



**European
co-operation for
Accreditation**

Dokument doradczy

EA-4/18: 2010

Wytyczne dotyczące poziomu i częstości uczestnictwa w badaniach biegłości

CEL

Celem niniejszego dokumentu jest promowanie harmonizacji pomiędzy jednostkami akredytującymi odnośnie tego, jak oceniany jest poziom i częstość uczestnictwa w badaniach biegłości (PT), oraz wsparcie laboratoriów w ustalaniu ich poziomów i częstości uczestnictwa.

Autorstwo

Publikacja została przygotowana przez Grupę Roboczą EEE-PT „Badanie biegłości w akredytacji”.

Język oficjalny

Niniejsza publikacja może być przetłumaczona na inne języki, jeżeli jest to potrzebne. Angielska wersja językowa jest wersją rozstrzygającą.

Prawa autorskie

Właścicielem praw autorskich do niniejszego tekstu jest EA. Tekst ten nie może być kopiowany w celu sprzedaży.

Dalsze informacje

Dalsze informacje o niniejszej publikacji można uzyskać od krajowej jednostki akredytującej – członka EA. Aktualne informacje znajdują się na stronach internetowych <http://www.european-accreditation.org>.

Kategoria: **4.**
Data zatwierdzenia: **Marzec 2010 r.**
Data wdrożenia: **bezwłocznie**

Wprowadzenie do tłumaczenia:

Oryginał publikacji: EA-4/18 Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation; June 2010 rev.00

Tłumaczenie wykonano w Polskim Centrum Akredytacji, 22.07.2010 r. (zm. 19.04.2011 r.), www.pca.gov.pl

Wersją oficjalną (rozstrzygającą) jest wersja w języku angielskim.

Tekst tłumaczenia nie może być kopiowany w celu sprzedaży.

SPIS TREŚCI

1. Wprowadzenie.....	4
2. Terminy i definicje.....	5
3. Zagadnienia ogólne	5
4. Poziom i częstość uczestnictwa	7
5. Analiza przypadków.....	8
Analiza przypadku 1 –Laboratorium badawcze chemii środowiska	9
Analiza przypadku 2 – Laboratorium badawcze w dziedzinie mikrobiologii	10
Analiza przypadku 3 – Laboratorium medyczne	11
Analiza przypadku 4 – Laboratorium badań właściwości fizycznych	12
Analiza przypadku 5 – Podejście matrycowe (chemia kliniczna)	14

1. Wprowadzenie

Norma ISO/IEC 17025:2005 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* (podrozdział 5.9) ustanawia, że „laboratorium powinno mieć procedury sterowania jakością w celu monitorowania miarodajności wyników badań” oraz, że „monitorowanie powinno być planowane”. Między innymi, norma ta odnosi się do uczestnictwa w badaniach biegłości (PT) jako jednego z narzędzi, które laboratoria mogą wykorzystywać dla osiągnięcia tego celu.¹

Norma międzynarodowa ISO/IEC 17011:2004 *Conformity assessment – General requirements for accreditation bodies accrediting conformity assessment bodies*, zgodnie z którą powinni działać sygnatariusze ILAC MLA, wymaga następującego, „jednostka akredytująca powinna zapewnić, że akredytowane laboratoria uczestniczą w badaniach biegłości lub innych programach porównań, jeśli są dostępne i właściwe, oraz że podejmowane są działania korygujące, jeśli to konieczne. Minimalna liczba badań biegłości oraz częstość uczestnictwa powinna być określona we współpracy z zainteresowanymi stronami i powinna być dostosowana do innych działań nadzoru.”²

Dodatkowo, EA³ oraz ILAC⁴ ustanowiły specjalne polityki dotyczące uczestnictwa laboratoriów w działaniach związanych z badaniami biegłości (PT). Niniejszy dokument, który został opracowany dla celów badania biegłości przez wspólną grupę roboczą interesariuszy EEE-PT, jest wynikiem intensywnych dyskusji oraz pomaga jednostkom akredytującym we wdrażaniu tych polityk. Niniejszy dokument ma też na celu promowanie harmonizacji pomiędzy jednostkami akredytującymi odnośnie tego, jak oceniany jest poziom i częstość uczestnictwa w badaniach biegłości (PT), oraz wspomaganie laboratoriów w ustalaniu swoich poziomów i częstości uczestnictwa.

Uwaga: Niniejszy dokument dotyczy również laboratoriów medycznych i jeżeli jest stosowany w odniesieniu do tych laboratoriów, odwołanie do ISO/IEC 17025 powinno być rozumiane jako odwołanie do ISO 15189.⁵

¹ PN-EN ISO/IEC 17025 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.

² PN-EN ISO/IEC 17011 Ocena zgodności – Wymagania ogólne dla jednostek akredytujących prowadzących akredytację jednostek oceniających zgodność.

³ EA-2/10 (aktualna wersja) Polityka EA dotycząca uczestnictwa w krajowych i międzynarodowych działaniach badania biegłości.

⁴ ILAC-P9 (aktualna wersja) Polityka ILAC dotycząca uczestnictwa w krajowych i międzynarodowych działaniach badania biegłości.

⁵ PN-EN ISO/IEC 15189:2007 Laboratoria medyczne – Szczegółowe wymagania dotyczące jakości i kompetencji.

2. Terminy i definicje

Badanie biegłości (PT): ocena rezultatów działania uczestnika względem wcześniej ustalonego kryterium, za pomocą porównań międzylaboratoryjnych⁶

Porównania międzylaboratoryjne: zorganizowanie, wykonanie i ocena pomiarów lub badań tego samego lub podobnych obiektów przez co najmniej dwa laboratoria, zgodnie z uprzednio określonymi warunkami⁶

Technika pomiaru: Proces badania/wzorcowania/identyfikowania właściwości, obejmujący również wszelkie postępowanie w laboratorium z próbką otrzymaną, w celu przygotowania jej do wykonania pomiarów przez urządzenie pomiarowe (np. ICP-MS, twardość Rockwella, PCR, mikroskopia, pomiar siły)

Właściwość: Wielkość mierzona (np. arsen, tłuszcz, kreatynina, długość, twardość, siła)

Wyrób: Obiekt, w odniesieniu do którego stosuje się technikę pomiaru (np. gleba, warzywa, osocze, polistyren, beton)

Poziom uczestnictwa: Liczba poddyscyplin, które organizacja identyfikuje w ramach swojego zakresu, a stąd liczba określonych badań biegłości, w których uczestnictwo zaleca się uwzględnić

Częstość uczestnictwa: Jest to ustalana przez laboratorium częstość, z jaką potrzebuje uczestniczyć w PT, w danej poddyscyplinie; częstość uczestnictwa może różnić się w zależności od poddyscypliny w laboratorium oraz pomiędzy laboratoriami w tej samej poddyscyplinie

Poddyscyplina: Obszar kompetencji technicznych zdefiniowany przez co najmniej jedną technikę pomiaru, właściwość i wyrób, które są ze sobą związane (np. oznaczanie arsenu w glebie z wykorzystaniem metody ICP-MS)

3. Zagadnienia ogólne

Zaleca się, aby jednostki akredytujące uwzględniały następujące zagadnienia przy określaniu odpowiedniości ustalonych przez laboratorium „częstości” i „poziomu” uczestnictwa w badaniach biegłości:

- (1) Zaleca się, aby laboratorium określiło swój poziom i częstość uczestnictwa po przeprowadzeniu starannej analizy innych swoich środków zapewnienia jakości (QA)⁷ (zwłaszcza tych, które mogą ujawnić, określić ilościowo i śledzić rozwój obciążenia określonej wielkości). Wskazane jest uzależnić uczestnictwo od zakresu wykorzystywania innych środków. Inne rodzaje środków QA obejmują, co najmniej:
 - regularne wykorzystanie (certyfikowanych) materiałów odniesienia;
 - porównanie analizy wykonanej niezależnymi technikami;

⁶ PN-EN ISO/IEC 17043:2010 Ocena zgodności – Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości.

⁷ Przepis PCA: QA – Quality Assurance.

- uczestnictwo w rozwoju/walidacji metody i/lub opracowywaniu charakterystyki materiałów odniesienia;
 - wykorzystywanie wewnętrznych środków sterowania jakością;
 - inne porównania międzylaboratoryjne/wewnątrzlaboratoryjne, np. analiza ślepych próbek w laboratorium.
- (2) Poziom ryzyka przedstawiony przez laboratorium, sektor, w którym laboratoria działają, lub metodyka, którą stosują. Można je określić biorąc pod uwagę, na przykład:
- liczbę wykonywanych badań/wzorcowań/pomiarów;
 - fluktuacja personelu technicznego;
 - doświadczenie i wiedzę personelu technicznego;
 - źródło spójności (np. dostępność materiałów odniesienia, wzorce państwowe, itd.);
 - znaną stabilność/niestabilność techniki pomiaru;
 - znaczenie oraz końcowe wykorzystanie danych z badań/wzorcowań (np. nauki sądowe są dziedziną, która wymaga wysokiego poziomu pewności).
- (3) Różne rodzaje badań biegłości (PT), które mogą być wykorzystane przez laboratoria, i zaleca się ich uznanie przez jednostki akredytujące, obejmują:
- badania biegłości (PT) organizowane przez inne niezależne organizacje, takie jak jednostki akredytujące, lub organizacje takie, jak ILAC, EA, APLAC oraz IRMM;
 - porównania międzylaboratoryjne organizowane przez wystarczającą liczbę laboratoriów jako działania jednorazowe lub ciągłe;
 - przekazanie próbki lub obiektu wykorzystywanego wewnątrz laboratorium do innego lub innych laboratoriów zewnętrznych w celu porównania danych.
- (4) Należy uznać, że istnieją sektory, w których uczestnictwo w badaniach biegłości (PT) może być trudne z powodu charakterystyki technicznej pomiaru, braku programów badań biegłości (PT), małej liczby laboratoriów działających w sektorze, itd. W niektórych dziedzinach badanie biegłości (PT) może być przeprowadzone lub ekonomicznie opłacalne tylko w części zakresu wykonywanych badań/wzorcowań (np. badania EMC prostych obiektów w zakresie ograniczonej liczby wielkości, które podlegają pomiarom). W tych obszarach odpowiedniość innych środków zapewnienia jakości / sterowania jakością (QA/QC)⁸ ma fundamentalne znaczenie.
- (5) Wszelkie wymagania prawne odnośnie częstości uczestnictwa w rodzajach badań biegłości (PT).

⁸ Przypis PCA; QC – Quality Control.

4. Poziom i częstość uczestnictwa

Zaleca się, aby pierwszym krokiem wykonywanym przez laboratorium było zidentyfikowanie tych poddyscyplin, które dotyczą jego akredytowanych badań/wzorcowania.

Najlepiej byłoby, gdyby laboratorium uczestniczyło w określonych badaniach biegłości (PT) dla każdej techniki pomiaru, którą wykorzystuje, oraz każdej właściwości, mierzonej w każdym wyrobie. Jednak wydaje się mało prawdopodobne, by było to wykonalne, zarówno pod względem logistycznym jak i ekonomicznym. Zaleca się zatem, aby jednostki akredytujące oczekiwały od laboratoriów określenia grup rodzajów technik pomiarów, właściwości i wyrobów, dla których wyniki badania biegłości (PT) w jednym z tych rodzajów mogą być bezpośrednio skorelowane z innymi rodzajami technik pomiarów, właściwości i wyrobów w ramach grupy. Grupy rodzajów technik pomiarów, właściwości i wyrobów są określane jako poddyscyplina.

Poddyscyplina, jak określono powyżej, może zawierać więcej niż jedną technikę pomiarową, właściwość lub wyrób, dopóki można wykazać ich równoważność i porównywalność. Pierwszą okolicznością, jaką zaleca się uwzględnić laboratorium przy określaniu poddyscypliny jest to, że ogólnie rzecz biorąc nie powinna zawierać rozbieżnych kompetencji technicznych. Rozbieżne kompetencje techniczne zwykle mogą być określone poprzez potrzebę odmiennych kwalifikacji, szkoleń oraz wykorzystania odmiennego wyposażenia, wiedzy lub doświadczenia.

Przy określaniu poddyscypliny pomocnym może być rozważenie etapowego podejścia, zaczynając od techniki pomiaru, poprzez właściwości, a kończąc na wyrobach. Tak jest, ponieważ bardziej prawdopodobne jest to, że z jedną techniką pomiaru w ramach danej poddyscypliny będzie związanych kilka wyrobów i/lub właściwości, niż odwrotnie:

- (i) W odniesieniu do **techniki pomiaru**: to jest możliwe, chociaż włączanie różnych technik pomiaru do tej samej poddyscypliny nie jest powszechnie stosowane,
- (ii) W odniesieniu do **właściwości**, która ma być zmierzona, oznaczona lub zidentyfikowana: to może być możliwe, aby włączyć do tej samej poddyscypliny więcej niż jedną właściwość (parametr),
- (iii) W odniesieniu do **wyrobów**, które mają być badane: to może być możliwe, aby włączyć do tej samej poddyscypliny różne wyroby pod warunkiem, że matryce, obiekty lub materiały zawarte w poddyscyplinie mają charakter równoważny.

Jeżeli laboratorium postanawia, że do tej samej poddyscypliny zostają zaklasyfikowane więcej niż jedna technika pomiaru, właściwość lub wyrób, zaleca się, aby jednostki akredytujące oceniły, czy laboratorium może uzasadnić i wykazać równoważność. Zazwyczaj można tego dokonać poprzez, np.:

- dane z walidacji metody; lub

- zastosowanie tej samej metody znormalizowanej.

Skoro tylko laboratorium określiło poddyscypliny, można uznać, że „poziom uczestnictwa” został zdefiniowany. Jednostki akredytujące będą także potrzebowały ocenić odpowiedniość „częstości uczestnictwa” laboratoriów bazując na poziomie ryzyka i zaleca się, aby oczekiwały, od laboratorium ustalenia minimalnej częstości uczestnictwa dla każdej poddyscypliny.

Zaleca się również rozważenie tego, że zgodnie z ISO/IEC 17025:2005 (5.9.1) laboratorium powinno mieć procedury sterowania jakością (jedną z których jest badanie biegłości (PT)) i sterowanie jakością powinno być planowane. Dlatego też, skoro tylko zostaną ustalone „poziom” i „częstość” uczestnictwa, będzie się oczekiwać od laboratoriów opracowania strategii badań biegłości, która weźmie pod uwagę te czynniki, które wskazano w „Zagadnieniach ogólnych”, w punktach 1-5. Zakres i zawartość tej strategii będą zależały od okoliczności oraz zakresu każdego laboratorium. Zaleca się, aby ta strategia była częścią ogólnej strategii sterowania jakością laboratorium.

Radzi się, aby strategia ta obejmowała, co najmniej, jeden cykl akredytacji (okres pomiędzy pełnymi ponownymi ocenami), a także, aby była co roku przeglądana przez laboratorium pod względem odpowiedniości, zazwyczaj podczas formalnego przeglądu zarządzania.

Klasyfikacja poddyscyplin może być odmienna dla każdego laboratorium. Z tego powodu zaleca się, aby jednostki akredytujące oczekiwały, iż laboratoria będą w stanie uzasadnić te argumenty techniczne, które były dla nich podstawą przy podejmowaniu decyzji dotyczącej „poziomu” i „częstości” uczestnictwa w badaniach biegłości (PT). Zaleca się, aby laboratoria udokumentowały to uzasadnienie.

5. Analiza przypadków

Sprawą każdego laboratorium jest rozważenie, jak wiele poddyscyplin będzie właściwie obejmować zakres jego prac, a przez to określać jego „poziom” i „częstość” uczestnictwa w badaniach biegłości (PT), które zaleca się szczegółowo określić w strategii badania biegłości (PT). Przedstawiono kilka analiz przypadków, w celu zilustrowania tego, jak laboratorium może dokonać przeglądu swojego zakresu pracy i w ten sposób określić liczbę poddyscyplin. Tym nie mniej, te analizy przypadków są jedynie przykładami możliwego podejścia do tych kwestii i nie zaleca się postrzegania ich jako zupełne i ostateczne; jest sprawą jednostki akredytującej, aby omówić strategię badania biegłości (PT) z każdym laboratorium na podstawie jego specyficznej sytuacji.

Analiza przypadku 1 – Laboratorium badawcze chemii środowiska

Akredytowane badania wykonywane przez laboratorium:

- Polichlorowane bifenyle (PCB) w glebie i osadzie ściekowym; metoda GC-MS.
- Węglowodory aromatyczne (PAH) w glebie i osadzie ściekowym; metoda GC-MS.
- Lotne związki organiczne (VOC) w wodzie; metoda Purge and Trap GC-MS.
- Metale w glebie, osadzie ściekowym i wodzie; metoda ICP-MS.
- pH w glebie, osadzie ściekowym i wodzie.

Względy do rozpatrzenia przy określaniu poddyscyplin

Odnosnie pH, laboratorium ustala, że stosuje tą samą znormalizowaną metodę ISO w odniesieniu do wszystkich trzech matryc (gleby, wody i osadu ściekowego). Ta metoda ISO została zwalidowana w odniesieniu do wszystkich trzech matryc i w związku z tym laboratorium określa jedną poddyscyplinę.

W odnoszeniu do analizy metali, laboratorium ustala, że korzysta z tej samej techniki pomiarowej (ICP-MS) w badaniu wszystkich trzech matryc (gleby, wody i osadu ściekowego). Jednakże przygotowanie próbek wody w porównaniu z glebą i osadem ściekowym jest znacząco inne. W związku z tym laboratorium ustala, że nie może zadeklarować tych trzech matryc jako jednej poddyscypliny ale, ponieważ możliwe jest wykazanie porównywalności metodyk dla gleby i osadu ściekowego, te dwie matryce mogą być objęte jedną poddyscypliną. Dlatego też laboratorium określa dwie dalsze poddyscypliny.

Jeżeli idzie o analizy PAH oraz PCB, laboratorium ustala, że wykorzystuje tą samą technikę pomiaru (GC-MS), a ekstrakcja z matryc (gleba i osad ściekowy) jest identyczna dla nich obu. Jednakże w trakcie początkowej walidacji metod okazuje się oczywistym, że PCB oraz PAH są ekstrahowane w odmienny sposób poprzez zmiany w metodyce, stąd też akceptowalne lub problematyczne wyniki analizy PCB niekoniecznie oznaczałyby to samo dla PAH (i odwrotnie). Dlatego laboratorium określa dwie kolejne poddyscypliny.

W przypadku metody VOC, laboratorium uwzględnia tylko jedną matrycę (woda). Jednakże laboratorium jest świadome, że metoda ta może być wykorzystana do analizy kilku różnych właściwości, które potencjalnie mogłyby reagować w różny sposób na problemy z metodą. Laboratorium wykazało, na podstawie danych z walidacji metody, że różniące się właściwości reagują w porównywalny sposób na zmienność metody. Dlatego laboratorium określa jedną dodatkową poddyscyplinę.

Poddyscypliny, które zidentyfikowano w tym przykładzie:

- Polichlorowane bifenyle (PCB) w glebie i osadzie ściekowym; metoda GC-MS.
- Węglowodory aromatyczne (PAH) w glebie i osadzie ściekowym; metoda GC-MS.
- Lotne związki organiczne (VOC) w wodzie; metoda Purge and Trap GC-MS.
- Metale w glebie i osadzie ściekowym; metoda ICP-MS.
- Metale w wodzie; metoda ICP-MS.
- pH w glebie, osadzie ściekowym i wodzie.

Analiza przypadku 2 – Laboratorium badawcze w dziedzinie mikrobiologii

Akredytowane badania wykonywane przez laboratorium:

- Liczba *Escherichia coli* w mięsie.
- Liczba *Salmonella* w mięsie.
- Liczba *Escherichia coli* w warzywach.
- Liczba *Salmonella* w warzywach.
- Liczba *Escherichia coli* w produktach mlecznych.
- Liczba *Escherichia coli* w wodzie pitnej.
- Liczba *Escherichia coli* w wodzie z basenów pływackich.

Względy do rozpatrzenia przy określaniu poddyscyplin:

W odniesieniu do badania liczby *Escherichia coli*, laboratorium ustala, że korzysta z tej samej metody podczas analizy próbek mięsa i próbek warzyw. Metoda ta została zwalidowana dla tych dwóch rodzajów matryc i dlatego laboratorium określa ją jako jedną poddyscyplinę. Jednakże metoda ta nie została zwalidowana dla produktów mlecznych, a laboratorium wykorzystuje inną metodę dla tych rodzajów próbek. Stąd laboratorium określa następną poddyscyplinę.

Do badania liczby *Salmonella* laboratorium wykorzystuje metodę inną od tej, która jest wykorzystywana do wyznaczenia liczby *Escherichia coli*. Tym niemniej, metoda ta została zwalidowana dla obu matryc – mięsa i warzyw, i dlatego laboratorium wskazuje kolejną poddyscyplinę.

Co do liczby *Escherichia coli* w wodzie, mimo tego że stosuje się różne techniki dotyczące pobierania próbek i ich wstępnego przygotowania, stosowana metoda (która różni się od metody wykorzystywanej do produktów żywnościowych) została zwalidowana zarówno dla wody pitnej jak i wody z basenów pływackich, stąd określono następną poddyscyplinę.

Poddyscypliny, które określono w tym przykładzie:

- Liczba *Escherichia coli* w mięsie i warzywach.
- Liczba *Escherichia coli* w produktach mlecznych.
- Liczba *Salmonella* w mięsie i warzywach.
- Liczba *Escherichia coli* w wodzie pitnej oraz w wodzie z basenów pływackich.

Analiza przypadku 3 – Laboratorium medyczne

Akredytowane badania wykonywane przez laboratorium:

- Badanie przesiewowe dotyczące nadużycia narkotyków; krew; metody immunoenzymatyczne ELISA oraz EIA w fazie ciekłej.
- Badanie przesiewowe dotyczące nadużycia narkotyków; mocz; metody immunoenzymatyczne ELISA oraz EIA w fazie ciekłej.
- Potwierdzenie obecności amfetaminy w krwi i moczu; metoda GC-MS.
- Potwierdzenie obecności amfetaminy w moczu; metoda GC-MS.
- Potwierdzenie obecności kodeiny w krwi; metoda GC-MS.
- Potwierdzenie obecności kodeiny w moczu; metoda GC-MS.
- Potwierdzenie obecności diazepamu w krwi; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności diazepamu w moczu; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności kokainy w krwi; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności kokainy w moczu; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności EDDP w krwi; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności EDDP w moczu; metoda LC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności buprenorfiny w krwi; metoda GC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności buprenorfiny w moczu; metoda GC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności tetrahydrokannabinolu w krwi; metoda GC-MS-MS.
- Potwierdzenie obecności tetrahydrokannabinolu w moczu; metoda GC-MS-MS.

Względy do rozpatrzenia przy określaniu poddyscyplin:

Obie metody, wykorzystywane w badaniu przesiewowym dotyczącym nadużycia narkotyków, są różne, jednakże obie zostały zwalidowane do wykorzystania zarówno z próbkami krwi jak i moczu. Stąd, laboratorium określa dwie poddyscypliny.

Trzy techniki chromatograficzne, wykorzystywane do potwierdzenia nadużycia różnych środków psychoaktywnych, są bardzo różne, chociaż każda została zwalidowana zarówno dla krwi jak i moczu. Co więcej, uważa się, że każdy z różniących się systemów detekcji należy do oddzielnej poddyscypliny. Te środki farmaceutyczne są uznawane jako równoważne z punktu widzenia kompetencji pomimo tego, że należą do różnych rodzin wyrobów. Stąd laboratorium swoje badania potwierdzające określa jako trzy następane poddyscypliny.

Poddyscypliny, które określono w tym przykładzie:

- Badanie przesiewowe dotyczące nadużycia narkotyków; krew i mocz; metoda ELISA.
- Badanie przesiewowe dotyczące nadużycia narkotyków; krew i mocz; metoda EIA w fazie ciekłej.
- Potwierdzenie obecności amfetaminy i kodeiny w krwi i moczu; metoda GC-MS*.
- Potwierdzenie obecności diazepam, kokainy i EDDP w krwi i moczu; metoda LC-MS-MS*.
- Potwierdzenie obecności buprenorfiny i tetrahydrokannabinolu w krwi i moczu; metoda GC-MS-MS*.

*Uwaga: Różne środki farmaceutyczne zostały połączone w jednej poddyscyplinie dla każdego systemu detekcji na podstawie tego, że są równoważne z punktu widzenia kompetencji. Pomimo tego połączenia nie sugeruje się, że są one równoważne w kategoriach możliwości metody i realizacji w laboratorium. Dlatego też oczekuje się od laboratoriów uczestniczenia w takich badaniach biegłości, które w szczególności będą obejmować, w określonym czasie, wszystkie środki farmaceutyczne znajdujące się w jego zakresie. Oczekuje się, że będzie to jasno i szczegółowo przedstawione w strategii dotyczącej badań biegłości.

Analiza przypadku 4 – Laboratorium badań właściwości fizycznych

Akredytowane badania wykonywane przez laboratorium:

- Odporność na kruche pękanie i propagacja pęknięć zmęczeniowych w metalach i stopach metali (ASTM E 399)
- Próby rozciągania i ściskania metali i stopów metali (przykład: EN 10002 część 1)
- Próby rozciągania i ściskania tworzyw sztucznych (ISO 527-1)
- Próba twardości Brinella (ISO 6506), Vickersa (ISO 6507) oraz Rockwella (ISO 6508)
- Próba udarnościowa Charpy'ego zgodnie z ISO 148-1
- Wyznaczanie wielkości ziarna (ISO 643)
- Optyczna spektrometria emisyjna (oznaczanie ilościowe składników stopowych w matrycy stalowej, procedura opracowana w laboratorium)

Względy do rozpatrzenia przy określaniu poddyscyplin:

Wiele akredytowanych laboratoriów wykonuje wymienione działania w dziedzinie badań mechanicznych. Normy ISO, EN lub ASTM opisują metody badań. Normy zazwyczaj określają wymagane wyposażenie oraz inne parametry związane z badaniami. Wymienione badania są wykonywane z wykorzystaniem tych samych lub różnych typów wyposażenia wymagającego określonego statusu wzorcowania i właściwej wiedzy personelu wykonującego badania.

W badaniu propagacji pęknięć zmęczeniowych i odporności na kruche pękanie wykorzystuje się tą samą technikę, a metoda (ASTM E 399) została zwalidowana dla metali i stopów metali. Stąd laboratorium określa jedną poddyscyplinę.

Próby rozciągania i ściskania metali i stopów metali są oparte na tej samej technice pomiaru. Ponieważ jednak badanie propagacji pęknięcia zmęczeniowego w metalach i stopach metali obejmuje zdolność pomiarową badania na rozciąganie/ściskanie, laboratorium nie określiło potrzeby wykonania dodatkowych badań biegłości (PT) dla metali i stopów metali. (Uwaga: uczestnictwo w badaniach biegłości (PT) w zakresie badań na rozciąganie/ściskanie może nie być wystarczające, aby objąć badania propagacji pęknięć zmęczeniowych). Zazwyczaj, w badaniach wytrzymałościowych próbek okrągłych lub płaskich wykorzystuje się odpowiednie maszyny o różnych możliwościach obciążania. Podstawowe wymagania dotyczą pomiaru obciążenia, klasa 1 ($\pm 1\%$), oraz pomiaru wydłużenia ($\pm 1\%$). Obliczenia wyników uzyskiwanych tymi metodami są obecnie wykonywane przez systemy komputerowe, które są skonfigurowane przez producenta maszyny lub użytkownika, który ma dostęp do oprogramowania. Zasadniczo, w badaniu tym są wyznaczane wytrzymałość oraz wydłużenie stali. W odniesieniu do określonych materiałów, obróbka mechaniczna próbki ma krytyczne znaczenie dla zachowania materiału w trakcie próby oraz otrzymanych wyników.

Do przeprowadzenia prób rozciągania tworzyw sztucznych można wykorzystywać podobny system badań, lecz zazwyczaj potrzebne są mniejsze obciążenia. Wyposażenie uzupełniające⁹ jest odmienne z powodu wysokiej plastyczności

⁹ *Przypis PCA:* na przykład uchwyty próbek

tworzyw sztucznych. Dodatkowo, definicje wyznaczanych parametrów są odmienne w ISO 527. Wyposażenie musi być wzorcowane raz na rok, natomiast wykorzystanie materiałów odniesienia jest ograniczone do niewielkiej liczby laboratoriów. Ponieważ wykorzystywana jest odmienna metoda, laboratorium określa następną poddyscyplinę.

W próbie twardości Brinella (ISO 6506) lub Vickersa (ISO 6507) wykorzystuje się kulkę lub ostrosłup w celu zrobienia wgniecenia w powierzchni materiału zrobionego ze stali. Następnie mierzone są przekątne wgniecenia i obliczana jest twardość materiału. W związanych seriach norm ISO 6506-1 oraz ISO 6507-1 określone są wymagania dotyczące bezpośrednio statusu wzorcowania (obciążenie, wgłębnik, urządzenie do mierzenia długości). Wzorcowania muszą być powtarzane raz na rok i przed badaniem obowiązkowe jest wykorzystywanie certyfikowanych materiałów odniesienia. Stąd laboratorium określa kolejną poddyscyplinę dla obu tych metod.

Próba twardości Rockwella (ISO 6508-1) wykorzystuje inną procedurę pomiaru niż próby twardości Brinella i Vickersa. Zgodnie z ISO 6508 można wykorzystywać odmienne typy wgłębników w celu uzyskania wgniecenia w powierzchni metali zgodnie z wcześniej zdefiniowanymi warunkami obciążania. W tym badaniu mierzona jest głębokość wgniecenia z wykorzystaniem specjalnej procedury badania. W normie ISO podane są wymagania dotyczące wzorcowania oraz stosowania certyfikowanych materiałów odniesienia. Dlatego laboratorium identyfikuje następną poddyscyplinę.

Norma dotycząca prób udarnościowych Charpy'ego, ISO 148-1, definiuje rozmiary próbki. Wyposażenie do badań jest wzorcowane raz na rok i norma dodatkowo wymaga specjalnego materiału odniesienia w celu pośredniego wzorcowania całego stanowiska. Mierzona jest energia zużyta. Laboratorium określa kolejną poddyscyplinę.

W celu wyznaczenia wielkości ziarna (ISO 643) powierzchnia stali jest przygotowywana w specjalny sposób: szlifowana, polerowana, wytrawiana w celu ujawnienia granic ziaren w materiale. Po tym etapie przygotowania, wykorzystywany jest mikroskop z wywzorcowanym powiększeniem w celu pomiaru wielkości ziarna i obliczenia, zgodnie z normą, związanych parametrów. Laboratorium określa następną poddyscyplinę.

Optyczna spektrometria emisyjna jest wykorzystywana przez wiele laboratoriów do identyfikacji stopów metali. Do wzorcowania wyposażenia wykorzystuje się certyfikowane materiały odniesienia oraz wewnątrzlaboratoryjne wzorce wtórne. Laboratorium określa następną poddyscyplinę.

Poddyscypliny, które określono w tym przykładzie:

- Odporność na kruche pękanie i propagacja pęknięć zmęczeniowych w metalach i stopach metali.
- Próba rozciągania tworzyw sztucznych.
- Próba twardości Brinella lub Vickersa.
- Próba twardości Rockwella.
- Próba udarowości sposobem Charpy'ego.
- Wyznaczanie wielkości ziarna.
- Optyczna spektrometria emisyjna.

Analiza przypadku 5 – Podejście matrycowe (chemia kliniczna)

Akredytowane badania wykonywane przez laboratorium:

- Hormon FSH w krwi; metoda – chemiluminescencja
- Hormon LH w krwi; metoda – chemiluminescencja
- Kwas foliowy w krwi; metoda – chemiluminescencja
- Wapń w krwi i moczu; metoda – elektrochemia
- Potas w krwi i moczu; metoda – elektrochemia
- Krioglobuliny w krwi; metoda – elektroforeza
- Karbamazepina w krwi; metoda – test immunologiczny
- Cyklosporyna w krwi; metoda – test immunologiczny
- Transferyna w krwi i moczu; metoda – nefelometria
- α 2-makroglobulina w krwi i moczu; metoda – nefelometria
- Enzym ALAT w krwi; metoda – spektroskopia UV-VIS
- Enzym ASAT w krwi; metoda – spektroskopia UV-VIS
- Magnez w krwi i moczu; metoda – spektroskopia UV-VIS

Względy do rozpatrzenia przy określaniu poddyscyplin:

Zaleca się laboratorium, aby w celu określenia poddyscyplin sporządzić listę wszystkich technik pomiarów, które wykorzystuje w ramach swojego zakresu, wszystkich właściwości, którymi mogą być indywidualne parametry lub grupy równoważnych parametrów, oraz wszystkich obiektów¹⁰, jak pokazano poniżej.

Techniki pomiarów

Chemiluminescencja
Elektrochemia
Elektroforeza
Test immunologiczny
Nefelometria
Spektroskopia UV-VIS

Właściwości

Środki farmaceutyczne (karbamazepina, cyklosporyna)
Elektrolity (wapń, potas, magnez)
Enzymy (ALAT, ASAT)
Hormony (FSH, LH)
Specjalne białka (krioglobulina, transferyna, α 2-makroglobulina)
Witaminy (kwas foliowy)

Obiekty

Krew
Mocz

¹⁰ *Przypis PCA*; w oryginale „product” – ale w tym wypadku „obiekt” wydaje się bardziej właściwe niż „wyrób” jak podano w punkcie 2.

Lista analiz:

Zaleca się, aby spośród przedstawionych na liście technik pomiarów, właściwości i obiektów, laboratorium połączyło każdy indywidualny parametr z jedną techniką pomiaru, jedną właściwością oraz jednym obiektem, jak to pokazano w tabeli poniżej.

Parametr	Technika pomiaru	Właściwość	Obiekt
FSH	Chemiluminescencja	Hormony	Krew
LH	Chemiluminescencja	Hormony	Krew
Kwas foliowy	Chemiluminescencja	Witaminy	Krew
Wapń	Elektrochemia	Elektrolity	Krew
Wapń	Elektrochemia	Elektrolity	Mocz
Potas	Elektrochemia	Elektrolity	Krew
Potas	Elektrochemia	Elektrolity	Mocz
Krioglobuliny	Elektroforeza	Specjalne białka	Krew
Karbamazepina	Test immunologiczny	Środki farmaceutyczne	Krew
Cyklosporyna	Test immunologiczny	Środki farmaceutyczne	Krew
Transferyna	Nefelometria	Specjalne białka	Krew
Transferyna	Nefelometria	Specjalne białka	Mocz
α 2-makroglobulina	Nefelometria	Specjalne białka	Krew
α 2-makroglobulina	Nefelometria	Specjalne białka	Mocz
ALAT	Spektroskopia UV-VIS	Enzymy	Krew
ASAT	Spektroskopia UV-VIS	Enzymy	Krew
Magnez	Spektroskopia UV-VIS	Elektrolity	Krew
Magnez	Spektroskopia UV-VIS	Elektrolity	Mocz

Matryca wynikowa:

Następnie, na podstawie listy analiz, laboratorium może ustalić matrycę, która uwzględni poddyscypliny, jak to pokazano poniżej. Jeżeli liczba obiektów jest ograniczona, mogą być uwzględnione w matrycy. W przeciwnym razie, ocena obiektów może być przeprowadzona oddzielnie.

Technika pomiaru	Właściwość		Środki farmaceutyczne		Elektrolity		Enzymy		Hormony		Specjalne białka		Witaminy	
	K*	M*	K*	M*	K*	M*	K*	M*	K*	M*	K*	M*	K*	M*
Chemiluminescencja									X				X	
Elektrochemia			X	X										
Elektroforeza											X			
Test immunologiczny	X													
Nefelometria											X	X		
Spektroskopia UV-VIS			X	X	X									

* K – krew; M - moczu

Poddyscypliny, które określono w tym przykładzie:

- Hormony w krwi; metoda – chemiluminescencja
- Witaminy w krwi; metoda – chemiluminescencji
- Elektrolity w krwi i moczu; metoda – elektrochemia
- Specjalne białka w krwi; metoda – elektroforeza
- Środki farmaceutyczne w krwi; metoda – test immunologiczny
- Specjalne białka w krwi i moczu; metoda – nefelometria
- Elektrolity w krwi i moczu; metoda – spektroskopia UV-VIS
- Enzymy w krwi; metoda – spektroskopia UV-VIS

Uwaga: Różne obiekty zostały połączone w jednej poddyscyplinie dla każdego systemu oznaczania na podstawie tego, że są równoważne z punktu widzenia kompetencji. Pomimo tego połączenia nie sugeruje się, że są one równoważne w kategoriach możliwości metody i realizacji w laboratorium. Dlatego też oczekuje się od laboratoriów uczestniczenia w takich badaniach biegłości, które w szczególności będą obejmować, w określonym czasie, wszystkie obiekty znajdujące się w jego zakresie. Oczekuje się, że będzie to jasno i szczegółowo przedstawione w strategii dotyczącej badań biegłości.