIOSH: Silica crystalline by IR (Method 7602). NIOSH Manual of analytical methods. Wyd. 3. National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnati, Ohio 2003
9. HSE: Quartz in respirable airborne dusts: Laboratory method using infra-red spectroscopy. KBr disc technique (MDHS 38). W: Methods for the Determination of Hazards Substances. Health and Safety Executive, London 1984
10. Czermiński J.B., Iwasiewicz A., Paszek Z., Sikorski A.: Metody statystyczne dla chemików. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1992
11. Stacey P.R.: The performance of laboratories analysing heavy metals in the Workplace Analysis Scheme for Proficiency (WASP). *Ann. Occup. Hyg.*, 2006;24:DOI 10.1093/annhyg/mei077
12. Maciejewska A., Więcek E., Bielichowska-Cybula G.: Międzylaboratoryjna kontrola jakości oznaczeń wolnej krystalicznej krzemionki w pyłach w 1997 r. *Hig. Pr.*, 1998;1:5–11
13. Maciejewska A., Szadkowska-Stańczyk I., Kondratowicz G.: Wolna krystaliczna krzemionka (WKK) – Porównanie metod jej oznaczania w pyłach całkowitych. *Med. Pr.*, 2005;56(1):1–8